

**ANALISIS KANDUNGAN MERKURI (Hg)
DALAM KRIM PEMUTIH WAJAH YANG BEREDAR
DIPASARAN MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

DRAFT PROPOSAL



Oleh:

ANNASTASYA APRILIA SHINTIA
NIM : 1904036

**PROGRAM STUDI S1 FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS PERINTIS INDONESIA
2023**

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kosmetik dikenal sejak dulu sebagai penunjang penampilan tampak lebih menarik. Dalam menggunakan kosmetik harus disesuaikan dengan aturan pemakaiannya. Contohnya, sesuai dengan jenis kulit, warna kulit, iklim, cuaca, waktu penggunaan, umur, dan jumlah pemakaiannya sehingga tidak menimbulkan efek yang sangat tidak diinginkan. (Djajadisastra, 2005). Salah satu sediaan kosmetik yang banyak digunakan yaitu krim pemutih (Whitening Cream) wajah, sehingga diproduksi dan diedarkan sesuai persyaratan keamanan, kemanfaatan dan mutu (BPOM RI, 2011).

Krim pemutih ialah campuran bahan kimia atau bahan lain yang khasiatnya dapat memutihkan kulit dan memucatkan noda hitam pada kulit (Syafnir dan Putri, 2011). Salah satu krim pemutih yang banyak digunakan oleh masyarakat terutama kaum wanita. Masyarakat Indonesia beranggapan bahwa putih itu cantik, mereka berlomba-lomba untuk memutihkan kulit dengan berbagai cara.

Masyarakat harus berhati-hati dalam memilih krim pemutih wajah, karena tidak semua produk pemutih wajah yang beredar dimasyarakat aman untuk digunakan (Mohamad Aa, 2014). Bahan krim pemutih yang berbahaya digunakan sebagai pemutih kulit yaitu logam merkuri (Hg) (Wijaya, 2013). Pemakaian Merkuri dalam krim pemutih wajah dapat menyebabkan berbagai hal, mulai dari perubahan warna kulit pada akhirnya dapat menimbulkan bintik-bintik hitam pada kulit, alergi, iritasi kulit serta pemakaian dosis tinggi dapat menyebabkan kanker (Parengkuan, 2013).

Merkuri (Hg) ialah logam berat yang berbahaya karena bersifat toksik dan karsinogen bagi tubuh digunakan dalam konsentrasi kecil. Merkuri dicampurkan dalam krim pemutih wajah untuk bahan aktif yang berpotensi sebagai bahan pereduksi (pemucat) kulit. Merkuri dapat menghambat kerja enzim tirosinase dalam memproduksi melanin oleh sel melanosit. Sehingga kadar melanin akan berkurang dan kulit tampak lebih cerah (Ahmed dan Mahmoud, 2010). Adanya gangguan pada tahapan melanin (melanogenesis) dapat menyebabkan terjadinya kelainan pigmentasi yang dapat terjadi tanpa jumlah melanosit yang berubah. Manifestasi dari penyakit/gangguan pigmentasi kulit ini antara lain albinisme, melasma (bercak-bercak coklat), leukoplakia, bintik-bintik serta lentigo (Smit N, 2009).

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) (BPOM RI, 2011).

Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan penelitian untuk mengetahui adanya kandungan logam merkuri dalam krim pemutih wajah yang beredar menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Pemilihan metoda didasarkan bahwa metoda ini sangat cepat dan sederhana pengerjaannya, spesifik setiap unsur, sensitive serta penggunaan sampel yang relative sedikit (Khopkar, 1990).

1.2 Rumusan masalah

1. Apakah krim pemutih yang beredar di pasaran mengandung merkuri ?
2. Berapakah kadar merkuri yang terkandung dalam krim pemutih di pasaran ?

1.3 Tujuan penelitian

1. Untuk mengetahui apakah krim pemutih yang beredar di pasaran mengandung merkuri.
2. Untuk mengetahui kadar merkuri yang terkandung dalam krim pemutih yang diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

1.4 Manfaat penelitian

1. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai kandungan logam merkuri pada krim pemutih wajah yang beredar di pasaran.
2. Diharapkan penelitian ini bermanfaat dalam pengembangan ilmu pengetahuan terutama dibidang farmasi mengenai kosmetika serta dapat menjadi referensi bagi peneliti lain.

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kosmetik

2.1.1 Pengertian Kosmetik

Kosmetik berasal dari kata Yunani “*kosmetikos*” berarti keterampilan menghias, mengatur. Definisi kosmetik dalam peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor HK.00.05.4.17458 TAHUN 2004 merupakan bahan atau sediaan bertujuan untuk pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ genital bagian luar), gigi atau mukosa mulut untuk membersihkan, mengharumkan, mengubah penampilan atau memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik (Tranggono, 2007).

Kosmetika berasal dari kata *cosmen* (Yunani) yaitu berhias. Bahan yang dipakai untuk mempercantik diri, dahulu diramu dari bahan-bahan alami yang terdapat disekitarnya. Sekarang kosmetik dibuat oleh manusia tidak hanya dari bahan alami dan bahan buatan untuk meningkatkan kecantikan (Wasiaatmadja, 1997).

Kosmetika ialah sediaan atau paduan bahan untuk digunakan pada bagian luar badan (kulit, rambut, kuku, bibir, dan organ kelamin bagian luar), gigi dan rongga mulut untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi supaya tetap dalam keadaan baik, mengurangi bau badan tetapi tidak untuk mengobati dan menyembuhkan suatu penyakit (Iswari, 2007).

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 ultra violet, polusi atau faktor lingkungan yang lain, mencegah penuaan dini, dan

secara umum membantu seseorang lebih menikmati dan menghargai hidup (Kusantati dkk, 2008; Tranggono dan Fatma Latifah, 2014).

2.1.2 Penggolongan Kosmetik

Penggolongan kosmetik menurut sifat dan cara pembuatannya yaitu (rostamailis, 2005).

1. Kosmetik tradisional

Kosmetik tradisional adalah kosmetik alamia yang dibuat sendiri langsung dari bahan-bahan yang segar atau buah-buahan yang telah dikeringkan, buah-buahan atau tanaman yang ada disekitar kita. Kosmetik dibuat menurut resep dan cara pengolahannya yang turun menurun dari nenek moyang.

2. Kosmetik modern

Kosmetik modern ialah kosmetik yang diproduksi secara pabrik (laboratorium) diantaranya bahan-bahannya telah dicampurkan dengan zat-zat kimia untuk mengawetkan kosmetik. Dalam hal ini jelas akan sangat lebih tahan lama dan cepat rusak.

Selain penggolongan menurut sifat dan cara pembuatannya, kosmetik dapat digolongkan menurut kegunaannya bagi kulit yaitu (Tranggono, 2007).

1. Kosmetik perawatan kulit (*Skin-care Cosmetic*)

Kosmetik jenis ini digunakan untuk merawat kebersihan kulit (cleanser), contohnya sabun, cleasing milk, cleansing cream, dan penyegar kulit (Freshner).

2. Kosmetik riasan (dekoratif atau make-up)

Kosmetik jenis ini digunakan untuk merias dan menutup cacat pada kulit sehingga menghasilkan penampilan yang jauh lebih menarik serta menimbulkan efek psikologi yang baik, seperti percaya diri (self confidence). Dalam kosmetik riasan, peran zat pewarna dan zat pewangi sangat besar.

2.1.3 Kosmetik Dekoratif

Kosmetik dekoratif adalah kosmetik yang bertujuan semata-mata mengubah penampilan, ialah agar tampak lebih cantik dan noda-noda atau kelainan pada kulit tertutupi. Kosmetik dekoratif tidak perlu menambahkan kesehatan kulit. Kosmetik dianggap jika tidak merusak kulit (Tranggono, 2007).

Pembagian kosmetik dekoratif dapat dibagi dalam dua golongan, yaitu (Tranggono, 2007).

1. Kosmetik dekoratif yang hanya menimbulkan efek pada permukaan dan pemakaiannya sebentar, contoh bedak, lipstick, perona pipi, perona mata.
2. Kosmetik dekoratif yang efeknya mendalam atau biasanya dalam waktu lama baru luntur, contohnya kosmetik pemutih kulit, cat rambut, dan pengeriting rambut.

2.1.4 Persyaratan Kosmetik

Kosmetik yang diproduksi atau diedarkan harus memenuhi persyaratan sebagai berikut (Wasitaatmadja, 1997).

1. Menggunakan bahan dan memenuhi syarat dan standar mutu atau serta persyaratan lain yang ditetapkan.
2. Diproduksi menggunakan cara pembuatan kosmetik yang baik.

3. Terdaftar dan mendapat izin edar dari badan pengawas obat dan makanan RI (BPOM RI).

2.2 Krim

2.2.1 Pengertian Krim

Krim ialah bentuk sediaan setengah padat yang memiliki satu atau lebih bahan obat yang terlarut atau terdispersi kedalam basis yang cocok (Depkes RI, 2014).

Krim ialah sediaan setengah padat, berupa emulsi yang mengandung bahan dasar yang sesuai dan mengandung air tidak kurang dari 60%. Krim mempunyai dua tipe, yaitu krim tipe minyak dalam air (M/A) dan tipe air dalam minyak (A/M). Krim yang mudah dicuci dengan air yaitu tipe krim (M/A) yang ditujukan untuk penggunaan kosmetik (Syamsuni, 2006).

Stabilitas krim akan rusak bila sistem campurannya terganggu oleh perubahan suhu atau perubahan komposisi (adanya penambahan salah satu fase secara berlebihan). Pengenceran krim dapat dilakukan jika sesuai pengenceran yang cocok, dilakukan dengan teknik aseptik, krim yang sudah diencerkan harus digunakan dalam waktu satu bulan (Syamsuni, 2006).

2.2.2 Penggolongan Krim

Krim mempunyai dua tipe yaitu krim minyak dalam air (M/A) dan air dalam minyak (A/M), ditujukan untuk penggunaan kosmetik dan estetika (Juwita et al, 2013)

1. Tipe minyak dalam air (M/A)

Krim tipe M/A digunakan di kulit akan hilang tidak meninggalkan bekas. Krim M/A dibuat menggunakan zat pengemulsi campuran dari surfaktan (jenis lemak yang amfifil) yang merupakan rantai panjang alkohol walaupun untuk sediaan kosmetik pemakaian asam lemak lebih populer.

2. Tipe air dalam minyak (A/M)

Krim tipe A/M ialah krim minyak yang terdispersi ke dalam air. Krim tipe A/M mengandung zat pengemulsi seperti adeps lanae, wool alcohol atau ester asam lemak dengan garam dari asam lemak dengan logam bervalensi dua, contoh : Kalsium (Ca).

Krim tipe A/M menggunakan surfaktan, contoh : sabun polivalen, span, dan cera. Sedangkan untuk krim tipe M/A menggunakan sabun monovalent, contoh : Trietanolamin Stearate, Na Stearat, Kalium Stearat, Ammonium Stearat, Tween, Natrium Lauril Sulfat, Kuning Telur, CMC, Emulgidum, Pectinum dan Gelatin (Anief, 2000).

Kualitas dasar krim, ialah : (Anief, 2000)

1. Stabil, selama masih dipakai mengobati. Maka krim harus bebas dari inkompatibilitas, stabil pada suhu kamar, dan kelembapan dalam kamar.
2. Lunak, ialah semua zat dalam keadaan halus dan seluruh produk menjadi lunak dan homogen.
3. Mudah dipakai, krim tipe emulsi yang paling mudah dipakai dan dihilangkan dari kulit.

4. Terdistribusi merata, obat harus terdispersi merata melalui dasar krim padat dan cair pada penggunaan.

2.2.3 Krim Pemutih (*Whitening Cream*)

Krim pemutih merupakan campuran bahan kimia yang berkhasiat untuk mengurangi hiperpigmentasi kulit sehingga kulit tampak lebih putih dan cerah (Mona, 2018). Saat ini banyak ditemukan krim pemutih wajah yang mengandung bahan kimia berbahaya, salah satunya merkuri. Pada tahun 2018, BPOM RI menemukan 112 miliar rupiah harga kosmetik ilegal yang mengandung bahan berbahaya didominasi oleh kandungan merkuri, hidrokuinon dan asam retinoat (Siaran Pers BPOM RI, 2018).

Menurut definisi medis, krim pemutih dapat menghambat pembentukan melanin sehingga kulit akan tampak lebih cerah, bersih, dan segar. Krim pemutih menggunakan bahan aktif yang dapat mengurangi melanin. Orang yang berkulit gelap memiliki melanin yang lebih banyak dibandingkan dengan orang yang memiliki kulit kuning kecoklatan. Melanin berfungsi membuat kulit menjadi berwarna coklat. Jadi dalam proses ini ada yang dihambat, contohnya enzim atau mineral maka melanin tidak akan terbentuk. Dasar inilah berbagai bahan aktif pemutih bekerja mengurangi sel melanosit yang memproduksi melanin (Badan POM RI, 2011).

Produk krim pemutih tentu aman dipakai selama pemakaiannya tepat dan benar. Penggunaan krim pemutih yang mengandung merkuri sangat berbahaya karena bisa merusak kulit. Bila digunakan terus menerus merkuri akan terakumulasi dalam tubuh mengikuti aliran darah sehingga menumpuk pada organ manusia (Frank, 1995).

2.2.4 Bahan-bahan Penyusun Krim

Formula dasar krim, ialah :

1. Fase minyak ialah bahan obat yang larut dalam minyak, bersifat asam.

Contoh : Asam Streatat, Adeps Lanae, Paraffin Liquidum, Paraffin Solidum, minyak lemak, Cera, Vaseline, Setil Alkohol.

2. Fase air ialah bahan obat yang larut dalam air, bersifat basa.

Contoh : Na Tetraborat (borax, Na biboras), Trietanolamin/TEA, NaOH, KOH, Na₂CO₃, Gliserin, Polietilenglikol/PEG, Propilenglikol, Surfaktan (Tween dan Span).

2.2.5 Mekanisme Kerja Krim Pemutih

Untuk mengetahui tentang bagaimana indikasi dan mekanisme kerja dari krim pemutih, maka perlu diketahui mengenai faktor-faktor yang mempengaruhi warna kulit, terutama mengenal proses-proses pigmentasi, contohnya warna kulit dipengaruhi oleh tingkat keadaan dari sirkulasi darah. Perlu diketahui bahwa lapisan zat tanduk bagian atas yaitu karatin ialah protein mati yang mempunyai warna khas dan dapat merubah warna kulit tergantung dari ketebalannya (Parengkuan, 2013).

2.3 Merkuri (Raksa)

2.3.1 Pengertian Merkuri

Merkuri (Hg) merupakan logam yang wujudnya cair pada suhu ruang. Merkuri, baik logam maupun metil merkuri (CH_3Hg^+) masuk ke tubuh manusia lewat pencernaan dan pernafasan. Bila bentuk logam sebagian besar bisa diekskresikan. Sisanya akan menumpuk di ginjal dan sistem saraf akan terganggu bila akumulasinya makin banyak. Merkuri dalam bentuk logam tidak begitu berbahaya

karena cuma 15% yang terserap oleh tubuh manusia. Tetapi begitu terpapar dalam kondisi tertentu merkuri dapat bereaksi dengan metana yang berasal dari dekomposisi senyawa organik membentuk metal merkuri yang bersifat toksik. Bentuk metal merkuri sebagian besar akan berkomulasi di otak. Karena penyerapannya besar bisa menyebabkan berbagai gangguan (Palar, 2008).

Merkuri termasuk logam berat berbahaya dalam konsentrasi kecilpun dapat bersifat racun. Pemakaian merkuri pada krim dapat menimbulkan banyak hal, mulai dari perubahan warna kulit yang pada akhirnya menyebabkan bintik-bintik hitam pada kulit, alergi, iritasi kulit serta pemakaian dalam dosis tinggi dapat menyebabkan otak, ginjal, dan gangguan perkembangan janin, bahkan paparan dalam jangka pendek dalam dosis tinggi dapat menyebabkan muntah-muntah, diare, kerusakan paru-paru serta merupakan zat karisogenik (menyebabkan kanker) pada manusia (BPOM, 2007).

2.3.2 Toksisitas Logam

Logam adalah kelompok toksikkan dan logam merkuri termasuk golongan logam yang sangat toksik. Logam ini ditemukan dan menetap, tetapi bentuknya dapat berubah drastic bentuk senyawa kimianya berubah (Frank, 1995).

Toksisitas logam dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya sebagai berikut :

1. Tingkat dan lamanya akumulasi

Makin tinggi kadarnya dan makin lama waktu akumulasinya maka efek toksiknya akan lebih besar.

2. Faktor umur

Anak-anak lebih rentan dibandingkan orang dewasa terhadap logam, disebabkan oleh tingkat kepekaan dan penyerapan logam pada saluran pencernaan pada anak akan lebih besar daripada orang dewasa. Logam tertentu misalnya dapat plasenta dan mempengaruhi janin (Frank, 1995).

2.3.3 Sifat-sifat Merkuri

Air raksa (Hg) mempunyai sifat-sifat :

1. Berwujud cair pada suhu kamar (25°C). Dengan titik beku terendah dari semua logam yaitu -39°C.
2. Logam yang paling mudah menguap diantara logam lainnya.
3. Tahanan listriknya sangat rendah, sehingga sangat baik menghantarkan arus listrik
4. Dapat melarutkan bermacam-macam logam lainnya.
5. Unsur yang toksik bagi semua makhluk hidup, baik dalam bentuk unsur tunggal (logam) maupun dalam bentuk persenyawaan (Palar, 2008).

