

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode penyesuaian dengan pendekatan meta analisis**

##### 3.1.1 Deskripsi metode dengan pendekatan meta analisis

Meta analisis adalah pengkajian terhadap hasil-hasil penelitian yang sejenis, dan merupakan suatu metode penelitian untuk pengambilan kesimpulan yang menggabungkan dua atau lebih penelitian sejenis sehingga diperoleh paduan data secara kuantitatif. Berdasarkan prosesnya, meta analisis merupakan studi observasional retrospektif dalam artian peneliti membuat rekapitulasi data tanpa melakukan manipulasi eksperimental. Proses dalam melakukan meta analisis sebagai berikut :

- a. Mencari artikel penelitian yang terkait dengan penelitian yang akan dilaksanakan
- b. Melakukan perbandingan dari artikel-artikel penelitian-penelitian sebelumnya dengan merujuk pada simpulan umum pada masing-masing artikel tanpa melakukan analisis statistik atau analisis mendalam pada data dan hasil penelitiannya,
- c. Menyimpulkan hasil perbandingan artikel disesuaikan dengan tujuan penelitian.

Pada penyusunan studi literature ini, dengan cara mengumpulkan artikel sejenis dengan kata kunci krim pemutih wajah, merkuri dan metode spektrofotometri serapan atom. Artikel ini dikumpulkan

melalui jurnal nasional dan internasional yang sudah terakreditasi dan keabsahannya bisa dipertanggungjawabkan. Jurnal nasional dipastikan sudah terakreditasi SINTA (*Science and technology index*). Kemudian untuk jurnal internasional yang digunakan telah dipastikan kualitasnya melalui portal ilmiah *Scimago journal & country rank*.

### 3.1.2 Informasi jumlah dan jenis artikel

Penelitian ini menggunakan 5 jurnal acuan sebagai data yang akan digunakan sebagai dasar penyusunan hasil serta pembahasan yang akan di analisa. Jurnal yang digunakan antara lain yaitu 1 jurnal nasional terakreditasi SINTA, 3 jurnal nasional pendukung yang ber ISSN dan 1 jurnal internasional pendukung, semuanya merupakan jurnal original atau hasil dari penelitian.

### 3.1.3 Isi Artikel

Berikut tabel yang saya paparkan terkait isi dari artikel atau jurnal yang ditelaah :

#### a. Artikel Pertama

Judul artikel : Analisis Kandungan Merkuri Pada Krim Pemutih Ilegal Di Kecamatan Pasar Kota Jambi Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)

Nama jurnal : Jurnal farmasi indonesia

Penerbit : Pharmacy

Volume dan : Volume 16 & halaman 59-73

halaman

Tahun terbit : 2019

Penulis : Havizur Rahman, Ilmavia Wilantika, Madyawati  
artikel Latief

Isi Artikel

Tujuan : Mengetahui kadar logam merkuri (Hg) pada krim  
penelitian pemutih yang tidak terregistrasi oleh BPOM yang  
beredar di kecamatan pasar kota jambi  
menggunakan SSA

Metode

penelitian

Desain : Eksperimental

Populasi : Sampel penelitian yang digunakan adalah krim  
dan sampel pemutih merk x yang tidak teregistrasi oleh BPOM,  
yang beredar di kecamatan pasar jambi

Instrumen : Alat-alat yang digunakan SSA, timbangan digital,  
*hot plate*, lemari asam, labu ukur, pipet mikro, rak  
tabung reaksi, tabung reaksi, batang pengaduk,  
gelas beker, corong, gelas ukur, erlenmeyer, pipet  
tetes, kertas saring *whatman* No. 42.

Metode : 1. Preparasi larutan uji secara digesti basah

analisis Sampel masing-masing sebanyak 2 g ditimbang,  
dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 ml, dan

dicampur dengan 10 ml asam nitrat pekat. Sampel dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 80 °C sampai kering, kemudian ditambahkan 2 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pekat untuk mengoksidasi sepenuhnya bahan organik residu. Bahan sisa diencerkan dengan air deionisasi sampai volume akhir 100 ml. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring whatman.

## 2. Uji kualitatif (reaksi warna)

### a. Reagen KI

Sejumlah 1 ml larutan uji ditambahkan 1-2 tetes larutan KI 0,5 N, lalu diperhatikan dengan saksama. Hasil menunjukkan positif jika terjadi endapan merah orange

### b. Reagen NaOH

Larutan sampel diambil sebanyak 1-2 ml, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, selanjutnya ditambahkan larutan NaOH 1-2 tetes. Apabila terbentuk endapan kuning maka sampel mengandung merkuri berupa merkuri (II) oksida

### c. Reagen HCl

Larutan sampel diambil sebanyak 1-2 ml

ditambahkan 5 tetes larutan HCl, hasil menunjukkan positif Hg jika terbentuk endapan putih

### 3. Uji kuantitatif

#### a. Pembuatan larutan induk logam raksa (Hg)

1000 mg/L

HgCl<sub>2</sub> 0,1354 g ditimbang, dilarutkan dalam 75 ml air bebas mineral dan 1 ml HNO<sub>3</sub> pekat. Volumnya dicukupkan hingga 100 ml dengan air bebas mineral (1 ml ≈ 1 mg Hg)

#### b. Pembuatan kurva kalibrasi

Larutan induk 1000 ppm dipipet 1 ml, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Larutan ini selanjutnya diencerkan dengan air bebas mineral dan HNO<sub>3</sub> 1 ml hingga tanda batas, sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 10 ppm (10000 ppb). Larutan konsentrasi 10 ppm kemudian dipipet 5 ml dan diencerkan dengan air bebas mineral hingga 100 ml dalam labu ukur, sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 500 ppb. Larutan tersebut dipipet masing-masing 2,5; 5; 10; 20; dan 25 ml, kemudian

dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml yang berbeda, ditambahkan air bebas mineral hingga tanda tertera, lalu dikocok sampai homogen, sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 5; 10; 20; 40, dan 50 ppb. Larutan baku merkuri tersebut diukur menggunakan SSA pada panjang gelombang 253,7 nm, kemudian serapan yang didapatkan diplotkan ke dalam kurva kalibrasi

c. Uji lineralitas

Uji linearitas dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi standar merkuri, sehingga didapatkan persamaan garis regresi. Pada kurva kalibrasi kemudian dihitung koefisien relasi ( $r$ ) dari analisis regresi linier pada Persamaan 1.

$$y = a + bx \quad (1)$$

Keterangan:

$a$  = Tetapan regresi atau intersep.

$b$  = Koefisien regresi (*slope*).

$y$  = Intensitas terbaca.

$x$  = Konsentrasi.

d. Penentuan batas LOD dan LOQ

Penentuan batas LOD dan LOQ dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi standar merkuri, sehingga didapatkan persamaan garis regresi. Kemudian dihitung nilai simpangan baku, lalu ditentukan nilai LOD dan LOQ melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi

e. Pengujian menggunakan SSA

Larutan sampel diukur pada panjang gelombang 253,7 nm dengan cara akuades yang mengandung HNO<sub>3</sub> pekat 1 ml/L akuades dimasukkan. Blanko dimasukkan ke dalam SSA, kemudian dimasukkan sampel yang sudah didestruksi dan dicatat absorbansinya.

f. Penentuan kadar logam merkuri

Data didapatkan dari kadar logam merkuri (Hg) hasil destruksi basah dengan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi, sehingga nilai yang diperoleh adalah *slope* dan *intersep*. Kemudian data dimasukkan ke dalam persamaan  $y = a + bx$ . Setelah itu

dihitung kadar logam merkuri dengan rumus seperti persamaan 5

$$\text{Hg } (\mu\text{g/g}) = \frac{Cu}{Bo} \times \frac{1}{1000} \times F \times Fp \quad (5)$$

Keterangan:

Cu : Kadar merkuri yang diperoleh dari hasil pengukuran dinyatakan dalam ( $\mu\text{g/L}$ ).

Bo : Bobot sampel (g).

F : Volume larutan uji (ml).

Fp : Faktor pengenceran.

Hasil penelitian : Hasil penelitian dengan uji kualitatif menggunakan pereaksi KI sampel positif membentuk endapan berwarna merah orange, kemudian dengan uji kuantitatif, teknik yang digunakan dalam analisis ini adalah metode kurva kalibrasi yang dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara intensitas dan konsentrasi, kemudian ditentukan daerah linier untuk memberikan batas pengukuran, sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier  $y=a+bx$  dan nilai koefisien korelasi (r) harus mendekati 1. Kurva kalibrasi merkuri menggunakan 6 konsentrasi 0,5, 10, 20,40 dan 50



ppb. Kurva tersebut menghasilkan garis linier yaitu  $y = 0,02470x + 0,0458$  koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,998, selanjutnya dilakukan uji lineralitas termasuk dalam validasi metode yang digunakan untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan maka dapat dilihat kelinieran dari kurva standar merkuri dengan melihat nilai koefisien relasi ( $R^2$ ) yang mendekati satu maka slope positif yang berarti terdapat hubungan linier antara konsentrasi dengan intensitas. Lineralitas dari kurva kalibrasi merkuri adalah 0,998 artinya  $\pm 99\%$  perubahan absorbansi dipengaruhi oleh perubahan absorbansi dipengaruhi oleh perubahan konsentrasi merkuri, sedangkan  $\pm 1\%$  merupakan faktor lain, berdasarkan hal tersebut maka dapat diketahui bahwa alat yang digunakan dalam keadaan baik. Selain lineralitas, validasi metode dilakukan dengan menentukan nilai LOD dan LOQ berdasarkan kurva kalibrasi merkuri yang telah diketahui sebelumnya. Berdasarkan kurva kalibrasi didapatkan LOD (*limit of detection*) atau jumlah terkecil dalam sampel (batas deteksi) yang dapat terdeteksi dan masih bisa merkuri

respon signifikan dibandingkan dengan blanko adalah 0,004 ppm dan didapatkan nilai LOQ 0,013 ppm. Nilai LOQ adalah batas kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Nilai LOQ yang diperoleh menunjukkan bahwa metode pada penelitian tersebut dapat digunakan untuk menganalisis merkuri dengan konsentrasi diatas 0,013 ppm.

Berdasarkan uji lineralitas, penentuan LOD dan LOQ kurva kalibrasi merkuri tersebut dapat digunakan untuk menentukan kadar merkuri dalam sampel krim pemutih yang dilakukan menggunakan alat SSA dengan panjang gelombang 253,7 nm. Pengujian sampel dilakukan tiga kali replikasi dengan tujuan untuk menghindari kesalahan preparasi dalam menentukan kadar saat dilakukan analisis. Logam merkuri (Hg) terdeteksi pada semua sampel yang diteliti. Kadar merkuri tertinggi terdapat pada krim pemutih no 9 sampel 5A yaitu 0,328 ppm. Kadar merkuri terendah terdapat pada krim pemutih no 9 sampel 2B yaitu 0,179 ppm. Dari hasil pengujian didapatkan standar deviasi

masing-masing dari 3 kali replikasi adalah 0,000-0,004. Nilai standar deviasi menunjukkan sebaran sejumlah nilai data hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Semakin rendah nilai standar deviasi, maka semakin mendekati rata-rata. Dari nilai standar deviasi yang diperoleh menunjukkan bahwa sebaran data mendekati nilai rata-rata.

Dari pengukuran kadar merkuri terdapat pada krim pemutih tersebut adalah 0,179–0,328 ppm. Meskipun kadar merkuri tersebut tidak terlalu tinggi, namun penggunaan merkuri dalam kosmetik tetap tidak dibenarkan.

Hasil penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa semua sampel krim pemutih merek X positif mengandung merkuri dengan kadar rata-rata 0,251 ppm. Penggunaan krim pemutih yang mengandung merkuri harus dihindarkan karena merkuri termasuk logam berat berbahaya, yang dalam konsentrasi kecil pun dapat bersifat racun. 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, ginjal, dan gangguan perkembangan janin, bahkan paparan jangka pendek dalam dosis tinggi juga dapat menyebabkan muntah-muntah, diare, dan kerusakan paru-paru serta merupakan zat karsinogenik (dapat menyebabkan kanker) pada manusia.

Kesimpulan : Sediaan krim pemutih merk x yang tidak dan saran teregistrasi oleh BPOM yang beredar di kecamatan pasar kota jambi positif mengandung merkuri dengan kadar logam merkuri rata-rata 0,251 ppm.

b. Artikel kedua

Judul artikel : Analisis Kandungan Merkuri (Hg) Pada Krim Pemutih Wajah Tidak Terdaftar Yang Beredar Di Pasar Inpres Kota Palu

