

Penetapan Kadar Asam Salisilat dengan Metode Alkalimetri

Rifani Hutami Supardi¹, Putri Nabila Assegaf², Ketrin Olivia³, Puja Wakadu⁴,
Amelia Hakamat⁵, Fitra Bentelu Syamsuddin⁶

¹⁻⁷ Program Studi D3 Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Muhammadiyah
Manado, Indonesia

*Penulis Korespondensi: hutamirifani@gmail.com

Abstract. *Determination of active ingredient levels is an important step in pharmaceutical quality control to ensure product safety, quality, and effectiveness. This study aims to determine the salicylic acid levels in powder samples using the alkalimetry method and evaluate their compliance with applicable requirements. The study was conducted experimentally using the acid-base titration method with a standard sodium hydroxide (NaOH) solution that was first standardized using potassium hydrogen phthalate (KHP). The sample was dissolved in neutralized ethanol, then titrated using phenolphthalein indicator until the endpoint was reached, indicated by a stable pink color change. The standardization results showed a normality of the NaOH solution of 0.0816 N, while the determination of the concentration resulted in a salicylic acid level of 3.86%, higher than the maximum limit set by the Indonesian Food and Drug Authority (BPOM) for cosmetics, which is 2%. The difference in results is thought to be influenced by several factors, such as suboptimal ethanol neutralization, accuracy in burette readings, determination of the titration endpoint, sample homogeneity, and the condition of the standard solution. Nevertheless, the alkalimetry method has proven to be simple, economical, and capable of producing good analytical results if all procedures are carried out correctly. Therefore, this 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. Penetapan kadar zat aktif merupakan salah satu tahapan penting dalam pengendalian mutu sediaan farmasi untuk menjamin keamanan, mutu, dan efektivitas produk. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar asam salisilat dalam sampel bedak menggunakan metode alkalimetri serta mengevaluasi kesesuaiannya dengan persyaratan yang berlaku. Penelitian dilakukan secara eksperimental menggunakan metode titrasi asam-basa dengan larutan baku natrium hidroksida (NaOH) yang terlebih dahulu dibakukan menggunakan kalium hidrogen ftalat (KHP). Sampel dilarutkan dalam etanol yang telah dinetralkan, kemudian dititrasi menggunakan indikator fenolftalein hingga tercapai titik akhir yang ditandai dengan perubahan warna merah muda stabil. Hasil pembakuan menunjukkan normalitas larutan NaOH sebesar 0,0816 N, sedangkan penetapan kadar menghasilkan kadar asam salisilat sebesar 3,86%, lebih tinggi daripada batas maksimum yang ditetapkan BPOM untuk kosmetik, yaitu 2%. Perbedaan hasil diperkirakan dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti penetralan etanol yang belum optimal, ketelitian dalam pembacaan buret, penentuan titik akhir titrasi, homogenitas sampel, serta kondisi larutan baku. Meskipun demikian, metode alkalimetri terbukti sederhana, ekonomis, dan mampu memberikan hasil analisis yang baik apabila seluruh prosedur dilakukan secara tepat. Oleh karena itu, metode ini masih relevan digunakan sebagai 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

Asam salisilat merupakan senyawa turunan asam benzoat yang banyak dimanfaatkan dalam bidang farmasi sebagai bahan baku obat dan sediaan topikal. Senyawa ini memiliki aktivitas keratolitik, antiseptik, dan antiinflamasi sehingga sering

digunakan dalam pengobatan jerawat, psoriasis, kapalan, dan berbagai penyakit kulit lainnya. Agar produk farmasi yang mengandung asam salisilat aman dan efektif digunakan, kadar zat aktif harus memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan dalam farmakope

Penetapan kadar merupakan salah satu tahap penting dalam pengendalian mutu sediaan farmasi. Tujuan analisis kadar adalah memastikan bahwa jumlah zat aktif sesuai dengan kadar yang tertera pada etiket sehingga mutu, keamanan, dan khasiat obat tetap terjamin. Salah satu metode yang banyak digunakan untuk penetapan kadar asam salisilat adalah metode alkalimetri karena metode ini sederhana, cepat, dan memiliki ketelitian yang baik.

