



Studi Penentuan Hg (II) Dengan Menggunakan Reagen 1-(2-pyridilazo)-2-naphtol (PAN) pada Lab Dalam Kepingan (LDK) Untuk Sampel Kosmetik

SKRIPSI

Diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Sarjana Farmasi (S1) dan Memperoleh gelar Sarjana Farmasi

Oleh :

AGUNG BUDI WICAKSONO

NIM 072210101090

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

2011



Studi Penentuan Hg (II) Dengan Menggunakan Reagen 1-(2-pyridilazo)-2-naphtol (PAN) pada Lab Dalam Kepingan (LDK) Untuk Sampel Kosmetik

SKRIPSI

Diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Sarjana Farmasi (S1) dan Memperoleh gelar Sarjana Farmasi

Oleh :

AGUNG BUDI WICAKSONO

NIM 072210101090

PERSEMBAHAN

Allah SWT terima kasih atas rahmat dan ridho-Nya sehingga dapat terselesaikan karya tulis ini.

Bapak dan Ibuku tercinta terima kasih atas semua dukungan yang telah diberikan baik berupa materiil maupun spritual.

Kedua adikku tercinta yaitu adek Dewi dan adek Robi terimakasih banyak atas semua dukungan dan doa yang telah diberikan.

Sahabat dan teman-teman yang selalu memberikan semangat kepada saya.

Guru dan dosenku atas semua ilmu yang telah diberikan.

Seluruh alamameter Fakultas Farmasi UNEJ.

MOTTO

Lihatlah peluang yang ada walaupun sekecil mungkin. Cobalah dengan segala cara dan kemampuan akan muncul jika usaha kita sangat maksimal.

(Mukesh Ambani)

Hai orang-orang yang beriman jadikanlah sabar dan shalat sebagai penolongmu, sesungguhnya Allah SWT beserta orang-orang yang sabar

(QS. Al-Baqarah : 153)

Tugas kita bukanlah untuk berhasil. Tugas kita adalah untuk mencoba, karena di dalam mencoba itulah kita menemukan dan belajar membangun kesempatan untuk berhasil.

(Mario Teguh)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Agung Budi Wicaksono

NIM : 072210101090

menyatakan dengan seungguhnya bahwa skripsi yang berjudul : *Studi Penentuan Merkuri (II) dengan Reagen 1 - Pyridilazo – 2 – Naphtol (PAN) pada Lab Dalam Kepingan (LDK) untuk sampel kosmetik* adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan subtansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada instansi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 07 Oktober 2011

Yang menyatakan,

Agung Budi Wicaksono

NIM : 072210101090

SKRIPSI

**STUDI PENENTUAN MERKURI (II) DENGAN REAGEN
1 – PYRIDILAZO – 2 – NAPHTOL (PAN) PADA LAB DALAM
KEPINGAN (LDK) UNTUK SAMPEL KOSMETIK**

Oleh

Agung Budi Wicaksono

NIM 072210101090

Pembimbing :

Dosen Pembimbing Utama : Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D

Dosen Pembimbing Anggota : Nia Kristiningrum, S.Farm., Apt

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul *Studi Penentuan Merkuri (II) dengan Reagen I - Pyridilazo – 2 – Naphtol (PAN) pada Lab Dalam Kepingan (LDK)* telah diuji dan disahkan oleh Program Studi Farmasi Universitas Jember pada :

Hari : Senin

Tanggal : 31 Oktober 2011

Tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua,

Sekretaris,

Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D

Nia Kristiningrum, S.Farm., Apt.

NIP 196902011994031002

NIP 19820406200642001

Anggota I,

Anggota II,

Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt.

Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm

NIP 197806092005012004

NIP 197604142002122001

Mengesahkan,

Dekan,

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D

Studi Penentuan Merkuri (II) dengan Reagen 1 – Pyridilazo -2- Naphtol (PAN) pada Lab dalam Kepingan (LDK)

Agung Budi Wicaksono

Fakultas Farmasi Universitas Jember

ABSTRAK

Merkuri merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya, yang sekarang banyak digunakan pada krim pemutih kulit. Penggunaan LDK diharapkan mampu mengukur kadar merkuri dalam sampel krim pemutih kulit. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimal operasional LDK, menentukan karakteristik LDK dan menentukan apakah LDK dapat diaplikasikan pada sampel pemutih kulit. Pengukuran kadar merkuri ini menggunakan reagen baru dan belum ada penelitian sebelumnya, yaitu *Reagen 1 – Pyridilazo -2- Naphtol (PAN)*. Prosedur penelitian adalah dengan mengalirkan sampel yang telah dipreparasi, pada LDK yang di dalamnya telah terdapat membran PAN disertai dengan dapar pH 7 dan diukur pada panjang gelombang optimum 521,5 nm. Adapun karakteristik linieritas pada cara statis nilai R^2 0,9724 sedangkan nilai R^2 cara dinamis 0,9728, batas deteksi 1,1428 ppm, daerah kerja 3,8095 ppm, dengan sensitivitas senilai 0,3157 intensitas/ppm, tidak selektif terhadap penambahan logam-logam berat lain, seperti Zn (II), Cd (II), Pb (II), Cu (II), Ni (II), Co (II), dan Hg (I), dengan nilai RSD < 2 %. Presisi untuk Repeatibilitas “Spesial UV Whitening” SD 0,0093 RSD 0,502 % dan “Natural 99” memiliki nilai SD 0,0142 RSD 0,2991 %. Batas deteksi (LOD) 0,1249 ppm dan batas kuantitas (LOQ) 0,4161 ppm. Sampel yang digunakan adalah krim pemutih kulit “Spesial UV Whitening” dan “Natural 99”. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa kedua sampel pemutih tersebut mengandung merkuri sebesar 4,893 % dan 4,8914 %.

Kata Kunci : LDK, merkuri, krim pemutih kulit, PAN

RINGKASAN

Studi Penentuan Merkuri (II) dengan Reagen *1 – Pyridilazo -2- Naphtol* (PAN) pada Lab dalam Kepingan (LDK); Agung Budi Wicaksono, 072210101099; 2011; 53 halaman ; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Merkuri merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya yang diketahui dapat terakumulasi pada tubuh orang dewasa dan anak-anak yang terpejan dalam waktu yang lama. Dewasa ini, banyak industri farmasi yang menggunakan merkuri sebagai salah satu bahan dalam produk-produk pemutih kulit. Mekanisme umum dari merkuri pada pemutih kulit adalah dengan menghancurkan epidemis yang merupakan lapisan kulit teratas dan menghambat produksi melanin oleh enzim tirtosinase. Gejala-gejala yang timbul akibat pemakaian krim kulit yang mengandung logam merkuri adalah gangguan sistem saraf seperti tremor, insomnia, kepikunan, gangguan penglihatan, gerakan tangan abnormal (ataxia), gangguan emosi, gatal, merah di kulit. Pada pemakaian dosis tinggi menyebabkan muntah-muntah, diare, kerusakan ginjal bahkan menyebabkan kanker karena termasuk zat karsinogenik.

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah dengan mengukur intensitas perubahan warna dari pereaksian reagen *1 – Pyridilazo -2- Naphtol* (PAN) dengan merkuri (II) dengan menggunakan fiber optic dalam sistem lab. dalam kepingan (LDK). Adapun kelebihan dari metode ini adalah integrasi dari semua proses dalam suatu *device*, seperti pensamplingan, *pre-treatment* sampel, separasi, reaksi kimia, deteksi analit, dan analisis data dapat dilakukan dalam suatu mikro devais analisis. Selain itu, dalam metode itu hanya diperlukan bahaan yang sangat sedikit sehingga lebih ekonomis. Reagen PAN ini akan memberikan perubahan warna pada larutan jika bereaksi dengan merkuri.

Penelitian ini diawali dengan penentuan kondisi optimum reagen yang berupa panjang gelombang maksimum dan pH optimum. Reagen yang berupa larutan kompleks memberikan sinyal yang paling besar pada panjang gelombang 521,5 nm dalam buffer asetat pH 7.

Parameter metode analisis yang diamati adalah daerah linier, keterulangan (repeatibilitas), akurasi, sensitivitas, selektivitas, batas deteksi dan batas kuantitasi. Metode ini memberikan hasil linier koefisien korelasi R^2 0,9728. Parameter keterulangan terpenuhi, yakni RSD mendekati 1. Batas deteksi (LOD) 0,1249 ppm dan batas kuantitasi (LOQ) 0,4161 ppm. Metode ini memberikan sensitivitas sebesar 0,3157 ppm, dan reagen PAN dianggap tidak selektif terhadap Hg (II) karena dalam pengukurannya, reagen PAN terganggu dengan adanya penambahan ion-ion logam berat lain seperti Zn (II), Cd (II), Pb (II), Cu (II), Ni (II), Co (II), Hg (I). Dalam penetapan kadar digunakan dua sampel krim pemutih kulit "Spesial UV Whitening" dan "Natural 99". Dari hasil pengukuran, didapatkan bahwa dalam sampel pemutih kulit "Spesial UV Whitening" mengandung merkuri sebesar 4,893 % sedangkan dalam krim pemutih kulit "Natural 99" mengandung merkuri sebesar 4,8914 %. Presisi untuk Repeatibilitas "Spesial UV Whitening" SD 0,0093 RSD 0,502 % dan "Natural 99" memiliki nilai SD 0,0142 RSD 0,2991 %. Keterulangan (repeatibilitas) ditunjukkan dengan nilai RSD kurang dari 2%. Daerah linier untuk larutan kompleks antara merkuri (II) dan PAN diukur dengan dua cara yaitu cara statis dan dinamis, namun hanya pengukuran dinamis yang memenuhi persyaratan yang ditetapkan, dengan $y = 0,3157x + 16,036$ dan $r = 0,9728$ dengan cara dinamis.

PRAKATA

Puja dan puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "*Studi Penentuan Merkuri (II) dengan Reagen 1 – Pyridilazo -2- Naphtol (PAN) pada Lab dalam Kepingan (LDK)*". Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Dalam penyusunan skripsi ini, peneliti mendapatkan bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak yang berhubungan dengan kegiatan yang dilaksanakan. Melalui kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada yang terhormat :

1. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph. D selaku Dekan Fakultas Farmasi dan Nuri, S.Si., Apt. selaku dosen pembimbing akademik yang telah membimbing selama menjadi mahasiswa;
2. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph. D selaku Dekan Fakultas Farmasi dan Nia Kristiningrum, S.Farm, Apt selaku dosen pembimbing anggota yang dengan penuh kesabaran meluangkan waktu memberikan pengarahan, bimbingan, dan saran dalam penulisan skripsi ini;
3. Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt. dan Lesty Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm sebagai dosen penguji yang banyak memberikan kritik, saran, dan masukan yang membangun dalam penulisan skripsi ini;
4. Bapak, ibuku dan kedua adikku yaitu Dewi dan Robi atas dukungan, kasih sayang, semangat serta doa yang terus mengalir serta segala pengorbanan selama ini;
5. Segenap dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember yang telah memberikan ilmu pengetahuannya;
6. Mbak Wayan selaku teknisi Laboratorium Kimia Farmasi atas bantuan dan pinjaman alat-alat untuk penelitian;

7. Teman-teman dan sahabat saya yang telah memberikan semangat dan mendukung saya;
8. Belahan hati saya Sukma yang telah memberikan semua semangatnya;
9. Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari pembaca. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Jember, 7 Oktober 2011

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	
i	
HALAMAN PERSEMBAHAN	
ii	
HALAMAN MOTTO	
iii	
HALAMAN PERNYATAAN	
iv	
HALAMAN PEMBIMBINGAN SKRIPSI	
v	
HALAMAN PENGESAHAN	
vi	
ABSTRAK	
vii	
RINGKASAN	
viii	
PRAKATA	
x	
DAFTAR ISI	
xii	

DAFTAR GAMBAR.....	
xvii	
DAFTAR TABEL	xx
DAFTAR LAMPIRAN	
xxi	
DAFTAR SINGKATAN	
xxii	
BAB 1. PENDAHULUAN	
1	
1.1 Latar Belakang	
.....	1
1.2 Rumusan Masalah	
.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	
.....	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	
.....	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
4	
2.1 Tinjauan tentang Merkuri (Hg²⁺)	
.....	4
2.1.1 Organoleptis	
.....	4

2.1.2 Penggolongan	4
2.1.3 Fungsi Merkuri	4
2.1.4 Toksisitas	4
2.2 Tinjauan tentang Reagen	5
2.3 Tinjauan Sensor Kimia	6
2.3.1 Definisi Sensor Kimia	6
2.3.2 Mekanisme Sensor Kimia	7
2.3.3 Aplikasi	8
2.4 Tinjauan tentang Immobilisasi Reagen	9
2.4.1 Adsorpsi	11
2.4.2 Enkapsulasi	12

2.4.3 Entrapment	13
2.4.4 Cross-linking	13
2.4.5 Ikatan Kovalen	14
2.5 <i>Fiber Optic Chemical Sensor (FOCS)</i>	15
2.6 Tinjauan tentang Membran Polimer PVC	16
2.7 Tinjauan tentang LDK (Lab Dalam Kepingan).....	17
2.7.1 Aliran Elektroosmotik (Electroosmotic-Driven Flow)	19
2.7.2 Pemidahan Cairan	20
2.7.3 Pencampuran	20
2.8 Tinjauan tentang Karakteristik Sensor Kimia	20
2.8.1 Daerah Linier (Linieritas)	20

2.8.2 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi (LOD-LOQ)	21
2.8.3 Keseksamaan (Presisi)	21
2.8.4 Sensitivitas	22
2.8.5 Selektivitas	22

BAB 3. METODE PENELITIAN

23

3.1 Jenis Penelitian	23
3.2 Tempat dan Waktu Penelitian	23
3.3 Rancangan Penelitian	23
3.3.1 Rancangan Operasional	23
3.3.2 Diagram Alur Penelitian	24
3.4 Bahan dan Alat	25

3.4.1 Bahan	25
3.4.2 Alat	25
3.5 Prosedur Penelitian	25
3.5.1 Persiapan Penelitian	25
3.5.2 Perangkaian Lab Dalam Kepingan (LDK) pada instrumen lain.....	26
3.5.3 Immobilisasi Reagen PAN	27
3.5.4 Optimasi Lab Dalam Kepingan (LDK).....	27
3.5.5 Pengukuran Respon Lab Dalam Kepingan (LDK) dalam Sampel	28
3.5.6 Karakteristik Analisa Lab Dalam Kepingan (LDK).....	28
3.6 Aplikasi Lab Dalam Kepingan (LDK) pada Sampel Kosmetika	30

3.7 Aplikasi pada Alat.....	31
.....	
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	32
32	
4.1 Respon terhadap Larutan Merkuri (II)	32
.....	
4.1.1 Respon Membran PAN terhadap Merkuri (II)	32
.....	
4.2 Waktu Pakai Membran PAN	32
.....	
4.3 Penentuan Laju Alir	33
.....	
4.4 Kondisi Optimum.....	33
.....	
4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang	33
.....	
4.1.1 pH Optimum	34
.....	
4.5 Karkteristik Analisis	36
.....	
4.5.1 Penentuan Daerah Linier	36
.....	

4.5.2 Penentuan Presisi	40
4.5.3 Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi (LOD dan LOQ)	42
4.5.4 Penentuan Sensitivitas.....	42
4.5.5 Penentuan Selektivitas	42
4.6 Aplikasi pada Sampel	45
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	47
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Halaman

2.1.1	Rumus Bangun PAN dan Struktur Azo	5
2.1.2	Reaksi Warna Mengikuti pH	5
2.2	Mekanisme Reaksi Antara PAN dengan Senyawa Hg ²⁺	6
2.3	Skema Sensor Kimia	7
2.4	Mekanisme Sensor Kimia	8
2.5	Gel Entrapment, adsorpsi, interaksi eletrostatik, dan ikatan kovalen	10
2.6	Immobilisasi Reagen (R) dengan Metode Adsorpsi	12
2.7	Immobilisasi Reagen dengan Metode Enkapsulasi	13
2.8	Immobilisasi Reagen (R) dengan Metode Entrapment	13
2.9.1	Immobilisasi Reagen (R) dengan Metode <i>Cross-linking</i>	14

2.9.2	Mekanisme Immobilisasi Reagen (R) dengan Metode <i>Cross-linking</i>	14
2.10	Immobilisasi Reagen (R) dengan Metode Ikatan Kovalen	15
2.11	Skema Alat Percobaan untuk FOCS	16
2.12	PVC dan Mekanisme Absorbansi	17
2.13.1	LDK	17
2.13.2	Mekanisme LDK	19
3.1	Diagram Alur Penelitian Uji Selektivitas PAN terhadap Hg (II) pada Lab Dalam Kepingan	24
3.2	Rangkaian Peralatan LAB	26
4.1	Respon Larutan PAN terhadap Merkuri (II).....	32
4.2	Perubahan Membran PAN Sebelum (kiri) dan Sesudah Penggunaan (kanan) dengan Perbesaran Dua Kali	

	dari Gambar Sebenarnya	33
4.3	Kurva Reaksi PAN pada Pengukuran Merkuri (II)	34
4.4	Kurva Intensitas PAN pada Pengukuran Merkuri (II) dengan pH Berbeda	35
4.5	Pengaruh pH terhadap Intensitas PAN pada Pengukuran Merkuri (II)	35
4.6	Kurva Intensitas Hg (II) pada Beberapa Konsentrasi dengan Cara Pengukuran Statis	37
4.7	Kurva Kalibrasi Pengukuran Hg (II) pada LDK Secara Statis	38
4.8	Kurva Intensitas Hg (II) pada Beberapa Konsentrasi dengan Cara Pengukuran Dinamis	38
4.9	Kurva Kalibrasi Pengukuran Hg (II) pada LDK Secara Dinamis	39
4.10	Kurva Intensitas PAN dengan Larutan Merkuri (II)	

	pada Pengukuran Repeatibilitas UV Whitening	
	41	
4.11	Kurva Intensitas PAN dengan Larutan Merkuri (II) pada Pengukuran Repeatibilitas Sampel Natural 99	
	41	
4.12	Pengaruh Penambahan Beberapa Logam terhadap Intensitas PAN	
	43	
4.13	Intensitas Reagen PAN pada Masing-masing Logam	
	44	
4.14	Krim Pemutih Kulit Natural 99 (kiri) dan Special (kanan).....	
	46	

DAFTAR TABEL

Halaman

4.1	Cuplikan Data Penentuan Panjang Gelombang Optimum	
	34	
4.2	Hasil Pengukuran Kurva Ion Merkuri (II) dengan Reagen PAN dalam LDK dengan Pengukuran Statis	
	37	
4.3	Hasil Pengukuran Kurva Ion Merkuri (II) dengan Reagen PAN dalam LDK dengan Pengukuran Dinamis	
	39	
4.4	Data Penentuan Keterulangan (Repetibilitas)	
	41	
4.5	Pengaruh Penambahan Ion-ion Cadmium (II), Nikel (II), Tembaga (II), Timbal (II), Seng (II), Merkuri (I) terhadap Analisis Merkuri (II)	
44	
4.6	Intensitas PAN pada Masing-masing Logam Berat	
	45	
4.7	Data Penentuan Kadar.....	
	46	

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

LAMPIRAN A. Penentuan Presisi Repeatibilitas	
51	
LAMPIRAN B. Data Selektivitas	
53	
LAMPIRAN C. Data Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	
54	
LAMPIRAN D. Data Perhitungan Kadar Merkuri (II) dalam Sampel Kosmetika	
55	
LAMPIRAN E. Gambar Produk Krim Pemutih Kulit yang Lebih Jelas	
57	

DAFTAR SINGKATAN

BPOM	= Badan Pengawas Obat dan Makanan
DOS	= <i>Di Octyl Sebacate</i>
LDK	= Lab Dalam Kepingan/ <i>Lab On Chip</i>
LED	= <i>Light Emiting Diode</i>
LOD	= <i>Limit Of Detection</i>
LOQ	= <i>Limit Of Quantitation</i>
MEMS	= <i>Microelectrochemical System</i>
μ TAS	= <i>Micro Total Analysis Systems</i>
PAN	= <i>1 – Pyridilazo -2- Alpha Naphtol</i>
PCR	= <i>Proten Chain Reaction</i>
PD	= <i>Photo Diode</i>
PVC	= <i>Polyvinyl Chloride</i>
RSD	= <i>Relative Standart Deviation</i>
THF	= <i>Tetrahydrofuran</i>