

ANALISIS HIDROKUINON PADA KRIM PEMUTIH WAJAH DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Irnawati¹⁾, Muhammad Handoyo Sahumena¹⁾, Wa Ode Nur Dewi¹⁾

¹⁾Fakultas Farmasi Universitas Halu Oleo

Email : irnawati.ichang@yahoo.com

ABSTRACT

Hydroquinone is an organic compound of the phenolic compounds used in whitening cream products. The purpose of this study is to identify of hydroquinone in whitening cream and the determination of hydroquinone levels. UV-Vis spectrophotometry method were used to analyze of hydroquinone. Parameters for methods validation are linearity, limit of detection, limit of quantification, precision, accuracy and specificity. The results showed that good linearity with correlation coefficient 0.9998 at equation $y = 0,0214x + 0.2732$, limit of detection and limit of quantification are 0.471 mg/mL and 1.570 mg/mL, respectively, RSD is 0.08% as a precision parameters and good accuracy based on recovery of addition standard of 10, 25 and 50 mg/mL were 97.19%, 98.42%, and 101.4% respectively, but not specificity. The method successfully to determine of hydroquinone in 2 sample of 5 whitening cream samples are 1.966% and 1.591%.

Keywords: whitening cream, hydroquinone, spectrophotometry, methods validation

ABSTRAK

Hidrokuinon merupakan salah satu senyawa organik golongan fenol yang digunakan dalam produk krim pemutih wajah. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi hidrokuinon dalam sampel krim pemutih wajah yang ada di salon kecantikan Kota Kendari serta penetapan kadarnya. Metode analisis yang digunakan untuk analisis hidrokuinon yaitu metode spektrofotometri UV-Vis. Penelitian ini diawali dengan validasi metode analisis yang digunakan dengan parameter validasi meliputi linearitas, batas deteksi, batas kuantifikasi, presisi, akurasi dan spesifisitas. Berdasarkan hasil validasi yang dilakukan diketahui linearitas yang ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9998 dengan persamaan $y = 0,0214x + 0,2732$, batas deteksi dan batas kauntifikasi berturut-turut sebesar 0,471 µg/mL dan 1,570 µg/mL, presisi dengan parameter RSD sebesar 0,082 % serta akurasi berdasarkan parameter % *recovery* dengan standar adisi 10, 25 dan 50 µg/mL berturut-turut adalah 97,19 %, 98,42 %, dan 101,4 %, namun dari parameter spesifisitas, metode ini kurang spesifik. Hasil dari analisis sampel krim pemutih wajah yaitu dari 5 sampel yang dianalisis, 2 diantaranya teridentifikasi mengandung hidrokuinon dengan kadar 1,966% dan 1,591 %.

Kata kunci : krim pemutih wajah, hidrokuinon, spektrofotometri, validasi metode

PENDAHULUAN

Saat ini, semakin banyak orang yang memperhatikan penampilannya. Kebanyakan wanita menginginkan kulit yang bersih, putih dan cerah serta menghindari kulit yang kusam dan gelap sehingga wanita cenderung menghabiskan waktu untuk merawat kulitnya. Bagi kebanyakan wanita Indonesia, kulit yang bersih, halus, berwarna terang dan bebas dari noda kecoklatan merupakan kulit yang cantik, sehingga adanya gangguan pigmentasi dianggap mengganggu kecantikan kulitnya. Mencegah efek buruk paparan sinar matahari dapat dilakukan dengan cara menghindari paparan berlebihan sinar matahari, memakai pelindung fisik seperti jaket atau payung dan pemakaian tabir surya (Baran dan Howard, 1998). Tindakan pencegahan lainnya dapat dilakukan dengan penanggulangan gangguan pigmentasi pada kulit antara lain dengan menggunakan produk pencerah kulit. Salah satu bahan pencerah kulit yaitu hidrokuinon (Mitsui, 1997).

Krim yang mengandung hidrokuinon banyak digunakan untuk menghilangkan bercak-bercak pada wajah (Ibrahim dkk, 2004). Penggunaan hidrokuinon dalam jangka panjang dan dosis tinggi dapat menyebabkan hiperpigmentasi terutama pada daerah kulit yang terkena sinar matahari langsung dan dapat menimbulkan *ochronosis* (kulit berwarna kehitaman). Krim yang mengandung hidrokuinon akan terakumulasi dalam kulit dan dapat menyebabkan mutasi dan kerusakan DNA, sehingga kemungkinan pada pemakaian jangka panjang bersifat karsinogenik (BPOM RI, 2008).

Konsentrasi hidrokuinon $> 2\%$ dalam krim termasuk golongan obat keras yang hanya dapat digunakan berdasarkan

resep dokter (BPOM RI, 2007). Oleh karena itu, penggunaan hidrokuinon dalam kosmetika dengan konsentrasi yang tinggi telah dilarang penggunaannya (Amponsah, 2010). Hasil investigasi dan pengujian laboratorium Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM) tahun 2006 dan 2007 terhadap kosmetika yang beredar, ditemukan beberapa bahan yang dilarang digunakan dalam kosmetika. Salah satu bahan diantaranya adalah hidrokuinon dengan konsentrasi $> 2\%$ (BPOM RI, 2007). Aryani, dkk (2010) di Kota Surabaya menemukan kandungan hidrokuinon dengan kadar 9,74% dan 3,48%. Sarah (2014) di Kabupaten Sidoarjo menemukan kandungan hidrokuinon pada krim pemutih dengan kadar 4,05% dan 3,09%. Selain itu, potensi penggunaan hidrokuinon di salon-salon kecantikan juga tergolong sangat besar.

Metode analisis hidrokuinon dapat dilakukan dengan beberapa cara. Secara umum metode analisis hidrokuinon terdiri dari Titrasi Redoks (Departemen Kesehatan RI, 1995), *Misellar Electrokinetic Chromatography* (Jangseokim dan Youngseong Kim, 2005), *Capillary Electrochromatography* (Desinderio, 2000), Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (BPOM RI, 2011), Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) (BPOM RI, 2011), dan Spektrofotometri UV (Aryani dkk, 2010). Pengukuran dengan metode Spektrofotometri UV tergolong mudah dengan kinerja yang cepat jika dibanding dengan pengukuran dengan menggunakan metode lain. Selain itu senyawa yang akan dianalisis memiliki kromofor pada strukturnya sehingga memenuhi syarat untuk dapat dianalisis menggunakan metode spektrofotometri. Berdasarkan hal tersebut, maka penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi

hidrokuinon dalam sampel krim pemutih wajah yang ada di salon kecantikan Kota Kendari serta penetapan kadarnya.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Timbangan analitik (Precisa®), spektrofotometer UV-Vis (Jenway®), Alat-alat gelas (Iwaki Pyrex®, Duran®). Bahan dalam penelitian ini adalah sampel krim pemutih yang diperoleh dari salon kecantikan, standar hidrokuinon, teofilin, aquades dan metanol.

Prosedur Kerja

Pembuatan Larutan Baku Hidrokuinon

Ditimbang hidrokuinon murni sebanyak 5 mg dan dilarutkan dalam 2 mL metanol. Larutan tersebut dipindahkan secara kuantitatif kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan metanol sampai tepat 100 mL, kemudian larutan dikocok sampai homogen. Sehingga didapatkan konsentrasi baku hidrokuinon 50 µg/mL dalam metanol.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dipipet 2,8 mL dari larutan baku 50 µg/mL masukkan dalam labu ukur 10 mL, diencerkan dengan larutan metanol sampai tanda tera lalu dikocok hingga homogen dan dihasilkan larutan hidrokuinon dengan konsentrasi 14 µg/mL. Larutan 14 µg/mL diukur pada panjang gelombang 200-400 nm.

Pembuatan Kurva standar

Dipipet larutan baku 50 µg/mL sebanyak 0,4; 1,2; 2,0; 2,8; 3,6; 4,4; 5,2 mL, masing-masing dimasukkan dalam gelas ukur 10 mL tambahkan dengan larutan metanol sampai tanda tera lalu dikocok hingga homogen. Didapatkan larutan dengan konsentrasi 2, 6, 10, 14, 18, 22, dan 26 µg/mL kemudian diukur pada panjang gelombang maksimum yang

didapatkan pada pengukuran panjang gelombang sebelumnya dan metanol sebagai blanko. Cara untuk membuat kurva standar yaitu dengan memplot konsentrasi vs absorbansi.

Validasi Metode

Linearitas

Linearitas dihitung secara statistik melalui koefisien korelasi (r). Perhitungan tersebut dapat dilakukan dengan cara memasukkan konsentrasi dan absorbansi larutan baku (Gandjar dan Rohman, 2007).

Batas Deteksi (Limit Of Detection, LOD) dan Batas Kuantifikasi (Limit Of Quantification, LOQ)

Batas deteksi dan batas kuantitasi dihitung secara statistik melalui persamaan regresi linier dari kurva standar (Harmita, 2004). Perhitungan tersebut dapat dilakukan dengan cara memasukkan absorbansi larutan baku hasil pengukuran ke dalam persamaan regresi linear yang diperoleh.

Presisi

Uji presisi dilakukan dengan cara membuat larutan hidrokuinon konsentrasi 14 µg/mL kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan diulangi pengukurannya sebanyak 10 kali, selanjutnya dapat diketahui nilai standar deviasi dan relative standar deviasi dari data yang didapatkan (Miller dan Miller, 2010).

Akurasi

Ditimbang 25 mg sampel krim pemutih wajah yang tidak mengandung hidrokuinon, kemudian disuspensikan dalam 50 mL metanol. Dengan metode penambahan baku (standar adisi), ditambahkan larutan hidrokuinon 10 µg/mL, 25 µg/mL dan 50 µg/mL dalam larutan sampel. Analit uji dimasukkan

dalam kuvet kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV. Nilai yang didapatkan dihitung nilai % recovery (Ibrahim dkk. 2004).

Spesifisitas

Ditimbang 25 mg sampel krim pemutih, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan metanol sampai tanda tera, selanjutnya dilakukan pengocokan dan disaring. Larutan sampel kemudian diambil 4 mL dan ditambahkan masing-masing 3 mL larutan teofilin konsentrasi 10 µg/mL dan larutan hidrokuinon konsentrasi 14 µg/mL, kemudian dikocok hingga homogen. Analit uji dimasukkan dalam kuvet kemudian dilihat spektrum serapan yang terbentuk pada panjang gelombang 200-400 nm. Dibandingkan dengan spektrum yang dibentuk oleh larutan standar hidrokuinon dan larutan standar teofilin (Sastrohamidjojo, 2001).

Identifikasi dan Penetapan Kadar

Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan pada beberapa salon kecantikan di Kota Kendari yang menjual krim pemutih. Pengambilan sampel dilakukan secara random pada wilayah Kecamatan Kendari Barat, Mandonga, Wua-wua dan Kambu.

Uji Kualitatif dan Kuantitatif

Ditimbang masing-masing sampel krim pemutih sebanyak 25 mg dan disuspensikan dalam metanol 50 mL, kemudian dikocok sampai homogen. Dipipet 3 mL dan dimasukkan ke dalam kuvet kemudian diukur menggunakan spektrofotometer Uv-vis pada panjang gelombang maksimum. Uji kualitatif, dilihat spektrum yang terbentuk menyerupai spektrum yang ditunjukkan pada larutan baku hidrokuinon. Uji kuantitatif, diukur absorbansi dari analit uji yang teridentifikasi pada uji kualitatif pada panjang gelombang maksimum Kemudian dihitung konsentrasinya berdasarkan persamaan regresi yang didapatkan pada penentuan kurva standar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi Metode

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi metode dibutuhkan karena merupakan standar ISO 17025:2005, untuk mencapai hasil dan membuktikan kebenarannya dan sebagai sistem manajemen mutu. Hasil Uji Validasi metode dapat dilihat pada Tabel 1.

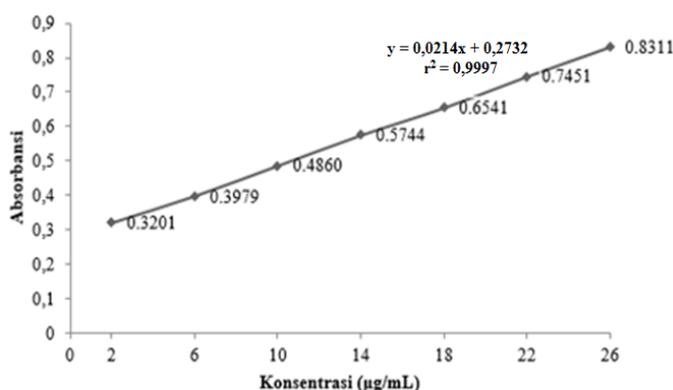
Tabel 1. Hasil Uji Validasi Metode

No	Kriteria Validasi	Hasil	Standar Yang Dipersyaratkan
1	Linearitas	0,9998	≥ 0,999
2	Batas deteksi (LOD)	0,471 µg/mL	-
3	Batas Kuantifikasi (LOQ)	1,570 µg/mL	-
4	Presisi	0,082 %	≤1 %
5	Akurasi	97,19 %, 98,42 %, 101,4 %	90-107 %
6	Spesifisitas	Terbentuk 2 puncak dengan adanya pergeseran λ maks	Terbentuk 2 puncak dengan λ maks yang sama dengan standar

Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Penentuan linearitas kurva

standar hidrokuinon berdasarkan nilai serapan pada rentang 4 sampai 16 µg/mL dalam larutan metanol pada panjang gelombang maksimum 293 nm. Linearitas kurva standar dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva standar hidrokuinon dalam larutan metanol pada panjang gelombang 293 nm

Persamaan regresi yang didapatkan dari kurva standar yaitu $y = 0,0214x + 0,2732$ dengan nilai r yaitu 0,9998. Harga koefisien korelasi (r) yang mendekati 1 menyatakan hubungan yang linier antara konsentrasi dengan serapan yang dihasilkan, dengan kata lain peningkatan nilai serapan analit berbanding lurus dengan peningkatan konsentrasinya yang sesuai dengan kriteria penerimaan koefisien korelasi (r) yang baik yaitu $r \geq 0,999$ (Miller and Miller, 2010).

Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan, sedangkan batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis sebagai jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas deteksi dan kuantitasi dihitung secara statistik melalui garis linear yang dibentuk dari kurva standar. Pada penelitian ini didapatkan batas

deteksi sebesar 0,471 µg/mL dan batas kuantitasi sebesar 1,570 µg/mL.

Presisi

Uji presisi yaitu derajat keterulangan dari suatu metode analisis. Parameter presisi ditentukan dengan cara mengukur absorbansi dari satu konsentrasi larutan standar hidrokuinon sebanyak sepuluh kali pada hari yang sama. Presisi metode dapat diukur dari nilai koefisien variasi dari data tersebut. Nilai koefisien variasi yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu 0,082%. Hal ini menunjukkan tingkat ketelitiannya sangat teliti karena nilai RSD $\leq 1\%$ (Sumadri, 2005).

Akurasi

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi sendiri dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*) analit yang ditambahkan. Penelitian ini menggunakan metode standar adisi. Pada metode standar adisi, dilakukan penambahan standar

hidrokuinon 10 µg/mL, 25 µg/mL, dan 50 µg/mL ditambahkan pada sampel krim pemutih wajah yang tidak teridentifikasi mengandung hidrokuinon lalu diukur serapan dan absorbansinya pada

spektrofotometer UV. Hasil % *recovery* dengan penambahan adisi 50 µg/mL, 25 µg/mL, dan 10 µg/mL dapat dilihat pada Tabel 2.

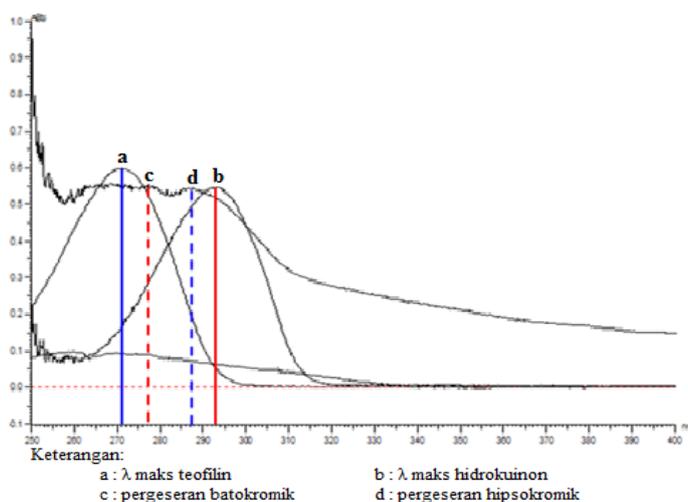
Tabel 2. persen *recovery* standar adisi

Kons (X)	Abs (Y)	% <i>recovery</i>	% <i>rec. Rata-rata</i>
10	0,4810	97,1028	97,1962566
	0,4810	97,1028	
	0,4816	97,38317	
25	0,7989	96,26168	98,4236746
	0,8043	99,271028	
	0,8068	99,738316	
50	0,7046	100,794395	101,4485983
	0,7079	101,56542	
	0,7097	101,98598	

Spesifisitas

Uji spesifisitas bertujuan untuk mengetahui perubahan maupun pergeseran panjang gelombang hidrokuinon tersebut terhadap akibat penambahan senyawa teofilin sebagai pengotornya. Teofilin

dipilih karena panjang gelombang teofilin mendekati panjang gelombang hidrokuinon. Berikut spektrum serapan hidrokuinon standar, teofilin standar dan hidrokuinon + teofilin dalam sampel yang ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum Perbandingan serapan sampel, hidrokuinon standar 14 µg/mL, teofilin standar 10 µg/mL dan sampel + hidrokuinon + teofilin.

Hidrokuinon memiliki λ maks 293 nm, sedangkan teofilin memiliki nilai λ maks 271 nm. Berdasarkan spektrum campuran sampel, hidrokuinon dan teofilin membentuk dua puncak dengan adanya pergeseran batokromik dan hipsokromik.

Pergeseran hipsokromik oleh hidrokuinon disebabkan karena gugus O⁻ dari hidrokuinon kehilangan proton, menyebabkan hidrokuinon jadi lebih reaktif dan menyebabkan energinya besar sehingga panjang gelombang

maksimumnya menjadi rendah. Pergeseran batokromik oleh teofilin disebabkan karena adanya delokalisasi elektron. Adanya efek delokalisasi ini akan menyebabkan penurunan tingkat energi π^* dan sebagai konsekuensinya terjadi pergeseran batokromik (Ganjar dan Rohman, 2007).

Penetapan Kadar Pada Sampel

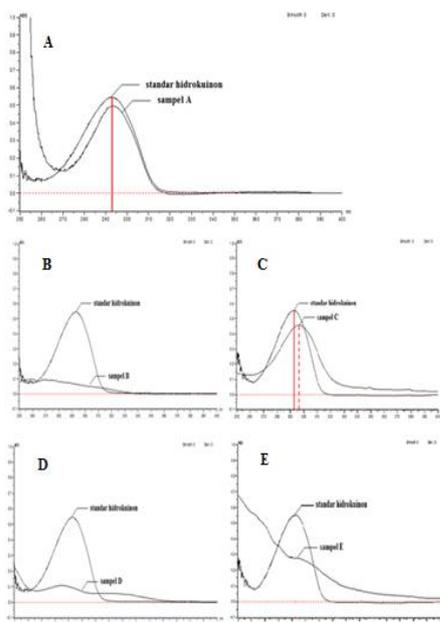
Sampel yang dianalisis didapatkan dari salon-salon kecantikan yang berada di Kecamatan Kendari Barat, Mandonga, Wua-Wua dan Kambu serta 1 sampel yang mengandung hidrokuinon 2 % diperoleh dari apotek. Deskripsi dari produk krim pemutih wajah yang dijadikan sampel dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Deskripsi sampel krim pemutih wajah

Nama Krim	Komposisi	Khasiat
A	Hidrokuinon 2 %	Mengatasi hiperpigmentasi, bintik-bintik hitam (<i>freckles</i>) dan noda-noda hitam (<i>melasma</i>).
B	-	Mencerahkan wajah
C	-	Mencerahkan wajah
D	-	Mencerahkan wajah
E	Ekstrak Sakura dan Lipo-Vit C + VTT B3	Membantu memulihkan kulit sepanjang malam

Uji kualitatif adalah uji yang dilakukan untuk menentukan ada tidaknya hidrokuinon dalam krim pemutih wajah. Pengujian sampel krim pemutih wajah secara kualitatif dengan mengamati

spektrum yang terbentuk tiap sampel. Perbandingan spektrum sampel A, B, C, D dan E terhadap standar hidrokuinon dapat dilihat pada Gambar 3



Gambar 3. Perbandingan spektrum sampel A, B, C, D dan E terhadap standar hidrokuinon

Spektrum yang dibentuk oleh sampel menunjukkan bahwa sampel A dan

C positif mengandung hidrokuinon, sedangkan pada sampel B, D dan E

negatif. Setelah diketahui sampel yang positif mengandung hidrokuinon, kemudian dilakukan uji kuantitatif. Hasil uji kuantitatif sampel A dan C secara berturut-turut dengan tiga kali pengulangan adalah 1,968 %; 1,964 %; 1,967 % dan 1,589 %; 1,592 %; 1,592 %

KESIMPULAN

Kesimpulan pada penelitian ini :

1. Metode spektrofotometri UV dengan linearitas adalah 0,9998, batas deteksi dengan kadar 0,471 µg/mL dan batas kuantifikasi dengan kadar 1,570 µg/mL.
2. Metode spektrofotometri UV menunjukkan nilai % recovery sebesar 97-101 % dengan 3 konsentrasi yang berbeda, uji presisi dalam dengan nilai RSD sebesar 0,082 % dan pengujian spesifisitas menunjukkan tidak spesifik untuk sampel hidrokuinon.
3. Berdasarkan 5 sampel krim pemutih wajah yang beredar di salon kecantikan Kota Kendari diketahui hanya 2 sampel yang positif mengandung hidrokuinon, dengan kadar < 2 % yaitu 1,966% dan 1,591 %.

DAFTAR PUSTAKA

Amponsah, D., 2010, Levels Of Mercury and Hydroquinone in Some Skin-Lightening Creams and Their Potential Risk To The Health Of Consumers in Ghana, *Tesis*, Fakultas Ilmu Fisika, Universitas Kwame Nkrumah.

Aryani, N. L. D., Khesuma, D., dan Khosasi. W. P., 2010, Pemeriksaan Hidrokuinon dengan Metode Spektrofotometri dalam Sediaan Krim Pencerah Kulit N, DL dan NNN, Fakultas Farmasi, Universitas

Surabaya, Seminar Teknik Kimia Soehadi Reksowardjo.

Baran, R dan Howard I. M., 1998, *Textbook and Cosmetics Dermatology*, 2nd Ed, Martin Dunitz Ltd, London.

Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, 2007, *Public Warning/Peringatan Nomor Kh.00.01.432.6081 Tentang Kosmetik mengandung Bahan Berbahaya dan Zat Warna Yang Dilarang*, Jakarta.

Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, 2008, *Bahan Tambahan Kosmetik, Naturakos, Vol. 3 (9)*.

Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, 2011, *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor Hk.03.1.23.08.11.07331 Tentang Metode Analisis Kosmetika*, Jakarta.

Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995, *Farmakope Indonesia*, Edisi IV, Depkes RI, Jakarta.

Desindro, C., 2000, Analysis Hydroquinone and Some of Its Ethers By Using Capillary Elecromatography, *Journal of Cromatography*, **Vol. 887**.

Gandjar,. I. G., dan Rohman, A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.

Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian Vol 1 (3)*.

Ibrahim, S., Damayanti, S., dan Riani, Y., 2004, Penetapan dan Keseksamaan Metode Kalorimetri Menggunakan Pereaksi Floroglusin Untuk Penetapan Kadar Hidrokuinon dalam

- Krim Pemucat, *Acta Pharmaceutica Indonesia*, **Vol. 29 (1)**.
- Jangseokim., dan Yongseong, K., 2005, Analysis of Hydroquinone and Its Ether Derivatives by Using Micellar Electrokinetic Chromatography (MECK), *Korean Chem*, **Vol. 26 (5)**.
- Miller, J. N., dan Miller J. C., 2010, Statistics And Chemometrics For Analytical Chemistry, Sixth Edition, Pearson Education, England.
- Mitsui, T., 1997, *New Cosmetic Science*, Elsevier, Japan.
- Sarah, K.W, 2014, Analisis Hidrokuinon Dalam Sediaan Krim Malam “CW1” dan “CW2” dari Klinik Kecantikan “N” dan “E” di Kabupaten Sidoarjo, *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Universitas Surabaya*, **Vol.3 (2)**.
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Liberty, Yogyakarta.
- Sumadri, 2005, *Tinjauan Umum Validasi Metode Analisis*, Pusat penelitian Kimia LIPI, Bandung.