Metode alkalimetri didasarkan pada reaksi netralisasi antara senyawa yang bersifat asam dengan larutan baku basa, umumnya natrium hidroksida (NaOH). Pada penetapan kadar asam salisilat, titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna indikator fenolftalein menjadi merah muda yang stabil. Volume NaOH yang digunakan selama titrasi selanjutnya dihitung untuk menentukan kadar asam salisilat dalam sampel.

Analisis kuantitatif merupakan bagian penting dalam kimia farmasi karena memberikan informasi mengenai jumlah zat yang terkandung dalam suatu sampel. Salah satu metode analisis kuantitatif yang sering digunakan adalah metode titrasi asam-basa atau volumetri. Metode ini dipilih karena memiliki ketelitian yang baik, prosedur yang sederhana, biaya relatif murah, serta mudah diterapkan di laboratorium pendidikan maupun laboratorium pengujian mutu

Pada penetapan kadar asam salisilat digunakan metode alkalimetri, yaitu metode titrasi yang memanfaatkan larutan baku basa sebagai penitrasi. Asam salisilat yang bersifat asam akan bereaksi secara stoikiometri dengan natrium hidroksida (NaOH) membentuk garam natrium salisilat dan air. Reaksi netralisasi tersebut berlangsung hingga mencapai titik ekuivalen yang ditandai dengan perubahan warna indikator fenolftalein dari tidak berwarna menjadi merah muda yang bertahan selama kurang lebih 30 detik. Volume NaOH yang digunakan kemudian dijadikan dasar dalam perhitungan kadar asam salisilat

2. KAJIAN TEORITIS

2.1 Dasar teori

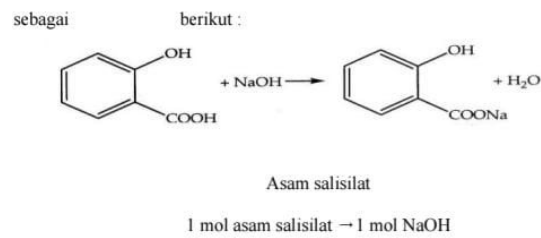
Senyawa yang akan Anda tentukan kadarnya dalam percobaan ini adalah asam salisilat yang terdapat dalam sediaan bedak. Asam salisilat telah digunakan sebagai bahan terapi topikal sejak lebih dari 2000 tahun yang lalu. Dalam bidang dermatologi, asam salisilat telah lama dikenal dengan khasiat utama sebagai bahan keratolitik. Kandungan asam salisilat yang tinggi dalam sediaan kosmetik ternyata memiliki dampak bagi kesehatan tubuh, mulai dari dampak yang ringan hingga yang berat. Pengetahuan dan informasi akan bahaya kandungan asam salisilat yang terkandung dalam sediaan kosmetik ini tidak sepenuhnya diketahui oleh masyarakat luas. Oleh karena itu perlu dilakukan pengujian kadar asam salisilat dalam sediaan kosmetik, khususnya didalam sediaan bedak.

Untuk menetapkan kadar asam salisilat, Farmakope Indonesia menyatakan bahwa analisis kadar dilakukan secara volumetri menggunakan larutan titer natrium hidroksida 0,1N. Metode titrasi yang menggunakan larutan titer natrium hidroksida dikenal sebagai metode alkalimetri, cara ini didasarkan pada reaksi netralisasi antara zat uji asam dengan larutan baku basa sebagai larutan titer.

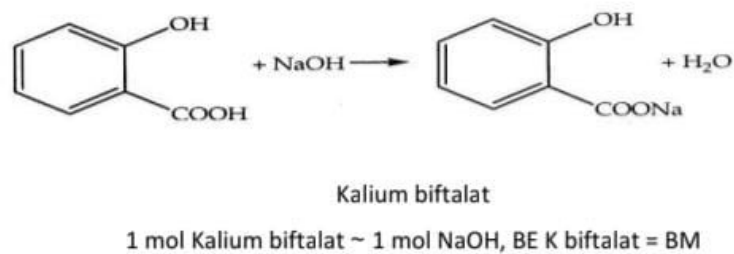
Berdasarkan kelarutan asam salisilat yang sukar larut dalam air tetapi lebih mudah larut dalam etanol, sehingga dalam analisisnya asam salisilat dilarutkan dengan etanol agar terjadi reaksi yang sempurna. Oleh karena etanol sedikit bereaksi asam, maka pelarut tersebut harus dinetralkan terlebih dahulu sehingga dalam proses titrasi larutan titer hanya menetralkan larutan sampel.

Untuk mengetahui selesainya reaksi maka digunakan indikator, indikator yang digunakan adalah fenolftalein (pp) yang merupakan indikator basa. Interval pH fenolftalein adalah 8,0-10,0, perubahan warna diamati dari tidak berwarna menjadi merah jambu (pink).

Penentuan kadar asam salisilat dalam percobaan ini dilakukan berdasarkan prinsip reaksi netralisasi menggunakan larutan baku basa (NaOH), reaksi yang terjadi adalah



Maka BE asam = BM asam tersebut. Larutan titer natrium hidroksida yang digunakan terlebih dahulu dibakukan dengan kalium hidrogenftalat, reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :

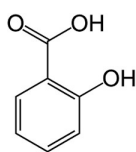


Uraian Zat Uji

Nama resmi : Acidum Salicylicum

Nama lain : Asam salisilat

Struktur kimia :



Rumus kimia : $C_7H_6O_3$

e. BM : 138,12

Pemerian :

FI ed III

Hablur ringan tidak berwarna atau serbuk berwarna putih; hamper tidak berbau; atau rasa agak manis dan tajam.

FI ed IV

Hablur putih; biasanya berbentuk jarum halus atau serbuk hablur halus putih; rasa agak manis, tajam dan stabil di udara. Bentuk sintetis warna putih dan tidak berbau. Jika dibuat dari metil salisilat alami dapat berwarna kekuningan atau merah jambu dan berbau lemah mirip mentol.

Kelarutan :

FI ed III

Larut dalam 550 bagian air dan dalam 4 bagian etanol (95%) P; mudah larut dalam kloroform P dan dalam eter P; larut dalam larutan amonium asetat P, dinatrium hidrogen fosfat P, kalium sitrat P dan dalam natrium sitrat P.

FI ed IV

Sukar larut dalam air dan dalam benzena, mudah larut dalam etanol dan dalam eter; larut dalam air mendidih; agak sukar larut dalam kloroform

3. METODE PENELITIAN

3.1 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

3.2 Bahan yang digunakan

1. Sampel bedak salisilat
2. Natrium hidroksida
3. Kalium biftalat

4.Indikator fenolftalein

5.Etanol

6.Air suling

3.3 IV Prosedur Kerja

1.Pembuatan Larutan Titer Natrium Hidroksida 0,1 N

2.Timbang 2 g kristal natrium hidroksida dalam gelas kimia 100 ml, larutkan dengan air suling.

3.Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml.

4.Bilas gelas kimia beberapa kali dengan airsuling, masukkan bilasan ke dalam labu ukur diatas. Kemudian cukupkan volumenya dengan air suling hingga tanda.Pembakuan Larutan Titer Natrium Hidroksida 0,1 N

5.Timbang saksama 400 mg kalium biftalat, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml

6.Larutkan dengan 50 ml air bebas karbondioksida (mintalah sama pengawas di laboratorium).

7.Tambahkan 3 tetes larutan indikator fenolftalein, kocok hingga homogen

8.Titrasi 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 :

$$\begin{aligned} \text{Mgrek NaOH} &= \text{mgrek KH Ftalat} \\ V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} &= \frac{\text{berat KH Ftalat}}{BE \text{ KH Ftalat}} \\ V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} &= \frac{\text{berat KH Ftalat}}{204,23} \\ N_{\text{NaOH}} &= \frac{\text{berat KH Ftalat}}{204,23 \times V_{\text{NaOH}}} \end{aligned}$$

Dimana

VNaOH = 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 =

$$\frac{0,3}{\text{kadar pd etiket (\%)} \times 100 \text{ (g)}}$$

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) Titrasi 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 desima 1/2 angka dibelakang koma), dengan rumus :

Mgrek asam salisil	=	Mgrek NaOH
	=	VNaOH x NNaOH
Asam salisil	=	VNaOH x NNaOH x BE As Salisilat
	=	 mg

Kadar asam salisilat dalam sampel :

$$\frac{\text{jumlah as salisil perhitungan (mg)}}{\text{berat zat uji (mg)}} \times 100\%$$

Kadar asam salisilat dalam sampel :

Kadar asam salisilat dalam sampel :

$$\frac{\text{jumlah asam salisilat perhitungan (mg)}}{\text{berat zat uji (mg)}} \times 100\%$$

Dimana :

VNaOH : volume larutan titer yang diperlukan

NNaOH : 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

4.1 HASIL

Percobaan	Keterangan	Gambar
Pembakuan larutan titer Naoh 0,1N	Volume Naoh 24 ml	
Kadar asam salisilat dalam bedak	Volume Naoh 4,2 ml	

4.2 Perhitungan

A. normalitas larutan titer Naoh

Nigrek Naoh = nigrek kh flatat

$$V \text{ Naoh} \times N \text{ Naoh} = \frac{\text{berat kh flatat}}{BT \text{ kh flatat}}$$

$$V \text{ Naoh} \times N \text{ Naoh} = \frac{400}{200\text{mg}}$$

$$N \text{ Naoh} = \frac{1,9585}{24} = \frac{1,9585}{24} = 0,0816$$

$$V \text{ Naoh} = 24$$

B. kadar asam salisilat dalam bedak

- sampel uji yang di timbang

$$\frac{0,3}{2\%} \times 100 = 1,500$$

-kadar asam salisilat dalam sampel

$$= V \text{Naoh} \times N \text{ Naoh} \times B E \text{ As salisilat}$$

$$4,2\text{ml} \times 0,1\text{N} \times 138,12 \text{ g/mol}$$

$$= 58,01 \text{ mg}$$

$$= \frac{\text{jumlah asam salisilat perhitungan (mg)}}{\text{Berat zat uji (mg)}} \times 100\%$$

$$\text{Berat zat uji (mg)}$$

$$= \frac{58,01 \text{ mg} \times 100 \%}{1.500 \text{ mg}}$$

$$1.500 \text{ mg}$$

$$= 3,567\%$$

$$\text{Sampel uji yang di timbang} = \frac{0,3}{\text{Kadar pada etiket (\%) x 100 (g)}}$$

$$\text{Kadar pada etiket (\%) x 100 (g)}$$

$$= \frac{0,3 \times 100(\text{g})}{\text{Kadar pada etiket (\%) x 100 (g)}}$$

$$\begin{aligned} & 2 \% \\ & = \frac{0,3}{0,02} \times 100 \text{ (g)} \\ & = 15 \times 100 = 1.500 \text{ mg} \\ & = 1,5 \text{ gram} \end{aligned}$$

4.3 PEMBAHASAN

Pada praktikum ini dilakukan penetapan kadar asam salisilat dalam sampel bedak menggunakan metode alkalimetri. Metode ini didasarkan pada reaksi netralisasi antara asam salisilat yang bersifat asam lemah dengan larutan baku natrium hidroksida (NaOH) sebagai basa kuat. Titik akhir titrasi ditandai dengan munculnya warna merah muda yang stabil setelah penambahan indikator fenolftalein. Volume NaOH yang digunakan selama titrasi sebanding dengan jumlah asam salisilat dalam sampel sehingga dapat digunakan untuk menghitung kadar asam salisilat.

Berdasarkan hasil praktikum, kadar asam salisilat yang diperoleh adalah 3,06%, sehingga melebihi batas maksimum yang ditetapkan oleh BPOM, yaitu 2% untuk penggunaan pada produk kosmetik tertentu. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kandungan asam salisilat dalam sampel berada di atas batas yang dianjurkan. Apabila kadar asam salisilat terlalu tinggi, penggunaan produk secara terus-menerus dapat meningkatkan risiko iritasi kulit, kulit kering, kemerahan, rasa perih, hingga pengelupasan yang berlebihan, terutama pada kulit sensitif

Hasil penelitian ini berbeda dengan penelitian Rohmawati dkk. (2022) yang melaporkan kadar asam salisilat sebesar 0,030%, sehingga masih memenuhi persyaratan keamanan. Perbedaan hasil dapat disebabkan oleh perbedaan jenis sampel, merek produk, metode analisis, kondisi penyimpanan sampel, serta ketelitian analisis selama pelaksanaan praktikum.

Pada tahap awal praktikum dilakukan penetralan etanol menggunakan indikator fenolftalein. Tujuan penetralan ini adalah menghilangkan sifat asam atau basa yang mungkin terdapat pada pelarut sehingga tidak memengaruhi proses titrasi. Secara teori, larutan akan menunjukkan warna merah muda tipis setelah mencapai kondisi netral.

Namun, selama praktikum larutan masih tampak bening sehingga menunjukkan bahwa proses penetralan belum berlangsung secara optimal. Kondisi ini dapat menyebabkan terjadinya kesalahan dalam menentukan titik akhir titrasi dan akhirnya memengaruhi hasil perhitungan kadar.

Selain itu, beberapa faktor lain juga dapat memengaruhi hasil analisis, seperti ketelitian dalam membaca skala buret, ketepatan menentukan perubahan warna indikator, homogenitas sampel, konsentrasi larutan baku NaOH yang harus sudah distandarisasi, serta kemungkinan adanya zat lain dalam sampel yang ikut bereaksi dengan NaOH. Faktor-faktor tersebut dapat menyebabkan volume titran yang digunakan menjadi lebih besar atau lebih kecil sehingga kadar asam salisilat yang dihitung tidak sesuai dengan kadar sebenarnya.

Metode alkalimetri dipilih karena memiliki beberapa kelebihan, yaitu prosedurnya sederhana, mudah dilakukan, biaya relatif murah, dan memberikan hasil yang cukup akurat apabila seluruh tahapan dilakukan dengan benar. Namun, metode ini juga memiliki keterbatasan, terutama sangat bergantung pada ketelitian pengamat dalam menentukan titik akhir titrasi berdasarkan perubahan warna indikator. Oleh karena itu, diperlukan keterampilan praktikan agar hasil yang diperoleh memiliki tingkat ketepatan dan ketelitian yang baik.

Secara keseluruhan, hasil praktikum menunjukkan bahwa kadar asam salisilat dalam sampel adalah 3,06%. Untuk memastikan keakuratan hasil, sebaiknya dilakukan pengulangan analisis (duplo atau triplo), standarisasi larutan NaOH sebelum digunakan, serta pelaksanaan titrasi secara lebih teliti agar diperoleh hasil yang lebih valid, akurat, dan dapat dipertanggung jawabkan secara ilmiah

4. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan praktikum penetapan kadar asam salisilat dengan metode alkalimetri, dapat disimpulkan bahwa metode alkalimetri dapat digunakan untuk menentukan kadar asam salisilat melalui reaksi netralisasi antara asam salisilat dan larutan baku natrium hidroksida (NaOH). Ketelitian hasil analisis dipengaruhi oleh ketepatan standarisasi larutan, pemilihan indikator, serta ketelitian dalam menentukan

titik akhir titrasi. Dengan pelaksanaan prosedur yang benar, kadar asam salisilat dalam sampel dapat ditentukan dengan baik dan hasilnya dapat dibandingkan dengan persyaratan yang berlaku

5.2 Saran

Untuk memperoleh hasil yang lebih akurat, seluruh alat gelas sebaiknya bersih dan terkalibrasi, larutan NaOH harus distandarisasi sebelum digunakan, serta titrasi dilakukan secara teliti hingga mencapai titik akhir yang tepat. Praktikan juga disarankan melakukan titrasi secara berulang agar diperoleh hasil yang lebih presisi dan mengurangi kesalahan selama praktikum

DAFTAR REFERENSI

- Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. (2020). Farmakope Indonesia Edisi VI. Jakarta: BPOM RI.
- Kementerian Kesehatan Republik Indonesia. (2021). Suplemen I Farmakope Indonesia Edisi VI. Jakarta: Kementerian Kesehatan RI.
- Rohman, A. (2021). Analisis Farmasi. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Gandjar, I. G., & Rohman, A. (2022). Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Harris, D. C. (2022). Quantitative Chemical Analysis (10th ed.). New York: W. H. Freeman.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2022). Fundamentals of Analytical Chemistry. Boston: Cengage Learning.
- Watson, D. G. (2023). Pharmaceutical Analysis: A Textbook for Pharmacy Students and Pharmaceutical Chemists. London: Elsevier.
- Vogel, A. I. (2023). Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis. Harlow: Pearson Education