Nama jurnal : *Journal of pharmacy*

Penerbit : Galenika

Volume dan : Volume 3 (1) & halaman 77-83

halaman

Tahun terbit : 2016

- Penulis : Upik Rohaya, Nurlina Ibrahim, Jamaluddin  
artikel
- Isi Artikel
- Tujuan : Mengetahui apakah krim pemutih wajah tidak  
penelitian terdaftar mengandung merkuri (Hg) dan mengetahui jumlah kadar merkuri (Hg) pada krim pemutih wajah yang beredar di pasar inpres kota palu
- Metode  
penelitian
- Desain : Eksperimental
- Populasi : Sampel penelitian yang diambil adalah krim pemutih  
dan sampel wajah tidak terdaftar yang beredar di pasar inpres kota palu
- Instrumen : Alat yang digunakan Spektrofotometri Serapan Atom AA-6200 dengan alat tambahan MVU-1A (*Mercury Vaporizer Unit*), neraca analitik, gelas kimia, erlenmeyer, labu ukur, pipet, pipet volume, batang pengaduk, corong, corong pisah, tabung reaksi, sendok tanduk dan kertas *whatman no. 40*.
- Metode : 1. Preparasi sampel  
analisis Ditimbang dengan teliti sebanyak 4,00000 g sampel. Dilarutkan dengan petroleum eter hingga 25 ml, lalu kocok hingga homogen, tambahkan

dengan HNO<sub>3</sub>N 30 ml kocok kembali, didiamkan hingga terbentuk 2 lapisan. Kemudian diambil lapisan bawah dan disaring menggunakan kertas *whatman No. 40*, lalu ditambahkan dengan HNO<sub>3</sub> 5N sampai volume 100 ml, dikocok dan dipindahkan dalam wadah botol kaca (larutan sampel).

## 2. Pembuatan blanko HNO<sub>3</sub> 5N

### a. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 1000 ml

Diukur dengan seksama 348,67 ml ke labu ukur 1000 ml yang telah diisi dengan 500 ml akuades di dalam lemari asam, dinginkan. Ditambahkan akuades sampai batas tanda, kocok hingga homogen.

### b. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 500 ml

Diukur dengan saksama 500 ml, di ukur 348,67 ml ke labu ukur 500 ml yang telah diisi dengan 100 ml akuades di dalam lemari asam, dinginkan. Ditambahkan akuades sampai batas tanda, kocok hingga homogen.

## 3. Pembuatan larutan merkuri (Hg)

### a. Larutan induk merkuri (Hg) 1000 ppm (mg/L)

Larutan induk Hg 1000 ppm, di pipet 10 ml ke

labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan akuades hingga batas tanda.

- b. Pembuatan larutan baku merkuri (Hg) 100 ppm (mg/L)

Larutan induk 1000 ppm diatas, di pipet 10 ml ke labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan akuades hingga batas tanda.

- c. Pembuatan larutan baku merkuri (Hg) 10 ppm (mg/L)

Larutan baku 100 ppm diatas, dipipet 10 ml ke labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan akuades hingga batas tanda.

4. Pembuatan kurva kalibrasi

Sebanyak 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml masing-masing diencerkan pada labu ukur 100 ml dengan akuades hingga batas tanda sehingga konsentrasinya adalah 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm.

5. Pembuatan larutan ( $\text{SnCl}_2$ ) 10%

$\text{SnCl}_2$  ditimbang sebanyak 20 g, kemudian dilarutkan dalam 40 mL HCl pekat dan ditambahkan akuades sampai batas tanda pada labu ukur 200 ml

#### 6. Pembuatan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 N

Di ukur sebanyak 274,57 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat kemudian diencerkan dengan aquadest dalam labu ukur 1000 ml sampai batas tanda.

#### 7. Analisis data

Dari hasil pengukuran serapan

larutan baku dengan panjang gelombang 253,7 nm, dibuat grafik antara absorbansi dan konsentrasi pada spektrofotometri serapan atom.

Dimana nilai absorban pada sumbu “y” dan nilai konsentrasi pada sumbu “x”, kemudian dihubungkan dengan masing-masing titik tersebut sehingga diperoleh persamaan garis lurus :

$$Y = a + bx$$

Dimana :

*a* = tetapan regresi dan juga disebut dengan intersep

*b* = koefisien regresi (*slope* =kemiringan)

Hasil penelitian : Hasil secara uji kualitatif dengan menggunakan pereaksi KI, sampel positif mengandung merkuri dengan munculnya endapan merah, kemudian hasil uji secara kuantitatif merkuri (Hg) dimulai dengan cara pengukuran sampel, larutan baku dan blanko.



Larutan baku digunakan sebagai larutan pembanding merkuri (Hg) yang telah diketahui konsentrasinya. Kemudian didapatkan hasil pengukuran serapan larutan baku dan dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan baku dengan serapan, sehingga didapatkan persamaan regresi linier  $Y = 0,00914 + 0,002799x$  dengan nilai koefisien korelasinya ( $r$ ) yaitu 0,9996. Koefisien korelasi ini menunjukkan hasil yang linier, karena memenuhi kriteria penerimaan yaitu  $0,99 \leq r < 1$ , sehingga penggunaan metode tersebut dapat digunakan untuk analisis merkuri (Hg) dengan hasil yang baik.

Dari hasil analisis yang diperoleh, diketahui bahwa kesepuluh sampel yang diuji semuanya positif mengandung logam merkuri (Hg) dengan rata-rata kadar sampel A = 67,27 ppm, B = 5349,47 ppm, C = 137,49 ppm, D = 159,25 ppm, E = 90,22 ppm, F = 33,61 ppm, G = 31,87 ppm, H = 32,36 ppm, I = 3,63 ppm dan J = 3,52 ppm. Sehingga sediaan tersebut tidak aman digunakan pada kulit karena dapat mengakibatkan kerusakan pada area tubuh khususnya diwajah atau jika terlalu lama terpapar pada tubuh dapat mengakibatkan kerusakan pada sel

atau menyebabkan kanker.

Kesimpulan : Kesepuluh sampel yang diuji semuanya positif  
dan saran mengandung logam merkuri.

c. Artikel ketiga

Judul artikel : Analisis Kandungan Merkuri (Hg) Pada Beberapa  
Krim Pemutih Wajah Tanpa Ijin BPOM Yang  
Beredar Di Pasar 45 Manado

Nama jurnal : Jurnal ilmiah farmasi

Penerbit : *Pharmacon*

Volume dan : Volume 7

halaman

Tahun terbit : 2018

Penulis : Ribka K Mona, Julius Pontoh, Paulina V.Y.Yamlean

artikel

Isi Artikel

Tujuan : Mengidentifikasi dan mengukur kadar kandungan  
penelitian merkuri dalam sediaan pemutih wajah yang tidak  
memiliki ijin BPOM yang beredar di pasar 45  
manado

Metode

penelitian

Desain : Eksperimental

Populasi dan sampel : Sampel yang tidak memiliki ijin BPOM yang beredar di pasar 45 manado.

Instrumen : Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini Spektrofotometri Serapan Atom, timbangan analitik, gelas kimia, labu erlenmeyer, labu ukur, pipet volume, batang pengaduk, corong, waterbath dan kertas saring.

Metode : 1. Analisa kualitatif

analisis a. 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

b. Pembuatan larutan uji

Ditimbang dengan teliti sebanyak 2 g sampel. Ditambahkan air sebanyak 25 ml, setelah itu ditambahkan dengan campuran 10 ml larutan asam klorida dan asam nitrat, lalu diuapkan sampai hampir kering. Pada sisa penguapan ditambahkan akuades sebanyak 10 ml. Lalu dipanaskan sebentar, didinginkan dan disaring.

c. Pembuatan larutan kalium iodida 0,5 N

Kalium iodida diambil sebanyak 2 gram,

kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml dan ditambahkan aquadest sampai tanda 25 ml, serta dikocok hingga homogen.

d. Pengujian sampel dengan reaksi warna

Sejumlah 1 ml larutan uji ditambahkan 1-2 tetes larutan KI 0,5 N, lalu diperhatikan dengan saksama. Hasil menunjukkan positif jika terjadi endapan merah orange.

2. Analisa kuantitatif

a. Pembuatan larutan induk / baku merkuri (Hg)

1. Pembuatan larutan baku merkuri (Hg) 100 ppm, larutan induk Hg 1000 ppm, dipipet 10 ml ke labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan akuades hingga batas tanda.
2. Pembuatan larutan baku merkuri (Hg) 10 ppm, larutan baku 100 ppm diatas, dipipet 10 ml ke labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan akuades hingga batas tanda.
3. Pembuatan larutan baku merkuri (Hg) 1 ppm, Larutan baku 10 ppm diatas, dipipet 10 ml ke labu ukur 100 ml. Ditambahkan dengan akuades hingga batas tanda.

### 3. Pembuatan kurva kalibrasi merkuri

Dipipet 1 ml, 2 ml dan 3 ml diencerkan pada labu 100 ml sehingga konsentrasinya adalah 0.01 ppm, 0.02 ppm dan 0.03 ppm. Setelah itu diukur dengan Spektrofotometri Serapan Atom kemudian baca absorbansi dengan panjang gelombang 253,65 nm.

### 4. Preparasi sampel dan prosedur pengukuran

- a. Ditimbang 2 gram sampel dalam bentuk padatan, kemudian dilarutkan dengan
- b. asam nitrat pekat sebanyak 5-10 ml dalam erlenmeyer, ditambahkan volume larutan menjadi 100 ml dengan akuades. Setelah semua logam larut, dimasukkan larutan tersebut ke dalam labu takar isi 100 ml.
- c. Dari larutan tersebut, dipipet sebanyak 10 ml dan dimasukkan ke dalam labu takar yang lain. Lalu ditambahkan volumenya hingga 100 ml dengan larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 N.
- d. Dipipet larutan sebanyak 0,1 ml dan dimasukkan ke dalam masing-masing labu takar yang sudah dinomori terlebih dahulu dan ditambahkan ke dalamnya larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 N

- hingga volume masing-masing 100 ml. Lalu ditambahkan larutan HCl sampai menghasilkan pH 2-3.
- e. Nyalakan instrumen pengukur Spektrofotometri Serapan Atom dan selanjutnya atur panjang gelombang resonansi merkuri, yaitu 253,65 nm.
  - f. Dituang sejumlah larutan sampel yang telah diberi perlakuan di dalam wadah reaksi
  - g. Dimasukkan larutan sampel ke dalam wadah (tungku) alat Spektrofotometri Serapan Atom Uap, lalu letakkan pipa di atas wadah yang telah berisi sampel.
  - h. Dicatat hasil pengukuran larutan sampel tersebut, dan dihitung pengukuran.

Hasil penelitian : Hasil yang diperoleh dari uji kualitatif dengan menggunakan pereaksi KI, satu sampel positif yang terbukti mengandung merkuri (Hg) yang mana terdapat endapan orange, kemudian hasil uji kuantitatif yang mana tahap pertama yang dilakukan mengukur larutan standart merkuri untuk mendapatkan kurva kalibrasinya. Larutan standar merkuri dibuat dengan konsentrasi 0,01 ppm. 0,02

ppm, 0,03 ppm kemudian diukur serapannya menggunakan spektrofotometri serapan atom yang menghasilkan persamaan regresi linier  $Y = 0,9747x + 0,0006$  dengan koefisien kolerasi ( $r$ ) = 0,9966. Persamaan regresi kurva yang ditunjukkan dengan nilai koefisien kolerasi ( $r$ ) dari persamaan regresi kurva mendekati nilai 1 menandakan metode ini cukup akurat dalam penentuan Hg dalam suatu larutan. Koefisien korelasi ini menunjukkan hasil yang linier, sehingga penggunaan metode tersebut dapat digunakan untuk analisis merkuri dengan hasil yang baik. Tahap selanjutnya sampel dipreparasi dan diukur kadar merkuri menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Hasil yang diperoleh ada tiga sampel yang terdapat merkuri yaitu sampel B, C dan G dengan rata-rata kadar yang diperoleh dari sampel B 0,1299 ppm, dan sampel C 0,1822 ppm dan sampel G 0,0566 ppm. Dari hasil yang di peroleh adanya logam merkuri yang terkandung dalam sampel menandakan krim pemutih ini tidak aman. Dari hasil dua kali perlakuan didapatkan kadar merkuri yang berbeda-beda pada ketiga sampel krim yang beredar dipasaran. Untuk

itu perlu mengetahui penggunaan merkuri dalam krim wajah sangat tidak dibenarkan, karena dapat mengakibatkan kerusakan pada area tubuh khususnya di wajah atau jika terlalu lama terpapar pada tubuh dapat mengakibatkan kerusakan pada sel atau menyebabkan kanker.

**Kesimpulan dan saran :** Dari tujuh sampel yang dianalisis kualitatif dengan menggunakan Kalium Iodida 0,5 N hanya sampel B yang terbentuk endapan orange dan tujuh sampel lainnya tidak oleh sebab itu hasilnya belum akurat dan dilakukan analisis kuantitatif menggunakan spektrofotometri serapan atom ada tiga sampel B, C dan G yang mengandung merkuri.

Kadar merkuri yang terkandung dalam ketiga sampel yaitu sampel B 0,1299 ppm, dan sampel C 0,1822 ppm dan sampel G 0,0566 ppm. Adapun saran dari jurnal ini yaitu disarankan bagi konsumen alangkah baiknya lebih berhati-hati dalam memilih produk kosmetika khususnya krim pemutih wajah. Karena dapat mengakibatkan efek samping yang berbahaya bagi kesehatan, untuk pihak berwajib agar dilakukan pemeriksaan secara berkala untuk krim pemutih wajah yang telah beredar dipasaran agar tetap terjaga



keamanannya dan sampel tersebut bisa di lanjutkan dengan menganalisis kandungan hidrokuinon untuk krim pemutih wajah.

d. Artikel keempat

Judul artikel : Analisis Merkuri Pada Merk Krim Pemutih Wajah  
Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Nama jurnal : Jurnal katalisator

Penerbit : Ristekdikti

Volume dan : Volume 4 & halaman 103-110

halaman

Tahun terbit : 2019

Penulis : Rahma Yulia, Annisa Putri, Dan Linda Hevira

artikel

Isi Artikel

Tujuan : Mengidentifikasi dan mengukur kadar merkuri  
penelitian dalam beberapa merk krim pemutih wajah yang di  
jual di pasaran kota bukit tinggi

Metode

penelitian

Desain : Eksperimental

Populasi : 5 sampel krim pemutih wajah yang di beli di pasaran  
dan sampel kota bukit tinggi

Instrumen : Alat yang digunakan yaitu Spektrofotometri Serapan Atom lemari asam, timbangan analitik, *hot plate*, labu ukur, *beaker glass*, tabung reaksi, corong kaca, pipet volume, batang pengaduk dan kertas saring whatman 42.

Metode : 1. Pembuatan larutan aqua regia  
Sebanyak 75 ml HCl 36% p.a dan 25 ml HNO<sub>3</sub> 70% p.a (perbandingan 3:1) dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian dikocok hingga homogen.

2. 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.

3. 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

4. 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.

5. 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.

#### 6. 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.

#### 7. Validasi Metode

##### a. Uji lineralitas

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

$$y = a + bx$$

b. 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 RSD:

c. 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.

$$\text{LOD} = \frac{3.SD}{b}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10.SD}{b}$$

Hasil penelitian : Hasil uji secara kualitatif dengan menggunakan pereaksi KI dan NaOH masing-masing sampel mengalami perbuahan warna yang jelas yaitu kuning dan merah orange namun endapan yang terbentuk pada masing-masing sampel tidak begitu banyak terlihat hanya satu sampel yang terlihat jelas endapannya, kemudian uji kuantitatif dibuat terlebih dahulu larutan baku standar merkuri dalam 6

konsentrasi berbeda yaitu 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 ppb, lalu diukur dengan alat *Atomic Absorption Spectrophotometer*

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.

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.

Kemudian selanjutnya dilakukan uji dengan spektrofotometri serapan atom. Hasil analisis menunjukkan bahwa kelima sampel krim pemutih wajah yang diteliti mengandung merkuri setelah dilakukan uji 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.

**Kesimpulan dan saran** : Hasil analisis menunjukkan bahwa kelima sampel krim pemutih wajah 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.

e. Artikel kelima

Judul artikel : *Mercury Levels In Locally Manufactured Mexican Skin Lightening Creams*

Nama jurnal : *International journal of enviromental research and public health*

Penerbit : *Open access*

Volume dan : Volume 8 & halaman 2516-2523

halaman

Tahun terbit : 2011

Penulis : Claudia P Peregrino, Myrian V Moreno, Silvia V  
artikel Miranda, Alma D Rubio Dan Luz O Leal

Isi Artikel

Tujuan : Menganalisis kandungan merkuri pada beberapa  
penelitian krim pemutih wajah menggunakan spektrofotometri  
serapan atom

Metode

penelitian

Desain : Eksperimental



- Populasi dan sampel : 16 sampel yang di jual di pasar lokal Meksiko
- Instrumen : Alat yang digunakan *microwave*, *cold vapor generator*, dan spektrofotometri serapan atom.
- Metode analisis : 1. Preparasi sampel
- Sampel krim pemutih sebanyak 16 yang dibeli di apotik dan toko alat kecantikan
2. Pengujian sampel
- Karena tidak adanya bahan yang bersertifikat untuk melakukan analisis krim wajah. Maka untuk akurasi ditentukan dengan mengukur dua krim (*milagro whitening cream* (RM1) dan *arambula bleaching cream* (RM2)) sebagai bahan referensi, dimana dua krim ini sudah di analisis di laboratorium dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom dan spektrofotometri emisi optik plasma (ICP-OES), yang mana konsentrasi yang diperoleh untuk RM1 yaitu  $35.267 \pm 787$  ppm (n=14) dengan standar deviasi relatif 2,2% sedangkan konsentrasi yang diperoleh untuk RM2 yaitu  $12.342 \pm 435$  ppm (n=14) dengan standar deviasi relatif 3,5% kemudian dilakukan pengukuran

sebagai berikut : 0,25 gram sampel ditimbang dan ditambahkan 8 ml HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> campuran dimasukan ke microwave dalam 2 siklus (35 menit, 600 W, 200°C dan 10 menit, 600 W, 100°C), setelah itu lakukan pendinginan, sampel diencerkan dengan air murni, selanjutnya baca dan ukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom.

Hasil : Penentuan kurva kalibrasi dilakukan dengan 3 kali penelitian preparasi, rentang kurva kalibrasi yang digunakan 80-150 ppm diperoleh garis dari kurva kalibrasi dengan persamaan  $Abs = 0,0265 + 0,002 C_{Hg}$  ppm dan koefisien korelasi 0,9998. Standar relatif deviasi (RSD) dihitung setelah dilakukan 10 kali pengukuran dengan menggunakan 100 ppm Hg diperoleh 0,94% pada spektrofotometri serapan atom ini digunakan untuk konsentrasi rendah. Kisaran kurva kalibrasi linier sekitar 0,01-0,04 ppm, persamaannya  $Abs = 0,0293 + 0,0041 C_{Hg}$  ppm dengan koefisien korelasi sebesar 0,9984. Kemudian dilakukan lagi dengan 10 kali pengukuran diperoleh standar relatif deviasi (RTD) dengan menggunakan 0,02 ppm diperoleh konsentrasi sebesar 2,8%,

diperolehlah batas deteksi sampel sebesar 0,005 ppm. Ini telah dihitung dari 3 kali standar deviasi dari 8 pengukuran yang sinyalnya tidak bisa dideteksi dan diperoleh kemiringan kurva kalibrasi ( $3\sigma / S$ ).

Keakuratan teknik ini sebelumnya dilakukan dengan menganalisis dua krim pemutih sebagai bahan referensi karena tidak tersedianya bahan bersertifikat untuk analisis krim wajah, krim pemutih ini yaitu "*milagro whitening cream*" dan "*arambula bleaching cream*" yang kandungan rata-rata merkurnya sudah dianalisis oleh laboratorium lain menggunakan spektrofotometri serapan atom dan spektrofotometri emisi optik plasma, dan diperoleh hasil yang dilaporkan rata-rata konsentrasi merkuri dari *milagro whitening cream* adalah  $35,267 \pm 787$  ppm dengan standar deviasi relatif 2,2% sedangkan untuk kandungan merkuri rata-rata dari *arambula bleaching* adalah  $12,342 \pm 435$  ppm dengan standar deviasi relatif 3,5%, sampel ini dilakukan 3 kali pengulangan analisis dan nilai yang diperoleh untuk penentuan kadar merkuri adalah  $35,824 \pm 1,639$  untuk *milagro whitening cream* dan  $12,035 \pm 824$  untuk

*arambula whitening* dengan presentasi masing-masing sebesar 102% dan 98%.

Hasil yang diperoleh dari sepuluh sampel yang dianalisis kurang dari batas metode yang digunakan CV-AAS (0,005 ppm), namun kandungan merkuri dari enam krim pemutih wajah diperoleh hasil yang bervariasi dari 800 sampai 36.000 ppm, nilai-nilai ini sangat tinggi dan sangat mewakili bahaya kesehatan yang serius nantinya. Dimana produksi krim pemutih di Meksiko masih saja dilakukan kecuali untuk "*drula whitening cream*" yang dibuat di Jerman. Konsentrasi kadar merkuri diperoleh pada krim "*milagro*" dan "X". Meksiko sendiri sudah membuat peraturan mengenai penggunaan merkuri namun masih banyak yang melanggar, disisi lain tidak adanya laporan resmi mengenai keracunan merkuri yang disebabkan oleh penggunaan krim pemutih, namun gejala keracunan merkuri ini mungkin keliru dan didiagnosis sebagai penyakit lain. Kemudian peneliti mengharapkan dilakukan penelitian dan pengawasan yang lebih ketat lagi mengenai penggunaan merkuri karena akan menyebabkan dampak keracunan bagi konsumen.

Kesimpulan : Krim kulit pemutih yang mengandung merkuri jelas  
dan saran masih di perjual belikan di pasar lokal meksiko hal  
ini sangat jelas akan membahayakan kesehatan  
konsumen