

Analisis Penetapan Kadar Asam Salisilat melalui Metode Titrasi Asam-Basa (Alkalimetri)

Rifani Hutami Supardi¹, Sekar Ayu Pratiwi², Salwa Arini Gani³, Bunga Djumaati⁴,
Naysila Ayriza Neu⁵, Siti Magfira Yusup⁶, Wulan Dwi Makaminan⁷

¹⁻⁷ Progran Studi D3 Farmasi, Universitas Muhammadiyah Manado, Indonesia

*Penulis Korespondensi: hutamirifani@gmail.com¹

Abstract. *Quality control of pharmaceutical preparations requires the determination of active ingredient levels to ensure product safety, efficacy, and quality according to applicable standards. This study aims to analyze the determination of salicylic acid levels in powder samples using the acid-base titration method (alkalimetry). The method used includes the preparation and standardization of sodium hydroxide (NaOH) solution using potassium biphthalate (KHP) as a primary standard, then titration of the sample dissolved in neutralized ethanol with phenolphthalein indicator. The titration endpoint is marked by a color change of the solution to a stable pink. The analysis results show that the volume of NaOH required to reach the titration endpoint is 23.7 mL. Based on calculations with the normality of the standardized NaOH, the salicylic acid levels in the samples can be determined and then compared with theoretical levels and pharmacopoeial requirements to assess the quality of the preparation. The alkalimetry method has proven to be simple, economical, and capable of providing good results if the solution standardization, titration endpoint determination, and titrant volume reading are carried out carefully. Analyst accuracy, standard solution conditions, and the use of appropriate indicators are important factors influencing the accuracy of analysis results. Therefore, the alkalimetry method remains relevant as a quantitative analysis method for quality control of pharmaceutical preparations containing salicylic acid.*

Keywords: *alkalimetry; salicylic acid; sodium hydroxide; assay; acid-base titration.*

Abstrak. Pengendalian mutu sediaan farmasi memerlukan penetapan kadar zat aktif untuk memastikan keamanan, khasiat, dan mutu produk sesuai standar yang berlaku. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis penetapan kadar asam salisilat dalam sampel bedak menggunakan metode titrasi asam-basa (alkalimetri). Metode yang digunakan meliputi pembuatan dan pembakuan larutan natrium hidroksida (NaOH) menggunakan kalium biftalat (KHP) sebagai baku primer, kemudian dilakukan titrasi terhadap sampel yang telah dilarutkan dalam etanol ternetralkan dengan indikator fenolftalein. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi merah muda yang stabil. Hasil analisis menunjukkan bahwa volume NaOH yang diperlukan untuk mencapai titik akhir titrasi sebesar 23,7 mL. Berdasarkan perhitungan dengan normalitas NaOH hasil pembakuan, kadar asam salisilat dalam sampel dapat ditentukan dan selanjutnya dibandingkan dengan kadar teoritis maupun persyaratan farmakope untuk menilai mutu sediaan. Metode alkalimetri terbukti sederhana, ekonomis, dan mampu memberikan hasil yang baik apabila pembakuan larutan, penentuan titik akhir titrasi, serta pembacaan volume titran dilakukan secara cermat. Ketelitian analisis, kondisi larutan baku, dan penggunaan indikator yang tepat menjadi faktor penting yang memengaruhi akurasi hasil analisis. Oleh karena itu, metode alkalimetri masih relevan digunakan sebagai salah satu metode analisis kuantitatif dalam pengendalian mutu sediaan farmasi yang mengandung asam salisilat.

Kata kunci: alkalimetri; asam salisilat; natrium hidroksida; penetapan kadar; titrasi asam-basa.

1. LATAR BELAKANG

Pengendalian mutu sediaan farmasi merupakan aspek penting dalam menjamin keamanan, khasiat, dan mutu obat yang beredar di masyarakat. Salah satu tahapan penting dalam pengendalian mutu adalah penetapan kadar zat aktif untuk memastikan bahwa kandungan bahan obat sesuai dengan standar yang telah ditetapkan. Ketidaksesuaian

kadar zat aktif dapat menyebabkan penurunan efektivitas terapi maupun meningkatkan risiko terjadinya efek samping yang tidak diinginkan. Oleh karena itu, diperlukan metode analisis yang tepat, akurat, dan mudah diterapkan dalam laboratorium farmasi (Kowlsk dkk.,2022).

Asam salisilat merupakan salah satu senyawa yang banyak digunakan dalam bidang farmasi, terutama pada sediaan topikal seperti salep, krim, dan produk anti jerawat. Penggunaan asam salisilat yang cukup luas menuntut adanya pengawasan mutu yang ketat karena kadar yang terlalu tinggi dapat menyebabkan iritasi kulit, sedangkan kadar yang terlalu rendah dapat menurunkan efektivitas terapi. Oleh sebab itu, penetapan kadar asam salisilat menjadi langkah penting dalam memastikan kualitas produk farmasi.(Rahmasari & Astuti,2023)

Dalam praktik laboratorium, sering ditemukan permasalahan berupa ketidaktepatan hasil analisis akibat penggunaan metode yang kurang sesuai atau kesalahan dalam proses titrasi. Faktor seperti ketidakakuratan pembuatan larutan standar, kesalahan pengamatan titik akhir titrasi, dan ketidaktepatan penggunaan indikator dapat memengaruhi hasil penetapan kadar. Kondisi tersebut menunjukkan pentingnya pemahaman dan keterampilan praktikan dalam melakukan analisis kuantitatif menggunakan metode titrimetri.(Hipi dkk.,2021).

Metode alkalimetri merupakan salah satu metode analisis volumetri yang banyak digunakan untuk menentukan kadar senyawa yang bersifat asam. Metode ini dipilih karena memiliki prosedur yang relatif sederhana, biaya analisis yang rendah, serta mampu memberikan hasil yang cukup akurat apabila dilakukan sesuai prosedur. Namun, keberhasilan metode ini sangat bergantung pada ketelitian praktikan dalam melakukan pembakuan larutan standar dan pengamatan perubahan warna indikator pada titik akhir titrasi.(Sakinah dkk.,2022)

Permasalahan lain yang sering terjadi dalam analisis kadar asam salisilat adalah perubahan konsentrasi larutan baku natrium hidroksida akibat sifatnya yang higroskopis dan mudah menyerap karbon dioksida dari udara. Perubahan konsentrasi tersebut dapat menyebabkan kesalahan perhitungan kadar apabila larutan tidak dibakukan terlebih dahulu. Oleh karena itu, proses standarisasi larutan NaOH menjadi tahap yang sangat penting sebelum digunakan dalam penetapan kadar asam salisilat.(iswandi dkk.,2023).

Selain faktor larutan baku, ketepatan pemilihan indikator juga menjadi tantangan dalam metode alkalimetri. Indikator fenolftal ..ein yang umum digunakan harus mampu menunjukkan perubahan warna yang jelas pada titik ekuivalen. Kesalahan dalam mengidentifikasi perubahan warna dapat menyebabkan terjadinya kelebihan atau kekurangan volume titran yang digunakan sehingga memengaruhi hasil analisis. (Hipi dkk.,2021)

Dalam industri farmasi, hasil penetapan kadar digunakan sebagai dasar untuk menilai kesesuaian produk terhadap spesifikasi yang ditetapkan dalam farmakope. Apabila kadar zat aktif tidak memenuhi persyaratan, maka produk dapat dinyatakan tidak layak edar. Oleh karena itu, penguasaan metode analisis kadar sejak kegiatan praktikum menjadi sangat penting bagi mahasiswa farmasi sebagai bekal dalam pelaksanaan pengawasan mutu obat di masa mendatang. (Kowlsk dkk.,2022)

Praktikum penetapan kadar asam salisilat dengan metode alkalimetri juga memberikan kesempatan kepada mahasiswa untuk memahami hubungan antara teori reaksi asam-basa dengan penerapannya dalam analisis farmasi. Kegiatan ini melatih kemampuan dalam melakukan perhitungan stoikiometri, standarisasi larutan, serta interpretasi hasil analisis yang diperoleh dari proses titrasi. .(Sakinah dkk.,2022)

Kemajuan teknologi analisis memang telah menghasilkan berbagai metode instrumental yang lebih modern, seperti spektrofotometri dan kromatografi. Namun demikian, metode alkalimetri masih banyak digunakan karena sederhana, ekonomis, dan tetap mampu memberikan hasil yang memadai untuk analisis rutin. Oleh sebab itu, pemahaman terhadap metode ini tetap menjadi kompetensi dasar yang harus dimiliki oleh mahasiswa farmasi.(Sundoro,2022).

Berdasarkan berbagai permasalahan tersebut, praktikum penetapan kadar asam salisilat dengan metode alkalimetri perlu dilakukan untuk meningkatkan pemahaman mahasiswa mengenai pentingnya pengendalian mutu obat, ketepatan prosedur analisis, serta keterampilan dalam menentukan kadar zat aktif secara kuantitatif. Hasil praktikum diharapkan dapat memberikan gambaran mengenai kesesuaian kadar asam salisilat dalam sampel yang dianalisis serta meningkatkan kompetensi mahasiswa dalam bidang kimia farmasi analisis (Ramadhani dkk.,2025)

2. KAJIAN TEORITIS

Asam Salisilat

Asam salisilat merupakan senyawa organik yang termasuk dalam golongan asam hidroksi aromatik dengan rumus molekul $C_7H_6O_3$ dan nama kimia 2-hidroksibenzoat. Senyawa ini berbentuk kristal berwarna putih, tidak berbau, dan memiliki rasa sedikit asam. Struktur asam salisilat terdiri atas cincin benzena yang mengikat gugus hidroksil (-OH) dan gugus karboksilat (-COOH). Keberadaan gugus karboksilat menyebabkan senyawa ini bersifat asam lemah dan mampu bereaksi dengan basa membentuk garam salisilat. Asam salisilat banyak digunakan dalam bidang farmasi sebagai bahan aktif pada sediaan topikal karena memiliki aktivitas keratolitik, antiinflamasi, antimikroba, dan komedolitik yang efektif dalam pengobatan jerawat, psoriasis, serta berbagai gangguan kulit lainnya (Kementerian Kesehatan RI, 2020).

Dalam industri farmasi, asam salisilat harus memenuhi persyaratan mutu yang telah ditetapkan dalam farmakope. Salah satu parameter mutu yang penting adalah kadar zat aktif. Penetapan kadar bertujuan untuk memastikan bahwa jumlah asam salisilat yang terkandung dalam suatu bahan atau sediaan sesuai dengan spesifikasi yang dipersyaratkan. Kadar yang terlalu rendah dapat menyebabkan efek terapi tidak tercapai, sedangkan kadar yang terlalu tinggi dapat meningkatkan risiko iritasi maupun efek samping lainnya. Oleh karena itu, diperlukan metode analisis yang akurat dan presisi untuk menentukan kadar asam salisilat dalam bahan baku maupun produk farmasi (Bali & Fernanda, 2024).

Secara kimia, asam salisilat memiliki bobot molekul sebesar 138,12 g/mol dan nilai pKa sekitar 2,97. Nilai pKa tersebut menunjukkan bahwa asam salisilat tergolong asam lemah yang dapat terionisasi sebagian dalam larutan. Sifat keasaman ini menjadi dasar dalam penetapan kadarnya menggunakan metode titrasi asam-basa, khususnya metode alkalimetri. Pada reaksi netralisasi, gugus karboksilat pada asam salisilat akan bereaksi dengan ion hidroksida dari larutan basa sehingga membentuk garam natrium salisilat dan air (Reddy et al., 2024).

Analisis Volumetri

Analisis volumetri merupakan metode analisis kuantitatif yang didasarkan pada pengukuran volume larutan standar yang diperlukan untuk bereaksi sempurna dengan sejumlah tertentu analit. Metode ini banyak digunakan dalam laboratorium kimia dan farmasi karena relatif sederhana, cepat, ekonomis, serta memiliki tingkat ketelitian yang baik apabila dilakukan dengan benar. Prinsip dasar analisis volumetri adalah penggunaan larutan standar yang konsentrasinya telah diketahui secara pasti untuk menentukan jumlah zat yang dianalisis melalui suatu reaksi kimia yang berlangsung secara stoikiometrik (Harris, 2022).

Berdasarkan jenis reaksinya, analisis volumetri dibedakan menjadi beberapa kelompok, yaitu titrasi asam-basa (asidimetri dan alkalimetri), titrasi pengendapan, titrasi kompleksometri, dan titrasi oksidasi-reduksi. Pada penetapan kadar asam salisilat digunakan titrasi asam-basa karena senyawa yang dianalisis memiliki sifat asam sehingga dapat dinetralkan oleh larutan basa standar. Hasil analisis diperoleh berdasarkan hubungan stoikiometri antara jumlah zat yang dititrasi dan volume titran yang digunakan hingga tercapai titik ekuivalen (Skoog et al., 2021).

Keberhasilan analisis volumetri sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain ketepatan konsentrasi larutan standar, pemilihan indikator yang sesuai, ketelitian dalam membaca skala buret, serta kemampuan menentukan titik akhir titrasi. Kesalahan pada salah satu faktor tersebut dapat menyebabkan hasil analisis menyimpang dari nilai sebenarnya. Oleh karena itu, diperlukan teknik pelaksanaan yang baik untuk memperoleh hasil yang akurat dan presisi (Harvey, 2020).

Metode Alkalimetri

Alkalimetri merupakan salah satu metode titrasi asam-basa yang digunakan untuk menentukan kadar suatu zat yang bersifat asam dengan menggunakan larutan baku basa sebagai titran. Larutan basa yang paling sering digunakan adalah natrium hidroksida (NaOH) dan kalium hidroksida (KOH). Dalam metode ini, ion hidroksida (OH^-) dari larutan basa akan bereaksi dengan ion hidrogen (H^+) yang berasal dari zat asam sehingga terbentuk air dan garam sebagai hasil reaksi netralisasi (Hipi et al., 2021).

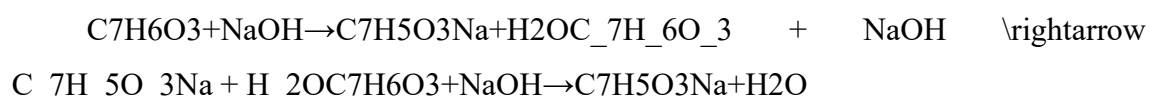
Prinsip dasar alkalimetri adalah reaksi netralisasi yang berlangsung secara kuantitatif dan stoikiometrik. Pada saat jumlah mol basa yang ditambahkan sama dengan

jumlah mol asam yang terdapat dalam larutan sampel, maka tercapai titik ekuivalen. Titik ini merupakan dasar perhitungan kadar zat yang dianalisis. Karena titik ekuivalen tidak dapat diamati secara langsung, maka digunakan indikator yang akan menunjukkan perubahan warna pada daerah pH tertentu sehingga titik akhir titrasi dapat diketahui (Skoog et al., 2021).

Metode alkalimetri banyak digunakan dalam analisis farmasi karena memiliki beberapa kelebihan, antara lain prosedurnya sederhana, biaya relatif murah, waktu analisis singkat, serta memberikan hasil yang cukup akurat untuk senyawa yang bersifat asam. Selain itu, metode ini tidak memerlukan instrumen yang rumit sehingga dapat diterapkan di berbagai laboratorium pendidikan maupun laboratorium pengujian mutu farmasi (Reddy et al., 2024).

Prinsip Penetapan Kadar Asam Salisilat dengan Metode Alkalimetri

Penetapan kadar asam salisilat secara alkalimetri didasarkan pada reaksi netralisasi antara asam salisilat dengan larutan natrium hidroksida. Asam salisilat merupakan asam monoprotik karena hanya memiliki satu atom hidrogen yang dapat terionisasi dari gugus karboksilatnya. Oleh sebab itu, reaksi antara asam salisilat dan NaOH berlangsung dalam perbandingan mol 1:1. Reaksi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut:



Pada saat titik ekuivalen tercapai, jumlah mol NaOH yang ditambahkan sama dengan jumlah mol asam salisilat yang terdapat dalam sampel. Dengan mengetahui volume dan normalitas larutan NaOH yang digunakan selama titrasi, maka kadar asam salisilat dapat dihitung menggunakan persamaan stoikiometri yang sesuai (Kementerian Kesehatan RI, 2020).

Dalam pelaksanaannya, sampel asam salisilat biasanya dilarutkan terlebih dahulu dalam etanol netral karena kelarutannya dalam air relatif rendah. Penggunaan etanol membantu mempercepat pelarutan sampel dan memastikan reaksi netralisasi berlangsung secara sempurna. Sebelum digunakan, etanol harus dinetralkan agar tidak mengandung zat yang dapat bereaksi dengan titran sehingga tidak memengaruhi hasil analisis (Bali & Fernenda, 2024).

Larutan Baku Natrium Hidroksida (NaOH)

Natrium hidroksida merupakan basa kuat yang banyak digunakan sebagai larutan standar dalam titrasi alkalimetri. Senyawa ini mudah larut dalam air dan terionisasi sempurna menghasilkan ion natrium (Na^+) dan ion hidroksida (OH^-). Meskipun demikian, NaOH tidak termasuk standar primer karena bersifat higroskopis dan mudah menyerap karbon dioksida dari udara sehingga konsentrasinya dapat berubah selama penyimpanan (Harris, 2022).

Karena bukan standar primer, larutan NaOH harus distandarisasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Standarisasi dilakukan menggunakan zat baku primer yang memiliki kemurnian tinggi dan stabil, seperti kalium hidrogen ftalat (KHP). Tujuan standarisasi adalah untuk mengetahui konsentrasi sebenarnya dari larutan NaOH sehingga hasil analisis yang diperoleh menjadi lebih akurat dan dapat dipertanggungjawabkan (Harvey, 2020).

Indikator Fenolftalein

Indikator merupakan senyawa yang digunakan untuk menunjukkan perubahan pH selama proses titrasi. Dalam penetapan kadar asam salisilat dengan metode alkalimetri, indikator yang umum digunakan adalah fenolftalein (PP). Fenolftalein tidak berwarna dalam suasana asam dan berubah menjadi merah muda pada suasana basa dengan rentang pH sekitar 8,2–10,0 (Kementerian Kesehatan RI, 2020).

Pemilihan fenolftalein didasarkan pada kesesuaian rentang perubahan warnanya dengan daerah titik ekuivalen titrasi antara asam lemah dan basa kuat. Pada awal titrasi larutan tetap tidak berwarna karena suasana masih asam. Setelah seluruh asam salisilat bereaksi dengan NaOH dan terdapat sedikit kelebihan basa, larutan akan berubah menjadi merah muda. Warna merah muda yang bertahan selama kurang lebih 30 detik menunjukkan bahwa titik akhir titrasi telah tercapai (Hipi et al., 2021).

Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Hasil Penetapan Kadar

Keakuratan hasil penetapan kadar asam salisilat dipengaruhi oleh berbagai faktor, antara lain ketepatan konsentrasi larutan baku, kemurnian sampel, pemilihan indikator, dan keterampilan analis dalam melakukan titrasi. Kesalahan pembacaan buret atau

penentuan titik akhir titrasi dapat menyebabkan hasil yang diperoleh lebih tinggi atau lebih rendah dari kadar sebenarnya (Harvey, 2020).

Selain itu, kondisi pelarut juga berpengaruh terhadap hasil analisis. Etanol yang belum dinetralkan dapat bereaksi dengan titran sehingga meningkatkan volume NaOH yang digunakan dan menyebabkan hasil perhitungan kadar menjadi tidak akurat. Faktor lain yang perlu diperhatikan adalah penyimpanan larutan NaOH yang harus dilakukan dalam wadah tertutup rapat untuk mencegah penyerapan karbon dioksida dari udara (Bali & Fernenda, 2024). Dengan memperhatikan seluruh faktor tersebut, metode alkalimetri dapat memberikan hasil analisis yang akurat, presisi, dan sesuai untuk penetapan kadar asam salisilat dalam bahan baku maupun sediaan farmasi.

3. METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan :

1. Erlenmeyer 250 ml
2. Buret 50 ml
3. Labu ukur 500 ml
4. Gelas ukur
5. Gelas kimia 100 ml
6. Neraca analitik
7. Pipet tetes

Bahan yang digunakan

1. Sampel bedak salisilat
2. Natrium hidroksida
3. Kalium biftalat
4. Indikator fenolftalein
5. Etanol
6. Air suling

Prosedur Kerja

Pembuatan Larutan Titer Natrium Hidroksida 0,1 N

Timbang 2 g kristal natrium hidroksida dalam gelas kimia 100 ml, larutkan dengan air suling. Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml. Bilas gelas kimia beberapa kali dengan air suling, masukkan bilasan ke dalam labu ukur di atas. Kemudian cukupkan volumenya dengan air suling hingga tanda.

Pembakuan Larutan Titer Natrium Hidroksida 0,1 N

Timbang saksama 400 mg kalium biftalat, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml. Larutkan dengan 50 ml air bebas karbondioksida (mintalah sama pengawas di laboratorium). Tambahkan 3 tetes larutan indikator fenolftalein, kocok hingga homogen. Titrasikan dengan larutan natrium hidroksida hingga warna larutan berubah dari tidak berwarna menjadi merah muda (pink). Hitung normalitas larutan titer natrium hidroksida tersebut (normalitas larutan hasil perhitungan ditulis sampai 4 desimal/4 angka di belakang koma), dengan rumus :

$$\text{Mgrek NaOH} = \text{mgrek KH Ftalat}$$

$$V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} =$$

$$V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} =$$

$$N_{\text{NaOH}} =$$

Dimana :

V_{NaOH} = volume larutan titer yang diperlukan pada proses titrasi (ml). Berat KH Ftalat dibuat dalam satuan berat mg

Catatan :

Air bebas karbondioksida dibuat dengan cara air suling dididihkan selama 5 menit (waktu dihitung mulai saat air mendidih). Selama pendinginan dan penyimpanan harus terlindung dari udara (FI edisi III, hal 639).

Penetapan Kadar Asam Salisilat dalam Bedak

Timbang saksama sampel uji (bedak salisil) setara dengan 300 mg asam salisilat, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml (sampel uji yang ditimbang = $\times 100$ (g)

Masukkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 25 ml etanol yang sudah dinetralkan dengan natrium hidroksida 0,1 N (mintalah sama pengawas di laboratorium). Tambahkan 25 ml air suling dan beberapa tetes indikator fenolftalein (untuk memperjelas titik akhir karena adanya talkum, indikator fenolftalein ditambahkan sebanyak 10 tetes). Titrasikan hingga warna larutan berubah dari tidak berwarna menjadi pink. Ulangi prosedur ini 2 kali lagi. Hitung kadar asam salisilat dalam sampel uji (hasil perhitungan ditulis sampai 2 desimal/2 angka dibelakang koma), dengan rumus:

$$\begin{aligned}\text{Mgrek asam salisilat} &= \text{Mgrek NaOH} \\ &= V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{Asam salisilat} \\ &= V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BE As Salisilat} \\ &= \dots\dots \text{ mg}\end{aligned}$$

Kadar asam salisilat dalam sampel :

$$\times 100\%$$

Dimana :

V_{NaOH} : volume larutan titer yang diperlukan

N_{NaOH} : Normalitas NaOH hasil pembakuan

BE as salisilat : BM = 138

Catatan :

Cara membuat etanol yang dinetralkan dengan natrium hidroksida 0,1 N, yaitu: ukur sejumlah etanol 95% (sesuai kebutuhan percobaan di atas adalah 75 ml), tambahkan 3 tetes indikator fenolftalein. Tambahkan beberapa tetes larutan natrium hidroksida 0,1 N hingga larutan berwarna merah jambu (pink) (FI edisi III, hal 672).

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 4.1 Hasil Pengamatan Penetapan Kadar Asam Salisilat

Parameter	Hasil
Bentuk sampel	Bedak salisilat berwarna putih
Pelarut	Etanol yang telah dinetralkan + air suling
Indikator	Fenolftalein (10 tetes)

Warna sebelum titrasi	Putih keruh
Warna titik akhir titrasi	Merah muda (pink) permanen
Volume NaOH yang digunakan	23,7 mL 

Keterangan:

Berdasarkan hasil pengamatan, titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan dari putih keruh menjadi merah muda (pink) yang stabil selama ± 30 detik. Perubahan warna tersebut menunjukkan bahwa seluruh asam salisilat telah bereaksi dengan larutan baku natrium hidroksida.

Hasil Perhitungan Kadar Asam Salisilat:

Rumus:

$$\text{mg Asam Salisilat} = V \times N \times BE$$

Keterangan:

- $V = 23,7 \text{ mL}$
- $N = \text{Normalitas NaOH hasil pembakuan}$
- $BE \text{ Asam salisilat} = 138$

Sehingga

$$= 23,7 \times N \times 138$$

Apabila normalitas NaOH hasil pembakuan adalah **0,1000 N**, maka:

$$\begin{aligned} &= 23,7 \times 0,1000 \times 138 \\ &= 327,06 \text{ mg} \end{aligned}$$

Selanjutnya,

$$\% \text{ Kadar} = \frac{327,06}{300} \times 100\% = 109,02\%$$

Catatan: Nilai kadar di atas hanya merupakan contoh apabila normalitas NaOH = 0,1000 N. Gunakan normalitas hasil pembakuan kelompok Anda untuk memperoleh hasil yang sebenarnya.

Pembahasan

Praktikum ini bertujuan untuk menentukan kadar asam salisilat dalam sediaan bedak menggunakan metode alkalimetri. Prinsip metode ini adalah reaksi netralisasi antara asam salisilat sebagai asam lemah dengan larutan baku natrium hidroksida sebagai basa kuat. Pada saat seluruh asam salisilat telah bereaksi sempurna dengan NaOH, penambahan sedikit larutan basa akan menyebabkan suasana larutan menjadi basa sehingga indikator fenolftalein berubah warna menjadi merah muda yang menandakan titik akhir titrasi.

Sebelum digunakan sebagai titran, larutan natrium hidroksida terlebih dahulu dibuat dan dibakukan menggunakan kalium biftalat (KHP). Pembakuan diperlukan karena natrium hidroksida merupakan larutan baku sekunder yang mudah menyerap karbon dioksida dan uap air dari udara sehingga konsentrasinya dapat berubah selama penyimpanan. Kalium biftalat dipilih sebagai baku primer karena memiliki kemurnian tinggi, stabil, tidak higroskopis, dan memiliki massa molekul yang relatif besar sehingga memberikan hasil pembakuan yang lebih akurat.

Pada penetapan kadar, sampel bedak salisilat dilarutkan menggunakan etanol yang telah dinetralkan dan ditambahkan air suling. Etanol digunakan karena asam salisilat memiliki kelarutan yang lebih baik dalam etanol dibandingkan air, sedangkan penambahan air membantu proses ionisasi selama titrasi. Sebelum digunakan, etanol dinetralkan menggunakan NaOH agar tidak mengandung pengotor yang bersifat asam sehingga tidak menambah volume titran yang digunakan. Sebanyak 10 tetes indikator fenolftalein ditambahkan untuk memperjelas perubahan warna karena adanya talkum dalam bedak yang menyebabkan larutan tampak keruh.

Berdasarkan hasil praktikum diperoleh volume larutan NaOH yang dibutuhkan untuk mencapai titik akhir titrasi sebesar **23,7 mL**. Titik akhir ditandai dengan

terbentuknya warna merah muda yang stabil, seperti terlihat pada hasil pengamatan. Volume titran tersebut menunjukkan jumlah basa yang diperlukan untuk menetralkan seluruh asam salisilat yang terdapat dalam sampel. Semakin besar volume NaOH yang digunakan, semakin besar pula kadar asam salisilat yang terkandung dalam sampel, dengan asumsi normalitas larutan baku tetap.

Apabila normalitas NaOH sebesar 0,1000 N, maka diperoleh kadar asam salisilat sebesar sekitar **109,02%** terhadap kadar teoritis 300 mg. Nilai tersebut masih berada dalam kisaran yang dapat diterima menurut beberapa literatur praktikum apabila mempertimbangkan adanya variasi analisis laboratorium, namun untuk penilaian mutu sediaan farmasi tetap harus dibandingkan dengan persyaratan farmakope yang berlaku.

Beberapa faktor dapat menyebabkan hasil titrasi lebih tinggi atau lebih rendah daripada kadar sebenarnya. Kesalahan dapat terjadi apabila larutan NaOH belum dibakukan dengan baik atau telah menyerap karbon dioksida sehingga normalitas berubah. Penentuan titik akhir titrasi juga dipengaruhi oleh subjektivitas pengamat dalam melihat perubahan warna indikator fenolftalein. Selain itu, adanya talkum yang menyebabkan larutan keruh dapat menyulitkan pengamatan perubahan warna sehingga volume titran yang digunakan dapat sedikit berlebih (overshoot). Faktor lain yang mempengaruhi adalah ketelitian dalam pembacaan skala buret, gelembung udara pada ujung buret, ketidakhomogenan sampel, serta kehilangan sampel selama proses penimbangan maupun pemindahan ke dalam erlenmeyer.

Hasil praktikum ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh **Ningsih dkk. (2022)** mengenai penetapan kadar asam salisilat secara titrimetri, yang menyatakan bahwa metode alkalimetri mampu memberikan hasil yang sederhana, cepat, dan memiliki ketelitian yang baik apabila larutan baku dibakukan terlebih dahulu serta titik akhir titrasi diamati secara cermat. Penelitian tersebut juga menjelaskan bahwa penggunaan indikator fenolftalein memberikan perubahan warna yang jelas pada suasana basa sehingga sesuai digunakan dalam analisis asam salisilat.

Hasil ini juga sesuai dengan penelitian **Rahmawati dkk. (2021)** yang melaporkan bahwa ketelitian metode alkalimetri sangat dipengaruhi oleh proses standarisasi NaOH dan ketepatan pembacaan titik akhir titrasi. Penelitian tersebut menyebutkan bahwa kesalahan terbesar umumnya berasal dari penentuan titik akhir yang terlambat sehingga

volume titran menjadi lebih besar dan kadar yang dihitung meningkat dibandingkan kadar sebenarnya.

5. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

1. Larutan natrium hidroksida (NaOH) 0,1 N berhasil dibuat dan dibakukan menggunakan kalium biftalat (KHP) sehingga dapat digunakan sebagai larutan baku sekunder dalam analisis alkalimetri.
2. Kadar asam salisilat dalam sampel bedak berhasil ditentukan menggunakan metode titration alkalimetri dengan volume titran NaOH yang digunakan sebesar 23,7 mL, berdasarkan perubahan warna indikator fenolftalein menjadi merah muda sebagai titik akhir titration.
3. Berdasarkan hasil perhitungan titration, kadar asam salisilat dalam sampel dapat dievaluasi dan dibandingkan dengan kadar teoritis atau persyaratan yang berlaku untuk menilai kesesuaian mutu sampel.

Saran

Pada praktikum selanjutnya, sebaiknya proses penimbangan, pembakuan larutan NaOH, pembacaan skala buret, dan penentuan titik akhir titration dilakukan dengan lebih teliti serta pengulangan titration dilakukan secara konsisten agar diperoleh hasil yang lebih akurat, presisi, dan meminimalkan kesalahan analisis.

DAFTAR REFERENSI

- Bali, S., & Fernenda, L. (2024). Penetapan Kadar Asam Salisilat Pada Cream Anti Jerawat yang Dijual Secara Online Shop dan di Apotek Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis dan Alkalimetri. *JIKA (Jurnal Ilmu Kesehatan Abdurrah)*, 2(1), 27–33.
- Harvey, D. (2020). *Analytical Chemistry 2.1*. LibreTexts Publishing.
- Hipi, D., Daud, E. P., & Soga, G. D. (2021). Identification of Alkalimetric Levels Using Acid-Base Reaction Principles. *Journal of Health, Technology and Science*, 2(4), 12–21.
- Kementerian Kesehatan Republik Indonesia. (2020). *Farmakope Indonesia Edisi VI*. Jakarta: Kementerian Kesehatan RI.

- Ningsih, D., dkk. (2022). *Validasi metode alkalimetri untuk penetapan kadar asam salisilat dalam sediaan farmasi*. Jurnal Ilmiah Farmasi Indonesia.
- Rahmawati, N., dkk. (2021). *Analisis kadar asam salisilat pada sediaan farmasi menggunakan metode titrimetri*. Jurnal Farmasi Sains dan Praktis.
- Reddy, A. R., Reddy, B. U., & Mahalaxmi, A. S. (2024). A Review on Non Aqueous Titrations Used in Assay of Various Drugs. *International Journal of Pharmaceutical Analysis and Research*, 13(2), 146–153.
- Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2021). *Fundamentals of Analytical Chemistry* (10th ed.). Boston: Cengage Learning