

**ANALISIS LOGAM MERKURI (Hg) PADA KRIM PEMUTIH  
WAJAH “OFF LABEL” DAERAH KOTA KABUPATEN  
TULUNGAGUNG DENGAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Farmasi

Program Studi S1 Farmasi

STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung



**Oleh :**

**KARTIKA AYU WULANDARI**

**1513206005**

**PROGRAM STUDI S1 FARMASI  
STIKES KARYA PUTRA BANGSA  
TULUNGAGUNG**

**JULI 2019**

**ANALISIS LOGAM MERKURI (Hg) PADA KRIM PEMUTIH WAJAH “OFF  
LABLE” DAERAH KOTA KABUPATEN TULUNGAGUNG DENGAN  
METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**Kartika Ayu Wulandari**

**Prodi S1 Farmasi**

**INTISARI**

Krim pemutih wajah merupakan campuran bahan kimia dan atau bahan lainnya dengan khasiat dapat memutihkan kulit atau memucatkan noda hitam pada kulit. Merkuri merupakan salah satu bahan aktif yang sering direkomendasikan karena ion merkuri dianggap dapat menghambat sintesis melamin pigmen kulit di sel melanosit. Menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia nomor HK.03.01.23.07.11.6662 tahun 2011 persyaratan logam berat jenis merkuri (Hg) adalah tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1 mg/L (1 ppm). Tujuan penelitian untuk mengetahui ada tidaknya merkuri dan menentukan kadar merkuri pada krim pemutih wajah yang dijual di daerah Kota Kabupaten Tulungagung. Sampel penelitian ini sebanyak 5 dengan metode pengambilan sampel secara *purposive sampling*. Pengujian kandungan merkuri dilakukan dengan dua tahap yaitu tahap pertama secara kualitatif (uji warna) dan tahap kedua secara kuantitatif menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom dengan panjang gelombang 253,7 nm. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada kelima sampel yang diamati terdapat 4 sampel yang mengandung merkuri, yaitu dengan kadar pada sampel kode A 5,39 ppm ; kode B 0,93 ; kode C 0 ppm ; kode D 15,81 dan kode E 14,22 ppm. Sehingga tidak semua kosmetik krim pemutih wajah yang beredar dipasaran memenuhi syarat yang ditetapkan oleh BPOM.

**Kata Kunci:** merkuri, krim pemutih wajah ‘*off lable*’, spektrofotometri serapan atom.

**ANALYSIS OF MERCURY METAL (Hg) IN FACE BLEACHING CREAM  
“OFF LABEL” REGION OF TULUNGAGUNG CITY USING ATOMIC  
IMPLEMENTATION SPECTROPHOTOMETRY (SSA)**

**Kartika Ayu Wulandari  
S1 Pharmacy Study Program**

**ABSTRACT**

Face whitening cream is a mixture of chemicals and / or other ingredients with the properties of being able to whiten the skin or blot the black spots on the skin. Mercury is one of the active ingredients that is often recommended because mercury ions are thought to inhibit the synthesis of melamine skin pigments in melanocyte cells. According to the Regulation of the Food and Drug Supervisory Agency of the Republic of Indonesia number HK.03.01.23.07.11.6662 in 2011 the requirement for mercury (Hg) is not more than 1 mg / kg or 1 mg / L (1 ppm). The purpose of the study was to determine the presence or absence of mercury and determine mercury levels in facial whitening creams sold in the area of the City of Tulungagung Regency. The sample of this study was 5 with a purposive sampling method. Testing the mercury content is done in two stages, namely the first stage qualitatively (color test) and the second stage quantitatively using an Atomic Absorption Spectrophotometer with a wavelength of 253.7 nm. The results of this study indicate that in the five samples observed there were 4 samples containing mercury, namely the levels in the code A sample of 5.39 ppm; code B 0.93; C code 0 ppm; code D 15.81 and code E 14.22 ppm. So that not all face whitening cream cosmetics in the market meet the requirements set by BPOM.

Keywords: mercury, face whitening cream “off lable”, atomic absorption spectrophotometry.

lampiran 6. Jadwal Penelitian

JADWAL KEGIATAN		Bulan ke-					TEMPAT
		2	3	4	5	7	
1.	Tahap Persiapan						
	a.	Persiapan Bahan	√				Laboratorium Kimia KPB
2.	Tahap Penelitian						
	a.	Uji Kualitatif		√			Laboratorium Kimia KPB
	b.	Preparasi Sampel			√		Ruang Instrumentasi SSA UB malang
	c.	Uji Kuantitatif			√		Ruang Instrumentasi SSA UB malang
3.	Tahap Penyelesaian						
	a.	Analisis dan Pengolahan Data				√	Laboratorium Kimia KPB
	b.	Penyusunan Laporan Akhir				√	Laboratorium Kimia KPB
	c.	Pengumpulan Laporan				√	Prodi S1 Farmasi KPB

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir Skripsi dengan judul “Analisis Logam Merkuri (Hg) Pada Krim Pemutih Wajah “*Off Lable*” Daerah Kota Kabupaten Tulungagung dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)” dalam rangka untuk memperoleh gelar sarjana Farmasi prodi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung. terselesaikannya Tugas Akhir Skripsi ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. dr. Denok Sri Utami M.H selaku ketua STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung.
2. Dara Pranindya Tilarso, S.Farm., Apt. Selaku Kaprodi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung.
3. Afidatul Muadifah S.Si., M.Si. Selaku pembimbing I yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi penelitian ini.
4. Arif Santoso, S.Farm., Apt. Selaku pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Pihak perpustakaan STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung yang memberi izin dalam menunjang penulisan skripsi penelitian ini.
6. Pihak laboratorium kimia STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung yang memberi izin dalam proses penelitian ini.
7. Pihak Universitas Brawijaya Malang yang bersedia membantu dalam proses analisis sampel.
8. Yanuari dan Sudarsih yang merupakan orang tua peneliti, terimakasih telah memberikan dukungan dan semangat kepada peneliti.
9. Teman – teman Departemen Kimia yang telah memberikan semangat dan dalam pengerjaan skripsi peneliti.

10. Teman – teman Prodi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa Angkatan 2015 yang telah memberikan dukungan dan semangat serta menemani selama kuliah peneliti.

11. Semua pihak yang telah membantu.

Kesempurnaan hanya milik Allah SWT. Skripsi ini sangat jauh dari sempurna sehingga membutuhkan kritik dan saran agar lebih baik dan lebih baik lagi.

Tulungagung, 12 Juli 2019

Penulis,

Kartika Ayu Wulandari

## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan diterbitkan dalam daftar pustaka.

Tulungagung, Juli 2019

Penulis,

Kartika Ayu Wulandari

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1. Latar Belakang

Seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi, terdapat beragam produk kosmetika yang dijual dipasaran. Kosmetika dikenal sebagai penunjang penampilan agar tampak lebih menarik (Armin, *et al.*, 2013). Menurut *Food and Drug Administration* (FDA), badan yang mengatur industri kosmetika, kosmetika adalah produk yang digunakan oleh manusia untuk membersihkan, mempercantik, mengubah penampilan tanpa mempengaruhi struktur atau fungsi tubuh. Selain itu pada Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1175/MENKES/PER/VIII/2010 Bab 1 Pasal 1 dituliskan bahwa kosmetika adalah bahan atau sediaan yang digunakan pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ genital bagian luar) terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan dan melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik (FDA, 2014 ; BPOM RI, 2010).

Penggunaan kosmetika harus disesuaikan dengan aturan pakainya, misalnya harus sesuai jenis kulit, warna kulit, cuaca, waktu penggunaan, umur dan jumlah pemakaiannya sehingga tidak menimbulkan efek yang tidak diinginkan (Armin, *et al.*, 2013). Kulit merupakan bagian luar tubuh yang paling kelihatan, kulit menjadi sumber kecantikan dan daya pikat dari seseorang. Kulit putih dan cerah merupakan dambaan setiap orang, terutama wanita. Oleh karena itu, setiap orang berusaha untuk menjaga dan memperbaiki kesehatan kulitnya sehingga kebanyakan kaum wanita selalu berusaha berpenampilan menarik dengan merawat kulit agar terlihat lebih cerah / putih. Hal ini didukung dengan semakin berkembangnya teknologi perawatan kulit dan klinik-klinik kecantikan yang tersebar di Indonesia. Perawatan kulit telah menjadi *trend* masa kini bagi wanita *modern* dan merupakan sebuah kebutuhan bagi seorang wanita (Thomfeldt and Bourne, 2010; Hayati N,2013).

Salah satu kosmetika yang banyak digunakan oleh masyarakat terutama oleh kaum wanita untuk memutihkan kulit (wajah) yaitu krim pemutih "*off lable*".

Krim pemutih merupakan campuran bahan kimia dan atau bahan lainnya dengan khasiat bisa memutihkan kulit atau memucatkan noda hitam pada kulit. Krim pemutih sangat bermanfaat bagi wajah yang memiliki berbagai masalah di wajah, karena mampu mengembalikan kecerahan kulit dan mengurangi warna hitam pada wajah (Parengkuan dkk, 2013).

Bahan aktif yang biasanya digunakan dalam krim pemutih salah satunya adalah merkuri. Merkuri disebut juga air raksa atau *hydrargyrum* yang merupakan elemen kimia dengan simbol Hg dan termasuk dalam golongan logam berat dengan bentuk cair dan berwarna keperakan. Merkuri merupakan salah satu bahan aktif yang sering ditambahkan dalam krim pemutih. Menurut Dr. Retno I.S Tranggono, Sp.KK merkuri direkomendasikan sebagai bahan pemutih kulit karena berpotensi sebagai bahan pereduksi (pemucat) warna kulit dengan daya pemutih terhadap kulit yang sangat kuat. Ion merkuri dianggap dapat menghambat sintesis melamin pigmen kulit di sel melanosit (Sembel, 2015; Li Wang and Hong Zhang, 2011).

Menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia nomor HK.03.01.23.07.11.6662 tahun 2011 persyaratan logam berat jenis merkuri (Hg) adalah tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1mg/L (1ppm). Keputusan pemerintah Indonesia dalam membatasi penggunaan bahan aktif tersebut karena krim pemutih yang mengandung merkuri dapat menimbulkan toksisitas terhadap organ-organ tubuh. Hal tersebut terjadi karena senyawa merkuri akan kontak dengan kulit secara langsung sehingga mudah terabsorpsi masuk ke dalam darah dan mengakibatkan reaksi iritasi yang berlangsung cukup cepat diantaranya dapat membuat kulit terbakar, menjadi hitam, dan bahkan dapat berkembang menjadi kanker kulit. Pada pemakaian dosis tinggi dapat menyebabkan kerusakan permanen otak, paru-paru, ginjal, mengganggu perkembangan janin, serta dapat menimbulkan manifestasi gejala keracunan pada sistem saraf berupa gangguan penglihatan, tremor, insomnia, kepikunan, dan gerakan tangan menjadi abnormal (ataksia). Merkuri yang terakumulasi di dalam organ tubuh merupakan zat karsinogenik yang dapat menyebabkan kematian (BPOM RI, 2011; BPOM RI, 2007).

Menurut penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Trisnawati, dkk pada tahun 2017 tentang “Identifikasi Kandungan Merkuri pada Beberapa Krim Pemutih yang Beredar di Pasaran (Studi dilakukan di Pasar DTC Wonokromo Surabaya)” dengan uji analisis kuantitatif merkuri menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 253,7 nm diperoleh kadar yang cukup besar yaitu dengan kadar A1 adalah  $224,05 \pm 0,35$  mg/kg. Sedangkan untuk varian A2 adalah  $188,20 \pm 0,28$  mg/kg adar tersebut menunjukkan bahwa krim pemutih yang beredar di pasaran DTC Wonokromo Surabaya tidak sesuai dan melebihi batas persyaratan yang telah ditetapkan Pemerintah Indonesia oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia nomor HK.03.01.23.07.11.6662 tahun 2011 bahwa persyaratan logam berat jenis merkuri (Hg) adalah tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1 mg/L (1 ppm) (Trisnawati, dkk. 2017).

Menurut penelitian Armin, dkk. Pada tahun 2013 tentang “Identifikasi Dan Penetapan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Kosmetika Herbal Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)” diperoleh hasil perhitungan kadar merkuri yang didapatkan dari sampel 1 sebanyak: 0,56 %, sampel 2: 0,28 %, dan sampel 3: 0,45 %. Sehingga sediaan tersebut tidak aman digunakan pada kulit dan telah melanggar PerMenKes RI No.376 /MenKes / Per / VIII /1990 dan PerMenKes RI No.445/MenKes/PER/V/1998 isinya melarang penggunaan merkuri dalam sediaan kosmetika (Armin, dkk. 2013).

Berdasarkan latar belakang diatas peneliti tertarik ingin melakukan penelitian mengenai analisis logam merkuri dalam krim pemutih wajah “*off lable*” di Kota, Kabupaten Tulungagung menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA). Sehingga dapat dijadikan sebagai referensi untuk analisis logam merkuri dalam krim pemutih wajah “*off lable*”. Spektrofotometri serapan atom merupakan metode yang digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit (trace) dan sangat kelumit (ultratrace). Spektrofotometri serapan atom didasarkan pada penyerapan energi oleh atom-atom netral, dan sinar yang diserap biasanya sinar tampak atau ultraviolet (Gandjar dan Rohman, 2007).

## **1.2. Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang diatas rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

- 1.1.1 Berapakah kadar logam merkuri dalam krim pemutih wajah “*off lable*” di daerah Kota Kabupaten Tulungagung dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA)?

## **1.3. Tujuan Penelitian**

Berdasarkan rumusan masalah diatas tujuan dalam penelitian ini adalah:

- 1.3.1. Untuk mengetahui kadar logam merkuri dalam krim pemutih wajah “*off lable*” di daerah Kota Kabupaten Tulungagung.

## **1.4. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan memberikan manfaat berupa:

- 1.4.1. Manfaat Institusi

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk menambah ilmu serta wawasan bagi pembaca mahasiswa terutama dalam hal kefarmasian mengenai analisis senyawa merkuri dalam krim pemutih “*off lable*” di daerah Kota, Kabupaten Tulungagung dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

- 1.4.2. Manfaat Masyarakat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi kepada masyarakat untuk lebih berhati – hati dalam memilih kosmetik seperti krim pemutih wajah “*off lable*”, serta memberikan informasi tentang dampak negatif dari merkuri yang terkandung dalam krim pemutih wajah “*off lable*”.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Kulit**

Menurut Kusantati dkk, (2008); Tranggono dan Fatma Latifah, (2014) kulit merupakan bagian tubuh paling utama yang perlu diperhatikan, karena kulit merupakan organ terbesar yang melapisi bagian tubuh manusia. Kulit memiliki fungsi untuk melindungi bagian tubuh dari berbagai gangguan dan rangsangan luar dengan membentuk mekanisme biologis salah satunya yaitu pembentukan pigmen melanin untuk melindungi kulit dari bahaya sinar ultraviolet matahari.

Radiasi sinar ultraviolet yang berasal dari matahari dapat menimbulkan efek negatif yaitu menyebabkan berbagai permasalahan pada kulit. Bahaya yang ditimbulkan yaitu kelainan kulit mulai dari kemerahan, noda-noda hitam, penuaan dini, kekeringan, keriput, sampai kanker kulit. Untuk mengatasi berbagai masalah kulit tersebut diperlukan adanya perawatan menggunakan kosmetik (Kusantati dkk, 2008; Tranggono dan Fatma Latifah, 2014).

#### **2.2. Kosmetik**

##### **2.2.1. Definisi Kosmetik**

Kosmetika berasal dari kata *kosmein* (Yunani) yang berarti "berhias". Suatu bahan yang dipakai manusia dalam usaha untuk mempercantik diri, pada zaman dahulu kosmetik dibuat dari bahan-bahan alami yang terdapat disekitarnya. Namun, pada zaman sekarang kosmetik dibuat manusia tidak hanya dari bahan alami tetapi juga bahan sintetik yang bermaksud untuk lebih meningkatkan kecantikan (Wasitaatmadja, 1997).

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1176/MenKes/PER/VIII/2010 tentang Notifikasi Kosmetika, kosmetik adalah bahan atau sediaan yang digunakan pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir dan organ genital bagian luar) atau gigi dan mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan atau melindungi dan memelihara tubuh pada kondisi baik.

## **2.2.2. Penggolongan Kosmetik**

Menurut Retno, (2011). Penggolongan kosmetik menurut sifat dan cara pembuatannya ada 2, yaitu:

### **2.2.2.1. Kosmetik tradisional**

Kosmetik tradisional adalah kosmetik alamiah yang dibuat sendiri tanpa menggunakan alat – alat yang canggih atau modern, bahan-bahan yang digunakan yaitu bahan yang segar atau bahan yang telah dikeringkan. Seperti buah-buahan atau tanaman-tanaman yang ada disekitar. Pada kosmetik tradisional cara pengolahannya yaitu menurut resep yang turun temurun dari nenek moyang. Contohnya seperti masker dari tumbuh – tumbuhan seperti lidah buaya, tomat, bengkuang, dll.

### **2.2.2.2. Kosmetik modern**

Kosmetik modern adalah kosmetik yang diproduksi oleh pabrik (laboratorium), dimana bahan-bahan yang digunakan telah dicampur dengan zat-zat kimia untuk mengawetkan kosmetik tersebut. Hal ini akan mempengaruhi tingkat ketahanan kosmetik, untuk lebih tahan lama dan tidak cepat rusak.

## **2.2.3. Tujuan Penggunaan Kosmetik**

Tujuan utama penggunaan kosmetik pada masyarakat modern adalah untuk kebersihan pribadi, meningkatkan daya tarik melalui *make up*, meningkatkan rasa percaya diri dan perasaan tenang, melindungi kulit dan rambut dari kerusakan sinar ultraviolet, polusi dan faktor lingkungan yang lain, mencegah penuaan, dan secara umum membantu seseorang lebih menikmati dan menghargai hidup (Djajadisastra, 2009).

Penggunaan kosmetik harus disesuaikan dengan aturan pakainya. Misalnya harus sesuai jenis kulit, warna kulit, iklim, cuaca, waktu penggunaan, umur, dan jumlah pemakaiannya sehingga tidak menimbulkan efek yang tidak diinginkan. (Djajadisastra, 2009).

## **2.2.4. Efek Samping Kosmetik**

Ada berbagai reaksi negatif yang disebabkan oleh kosmetik yang tidak aman pada kulit maupun sistem tubuh, antara lain:

- a. Iritasi: reaksi langsung timbul pada pemakaian pertama kosmetik karena salah satu atau lebih bahan yang dikandungnya bersifat iritan. Sejumlah deodorant, kosmetik pemutih kulit (misalnya kosmetik impor *Pearl Cream* yang mengandung merkuri) dapat langsung menimbulkan reaksi iritasi (Retno, 2011).
- b. Alergi: reaksi negatif pada kulit muncul setelah dipakai beberapa kali, kadang-kadang setelah bertahun-tahun, karena kosmetik itu mengandung bahan yang bersifat alergenik bagi seseorang meskipun tidak bagi yang lain (Retno, 2011).
- c. Fotosensitisasi: reaksi negatif muncul setelah kulit yang ditempelki kosmetik terkena sinar matahari karena salah satu atau lebih dari bahan, zat pewarna, zat pewangi yang dikandung oleh zat kosmetik itu bersifat *photo sensitizer* (Retno, 2011).
- d. Jerawat (*acne*): beberapa kosmetik pelembap kulit yang sangat berminyak dan lengket pada kulit, seperti yang diperuntukkan bagi kulit kering di iklim dingin, dapat menimbulkan jerawat bila digunakan pada kulit yang berminyak. Terutama di negara-negara tropis seperti di Indonesia karena kosmetik demikian cenderung menyumbat pori-pori kulit bersama kotoran dan bakteri (Retno, 2011).
- e. Intoksikasi: keracunan dapat terjadi secara lokal maupun sistemik melalui penghirupan lewat melalui hidung dan hidung, atau penyerapan lewat kulit. Terutama jika salah satu atau lebih bahan yang dikandung kosmetik itu bersifat *toksik* (Retno, 2011).
- f. Penyumbatan fisik: penyumbatan oleh bahan-bahan berminyak dan lengket yang ada dalam kosmetik tertentu, seperti pelembab atau dasar bedak terhadap pori-pori kulit atau pori-pori kecil pada bagian tubuh yang lain. Ada dua efek atau pengaruh kosmetik terhadap kulit, yaitu efek positif dan efek negatif. Tentu saja yang diharapkan adalah efek positifnya, sedangkan efek negatifnya tidak diinginkan karena dapat menyebabkan kelainan-kelainan kulit (Retno, 2011).

## **2.3. Zat Pemutih**

### **2.3.1. Krim (*Cream*)**

Krim adalah bentuk sediaan setengah padat berupa emulsi yang mengandung satu atau lebih bahan obat terlarut atau terdispersi dalam bahan dasar yang sesuai (mengandung air tidak kurang dari 60 %). Krim ada dua tipe yakni krim tipe M/A (minyak/air) dan tipe A/M (air/minyak) (Syamsuni, 2006).

### **2.3.2. Krim Pemutih**

Krim pemutih merupakan campuran bahan kimia dan atau bahan lainnya dengan khasiat bisa memutihkan kulit atau memucatkan noda hitam (coklat) pada kulit. Pemakaian merkuri dalam krim pemutih dapat menimbulkan berbagai hal, mulai dari perubahan warna kulit yang pada akhirnya dapat menyebabkan bintik-bintik hitam pada kulit, alergi, iritasi kulit serta pemakaian dengan dosis tinggi dapat menyebabkan kerusakan permanen otak, serta dapat menyebabkan kanker (Parengkuan, 2013).

### **2.3.3. Dampak Krim Pemutih Wajah Terhadap Kulit**

Produk pemutih kulit adalah salah satu jenis produk kosmetika yang mengandung bahan aktif yang dapat menekan atau menghambat pembentukan melanin atau menghilangkan melanin yang sudah terbentuk sehingga akan memberikan warna kulit yang lebih putih. Dampak positif yang dapat diperoleh dari pemakaian kosmetik pemutih diantaranya kulit menjadi lebih segar dan cerah. Keterbatasan pengetahuan tentang berbagai produk kosmetik pemutih membuat konsumen tidak mengetahui dampak negatif yang timbul jika tidak berhati-hati. Kesalahan yang dilakukan dapat menyebabkan gangguan terhadap kesehatan kulit. Penggunaan kosmetik, khususnya pemutih secara berlebihan dapat membahayakan kesehatan kulit. Kosmetika pemutih biasanya mengandung zat aktif pemutih seperti hidrokuinon dan merkuri (Marliyantina, 2012).

Pemakaian merkuri pada krim pemutih dapat menjadikan kulit tampak lebih putih dan mulus, tetapi penggunaan dalam jangka panjang akan mengakibatkan pengendapan di dalam kulit. Pemakaian bertahun-tahun akan menyebabkan biru kehitaman dan memicu timbulnya kanker. Kurangnya pengetahuan dan informasi yang bisa didapatkan oleh pengguna kosmetik pemutih dapat menyebabkan

seseorang melakukan kesalahan. Pada mulanya konsumen berkeinginan untuk membuat kulit menjadi putih dan cantik tetapi hasil yang didapatkan malah sebaliknya. Tidak jarang pengguna kosmetik pemutih mengeluh karena kulitnya merah meradang setelah menggunakan kosmetik pemutih (Marliyantina, 2012).

## **2.4. Merkuri**

### **2.4.1. Definisi Merkuri**

Raksa (air raksa) atau merkuri atau *hydrargyrum* (bahasa latin: *hydrargyrum*, air perak/perak cairan) adalah unsur kimia pada label sistem periodik dengan dengan simbol Hg dan nomor atom 80 serta berat atom 200,59. Unsur logam transisi dengan golongan II B ini berwarna keperakan dan berbentuk cair dalam suhu kamar, serta mudah menguap. Merkuri atau Hg akan memadat pada tekanan 7.640 Atm (Sudarmono,2009).

Merkuri (Hg) adalah logam berat berbentuk cair, berwarna putih perak, serta mudah menguap pada suhu ruangan. Merkuri (Hg) akan memadat pada tekanan 7.640 Atm. Merkuri (Hg) dapat larut dalam asam sulfat atau asam nitrit, tetapi tahan terhadap basa. Merkuri (Hg) memiliki nomor atom 80, berat atom 200,59 g/mol, titik lebur  $-38,9^{\circ}\text{C}$ , dan titik didih  $356,6^{\circ}\text{C}$ . (WidowatiWahyu,dkk,2008)

Menurut Rina (2007), merkuri (Hg) merupakan bahan aktif yang sering ditambahkan dalam krim pemutih, penggunaan merkuri dapat menghambat pembentukan melanin pada kulit. Berdasarkan hasil penelitian, merkuri memiliki efek toksik yang berbahaya bagi penggunaannya. Pemakaian merkuri (Hg) dalam krim pemutih dapat menimbulkan berbagai hal (reaksi negatif).

### **2.4.2. Sumber Logam Merkuri**

Merkuri merupakan unsur yang sangat jarang dalam kerak bumi, dan relatif terkonsentrasi pada beberapa daerah vulkanik dan endapan endapan mineral biji dari logam-logam berat. Secara ilmiah, pencemaran oleh merkuri dan logam-logam lain kelingkungan umumnya berasal dari kegiatan gunung-gunung berapi, rebusan air tanah yang melewati daerah deposit merkuri dan logam lainnya. Merkuri digunakan pada berbagai aplikasi seperti amalgam gigi, sebagai fungisida, dan beberapa penggunaan industri termasuk untuk proses penambangan emas. Dari

kegiatan penambangan tersebut menyebabkan tingginya konsentrasi merkuri dalam air tanah dan air pada permukaan pertambangan. Elemen air raksa relatif tidak berbahaya kecuali jika menguap dan terhirup secara langsung pada paru-paru (Wartawarga, 2012).

### **2.4.3. Bahaya Penggunaan Krim Mengandung Merkuri**

Penggunaan krim pemutih wajah yang mengandung merkuri dapat menyebabkan :

- a) Terjadi gangguan kerusakan pada syaraf, kasus seperti Alzheimer & parkinson, dengan ciri Tremor (gemetar), Insomnia (susah tidur), gangguan penglihatan, Ataxia (gerakan tangan tak normal) gangguan Emosi, Pikun, Depresi, Disorientasi Ruang (rasa bingung & gelisah di awal pemakaian).
- b) Memperlambat pertumbuhan janin, bahkan menyebabkan anak mengalami Autisme.
- c) Flek hitam pada kulit akan memucat (seakan pudar) dan bila pemakaian dihentikan, flek itu akan timbul lagi & bertambah parah (melebar).
- d) Efek *rebound* (efek balik) yaitu memberikan respon berlawanan yakni kulit akan menjadi gelap/kusam saat pemakaian krim dihentikan.
- e) Bagi wajah yang tadinya bersih lambat laun akan timbul flek yang sangat parah (lebar).
- f) Dapat merusak lapisan kulit bawah. Jika disinari dengan lampu diagnostik, kulit yg memakai krim merkuri akan terlihat biru dibawahnya, karena sel kulit tersebut mati. Selanjutnya bisa mengakibatkan kanker kulit.
- g) Kerusakan pada saluran pencernaan.
- h) Kerusakan pada ginjal yang dapat menyebabkan kematian akibat gagal ginjal (Susanti, 2012).

### **2.4.4. Bahan Aktif Pemutih yang Aman Digunakan**

Pharm. DR. Joshita Djajadisastra, MS, PhD, 2003, tentang Pemutih yang Tepat dan Aman Bagi Wanita Indonesia, menyebutkan beberapa bahan aktif pemutih yang aman digunakan, antara lain :

- a) Ascorbic Acid (Vitamin C) dan derivatnya
- b) Kojic Acid

- c) Arbutin
- d) Licorice Extract
- e) Chamomile Extract
- f) Mulberry Extract
- g) Green Tree Extract
- h) Bearberry Extract
- i) Grapefruit Extract
- j) Rice Extract
- k) Antaginos Alpha-MSH
- l) Antipollon (Marliyantina, 2012).

#### **2.4.5. Ciri-ciri Krim Pemutih Mengandung Merkuri**

Menurut (Susanti, 2012). Ciri-ciri krim pemutih wajah yang mengandung merkuri antara lain :

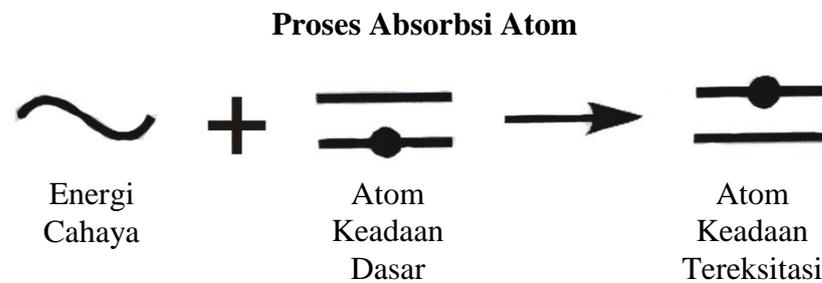
- a) Umumnya pemutih wajah yang baunya sedikit keras (biasanya agar sedikit bau logam/diberi parfum biar wangi tapi menyengat).
- b) Krim berwarna putih-kuning. Putih untuk krim malam, kuning untuk krim pagi. Tidak semua tapi patut dicurigai.
- c) Ciri spesifik krim sedikit mengkilat warnanya. Kalau kita buka tutupnya permukaan krimnya sedikit berkilauan/hologram.
- d) Krim yang mengandung merkuri dapat membuat kulit wajah putih dalam waktu singkat. Cukup bervariasi antara 1-4 minggu, tergantung dari banyaknya kandungan merkuri di dalam krim. Semakin tinggi kandungan merkuri semakin cepat memberikan hasil putih pada wajah.
- e) Umumnya menimbulkan rasa gatal yang amat sangat di awal pemakaian, tergantung jenis kulit. Makanya ada yang menyertakan dengan krim anti iritasi.
- f) Kulit lebih sensitif terhadap sinar matahari, terasa panas bila terkena sinar matahari langsung.
- g) Kulit terasa perih kemerahan, umumnya 1-2 hari diawal pemakaian (berbeda rasa perihnya ketika memakai *Peeling* dari dokter).
- h) Gangguan pada saluran kemih.

## 2.5. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

### 2.5.1. Definisi Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan cahaya oleh atom (Rohman, 2007).

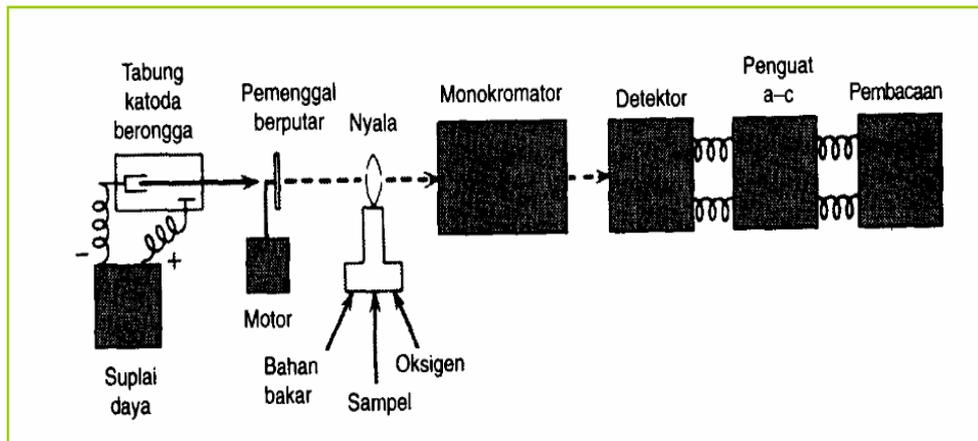
Berdasarkan Gambar 2.1 dapat diketahui proses dari instrument spektrofotometri serapan atom (SSA). Prinsip kerja spektrofotometri serapan atom (SSA) yaitu sampel masuk kedalam nebulizer kemudian dirubah menjadi kabut-aerosol lalu dibakar di flame agar terjadi atomisasi, kemudian atom yang terbentuk menyerap radiasi dengan jumlah sebesar konsentrasinya (Rohman, 2007).



**Gambar 2.1. Proses dari Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) (Day R.A Underwood,2002;423)**

### 2.5.2. Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Instrumen spektrofotometri serapan atom (SSA) terdapat lima bagian utama yaitu sumber sinar atau cahaya, tempat sampel, monokromator, detektor dan sistem pembacaan. Cahaya atau sumber sinar akan dilewatkan melalui monokromator sehingga sinar mempunyai panjang gelombang dan akan dideteksi oleh detektor kemudian akan dibaca oleh system pembaca atau Instrument spektrofotometri serapan atom ditunjukkan pada Gambar 2.2 sebagai berikut:



**Gambar 2.2. Peralatan Spektrofotometer Serapan Atom  
(Day R.A Underwood,2002;423)**

### 2.5.2.1. Sumber Sinar / Cahaya

Sumber sinar yang lazim dipakai adalah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini mengandung gas argon atau neon, berbentuk katoda silindris yang mengandung logam untuk proses eksitasi, serta sebuah anoda. Ketika aliran listrik bervoltase tinggi diaplikasikan sepanjang katoda dan anoda partikel gas terionisasi. Kenaikan voltase menyebabkan ion gas memiliki cukup energi untuk melontarkan atom logam keluar dari katoda. Beberapa dari atom-atomgas ini berada dalam bentuk yang tereksitasi dan mengemisikan cahaya pada panjang gelombang yang spesifik sama dengan logam yang akan dianalisis (Lestari, F., 2009).

### 2.5.2.2. Tempat sampel

Menurut Gandjar, (2007), dalam analisis dengan spektrofotometri serapan atom, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan asas. Ada berbagai macam alat yang dapat digunakan untuk mengubah suatu sampel menjadi uap atom-atom yaitu: dengan nyala (*flame*) dan dengan tanpa nyala (*flameless*).

### 2.5.2.3. Nyala (*Flame*)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya, dan juga berfungsi untuk atomisasi. Pemilihan macam bahan pembakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingannya

sangat mempengaruhi suhu nyala. Sumber nyala yang paling banyak digunakan adalah campuran asetilen sebagai bahan pembakar dan udara sebagai pengoksidasi. Terdapat beberapa cara pengatoman pada nyala. Pemasukan sampel ke dalam nyala dengan cara yang ajeg dan seragam membutuhkan suatu alat yang mampu mendispersikan secara seragam di dalam nyala. Ada beberapa cara atomisasi dengan nyala ini, yaitu:

#### **2.5.2.3.1. Cara langsung (pembakar konsumsi total atau *total consumption burner*)**

Pada cara ini, sampel dihembuskan (diaspirasikan) secara langsung ke dalam nyala, dan semua sampel akan dikonsumsi oleh pembakar. Variasi ukuran kabut (*droplet*) sangat besar. Diameter partikel rata-rata sebesar 20 mikron, dan sejumlah partikel ada yang mempunyai diameter lebih besar 40 mikron. Semakin besar kabut yang melewati nyala (tanpa semuanya diuapkan), maka efisiensinya semakin rendah.

#### **2.5.2.3.2. Cara tidak langsung**

Pada model ini, larutan sampel dicampur terlebih dahulu dengan bahan pembakar dan bahan pengoksidasi dalam suatu kamar pencampur sebelum dibakar. Tetesan-tetesan yang besar akan tertahan dan tidak masuk ke dalam nyala. Dengan cara ini, ukuran terbesar yang masuk ke dalam nyala  $\pm 10$  mikron sehingga nyala lebih stabil dibandingkan dengan cara langsung. Masalah yang terkait dengan penggunaan cara ini adalah adanya kemungkinan nyala membakar pencampur dan terjadi ledakan. Akan tetapi, hal ini dapat dihindari dengan menggunakan lubang sempit atau dengan cara mematuhi aturan yang benar terkait dengan cara menghidupkan gas.

#### **3.5.2.3.3. Tanpa nyala (*flameless*)**

Teknik atomisasi dengan nyala dinilai kurang peka karena atom gagal mencapai nyala, tetesan sampel yang masuk ke dalam nyala terlalu besar, dan proses atomisasi kurang sempurna. Oleh karena itu, muncullah suatu teknik atomisasi yang baru yakni atomisasi tanpa nyala. Pengatoman dapat dilakukan dalam tungku dari grafit. Sistem pemanasan dengan tanpa nyala ini dapat melalui 3 tahap yaitu: pengeringan (*drying*) yang membutuhkan suhu yang relatif rendah; pengabuan (*ashing*) yang membutuhkan suhu yang lebih tinggi karena untuk

menghilangkan matriks kimia dengan mekanisme volatilisasi atau pirolisis; dan pengatoman (*atomising*).

#### **3.5.2.4. Monokromator**

Monokromator merupakan alat yang berfungsi untuk memisahkan radiasi yang tidak diperlukan dari spektrum radiasi lain yang dihasilkan dari *Hollow Cathode Lamp* (Khopkar, 1990).

#### **3.5.2.5. Detektor (*detector*)**

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman. Dalam hal ini, sistem penguat harus cukup selektif untuk dapat membedakan radiasi (Khopkar, 1990).

#### **3.5.2.6. Sistem Pembacaan**

Sistem pembacaan merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai sistem pencatatan hasil. Pencatatan hasil dilakukan dengan suatu alat yang telah terkalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva (Gandjar, 2007).

## **2.6. Validasi Metode**

Validasi adalah konfirmasi melalui bukti – bukti pemeriksaan dan telah sesuai dengan tujuan pengujinya. Validasi harus dilakukan terhadap metode non standar dan metode yang dikembangkan laboratorium (Riyanto, 2011). Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penelitian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Parameter yang digunakan adalah (Riyanto, 2011):

### **2.6.1. Linieritas**

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Digunakan satu seri larutan yang berbeda konsentrasi antara 50-150% kadar analit dalam sampel. Jumlah sampel yang dianalisis sekurang – kurangnya tujuh buah sampel blanko. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi  $r$  pada analisis regresi linier y

=  $ax + b$ . Hubungan linier dicapai jika nilai  $b = 0$  dan  $r = +1$  atau  $-1$  bergantung pada arah garis. Nilai  $a$  menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan.

### 2.6.2. Akurasi (kecermatan)

Akurasi adalah kedekatan hasil pengukuran analit dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode (hasil percobaan dibandingkan kadar analit yang sebenarnya). Akurasi sering dinyatakan dalam persen perolehan kembali (% *Recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi ditentukan dengan 2 cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) dan metode penambahan baku (*standart addition method*) (Priyanto, 2011). Perhitungan % *recovery* dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut:

$$\% Recovery = \frac{\text{konsentrasi spiking} - \text{konsentrasi sampel}}{\text{absorbansi standar}} \times 100\%$$

Akurasi merupakan suatu kemampuan metode analisis untuk memperoleh nilai benar setelah dilakukan secara berulang. Nilai replika analisis semakin dekat dengan sampel yang sebenarnya maka semakin akurat metode tersebut (Riyanto, 2011).

### 2.6.3. Presisi

Menurut Riyanto (2009) Presisi atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). *Precision* dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan) atau *reproducibility* (ketertiruan).

Pada umumnya nilai keseksamaan dihitung menggunakan standar deviasi (simpangan baku) untuk menghasilkan *Relative Standard Deviation* (RSD) atau Coefficient Variation (CV). Keseksamaan yang baik dinyatakan dengan semakin kecil persen RSD maka nilai presisi semakin tinggi. Kriteria seksama juga diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi

2% atau kurang dan  $RSD \leq 15\%$ . Makin kecil nilai standar deviasi yang diperoleh, maka makin kecil pula nilai koefisien variasinya.

Menurut (Sumardi, 2005) keseksamaan dinyatakan dengan presentase *Relative Standard Deviation* (%RSD) dengan batas-batas yang masih dapat diterima berdasarkan ketelitiannya. Tingkat ketelitiannya terdiri dari :

$RSD \leq 1\%$  = sangat teliti

$1\% < RSD \leq 2\%$  = teliti

$2\% < RSD < 5\%$  = ketelitian sedang

$RSD > 5\%$  = ketelitian rendah

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan kimia yang meliputi, krim pemutih “*off lable*” sebanyak 5 jenis, HCl, HNO<sub>3</sub>, KI, SnCl<sub>2</sub>, aquadest, standar merkuri (Armin, dkk. 2013).

#### **3.2. Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometri serapan atom (SSA), pipet mikro, corong, gelas ukur 100 mL, Erlenmeyer 100 mL, kertas saring, kompor listrik, labu ukur 25 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, pipet tetes, pipet volume 1 mL, pipet volume 2 mL, pipet volume 3 mL, pipet volume 7 mL, rak tabung, tabung reaksi, timbangan digital dan batang pengaduk (Armin, dkk. 2013).

#### **3.3. Sampel**

Sampel merupakan suatu sub kelompok atau sebagian dari populasi yang dipilih untuk melakukan sebuah penelitian (Amirullah, 2015). Teknik yang digunakan dalam pengambilan sampel yakni pengambilan sampel secara *purposive sampling* dengan kriteria krim pemutih wajah, yang paling banyak diminati masyarakat. *Purposive sampling* yaitu metode pengambilan sampel yang didasarkan pada suatu pertimbangan tertentu yang dibuat oleh peneliti (Notoatmodjo, 2012). Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah 5 jenis krim pemutih “*off lable*” yang berada di daerah Kota Kabupaten Tulungagung.

#### **3.4. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium STIKes Karya Putra Bangsa dan di Laboratorium Universitas Brawijaya Malang selama 5 bulan mulai tanggal 18 Februari – 06 Juli 2019.

### **3.5. Variabel Penelitian**

#### **3.5.1. Variabel Bebas**

Variable bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah krim pemutih wajah “*off lable*” menggunakan metode spektrofotometer serapan atom (SSA).

#### **3.5.2. Variabel Terikat**

Variable terikat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kadar logam merkuri dalam sampel yang terdapat di Tulungagung Kota.

### **3.6. Metode Penelitian**

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen/percobaan. Penetapan kadar logam merkuri pada krim pemutih wajah “*off lable*” dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Pada pengujian kuantitatif dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA).

#### **3.6.1. Preparasi Sampel**

Proses preparasi sampel, ditara gelas beker 50 mL kemudian ditimbang 5 jenis krim pemutih wajah “*off lable*” sebanyak 2 gram selanjutnya dilarutkan dengan asam nitrat pekat sebanyak 10 mL. Kemudian sampel dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml lalu ditambahkan volumenya hingga tanda batas dengan aquadest.

#### **3.6.2. Validasi Metode**

##### **3.6.2.1 Uji Linieritas**

Larutan standar induk merkuri (serbuk) diambil 5 gram dimasukkan kedalam gelas beker 50 mL, kemudian ditambahkan asam nitrat 10 mL diaduk sampai homogen selanjutnya dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen. Kemudian didapat hasil larutan standar merkuri 50 ppm. Selanjutnya larutan standar merkuri 50 ppm diencerkan menjadi variasi konsentrasi 0,0 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm dan 20 ppm. Masing – masing konsentrasi diambil sedikit

dimasukkan dalam gelas beker, kemudian ditambahkan 2 ml SnCl<sub>2</sub> 10%. Selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm. Dilakukan 3 kali replikasi dan dicatat hasilnya.

Hasil absorbansi masing – masing konsentrasi kemudian dihitung rata – ratanya. Dari data tersebut dapat ditentukan nilai kemiringan (slope = a), intersep (b), dan koefisien korelasi (r). Kemudian dibuat kurva baku dengan memasukkan sumbu x (konsentrasi standar) dan sumbu y (absorbansi rata – rata) dan dicari R<sup>2</sup>. Tingkat linieritas optimum apabila R<sup>2</sup> mendekati 1.

### 3.6.2.2. Uji Akurasi

Sampel krim pemutih wajah ‘‘off lable’’ yang sudah dipreparasi dipipet 10 ml kemudian dimasukkan dalam Erlenmeyer 100 mL. Kemudian ditambah larutan standar merkuri 50 ppm sebanyak 540 µl kedalam sampel, kemudian ditambahkan 2 mL larutan SnCl<sub>2</sub> 10%, diaduk sampai homogen. Selanjutnya diinjeksikan kedalam alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm. Dilakukan replikasi sebanyak 3 kali. Persen perolehan kembali atau recovery dihitung menggunakan rumus:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasispiking} - \text{konsentrasisampel}}{\text{absorbansistandar}} \times 100\%$$

Larutan standar yang dispikekan ke dalam sampel jumlahnya minimal setengah atau sepertiga dari dugaan konsentrasi analit dalam sampel. Akurasi bagus jika nilai absorbansi spiking lebih besar dari pada absorbansi sampel.

### 3.6.2.3. Uji Presisi

Sampel yang telah dipreparasi di masukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL kemudian ditambahkan 2 mL larutan SnCl<sub>2</sub>. Selanjutnya di ukur absorbansi pada spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm. Dilakukan 3 kali replikasi dan dicatat hasilnya kemudian dilakukan perhitungan SD dan setelah didapat hasil SD dilanjutkan dengan perhitungan RSD dan dicatat hasilnya. Berikut ini rumus dari SD dan RSD:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Keterangan:

SD = standar deviasi

n = jumlah sampel

$X_i$  = rata-rata kadar analit tiap volume

$\bar{X}$  = kadar terukur analit tiap pengulangan

Parameter tingkat presisi ditentukan berdasarkan nilai relatif standar deviasi (RSD) dari beberapa konsentrasi analit dalam sampel.

$$RSD = \frac{\text{standardevisi (SD)}}{\text{konsentrasirata - rataanalitdalam sampel}} \times 100\%$$

$RSD \leq 1\%$  = sangat teliti

$1\% \leq RSD \leq 2\%$  = teliti

$2\% \leq RSD \leq 5\%$  = ketelitian sedang

$RSD > 5\%$  = ketelitian rendah

### 3.6.3. Analisa Kualitatif Merkuri

#### 3.6.3.1. Pembuatan Larutan KI 0,5 N

Kalium Iodida diambil sebanyak 4,15 gram, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquadest sampai batas, serta dikocok hingga homogen (Trisnawati, dkk. 2017).

#### 3.6.3.2. Pembuatan Larutan Aqua Regia

HCl Pekat diambil sebanyak 75 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan HNO<sub>3</sub> Pekat sebanyak 25 mL (perbandingan volume 3 : 1) (Trisnawati, dkk. 2017).

#### 3.6.3.3. Pengolahan Sampel dengan Cara Digesti Basah.

Ditimbang dengan saksama sampel sebanyak 2 gram dan ditambah aquadest sebanyak 25 mL. Setelah itu ditambahkan 20 mL larutan aqua regia (HCl : HNO<sub>3</sub>

= 3 : 1), dan ditempatkan kompor listrik selama 3 jam, didinginkan dan disaring. Kemudian didapatkan larutan sampel (Darmono, 1995).

#### **3.6.3.4. Pengujian Sampel Dengan Reaksi Warna**

Sejumlah 5 mL larutan uji ditambah 1-2 tetes larutan Kalium Iodida 0,5 N perlahan melalui dinding tabung reaksi. Jika sampel positif mengandung merkuri maka akan terbentuk endapan merah jingga (Trisnawati, dkk. 2017).

#### **3.6.4. Analisa Kuantatif Merkuri**

Sampel diambil secara *purposif sampling* kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom. Tujuan dari analisa kuantitatif ini adalah untuk menentukan kadar merkuri yang terkandung dalam sampel.

##### **3.6.4.1. Penetapan Kadar Merkuri dalam Sampel**

Penetapan kadar merkuri dilakukan dengan cara sampel yang telah dipreparasi masing – masing diambil sebanyak 5 mL dimasukkan kedalam Erlenmeyer 100 mL kemudian ditambahkan 2 ml SnCl<sub>2</sub> 10% pada masing – masing larutan kemudian sampel diinjeksikan kedalam alat. Kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm. Masing – masing sampel direplikasi 3x. Dicatat nilai absorbansinya. Untuk menghitung kadar merkuri yang terkandung dalam sampel digunakan rumus  $y = ax + b$ .

Rumus  $y = ax + b$  adalah rumus uji linearitas penentuan regresi dari standar kurva kalibrasi, diperoleh koefisien korelasi dan diketahui kondisi alat yang digunakan sudah mewakili jumlah sampel. Dimana:

y = nilai absorbansi

x = konsentrasi

b = koefisien regresi (menyatakan slope)

a = tetapan regresi (menyatakan intercept)

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar merkuri pada krim pemutih wajah ‘*off lable*’ di daerah Kota Kabupaten Tulungagung yang dianalisa menggunakan metode spektrofotometri serapan atom.

#### 4.1. Perolehan Sampel

Sampel yang dianalisis adalah kosmetik krim pemutih wajah “*off lable*” merek A, B, C, D dan E dimana masing – masing merek krim terdiri atas krim malam sehingga jumlah total sampel adalah 5. Teknik *sampling* yang digunakan yaitu teknik *purposive sampling*. Dalam teknik *sampling* tersebut, satuan sampling dipilih berdasarkan pertimbangan tertentu dengan tujuan untuk memperoleh satuan sampling yang memiliki karakteristik yang dikehendaki (Setiawan, 2005). Karakteristik sampel krim pemutih wajah “*off lable*” yang dikehendaki yaitu krim yang banyak dipesan atau digunakan oleh konsumen sehingga berpotensi ditambahkan zat kimia pemutih kulit seperti merkuri oleh produsen krim tersebut. Pertimbangan peneliti dalam pengambilan sampel adalah krim pemutih wajah yang “*off lable*” yang paling banyak diminati di daerah Tulungagung dan dipilih krim yang digunakan untuk malam hari di karenakan pada saat tanya jawab dengan penjual kosmetik toko A, B, C, D, E, F dan G jenis krim yang paling di minati adalah jenis krim malam kode A, B, C, D, dan E. Sampel diperoleh dari 7 toko yang menjual produk – produk kosmetik yang berada di Kota Kabupaten Tulungagung, dari toko A menjual sampel kode A, dari toko B menjual sampel kode A, B dan E, dari toko C menjual kode sampel A dan C, dari toko D menjual kode B, D dan E, dari toko E menjual kode A, B, C, D dan E, dari toko F menjual kode B dan D, dan dari toko G menjual kode A, B, dan E. Sehingga peneliti mengambil 5 sampel krim yang digunakan untuk penelitian.

## 4.2. Preparasi Sampel

Proses preparasi sampel, ditara gelas beker 50 mL kemudian ditimbang 5 jenis krim pemutih “*off lable*” sebanyak 2 selanjutnya dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> pekat sebanyak 10 mL. Penambahan asam nitrat pekat disini bertujuan sebagai zat pengoksidasi yang merupakan oksidator kuat. Fungsi oksidator yaitu untuk mengoksidasi bahan – bahan pembawa CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O yang terkandung di dalam sampel selain itu dapat menghilangkan senyawa organik dan memisahkan unsur logam yang akan diteliti yaitu merkuri (Wijaya, 2013). Kemudian sampel dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan volumenya hingga tanda batas dengan aquadest.

## 4.3. Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya sehingga metode yang digunakan dinyatakan valid (Gandjar, 2007). Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah linieritas, akurasi dan presisi.

### 4.3.1. Uji Linieritas

Linieritas merupakan parameter yang dipakai untuk melihat respon metode terhadap perubahan jumlah sampel. Pada parameter ini akan terlihat apakah dengan kenaikan jumlah sampel akan menaikkan respon (respon bisa dalam bentuk absorbansi, volume titran atau peak area) Pengerjaan parameter ini, dengan membuat sejumlah sampel range kadarnya antara 70 % - 130 %. Data kadar kemudian diolah dengan menggunakan *Linier Regresion* (LR) antara kadar terhitung dengan volume titran/absorbansi. Kemudian hitung nilai r nya. Kriteria keberterimaannya adalah jika  $r > 0,98$ . Uji linearitas bertujuan untuk mengetahui apakah dua variabel mempunyai hubungan yang linear atau tidak secara signifikan (Gandjar dan Rohman, 2007).

Uji linieritas dilakukan dengan membuat larutan standar induk merkuri 50 ppm, tahap pertama yaitu standar merkuri diambil 5 gram kemudian dimasukkan

kedalam gelas beker 50 mL, kemudian ditambahkan asam nitrat 10 mL. Penambahan  $\text{HNO}_3$  pekat berfungsi untuk mendestruksi atau menjadi agen pengoksidasi utama pada suhu rendah sehingga sampel akan mudah larut (Khumaira, dkk. 2017). Selanjutnya dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas, dikocok sampai homogen. Selanjutnya larutan standar 50 ppm diencerkan menjadi 0,0 ppm ; 0,5 ppm ; 1 ppm ; 5 ppm ; 10 ppm ; 15 ppm ; 20 ppm. Masing - masing larutan di masukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL yang berbeda kemudian ditambahkan  $\text{SnCl}_2$  2 mL. Penambahan  $\text{SnCl}_2$  berfungsi sebagai reduktor, yang dapat mereduksi unsur merkuri positif tersebut menjadi Hg netral (tidak bermuatan) dalam bentuk kabut uap merkuri (Christiani, 2009). Selanjutnya diukur absorbansi masing – masing konsentrasi dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang resonansi merkuri yaitu 253,7 nm. Dipilih panjang gelombang 253,7 nm, karena pada panjang gelombang tersebut memiliki sensitivitas yang paling baik dan tidak berinteraksi dengan logam lainnya yang ada dalam sampel (Ang dan Kheng, 2005).

**Tabel I.** Pembuatan Variasi Konsentrasi Kurva Kalibrasi Standart

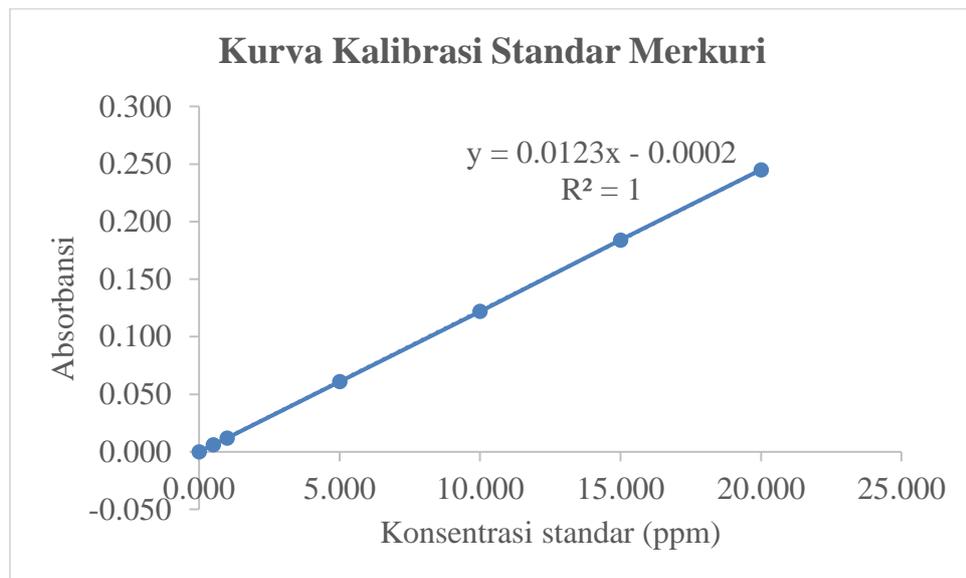
Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,0	0,000
0,5	0,006
1	0,012
5	0,061
10	0,122
15	0,184
20	0,245

Berdasarkan Tabel I. Hasil pengukuran serapan beberapa konsentrasi larutan standart merkuri pada panjang gelombang 253,7 nm dapat dilihat bahwa semakin besar konsentrasi maka larutan standar akan memiliki nilai absorbansi yang semakin besar, kemudian dibuatkan kurva kalibrasi konsentrasi absorbansi. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, absorbansi dari suatu sampel akan sebanding dengan ketebalan, konsentrasi sampel dan absorptifitas molar. Bila ketebalan benda (b) atau konsentrasi materi (c) yang dilewati bertambah, maka cahaya akan lebih banyak

diserap. Jadi absorbansi berbanding lurus dengan ketebalan dan konsentrasi (Nukomasari, 2010).

Mekanisme kerja spektrofotometri serapan atom yaitu sampel analisis berupa liquid dihembuskan ke dalam nyala api burner dengan bantuan gas bakar yang digabungkan bersama oksidan (bertujuan untuk menaikkan temperatur) sehingga dihasilkan kabut halus. Atom-atom keadaan dasar yang berbentuk dalam kabut dilewatkan pada sinar dan panjang gelombang yang khas. Sinar sebagian diserap, yang disebut absorbansi dan sinar yang diteruskan emisi. Penyerapan yang terjadi berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam nyala. Pada kurva absorpsi, terukur besarnya sinar yang diserap, sedangkan kurva emisi, terukur intensitas sinar yang dipancarkan (Nukomasari, 2010). Prinsip kerja spektrofotometri serapan atom (SSA) yaitu sampel masuk kedalam nebulizer kemudian dirubah menjadi kabut-aerosol lalu dibakar di flame agar terjadi atomisasi, kemudian atom yang terbentuk menyerap radiasi dengan jumlah sebesar konsentrasinya (Rohman, 2007).

Berdasarkan Gambar 4.1. Hasil kurva yang didapatkan menunjukkan bahwa nilai absorbansi yang dihasilkan meningkat dengan peningkatan konsentrasi larutan standar merkuri yang dibuat, sehingga didapati persamaan regresi yang didapatkan dari kurva standar yaitu  $y = 0,0123x - 0,0002$  dengan nilai  $r$  yaitu 1. Dimana 0,0123 adalah nilai *slope*, 0,0002 adalah nilai *intercept* dan 1 adalah nilai koefisien korelasi. Hasil koefisien korelasi 1 yang menyatakan hubungan yang linear antara konsentrasi dengan serapan yang dihasilkan, yang berarti peningkatan nilai serapan analit berbanding lurus dengan peningkatan konsentrasinya sesuai dengan kriteria koefisien korelasi ( $r$ ) yang baik yaitu 1. (Miller dan Miller, 2010).



**Gambar 4.1 Grafik Kurva Kalibrasi Standart Merkuri**

#### 4.3.2. Uji Akurasi (kecermatan)

Uji validasi yang kedua yaitu akurasi (kecermatan). Akurasi dinyatakan sebagai perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi ditentukan dengan dua cara yaitu metode penambahan baku (*addition method*) atau metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) seperti yang digunakan dalam penelitian ini. Dalam metode simulasi, sejumlah analit ditambahkan ke dalam campuran pembawa kemudian dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya) (Riyanto, 2011). Setelah dilakukan perhitungan perolehan nilai uji perolehan kembali pada sampel kode A sebesar 99,48 % ; kode B sebesar 99,00 % ; kode C sebesar 0 % ; kode D sebesar 100,05 % ; kode E sebesar 99,89 %. Adapun syarat nilai uji perolehan kembali yang baik adalah 98% - 102% (Gandjar dan Rohman, 2007) sehingga ke lima hasil yang diperoleh memenuhi syarat dari uji akurasi.

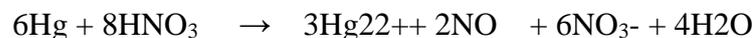
#### 4.3.3. Uji Presisi

Uji validasi yang ketiga yaitu uji presisi. Presisi menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji yang diukur melalui penyebaran hasil dari rata – rata secara berulang. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif

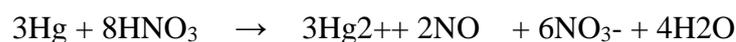
(Gandjar dan Rohman, 2007). Adapun hasil uji presisi dari penelitian ini adalah pada sampel kode A = 1.514, kode B = 5.857, kode C = 0 , kode D = 4.661 dan kode E = 6.051. Dari kelima sampel yang termasuk dalam kategori teliti yaitu sampel kode A, untuk sampel kode B, D, E termasuk dalam kategori kurang teliti atau tidak reproduisibel, hal ini di karenakan pada uji presisi yang di persyaratkan adalah <2%. Uji presisi dapat di ukur dari SD dan RSD. Selanjutnya untuk sampel C menunjukkan hasil 0 karena sampel tersebut tidak mengandung merkuri.

#### 4.4. Uji Kualitatif Merkuri

Setelah dilakukan validasi metode langkah selanjutnya adalah analisa kualitatif merkuri dalam sampel. Uji kualitatif bertujuan untuk mengetahui keberadaan suatu unsur atau senyawa kimia, baik organik maupun anorganik (Abudarin, 2002). Tahap pertama uji kualitatif yaitu pembuatan larutan uji melalui metode destruksi basah. Destruksi ini bertujuan untuk mempercepat proses pemutusan ikatan senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Dalam metode destruksi basah ini, digunakan campuran asam kuat yaitu asam klorida dan asam nitrat dengan perbandingan (3:1). Campuran kedua larutan tersebut lebih dikenal sebagai larutan aqua regia karena larutan tersebut memiliki sifat yang dapat melarutkan logam dengan proses yang lebih cepat (Van Loon, 1980). Asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat yang dingin dan sedang pekatnya (8M), dengan merkuri yang berlebihan menghasilkan ion merkuri (I): Reaksi yang terjadi antar logam merkuri dengan HNO<sub>3</sub> pekat adalah:



Dengan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat panas yang berlebihan, terbentuk ion merkuri (II):



Merkuri (Hg) bersifat sangat berbeda terhadap reagensia-reagensia yang dipakai dalam analisis kualitatif dan karenanya masuk dalam dua golongan analitik yang berlainan. Ion merkuri (I) masuk dalam golongan kation pertama, dilain

pihak ion-ion merkuri (II) berada dalam golongan kation ke dua (Vogel, 1985). Selanjutnya ditimbang 2 gram sampel dimasukkan kedalam gelas beker 100 mL kemudian ditambahkan aquadest 25 mL selanjutnya ditambahkan 10 mL aqua regia, kemudian dipanaskan diatas hot plate pada suhu  $95^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam dalam lemari asam agar uap yang dihasilkan dapat berlangsung keluar menuju udara bebas (luar ruangan) dan tidak meracuni lingkungan sekitar. Menurut (Wulandari, 2013) titik didih asam nitrat sebesar  $121^{\circ}\text{C}$  sehingga jika dilakukan pemanasan pada suhu  $95^{\circ}\text{C}$  dapat mencegah larutan asam nitrat tidak cepat habis sebelum proses destruksi selesai. Selain itu dapat juga mengurangi kehilangan mineral logam pada saat proses destruksi, dimana titik didih logam merkuri sebesar  $356,6^{\circ}\text{C}$  (Khumaira, dkk. 2017). Selanjutnya larutan didinginkan dan disaring. Kemudian larutan hasil penguapan diambil 5 mL dan dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian dilakukan penambahan larutan kalium iodida 0,5 N 2 tetes melalui dinding tabung reaksi. Penambahan kalium iodida untuk mengetahui sampel teridentifikasi mengandung merkuri yang ditandai dengan perubahan warna dan adanya endapan merah jingga (Rohaya, dkk. 2017). Hasil uji kualitatif merkuri didapatkan positif sebanyak 4 sampel pada kode A, B, D dan E dan hasil negatif sebanyak 1 pada kode C. Hasil uji kualitatif ditunjukkan pada gambar di L.3.

#### **4.5. Uji Kuantitatif**

##### **4.5.1. Penetapan Kadar Merkuri dalam Sampel**

Penetapan kadar merkuri menggunakan spektrofotometri serapan atom dilakukan dengan cara sampel yang telah dipreparasi diambil sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL kemudian ditambahkan 2 ml  $\text{SnCl}_2$  dalam masing – masing larutan, diaduk sampai homogen. Selanjutnya sampel diinjeksikan kedalam alat, kemudian diukur absorbansi dengan pada panjang gelombang 253,7 nm dan masing – masing sampel di replikasi sebanyak 3 kali dengan tujuan agar mendapatkan hasil yang lebih akurat (Ang dan Kheng, 2005). Kadar yang diperoleh dari tiap – tiap replikasi dapat dilihat pada table II.

**Table II. Penetapan Kadar Merkuri dalam Sampel**

No	Sampel Kode sampel	Replikasi	Absorbansi	Rata – rata	Konsentrasi (ppm)	Keterangan
1.	A	A1	0,0661	0,0661	5,39	Tidak Aman
		A2	0,0672			
		A3	0,0652			
2.	B	B1	0,0105	0,0112	0,93	Aman
		B2	0,0118			
		B3	0,0113			
3.	C	C1	0	0	0	Aman
		C2	0			
		C3	0			
4.	D	D1	0,1966	0,1943	15,81	Tidak Aman
		D2	0,2021			
		D3	0,1844			
5.	E	E1	0,1633	0,1747	14,22	Tidak Aman
		E2	0,1842			
		E3	0,1765			

Menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia nomor HK.03.01.23.07.11.6662 tahun 2011 persyaratan logam berat jenis merkuri (Hg) adalah tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1mg/L (1ppm). Berdasarkan hasil data yang tertera pada Table II krim pemutih “*offlable*” yang dalam kategori aman yaitu pada kode sampel B dan C dan sampel yang dalam kategori tidak aman yaitu pada sampel kode A, D dan E yang menunjukkan bahwa hasil dari konsentrasi melebihi dari 1 ppm. Kondisi tersebut menunjukkan bahwa masih banyak produk yang dijual kepada konsumen tidak sesuai dengan peraturan. Dari hasil penelitian tersebut dapat dilihat secara signifikan ciri krim wajah yang mengandung merkuri diantaranya yaitu krim pada umumnya lengket, bau logam merkuri tercium, warna krim yang sangat mencolok, kulit dapat berubah putih dalam waktu singkat (kurang 2 Minggu, tergantung kadar kandungan merkuri, makin tinggi makin lebih cepat memberikan warna putih). Keputusan pemerintah Indonesia dalam membatasi penggunaan bahan aktif tersebut karena krim pemutih yang mengandung merkuri dapat menimbulkan toksisitas terhadap organ-organ tubuh. Hal tersebut terjadi karena senyawa merkuri akan kontak dengan kulit secara langsung sehingga mudah terabsorpsi masuk ke dalam darah dan mengakibatkan reaksi iritasi yang

berlangsung cukup cepat diantaranya dapat membuat kulit terbakar, menjadi hitam, dan bahkan dapat berkembang menjadi kanker kulit. Menurut Marzela (2018), pada pemakaian dosis tinggi (lebih dari 1mg / kg) selama 24 hari akan menyebabkan pengendapan merkuri pada ginjal. Jika digunakan terus menerus, pengendapan merkuri akan semakin tinggi di dalam ginjal sehingga akan menyebabkan beberapa kerusakan yang serius seperti kerusakan permanen otak, paru-paru, ginjal, mengganggu perkembangan janin, serta dapat menimbulkan manifestasi gejala keracunan pada sistem saraf berupa gangguan penglihatan, tremor, insomnia, kepikunan, dan gerakan tangan menjadi abnormal (ataksia). Merkuri yang terakumulasi di dalam organ tubuh merupakan zat karsinogenik yang dapat menyebabkan kematian (BPOM RI, 2011; BPOM RI, 2007).

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian analisa kadar merkuri (Hg) dalam sediaan krim pemutih yang beredar di Kabupaten Tulungagung, dapat disimpulkan bahwa:

5.1.1. Sediaan krim pemutih wajah "*off lable*" yang beredar di Kabupaten Tulungagung positif mengandung logam merkuri (Hg).

5.1.2. Dari kelima sampel yang diteliti mengandung merkuri (Hg) berturut-turut sebesar 5,39 ppm, 0,39 ppm, 0 ppm, 15,81 ppm dan 14,22 ppm. Adanya logam merkuri yang terkandung dalam sampel menandakan bahwa krim pemutih yang digunakan sebagai sampel penelitian ini tidak aman sebagaimana tercantum dalam Peraturan Menteri Kesehatan RI No.445/MENKES/PER/V/1998 dan Keputusan Kepala Badan POM No.HK.00.05.4.1745 Tentang Kosmetik.

#### 5.2. Saran

Mengingat adanya logam merkuri yang terkandung dalam sampel krim pemutih wajah "*off lable*" maka sampel tersebut dapat dilanjutkan dengan menganalisis kandungan hidrokuinon untuk krim pemutih wajah "*off lable*".

### DAFTAR PUSTAKA

- Abudarin. 2002. Bahan Ajar Analisis Kualitatif (Pemisahan dan Identifikasi Kation). FKIP UNPAR: Palangka Raya
- Ang, H.H & Kheng L.L.2005. *Analysis of Mercury in Malasian Herbal Preparation. Journal of Biomedical Science*. 4, 31-36.
- Armin F., Zulharmita., Dinda Rama Firda. 2013. Identifikasi Dan Penetapan Kadar Merkuri (Hg) Dalam Krim Pemutih Kosmetika Herbal Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*, Vol. 18, No.1, 2013, halaman 28-34. Fakultas Farmasi Universitas Andalas.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2011. Peraturan Kepala Badan POM Republik Indonesia Nomor: HK.0.3.1.23.07.11.6662 Tahun 2011 Tentang Persyaratan Cemar Mikroba dan Logam Berat Dalam Kosmetik, Diakses 30 November 2015
- Badan Pengawasan Obat dan Makanan. 2011. Persyaratan Teknis Bahan Kosmetik. Keputusan Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK. 03.1.23.08.11.07517. Diakses tanggal 3 Agustus 2015
- Badan POM RI. 2007. Kenalilah Kosmetika Anda, Sebelum Menggunakannya. *In:Info POM*, Vol.VIII No.4. Edisi Juli 2007. Jakarta.
- BPOM RI. 2010. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Tahun 2010.
- Christiani. 2009. Analisis Kandungan Logam Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih yang Beredar di Kota Palu Sulawesi Tengah. Palu
- Darmono. 1995. Logam dalam sistem biologi makhluk hidup. Penerbit Universitas Indonesia. Jakarta.
- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Ditjen POM. (1979). *Farmakope Indonesia*. Edisi Ketiga. Jakarta: Departemen Kesehatan RI. Hal. 748.
- Djajadisastra, J., A. Mun'im, dan Dessy. N.P. 2009. Formulasi Gel Topikal dari Ekstrak Nerii Folium Dalam Sediaan Anti Jerawat. *Jurnal Farmasi Indonesia*.4(4):210-216.
- FDA. 2014. *Summary of Labeling Requirements. Legal Definition of Cosmetics*. Jakarta
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Cetakan 1 dan 3. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

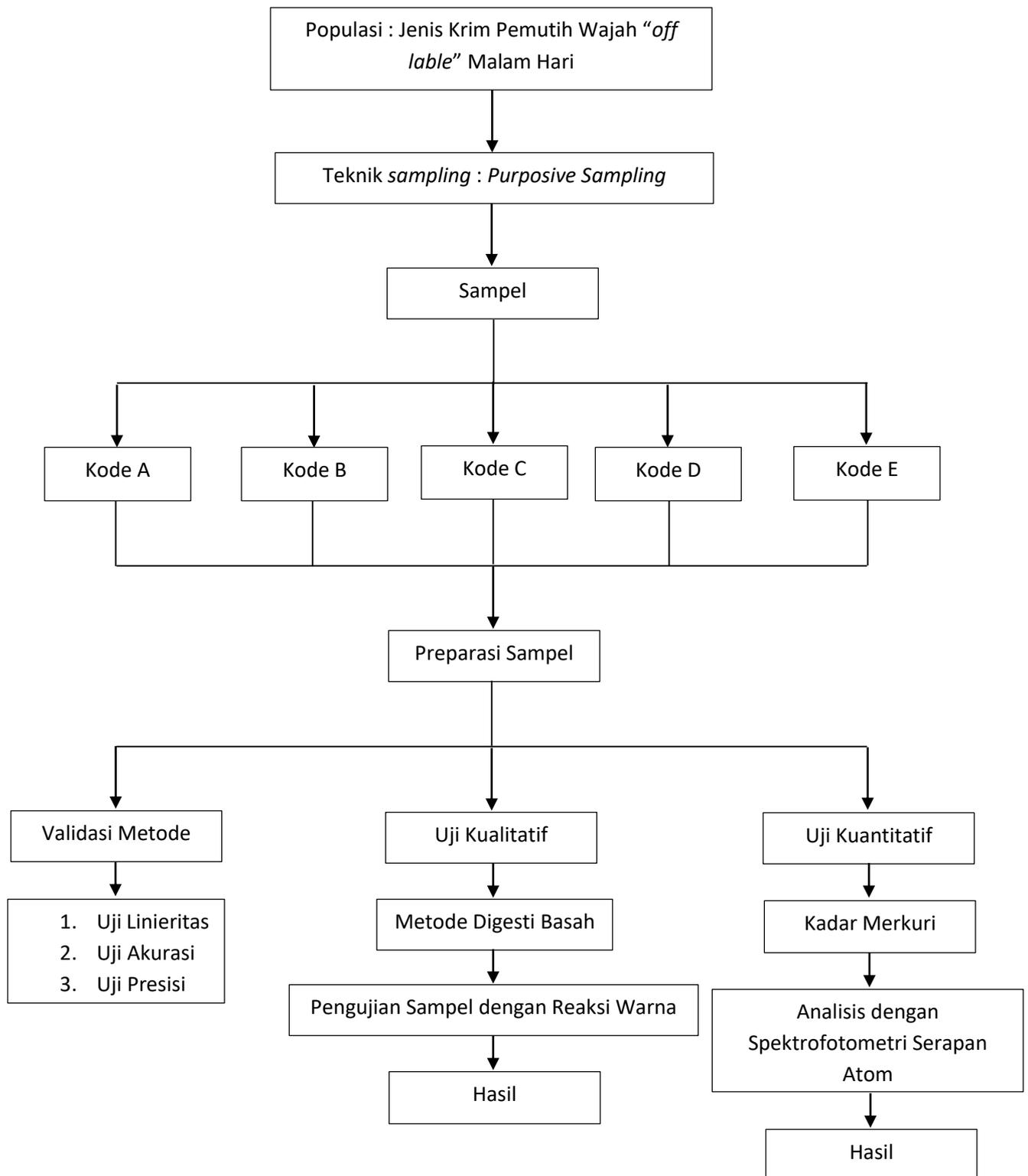
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Cetakan I. Jakarta: UI – Press. Konsumen Yogyakarta; Fakultas Ekonomi Universitas Pembangunan Nasional.
- Lestari, F. 2009. *Bahaya Kimia : Sampling & Pengukuran Kontaminan Kimia Di Udara*. Jakarta: Buku Kedokteran EGC.
- Mazela, Fanni. 2018. Korelasi Antara Kadar Merkuri Krim Pemutih dan Kadar Merkuri Urin Pengguna Krim Pemutih Wajah di FKM UNAIR. *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, Vol. 10. No 4. Oktober 2018: 424-433.
- Miller, J. N dan Miller, J. C., 2010, *Statistics and Chemometrics For Analytical Chemistry, Fourth Edition*, England.
- Nukomarasari, Risa. 2010. Penentuan Kadar Fe (II) dalam Sampel dengan Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. Universitas Pendidikan Indonesia. Bandung.
- Notoatmodjo, S., 2010, *Metodologi Penelitian Kesehatan*, Rineka Cipta, Jakarta. Palangkaraya, Kaltim; *Jurnal Farmasi UMP*
- Parengkuan, K., Fatimawali, F., dan Citraningtyas, G., 2013, Analisis Kandungan Merkuri pada Krim Pemutih yang Beredar di Kota Manado, *Pharmacon Jurnal Ilmiah Farmasi*, Vol. 2 No. 01. Program Studi Farmasi FMIPA UNSRAT, Manado.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1175/MENKES/PER/VIII/2010 tentang Izin Produksi Kosmetika.
- Permono, didit, 2010, *Bahaya Merkuri*, Jakarta; Rineka Cipta
- Retno, Tranggono. 2011. *Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Rina, M, Sunarko. 2007. Analisis unsurunsur toksik dalam sampel krim pemutih wajah dengan metode analisis aktivasi neutron. PTBIN: BATAN.
- Riyanto, 2009. *Validasi dan verifikasi metode uji*. Yogyakarta: deepublish.
- Riyanto, Agus. 2011. *Buku Ajar Metodologi Peneltian*. Jakarta : EGC
- Robinson JW, 1996. *Atomic Spectroscopy*, 2ad ed, Baton Rouge, Louisiana, Departement of Chemistry University of Lousiana.
- Rohaya, dkk. 2017. Analisis Kandungan Merkuri Hg Pada Krim Pemutih Wajah Tidak Terdaftar yang Beredar di pasaran Inpres Kota Palu. *Galenika Journal of Pharmacy*. 3(1): 77-83

- Sembel, T. D., 2015, Toksikologi Lingkungan, Andi, Yogyakarta. serasi, Indonesia; Rineka Cipta
- Setiawan, Nugraha. 2005. Diklat Metodologi Penelitian Sosial Parung Bogor, 25-28 Mei 2005 Tehnik Sampling. Inspektorat Jenderal Departemen Pendidikan Nasional Universitas Padjadjaran.
- Sudarmono, 2009, Kimia Anorganik, Diakses 28 Oktober 2016.
- Sumardi. 2005. Tinjauan Umum Validasi Metode Analisis. Pusat Penelitian Kimia LIPI Bandung.
- Syamsuni Drs. 2006. Farmasetika Dasar dan Hitungan Farmasi. Penerbit Buku Kedokteran. Jakarta.
- Thomfeldt C and Boume K, 2010, *The New Ideal in Skin Health : Separating Fact From Fiction, Allured Business Media, USA, 1.*
- Tranggono, I.S.R., dan Fatma Latifah, 2014, Buku Pegangan Dasar Kosmetologi, Sagung Seto, Jakarta
- Trisnawati Fatma Ariska, dkk. 2017. Identifikasi Kandungan Merkuri pada Beberapa Krim Pemutih yang Beredar di Pasaran (Studi dilakukan di Pasar DTC Wonokromo Surabaya). *Journal of Pharmacy and Science* Vol. 2, No.2, (Juli 2017), P-ISSN : 2527-6328
- Van Loon, J.C. 1980, *Analytical Atomic Absorption Spectroscopy Selected Methods. New York: Academic Press.*
- Vogel. 1985. Analisa Anorganik Kualitatif Makro Dan Semimikro. Edisi 5 Jilid 1 Penerjemah Setiono dan Pudjaatmaka. PT. Kalman Media Pusaka: Jakarta.
- Wang, Li., and Zhang, H., 2015, *Mercury content in marketed cosmetics: analytical survey in Shijiazhuang, China, Cutaneous and ocular toxicology.*
- Wartawarga, 2012, Bahaya Merkuri Pada Kosmetik, Jakarta, Gunadarma.
- Wasitaatmaja, S.M, 2012, Penuntun Ilmu Kosmetik Medis. Jakarta; UI Press.
- Widowati W., Astiana S. dan Raymond J.R. 2008. Efek Toksik Logam, Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran. Yogyakarta: Penerbit ANDI.
- Wijaya, Fransisca. 2013. Analisis kadar Merkuri (Hg) Dalam Sediaan Hand Body Lotion Whitening Pagi Merek X Malam Merek X Dan Bleaching Merek X Yang Tidak Terdaftar Pada Bpom. Surabaya: Jurnal Ilmiah Mahasiswa Universitas Surabaya Vol 2 No 2.

Wulandari, E.A. and Sukei, 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). Jurnal Sains dan Seni POMITS, 2 (2), 12–14.

## Lampiran

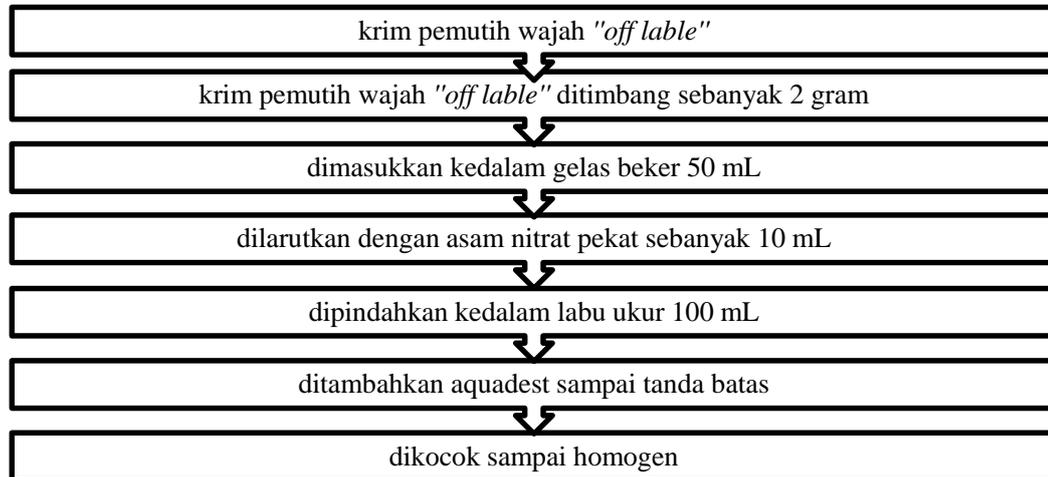
### Skema Kerja



## Lampiran

### L.1. Prosedur Kerja

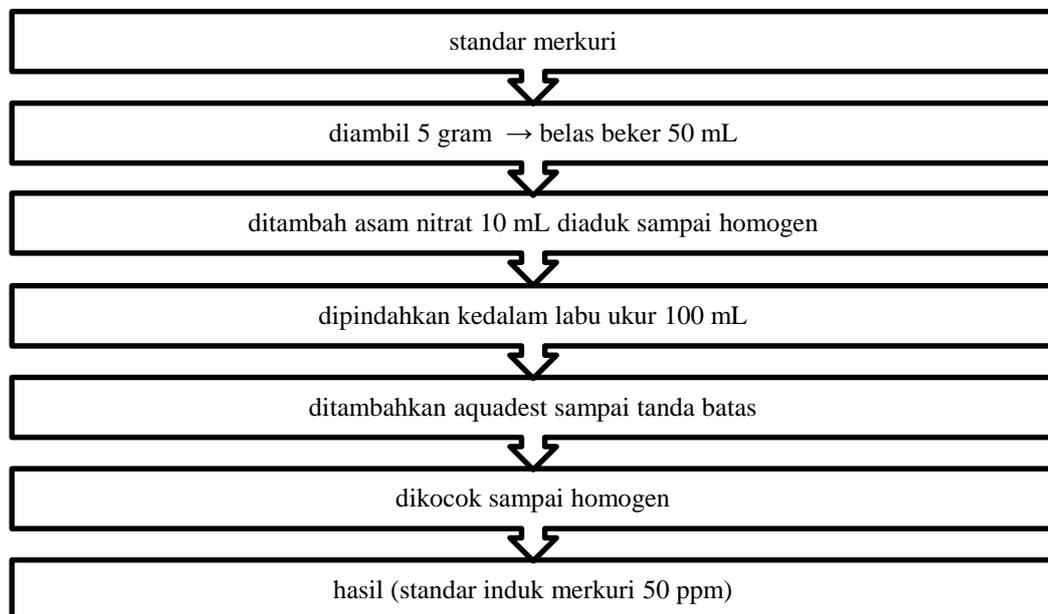
#### L.1.1. Preparasi sampel



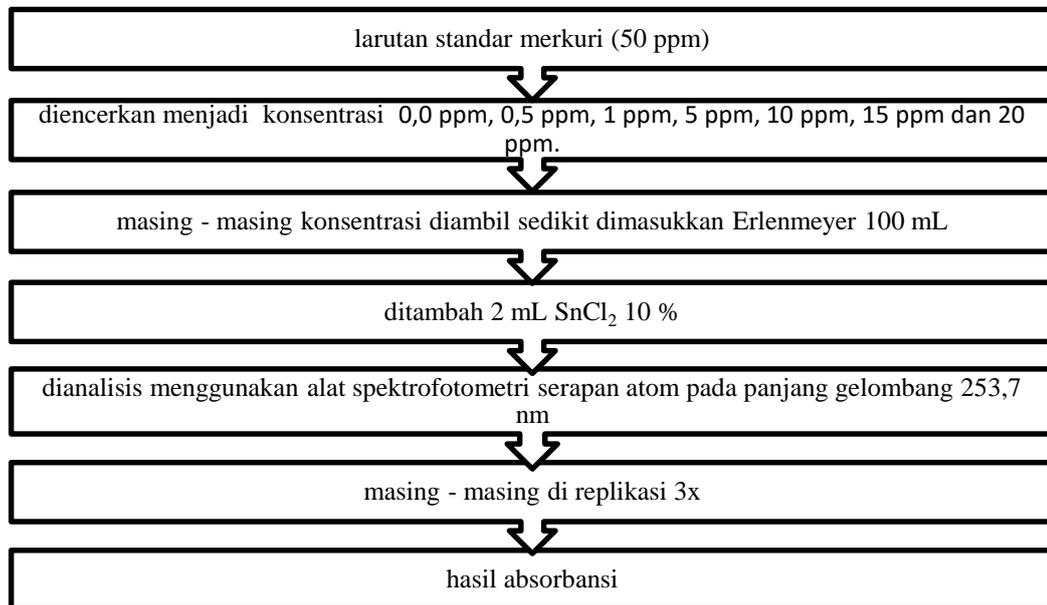
#### L.1.2. Validasi Metode

##### L.1.2.1. Uji Linieritas

###### L.1.2.1.1. Pembuatan Larutan Standar Induk Merkuri



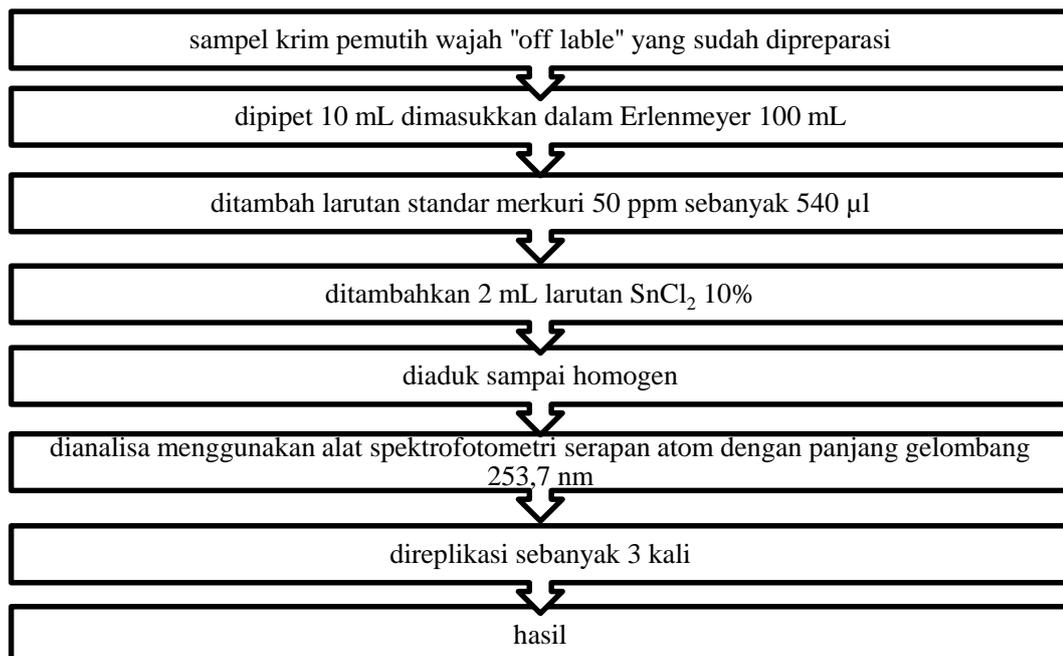
### L.1.2.1.2. Pembuatan variasi konsentrasi



# hasil absorbansi masing-masing konsentrasi kemudian dibuat kurva baku dengan memasukkan sumbu x (konsentrasi standar) dan sumbu y (absorbansi rata-rata) dan dicari  $R^2$ . Tingkat linieritas optimum apabila  $R^2$  mendekati 1.

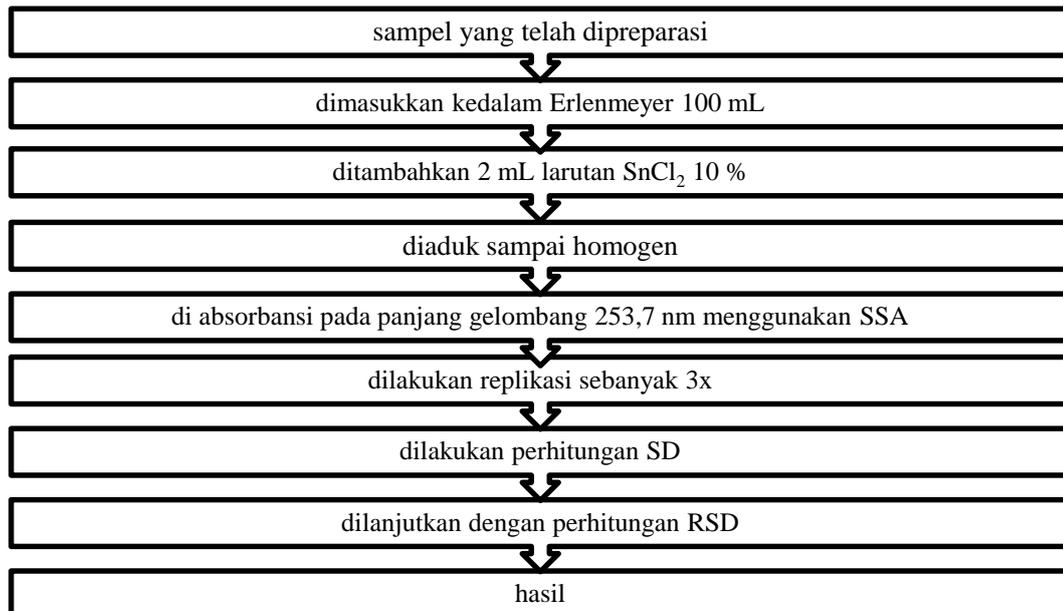
### L.1.2.2. Uji Akurasi

Dilakukan dengan teknik *spiking*



$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi spiking} - \text{konsentrasi sampel}}{\text{absorbansi standar}} \times 100\%$$

### L.1.2.3. Uji Presisi



$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

SD = standar deviasi

n = jumlah sampel

$X_i$  = kadar analit tiap pengulangan

$\bar{X}$  = rata-rata kadar analit tiap pengulangan

$$RSD = \frac{\text{standar deviasi (SD)}}{\text{konsentrasi rata - rata analit dalam sampel}} \times 100\%$$

$RSD \leq 1\%$  = sangat teliti

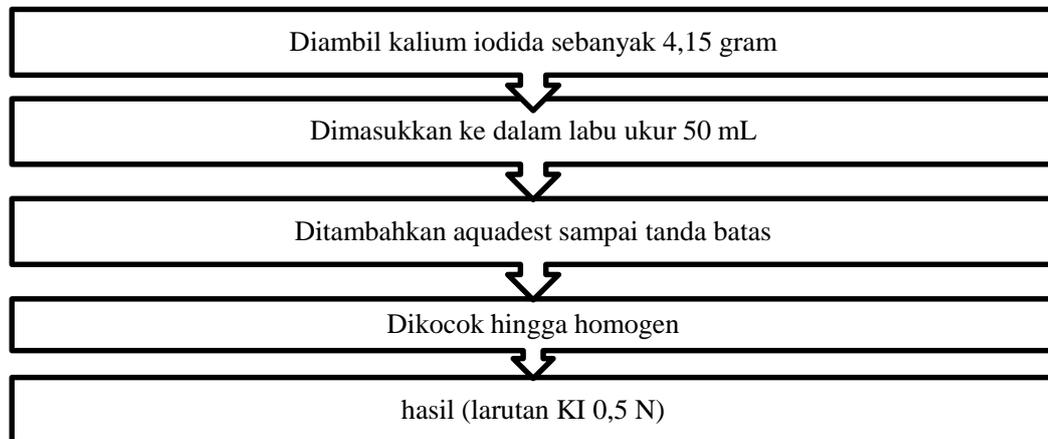
$1\% \leq RSD \leq 2\%$  = teliti

$2\% \leq RSD \leq 5\%$  = ketelitian sedang

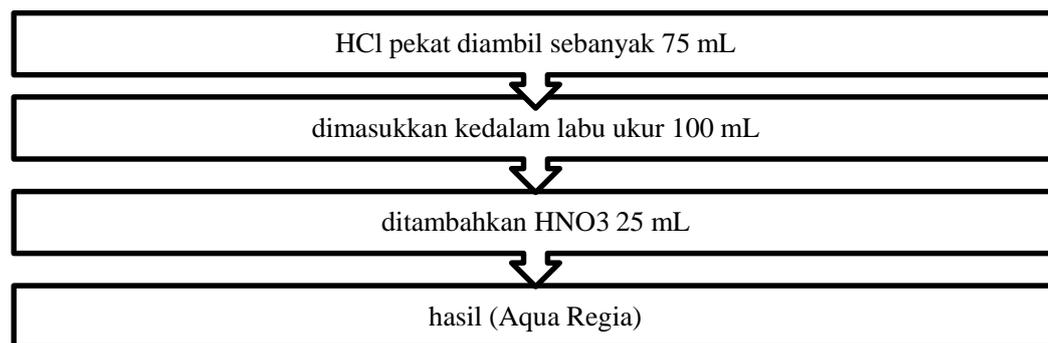
$RSD > 5\%$  = ketelitian rendah

### L.1.3. Analisa Kualitatif

#### L.1.3.1. Pembuatan Larutan Kalium Iodida 0,5 N

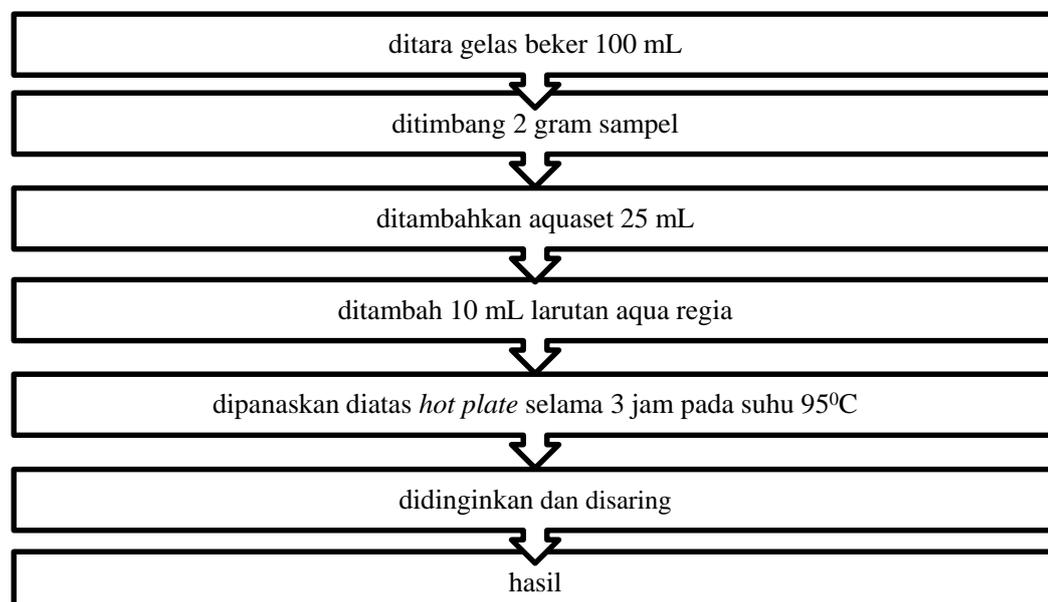


#### L.1.3.2. Pembuatan Aqua Regia

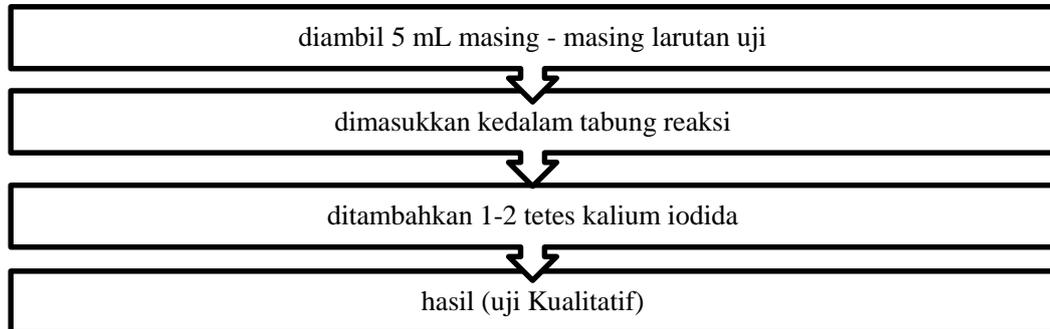


# Perbandingan volume HCl dan HNO<sub>3</sub> (3:1)

#### L.1.3.3. Pengolahan Sampel dengan Cara Digesti Basah



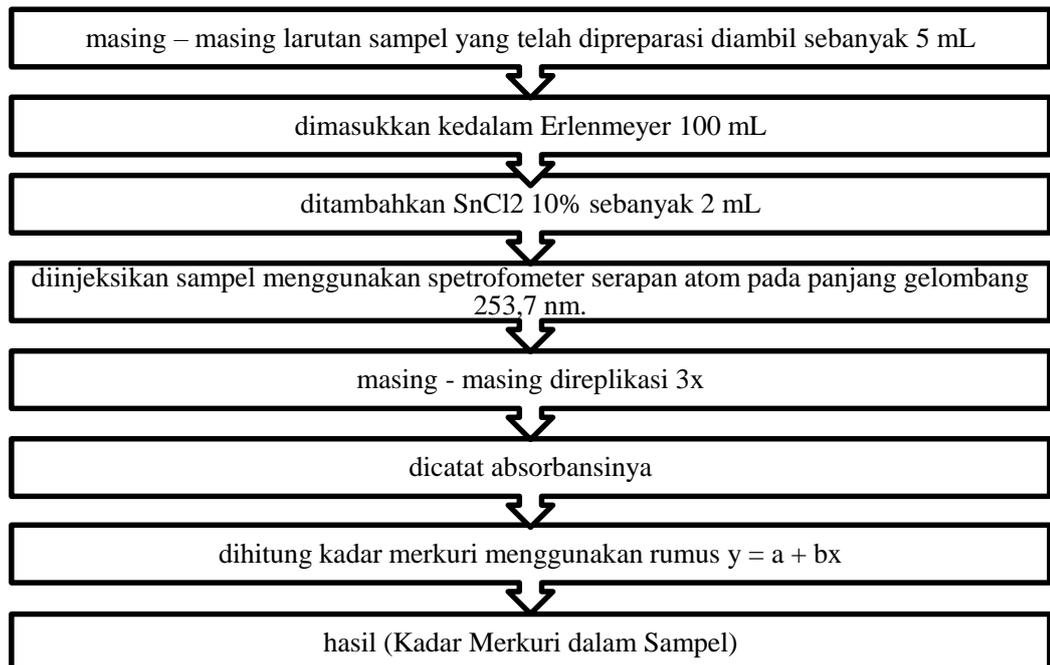
#### L.1.3.4. Pengujian Sampel dengan Reaksi Warna



NB: jika sampel positif mengandung merkuri maka akan berbentuk endapan merah jingga.

#### L.1.4. Analisa Kuantitatif

##### L.1.4.1. Penetapan Kadar Merkuri Dalam Sampel



## L.2. Perhitungan Bahan

### L.2.1. Larutan KI 0,5 N (Dalam 50 mL Aquadest)

$$\begin{aligned}
 N &= \frac{ek}{V} \\
 ek &= N \times V \\
 &= 0,5 \text{ N} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 0,025 \\
 ek &= n \times a \\
 n &= \frac{ek}{a} \\
 &= \frac{0,025}{1} \\
 &= 0,025 \\
 \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{MR} \\
 &= 0,025 \times 166 \\
 &= 4,15 \text{ g}
 \end{aligned}$$

### L.2.3. Perhitungan pembuatan larutan baku standar

Larutan baku dibuat 50 ppm

$$50 \text{ ppm} = \frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

Hidrokuinon standar dibuat dengan 5 mg sampel

$$\text{Larutan baku yang dibuat setara dengan } 50 \text{ ppm} = \frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{50 \text{ mg}}{1 \text{ L}}$$

### L.2.4. Pembuatan variasi konsentrasi

Dibuat variasi konsentrasi 0 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm.

**0 ppm : tanpa larutan induk (pelarut saja)**

**0,5 ppm :**

$$\begin{aligned}
 M1 \times V1 &= M2 \times V2 \\
 50 \text{ ppm} \times V1 &= 0,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

$$V1 = 5 : 50$$

$$V1 = 0,1 \text{ mL}$$

**1 ppm :**

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$50 \text{ ppm} \times V1 = 1 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 10 : 50$$

$$V1 = 0,2 \text{ mL}$$

**5 ppm :**

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$50 \text{ ppm} \times V1 = 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 50 : 50$$

$$V1 = 1 \text{ mL}$$

**10 ppm :**

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$50 \text{ ppm} \times V1 = 10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 100 : 50$$

$$V1 = 2 \text{ mL}$$

**15 ppm :**

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$50 \text{ ppm} \times V1 = 15 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 150 : 50$$

$$V1 = 3 \text{ mL}$$

**20 ppm :**

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$50 \text{ ppm} \times V1 = 20 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 200 : 50$$

$$V1 = 4 \text{ mL}$$

**L.2.5. Perhitungan Kadar Merkuri**

$$Y = ax + b$$

$$Y = 0,0123x - 0,0002$$

**Sampel A**

$$0,0661 = 0,0123x - 0,0002$$

$$0,0123x = 0,0661 + 0,0002$$

$$0,0123x = 0,0663$$

$$x = 0,0663 : 0,0123$$

$$x = 5,39 \text{ ppm}$$

**Sampel B**

$$0,0112 = 0,0123x - 0,0002$$

$$0,0123x = 0,0112 + 0,0002$$

$$0,0123x = 0,0114$$

$$x = 0,0114 : 0,0123$$

$$x = 0,93 \text{ ppm}$$

**Sampel C = 0****Sampel D**

$$0,1943 = 0,0123x - 0,0002$$

$$0,0123x = 0,1943 + 0,0002$$

$$0,0123x = 0,1945$$

$$x = 0,1945 : 0,0123$$

$$x = 15,81 \text{ ppm}$$

**Sampel E**

$$0,1747 = 0,0123x - 0,0002$$

$$0,0123x = 0,1747 + 0,0002$$

$$0,0123x = 0,1749$$

$$x = 0,1749 : 0,0123$$

$$x = 14,22 \text{ ppm}$$

### L.2.6. Perhitungan standar deviasi (SD) dan ratio standar deviasi (RSD)

**Sampel Kode B:**

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,0000020067}{3-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,0000020067}{2}} \\
 &= \sqrt{0,00000100335} \\
 &= 0,001002 \\
 RSD &= \frac{0,001002}{0,066167} \times 100\% \\
 &= 1,51435 \%
 \end{aligned}$$

**Sampel Kode B:**

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,000000086}{3-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,000000086}{2}} \\
 &= \sqrt{0,000000043} \\
 &= 0,000656
 \end{aligned}$$

$$RSD = \frac{0,000656}{0,0112} \times 100\%$$

$$= 5,857142 \%$$

**Sampel Kode C: 0**

**Sampel Kode D:**

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,00016413}{3-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,00016413}{2}}$$

$$= \sqrt{0,0000821}$$

$$= 0,009059$$

$$RSD = \frac{0,009059}{0,194367} \times 100\%$$

$$= 4,660771 \%$$

**Sampel Kode E:**

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0002235}{3-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0002235}{2}}$$

$$= \sqrt{0,00011175}$$

$$= 0,01057$$

$$\text{RSD} = \frac{0,01057}{0,174667} \times 100\%$$

$$= 6,051515 \%$$

### **L.2.7. Perhitungan Uji Akurasi :**

**Kode A :**

$$\% \text{ recovery} = \frac{5,419 - 5,39}{0,03} \times 100\% = 99,48 \%$$

**Kode B :**

$$\% \text{ recovery} = \frac{0,935 - 0,93}{0,00552} \times 100\% = 99,00\%$$

**Kode C : -**

**Kode D :**

$$\% \text{ recovery} = \frac{15,907 - 15,81}{0,097} \times 100\% = 100,05 \%$$

**Kode E :**

$$\% \text{ recovery} = \frac{14,307 - 14,22}{0,087} \times 100\% = 99,89 \%$$

### L.3. Lampiran



Gambar: Pembuatan larutan Kalium Iodida



Gambar: Pembuatan Larutan Aqua Regia



Gambar: Penyiapan bahan dan sampel



Gambar: Penambahan Aqua Regia dalam Sampel



Gambar: Proses Detruksi Basah



Gambar: Penyaringan dan Pendinginan Sampel



Gambar: Sampel Sebelum dilakukan Penambahan KI



Gambar: Sampel Setelah dilakukan Penambahan KI



Gambar: Penyiapan Alat dan Bahan Uji Kuantitatif



Gambar: Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom