STUDI KADAR ASAM SALISILAT DALAM BENTUK SEDIAAN SALEP, GEL DAN FACIAL WASH DENGAN METODE TITRASI

[1]Anissa Utami*, [2]Gandes Winarni, [3]Dewi Paula Hoirida, [4]Fakhrul Hidayah, [5]Raihanul Jannah
[1,2,3,4,5]STIKes Widya Dharma Husada Tangerang, Jl. Pajajaran No.1, Banten 15417, Indonesia
E-mail: anissautami@wdh.ac.id

ABSTRACT

Salicylic acid is an active pharmaceutical ingredient widely used in topical products due to its keratolytic and anti-inflammatory properties. This study aims to compare the stability of salicylic acid in three different topical dosage forms: ointment, gel, and facial wash. Each formulation contains varying concentrations, specifically 1% in the ointment, 2% in the gel, and 0.5% in the facial wash. The content was determined using the bromometric titration method, based on a redox reaction between active bromine and salicylic acid. The excess bromine was converted to free iodine and titrated with sodium thiosulfate. The results showed that the ointment exhibited the highest purity at 82%, followed by facial wash at 80%, and gel at 68%. These findings indicate that the type and base of dosage form significantly affect the stability of salicylic acid. Lipophilic preparations such as ointments provide better protection against degradation compared to hydrophilic systems. This study provides essential insights for selecting optimal dosage forms in the formulation of stable topical salicylic acid products.

Keywords: (Salicylic acid, ointment, gel, facial wash, stability)

ABSTRAK

Asam salisilat merupakan bahan aktif yang banyak digunakan dalam sediaan topikal karena sifat keratolitik dan antiinflamasinya. Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan kestabilan kadar asam salisilat pada tiga bentuk sediaan topikal, yaitu salep, gel, dan facial wash. Masing-masing sediaan mengandung kadar yang berbeda, yaitu 1% pada salep, 2% pada gel, dan 0,5% pada facial wash. Penetapan kadar dilakukan dengan metode titrasi bromometri, yang didasarkan pada reaksi redoks antara brom aktif dan asam salisilat. Kelebihan brom yang tidak bereaksi diubah menjadi iodin bebas dan dititrasi menggunakan natrium tiosulfat. Hasil analisis menunjukkan bahwa salep memiliki kadar kemurnian tertinggi sebesar 82%, diikuti facial wash sebesar 80%, dan gel sebesar 68%. Temuan ini menunjukkan bahwa bentuk dan basis sediaan berpengaruh signifikan terhadap kestabilan zat aktif. Sediaan berbasis lipofilik seperti salep cenderung lebih stabil dibandingkan sediaan hidrofilik. Penelitian ini memberikan informasi penting untuk pemilihan bentuk sediaan yang optimal dalam pengembangan produk topikal berbasis asam salisilat.

Kata kunci: (Asam salisilat, salep, gel, facial wash, kestabilan)

PENDAHULUAN

Asam salisilat adalah senyawa hidroksil yang umum digunakan dalam produk dermatologi dan kosmetik sebagai agen keratolitik dan antiinflamasi untuk mengatasi berbagai masalah kulit, termasuk jerawat (Annysavia & Jayadi, 2022). Penggunaannya luas dalam berbagai sediaan topikal, seperti salep dan produk pembersih wajah (facial wash), yang memiliki sifat fisik dan kimia yang berbeda, sehingga mempengaruhi perilaku stabilitas senyawa tersebut (Wiśniewska et al., 2023).

Salep merupakan sediaan semi-padat dengan basis lipofilik yang digunakan untuk meningkatkan penetrasi bahan aktif dan menjaga kelembapan kulit (Kaushal & Upadhyaya,

2022a). Menurut (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995), Gel kadang-kadang disebut jeli, merupakan sistem semipadat terdiri dari suspensi yang dibuat dari partikel anorganik yang kecil atau molekul organik yang besar, terpenetrasi oleh suatu cairan. Sebaliknya, facial wash adalah sediaan cair hidrofilik yang digunakan untuk membersihkan kulit dengan menghilangkan kotoran dan minyak, serta mengandung surfaktan dan bahan penstabil (Hamka et al., 2023). Perbedaan komposisi ini menyebabkan karakteristik stabilitas asam salisilat dalam kedua sediaan tersebut berbeda.

Titrasi adalah metode analitik untuk kuantifikasi zat terlarut. Metode ini memerlukan reaksi kimia yang lengkap antara analit (titran) dan pereaksi (titran). Analit yang diketahui konsentrasinya bereaksi dengan titran dan konsentrasinya diukur(I Nyoman Rio Indrajaya, 2021). Titrasi bromometri adalah metode penentuan kadar dengan menggunakan larutan brom atau menggunakan brom yang dibuat dari larutan KBrO3 dengan KBr dalam suasana asam. Reaksi yang dapat terjadi pada titrasi bromometri adalah reaksi substitusi, reaksi adisi, dan reaksi redoks. Reaksi substitusi dalam suatu zat di mana atom H dipertukarkan. Reaksi adisi terjadi ketika ikatan rangkap dalam suatu molekul terputus atau jenuh karena ikatan dengan brom (Wahdania et al., 2025).

Uji stabilitas bahan aktif dalam sediaan farmasi sangat penting untuk menjaga efektivitas dan keamanan produk selama masa simpan. Faktor lingkungan seperti suhu, pH, dan kelembaban dapat menyebabkan degradasi bahan aktif, termasuk asam salisilat, yang berdampak pada penurunan konsentrasi dan kualitas produk (Narasimha Murthy & Repka, 2018). Oleh karena itu, penting untuk mempelajari bagaimana bentuk sediaan mempengaruhi stabilitas bahan aktif selama penyimpanan. Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan stabilitas kadar asam salisilat dalam bentuk salep, gel, dan facial wash. Hasil penelitian diharapkan dapat menjadi dasar dalam pengembangan formulasi produk yang lebih stabil dan efektif.

METODE

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium yang dilakukan untuk menentukan dan membandingkan kadar asam salisilat dalam dua bentuk sediaan topikal, yaitu salep dan facial wash, dengan menggunakan metode titrasi bromometri.

1. Alat dan Bahan Alat

   Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi timbangan analitik, pipet volumetri (10 mL), buret (50 mL), gelas ukur (100 mL), labu erlenmeyer (250 mL), labu ukur (100 mL dan 500 mL), corong, batang pengaduk, pipet tetes, serta kertas perkamen.

2. Bahan

   Bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari sampel uji dan reagen kimia. Sampel uji berupa dua sediaan topikal komersial yang mengandung asam salisilat,yaitu salep, gel dan facial wash. Reagen kimia yang digunakan meliputi kalium bromat ($KBrO_3$) 0,1 N sebagai oksidator, kalium bromida (KBr) sebagai sumber ion bromida, asam klorida (HCl) pekat sebagai medium asam, natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,1 N sebagai titran, serta indikator kanji sebagai penunjuk titik akhir titrasi. Selain itu, digunakan pelarut pendukung berupa aquadest dan etanol 96% untuk melarutkan atau mengekstraksi asam salisilat dari matriks sediaan.

3. Prosedur Kerja
   a. Penetapan Kadar Sampel

   Masing-masing sampel salep, Gel dan facial wash komersial yang mengandung asam salisilat ditimbang 30 mg secara akurat, kemudian dilarutkan dalam 10 mL etanol di dalam labu Erlenmeyer. Selanjutnya, ditambahkan 3 mL larutan kalium bromida (KBr) 0,1 N dan 5 mL asam klorida (HCl) pekat untuk menciptakan kondisi asam yang diperlukan dalam proses pembentukan brom aktif. Larutan tersebut didiamkan dalam kondisi gelap selama 5 menit untuk memastikan reaksi brominasi berlangsung sempurna. Setelah itu, ditambahkan 10 mL larutan kalium iodida (KI) 10% sebagai reagen reduktor. Campuran dikocok hingga terbentuk warna coklat akibat terbentuknya iodin bebas (I_2). Kemudian, ditambahkan 5 mL kloroform untuk mengekstrak iodin ke dalam fase organik dan 1 mL larutan indikator amilum (pati). Larutan selanjutnya dititrasi dengan natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,1 N hingga warna biru hilang dan larutan menjadi tidak berwarna, yang menandakan titik akhir titrasi telah tercapai.

   b. Pembakuan larutan bromin 0,1 N dengan Natrium Tiosulfat

   Pipet secara seksama 25 mL larutan bromin ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Encerkan dengan 120 mL aquadest dan tambahkan 5 mL KI (16,5 KI dalam 100 mL aquadest). Homogenkan, biarkan 5 menit pada suhu kamar. Titrasi iodin bebas dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N dengan menggunakan indikator kanji.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan analisis kadar asam salisilat dengan menggunakan metode titrasi bromometri. Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu dalam bentuk sediaan salep, gel dan facial wash dengan kadar asam salisilat yang berbeda beda pada masing masing sediaan. Masing-masing sediaan mengandung kadar asam salisilat yang berbeda, yaitu 1% pada salep dengan berat bersih (netto) 6 gram, 2% pada gel dengan netto 5 gram, dan 0,5% pada facial wash dengan netto 50 gram. Berikut merupakan data hasil titrasi yang diperoleh:

Tabel 1. Hasil Volume Titrasi Sampel dan Blanko

Sampel	Volume 1 (ml)	Volume 2 (ml)	Volume 3 (ml)	Volume Rata-Rata (ml)
Salep	4,5	4,2	4,2	4,26
Gel	6	6	6,3	6,1
Facial wash	5,2	5,2	5,4	5,26
Blanko	15	15	15	15

Penentuan kandungan asam salisilat dalam studi ini menggunakan metode titrasi bromometri, yang merupakan metode titrasi tidak langsung yang didasarkan pada reaksi redoks. Dalam prosedur ini, asam salisilat dalam sampel bereaksi dengan brom aktif yang dihasilkan dari campuran kalium bromat dan kalium bromida dalam media asam.

$$KBrO_3 + 5\ KBr + 6\ HCl \rightarrow 3Br_2 + 5\ KCl + 3H_2O + 6KCl$$

Brom yang terbentuk kemudian bereaksi dengan asam salisilat melalui mekanisme substitusi elektrofilik aromatik, di mana gugus brom menggantikan atom hidrogen pada cincin aromatik asam salisilat. Reaksi ini sebanding dengan jumlah asam salisilat dalam sampel. Sisa brom yang tidak bereaksi akan diubah menjadi iodin (I_2) melalui reaksi dengan kalium iodida (KI),

$$Br_2 + 2KI \rightarrow I_2 + 2\ KBr$$

Iodin yang terbentuk dititrasi dengan natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) menggunakan indikator kanji. Penambahan kanji sebagai indicator memberikan warna biru pada larutan. Reaksi titrasi antara iodin dan tiosulfat mengikuti persamaan:

$$I2 + Na2S2O3 \square 2NaI + Na2S4O6$$

Titik akhir titrasi ditandai dengan hilangnya warna biru dari kompleks iodin kanji. Volume titran natrium tiosulfat yang dibutuhkan menunjukkan jumlah iodin bebas, dan selisihnya dibandingkan volume blanko menunjukkan jumlah brom yang telah bereaksi dengan asam salisilat. Dari sini, kadar zat aktif dihitung menggunakan rumus berikut:

mg as.salisilat = V (blanko- sampel) $Na_2S_2O_3$ x N $Na_2S_2O_3$ x BE as.salisilat

$$\text{Kadar asam salisilat} = \frac{\text{mg.as.salisilat}}{\text{berat yang ditimbang}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar kemurnian} = \frac{\text{Kadar aktual}}{\text{Kadar etiket}} \times 100\%$$

Tabel 2. Hasil Kadar dan Kemurnian Asam Salisilat

Jenis Sediaan	Kadar Etiket (%)	Kadar aktual (%)	Kadar kemurnian (%)
Salep	1,0	0,82	82
Gel	2,0	1,36	68
Facial Wash	0,5	0,4	80

Berdasarkan hasil titrasi, kadar kemurnian asam salisilat dalam salep sebesar 82%, facial wash sebesar 80%, dan gel sebesar 68%. Nilai ini menunjukkan bahwa bentuk sediaan memberikan pengaruh signifikan terhadap stabilitas asam salisilat. Salep, yang berbasis lipofilik, memberikan kestabilan tertinggi. Basis lemak yang digunakan dalam salep bekerja sebagai pelindung terhadap air dan oksigen, dua faktor utama yang mempercepat degradasi bahan aktif dalam sediaan topical (Kaushal & Upadhyaya, 2022a). Sebaliknya, gel merupakan sediaan semi-padat berbasis air (hidrogel) yang membentuk sistem koloid. Kandungan air tinggi ini membuat gel lebih rentan terhadap reaksi degradasi seperti hidrolisis dan oksidasi, yang menjelaskan rendahnya kemurnian yang diperoleh (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995). Facial wash menunjukkan kemurnian yang hampir setara dengan salep, meskipun merupakan sediaan cair dan hidrofilik. Kemungkinan hal ini dipengaruhi oleh adanya surfaktan dan bahan penstabil dalam formula facial wash yang membantu menjaga kestabilan asam salisilat (Hamka et al., 2023).

Dengan demikian, hasil penelitian ini menggarisbawahi akan pentingnya mempertimbangkan bentuk sediaan dan komposisi basis dalam menjaga kestabilan asam salisilat. Salep terbukti sebagai sediaan yang paling stabil, sedangkan gel membutuhkan perhatian lebih dalam formulasi. Pengetahuan ini dapat menjadi panduan penting dalam pengembangan produk dermatologis berbasis asam salisilat, untuk memastikan efektivitas dan kualitas produk selama masa simpan (Wiśniewska et al., 2023).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa bentuk dan basis sediaan topikal berperan penting dalam menentukan kestabilan asam salisilat. Sediaan salep menunjukkan stabilitas tertinggi dengan kadar kemurnian mencapai 82%, diikuti oleh facial wash sebesar 80%, dan gel yang memiliki kestabilan terendah yaitu 68%. Perbedaan ini berkaitan erat dengan sifat fisikokimia basis masing-masing sediaan, di mana salep yang bersifat lipofilik mampu melindungi asam salisilat dari degradasi lebih efektif dibandingkan gel dan facial wash yang bersifat hidrofilik. Hasil ini menunjukkan bahwa pemilihan bentuk sediaan yang tepat sangat krusial dalam formulasi produk dermatologis, terutama untuk zat aktif yang rentan terhadap degradasi seperti asam salisilat. Oleh karena itu, salep dapat dipertimbangkan sebagai bentuk sediaan yang lebih stabil dan direkomendasikan untuk mempertahankan efektivitas dan kualitas produk selama penyimpanan.

DAFTAR PUSTAKA

Annysavia, R. R. S. S., & Jayadi, L. (2022). Analysis of Salicylic Acid in Face Creams Circulating in The Big Market Malang City. *(Journal Of Pharmacy and Science)*, *6*(1), 14–20.

Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *fi-edisi-4_compress* (IV). Departemen Kesehatan Republik Indonesia.

Hamka, N., Hasrawati, A., Zulkarnain, I., Author, C., Studi Sarjana Farmasi, P., & Magister Farmasi Fakultas Farmasi, P. (2023). FORMULASI DAN EVALUASI SIFAT FISIK DARI SEDIAAN FACE WASH YANG MENGANDUNG EKSTRAK AIR BUNGA KESUMBA TURATE (Carthamus tinctorius L.). (Formulation and Evaluation of The Physical Properties Face Wash Preparations That Contain Carthamus Water Extract). In *Jurnal Farmasi Desember* (Vol. 15, Issue 2).

I Nyoman Rio Indrajaya, A. N. I. P. (2021). Titrator Otomatis untuk Mengukur Kadar Kalsium Karbonat (CaCO3) pada Batu Kapur. *TEKNIK ITS*, *10*.

Kaushal, D., & Upadhyaya, N. (2022). REVIEW ON OINTMENT. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Medicine*, *7*(10), 30–38. https://doi.org/10.47760/ijpsm.2022.v07i10.003

Narasimha Murthy, S., & Repka, M. A. (2018). Excipient Stability: a Critical Aspect in Stability of Pharmaceuticals. In *AAPS PharmSciTech* (Vol. 19, Issue 1, p. 11). Springer New York LLC. https://doi.org/10.1208/s12249-017-0902-2

Wahdania, Y., Cantika, M., Nur Alfitrah, S., Sumayyah, A., Ayu, R., Astuti, V., Amelia, K., Anadya Tri, R., Ode, W., Wahab, N., & Nadia Rahma Sainal, D. (2025). ANALISIS KANDUNGAN SENYAWA RESORSINOL DENGAN METODE TITRASI BROMATOMETRI DAN BROMOMETRI ANALYSIS OF RESORCINOL COMPOUND CONTENT BY BROMATOMETRIC AND BROMOMETRIC TITRATION METHODS. *Jurnal Farmasi Al-Ghafiqi (JUFAL)*, *1*(1), 6–11. https://jurnal.itkesmusidrap.ac.id/JUFAL

Wiśniewska, J., Klasik-Ciszewska, S., & Duda-Grychtoł, K. (2023). Salicylic acid and its use in cosmetology. *Aesthetic Cosmetology and Medicine*, *12*(3), 91–95. https://doi.org/10.52336/acm.2023.01