



Analisis Merkuri Pada Merk Krim Pemutih Wajah dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Rahma Yulia, Annisa Putri, dan Linda Hevira

Prodi Farmasi, Universitas Mohammad Natsir Bukittinggi

Detail Artikel

Diterima : 25 September 2019

Direvisi : 07 Oktober 2019

Diterbitkan : 25 Oktober 2019

Kata Kunci

Destruksi Basah

Kosmetik

Spektrofotometri Serapan Atom

Merkuri

Uap Dingin

Penulis Korespondensi

Name : Rahma Yulia

Affiliation : Universitas

Mohammad Natsir Bukittinggi

Email : umn.yarsi@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian “Analisis Merkuri (Hg) pada Beberapa Merek Krim Pemutih Wajah dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)”. Tujuan penelitian yang dilakukan untuk mengidentifikasi dan mengukur kadar merkuri dalam beberapa merek krim pemutih wajah yang dijual di pasaran Kota Bukittinggi. Sampel diekstraksi dengan cara destruksi basah selama 3 jam pada suhu $\pm 100^{\circ}\text{C}$ sampai diperoleh larutan bening. Analisa kualitatif merkuri menggunakan KI 0,5 N dan NaOH 2 N. Kemudian, penentuan merkuri dalam sampel menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin. Dari hasil validasi metode diperoleh persamaan regresi $Y = 0,0072x - 0,0089$. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari kelima sampel yang diuji mengandung merkuri dengan rata-rata kadar sampel $A = 0,00087 \text{ ppm}$, $B = 0,00075 \text{ ppm}$, $C = 0,00066 \text{ ppm}$, $D = 1,66794 \text{ ppm}$, dan $E = 0,00189 \text{ ppm}$. Sampel D mengandung merkuri di atas batas aman yang diperbolehkan BPOM RI yaitu tidak melebihi 1 mg/L atau 1 ppm.

ABSTRACT

This research has been done Analysis of Mercury on Several Brands of Whitening Creams by using Atomic Absorption Spectrophotometry Method. The purpose of this research was to identify and measure mercury concentrations on five samples of whitening cream in the market Bukittinggi City. The samples was extracted by wet destruction for 3 hours at $\pm 100^{\circ}\text{C}$ until the solution clear. Qualitative analysis was performed using color test KI 0.5 N and NaOH 2 N. Then, the determination of mercury in the samples by using Cold Vapour Atomic Absorption Spectrophotometry. The regression equation obtained from the calibration curve is $Y = 0,0072x - 0,0089$. The results of the five samples showed that all samples contained mercury with average level samples $A = 0,00087 \text{ ppm}$, $B = 0,00075 \text{ ppm}$, $C = 0,00066 \text{ ppm}$, $D = 1,66794 \text{ ppm}$, and $E = 0,00189 \text{ ppm}$. Sample D contained mercury above the safe limit allowed by BPOM RI that is not more than 1 mg/L or 1 ppm.

PENDAHULUAN

Kosmetik merupakan salah satu sediaan farmasi yang paling banyak digunakan oleh masyarakat, baik perempuan maupun laki-laki. Salah satu sediaan kosmetik yang banyak digunakan yaitu krim pemutih (*Whitening Cream*) wajah, sehingga harus diproduksi dan diedarkan sesuai persyaratan keamanan, kemanfaatan dan mutu (BPOM RI, 2011).

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 adalah merkuri. Selama tahun 2018, BPOM RI menemukan 112 miliar rupiah harga kosmetik illegal yang mengandung bahan berbahaya didominasi oleh kandungan merkuri, hidrokuinon dan asam retinoat (Siaran Pers BPOM RI, 2018).

Merkuri (Hg) termasuk logam berat yang sangat berbahaya karena bersifat toksik dan karsinogen bagi tubuh walaupun digunakan dalam konsentrasi kecil. Oleh beberapa oknum, merkuri ditambahkan 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).

Menurut Peraturan Kepala BPOM RI nomor 17 tahun 2014 tentang mengenai Persyaratan Cemaran Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetika bahwa jenis cemaran merkuri (Hg) tidak boleh lebih dari 1 mg/L (1 bpj atau 1 ppm).

Pemakaian krim pemutih wajah yang mengandung merkuri awalnya membuat kulit tampak cerah, kenyal, bersih, putih dan tidak berjerawat. Tapi, penggunaan jangka panjang menimbulkan perubahan warna kulit, muncul flek hitam, alergi, iritasi pada kulit, cacat pada janin, dan kanker kulit (*Public Warning*, 2009). Selain itu penumpukan merkuri dalam tubuh bisa menyebabkan gangguan metabolismik dan neurologis, penurunan kecerdasan, kanker hingga kematian (Hevira, *et al*, 2015).

Kandungan merkuri pada krim pemutih wajah dapat dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Alat ini digunakan untuk mengukur kadar logam salah satunya merkuri berdasarkan penyerapan cahaya oleh atom. Metode spektrofotometri serapan atom dipilih karena memiliki tingkat kepekaan, ketelitian dan selektivitas yang tinggi dalam analisis logam, serta waktu pengrajaannya lebih singkat dan sederhana (Jatmiko, *et al*, 2011).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Anggraeni, *et al* (2018) menyatakan bahwa dari lima sampel yang diteliti semua positif mengandung merkuri dengan kadar 51,576 ppm sampai 3886,776 ppm. Mengingat akan kandungan merkuri dalam krim pemutih wajah yang masih banyak beredar terutama pada krim yang tidak teregistrasi BPOM RI, sehingga menimbulkan efek karsinogen dan teratogen bagi tubuh, maka dari itu penulis tertarik melakukan penelitian mengenai analisis merkuri (Hg) pada beberapa merek krim pemutih wajah yang dijual di pasaran di Kota Bukittinggi menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu Spektrofotometri Serapan Atom tipe GBC 932 AA dengan Uap Dingin tipe GBC HG 300, lemari asam (Robust[®]), timbangan analitik (Denver[®]), hot

plate(IKA® C-MAG HS 7), labu ukur (Pyrex®), beaker glass(Pyrex®), tabung reaksi (Iwaki®), corong kaca, pipet volume, batang pengaduk dan kertas saring Whatman 42.

Bahan yang digunakan yaitu 5 sampel krim pemutih wajah yang dibeli di pasaran Kota Bukittinggi, larutan Hg murni, HNO_3 69% p.a, HCl 36% p.a, KI, NaOH, aquadest dan aquabidest.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Larutan Aqua Regia

Sebanyak 75 mL HCl 36% p.a dan 25 mL HNO_3 70% p.a (perbandingan 3:1) dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian dikocok hingga homogen (Trisnawati, *et al*, 2017).

Preparasi Sampel dengan Destruksi Basah

Timbang 0,5 gram sampel, tambahkan 20 mL aqua regia dalam beaker glass 100 mL yang ditutup dengan kaca arloji pada lemari asam. Panaskan diatas hot plate dengan suhu 100°C selama 3 jam hingga proses destruksi berakhir dengan terbentuk larutan jernih. Kemudian, dinginkan beberapa menit dan saring dengan kertas Whatman 42 dalam labu ukur 250 mL. Cukupkan dengan aquabidest hingga 250 mL, dinginkan dan pindahkan dalam botol kaca (Anggraeni, *et al*, 2018)

Analisa Kualitatif dengan KI 0,5 N dan NaOH 2 N

Dipipet masing-masing 1 mL larutan uji ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan 5 tetes larutan KI 0,5 N. Hasil menunjukkan positif mengandung merkuri dengan terbentuk endapan merah orange.

Dipipet masing-masing 1 mL larutan uji ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan 5 tetes larutan KI 0,5 N. Hasil menunjukkan positif mengandung merkuri dengan terbentuk endapan kuning (Rasyid, *et al*, 2015).

Pembuatan Larutan Baku Merkuri

Dari larutan induk merkuri murni 1000 ppm, dipipet 1 mL masukkan dalam labu ukur 100 mL, tambahkan aquabidest hingga 100 mL, kocok hingga homogen, diperoleh konsentrasi 10 ppm.

Dari larutan 10 ppm, dipipet sebanyak 5 mL, lalu dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, tambahkan aquabidest hingga 100 mL, kocok sampai homogen, diperoleh konsentrasi 500 ppb (Dwijayanti dan Susanti, 2018).

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Dari larutan baku merkuri konsentrasi 500 ppb, dipipet sebanyak 2, 4, 6, 8, 10, 12 mL, lalu masukkan dalam labu ukur 100 mL, tambahkan aquabidest hingga batas 100 mL, kocok hingga homogen, sehingga diperoleh konsentrasi masing-masing yaitu 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 ppb. Lalu ukur serapannya dengan alat Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin pada panjang gelombang 253,7 nm (Dwijayanti dan Susanti, 2018).

Penentuan Kadar Merkuri dalam Sampel

Masing-masing sampel yang sudah didestruksi dan diencerkan dalam labu ukur 250 mL, kemudian diukur satu persatu dengan alat Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin pada

panjang gelombang 253,7 nm. Pembacaan dilakukan selama lebih kurang 1 menit sehingga didapatkan nilai absorbansi dan konsentrasi dari masing-masing sampel (Fithriani, *et al*, 2013).

Validasi Metode

1. Uji Linearitas

Berdasarkan kurva baku merkuri yang sudah didapat, hasil absorbansi diperoleh untuk menghitung nilai koefisien korelasi (r), *slope* (kemiringan) dan tetapan regresi.

$$y = a + bx$$

2. Uji Presisi

Larutan baku merkuri pada masing-masing konsentrasi diukur serapannya dengan alat SSA pada panjang gelombang yaitu 253,7 nm sebanyak 3 kali. Hasil absorban yang diperoleh, digunakan untuk menghitung:

Rata-rata absorban:

$$\bar{Y} = \frac{Y_1 + Y_2 + Y_3}{n}$$

Standar Deviation (SD):

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

Relative Standar Deviation (RSD):

$$\% SDR = \frac{SD}{\bar{y}} \times 100\%$$

Ketelitian Alat:

$$KA = 100\% - \frac{SD}{\bar{y}}$$

3. Uji LOD dan LOQ

Adapun konsentrasi terkecil yang masih bisa dideteksi (LOD) dan terdeteksi secara kuantitatif (LOQ) dihitung secara statistik melalui garis linier dari kurva standar (Jatmiko, *et al*, 2011).

$$LOD = \frac{3 \cdot SD}{b}$$

$$LOQ = \frac{10 \cdot SD}{b}$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Krim pemutih wajah yang dijadikan sebagai sampel dalam penelitian ini diperoleh dengan cara dibeli di toko-toko kosmetik yang ada di pasaran Kota Bukittinggi. Sampel dibeli sebanyak 5 macam merek krim pemutih wajah yang berbeda-beda. Empat dari kelima sampel krim pemutih wajah tersebut tidak memiliki izin registrasi dari BPOM RI, sedangkan sampel kelima (E) sudah memiliki izin registrasi dari BPOM RI.

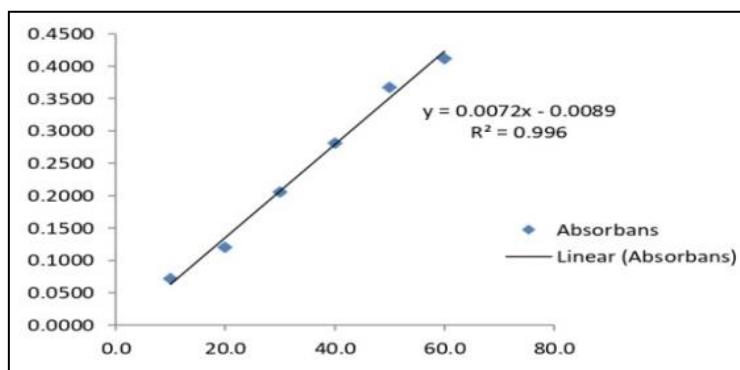
Sebelum diuji secara kualitatif, terlebih dahulu masing-masing sampel krim pemutih wajah dilakukan pengolahan secara destruksi basah. Tujuannya adalah untuk memutuskan ikatan senyawa organik dalam sampel krim pemutih wajah menjadi bentuk logam yang dapat dianalisis, sehingga memudahkan dalam menganalisis unsur yang akan ditentukan (Anggraeni, *et al*, 2018).

Pengolahan sampel secara destruksi basah menggunakan asam-asam kuat yaitu HCl pekat dan HNO₃ pekat dengan perbandingan volume larutan 3:1 untuk melarutkan logam dengan proses yang lebih cepat. Proses destruksi basah dipilih karena logam yang akan diuji pada sampel adalah merkuri. Merkuri merupakan salah satu logam berat beracun yang memiliki sifat mudah menguap pada pemanasan tinggi, sehingga jika dilakukan proses destruksi kering, dikhawatirkan merkuri akan hilang atau habis sebelum dilakukan pengujian kuantitatif untuk menghitung konsentrasiannya dalam sampel (Fithriani, *et al*, 2013).

Larutan sampel hasil destruksi basah dilakukan uji kualitatif menggunakan dua reagen, yaitu: larutan KI 0,5 N dan NaOH 2 N. Saat larutan uji dari sampel direaksikan dengan KI 0,5 N membentuk endapan merah orange, sedangkan dengan NaOH 2 N membentuk endapan kuning. Masing-masing sampel mengalami perubahan warna yang jelas yaitu kuning dan merah orange, namun endapan yang terbentuk pada masing-masing-sampel tidak begitu banyak terlihat, hanya sampel D yang terlihat jelas endapannya. Hal ini dapat dihubungkan dengan konsentrasi merkuri yang terdapat dalam sampel, dimana walaupun konsentrasi merkuri yang terukur nantinya dalam jumlah yang sangat kecil (dalam hitungan ppb), bisa jadi tidak terdeteksi dalam reaksi menggunakan reagen pada tahap analisa kualitatif ini.

Selanjutnya, larutan baku standar merkuri dibuat dalam 6 konsentrasi berbeda yaitu 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 ppb, lalu diukur dengan alat *Atomic Absorption Spectrophotometer (type GBC 932 AA) with Cold Vapor (type GBC HG 300)* menggunakan *Hallow Cathode Lamp (Photron Lamps P833)*.

Hasil pengukuran kurva kalibrasi standar baku merkuri menghasilkan persamaan regresi $y = 0,0072x - 0,0089$ dengan nilai $r = 0,996$. Nilai koefisien korelasi yang dihasilkan mendekati nilai 1 yang artinya metode ini cukup akurat dalam menentukan kadar merkuri dalam suatu larutan sampel.



Gambar 1. Kurva kalibrasi larutan baku standar Merkuri (Hg)

Hasil uji presisi alat menggunakan larutan baku standar merkuri diperoleh nilai *Relatif Standart Deviation* dibawah 2% pada rentang 0,6118% sampai 1,55% dan nilai Ketelitian Alat 99%. Sedangkan uji presisi pada masing-masing sampel diperoleh nilai *Relatif Standart Deviation* dalam rentang 0,0589% sampai 13,37% dan nilai Ketelitian Alat 99%. Hasil dari kedua pengujian menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki nilai ketelitian yang cukup baik dengan dihasilkan nilai *Relatif Standart Deviation* pada persamaan *Horwitz* tidak melebihi 45% sehingga metode ini layak digunakan untuk analisis merkuri dalam sampel krim pemutih wajah (Harmita, 2004).

Batas deteksi yang diperoleh berdasarkan persamaan $3SD/b$ yaitu 0,1816 ppb dan batas kuantitas yang diperoleh berdasarkan persamaan $10SD/b$ yaitu 0,6054 ppb. Apabila konsentrasi merkuri yang terukur dalam sampel menunjukkan nilai lebih besar dari 0,1816 ppb maka hasil tersebut dapat dipercaya bahwa sinyal yang diperoleh merupakan sinyal yang berasal dari sinyal merkuri. Namun, apabila konsentrasi yang diperoleh lebih kecil dari 0,1816 ppb maka bahwa sinyal yang diperoleh merupakan sinyal yang bukan berasal dari sinyal merkuri. Batas kuantitas yang diperoleh sebesar 0,6054 ppb, apabila hasil pengukuran mencapai tidak kurang dari 0,6054 ppb maka hasil pengukuran dapat dikatakan akurat.

Sedangkan pada pengukuran konsentrasi merkuri dalam masing-masing sampel krim pemutih wajah dilakukan duplo sehingga diperoleh hasil:

Tabel 1. Hasil pengukuran kadar Hg dalam sampel krim pemutih wajah

Sampel	Konsentrasi Hg (ppb)		Rata-rata		Keterangan
	I	II	ppb	ppm	
A	0,8664	0,8765	0,8715	0,00087	Aman
B	0,7530	0,7484	0,7507	0,00075	Aman
C	0,6528	0,6870	0,6699	0,00066	Aman
D	1683,4824	1652,4014	1667,9419	1,66794	Tidak aman
E	2,0760	1,7169	1,8965	0,00189	Aman

Menurut BPOM RI batas aman merkuri pada kosmetik tidak boleh lebih dari 1 ppm. Dari kelima sampel yang diuji, 4 sampel memiliki kandungan merkuri dibawah 1 ppm dan 1 sampel

krim pemutih wajah memiliki kandungan merkuri diatas 1 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa, sampel krim pemutih wajah yang mengandung merkuri diatas 1 ppm tidak aman digunakan dan melanggar peraturan BPOM RI, yaitu sampel D dengan kadar 1667,9419 ppb atau 1,667 ppm. Sedangkan, penelitian yang dilakukan oleh Fithriani, et al (2013) bahwa dari tiga sampel krim pemutih yang diteliti semua positif mengandung merkuri dengan kadar 0,56%, 0,28% dan 0,45%. Kemudian, berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Rohaya, et al (2016) menyatakan bahwa dari sepuluh sampel krim pemutih yang diteliti semuanya mengandung merkuri dengan kadar sampel A = 0,0672 ppm, B = 5,3494, C = 0,1374 ppm, D = 0,1592 ppm, E = 0,0902 ppm, F = 0,0336 ppm, G = 0,0318 ppm, H = 0,0323 ppm, I = 0,0036 ppm dan J = 0,0035 ppm.

SIMPULAN

Hasil analisis menunjukkan bahwa kelima sampel krim pemutih wajah yang diteliti mengandung merkuri setelah dilakukan uji kualitatif dan kuantitatif. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari kelima sampel yang diuji mengandung merkuri dengan rata-rata kadar sampel A = 0,00087 ppm, B = 0,00075 ppm, C = 0,00066 ppm, D = 1,66794 ppm, dan E = 0,00189 ppm. Satu dari lima sampel, mengandung merkuri melebihi batas aman yang diperbolehkan BPOM RI yaitu sampel D dengan kadar 1,66794 ppm sehingga bila digunakan dalam waktu lama dapat menimbulkan efek karsinogen dan teratogen.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dosen pembimbing yang telah memberikan arahan, nasehat dan motivasi yang sangat berharga kepada peneliti untuk menyelesaikan penelitian ini, serta orang tua dan keluarga yang selalu mendukung dan mendoakan saya hingga saat ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmed dan Mahmoud. 2010. "Review Skin Whitening Agent" *Khartoum Pharmacy Journal* Vol. 13, No. 1. Faculty of Pharmacy: Omdurman Islamic University.
- Anggraeni, Anne, dan Faridah. 2018. "Analisis Cemaran Logam Berat Merkuri dalam Krim Pemutih Wajah yang Beredar di Pasar Tradisional dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom" *Journal of Pharmacopolium*, Vol. 1, No. 1. Bandung: Stifarm Bandung.
- 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.
- Dwijayanti and Susanti. 2018. "Analysis Mercury (Hg) in Whitening Cream Distributed in Palu City by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)" *Journal of Applied Chemical Science, Sci* 5(1): 430-433. Surabaya: Faculty of Pharmacy Airlangga University.
- Fithriani, Zulharmita dan Dinda. 2013. "Identifikasi dan Penetapan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Kosmetik Herbal Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom" *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*. Vol. 18. No. 1. Padang: Fakultas Farmasi Universitas Andalas.
- Harmita. 2004. "Petunjuk Pelaksanaan Validasi, Metode dan Cara Perhitungannya" *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Hal. 177-135. ISSN: 1693-9883. Jakarta: FMIPA Universitas Indonesia.

- Hevira, Edison and Rahmiana. 2015. "The Use of Terminalia catappa L. Fruit Shell as Biosorbent for The Removal of Pb(II), Cd(II) and Cu(II) Ion in Liquid Waste" *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(10): 79-89. Padang: Andalas University.
- Jatmiko, Tjiptasurasa, dan Wiranti. 2011. "Analisis Merkuri dalam Sediaan Kosmetik Body Lotion Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom" *Pharmacy*, Vol. 8, No. 3. Purwokerto: Fakultas Farmasi UMP.
- 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* Vol. 7, No. 3. Manado: FMIPA Universitas Sam Ratulangi.
- Public Warning. 2009. *Public Warning Kosmetik 2003-2009*. Hal. 3. Jakarta: BPOM RI.
- Rasyid, et al. 2005. "Pemeriksaan Kualitatif Hidrokuinon dan Merkuri dalam Krim Pemutih" *Jurnal Farmasi Higea*. Vol. 7, No. 1. Padang: Unand.
- Rohaya, Nurlina dan Jamaluddin. 2017. "Analisis Kandungan Merkuri (Hg) pada Krim Pemutih Wajah Tidak Terdaftar yang Beredar di Pasar Inpres Kota Palu" *Galenika Journal of Pharmacy*. Vol. 3 (1), Hal. 77-83. Palu: Fakultas MIPA Universitas Tadulako.
- Siaran Pers. 2018. *Temuan Kosmetik Ilegal Mengandung Bahan Dilarang/Bahan Berbahaya serta Obat Tradisional Ilegal dan Mengandung Bahan Kimia Obat*. Jakarta: BPOM Republik Indonesia.
- Trisnawati, Cicik dan Tamara. 2017. "Identifikasi Kandungan Merkuri pada Beberapa Krim Pemutih yang Beredar di Pasaran" *Journal of Pharmacy and Science*. Vol. 2, No. 2. Surabaya.