2.3.4 Toksisitas Merkuri dan Senyawanya

Toksisitas merkuri tergantung pada bentuk senyawanya ialah logam bentuk senyawa organik dan anorganik. Toksisitas masing-masing bentuk senyawa sebagai berikut :

1. Senyawa Merkuri Anorganik

Toksisitas akut dari merkuri anorganik menyebabkan gejala muntah, hilangnya kesadaran, sakit abdominal, diare disertai darah pada feses, albuminuria, anuria, uraemia, ulserasi, dan stomatitis. Sementara toksisitas kronis

dari merkuri anorganik meliputi gejala gangguan system saraf ialah tremor, terasa pahit di mulut, gigi tidak kuat dan rontok, anemia, dan gejala lain berupa kerusakan ginjal, serta kerusakan mukosa usus (Widowati, 2008).

Merkuri Anorganik berkisar 1-10% dipakai sebagai bahan pemutih kulit dalam sediaan krim karena berpotensi sebagai bahan pemucat warna kulit. Daya pemutih pada kulit sangat kuat, karena toksisitasnya terhadap organ-organ ginjal, saraf dan otak sangat kuat maka pemakaiannya dilarang dalam sediaan kosmetik (WHO, 2011).

2. Senyawa Merkuri Organik

Senyawa-senyawa merkuri organik yang terkenal ialah senyawa alkil-merkuri. Beberapa senyawa alkil-merkuri banyak digunakan, terutama di Negara-negara berkembang adalah metil merkuri khlorida (CH_3HgCl). Senyawa tersebut digunakan sebagai pestisida dalam bidang pertanian.

Keracunan alkil-merkuri ialah melalui pernafasan. Peristiwa keracunan melalui jalur pernafasan disebabkan karena senyawa-senyawa alkil-merkuri sangat mudah menguap. Uap merkuri yang masuk jalur pernafasan akan mengisi ruang-ruang dari paru-paru dan berikatan dengan darah (Palar, 2008).

Gejala toksisitas merkuri organik meliputi kerusakan system saraf pusat seperti anoreksia, ataksia, dimetria, gangguan pandangan mata yang bias mengakibatkan kebutaan, gangguan pendengaran, koma, dan kematian (Widowati, 2008).

2.3.5 Dampak Kosmetik Bermerkuri

Reaksi negatif yang terjadi karena kosmetika yang tidak aman baik pada kulit maupun system tubuh, antara lain (Tranggono, 2007) :

1. Iritasi

Reaksi langsung timbul pada pemakaian pertama kosmetik karena salah satu atau lebih bahan yang dikandung bersifat iritasi, contohnya kosmetik pemutih kulit.

2. Alergi

Reaksi negative pada kulit muncul setelah kosmetik dipakai beberapa kali, kadang setelah bertahun karena kosmetik mengandung bahan yang bersifat alergik bagi seseorang meskipun tidak bagi yang lain. Cat rambut, lipstick dapat menimbulkan reaksi alergi pada orang tertentu.

3. Jerawat (Acne)

Beberapa kosmetik pelembab (moisturize) sangat berminyak dan lengket pada kulit, seperti bagi kulit kering di iklim dingin, menimbulkan jerawat bila digunakan pada kulit berminyak, terutama Negara tropis seperti Indonesia Karena kosmetik bisa menyumbat pori-pori kulit bersama kotoran dan bakteri.

4. Intoksisitas

Keracunan dapat terjadi secara local maupun sistemik melalui penghirupan lewat mulut dan hidung atau lewat penyerapan melalui kulit jika satu atau lebih bahan yang dikandung oleh kosmetik bersifat toksik, contohnya merkuri didalam kosmetik impor pemutih kulit yang dilarang peredarannya di Indonesia oleh pemerintah (Tranggono, 2007).

Merkuri yang dicampur dalam kosmetik merupakan merkuri organik yang berupa serbuk putih. Banyak prosedur kosmetik senang menambah merkuri kedalam produknya untuk memberi kesan lebih putih bersinar bagi penggunaannya (Tranggono, 2007).

2.3.6 Larangan Penggunaan Merkuri dalam Kosmetika

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 445/MENKES/PER/V/1998 tentang bahan, zat, warna, substrat, zat pengawet dan tabir surya pada kosmetik. Dalam kadar yang sedikit merkuri dapat bersifat racun. Mulai dari perubahan warna kulit, bintik-bintik hitam, alergi, iritasi, serta pada pemakaian dosis tinggi dapat menyebabkan kerusakan permanen otak, ginjal dan gangguan perkembangan janin (BPOMRI, 2007).

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) yaitu tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1 mg/L (1 ppm). Ketentuan pemerintah Indonesia dalam membatasi penggunaan bahan aktif karena krim pemutih yang mengandung merkuri dapat menimbulkan toksisitas terhadap organ-organ tubuh. Senyawa merkuri akan kontak langsung dengan kulit sehingga mudah terabsorpsi masuk ke dalam darah dan mengakibatkan reaksi iritasi yang berlangsung cukup cepat diantaranya dapat membuat kulit terbakar, menjadi hitam, dan dapat berkembang menjadi kanker kulit (BPOM RI, 2011).

Senyawa merkuri yang digunakan dalam sediaan kosmetik pemutih kulit yaitu:

1. Merkuri Klorida (HgCl_2)

Merkuri Klorida merupakan merkuri biklorida, merkuri perklorida, krosif merkuri klorida dan sublimat. Senyawa ini seperti Kristal putih, tidak berwarna, agar larut dalam air dingin, sangat larut dalam air panas, alcohol dan ester (Jellinek, 1998).

Senyawa ini merupakan bahan yang berbahaya, karena pada konsentrasi yang tinggi dapat mengiritasi kulit, menimbulkan reaksi hipersensitivitas, kontak dermatitis, peningkatan pembentukan pigmen (hiperpigmentasi) dan penggunaan jangka panjang menyebabkan keracunan sistemik. Senyawa ini digunakan pada krim pemutih karena mempunyai efek yang dapat mengurangi noda-noda hitam pada kulit.

2. Merkuri Amino Klorida ($\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$)

Senyawa ini digunakan dalam sediaan pemutih kulit dengan kadar 1-3%. Merkuri amido klorida seperti serbuk putih atau granul putih berbentuk amorf, tidak dapat larut dalam air dan alkohol, larut dalam HCl dan HNO_3 . Merkuri amido klorida memiliki aktivitas menghambat kerja enzim tirosinase yang berperan dalam proses pembentukan melanin.

Melanin pada manusia berperan sebagai zat yang memberikan warna pada kulit, mata, dan rambut. Pada kulit melanin dibentuk oleh sel yaitu melanosit dengan bantuan enzim tirosinase. Melanosit menghasilkan dua jenis pigmen melanin yaitu pigmen warna coklat-hitam dan pigmen warna kuning-kemerahan. Melanin melindungi kulit dari efek berbahaya seperti radiasi ultraviolet (UV).

2.3.7 Ciri-ciri Krim Pemutih Mengandung Merkuri

Ciri-ciri krim pemutih wajah mengandung merkuri antara lain (Alfian, 2006) :

1. Pemutih wajah yang baunya agak keras (biasanya agak sedikit bau logam/diberi parfum biar wangi tapi menyengat).
2. Krim berwarna putih-kuning. Putih untuk krim malam, kuning untuk krim pagi. Tidak semua tapi patut dicurigai.
3. Ciri khas dari krim agak mengkilat warnanya. Jika di buka tutupnya permukaan krim agak berkilauan/hologram.
4. Krim yang mengandung merkuri dapat membuat kulit wajah putih dalam waktu singkat. Makin tinggi kandungan merkuri makin cepat pula memberikan hasil putih pada wajah.
5. Mengakibatkan rasa gatal di awal pemakaian, tergantung jenis kulit.
6. Kulit lebih sensitif terhadap sinar matahari, terasa panas terkena sinar matahari langsung.
7. Kulit terasa perih kemerahan, 1-2 hari awal pemakaian.
8. Gangguan pada saluran kemih.

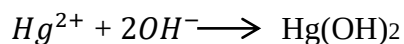
2.4 Metoda-Metoda Analitik Merkuri

2.4.1 Analisis Kualitatif Merkuri

Analisis kualitatif merkuri dilakukan dengan menggunakan pereaksi warna dan reaksi pembentukan amalgam. Reaksi warna dilakukan untuk analisis untuk merkuri adalah pereaksi sebagai berikut (Vogel, 1995) :

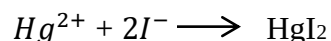
1. Pereaksi Natrium Hidroksida

Merkuri direaksikan dengan NaOH akan memberikan endapan warna kuning jingga jika senyawa berupa ion merkuri divalent, sedangkan berupa ion merkuro dapat memberikan warna hitam



2. Pereaksi Kalium Iodida

Merkuri direaksikan dengan larutan kalium iodid akan menghasilkan endapan HgI_2 berwarna merah jingga akan hilang pada penambahan KI berlebihan karena terbentuk senyawa kompleks K_2HgI_4 larut (Ardan,2016).



2.4.2 Analisis Kuantitatif dengan SSA

2.4.2.1 Metode kuantifikasi hasil analisis dengan metode standar baku yaitu:

1. Kuantifikasi dengan kurva baku (kurva kalibrasi)

Kurva kalibrasi pada SSA dengan memasukkan sejumlah konsentrasi larutan dalam sistem dilanjutkan dengan pengukuran. Dianjurkan adsorbansi sampel tidak melebihi dari adsorbansi baku tertinggi dan tidak kurang dari absorbansi terendah

2. Kuantifikasi dengan cara perbandingan langsung

Cara ini dilakukan jika telah diketahui kurva baku yang menyatakan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi merupakan garis lurus dan melewati titik nol. Cara pengerjaannya adalah dengan mengukur absorbansi larutan baku dengan konsentrasi tertentu pada satu konsentrasi saja, lalu baca absorbansi.

3. Cara standar adisi (cara penambahan baku)

Analisis dilakukan pada sampel yang tidak identic dengan standar dalam larutan air, karena diperlukan pencampuran matriks dengan matriks standar. Jika matriks tidak diketahui atau bervariasi dari satu dengan yang lain, maka metode standar adisi digunakan. Metode ini digunakan untuk menghindari gangguan-gangguan secara kimia maupun spectra.

2.4.2.2 Spektrofotometri UV-Vis

Analisis sampel dengan Spektrofotometri UV-Vis ialah senyawa organik yang dapat memberikan serapan merupakan senyawa yang mempunyai gugus kromofom dan ausokrom. Gugus fungsional tidak januh yang dapat memberikan serapan daerah UV atau cahaya tampak. Semua kromofor mempunyai ikatan rangkap berupa alkena ($C=C$), $C=O$, NO_2 , benzene. Ausokrom merupakan gugus fungsional berupa OH , NH_2 , X , ialah gugus yang mempunyai electron dan tidak mengabsorpsi sinar UV jauh.

Metode analisis kualitatif menggunakan spektrofotometer pada daerah tampak/visible (380-780 nm) disebut kolorimetri. Kolorimetri didefinisikan metode analisis suatu zat berdasarkan intensitas warna yang timbul dari konsentrasi yang berbeda. Kolometri yaitu serapan cahaya oleh larutan yang berwarna. Panjang gelombang dalam suatu warna spesifik (Hermita, 2006).

2.4.2.3 Titration Ditizon

Menentukan kadar merkuri dengan titration ditizon, pertama dilakukan pembuatan pereaksi, lalu dinuat larutan baku raksa, larutan pengekstraksi ditizon dan pembakuan titration ditizon. Kemudian buat larutan uji dengan menimbang 2 g, lalu

masukkan ke dalam labu erlemeyer 250 mL bersumbat kaca, tambahkan 20 mL campuran asam nitrat pekat dan asam sulfat pekat dengan volume sama, hubungkan pendingin yang sesuai. Refluks campuran selama 1 jam, dinginkan, kemudian encerkan dengan hati-hati menggunakan air dan didihkan sampai asam nitratnya habis. Dinginkan larutan, encerkan dengan air, pindahkan dalam labu 200 mL, encerkan hingga tanda batas, campur lalu saring.

Masukkan 50 mL larutan uji dalam corong pisah 250 mL, ekstraksi dengan sedikit kloroform pekat, sampai ekstrak kloroform terakhir tidak berwarna. Buang ekstrak kloroform dan tambah 50 asam sulfat 1 n pada larutan yang tertinggal, tambahkan 90 mL air, 1 mL asam asetat glasial dan 10 mL larutan hidrosilamina hidroklorida pekat (1 dalam 5). Hitung jumlah merkuri (Depkes, 1995).

2.4.2.4 Kompleksometri

Menentukan merkuri dilakukan dengan metode kompleksometri dengan cara, pertama ion Hg^{2+} dengan cara titrasi kembali, larutan uji direaksikan dengan larutan natrium EDTA berlebih dan kelebihananya dititrasi dengan seng klorida atau larutan seng sulfat. Sehingga ion merkuri yang bervalensi dua merupakan atom pusat khelat melalui penambahan bahan terselubung didesak dari kompleks tetraiodida merkurat (II) yang stabil.

Titration pertama dan kedua secara teoritis digunakan jumlah larutan EDTA yang sama atau jumlahnya harus ditentukan. Perhitungan ditentukan dari larutan garam seng yang digunakan titrasi kedua. Pada penentuan raksa (II) klorida sebagai reduktor ditambahkan kalium iodide. Untuk penentuan raksa dalam salep

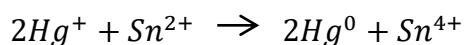
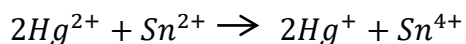
presipitatura ditambahkan natrium tiosulfat sebagai bahan penyelubung (Day dan Underwood, 2002).

2.4.2.5 Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri Serapan Atom adalah alat yang digunakan pada metoda analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan absorpsi radiasi oleh atom bebas. Spektrofotometer serapan atom yaitu teknik analisis kuantitatif dan kualitatif dari unsur pemakaiannya sangat luas berbagai bidang karena prosedurnya selektif, spesifik, biaya analisisnya relatif murah, sensitivitasnya tinggi (ppm-ppb), dengan mudah membuat matriks sesuai standar, waktu analisis sangat cepat dan mudah dilakukan (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.5 Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin

Jenis Spektrofotometri Serapan Atom yang digunakan untuk penetapan kadar merkuri yaitu SSA uap dingin. Prinsip dasar analisa merkuri uap dingin yaitu proses atomisasi atau proses pembentukan atom-atom bebas merkuri dilakukan secara kimiawi ialah dengan mereaksikan larutan sampel yang mengandung merkuri dengan suatu pereduksi kuat, SnCl_2 sehingga terjadi :



Uap merkuri ini dialirkan dalam sel absorpsi menggunakan udara atau argon dalam suatu system tertutup (Ed, 1991).

Setelah atom ini melalui sel sampel, kenaikan pengukuran absorbansi mendadak meningkat konsentrasi atom merkuri dalam jalur cahaya. Sistem

membolehkan uap merkuri menuju saluran pembuangan setelah melewati tabung absorbs, kasus ini puncak absorbansi tertinggi diamati selama pengukuran akan diambil sebagai sinyal analit. Dalam sistem lain, uap merkuri kembali dalam larutan atau tabung reaksi dalam suatu putaran tertutup. Absorbansi akan meningkat sampai kesetimbangan konsentrasi sistem tersebut tercapai. Absorbansi yang linear yaitu kesetimbangan absorbansi dan digunakan untuk kuantisasi (Ed, 1991).

Dari semua pilihan analisis merkuri yang digunakan, sistem uap dingin merupakan teknik paling sensitif dan dapat diandalkan untuk penentuan konsentrasi merkuri yang sangat rendah dengan ASS. Teknik uap dingin sangat terbatas hanya untuk menentukan merkuri, karena tidak dapat digunakan untuk elemen lain, karena tidak ada elemen lain dapat direduksi secara kimiawi untuk menghasilkan atom-atom bebas pada temperature kamar (Beauty *et al*, 1993).

2.5.1 Prinsip dan Teknik Analisis Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin

Metode spektroskopi serapan atom berprinsip pada hubungan antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Absorbansi cahaya oleh atom pada fase uap dalam panjang gelombang tertentu, sesuai unsur yang di analisis atau tergantung pada sifat unsur. Metoda analisis spektrofotometri serapan atom prosesnya dimulai setelah penyemprotan larutan yang mengandung unsur yang dianalisis kedalam nyala. Sinar monokromatis dialirkan pada lampu katoda berongga pada panjang gelombang tertentu sehingga menyebabkan atom tereksitasi (Khopkar, 1990).

Cara kerja spektrofotometri serapan atom yaitu menurut atas penguapan larutan sampel, logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan oleh lampu

katoda (Hollow Cathode Lamp) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi diukur pada panjang gelombang menurut jenis logam (Darmono, 1995).

Aspek kuantitatif dari sebagian dasar penyerapan cahaya merupakan hukum Lamber-Beer, secara matematis dirumuskan sebagai berikut :

$$A = a.b.c$$

Keterangan : A : Absorbansi

a : Koefisien konsentrasi molar

b : Tebal kuvet

c : Konsentrasi absorbansi

konsentrasi logam dalam suatu cuplikan dapat mengukur besarnya absorbansi dari cuplikan tersebut dan sederet larutan standar dengan konsentrasi divariasikan. Perhitungan statistik didapatkan persamaan regresi atau kurva kalibrasi. Konsentrasi logam dalam cuplikan dapat diekstrapolasikan terhadap persamaan regresi (Hansaya, 1994; Hanswel, 1991).

2.5.2 Penyimpangan Hukum Lambert-Beer

Menurut hukum Lambert-Beer merupakan grafik dari absorbansi terhadap konsentrasi molar yaitu garis lurus dengan kemiringan €. Akan tetapi pengukuran pada sistem kimia sesungguhnya menghasilkan grafik hukum Beer yang tidak linear pada seluruh jangkauan konsentrasi. Harga € tergantung sifat macam zat penyerap dalam larutan dan panjang gelombang radiasi. Penyimpangan dari hukum Beer disebabkan oleh kegagalan atau ketidakmampuan untuk melakukan pengawasan terhadap dua segi (Day, 2000).

2.5.3 Gangguan pada Spektrofometri Serapan Atom

Gangguan-gangguan pada SSA merupakan peristiwa yang menyebabkan pembacaan serapan unsur yang dianalisa menjadi lebih kecil atau lebih besar dari kadar yang sebenarnya dalam sampel (Rhoman, 2007). Gangguan yang terjadi dalam SSA yaitu :

1. Gangguan Spektral

Gangguan spectral disebabkan oleh produk matriks tidak terjadi secara luas pada atomisasi nyala dan dapat dihindari dengan variasi beberapa parameter seperti temperature dan perbandingan bahan bakar terhadap senyawa oksidan (Skoog *et al*, 1994).

2. Gangguan Ionisasi

Elemen seperti alkali dan alkali tanah serta beberapa elemen lain dapat terionisasi dalam nyala pada temperatur yang sangat tinggi. Sinyal emisi maupun absorpsi dapat menurun karena atom yang diukur merupakan atom yang tidak terionisasi. Adanya elemen yang mudah terionisasi dalam sampel akan menambah jumlah electron bebas pada nyala sehingga menahan ionisasi elemen yang di uji (Christian, 2004).

3. Gangguan Kimia

Gangguan ini disebabkan oleh anion yang dapat membentuk komponen dengan analit sehingga tingkat volatilitas menurun. Hal ini dapat menurunkan jumlah analit yang menguap sehingga diperoleh kadar analit yang rendah (Skoog *et al*, 1994).

4. Gangguan Fisika

Parameter seperti jumlah sampel pada burner serta efisiensi atomisasi merupakan gangguan fisika. Penyebabnya yaitu : variasi kecepatan alir gas pembakar, variasi viskositas sampel yang disebabkan oleh temperature dan variasi pelarut, kandungan zat padat yang tinggi, serta perubahan temperatur nyala (Christian, 2004).

2.5.4 Kelebihan dan Kekurangan Spektrofotometri Serapan Atom

Adapun kelebihan dan kekurangan SSA yaitu (Khopkar, 1990).

1. Kelebihan Spektrofotometri Serapan Atom

Kelebihan spektrofotometri serapan atom yaitu kecepatan analisisnya; dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi semua unsur pada konsentrasi runut (ketelitian sampai tingga trace) dan sebelum pengukuran tidak perlu memisahkan unsur yang ditentukan pada penentuan satu unsur dengan unsur lain dapat dilakukan asal lampu katoda berongga.

2. Kekurangan Spektrofotometri Serapan Atom

Kekurangannya yaitu kurang sensitive untuk pengukuran sampel bukan logam dan adanya gangguan-gangguan merupakan peristiwa yang menyebabkan pembacaan serapan unsur yang dianalisis menjadi lebih kecil atau lebih besar dari nilai yang sesuai konsentrasinya dalam sampel.

2.6 Teknik Destruksi Sampel

Fungsi destruksi yaitu untuk memutus ikatan antar senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Destruksi digunakan untuk menguraikan bentuk senyawa logam menjadi bentuk logam-logam anorganik atau pemecahan senyawa menjadi

unsur-unsur sehingga dapat dianalisis (Kristianingrum, 2012). Teknik destruksi terbagi menjadi dua yaitu :

2.6.1 Destruksi Basah

Destruksi basah merupakan perombakan sampel dengan asam-asam kuat yang tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut yang dapat digunakan destruksi basah yaitu asam nitrat (HNO_3), asam perklorat (HClO_4) dan asam klorida (HCl) (Habibi, 2020); (Rahayu, 2020). Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi ialah senyawa garam yang stabil dan disimpan beberapa hari. Pada umumnya pelaksanaan kerja destruksi basah dilakukan secara metode Kjeldhal (Nielsen, 2017).

2.6.2 Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan, dengan mekanisme penguapan pelarut (Abata *et al*, 2019); (Rahayu *et al*, 2019).

Menurut Sumardi (1981), pada pengujian kadar merkuri dalam sampel krim pemutih tidak bisa digunakan dengan destruksi kering. Destruksi kering akan menyebabkan hilangnya unsur logam merkuri karena sifat logam merkuri yang mudah menguap dan menyebabkan kadar merkuri akan berkurang sebelum diukur dengan spektrofotometri serapan atom.

2.7 Validasi Metode

Validasi metode merupakan proses pembuktian melalui pengujian analisis di laboratorium untuk memberikan data-data tentang kehandalan suatu metode dari suatu prosedur yang digunakan. Hasil uji validasi dari pengembangan metode analisis dapat dinyatakan beberapa parameter yaitu :

1. Uji Presisi

Presisi ialah metode analisis, menunjukkan kedekatan hasil serangkaian pengukuran yang diperoleh dari pengujian berulang pada kondisi tertentu (ICH, 2005). Presisi dinyatakan dalam nilai simpangan baku relatif dengan syarat penerimanya ialah $SBR < 2\%$.

Presisi dinyatakan sebagai presentase *relative standard deviation* (%RSD) dari seri pengukuran (Sumardi, 2002) :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keterangan :

x_i : Nilai data pengukuran

$\bar{x}$: Rata-rata pengukuran

n : Jumlah ulangan

RSD menunjukkan ketelitian dari metode uji :

a. $RSD \leq 1\%$ (sangat teliti)

b. $1\% < RSD \leq 2\%$ (teliti)

c. $2\% < \text{RSD} \leq 5\%$ (ketelitian kurang)

d. $\text{RSD} > 5\%$ (tidak teliti)

Menurut ICH (2005) pengujian presisi dibagi menjadi tiga kategori yaitu :

- a. Reputability (Keterulangan), yaitu keterulangan menunjukkan nilai presisi suatu metode pengujian dilakukan berulang oleh satu analis pada kondisi yang sama dalam interval waktu yang pendek. Nilai keterulangan dapat dihitung dari pengaruh penimbangan, pencampuran, dan bentuk penanganan sampel lain terhadap hasil analisis (Betz *et al*, 2011).
- b. Reproducibility (Ketertiruan), yaitu nilai presisi yang didapatkan dengan membandingkan hasil analisis yang di dapatkan dari antar laboratorium yang berbeda (ICH, 2005).
- c. Presisi, yaitu menunjukan hasil presisi dari metode analisis ketika dilakukan pada kondisi atau lingkungan yang berbeda (Kondratova, 2017). Pengujian dilakukan dengan minimal terdapat dua perbedaan baik menggunakan analisis yang berbeda, peralatan berbeda ataupun hari yang berbeda (Betz *et al*, 2011).

2. Uji Linearitas

Pengujian linearitas merupakan pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode analisis dalam memberikan respon proporsional atau linear terhadap konsentrasi analit dalam sampel. (Alegre *et al*, 2012). Hasil respon dari masing-masing konsentrasi diplotkan dalam kurva kalibrasi dengan sumbu X merupakan konsentrasi dan sumbu Y merupakan absorbansi. Setelah terbentuk kurva, dilakukan penentuan nilai koefisien korelasi (r) (Beg *et al*, 2012).

$$r = \frac{\Sigma XY - \frac{\Sigma X \Sigma Y}{n}}{\sqrt{\Sigma X^2 - \frac{(\Sigma X)^2}{n}} \sqrt{\Sigma Y^2 - \frac{(\Sigma Y)^2}{n}}}$$

Keterangan :

n : Jumlah ulangan

X : Konsentrasi

Y : Absorbansi

3. Limit of Detection (LoD)

Limit of Detection (LoD) merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat di deteksi pada saat pengukuran (Kruve *et al*, 2015). Pendekatan berdasarkan evaluasi visual digunakan untuk metode analisis instrumental maupun non-instrumentasi. LoD yaitu konsentrasi minimal yang memberikan nilai rasio 3:1 dengan sinyal noise (Peris-Vicente *et al*, 2015).

Nilai LoD berdasarkan standar deviasi respon dan nilai *slope* menggunakan rumus (ICH, 2005) :

$$LOD = (3,3 \sigma)/S$$

Keterangan :

σ : Nilai standar deviasi

S : Slope dari kurva kalibrasi

4. Limit of Quantitation (LoQ)

Limit of Quantification (LoQ) merupakan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang dapat memenuhi kriteria presisi dan akurasi (Kruve *et al*, 2015). Pada pendekatan evaluasi visual, nilai LoQ ditentukan menggunakan sampel yang telah diketahui konsentrasinya. Nilai LoQ ialah konsentrasi terkecil dari analit yang masih dapat menghasilkan nilai SBR sesuai persyaratan presisi (Peris-Vicente *et al*, 2015).

$$LOQ = (10 \sigma)/S$$

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan $\pm$ 5 bulan dari bulan Februari – Juni 2023 di Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Perintis Indonesia, dan UPTD. Laboratorium Kesehatan Padang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Spektrofotometri Serapan Atom-uap dingin (GBC HG 3000), lampu katoda berongga Hg, pipet mikro, penangas listrik, tabung Nessler 50 mL, labu ukur, pipet volume 4 mL dan 8 mL, pipet tetes, corong, karet hisap, timbangan digital, batang pengaduk, botol semprot, alat-alat kaca lainnya.

3.2.2 Bahan

Sampel (Krim Pemutih yang terdiri dari 3 merek beredar di pasaran), asam nitrat pekat p.a, kalium iodida p.a, natrium hidroksida p.a, asam sulfat pekat p.a, kalium permanganat 5% p.a, kalium persulfat 5%, hidroksilamin-NaCl 10% p.a, Timah (II) klorida 10% p.a, aquadest, Merkuri Standar Solution $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 1000 mg/L.

3.3 Pelaksanaan Penelitian

3.3.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan yaitu 3 buah krim pemutih malam yang berbeda-beda yang dipilih beredaranya di pasaran Pekanbaru yang tidak teregistrasi.

3.3.2 Pembuatan Reagensia, pembuatan larutan standar Merkuri (II) Nitrat

1. Pembuatan Larutan HNO_3 0,15 N

10,4 mL HNO_3 65% dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda batas.

2. Pembuatan Larutan Seri Standar $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

Dari larutan induk 1000 mg/L dilakukan pengenceran, diencerkan menjadi :

a. Larutan Standar Hg 10 mg/L

Larutan standar 1000 mg/L dipipet sebanyak 1 mL dimasukkan dalam labu ukur 100 mL ditambahkan HNO_3 0,15 N sampai tanda batas.

b. Larutan Standar Hg 0,1 mg/L (100 $\mu\text{g/L}$)

Larutan standar Hg 10 mg/L dipipet sebanyak 2 mL dimasukkan kedalam labu ukur 200 mL ditambahkan HNO_3 0,15 N sampai tanda batas.

c. Larutan Seri Standar 4 ; 6 ; 8 ; 10 ; 12 ; 14 $\mu\text{g/L}$

Larutan standar 100 $\mu\text{g/L}$ dipipet sebanyak 4 ; 6 ; 8 ; 10 ; 12 ; 14 mL, dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan dengan HNO_3 0,15 N sampai tanda batas, dihomogenkan sehingga diperoleh larutan seri standar 4 ; 6 ; 8 ; 10 ; 12 ; 14 $\mu\text{g/L}$.

3.3.3 Penyiapan Sampel Dengan Cara Destruksi Basah (Eaton *et al*, 2005; Erasiska *et al*, 2015)

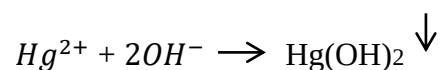
Sampel ditimbang sebanyak 1,0 gram, dimasukkan ke dalam tabung Nessler, ditambahkan H_2SO_4 pekat sebanyak 5 mL, HNO_3 pekat sebanyak 2,5 mL dan larutan KMnO_4 5% sebanyak 15 mL tunggu sampai 15 menit (bila warna ungu hilang

ditambahkan KMnO_4 sampai warna ungu tidak hilang). Lalu ditambahkan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5% sebanyak 8 mL dipanaskan dengan penangas air selama 2 jam pada suhu 95°C . Lalu sampel didinginkan. Kemudian ditambahkan secukupnya larutan Hidroksilamin- NaCl 10% untuk mereduksi kelebihan KMnO_4 sampai larutan bening (larut seluruhnya).

3.3.4 Analisis Kualitatif Hg dalam Sampel (Vogel, 1995)

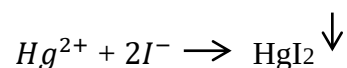
1. Pereaksi Natrium Hidroksida (NaOH)

Pipet 2 ml larutan sampel masukkan dalam tabung reaksi tambahkan perlahan-lahan larutan NaOH . Hasil positif ditunjukkan dengan terbentuknya endapan warna kuning.



2. Pereaksi Kalium Iodida (KI)

Dipipet 2 ml larutan sampel masukan kedalam tabung reaksi tambahkan secara perlahan-lahan larutan KI . Hasil yang positif menunjukkan terbentuknya endapan merah orange. Penambahan pereaksi berlebihan akan melarutkan endapan.



3.3.5 Pengukuran Serapan Larutan Standar

Pengukuran serapan larutan seri standar dan pembuatan kurva kalibrasi

1. Larutan blanko (aquadest + HNO_3) disiapkan kemudian absorban diatur yaitu sama dengan nol.
2. Larutan seri standar merkuri diukur serapan, dimulai dari konsentrasi rendah sampai dengan konsentrasi tertinggi (4 ; 6; 8 ; 10 ; 12 ; 14 $\mu\text{g/L}$) dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang (λ) $\text{Hg} = 253,7 \text{ nm}$.
3. Buat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi dengan absorban dan didapatkan persamaan regresi linier.

3.4 Validasi Metode

3.4.1 Batas Deteksi (BD)

Batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD) yaitu konsentrasi analit terendah pada sampel yang masih dapat dideteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Batas deteksi yaitu parameter uji batas.

$$\text{Batas Deteksi} = \frac{3 \times \text{SB}}{\text{Slope (b)}}$$

3.4.2 Batas Kuantitasi (BK)

Batas kuantitasi atau *Limit of Quantification* yaitu konsentrasi analit terendah pada sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan.

$$\text{Batas Kuantitasi} = \frac{10 \times \text{SB}}{\text{Slope (b)}}$$

3.4.3 Linearitas

Linearitas yaitu suatu kemampuan metode untuk memperoleh hasil uji secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Uji linearitas dilakukan dengan satu seri larutan baku yang terdiri dari 5 konsentrasi yang menarik dengan rentang 50 – 150% dari percobaan rentang kerja yang diharapkan, respon harus linear terhadap konsentrasi baku. Linearitas dinyatakan dengan nilai koefisien korelasi (r) yang mendekati 1.

3.4.4 Uji Presisi

Presisi yaitu ukuran keterulangan metode analisis dan diekspresikan sebagai simpangan baku relative atau *relative standard deviation*.

$$\text{Simpangan Baku } (\sigma) = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n-2}}$$

3.5 Penentuan Kadar Logam Merkuri (Hg)

Larutan hasil destruksi yang telah ditambahkan aquadest sampai tanda batas 50 mL menggunakan tabung Nessler. Kemudian ukur serapan dengan Spektrofotometri Serapan Atom pada panjang gelombang 253,7 nm. Konsentrasi larutan sampel dapat dihitung berdasarkan kurva kalibrasi larutan standar, sehingga kadar logam merkuri (Hg) dalam krim pemutih malam (merek A, B, C) dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Merkuri (ppb)} = \frac{C \times V}{B_s}$$

Keterangan :

C = Konsentrasi larutan sampel ($\mu\text{g/L}$)

V = Volume larutan sampel (mL)

B_s = Berat sampel (gram)

DAFTAR PUSTAKA

- Abata, E. O., Ogunkalu, O. D., Adeoba, A. A., & Oluwasina, O. O. 2019. Evaluation of the Heavy Metals in Tonic Creams using the Wet Acid and Dry Ashing Methods. *Earthline Journal of Chemical Sciences*, 1(1), 37-43.
<https://doi.org/10.43198/ejcs.1119.3743>
- Ahmed dan Mahmoud. 2010. *Review Skin Whitening Agent Khartoum Pharmacy Journal* 13 (1). Facult of Pharmacy: Omdurman Islamic University.
- Alegre MR, Romero JE, and Broch SC. 2012. Is It Really Necessary to Validate an Analytical Method or Not? That is the Question. *Journal of Chromatography A*. 1233: 101-109.
- Alfian, Z., 2006. Merkuri: Antara Manfaat dan Efek Penggunaannya Bagi Kesehatan Manusia dan Lingkungan. Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Andrew, G.C., & Domonkos, A.N. 2004. *Disease of The Skin: For Practitioner and Student*. Philadelphia: W.B. Saunders Company.
- Anief, M., 2000. *Ilmu Meracik Obat Teori Dan Praktik*. Gajah Mada University-Press: Yogyakarta.
- Ardan, M., M., Agustina, R., & Masruhim, M. 2016. *Analisis Bahan Kimia Berbahaya Pada Krim Pencerah Wajah Yang Beredar Di Kota Samarinda*. Prosiding Seminar Nasional Kefarmasian Ke-3, Samarinda, Fakultas Farmasi Universitas Mulawarman.
- Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2007. *Kosmetik Mengandung Bahan Berbahaya dan Zat Warna Yang Dilarang*: Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.01.432.6081, 1 Agustus 2007. Jakarta.
- Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2007. *Public Warning/Peringatan Tentang Kosmetik Yang Mengandung Bahan Dan Zat Warna Yang Dilarang*. Jakarta.
- 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 Cemaran Mikroba dan Logam Berat Dalam Kosmetik, http://www.pom.go.id/public/hukum_perundangan/pdf/per_bhn_kos_FNL.pdf ., diakses 30 November 2015.
- Beauty, Richard, D., Kerber., and Jack, D. 1993. *Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrometry*. USA : Perkin Elmer Co.
- Beg S, Kohli K, Swain S, and Hasnain MS. 2012. Development and Validation of RP-HPLC Method for Quantitation of Amoxicillin Trihydrate in Bulk and

- Pharmaceutical Formulations Using Box-Behnken Experimental Design. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*. 35(3): 393-406.
- Betz JM, Brown PN, and Roman MC. 2011. Accuracy, Precision, and Reliability of Chemical Measurements in Natural Products Research. *Fitoterapia*. 82(1): 44-52.
- BPOM RI. 2011. *Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.07.11.6662 tentang Persyaratan Cemaran Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetika*. Jakarta: Kepala BPOM RI.
- Christian, G.D., 2004. *Analytical Chemistry*, 6th Ed., John Wiley & Sons, Inc., United States of America, pp. 56-57, 484, 486, 491, 525-530.
- Darmono., 1995. *Logam Dalam Sistem Makhluk Hidup*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Day, R. A., dan Underwood A.L., 2002. *Analisa Kimia Kuantitatif*, Edisi keenam, Erlangga, Jakarta.
- Depkes RI, 1995. *Farmakope Indonesia*: Edisi keempat, Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan: Depkes RI.
- Depkes RI, 2014. *Farmakope Indonesia* Edisi Kelima, Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, Jakarta.
- Djajadisastra. 2005. *Teknologi Kosmetik*. Tangerang : Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
- Eaton, D, Andrew., 2005. *Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater*: Edition 21.
- Ed, M., 1991. *Atomic Absorption and Emission Spectroscopy*. London: John Wiley & Sons.
- Erasiska, Bali S, dan Hanifah A., 2015. *Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium dan Merkuri Dalam Produk Krim Pemutih Wajah*. Skripsi Mahasiswa Program S1 Kimia. Universitas Riau.
- Fatma, A. 2017. Identifikasi Kandungan Merkuri pada Beberapa Krim Pemutih yang Beredar di Pasaran (Studi dilakukan di Pasar DTC Wonokromo Surabaya). *J. Pharm. Sci.*;2(2):35–40.
- Frank, C. Lu., 1995. *Toksikologi Dasar, Asas Organ Sasaran, dan Penilaian Resiko*. Edisi ke II. Universitas Indonesia: Jakarta.
- G. Carletti, G. Nervo, and L. Cattivelli,. 2014 *Flavonoids and melanins: A common strategy Across Two Kingdom*, *Int. J. Biol. Sci.*, 10 (10) 1159-1170, doi:

10.7150/ijbs.9672.

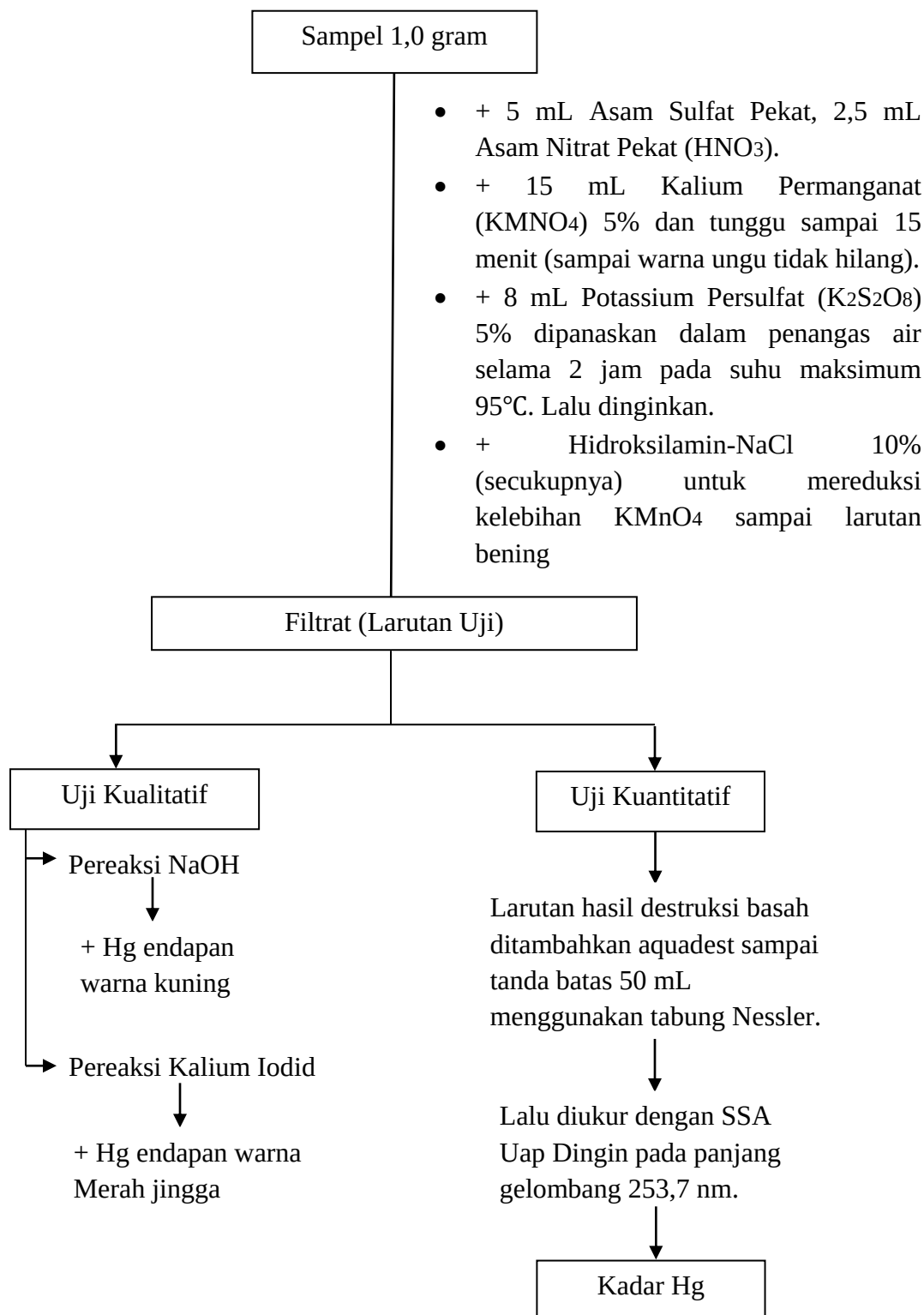
- Gandjar, I.G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Habibi, Y. 2020. Validasi Metoda Destruksi Basah dan Destruksi Kering pada Penentuan Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) Dalam Tanaman Rumput. *Intergrated Lab. Journal*,8(1), 25-31.
- Hansayan, S. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*, Edisi I, IKIP, Semarang Press, Semarang.
- Hanswal, S. I., 1991. *Atomic Absorption Spectroscopy*, Theory Design and Application Elsevion, New York.
- Harahap, Siti Harnida., 2019. Analisis Merkuri (Hg) pada Krim Pemutih Wajah Tidak Teregistrasi Yang Beredar Dipasaran Padang Bulan Kota Medan Dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi Mahasiswa S1 Farmasi*. Institut Kesehatan Helvetia.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Maj. Ilmu Kefarmasian*;1(3):117-21.
- Hermita, 2006., *Analisa Fisikokimia*. UI Press: Jakarta.
- ICH Harmonised Tripartite Guideline: Validation pf Analytical Procedur: Text and Methodology Q2 (RI). 2005.
https://www.ema.europa.eu/en/documents/scientific-guideline/ich-q-2-rl-validation-analytical-procedures-text-methodology-step-5_en.pdf
- Iswari, 2007. *Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- Jellinek, J. S., 1998. *Formulation and Function of Cosmetik*. New York: Wiley-Interscience.
- Khopkar, 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik diterjemahkan oleh Saptorahardjo, 71, 274-287, Airlangga Press, Surabaya.
- Khopkar, S.M., 1990. *Konsep dasar Kimia Analitik*, Terjemahan A. Saptorahardjo UI-Press, Jakarta.
- Kondratova Y, Logoyda L, Voloshko Y, Megeied AA, Kurobko D, *et al*. Development and Validation of HPLC-DAD Method For the Determination of Bisoprolol In Tablet Dosage Forms. *International Journal of Applied Pharmaceutics*. 2017; 9(6): 54-59.
- Kristianingrum, S. 2012. *Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. Prosiding Seminar Nasional*. Yogyakarta : Jurdik Kimia FMIPA UNY.

- Kruve A, Rebane R, Kipper K, Oldekop ML, Evard H, et al. 2015. Tutorial Review on Validation of Liquid Chromatography-Mass Spectrometry Methods: Part I. *Analytica Chimica Acta*. 870: 29-44.
- Kusantati, H., Prihatin, P. T., dan Wiana, W., 2008, Tata Kecantikan Kulit, Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan, Jakarta.
- Mohamad Aa, Kadir S, Amalia L. 2014. Uji Kandungan Merkuri (Hg) Pada Kosmetik Pemutih Wajah Yang Dipasarkan Di Media Online. *Kim Fak. Ilmu Kesehatan Dan Keolahragaan*. 2(3).
- Mona, Julius dan Paulina. 2018. Analisis Kandungan Merkuri (Hg) pada Beberapa Krim Pemutih Wajah Tanpa Ijin BPOM yang Beredar di Pasar 45 Manado *Pharmacon Jurnal Farmasi Ilmiah* 7(3):2302-2493. Manado: FMIPA Universitas Sam Ratulangi.
- Mulangsri Dak, Murrukmiyadi M, Muaniqoh E. 2017. Karakteristik Fisik Lipstik Sari Kulit Buah Naga Merah (*Hylocereus Costaricensis*) Dengan Variasi Perbandingan Konsentrasi Carnauba Wax Dan Beeswax. *J. Inov. Tek. Kim.* 2(2):19-24.
- Palar, H., 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Parengkuan K, F. Citraningtyas G., 2013. Analisa Kandungan Merkuri Pada Krim Pemutih Yang Beredar Di Kota Manado. *Pharmacon Jurnal ilmia farmasi*. 2(1)
- Peris-Vicente J, Esteve-Romero J, and Carda-Broch S. 2015. Validation of Analytical Methods Based on Chromatographic Technique: An Overview. *Statistical Validation Parameters*. Ed 1,1757-1808.
- Putri, Dwi Kartika., 2017. Analisis Kandung Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih pada Beberapa Klinik Kecantikan di Kota Padang Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi S1 Farmasi*. Universitas Perintis Indonesia.
- Rahayu, A. 2020. *Metode Validasi Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) Metode Destruksi Kering dan Destruksi Basah untuk Analisis Mineral Minuman Air Isotonik*. FARMASIS: *Jurnal Sains Farmasi*, 1(1), 6-13.
- Rahayu, A., Sari, D. P., & Ebtavanny, T. G. 2019. Design, Optimization and Characterization of Cefixime Microspheres. *International Journal of Pharma Research and Health Sciences*, 7(5), 3051-3055. <https://doi.org/10.21276/ijprhs.2019.05.02>
- Rohman, A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*, Yogyakarta : pustaka belajar. 298-322, 463-472.
- Rostamailis, 2005. *Penggunaan Kosmetika, Dasar Kecantikan dan Berbusana yang*

Serasi; Jakarta.

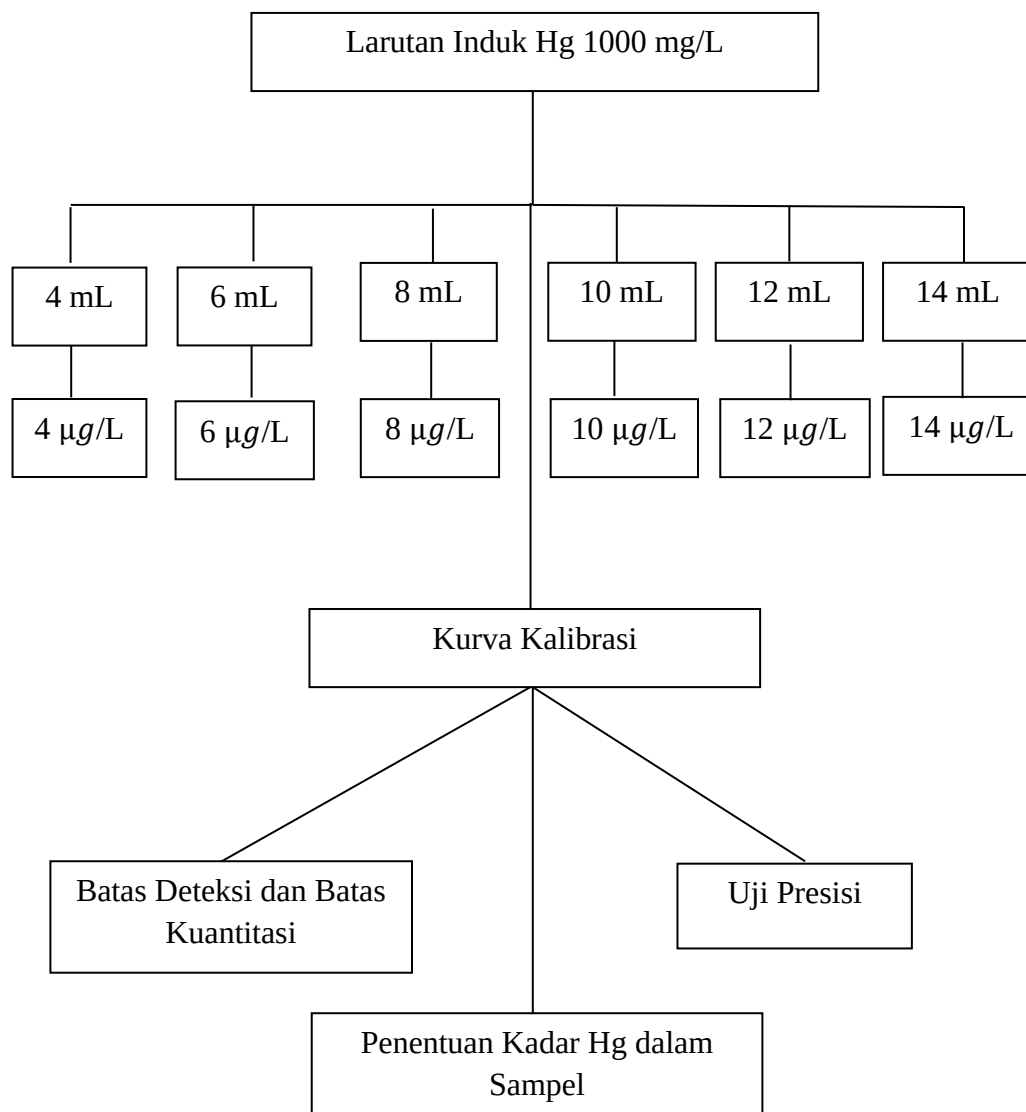
- Siaran Pers, 2018. *Temuan Kosmetik Ilegal Mengandung Bahan Dilarang/Bahan Berbahaya serta Obat Tradisional Ilegal dan Mengandung Bahan Kimia Obat*. Jakarta: BPOM Republik Indonesia.
- Skoog, D.A., West, D.M., and Holler, F.J., 1994. *Analytical Chemistry An Introduction*, 6th Ed., Saunders College Publishing, USA, pp 453, 461, 464-465.
- Smit N, Vicanova J, and Pavel S. 2009. The Hunt for Natural Skin Whitening Agents. *Int. J. Mol. Sci.* 10(12):5326-49. Doi: 10.3390/ijms10125326
- Sumardi, 1981. *Metode Destruksi Contoh Secara Basah Dalam Analisa Unsur-Unsur As-Pb-Cd-dan Hg Dalam Contoh-Contoh Biologis*, Jakarta, LIPI.
- Syafnir, L. dan Putri, A. P. 2011. *Pengujian Kandungan Merkuri dalam Sediaan Kosmetik dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Prosiding Seminar Nasional Penelitian dan PKM Sains, Teknologi, dan Kesehatan, ISSN : 2089-3582.
- Syamsuni. 2006. *Farmasetika Dasar dan Hitungan Farmasi*. Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta.
- Tranggono, 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. PT. Gramedia Pustaka Utama: Jakarta.
- Tranggono, I.S.R., dan Fatma Latifah, 2014, *Buku Pegangan Dasar Kosmetologi*, Sagung Seto, Jakarta.
- Vogel. 1985. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro* (Edisi Kelima). Penerjemah: L, Setiono dan A. H Pujdjaatmaka. Jakarta: PT. Kalma Media Pustaka.
- Wasitaatmadja, S.M., 1997. *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*. Jakarta: Univeritas Indonesia.
- Widowati, W., 2008. *Efek Toksik Logam : Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. C. V Andi Offset, Yogyakarta.
- Wijaya, F. 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. *CALYPTRA*, 2(2), 1-12.
- World Health Organization. 2011. Mercury in Skin Lightening Products. *Public Health and Environment*. Switzerland: WHO.

Lampiran 1. Skema Kerja Identifikasi dan Penetapan Kadar Hg



Gambar 1. Skema Kerja Identifikasi dan Penetapan Kadar Hg

Lampiran 2. Skema Kerja Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dengan Alat Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin



Gambar 2. Skema Kerja Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dengan Alat Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin