

Analisis Kuantitatif Asam Salisilat Pada Sediaan Bedak Menggunakan Metode Titrasi Alkalimetri

Rifani Hutami Supardi¹, Putri Tsabitah Reyhan², Mufidah Harun³, Rastika Dwi Faiza Kuyotok⁴, Rico Hermanses Joseph⁵, Rosmala Musa⁶, Syahrany Aulya Karim⁷

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

*Penulis Korespondensi: hutamirifani@gmail.com

Abstract. Salicylic acid is one of the active ingredients widely used in topical pharmaceutical preparations because it has keratolytic and antimicrobial activity. The accuracy of salicylic acid levels needs to be controlled to ensure the quality, safety, and effectiveness of the product. This study aims to conduct a quantitative analysis of salicylic acid in powder preparations using the alkalimetric titration method. This study is a laboratory experimental study that begins with the standardization of sodium hydroxide (NaOH) solution using potassium hydrogen phthalate (KHP) as a primary standard, then continued with the determination of salicylic acid levels using phenolphthalein as an indicator. The analysis was carried out three times (triplicate). The standardization results showed that the NaOH solution had a normality of 0.1036 N. The volume of NaOH used in the three consecutive titrations was 21.0 mL, 20.9 mL, and 21.0 mL with an average volume of 20.97 mL. Based on the calculation results, the salicylic acid content was 2.00%, in accordance with the content listed on the product label. Based on the research results, the alkalimetric titration method demonstrated good analytical performance in determining salicylic acid levels, as demonstrated by the normality of the titrant meeting the analysis requirements, the consistency of repeatable results, and the conformity of the obtained salicylic acid levels to those listed on the product label.

Keywords: salicylic acid; quantitative analysis; powder preparation; alkalimetric titration.

Abstrak. Asam salisilat merupakan salah satu bahan aktif yang banyak digunakan dalam sediaan farmasi topikal karena memiliki aktivitas keratolitik dan antimikroba. Ketepatan kadar asam salisilat perlu dikendalikan untuk menjamin mutu, keamanan, dan efektivitas produk. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan analisis kuantitatif asam salisilat pada sediaan bedak menggunakan metode titrasi alkalimetri. Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium yang diawali dengan pembakuan larutan natrium hidroksida (NaOH) menggunakan kalium hidrogen ftalat (KHP) sebagai baku primer, kemudian dilanjutkan dengan penetapan kadar asam salisilat menggunakan indikator fenolftalein. Analisis dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan (triplo). Hasil pembakuan menunjukkan bahwa larutan NaOH memiliki normalitas sebesar 0,1036 N. Volume NaOH yang digunakan pada tiga kali titrasi berturut-turut adalah 21,0 mL, 20,9 mL, dan 21,0 mL dengan volume rata-rata 20,97 mL. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh kadar asam salisilat sebesar 2,00%, sesuai dengan kadar yang tercantum pada etiket produk. Berdasarkan hasil penelitian, metode titrasi alkalimetri menunjukkan kinerja analisis yang baik dalam penetapan kadar asam salisilat, yang ditunjukkan oleh normalitas titran yang memenuhi kebutuhan analisis, konsistensi hasil pengulangan, serta kesesuaian kadar asam salisilat yang diperoleh dengan kadar yang tercantum pada etiket produk.

Kata kunci: asam salisilat; analisis kuantitatif; sediaan bedak; titrasi alkalimetri.

1. LATAR BELAKANG

Mutu obat merupakan salah satu aspek fundamental dalam sistem pelayanan kesehatan karena berkaitan langsung dengan keamanan, efektivitas, dan konsistensi efek terapeutik yang dihasilkan. Dalam pengendalian mutu farmasi, salah satu parameter kritis

yang harus diperhatikan adalah kesesuaian kadar zat aktif terhadap spesifikasi yang telah ditetapkan dalam standar resmi. Ketidakesesuaian kadar zat aktif, baik dalam jumlah yang lebih rendah maupun lebih tinggi dari batas yang dipersyaratkan, dapat menyebabkan penurunan efektivitas terapi maupun meningkatkan risiko terjadinya efek yang tidak diinginkan. Oleh karena itu, penetapan kadar zat aktif melalui analisis kuantitatif menjadi tahapan penting dalam memastikan mutu bahan baku maupun produk farmasi sebelum digunakan (Chirentin et al., 2024).

Perkembangan ilmu kimia analitik telah menghasilkan berbagai metode yang digunakan untuk menentukan kadar senyawa secara kuantitatif dengan tingkat akurasi dan presisi yang tinggi. Pemilihan metode analisis dalam bidang farmasi perlu mempertimbangkan karakteristik fisikokimia analit, mekanisme reaksi yang terjadi, sensitivitas metode, serta kemampuan metode dalam menghasilkan data yang dapat dipertanggungjawabkan. Berbagai metode analisis seperti spektrofotometri, kromatografi, dan titrimetri memiliki keunggulan masing-masing sesuai dengan karakteristik senyawa yang dianalisis. Di antara metode tersebut, titrimetri masih banyak digunakan dalam analisis farmasi karena memiliki prinsip pengukuran berdasarkan hubungan stoikiometri reaksi, prosedur yang relatif sederhana, biaya operasional yang ekonomis, serta mampu menghasilkan data analisis yang reliabel apabila dilakukan sesuai prosedur (Alqarani, 2024).

Salah satu metode titrimetri yang digunakan untuk analisis senyawa bersifat asam adalah alkalimetri. Metode alkalimetri merupakan teknik analisis volumetri yang menggunakan larutan baku basa untuk menentukan jumlah senyawa asam berdasarkan reaksi netralisasi secara kuantitatif. Prinsip metode ini didasarkan pada reaksi antara ion hidrogen dari analit dengan ion hidroksida dari larutan penitar hingga mencapai titik ekuivalen. Keakuratan hasil analisis alkalimetri dipengaruhi oleh berbagai faktor, seperti ketepatan standarisasi larutan baku, pemilihan indikator yang sesuai dengan karakteristik reaksi, ketelitian pengukuran volume titran, serta keterampilan dalam pelaksanaan analisis. Oleh karena itu, metode alkalimetri masih memiliki peranan penting dalam penetapan kadar berbagai senyawa farmasi yang memiliki sifat asam (Khairi et al., 2024).

Salah satu senyawa farmasi yang dapat dianalisis menggunakan metode alkalimetri adalah asam salisilat. Asam salisilat merupakan senyawa turunan asam aromatik yang memiliki gugus karboksilat dan hidroksil fenolik sehingga menunjukkan karakteristik

sebagai asam lemah. Dalam bidang farmasi, asam salisilat banyak digunakan sebagai bahan aktif dalam sediaan topikal karena memiliki aktivitas keratolitik, eksfoliasi, antiseptik, serta berperan dalam membantu penanganan berbagai gangguan kulit seperti akne, psoriasis, kapalan, dan hiperkeratosis. Selain sebagai zat aktif, asam salisilat juga digunakan sebagai bahan antara dalam sintesis beberapa senyawa farmasi. Tingginya pemanfaatan asam salisilat menyebabkan pengendalian kadar senyawa tersebut menjadi aspek penting untuk menjamin mutu, keamanan, dan efektivitas produk yang dihasilkan (Olejniczak et al., 2024).

Penetapan kadar asam salisilat menggunakan metode alkalimetri dilakukan berdasarkan reaksi netralisasi antara gugus karboksilat pada asam salisilat dengan larutan natrium hidroksida sebagai titran yang menghasilkan natrium salisilat dan air. Reaksi tersebut berlangsung secara stoikiometri sehingga jumlah asam salisilat dalam sampel dapat ditentukan berdasarkan volume larutan basa yang diperlukan hingga mencapai titik ekuivalen. Keandalan hasil analisis sangat dipengaruhi oleh ketelitian setiap tahapan, mulai dari preparasi sampel, pembuatan dan standarisasi larutan baku, pemilihan indikator, hingga proses titrasi. Oleh sebab itu, metode alkalimetri dapat menjadi pendekatan analisis yang efektif dalam menentukan kadar asam salisilat sebagai bagian dari pengendalian mutu bahan farmasi (Laoutsi et al., 2024).

Meskipun metode instrumental modern telah berkembang dengan tingkat sensitivitas dan selektivitas yang tinggi, metode titrimetri seperti alkalimetri masih memiliki relevansi dalam analisis farmasi karena menawarkan prosedur yang sederhana, ekonomis, dan dapat diterapkan secara luas pada berbagai fasilitas laboratorium. Namun, penerapan metode alkalimetri tetap memerlukan evaluasi untuk memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan nilai kadar yang akurat dan sesuai dengan prinsip analisis kuantitatif. Oleh karena itu, kajian mengenai penetapan kadar asam salisilat menggunakan metode alkalimetri masih penting dilakukan sebagai bentuk penerapan metode volumetri dalam pengujian mutu senyawa farmasi.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar asam salisilat menggunakan metode alkalimetri melalui pendekatan analisis volumetri berbasis reaksi netralisasi. Penelitian ini dilakukan untuk memperoleh nilai kadar asam salisilat berdasarkan konsumsi larutan natrium hidroksida serta mengevaluasi kesesuaiannya terhadap persyaratan mutu yang berlaku. Hasil penelitian diharapkan dapat memberikan

informasi ilmiah mengenai penerapan metode alkalimetri sebagai metode analisis kuantitatif yang sederhana, ekonomis, dan reliabel dalam pengujian mutu senyawa farmasi.

2. KAJIAN TEORITIS

Asam salisilat merupakan senyawa organik yang termasuk dalam kelompok asam hidroksibenzoat dengan rumus molekul $C_7H_6O_3$ dan bobot molekul 138,12 g/mol. Struktur kimia asam salisilat terdiri atas cincin benzena yang memiliki dua gugus fungsi utama, yaitu gugus karboksilat ($-COOH$) dan gugus hidroksil fenolik ($-OH$) yang berada pada posisi orto. Keberadaan gugus karboksilat menyebabkan asam salisilat memiliki karakteristik sebagai asam lemah karena mampu melepaskan proton dalam larutan. Sifat keasaman tersebut menjadi dasar penting dalam pemilihan metode analisis, khususnya metode berbasis reaksi netralisasi seperti alkalimetri (Fatmawati et al., 2022).

Karakteristik fisikokimia suatu senyawa memiliki peranan penting dalam menentukan pendekatan analisis yang digunakan. Pada asam salisilat, gugus karboksilat menjadi pusat reaksi selama proses titrasi karena mampu bereaksi secara kuantitatif dengan basa kuat, sedangkan gugus hidroksil fenolik berperan dalam memengaruhi polaritas serta interaksi molekul dengan lingkungan pelarut. Nilai pK_a asam salisilat yang berada sekitar 2,97 menunjukkan bahwa senyawa ini memiliki kemampuan mengalami ionisasi sehingga memungkinkan terjadinya reaksi asam-basa secara stoikiometri. Pemahaman terhadap hubungan struktur kimia, sifat keasaman, dan perilaku ionisasi suatu senyawa menjadi aspek penting dalam menentukan metode analisis yang sesuai untuk memperoleh hasil penetapan kadar yang akurat (Fatmawati et al., 2022; Rahmadani et al., 2025).

Dalam bidang kefarmasian, asam salisilat telah banyak digunakan sebagai bahan aktif dalam berbagai sediaan topikal karena memiliki aktivitas keratolitik, komedolitik, dan antimikroba. Aktivitas keratolitiknya berkaitan dengan kemampuan asam salisilat dalam membantu proses pengelupasan sel kulit mati melalui pengaruhnya terhadap ikatan antar sel epidermis, sehingga banyak dimanfaatkan dalam formulasi untuk membantu mengatasi gangguan kulit seperti akne, hiperkeratosis, psoriasis, dan kondisi kulit lainnya. Selain sebagai zat aktif, asam salisilat juga digunakan sebagai bahan antara dalam sintesis beberapa senyawa farmasi. Tingginya pemanfaatan senyawa ini menyebabkan pengendalian kadar dan kemurniannya menjadi aspek penting dalam

menjamin mutu, keamanan, serta konsistensi efek farmakologis produk yang dihasilkan (Lotlikar et al., 2025).

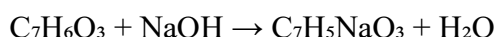
Penetapan kadar merupakan salah satu bagian penting dalam analisis kuantitatif farmasi yang bertujuan menentukan jumlah zat aktif dalam suatu bahan baku maupun sediaan farmasi. Parameter kadar tidak hanya menggambarkan jumlah senyawa yang terkandung, tetapi juga menjadi indikator kesesuaian produk terhadap spesifikasi mutu yang telah ditetapkan dalam standar resmi. Ketidaktepatan kadar zat aktif dapat berdampak terhadap efektivitas terapi maupun keamanan penggunaan obat, sehingga diperlukan metode analisis yang mampu menghasilkan data dengan tingkat akurasi dan presisi yang dapat dipertanggungjawabkan. Pengembangan metode analisis dalam bidang farmasi perlu mempertimbangkan karakteristik fisikokimia analit, sensitivitas, selektivitas, akurasi, presisi, serta kesesuaian metode terhadap tujuan pengujian. Prinsip validasi analisis yang mengacu pada pedoman internasional seperti International Council for Harmonisation (ICH) menjadi dasar penting dalam memastikan keandalan hasil analisis (Sawant et al., 2024).

Berbagai metode analisis telah dikembangkan untuk penetapan kadar senyawa farmasi, mulai dari metode instrumental seperti High Performance Liquid Chromatography (HPLC), spektrofotometri, hingga metode volumetri seperti titrimetri. Meskipun metode instrumental memiliki keunggulan dalam sensitivitas dan selektivitas, metode titrimetri masih memiliki peranan penting karena prinsipnya sederhana, biaya analisis relatif rendah, serta mampu menghasilkan data yang baik untuk senyawa yang memiliki karakteristik kimia tertentu. Salah satu metode titrimetri yang sesuai untuk analisis senyawa bersifat asam adalah alkalimetri.

Alkalimetri merupakan metode analisis volumetri yang didasarkan pada reaksi netralisasi antara senyawa asam dengan larutan baku basa hingga mencapai titik ekuivalen. Prinsip metode ini melibatkan reaksi antara proton yang dilepaskan oleh analit dengan ion hidroksida dari larutan titran sehingga menghasilkan molekul air. Dalam analisis farmasi, alkalimetri masih digunakan karena mampu memberikan hasil kuantitatif berdasarkan hubungan stoikiometri reaksi, terutama pada senyawa yang memiliki gugus asam yang dapat bereaksi secara sempurna dengan basa kuat. Keberhasilan metode ini dipengaruhi oleh berbagai faktor, seperti ketepatan standarisasi

larutan baku, pemilihan indikator, ketelitian pengukuran volume titran, serta keterampilan analisis dalam menentukan titik akhir titrasi (D'Sa et al., 2024).

Pada penetapan kadar asam salisilat, natrium hidroksida (NaOH) digunakan sebagai larutan penitar karena merupakan basa kuat yang mampu bereaksi secara kuantitatif dengan gugus karboksilat pada asam salisilat. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi netralisasi dengan perbandingan mol 1:1, yaitu satu mol asam salisilat bereaksi dengan satu mol natrium hidroksida menghasilkan natrium salisilat dan air (Kenealey et al., 2024).



Hubungan stoikiometri tersebut menjadi dasar perhitungan jumlah asam salisilat dalam sampel berdasarkan volume dan konsentrasi NaOH yang digunakan hingga mencapai titik ekuivalen. Namun, NaOH tidak termasuk standar primer karena memiliki sifat higroskopis dan mudah menyerap karbon dioksida dari udara yang dapat membentuk natrium karbonat. Perubahan komposisi tersebut dapat menyebabkan perubahan konsentrasi larutan sehingga berpotensi memengaruhi akurasi hasil analisis. Oleh karena itu, larutan NaOH perlu distandarisasi terlebih dahulu menggunakan standar primer seperti kalium hidrogen ftalat (KHP) untuk memperoleh konsentrasi aktual larutan sebelum digunakan sebagai titran. Proses standarisasi tersebut berperan dalam meningkatkan keakuratan, presisi, serta mengurangi ketidakpastian pengukuran dalam analisis volumetri (Kenealey et al., 2024).

Penentuan titik akhir titrasi pada analisis asam salisilat dengan metode alkalimetri umumnya menggunakan indikator fenolftalein. Pemilihan indikator ini didasarkan pada karakteristik titrasi antara asam lemah dan basa kuat, dimana titik ekuivalen berada pada kondisi basa sehingga rentang perubahan warna fenolftalein sesuai dengan perubahan pH selama proses titrasi. Fenolftalein memiliki rentang perubahan warna pada pH sekitar 8,2–10,0, yaitu tidak berwarna pada kondisi asam dan berubah menjadi merah muda pada kondisi basa. Pengamatan perubahan warna harus dilakukan secara tepat karena kelebihan penambahan titran dapat menyebabkan volume NaOH yang tercatat menjadi lebih besar sehingga kadar yang diperoleh dapat mengalami penyimpangan dari nilai sebenarnya (Liu et al., 2024).

Perhitungan kadar asam salisilat dalam metode alkalimetri didasarkan pada hubungan antara volume larutan NaOH, normalitas titran, bobot ekuivalen asam salisilat,

serta bobot sampel yang dianalisis. Karena reaksi berlangsung secara stoikiometri dengan perbandingan mol 1:1, jumlah asam salisilat yang bereaksi dapat ditentukan berdasarkan jumlah NaOH yang digunakan (Müller et al., 2024).

Secara umum, perhitungan kadar dapat dilakukan menggunakan persamaan :

$$\text{Kadar (\%)} = (V \times N \times \text{BE} / \text{bobot sampel}) \times 100\%$$

Keterangan:

V = volume larutan NaOH yang digunakan (mL)

N = normalitas larutan NaOH

BE = bobot ekuivalen asam salisilat

Ketelitian hasil penetapan kadar tidak hanya dipengaruhi oleh prinsip reaksi, tetapi juga oleh berbagai faktor selama proses analisis. Faktor tersebut meliputi ketepatan penimbangan sampel, kondisi alat gelas, ketelitian pembacaan buret, kestabilan larutan baku, kualitas reagen, serta kemampuan analis dalam menentukan titik akhir titrasi. Kesalahan kecil pada setiap tahapan analisis dapat menyebabkan penyimpangan hasil kadar. Oleh karena itu, penerapan prinsip Good Laboratory Practice (GLP), penggunaan alat yang terkalibrasi, serta pengendalian prosedur analisis menjadi aspek penting untuk memperoleh hasil yang akurat, presisi, dan dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah (Müller et al., 2024).

Meskipun perkembangan teknologi analisis telah menghasilkan berbagai metode instrumental dengan tingkat sensitivitas dan selektivitas yang tinggi, metode alkalimetri tetap memiliki relevansi dalam bidang analisis farmasi. Hal tersebut disebabkan oleh karakteristik metode yang sederhana, ekonomis, waktu analisis relatif singkat, serta sesuai digunakan untuk senyawa yang memiliki gugus asam yang dapat mengalami reaksi netralisasi. Dalam pengawasan mutu farmasi, metode alkalimetri masih dapat digunakan sebagai metode analisis rutin pada senyawa tertentu sebelum dilakukan pengujian menggunakan instrumen yang lebih kompleks. Oleh karena itu, metode ini tetap menjadi salah satu pendekatan analisis yang penting dalam pengendalian mutu bahan farmasi (Patel et al., 2025).

3. METODE PENELITIAN

Metode Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium yang bertujuan untuk melakukan analisis kuantitatif asam salisilat pada sediaan bedak menggunakan metode titrasi alkalimetri.

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi buret 50 mL, erlenmeyer 250 mL, gelas kimia 100 mL, gelas ukur, labu ukur 500 mL, neraca analitik, dan pipet tetes. Bahan yang digunakan meliputi air suling, etanol, indikator fenolftalein, kalium hidrogen ftalat (KHP), larutan natrium hidroksida (NaOH), dan sampel bedak salisilat.

Pembuatan Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,1 N

Larutan NaOH 0,1 N dibuat dengan melarutkan 2 g natrium hidroksida dalam sedikit air suling di dalam gelas kimia. Larutan kemudian dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 500 mL. Gelas kimia dibilas menggunakan air suling, kemudian bilasannya dimasukkan ke dalam labu ukur. Selanjutnya volume larutan dicukupkan hingga tanda batas menggunakan air suling dan dihomogenkan.

Pembakuan Larutan NaOH

Larutan NaOH dibakukan menggunakan kalium hidrogen ftalat (KHP) sebagai baku primer. Sebanyak 400 mg KHP ditimbang, kemudian dilarutkan dalam 50 mL air bebas karbon dioksida (CO_2) di dalam erlenmeyer 250 mL. Selanjutnya ditambahkan tiga tetes indikator fenolftalein, kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH hingga terbentuk warna merah muda stabil sebagai titik akhir titrasi. Volume NaOH yang digunakan dicatat dan digunakan untuk menghitung normalitas larutan NaOH.

Penetapan Kadar Asam Salisilat

Sampel bedak yang setara dengan 300 mg asam salisilat ditimbang dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Selanjutnya ditambahkan 25 mL etanol yang telah dinetralkan menggunakan larutan NaOH 0,1 N, diikuti dengan penambahan 25 mL air suling dan 10 tetes indikator fenolftalein. Larutan kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1 N hingga terbentuk warna merah muda stabil sebagai titik akhir titrasi. Penetapan kadar dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan (triplo). Volume larutan

NaOH yang digunakan pada setiap pengulangan dicatat, kemudian digunakan untuk menghitung kadar asam salisilat dalam sampel.

Analisis Data

Data hasil pembakuan larutan NaOH dan penetapan kadar asam salisilat dianalisis secara deskriptif. Normalitas larutan NaOH dihitung berdasarkan hasil pembakuan menggunakan kalium hidrogen ftalat (KHP) sebagai baku primer, sedangkan kadar asam salisilat dihitung berdasarkan volume titran yang digunakan pada setiap pengulangan. Hasil analisis disajikan dalam bentuk tabel dan diinterpretasikan berdasarkan kesesuaian kadar yang diperoleh dengan kadar yang tercantum pada etiket produk serta dibandingkan dengan hasil penelitian terdahulu.

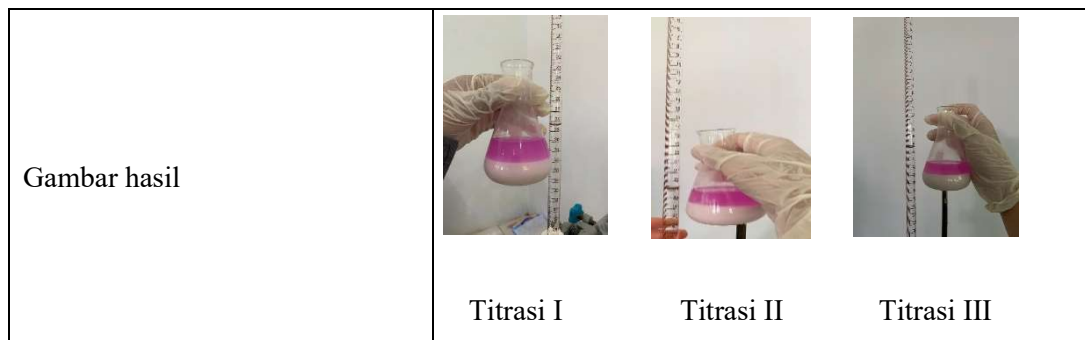
4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel Hasil Pembakuan NaOH

Parameter	Hasil
Massa KHP (mg)	400 mg
BE KHP	204,23
Volume NaOH (mL)	18,09 ml
Normalitas NaOH (N)	0,1036 N

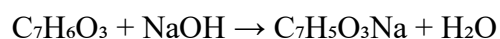
Tabel Hasil Penetapan Kadar Asam Salisilat

Parameter	Hasil
Berat sampel bedak	15 gram (15.000 mg)
Kadar Asam Salisilat pada etiket	2%
Volume NaOH titrasi I	21,0 ml
Volume NaOH titrasi II	20,9 ml
Volume NaOH titrasi III	21,0 ml
Volume rata-rata NaOH	20,97 ml
Jumlah asam salisilat	300 mg
Kadar asam salisilat	2%



Pembakuan larutan natrium hidroksida (NaOH) merupakan tahapan penting dalam analisis volumetri karena NaOH termasuk larutan baku sekunder yang tidak dapat digunakan secara langsung tanpa proses standardisasi. Hal ini disebabkan NaOH bersifat higroskopis dan mudah menyerap karbon dioksida (CO₂) dari udara sehingga konsentrasinya dapat berubah selama penyimpanan. Perubahan konsentrasi tersebut berpotensi menimbulkan kesalahan sistematik yang akan memengaruhi ketepatan hasil penetapan kadar. Oleh karena itu, pembakuan dilakukan menggunakan kalium hidrogen ftalat (KHP) sebagai baku primer karena memiliki kemurnian tinggi, stabil, tidak higroskopis, serta memiliki bobot ekuivalen yang diketahui secara pasti (Rahmadani et al., 2025). Hasil pembakuan menunjukkan bahwa larutan NaOH memiliki normalitas sebesar 0,1036 N, yang mendekati konsentrasi teoritis 0,1 N, sehingga larutan tersebut layak digunakan sebagai titran dalam penetapan kadar asam salisilat.

Penetapan kadar asam salisilat dilakukan menggunakan metode titrasi alkalimetri yang didasarkan pada reaksi netralisasi antara gugus karboksilat (-COOH) pada asam salisilat dengan larutan NaOH sebagai basa kuat. Reaksi berlangsung secara stoikiometri dengan perbandingan mol 1:1, di mana satu mol asam salisilat bereaksi dengan satu mol NaOH membentuk natrium salisilat dan air (Rahmadani et al., 2025). Reaksi tersebut dapat dituliskan sebagai berikut:



Titik akhir titrasi ditentukan menggunakan indikator fenolftalein. Pada kondisi asam, fenolftalein berada dalam bentuk tidak berwarna. Seiring penambahan larutan NaOH, ion hidroksida (OH⁻) bereaksi dengan ion hidrogen (H⁺) dari asam salisilat membentuk air sehingga pH larutan meningkat secara bertahap. Ketika seluruh asam salisilat telah ternetralkan dan pH larutan mencapai kisaran transisi fenolftalein, yaitu sekitar 8,2–10,0, indikator mengalami perubahan struktur menjadi bentuk terionisasi yang berwarna merah muda. Warna merah muda yang bertahan selama kurang lebih 30 detik

menandakan bahwa titik akhir titrasi telah tercapai dan seluruh asam salisilat telah bereaksi sempurna dengan larutan NaOH. Perubahan warna yang jelas mempermudah pengamatan titik akhir titrasi sehingga meningkatkan ketepatan hasil analisis (Rahmadani et al., 2025).

Penetapan kadar dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan (triplo) untuk meningkatkan keandalan hasil analisis serta mengevaluasi presisi metode yang digunakan. Pengulangan bertujuan untuk meminimalkan pengaruh kesalahan acak (*random error*) yang dapat terjadi akibat variasi pembacaan buret, penentuan titik akhir titrasi, maupun teknik analisis selama proses titrasi (Rahmadani et al., 2025). Hasil titrasi menunjukkan bahwa volume NaOH yang digunakan pada tiga pengulangan berturut-turut adalah 21,0 mL, 20,9 mL, dan 21,0 mL, dengan volume rata-rata 20,97 mL. Perbedaan volume yang sangat kecil antarulangan menunjukkan bahwa metode memiliki presisi yang baik dan tingkat keterulangan (*repeatability*) yang tinggi. Konsistensi tersebut mengindikasikan bahwa prosedur analisis dilakukan secara cermat sehingga menghasilkan data yang dapat dipercaya.

Berdasarkan hasil perhitungan, kadar asam salisilat dalam sampel diperoleh sebesar 2,00%, sesuai dengan kadar yang tercantum pada etiket produk. Kesesuaian antara hasil analisis dan kadar pada etiket menunjukkan bahwa metode titrasi alkalimetri mampu memberikan hasil yang akurat dalam menentukan kadar asam salisilat. Selain itu, hasil tersebut mengindikasikan bahwa produk yang dianalisis memenuhi spesifikasi mutu sesuai dengan kadar yang telah ditetapkan. Ketepatan hasil analisis dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain keberhasilan pembakuan larutan NaOH, homogenitas sampel, ketelitian dalam menentukan titik akhir titrasi, ketepatan pembacaan skala buret, serta keterampilan analis dalam melakukan titrasi. Kesalahan pada salah satu tahapan tersebut dapat menyebabkan penyimpangan hasil penetapan kadar (Rahmadani et al., 2025).

Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian (Bali & Fernanda, 2024) yang menyatakan bahwa kadar asam salisilat pada beberapa krim anti jerawat menggunakan metode alkalimetri berkisar antara 0,36–0,71%, di mana seluruh sampel masih memenuhi persyaratan keamanan yang berlaku. Penelitian (Sundoro, 2022) juga menuliskan kadar asam salisilat pada salep kulit berkisar antara 1,37–1,93%, sehingga seluruh sampel dinyatakan masih berada dalam batas yang diperbolehkan. Meskipun kadar yang diperoleh pada penelitian ini mencapai 2,00%, hasil tersebut masih sesuai dengan kadar

yang tercantum pada etiket dan berada pada batas maksimum yang diperkenankan untuk sediaan topikal. Perbedaan kadar yang diperoleh antarpencapaian kemungkinan dipengaruhi oleh perbedaan jenis sediaan, komposisi formulasi, karakteristik matriks sampel, kadar awal bahan aktif, serta variasi pada prosedur persiapan dan pelaksanaan analisis.

Secara keseluruhan, hasil penelitian menunjukkan bahwa metode titration alkalimetri merupakan metode analisis yang sederhana, ekonomis, serta memiliki tingkat akurasi dan presisi yang baik dalam penetapan kadar asam salisilat. Hal tersebut dibuktikan oleh normalitas larutan NaOH hasil pembakuan yang mendekati nilai teoritis, konsistensi volume titran pada setiap pengulangan, serta kesesuaian kadar hasil analisis dengan kadar yang tercantum pada etiket produk. Dengan demikian, Berdasarkan hasil penelitian ini, metode titration alkalimetri menunjukkan kinerja analisis yang baik dalam penetapan kadar asam salisilat. Hal tersebut ditunjukkan oleh normalitas titran yang memenuhi kebutuhan analisis, konsistensi hasil pengulangan, serta kadar asam salisilat yang diperoleh sesuai dengan kadar yang tercantum pada etiket produk.

5. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, kadar asam salisilat pada sediaan bedak yang dianalisis menggunakan metode titration alkalimetri diperoleh sebesar 2,00%, sesuai dengan kadar yang tercantum pada etiket produk. Hasil pembakuan larutan natrium hidroksida (NaOH) menunjukkan normalitas sebesar 0,1036 N, sedangkan hasil titration triplo menghasilkan volume rata-rata 20,97 mL dengan variasi yang sangat kecil antarulangan. Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode titration alkalimetri memiliki kinerja analisis yang baik dalam penetapan kadar asam salisilat pada sediaan bedak, sebagaimana ditunjukkan oleh normalitas titran yang memenuhi kebutuhan analisis, konsistensi hasil pengulangan, serta kesesuaian kadar yang diperoleh dengan kadar yang tercantum pada etiket produk.

DAFTAR REFERENSI

Alqarni, A. M. (2024). Analytical methods for the determination of pharmaceuticals and personal care products in solid and liquid environmental matrices: A review. *Molecules*, 29(16), 3900.

- Bali, N., & Fernenda, R. (2024). Penetapan kadar asam salisilat pada krim anti jerawat yang dijual di apotek dan online shop menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dan alkalimetri. (Sesuaikan nama jurnal, volume, nomor, dan halaman berdasarkan artikel asli).
- 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. *Jurnal Ilmu Kesehatan Abdurrah (JIKA)*, 2(1), 27–33. <https://jurnal.univrab.ac.id/index.php/jika/article/view/5008>
- Chiarentin, L., Gonçalves, C., Augusto, C., Miranda, M., Cardoso, C., & Vitorino, C. (2024). Drilling into "Quality by Design" approach for analytical methods. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 54(8), 3478–3519.
- D'Sa, M., Bhogale, D., Sawant, S., Thakur, P., Shukla, S., Mahadik, S., Patel, N., & ... (2024). Green analytical chemistry for pharmaceutical evaluation. *Green Analytical Chemistry*, 11, 100–115.
- Fatmawati, A., Sucianingsih, D., Lestari, Y., Fauzi, R., Emelda, & Munir, M. A. (2022). Analisis kualitatif dan kuantitatif kandungan asam salisilat pada sediaan kosmetika semi padat yang beredar di Pasar Beringharjo, Yogyakarta. *INPHARMED Journal (Indonesian Pharmacy and Natural Medicine Journal)*, 6(2), 76–84.
- Ioutsy, A., Sarnitskaya, A., & Sumtsov, M. (2024). Simultaneous determination of general active ingredients in topical formulations by gas chromatography with flame ionization detection (GC-FID). *Journal of Chromatographic Science*, 62(7), 601–610.
- Kenealey, J. D., Bastos, M., & Hansen, L. D. (2024). Reaction of KHP with excess NaOH or TRIS as standard reactions for calibration of titration calorimeters from 0 to 60 °C. *European Biophysics Journal*, 53(4), 225–238.
- Khairy, M. A., Hamad, A., Hamed, M., Locatelli, M., & Mansour, F. R. (2024). A stability indicating RP-HPLC-UV assay method for the simultaneous determination of hydroquinone, tretinoin, hydrocortisone, butylated hydroxytoluene and parabens in pharmaceutical creams. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 242, 116021.
- Liu, Y., Wang, X., & Zhang, Q. (2024). Semi-quantitative analysis of formaldehyde in food using microplate titration with phenolphthalein indicators. *Food Chemistry*, 435, Article 137505.
- Lotlikar, V. B., Sharma, S., & Londhe, V. Y. (2025). Unlocking relief: Formulation, characterization, and in vivo assessment of salicylic acid-loaded microemulgel for psoriasis management. *Naunyn-Schmiedeberg's Archives of Pharmacology*, 398(10), 3037–3047.
- Müller, T. D., Clemmensen, C., & Tschöp, M. H. (2024). Good laboratory practice principles and analytical validation in modern metabolic studies. *Nature Metabolism*, 6(2), 184–195.
- Ningsih, D., dkk. (2022). *Validasi metode alkalimetri untuk penetapan kadar asam salisilat dalam sediaan farmasi*. *Jurnal Ilmiah Farmasi Indonesia*.

- Olejniczak, A., Stachowiak, W., Ziental, D., Długaszewska, J., Rzemieniecki, T., Wysokowski, M., Jesionowski, T., & Niemczak, M. (2024). Unraveling the potential of vitamin B3-derived salts with a salicylate anion as dermal active agents for acne treatment. *Molecular Pharmaceutics*, 21(9), 4634–4647
- Pálla, G., & Mazák, K. (2024). Comparison of orthogonal determination methods of acid/base constants with meta-analysis. *International Journal of Molecular Sciences*, 25(23), Article 12727.
- Patel, A., Shah, R., & Kumar, V. (2025). Routine titrimetric assays versus high-performance liquid chromatography in industrial quality control validation. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 240, Article 115902.
- Rahmadani, R., Amelia, V., Septiany, K. K., Bahari, W. A., Anwar, N. A. A., Ananda, R., Pratiwi, H., Bintang, P. A., Pebrianti, N., & Firda, F. (2025). Penetapan kadar asam asetilsalisilat dan asam askorbat dengan menggunakan metode titrasi acidimetri-alkalimetri. *Jurnal Ilmiah Penelitian Mahasiswa*, 3(1), 602–607.
- Rahmadani, R., Amelia, V., Septiany, K. K., Bahari, W. A., Anwar, N. A. A., Ananda, R., Pratiwi, H., Bintang, P. A., Pebrianti, N., & Firda, F. (2025). *Penetapan kadar asam asetilsalisilat dan asam askorbat dengan menggunakan metode titrasi acidimetri-alkalimetri. Jurnal Ilmiah Penelitian Mahasiswa*, 3(1), 602–607.
- Rahmawati, N., dkk. (2021). *Analisis kadar asam salisilat pada sediaan farmasi menggunakan metode titrimetri. Jurnal Farmasi Sains dan Praktis*.
- Rodríguez-Hernández, D., Fenwick, M. K., & Myler, P. J. (2024). Analytical training and conceptual understanding of stoichiometry in pharmaceutical laboratory practices. *Journal of Chemical Education*, 101(5), 1842–185
- Sawant, S. S., Jadhav, A. R., & Patil, M. B. (2024). Spectrometric method for simultaneous quantification of nadifloxacin and salicylic acid in a novel topical dosage form. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 312, Article 124052.
- Sundoro, A. (2022). Penetapan kadar asam salisilat pada salep kulit menggunakan metode spektrofotometri visibel. Repository Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFAR).