

**Penentuan Kadar Hidrokuinon pada Krim Penghilang
Flek Hitam secara Spektrofotometri Sinar Tampak
Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks
*Cr(VI)-Diphenylcarbazine***

SKRIPSI

Oleh:

SYAMAIDZAR

155090200111041



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2019**

**Penentuan Kadar Hidrokuinon pada Krim Penghilang
Flek Hitam secara Spektrofotometri Sinar Tampak
Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks
Cr(VI)-Diphenylcarbazide**

SKRIPSI

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
dalam bidang Kimia**

Oleh:

SYAMAIDZAR

155090200111041



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2019**

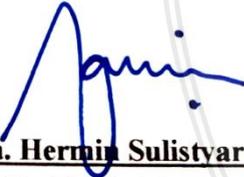
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**Penentuan Kadar Hidrokuinon pada Krim Penghilang
Flek Hitam secara Spektrofotometri Sinar Tampak
Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks
Cr(VI)-Diphenylcarbazide**

Oleh:

**SYAMAIDZAR
155090200111041**

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji
pada tanggal**2...7... JUN 2019**
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I,



Dra. Hermin Sulistyarti, Ph.D
NIP. 196405291988022001

Pembimbing II,



Dr. Ir. Adam Wiryawan, MS
NIP. 195806211984031004

Mengetahui,
**Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**



Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 197310202002121001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Syamardzar
NIM : 155090200111041
Jurusan : Kimia

Penulis Skripsi Berjudul:

“Penentuan Kadar Hidrokuinon pada Krim Penghilang Flek Hitam secara Spektrofotometri Sinar Tampak Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks Cr(VI)-Diphenylcarbazide”

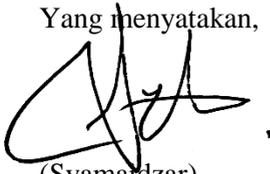
Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termasuk di isi dan tertulis pada daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya bersedia menanggung segala risiko yang harus saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juni 2019

Yang menyatakan,



(Syamardzar)

NIM. 155090200111041

repository.ub.ac.id

Penentuan Kadar Hidrokuinon pada Krim Penghilang Flek Hitam secara Spektrofotometri Sinar Tampak Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks Cr(VI)-Diphenylcarbazine

ABSTRAK

Flek hitam merupakan permasalahan kulit yang memerlukan pengobatan secara berkala sehingga seringkali digunakan kosmetik yang mengandung bahan berbahaya, seperti merkuri dan hidrokuinon. Hidrokuinon pada kosmetik telah dilarang keberadaannya oleh BPOM RI sejak tahun 2008, sehingga diperlukan pengawasan lebih terhadap kosmetik yang beredar di pasaran. Penelitian ini dilakukan untuk mengembangkan metode pengukuran kadar hidrokuinon yang terdapat dalam sampel kosmetik, khususnya krim penghilang flek hitam. Metode ini didasarkan pada kemampuan hidrokuinon untuk mereduksi Cr(VI) sehingga menyebabkan penurunan jumlah Cr(VI) yang membentuk kompleks ungu kemerahan Cr(VI)-DPC yang teramati secara spektrofotometri pada λ sebesar 542 nm. Kondisi optimum operasional dan kimiawi pada pengukuran ini untuk perlu diteliti untuk mencapai sensitivitas yang tinggi. Metode ini juga dilakukan uji linieritas, uji selektivitas, dan uji validitas untuk mengetahui kemampuan dan kelayakan metode dalam mengukur kadar hidrokuinon di dalam sampel krim penghilang flek hitam. Hasil penelitian menunjukkan tingkat linieritas yang sangat baik dengan nilai standar deviasi (R^2) 0,996 pada konsentrasi 0,2 hingga 2,5 ppm. Tingkat selektivitas metode yang diuji dengan penambahan vitamin C (asam askorbat) 0,5 ppm dan Pb^{2+} hingga 5 ppm menunjukkan tidak adanya pengaruh yang signifikan terhadap pengukuran. Uji sensitivitas metode dengan pengukuran LOD dan LOQ menunjukkan nilai sensitivitas yang baik dengan konsentrasi minimum yang dapat terdeteksi dan terukur yakni 0,07 ppm dan 0,1 ppm. Pengukuran 2 buah sampel krim penghilang flek hitam menunjukkan % *recovery* yang sangat baik, yakni dengan rata-rata 100,5%.

Kata Kunci: krim, hidrokuinon, kompleks Cr(VI)-DPC, reduksi oksidasi, spektrofotometri

repository.ub.ac.id

Determination Concentration of Hydroquinone at Black Spots Removal Cream with Visible Spectrophotometry based on Decreasing of Absorbance of Cr(VI)-Diphenylcarbazine Complex

ABSTRACT

Black spots are problem of skin which require periodic treatment, so many cosmetics are used that contain hazardous ingredients, such as mercury and hydroquinone. Hydroquinone in cosmetics has been banned by BPOM RI since 2008, more control are needed to cosmetics in the market. The aim of this research is to develope determination method for hydroquinone levels in cosmetic based on the capability of hydroquinone in reducing Cr(VI). In this method, hydroquinone reduced Cr(VI) to Cr(III) so that can reduced the amount of Cr(VI) which complex to Diphenylcarbazine (DPC) and detected using spectrophotometry in λ 542 nm. The concentration of hydroquinone in sample was shown by the decrease of absorbance of Cr(VI)-DPC complex. Optimization of operational and chemical conditions in this measurement are required to reach the highest sensitivity. Linearity test, selectivity test, and validity are needed to determine the ability of this method to measure hydroquinone levels in black spots removal cream samples. The results of this research showed very good linear level with a standard deviation value (R^2) of 0.996 in concentration ratio of 0.2 to 2.5 ppm. The selectivity level of the method with addition of vitamin C (ascorbic acid) and Pb^{2+} of 0.5 ppm and 5 ppm showed no significant effect on the measurment. The sensitivity test with LOD and LOQ measurements showed good sensitivity with the minimum detectable concentration value of 0.07 ppm and measurable concentration of 0.1 ppm. The measurement of two black spots removal cream cosmetics showed a very good % recovery, with an average of 100.5%.

Keywords: cream, hydroquinone, Cr(VI)-DPC complex, oxidation reduction, spectrophotometry

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat, karunia, dan hidayah-Nya, sehingga skripsi dengan judul **“Penentuan Kadar Hidrokuinon pada Krim Penghilang Flek Hitam secara Spektrofotometri Sinar Tampak Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks Cr(VI)-Diphenylcarbazide”** dapat terselesaikan.

Selama proses penyusunan skripsi, penulis banyak menerima bimbingan serta dukungan dari berbagai pihak, sehingga penulis ingin menyampaikan rasa hormat dan terima kasih kepada:

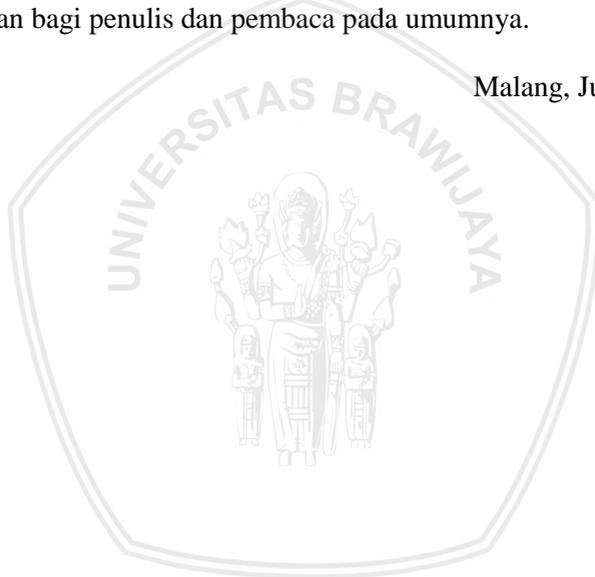
1. Dra. Hermin Sulistyarti, Ph.D selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, saran, arahan, dan motivasi selama penelitian dan penulisan naskah skripsi.
2. Dr. Ir. Adam Wiryawan, MS selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, saran dan arahan dalam penulisan naskah skripsi.
3. Prof. Dr. Aulanni'am, drh. DES selaku dosen pembimbing akademik yang telah memberikan masukan dan dukungan selama perkuliahan.
4. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D selaku ketua Jurusan Kimia dan seluruh jajaran staf pengajar Jurusan Kimia atas ilmu yang telah diberikan penulis selama studi serta karyawan Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
5. Orang tua penulis (Drs. H. Syaifullah dan Hj. Zakiah), kakak penulis (Fakhrani Ahliyah, S.H., M.Kn dan Syauqi Azhari, S.E), adik penulis (Faris Adlani dan Azril Wafa), serta seluruh keluarga besar penulis atas kasih sayang, doa, dan dukungannya.
6. Pak Darwin sebagai PLT Laboratorium Kimia Analitik yang telah membantu dalam penyediaan alat dan bahan selama penelitian.
7. Lyshe Martya Herlistriana yang selalu memberi semangat, saran, dan selalu menghibur penulis selama proses penelitian maupun penyelesaian skripsi.
8. Rekan-rekan Laboratorium Kimia Analitik, khususnya Puspita Mufidah Sari, Kurnia Hidayatullah A., dan Irma Ayu Syarifah atas motivasi, semangat, dan kebersamaannya.

9. Kementerian PSDM BEM FMIPA Universitas Brawijaya 2015, 2016, 2017, dan 2018 atas ilmu, hiburan, dan canda tawanya, khususnya Kak Sari, Rafika, Zulkifli, dan Widiarni atas bantuannya selama di lingkungan keorganisasian.
10. Teman-teman Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya angkatan 2015 khususnya kelas B yang telah membantu dan mendukung penulis selama proses perkuliahan.
11. Seluruh pihak yang telah membantu penulis memberi saran, dukungan, dan doa dalam penyelesaian skripsi.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih belum sempurna, oleh karena itu diharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat dan menambah pengetahuan bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

Malang, Juni 2019

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Kosmetik	5
2.1.1 Definisi Kosmetik	5
2.1.2 Jenis-jenis Kosmetik	5
2.2 Flek Hitam	6
2.3 Hidrokuinon	6
2.3.1 Sifat Hidrokuinon	6
2.3.2 Penggunaan Hidrokuinon	7
2.3.3 Efek Penggunaan Hidrokuinon	7
2.3.4 Reaksi pada Hidrokuinon	8
2.3.5 Metode Penentuan Hidrokuinon	9
2.4 Kromium	10
2.5 Kompleks Cr(VI)- <i>Diphenylcarbazine</i>	10
2.6 Vitamin C (Asam Askorbat)	13
2.7 Timbal (Pb)	13
2.8 Spektrofotometri Sinar Tampak	14
2.8.1 Definisi Spektrofotometri Sinar Tampak	14
2.8.2 Mekanisme Spektrofotometer Sinar Tampak	14
2.8.3 Jenis Spektrofotometer UV-Vis	15

2.9	Hukum Lambert-Beer	16
2.9.1	Definisi Hukum Lambert-Beer	16
2.9.2	Limitasi Hukum Lambert-Beer	16
2.10	Validasi Metode	17
BAB III METODE PENELITIAN		19
3.1	Tempat dan Waktu Penelitian	19
3.2	Alat dan Bahan Penelitian	19
3.2.1	Alat	19
3.2.2	Bahan	19
3.3	Tahapan Penelitian	19
3.4	Prosedur Penelitian	20
3.4.1	Preparasi Bahan	20
3.4.2	Penentuan Kondisi Optimum	21
3.4.3	Pembuatan Kurva Baku	22
3.4.4	Preparasi Sampel	23
3.4.5	Penentuan Kadar Hidrokuinon dalam Sampel	23
3.4.6	Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Vitamin C dan Pb^{2+} sebagai Pengganggu	23
3.4.7	Uji Validitas	24
3.4.8	Analisis Data	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		29
4.1	Optimasi Konsentrasi H_2SO_4	31
4.2	Optimasi Konsentrasi <i>Diphenylcarbazine</i>	32
4.3	Uji Selektivitas Terhadap Pengganggu	34
4.3.1	Pengaruh Senyawa Asam Askorbat (Vitamin C)	34
4.3.2	Pengaruh Ion Pb^{2+}	37
4.4	Uji Linieritas	39
4.5	Pembuatan Kurva Baku	41
4.6	Uji Validitas Metode	42
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		45
5.1	Kesimpulan	45
5.2	Saran	45
DAFTAR PUSTAKA		47
LAMPIRAN		53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur 1,4-benzenediol (hidrokuinon)	6
Gambar 2.2	Reaksi fenolik akibat keasaman	8
Gambar 2.3	Reaksi oksidasi hidrokuinon menjadi kuinon	8
Gambar 2.4	Reaksi kesetimbangan hidrokuinon dalam air	9
Gambar 2.5	Struktur 1,5- <i>diphenylcarbazide</i>	11
Gambar 2.6	Reaksi pembentukan kompleks Cr(VI) - DPC	11
Gambar 2.7	Hibridisasi kompleks Cr(VI)-DPC	12
Gambar 2.8	Model kompleks Cr(VI)-DPC	12
Gambar 2.9	Struktur asam L-askorbat	13
Gambar 2.10	Daerah panjang gelombang sinar elektromagnetik	14
Gambar 2.11	Skema alat spektrofotometer UV-Vis <i>single beam</i>	15
Gambar 2.12	Skema alat spektrofotometer UV-Vis <i>double beam</i>	15
Gambar 4.1	Spektra Kompleks Cr(VI)-DPC	30
Gambar 4.2	Kurva distribusi kromium (VI) pada variasi pH.	31
Gambar 4.3	Kurva hubungan konsentrasi H ₂ SO ₄ terhadap nilai absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC	32
Gambar 4.4	Kurva hubungan konsentrasi DPC terhadap nilai absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC	33
Gambar 4.5	Kurva hubungan pengaruh penambahan vitamin C terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC	35
Gambar 4.6	Kurva hubungan pengaruh penambahan Pb ²⁺ terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC	38
Gambar 4.7	Kurva pengaruh variasi hidrokuinon terhadap selisih absorbansi	40
Gambar 4.8	Kurva linieritas variasi konsentrasi hidrokuinon	40
Gambar 4.9	Kurva baku absorbansi dengan konsentrasi	41
Gambar 4.10	Kurva baku selisih absorbansi dengan konsentrasi	42

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Perkiraan panjang gelombang dan warna pada daerah visibel	30
Tabel 4.2	Pengaruh senyawa vitamin C terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC	36
Tabel 4.3	Pengaruh ion Pb^{2+} terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC	39
Tabel 4.4	Hasil pengukuran sampel A	43
Tabel 4.5	Hasil pengukuran sampel B	43



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.Tahapan Penelitian	53
Lampiran B.Perhitungan dan Preparasi Larutan	54
Lampiran C.Data Hasil Optimasi	61
Lampiran D.Validasi Metode	62



DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG

Simbol/ singkatan	Keterangan
BPOM	Badan Pengawas Obat dan Makanan
HQ	Hidrokuinon
BQ	Benzokuinon
Cr(VI)	Kromium heksavalen
DPC	1,5- <i>diphenylcarbazide</i>
Cr(VI)-DPC	Kompleks Kromium (VI) dengan <i>diphenylcarbazide</i>
$K_2Cr_2O_7$	Senyawa kalium dikromat
H_2SO_4	Senyawa asam sulfat
$Pb(NO_3)_2$	Senyawa timbal nitrat
pH	Potensial hidrogen (tingkat keasaman)
UV-Vis	Sinar ultraviolet dan sinar tampak
A	Absorbansi
ϵ	Hk. Lambert-Beer (ekstingsi molar)
b	Hk. Lambert-Beer (tebal kuvet)
C	Konsentrasi larutan
g	Satuan massa (gram)
L	Satuan volume (liter)
nm	Satuan panjang untuk panjang gelombang (nanometer)
ppm	Konsentrasi larutan (<i>part per million</i> / bagian per juta)
uji t	Uji signifikansi/ Tollens
SD	Standar deviasi
RSD	Standar deviasi relatif

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Maraknya penggunaan kosmetika akhir-akhir ini di kalangan masyarakat, khususnya wanita menyebabkan semakin beraneka ragam produk-produk kecantikan yang beredar di pasaran. Kosmetika telah menjadi kebutuhan penting bagi manusia. Tujuan penggunaan kosmetika pun telah meluas, tidak hanya untuk fungsi mempercantik, namun juga berperan dalam penyembuhan dan perawatan kulit [2].

Masalah kulit seperti jerawat dan flek hitam yang sangat dihindari oleh wanita pada khususnya diperlukan pengobatan secara berkala dan tidak hanya menggunakan kosmetik biasa dikarenakan sulit untuk menghilangkan bekas jerawat dan flek hitam [5]. Salah satu obat penghilang flek hitam yang telah banyak beredar yakni hidrokuinon [6]. Pada tahun 2011, BPOM RI telah mengeluarkan peraturan tentang bahan kosmetika yang mengandung bahan-bahan kimia berbahaya sehingga diberi batas kandungan, khususnya dalam krim wajah seperti *glycolic acid* ($\leq 10\%$ dihitung sebagai asam), asam salisilat (maksimal 3%), *benzoyl peroxide* (maksimal 0,7%), dan hidrokuinon (tidak diperbolehkan) [1].

Hidrokuinon merupakan bahan kimia yang biasanya terdapat pada berbagai jenis kosmetika, seperti krim pemutih, penghilang bintik hitam (flek), penghilang jerawat, dan sebagainya [6]. Hidrokuinon dalam kosmetik biasa digunakan sebagai pengembali dari hiperpigmentasi atau pengurang warna gelap pada kulit dengan cara menghambat pigmen kulit. Di sisi lain, penggunaan hidrokuinon pada kulit dengan konsentrasi kurang dari 3% akan menyebabkan dampak yang dapat diabaikan karena tidak terlalu berpengaruh pada kondisi tubuh manusia. Namun terdapat kasus penggunaan krim pemutih yang mengandung hidrokuinon 2% menyebabkan leukoderma atau okronosis. Hidrokuinon dalam bentuk larutan 1% atau krim 5% dapat menyebabkan iritasi mata, alergi pada kulit, gangguan sensitivitas kulit terhadap matahari, penyakit hati, dan gagal ginjal [4].

repository.ub.ac.id

Penentuan kadar hidrokuinon dapat dilakukan dengan pembentukan kompleks berwarna menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak. Metode spektrofotometri sebelumnya telah digunakan dengan penggunaan larutan hidrokuinon 50 ppm sebagai standar dan menggunakan pelarut metanol. Hasil yang diperoleh meliputi nilai linieritas 0,9998 dengan nilai *recovery* 97-101 % dan uji presisi sebesar 0,082% [10]. Selain itu, pada penelitian yang dilakukan oleh Leo (2008) menyatakan bahwa metode spektrofotometri visibel dengan pembentukan kompleks Fefenantrolin memiliki akurasi, presisi, linieritas, dan spesifitas yang baik dengan interval kadar hidrokuinon 1,5 hingga 3,5 ppm [11]. Namun, pereaksi yang digunakan cukup mahal dan merupakan senyawa organik yang bersifat karsinogenik. Penggunaan senyawa organik pada konsentrasi tinggi dapat pula menyebabkan kanker, penyakit jantung, haemochromatosis, dan penyakit lainnya [23].

Selain metode tersebut, kadar hidrokuinon dapat ditentukan melalui analisis tidak langsung dari reaksi reduksi oksidasi yang dilakukan secara bertahap. Hidrokuinon dapat mereduksi Cr(VI) menjadi Cr(III) sehingga dengan penambahan pereaksi DPC atau *diphenylcarbazide*, sisa Cr(VI) yang tidak tereduksi akan membentuk kompleks Cr(VI)-DPC dan absorbansi kompleks ini dapat diketahui dengan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Visibel. Kompleks ini berwarna antara merah dan ungu dengan panjang gelombang 540 nm [8]. Namun, terdapat kemungkinan senyawa-senyawa pengganggu yang dapat mengurangi ketelitian dari penentuan kadar hidrokuinon pada krim jerawat, seperti asam askorbat (vitamin C) yang memiliki kemiripan sifat dengan hidrokuinon dan Pb^{2+} yang umumnya terdapat pada kosmetika karena bekerja menghambat pigmen melanosit pula. Vitamin C termasuk senyawa yang mudah teroksidasi sehingga memungkinkan terjadinya gangguan akibat degradasi vitamin C tersebut [24]. Sedangkan Pb^{2+} pada kondisi asam dengan penambahan H_2SO_4 dapat membentuk padatan berwarna putih $PbSO_4$ yang dapat mengganggu pengukuran. Agar diperoleh hasil yang lebih baik meskipun terdapat komponen lain yang mungkin berada di dalam sampel, maka diperlukan uji selektivitas untuk

mengetahui kemampuan metode yang hanya mengukur reaksi reduksi oksidasi oleh hidrokuinon dan Cr(VI).

Metode yang diharapkan dengan pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC setelah terjadi reaksi reduksi oksidasi dapat menjadi alternatif dalam penentuan kadar hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam yang selektif hanya terhadap senyawa hidrokuinon dalam sampel. Keberadaan vitamin C di dalam krim penghilang flek hitam memungkinkan terjadinya reaksi reduksi Cr(VI) dikarenakan memiliki potensial reduksi yang dapat mereduksi Cr(VI), yakni 0,116 V. Selain itu, keberadaan ion Pb^{2+} dikhawatirkan pula dapat mengganggu pengukuran kadar hidrokuinon dalam sampel akibat pembentukan endapan. Keakuratan metode dapat diuji melalui perbandingan metode standar dengan penambahan vitamin C dan Pb^{2+} sebagai pengganggu.

Metode ini dapat dikatakan baru karena belum ada penelitian sebelumnya dengan pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC untuk menentukan kadar hidrokuinon menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak. Oleh karena itu, diperlukan pengujian keakuratan dari pengaruh konsentrasi vitamin C dan Pb^{2+} dalam larutan campuran yang mengandung hidrokuinon terhadap pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC, serta ketepatan metode dengan uji validitas menggunakan hidrokuinon standar dan sampel krim penghilang flek hitam.

1.2 Perumusan Masalah

Merujuk pada latar belakang yang telah dipaparkan, dapat dirumuskan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Berapa konsentrasi optimum H_2SO_4 dan pereaksi *diphenylcarbazide* dalam pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC?
2. Berapa kisaran konsentrasi hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak?
3. Bagaimana tingkat selektivitas metode terhadap pengaruh konsentrasi vitamin C dan Pb^{2+} sebagai pengganggu terhadap pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC?

- repository.ub.ac.id
4. Bagaimana tingkat validitas pada penentuan kadar hidrokuinon dalam sampel krim penghilang flek hitam menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Sampel yang digunakan merupakan sampel dalam bentuk krim.
2. Panjang gelombang maksimum yang digunakan sebesar 542 nm.
3. Kondisi optimum kimiawi yaitu konsentrasi $K_2Cr_2O_7$ sebesar 1 ppm.
4. Kondisi optimum operasional yaitu waktu reaksi selama 5 menit.
5. Variasi konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan yaitu 0,02 M; 0,05 M; 0,1 M; 0,2 M, dan 0,3 M.
6. Variasi konsentrasi DPC yang digunakan yaitu 0,005%; 0,0125%; 0,025%; 0,0375%; dan 0,0625%.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Menentukan kondisi optimum konsentrasi H_2SO_4 dan pereaksi *diphenylcarbazide* dalam pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC.
2. Menentukan kisaran konsentrasi hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak.
3. Menentukan konsentrasi minimum vitamin C dan Pb^{2+} sebagai pengganggu dalam larutan campuran yang mengandung hidrokuinon terhadap pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC.
4. Mengetahui tingkat validitas pada penentuan kadar hidrokuinon dalam sampel krim penghilang flek hitam menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah metode yang dihasilkan dapat digunakan sebagai referensi metode untuk menentukan kadar hidrokuinon di dalam sampel krim penghilang flek hitam yang lebih efektif dan efisien dalam penggunaannya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kosmetik

2.1.1 Definisi Kosmetik

Menurut BPOM RI (2011), kosmetik adalah suatu sediaan yang telah diolah dan digunakan pada bagian luar tubuh manusia meliputi kulit, rambut, kuku, bibir, dan organ kelamin manusia. Selain itu dapat pula digunakan pada gigi, rongga mulut yang ditujukan terutama untuk membersihkan, mewangikan, memperbaiki penampilan, dan atau memperbaiki bau badan serta melindungi atau memelihara tubuh agar tetap pada kondisi baik [1].

2.1.2 Jenis-jenis Kosmetik

Jenis kosmetik dapat diklasifikasikan menjadi beberapa bagian. Berdasarkan bahan pembuatnya, kosmetik terbagi menjadi 2, yaitu kosmetik tradisional dan kosmetik modern. Kosmetik tradisional merupakan jenis kosmetik yang dibuat dengan proses sederhana menggunakan bahan-bahan alamiah yang telah dikeringkan, seperti buah-buahan dan tanaman. Sedangkan kosmetik modern merupakan kosmetik yang diproduksi dalam lingkup besar (pabrik) menggunakan bahan-bahan sintesis yang mengandung zat-zat kimia untuk mengawetkan kosmetik tersebut agar tahan lama [12]. Jika diklasifikasikan berdasarkan kegunaan bagi kulit, kosmetik terbagi menjadi 2, yaitu kosmetik perawatan kulit (*skin-care cosmetic*) dan kosmetik riasan (*make-up*). Kosmetik perawatan merupakan jenis kosmetik yang digunakan sebagai pembersih kulit (*cleanser*), pelembab kulit (*mouisturiser*), pelindung kulit, dan penipis kulit (*peeling*). Sementara kosmetik riasan merupakan jenis kosmetik yang digunakan pada proses merias dan menutupi kecacatan yang terdapat pada kulit sehingga memperbaiki penampilan dan terlihat lebih menarik. Peran zat pewarna dan zat pewangi sangat penting pada jenis kosmetik ini [5].

Salah satu jenis kosmetik perawatan dapat dalam bentuk krim, seperti krim jerawat, krim pemutih, krim pelembab, krim penghilang noda, dan sebagainya. Menurut Kementerian Kesehatan RI (2014),

repository.ub.ac.id

krim merupakan produk yang terdiri dari emulsi minyak dalam air atau dispersi mikrokristal asam-asam lemak atau alkohol berantai panjang dalam air yang dapat dicuci dengan air dan lebih ditujukan untuk penggunaan kosmetika dan estetika [7].

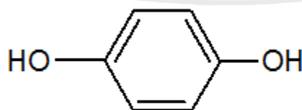
2.2 Flek Hitam

Flek hitam merupakan molekul kecil yang terpigmentasi oleh pigmen melanin mengandung melanosom dan biasa terjadi pada wajah yang menyebabkan pada kulit wajah akan timbul bintik-bintik kecil berwarna hitam. Pengaruh histologis yang disebabkan oleh pigmen melanin ini menunjukkan hiperpigmentasi dari epidermis lapisan basal dengan susunan epidermis normal [29].

2.3 Hidrokuinon

2.3.1 Sifat Hidrokuinon

Hidrokuinon merupakan suatu senyawa aromatis dengan nama IUPAC 1,4-benzenediol yang memiliki rumus molekul $C_6H_4(OH)_2$ dengan berat molekul 110,1 g/mol, densitas sebesar 1,34 g/cm³, berwujud padat dengan bentuk kristal halus, putih, dan dapat menjadi gelap jika terkena paparan sinar matahari dan udara secara langsung. Senyawa ini merupakan senyawa pereduksi yang dapat teroksidasi menjadi semikuinon dan benzokuinon. Hidrokuinon memiliki titik didih sebesar 285 °C dan titik leleh sebesar 173-174 °C serta dapat mudah larut dalam air dan etanol [4]. Toksisitas dari senyawa ini termasuk tingkat menengah, sedikit mudah terbakar, dan dapat merusak kulit serta mata [3]. Struktur hidrokuinon ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 : Struktur 1,4-benzenediol (hidrokuinon)

Hidrokuinon termasuk dalam salah satu bahan berbahaya yang telah seringkali digunakan pada produk kecantikan, khususnya krim pemutih wajah. Mekanisme kerja dari hidrokuinon adalah dengan menghambat kinerja dari melanosit sebagai inhibitor aktivitas enzim

repository.ub.ac.id

tirosinase dalam bentuk substratnya dan akan teroksidasi secara spontan menjadi benzokuinon yang cukup beracun bagi melanosit [13].

Hidrokuinon termasuk dalam senyawa pereduksi yang cukup kuat dan akan teroksidasi menjadi kuinon, sehingga analisis kadar hidrokuinon dapat digunakan dengan prinsip reaksi reduksi oksidasi. Selain itu, identifikasi hidrokuinon dapat pula dilakukan dengan metode spektrofotometri (inframerah, sinar tampak), kromatografi lapis tipis, dan spektrum serapan larutan [7].

2.3.2 Penggunaan Hidrokuinon

Penggunaan hidrokuinon biasanya memanfaatkan perannya yang dapat menjadi agen pereduksi dengan baik. Senyawa ini biasa digunakan sebagai agen pengembang pada fotografi hitam putih, antioksidan untuk minyak dan lemak, inhibitor pada polimerisasi, pengawet warna cat, pernis, bahan bakar motor, oli, dan sebagai agen pigmentasi [16].

Penggunaan hidrokuinon pada fotografi yakni sebagai pengembang film dan kertas memanfaatkan peran hidrokuinon sebagai pereduksi dan senyawa metol pada film. Hidrokuinon berperan mereduksi perak halida menjadi unsur perak sehingga gambar dapat terlihat [25]. Selain itu, penggunaan hidrokuinon banyak dijumpai pada kosmetik, khususnya obat pemutih dengan menghambat aktivitas melanosit menggunakan oksidanya (benzokuinon) yang bersifat racun bagi melanosit sehingga kadar melanosit akan berkurang dan akan terlihat lebih putih (pucat) pada wajah [13].

2.3.3 Efek Penggunaan Hidrokuinon

Keberadaan hidrokuinon di dalam kosmetik makin marak meskipun telah dilarang penggunaannya sejak tahun 2008 oleh BPOM RI pada krim, khususnya krim wajah [1]. Hidrokuinon memiliki efek samping yang berbahaya bagi pemakainya, seperti penuaan dini, kanker kulit, hipertensi dan depresi akut, hingga ketidakteraturan genetik [14].

Pada uji coba yang dilakukan oleh *National Toxicology Program (NTP)* dengan menyuntikkan hidrokuinon pada tikus tepat di sel adenomas ginjal, diperoleh hasil bahwa tidak terdapat aktivitas karsinogenik pada tikus jantan, namun pada tikus betina terdapat aktivitas karsinogenik yang dilihat dari kenaikan *hepatocellular neoplasms* [27]. Selain itu, penggunaan hidrokuinon dapat menyebabkan dermatitis akut dan okronosis (bintil coklat) [15].

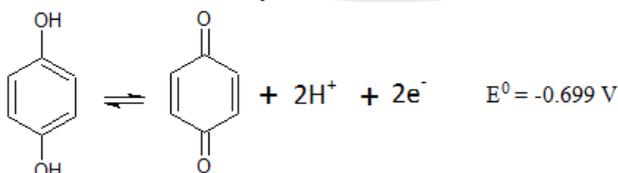
2.3.4 Reaksi pada Hidrokuinon

Hidrokuinon merupakan senyawa fenolik yang dapat bereaksi dengan keasamannya maupun bereaksi dengan mengoksidasi gugus fenol oleh senyawa oksidator. Senyawa fenolik memiliki keasaman lebih rendah dibandingkan dengan asam karboksilat, namun lebih tinggi dibandingkan dengan alkohol maupun air, karena ion fenoksida merupakan resonansi yang stabil. Fenol akan diionisasi menjadi ion fenoksida pada pereaksian menggunakan NaOH. Namun, kebanyakan fenol tidak bereaksi dengan basa lemah seperti natrium bikarbonat karena keberadaannya dapat membentuk garam.



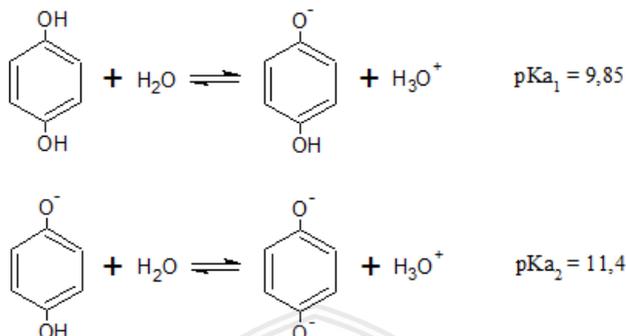
Gambar 2.2 : Reaksi fenolik akibat keasaman

Reaksi oksidasi dari fenol akan menghasilkan senyawa kompleks seperti hidrokuinon dan katekhol (o-dihidroksibenzen) [28]. Jika senyawa tersebut teroksidasi oleh oksidator lemah seperti Ag^+ dan Fe^{3+} , maka akan membentuk senyawa benzokuinon atau kuinon.



Gambar 2.3 : Reaksi oksidasi hidrokuinon menjadi kuinon

Hidrokuinon merupakan senyawa asam lemah bivalen yang mempunyai nilai pK_{a1} sebesar 9,85 dan pK_{a2} sebesar 11,4 dengan reaksi seperti **gambar 2.4** [26].



Gambar 2.4 : Reaksi kesetimbangan hidrokuinon dalam air

2.3.5 Metode Penentuan Hidrokuinon

Beberapa metode untuk menentukan kadar hidrokuinon telah diterapkan, seperti secara spektrofotometri UV-Vis, secara titrimetri dengan serium (IV) sulfat, dan secara *high performance liquid chromatography* (HPLC) dengan pereaksi KMnO_4 [10, 17, 18]. Selain itu juga telah dilakukan metode kromatografi lapis tipis (KLT), *micellarelectrokinetic chromatography* (MEKC), dan *capillary electrochromatography* (CEC) [19].

Penentuan kadar hidrokuinon yang dilakukan oleh Irnawati (2016) dengan pelarut metanol menggunakan metode spektrofotometri UV menghasilkan % *recovery* sebesar 97-101% pada uji 3 konsentrasi berbeda, yakni 10 ppm, 25 ppm, dan 50 ppm. Uji presisi menunjukkan nilai RSD sebesar 0,082% dan spesifitas menggunakan senyawa teofilin menunjukkan bahwa metode tidak spesifik untuk sampel hidrokuinon [10].

Penggunaan KMnO_4 sebagai oksidator yang dapat mengoksidasi hidrokuinon menjadi benzokuinon pada metode HPLC merupakan metode reaksi reduksi oksidasi yang cukup menjanjikan. Limit deteksi yang rendah akan mempermudah penentuan kadar hidrokuinon dan memungkinkan dilakukan dengan metode lainnya [16].

2.4 Kromium

Kromium (Cr) merupakan unsur golongan VI B pada tabel periodik yang termasuk dalam golongan logam transisi. Unsur ini memiliki berat atom sebesar 52 g/mol, densitas sebesar 7,19 g/cm³, titik didih 2944 K, dan titik lebur 2180 K. Kromium mudah larut dalam akuades dan sukar larut dalam asam nitrat dan akuaregia. Pada keadaan oksidasi, kromium dapat ditemukan dengan bilangan oksidasi antara Cr²⁻ hingga Cr⁶⁺, namun ion krom yang umum ditemui adalah Cr⁰, Cr²⁺, Cr³⁺, dan Cr⁶⁺ [20].

Kromium heksavalen (Cr⁶⁺) termasuk dalam oksidator kuat pada suasana asam dengan nilai potensial reduksi standar sebesar +1,33 V. Ion ini dapat diperoleh pada berbagai senyawa, seperti kromium heksafluorida, natrium kromat, kalium kromat, maupun kalium dikromat. Reaksi reduksi Cr⁶⁺ menjadi Cr³⁺ sesuai dengan reaksi (2.1) [20].



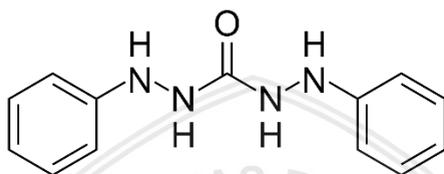
Seluruh kromium heksavalen, kecuali kromium heksafluorida merupakan senyawa yang mengandung ligan okso (*oxo-compound*). Kromium heksavalen relatif lebih stabil di dalam air, sementara kromium trivalen dapat berikatan pada partikulat organik di dalam air [20].

2.5 Kompleks Cr(VI)-Diphenylcarbazide

Diphenylcarbazide (DPC) merupakan pengompleks sukar larut dalam air dan larut dalam aseton atau etanol. DPC memiliki rumus molekul C₁₃H₁₄N₄O dengan berat molekul 242,28 g/mol dan selektif terhadap kromium heksavalen. DPC merupakan ligan bidentat yang dapat mendonorkan 2 pasang elektron kepada logamnya dan biasa digunakan untuk menentukan kadar kromium heksavalen dengan membentuk kompleks.

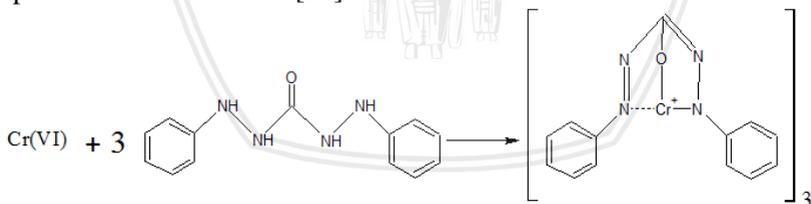
Berdasarkan hasil penelitian Pelaum dan Lester pada tahun 1956, pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC dapat terjadi pada pH 1 hingga 1,4 dan dapat bereaksi dengan beberapa ion logam lain seperti Cu, Hg,

dan Ni yang akan membentuk warna ungu. Namun, pembentukan kompleks dengan ion logam selain kromium heksavalen sangat tidak stabil pada kondisi asam. Senyawa ini berperan sebagai ligan yang akan mendonorkan dua atom donor saat pembentukan ikatan senyawa kompleks. Selain itu, dapat pula berperan sebagai akseptor π yang baik pada ikatan rangkap dan atom N yang sangat elektronegatif sehingga DPC cenderung stabil. Keberadaan pasangan elektron bebas yang memungkinkan terjadinya ikatan dengan atom pusat sehingga bersifat pula sebagai donor σ [8].



Gambar 2.5 : Struktur 1,5-diphenylcarbazide

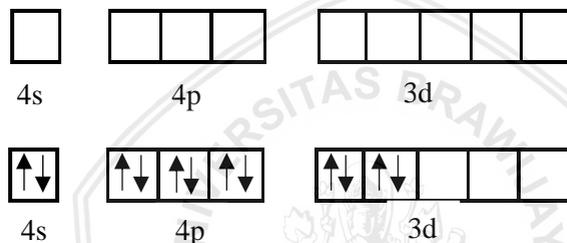
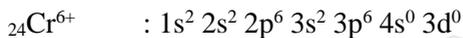
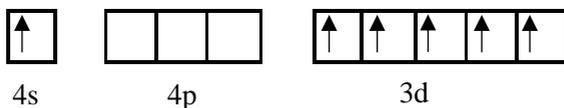
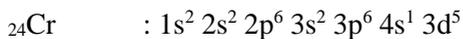
Kompleks Cr(VI)-DPC merupakan kompleks yang dapat terbentuk hanya pada kondisi asam sehingga pada kondisi basa kompleks ini tidak mungkin terjadi. Pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC akan membentuk warna ungu kemerahan dengan panjang gelombang maksimum kompleks berada pada rentang 530-540 nm yang dapat ditentukan melalui pengukuran menggunakan spektrofotometer visibel [32].



Gambar 2.6 : Reaksi pembentukan kompleks Cr(VI) - DPC

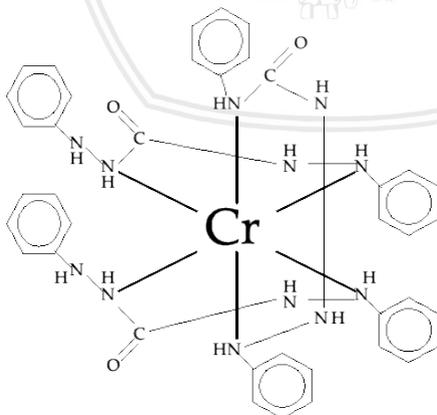
Perbandingan mol dari DPC dan kromium (VI) minimum agar dapat bereaksi secara sempurna yakni pada perbandingan 8:1. Reaksi ini akibat hibridisasi orbital d^0 pada atom Cr sehingga saat direaksikan dengan DPC yang termasuk akseptor π akan membentuk senyawa kompleks yang stabil. Selain itu, kestabilan kompleks ini didukung pula oleh jari-jari atom Cr sebagai atom pusat yang besar, ligan DPC

merupakan ligan besar, dan muatan dari atom pusat yang besar yang menyebabkan gaya tarik elektrostatik antara atom pusat dan ligan. Hal lain yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks ini meliputi waktu distribusi, lama *shaking*, tingkat keasaman, dan konsentrasi dari pereaksi serta pengompleks yang ditambahkan [31].



Gambar 2.7 : Hibridisasi kompleks Cr(VI)-DPC

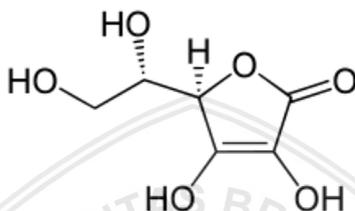
Orbital kosong pada Cr(VI) diisi oleh 6 pasang elektron dari 3 DPC sehingga terbentuk kompleks Cr(VI)-DPC dengan hibridisasi d^2sp^3 dan geometri molekul oktahedral.



Gambar 2.8 : Model kompleks Cr(VI)-DPC

2.6 Vitamin C (Asam Askorbat)

Vitamin C atau asam L-askorbat ($C_6H_8O_6$) merupakan agen pereduksi yang larut dalam air. Pada kondisi kering, vitamin C cukup stabil tetapi pada keadaan larut, vitamin C mudah rusak dikarenakan proses oksidasi khususnya oleh panas, cahaya, dan logam. Vitamin C memiliki berat molekul 176,12 g/mol dan densitas 1,65 g/cm³. Nilai potensial oksidasi sebesar 0,116 V cukup membuat vitamin C mudah teroksidasi menjadi oksidannya dengan mendonorkan 2 H⁺ dari karbon nomor 2 dan 3.



Gambar 2.9 : Struktur asam L-askorbat

Vitamin C berperan sebagai katalis pada reaksi-reaksi kimia yang terjadi di dalam tubuh manusia, sebagai antioksidan, penjaga stabilitas metabolisme tubuh, dan memiliki peran penting pada kulit. Peranan vitamin C pada kulit yakni dapat menyembuhkan luka, menghambat hiperpigmentasi, dan mencegah kanker kulit. Hal ini membuat vitamin C menjadi bahan yang cukup banyak digunakan pada kosmetik. Pada penyembuhan luka, vitamin C berperan dalam membantu pembentukan kolagen dan elastin dengan cara mengaktifkan enzim prolin dan lisin hidroksilase dari prekursor sehingga dapat menutup luka lebih cepat [36].

2.7 Timbal (Pb)

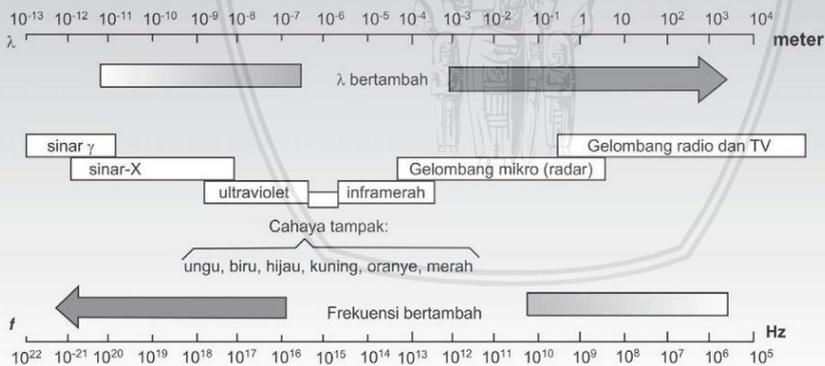
Timbal atau Pb merupakan jenis logam berat yang memiliki titik lebur rendah, mudah dibentuk, memiliki warna abu-abu kebiruan, dan bertekstur lunak. Timbal memiliki titik leleh sebesar 1740 oC dengan berat jenis sebesar 11,314 g/cm³ dan merupakan logam berat yang sangat berbahaya dikarenakan bersifat karsinogenik, sukar terurai, dapat menyebabkan mutasi genetik, dan memiliki toksisitas yang stabil. Penggunaan timbal biasanya berkuat pada industri ataupun semi-industri seperti bahan baku baterai, pipa, produk

perunggu, pigmen pada cat serta peralatan militer. Namun, terkadang timbal ditemukan pada kosmetik akibat kontaminasi dari penggunaan bahan baku atau pigmen yang mengandung timbal. Timbal biasa ditemukan pada kosmetik pewarna rambut, lipstick, eyeliner, dan krim rambut [37].

2.8 Spektrofotometri Sinar Tampak

2.8.1 Definisi Spektrofotometri Sinar Tampak

Spektrofotometri sinar tampak merupakan suatu metode penentuan panjang gelombang dan intensitas sinar tampak menggunakan instrumen spektrofotometer [9]. Metode ini didasarkan pada sinar tampak yang dapat mempromosikan elektron pada kulit terluar menuju tingkat energi yang lebih tinggi. Spektrofotometri sinar tampak dapat dipadukan dengan sinar ultraviolet (spektrofotometri UV-Vis) untuk pengukuran molekul dan ion anorganik atau kompleks di dalam larutan. Sinar ultraviolet berada pada panjang gelombang 200-400 nm, sementara sinar tampak berada pada panjang gelombang 400-800 nm [22]. Daerah panjang gelombang sinar elektromagnetik dapat dilihat pada **gambar 2.10** [18].



Gambar 2.10 :Daerah panjang gelombang sinar elektromagnetik

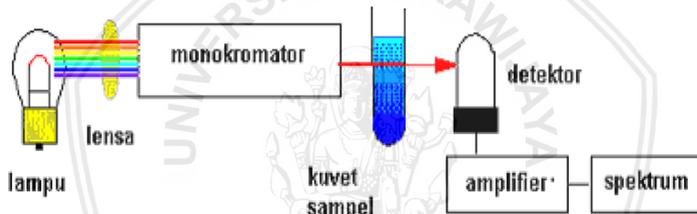
2.8.2 Mekanisme Spektrofotometer Sinar Tampak

Sumber cahaya yang diberikan pada proses deteksi dengan alat spektrofotometer digunakan lampu hidrogen atau deuterium untuk pengukuran sinar ultraviolet, dan lampu tungsten untuk pengukuran

sinar tampak. Panjang gelombang yang dipancarkan sumber cahaya akan dipisah oleh *wavelength separator* berupa prisma atau monokromator. Spektrum yang diperoleh merupakan proses *scanning* oleh *wavelength separator*, sedangkan pada pengukuran kuantitatif dapat dilakukan dengan spektrum pada panjang gelombang tertentu [22].

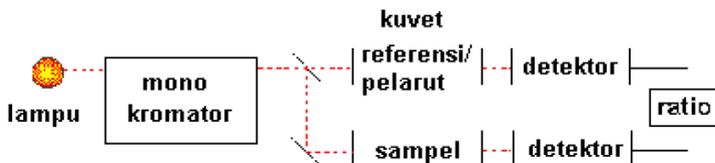
2.8.3 Jenis Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis memiliki 2 jenis sumber cahaya, yakni sumber cahaya tunggal (*single beam*) dan sumber cahaya ganda (*double beam*). Pada sumber cahaya tunggal, sinyal pelarut dihilangkan terlebih dahulu dengan mengukur pelarut tanpa sampel (blanko), setelah itu larutan sampel diukur. Skema alat spektrofotometer UV-Vis *single beam* dapat dilihat pada **gambar 2.11**.



Gambar 2.11 : Skema alat spektrofotometer UV-Vis *single beam*

Pada spektrofotometer UV-Vis *double beam*, larutan sampel dan pelarut dapat dideteksi secara bersamaan dengan pelarut yang tidak mengandung sampel (blanko). Alat ini lebih efektif penggunaannya dan dapat memberikan hasil yang optimal [22]. Skema alat spektrofotometer UV-Vis *double beam* dapat dilihat pada **gambar 2.12**.



Gambar 2.12 : Skema alat spektrofotometer UV-Vis *double beam*

2.9 Hukum Lambert-Beer

2.9.1 Definisi Hukum Lambert-Beer

Hukum Lambert-Beer merupakan hubungan garis lurus antara absorbansi dengan konsentrasi larutan. Hukum ini memiliki persamaan:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C \text{ atau } A = a \cdot b \cdot C$$

dengan penjelasan bahwa A merupakan absorbansi/ nilai serapan, ϵ merupakan koefisien ekstingsi molar ($M^{-1} \text{ cm}^{-1}$), a merupakan absorptivitas ($L \text{ gr}^{-1} \text{ cm}^{-1}$), b merupakan tebal kuvet (cm), dan C merupakan konsentrasi larutan (M).

Koefisien ekstingsi molar atau absorptivitas molar dan absorptivitas merupakan suatu konstanta dan nilai spesifik yang dimiliki oleh suatu zat dan panjang gelombang tertentu. Pada spektrofotometri, larutan yang dapat di lihat oleh mata (warna komplementer) berbeda dengan warna yang diserap oleh alat pada panjang gelombang tertentu.

Pada penelitian ini, diperoleh penurunan absorbansi seiring bertambahnya konsentrasi sampel yang digunakan, sehingga dilakukan pembuatan kurva standar selisih absorbansi terhadap konsentrasi standar. Penentuan konsentrasi sampel dengan kurva selisih absorbansi terhadap konsentrasi telah dilakukan oleh Chi dkk pada tahun 2009 untuk menentukan kadar furfural dan hidroksimetil furfural (HMF) dari biomassa pada kondisi asam. Konsentrasi furfural dan HMF diperoleh seiring penurunan absorbansi yang terukur menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Agar tetap memenuhi hukum Lambert-Beer, maka diplot kurva selisih absorbansi terhadap konsentrasi furfural dan HMF. Konsentrasi kedua senyawa tersebut ditentukan dari selisih absorbansi yang terhitung [34].

2.9.2 Limitasi Hukum Lambert-Beer

Keterbatasan pada Hukum Lambert-Beer dikarenakan sifat kimia dan faktor instrumen yang digunakan sehingga diperoleh hasil yang tidak linier pada pembentukan kurva kalibrasi. Hal ini disebabkan oleh banyak faktor, antara lain deviasi koefisien ekstingsi pada konsentrasi tinggi ($>0,01 \text{ M}$), hamburan cahaya karena adanya

partikel dalam sampel, fluoresensi atau forforesensi sampel, berubahnya indeks bias pada konsentrasi tinggi, pergeseran kesetimbangan kimia, radiasi non-monokromatik, dan kehilangan cahaya.

Jika pada penentuan konsentrasi tidak diketahui koefisien ekstingsi molar larutan, maka dapat diketahui konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi absorbansi dengan konsentrasi dari larutan standar yang dibuat. Sehingga dapat diketahui persamaan garis lurus dari kurva kalibrasi tersebut [22].

2.10 Validasi Metode

Metode yang sebelumnya tidak pernah diteliti oleh orang lain sebaiknya dilakukan beberapa uji sebagai langkah untuk memastikan metode yang digunakan telah valid dan dapat dijadikan acuan. Langkah untuk memastikan sebuah metode sekurang-kurangnya dilakukan dengan 3 uji, yakni uji linieritas, tingkat presisi, dan akurasi [10].

Linieritas merupakan kemampuan dari suatu metode analisis yang dapat memberikan respon secara langsung dengan bantuan persamaan matematis yang proporsional terhadap konsentrasi analit pada sampel sehingga diperoleh kisaran konsentrasi yang dapat terukur oleh metode tersebut yang ditentukan berdasarkan kelinieran pada grafik perbandingan konsentrasi dengan absorbansi. Uji presisi dilakukan dengan pengulangan metode yang telah ditentukan sekurang-kurangnya 3 kali sebagai data penentuan standar deviasi atau kesalahan relatif yang terjadi pada pengukuran. Sementara uji akurasi atau uji validasi dilakukan dengan mengukur absorbansi sampel, dan beberapa penambahan larutan standar hidrokuinon yang diukur sehingga diperoleh derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sesungguhnya yang dinyatakan sebagai persen *recovery* [10]. Selain itu, terdapat uji selektivitas untuk mengetahui perubahan atau pergeseran panjang gelombang hidrokuinon terhadap akibat penambahan variasi konsentrasi senyawa pengotor sebagai senyawa

yang dapat mengganggu pengukuran dengan metode spektrofotometri [10].

Proses untuk menentukan tingkat validitas metode dapat pula melalui penentuan batas deteksi dan batas kuantifikasi. Batas deteksi atau *limit of detection* (LOD) merupakan jumlah terkecil dari analit pada sampel yang dapat dideteksi namun tidak dapat terukur secara signifikan dan batas kuantifikasi atau *limit of quantification* (LOQ) merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat terukur secara presisi [10].



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2019 hingga April 2019.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi botol sampel, neraca analitik Mattler Toledo, gelas kimia 250 mL, labu ukur (10 mL dan 100 mL), tabung reaksi, gelas arloji, pengaduk gelas, pipet volume 10 mL, pipet ukur (1 mL dan 10 mL), kuvet Hellma QS 10.00, dan spektrofotometer UV-Vis *Genesys 10s*.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini merupakan bahan kimia pro-analisis (p.a) yakni hidrokuinon (*Sigma-Aldrich*), $K_2Cr_2O_7$ (*Merck*), *diphenylcarbazine* ($C_{13}H_{14}N_4O$, *Merck*), aseton (*AR*), H_2SO_4 (*Merck*), asam askorbat/ vitamin C ($C_6H_8O_6$, *Merck*), $Pb(NO_3)_2$ (*Merck*), dan akuades serta 2 macam sampel krim penghilang flek hitam.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan, antara lain:

1. Pengumpulan alat dan bahan
2. Preparasi Bahan
 - a. Pembuatan larutan stok hidrokuinon 100 ppm
 - b. Pembuatan larutan stok $K_2Cr_2O_7$ 100 ppm
 - c. Pembuatan larutan H_2SO_4 1 M
 - d. Pembuatan larutan *diphenylcarbazine* (DPC) 0,25%
3. Penentuan kondisi optimum konsentrasi H_2SO_4
4. Penentuan kondisi optimum konsentrasi *diphenylcarbazine* (DPC)

5. Pembuatan kurva baku menggunakan larutan standar hidrokuinon
6. Uji selektivitas metode dengan penambahan konsentrasi vitamin C dan Pb^{2+} sebagai pengganggu
7. Preparasi sampel
8. Penentuan kadar hidrokuinon dalam sampel
9. Uji validitas metode dengan sampel krim penghilang flek hitam

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Bahan

3.4.1.1 Pembuatan Larutan Stok Hidrokuinon 100 ppm

Ditimbang padatan hidrokuinon sebanyak 0,01 g menggunakan gelas arloji pada neraca analitik. Kemudian dilarutkan dengan akuades pada gelas kimia 250 mL secukupnya hingga larut. Selanjutnya dipindahkan ke labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, lalu dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan stok hidrokuinon 100 ppm. Perolehan konsentrasi yang lebih rendah dilakukan pengenceran dengan volume tertentu untuk mencapai volume yang diinginkan.

3.4.1.2 Pembuatan Larutan Stok $K_2Cr_2O_7$ 100 ppm

Ditimbang padatan $K_2Cr_2O_7$ sebanyak 0,0283 g menggunakan gelas arloji pada neraca analitik. Kemudian ditambahkan sedikit akuades hingga larut. Selanjutnya dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan dihomogenkan dan dipindahkan ke dalam botol coklat 100 mL. Diperoleh larutan $K_2Cr_2O_7$ dengan konsentrasi 100 ppm dalam botol coklat 100 mL.

3.4.1.3 Pembuatan Larutan Stok $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm

Dipipet sebanyak 10 mL $K_2Cr_2O_7$ 100 ppm menggunakan pipet volume 10 mL. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm.

3.4.1.4 Pembuatan Larutan H_2SO_4 1 M

Dipipet sebanyak 5,5 mL H_2SO_4 18 M menggunakan pipet volume 10 mL. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL yang telah diisi akuades secukupnya dan setelah itu ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan H_2SO_4 1 M sebanyak 100 mL.

3.4.1.5 Pembuatan Larutan *Diphenylcarbazide* 0,25%

Ditimbang padatan DPC sebanyak 0,25 g menggunakan gelas arloji pada neraca analitik. Kemudian ditambahkan 50 mL aseton dan diaduk hingga larut. Ditambahkan 50 mL akuades dan dipindahkan ke botol coklat sembari dikocok. Diperoleh larutan DPC dengan konsentrasi 0,25% dalam botol coklat 100 mL.

3.4.2 Penentuan Kondisi Optimum

3.4.2.1 Optimasi Konsentrasi H_2SO_4

Optimasi konsentrasi H_2SO_4 dilakukan dengan cara memvariasikan konsentrasi 0,02 M; 0,05 M; 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M. Digunakan konsentrasi $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ optimum sebesar 1 ppm, konsentrasi hidrokuinon sebesar 0,4 ppm, konsentrasi DPC sebesar 0,005% dan pengukuran absorbansi dilakukan pada waktu optimum selama 5 menit.

Disiapkan 1 buah tabung reaksi dan diisi dengan 9,6 mL akuades, 0,2 mL H_2SO_4 1 M, dan 0,2 mL DPC 0,25% sebagai larutan blanko dengan volume total 10 mL. Selanjutnya, disiapkan labu ukur 10 mL dan dipipet 1 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 10 ppm, 0,2 mL H_2SO_4 1 M, 0,4 hidrokuinon 10 ppm, dan 0,2 mL DPC 0,25%. Diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dihomogenkan. Setelah itu diukur absorbansi setelah 5 menit waktu reaksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis Genesys 10s pada λ sebesar 542 nm. Penambahan volume H_2SO_4 pada konsentrasi 0,05 M; 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M secara berurutan yakni 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; dan 3 mL. Selanjutnya dilakukan prosedur yang sama seperti sebelumnya dengan penambahan H_2SO_4 yang sama pada blanko.

3.4.2.2 Optimasi Konsentrasi *Diphenylcarbazide*

Optimasi konsentrasi DPC dilakukan dengan cara memvariasikan konsentrasi 0,005%; 0,0125%; 0,025%; 0,0375%; dan 0,0625%. Digunakan konsentrasi $K_2Cr_2O_7$ optimum sebesar 1 ppm, konsentrasi H_2SO_4 sesuai kondisi optimum, konsentrasi hidrokuinon sebesar 0,4 ppm, konsentrasi DPC sebesar 0,015% dan pengukuran absorbansi dilakukan pada waktu optimum selama 5 menit.

Disiapkan 1 buah tabung reaksi dan diisi dengan H_2SO_4 kondisi optimum, 0,2 mL DPC 0,25%, dan ditambahkan akuades hingga volume total 10 mL sebagai blanko. Selanjutnya, disiapkan labu ukur 10 mL dan dipipet 1 mL $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm, H_2SO_4 sesuai kondisi optimum, 0,4 hidrokuinon 10 ppm, dan 0,2 mL DPC 0,25%. Diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dihomogenkan. Setelah itu diukur absorbansi setelah 5 menit waktu reaksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys 10s* pada λ sebesar 542 nm. Penambahan volume DPC pada konsentrasi 0,0125%; 0,025%; 0,0375%; dan 0,0625% secara berurutan yakni 0,5 mL; 1 mL; 1,5 mL; dan 2,5 mL. Selanjutnya dilakukan prosedur yang sama seperti sebelumnya dengan penambahan DPC yang sama pada blanko.

3.4.3 Pembuatan Kurva Baku

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi hidrokuinon menggunakan waktu, konsentrasi $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 , dan konsentrasi DPC pada kondisi optimum. Konsentrasi hidrokuinon yang digunakan adalah 0,2; 0,5; 1; 1,5; dan 2 ppm.

Disiapkan blanko untuk pengukuran yang berisikan akuades, H_2SO_4 , dan DPC kondisi optimum dengan volume total 10 mL. disiapkan labu ukur 10 mL dan dipipet 1 mL $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm, H_2SO_4 sesuai kondisi optimum, 0,2 hidrokuinon 10 ppm, dan DPC sesuai kondisi optimum. Diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dihomogenkan. Setelah itu diukur absorbansi setelah 5 menit waktu reaksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys 10s* pada λ sebesar 542 nm. Perlakuan yang sama dilakukan pada variasi konsentrasi hidrokuinon lainnya dengan penambahan volume sesuai pada **lampiran B.1.3** untuk diketahui linieritas dari metode terhadap

penambahan konsentrasi hidrokuinon. Hasil absorbansi yang diperoleh diplot atau dibuat hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi sehingga nilai persamaan ($Y = aX + b$) dan R^2 (koefisien korelasi) dapat diketahui.

3.4.4 Preparasi Sampel

Sampel krim penghilang flek hitam ditimbang sebanyak 0,01 g dengan neraca analitik dan dilarutkan dengan akuades secukupnya. Kemudian disaring kertas saring dan filtrat disaring kembali menggunakan *syringe filter*. Filtrat dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

3.4.5 Penentuan Kadar Hidrokuinon dalam Sampel

Konsentrasi hidrokuinon pada sampel krim jerawat dapat dihitung melalui persamaan garis $Y = aX + b$ yang diperoleh dari kurva baku konsentrasi hidrokuinon dengan absorbansi. Konsentrasi hidrokuinon pada sampel dapat diperoleh dari perhitungan nilai X dengan absorbansi hasil pengukuran sampel krim penghilang flek hitam.

3.4.6 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Vitamin C dan Pb^{2+} sebagai Pengganggu

Dilakukan pembuatan larutan vitamin C dan Pb^{2+} 100 ppm. Pembuatan larutan ini dilakukan dengan penimbangan sebanyak 0,01 g vitamin C dan 0,016 g Pb^{2+} dari senyawa $PbNO_3$ yang diencerkan masing-masing dalam 100 mL menggunakan pelarut akuades di dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya diencerkan 10 kali hingga konsentrasi larutan 10 ppm.

Uji selektivitas dilakukan dengan pengukuran hidrokuinon standar tanpa penambahan pengganggu dan dibandingkan dengan hidrokuinon standar yang ditambahkan pengganggu. Dibuat perbandingan konsentrasi hidrokuinon standar dan konsentrasi vitamin C dengan perbandingan sebesar 1:1, 1:2, 1:5, dan 1:10. Perlakuan yang sama dilakukan untuk pengganggu Pb^{2+} .

repository.ub.ac.id

Disiapkan blanko untuk pengukuran yang berisikan akuades, H_2SO_4 , dan DPC kondisi optimum dengan volume total 10 mL. disiapkan labu ukur 10 mL dan dipipet 1 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 10 ppm, H_2SO_4 sesuai kondisi optimum, 0,5 mL hidrokuinon 10 ppm, 0,5 mL vitamin C 10 ppm, dan DPC sesuai kondisi optimum. Diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dihomogenkan. Setelah itu diukur absorbansi setelah 5 menit waktu reaksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys* 10s pada λ sebesar 542 nm dan dilakukan secara triplo. Perlakuan yang sama dilakukan untuk perbandingan konsentrasi 1:2, 1:5, dan 1:10.

3.4.7 Uji Validitas

Uji validitas ini digunakan metode adisi standar, yakni hidrokuinon yang terdapat pada krim penghilang flek hitam akan diukur absorbansinya menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak untuk diketahui konsentrasi hidrokuinon yang terkandung di dalamnya. Setelah itu, dilakukan penambahan hidrokuinon standar 0,2 ppm dan 0,4 ppm pada larutan sampel. Kemudian diukur kembali menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak sehingga nilai *recovery* dapat dihitung.

Disiapkan blanko untuk pengukuran yang berisikan akuades, H_2SO_4 , dan DPC kondisi optimum dengan volume total 10 mL. disiapkan labu ukur 10 mL dan dipipet 1 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 10 ppm, H_2SO_4 sesuai kondisi optimum, 1 mL sampel, 0,2 mL hidrokuinon 10 ppm, dan DPC sesuai kondisi optimum. Diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dihomogenkan. Setelah itu diukur absorbansi setelah 5 menit waktu reaksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys* 10s pada λ sebesar 542 nm dan dilakukan secara triplo. Perlakuan yang sama dilakukan untuk penambahan konsentrasi 0,4 ppm hidrokuinon standar.

3.4.8 Analisis Data

3.4.8.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi

Pembuatan kurva baku standar dengan variasi konsentrasi hidrokuinon digunakan untuk menentukan kadar hidrokuinon yang terkandung di dalam sampel. Kadar hidrokuinon dalam sampel diperoleh dengan cara regresi linier sederhana menggunakan persamaan (3.1).

$$y = ax + b \quad (3.1)$$

Setelah dilakukan pengukuran dan diperoleh absorbansi sebagai nilai y serta *slope* (a) dan intersep (b) yang masing-masing diperoleh dari persamaan (3.2) dan persamaan (3.3).

$$a = \frac{n(\Sigma XY) - (\Sigma X)(\Sigma Y)}{n(\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2} \quad (3.2)$$

$$b = \frac{(\Sigma Y)(\Sigma X^2) - (\Sigma X)(\Sigma XY)}{n(\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2} \quad (3.3)$$

Ketepatan nilai regresi linier pada masing-masing titik koordinat pada kurva dapat diketahui dengan koefisien korelasi yang menunjukkan angka 1 untuk menyatakan kurva linier sempurna. Koefisien korelasi dapat ditentukan melalui persamaan (3.4).

$$r^2 = \frac{n(\Sigma XY) - (\Sigma X)(\Sigma Y)}{\sqrt{[n(\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2][n(\Sigma Y^2) - (\Sigma Y)^2]}} \quad (3.4)$$

3.4.8.2 Perhitungan Standar Deviasi (SD)

Standar deviasi (SD) dan standar deviasi relatif (RSD) digunakan untuk menentukan ketelitian data absorbansi yang diperoleh pada uji selektivitas dan uji validitas agar diketahui kedekatan hasil dari pengulangan yang dilakukan. Penentuan SD dan RSD dapat melalui persamaan (3.5) dan persamaan (3.6).

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_i^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (3.5)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3.6)$$

Dimana, N merupakan jumlah pengulangan yang dilakukan, x merupakan nilai konsentrasi yang diperoleh, dan \bar{x} merupakan rata-rata nilai konsentrasi.

3.4.8.3 Uji t

Uji t atau uji parsial merupakan salah satu uji statistika untuk mengetahui pengaruh dari variabel bebas masing-masing terhadap variabel terikatnya. Pada penelitian ini, variabel bebas yang digunakan adalah penambahan konsentrasi vitamin C dan Pb^{2+} sebagai pengganggu yang diduga dapat mempengaruhi variabel terikat yaitu konsentrasi hidrokuinon. Pada uji t, ditentukan nilai t hitung melalui persamaan (3.7), yang kemudian dibandingkan dengan nilai t tabel dengan tingkat kepercayaan 95%.

$$t_{hitung} = \frac{\bar{x} - \mu}{SD/\sqrt{n}} \quad (3.7)$$

Nilai μ merupakan data konsentrasi variable terikat, \bar{x} merupakan rata-rata konsentrasi setelah penambahan variable bebas, dan n merupakan jumlah pengulangan yang dilakukan. Nilai t hitung lebih rendah dibandingkan dengan t tabel 5% maka hasil disimpulkan tidak beda secara signifikan, sedangkan jika nilai t hitung lebih tinggi dibandingkan dengan t tabel 5% maka hasil disimpulkan beda secara signifikan.

3.4.8.4 Perhitungan LOD dan LOQ

Perhitungan LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan persamaan (3.8) dan (3.9)

$$A_{LOD} = (3 \times S_B) + A_B \quad (3.8)$$

$$A_{LOQ} = (10 \times S_B) + A_B \quad (3.9)$$

dimana, S_B merupakan simpangan baku atau standar deviasi dari pengukuran larutan blanko dan A_B merupakan nilai absorbansi rata-rata yang diperoleh dari pengukuran blanko. Nilai A_{LOD} dan A_{LOQ} yang diperoleh selanjutnya disubstitusi pada persamaan kurva linieritas $y = 0,2293x + 0,0362$ sebagai nilai absorbansi sehingga diperoleh konsentrasi minimum yang dapat terdeteksi dan terkuantifikasi.

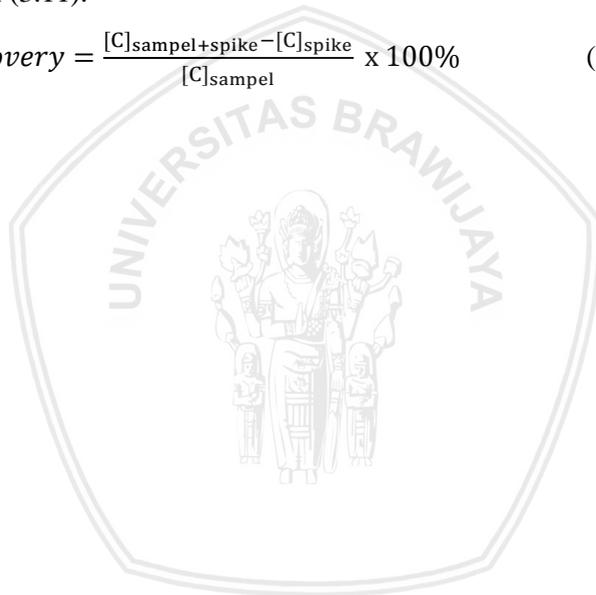
3.4.8.5 Perhitungan % Kesalahan dan % *Recovery*

Perhitungan % kesalahan dilakukan untuk mengetahui seberapa besar penyimpangan konsentrasi hidrokuinon dalam larutan dengan penambahan senyawa pengganggu dari konsentrasi standarnya. Nilai % kesalahan dapat diperoleh dengan persamaan (3.10).

$$\% \text{ kesalahan} = \left| \frac{[C]_{\text{standar+spike}} - [C]_{\text{standar}}}{[C]_{\text{standar}}} \right| \times 100\% \quad (3.10)$$

Perhitungan % *recovery* dilakukan untuk mengetahui perolehan kembali kadar hidrokuinon dalam sampel terhadap penambahan hidrokuinon standar. Nilai % *recovery* dapat diperoleh dengan persamaan (3.11).

$$\% \text{ recovery} = \frac{[C]_{\text{sampel+spike}} - [C]_{\text{spike}}}{[C]_{\text{sampel}}} \times 100\% \quad (3.11)$$

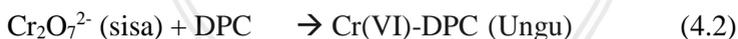
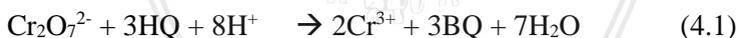




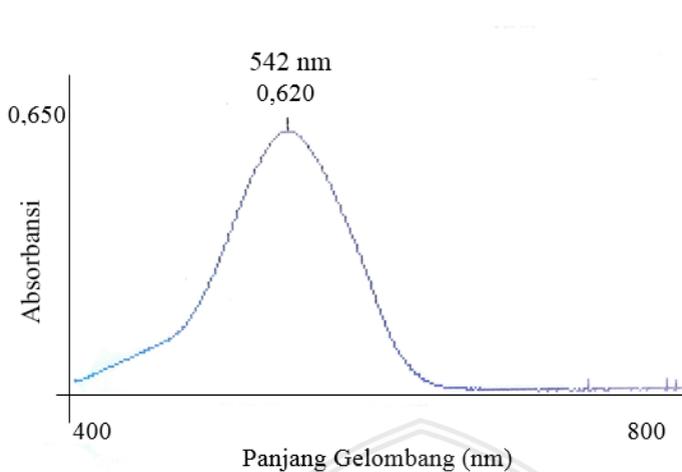
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini mempelajari optimasi kimiawi yakni konsentrasi H_2SO_4 dan konsentrasi *diphenylcarbazine* (DPC) terhadap pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC. Mempelajari pula pengaruh penambahan pengganggu vitamin C dan Pb^{2+} terhadap pengukuran kadar hidrokuinon (HQ) menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak melalui pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC sehingga dapat diketahui tingkat selektivitas metode. Selain itu, penelitian ini juga menentukan tingkat validitas metode penentuan hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam melalui metode adisi standar.

Metode penentuan kadar hidrokuinon ini didasarkan pada reaksi tidak langsung dari penurunan absorbansi senyawa kompleks Cr(VI)-DPC akibat penambahan pereduksi hidrokuinon. Penambahan hidrokuinon mereduksi Cr^{6+} menjadi Cr^{3+} dan hidrokuinon akan teroksidasi menjadi benzokuinon (BQ) sebagaimana yang ditunjukkan pada reaksi (4.1). Sehingga, sisa dari Cr^{6+} yang tidak tereduksi akan membentuk kompleks sesuai reaksi (4.2) dan berkurang dengan bertambahnya konsentrasi hidrokuinon yang ditambahkan dalam larutan. Kadar hidrokuinon yang mereduksi Cr^{6+} dapat diketahui melalui selisih absorbansi terukur dari pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC.



Kompleks Cr(VI)-DPC hanya dapat bereaksi pada kondisi asam dan menghasilkan warna kompleks merah keunguan dengan panjang gelombang maksimum sebesar 542 nm sesuai pada **gambar 4.1**. Penentuan panjang gelombang maksimum ini dilakukan pada kondisi $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 ppm, H_2SO_4 0,05 M, dan DPC 0,01%.



Gambar 4.1 : Spektra Kompleks Cr(VI)-DPC

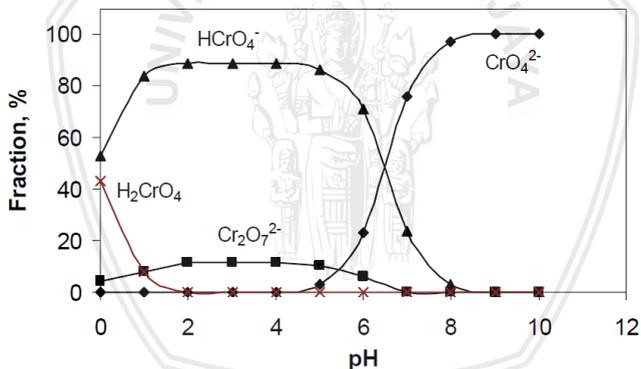
Panjang gelombang yang diperoleh sesuai dengan perkiraan warna komplemennya pada daerah visibel yang ditunjukkan pada **tabel 4.1** [35]. Panjang gelombang maksimum ini selanjutnya digunakan untuk seluruh pengukuran pada penelitian yang meliputi optimasi konsentrasi H_2SO_4 , optimasi konsentrasi DPC, uji linieritas, uji selektivitas, penentuan kadar hidrokuinon, dan uji validitas.

Tabel 4.1 : Perkiraan panjang gelombang dan warna pada daerah visibel

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400 – 435	Ungu	Hijau kuning
435 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Biru hijau	Oranye
490 – 500	Hijau biru	Merah
500 – 560	Hijau	Merah ungu
560 – 580	Hijau kuning	Ungu
580 – 595	Kuning	Biru
595 – 610	Oranye	Biru hijau
610 – 750	Merah	Hijau biru

4.1 Optimasi Konsentrasi H₂SO₄

Optimasi konsentrasi H₂SO₄ dilakukan untuk mengetahui pengaruh keasaman pada pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC. Pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC sangat dipengaruhi oleh tingkat keasaman pada larutan. Menurut Pelaum dan Lester (1956), kompleks Cr(VI)-DPC akan terbentuk pada larutan berada pada rentang pH 1-1,4 dan berdasarkan metode APHA (*American Public Health Association*) 3500 untuk penentuan Cr, kompleks Cr(VI)-DPC bereaksi secara optimal pada pH 1,6-2,2 sehingga pada kondisi terlalu asam maupun terlalu basa tidak dapat membentuk kompleks Cr(VI)-DPC secara sempurna [8, 33]. Selain itu, Cr(VI) dapat diperoleh dari berbagai senyawa yang bergantung pada pH larutan tersebut, yakni terdapat dalam spesies H₂CrO₄, HCrO₄⁻, CrO₄²⁻, dan Cr₂O₇²⁻, sehingga perlu dipastikan bahwa senyawa Cr(VI) yang terdapat pada larutan dalam bentuk Cr₂O₇²⁻ dengan optimasi tingkat keasaman. Distribusi spesies Cr(VI) dari variasi pH dapat dilihat pada **gambar 4.2** [30].

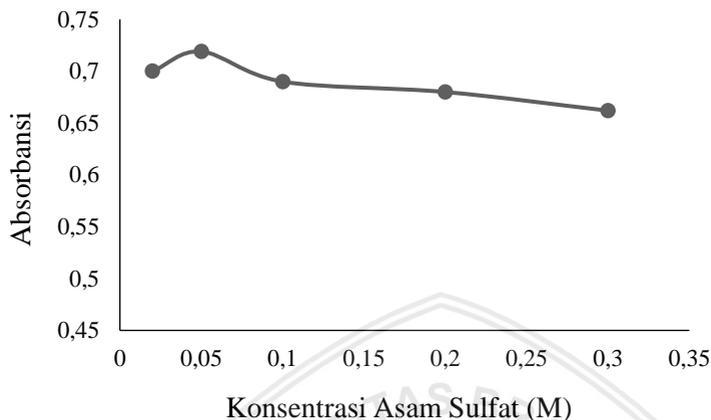


Gambar 4.2: Kurva distribusi kromium (VI) pada variasi pH

Reaksi kesetimbangan pada anion kromium heksavalen ditunjukkan oleh persamaan (4.3) hingga (4.5).



Nilai absorbansi yang diperoleh dari penambahan konsentrasi H_2SO_4 dapat dilihat pada **gambar 4.3** dengan grafik hubungan antara konsentrasi H_2SO_4 terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC.



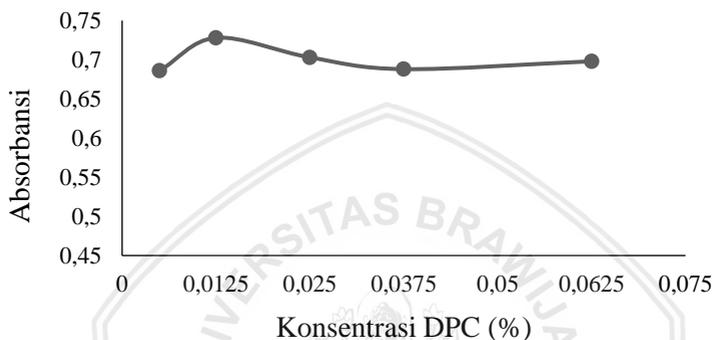
Gambar 4.3 : Kurva hubungan konsentrasi H_2SO_4 terhadap nilai absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

Konsentrasi H_2SO_4 optimum yang diperoleh didasarkan pada nilai absorbansi tertinggi. Hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys* menunjukkan pada konsentrasi 0,05 M merupakan konsentrasi optimum. Pengukuran pH pada larutan dengan konsentrasi H_2SO_4 0,05 M menggunakan indikator pH universal menunjukkan pH sebesar 2. Hal ini serupa dengan interval pH optimum dari APHA 3500-Cr yakni pada pH 1,6-2,2 [33]. Setelah konsentrasi optimum, pada grafik cenderung menurun yang disebabkan karena penambahan asam akan menyebabkan persebaran ion H^+ semakin banyak dan memungkinkan terjadi reaksi dengan atom N pada DPC yang memiliki elektron bebas. Reaksi tersebut dapat mengganggu pembentukan kompleks sehingga menurunkan nilai absorbansi yang terukur.

4.2 Optimasi Konsentrasi *Diphenylcarbazine*

Optimasi konsentrasi *diphenylcarbazine* (DPC) dilakukan untuk mengetahui seberapa banyak yang dibutuhkan untuk membentuk kompleks secara sempurna dengan Cr(VI).. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Wandoyo dkk pada tahun 2006, kompleks Cr(VI)-DPC memiliki perbandingan mol optimum untuk reaksi

pembentukan kompleks secara sempurna yakni DPC:Cr(VI) sebesar 8:1 atau $7,5 \times 10^{-6}$ mol untuk DPC dan $9,6 \times 10^{-7}$ mol untuk Cr(VI). Perbedaan perbandingan mol DPC dengan Cr(VI) pada literatur disebabkan oleh beberapa hal, yakni waktu distribusi, lama *shaking*, tingkat keasaman, dan konsentrasi pereaksi yang ditambahkan. Nilai absorbansi yang diperoleh dari variasi konsentrasi DPC dapat dilihat pada **gambar 4.4**.



Gambar 4.4 : Kurva hubungan konsentrasi DPC terhadap nilai absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

Konsentrasi DPC optimum yang diperoleh didasarkan pada nilai absorbansi tertinggi. Hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys* menunjukkan konsentrasi DPC optimum pada 0,0125% sehingga pada konsentrasi tersebut jumlah mol DPC tepat bereaksi dengan Cr(VI) 1 ppm. Berdasarkan perhitungan, jumlah mol DPC 0,0125% sebesar $5,2 \times 10^{-4}$ mol. Jumlah ini jauh lebih banyak jika dibandingkan dengan jumlah mol Cr(VI) 1 ppm yakni sebesar $9,6 \times 10^{-6}$ mol. Hal ini menunjukkan ketersediaan mol DPC dalam larutan telah cukup dan optimal pada konsentrasi tersebut. Konsentrasi setelah konsentrasi DPC optimum menunjukkan perbedaan yang tidak signifikan dikarenakan DPC telah seluruhnya bereaksi dengan Cr(VI) yang terdapat di dalam larutan.

4.3 Uji Selektivitas Terhadap Pengganggu

Uji Selektivitas merupakan salah satu tahap uji untuk mengetahui pengaruh dari senyawa atau ion yang ditambahkan kepada larutan uji terhadap perubahan absorbansi larutan uji terukur [10]. Pada penelitian ini, uji selektivitas dilakukan untuk mengetahui tingkat selektivitas dari metode penentuan kadar hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam melalui pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak. Senyawa pengganggu yang digunakan yakni vitamin C dan ion Pb^{2+} . Kedua senyawa tersebut umumnya terdapat pada krim penghilang flek hitam karena dibutuhkan untuk mendukung proses penghilangan flek hitam dengan menghambat pigmen.

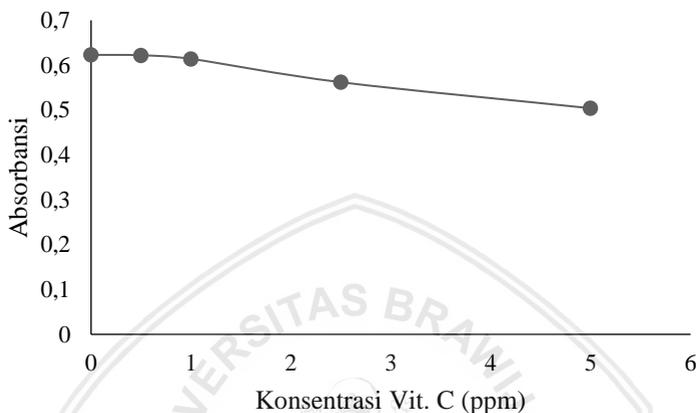
Tingkat selektivitas ditentukan melalui nilai % kesalahan yang diperoleh setelah penambahan pengganggu yang dibandingkan dengan tanpa ditambahkan pengganggu. Nilai % kesalahan yang mendekati 0% menunjukkan pengaruh yang minim dari penambahan senyawa pengganggu terhadap pembentukan kompleks dan pengukuran. Selain itu, dilakukan pula perhitungan uji t yang dilakukan untuk memastikan beda nyata dari tiap pengukuran yang memiliki nilai berdekatan.

4.3.1 Pengaruh Senyawa Asam Askorbat (Vitamin C)

Uji pengaruh senyawa vitamin C pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui tingkat selektivitas dari metode penentuan hidrokuinon dengan pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC. Penentuan pengaruh senyawa pengganggu terhadap analisis hidrokuinon dilakukan dengan penambahan senyawa pengganggu vitamin C kepada larutan yang mengandung hidrokuinon standar 0,5 ppm dengan konsentrasi 0,5 ppm (1:1); 1 ppm (1:2); 2,5 ppm (1:5); dan 5 ppm (1:10). Larutan lain yang digunakan, yakni $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 , dan DPC ditambahkan sesuai konsentrasi pada kondisi optimum dan diukur pada waktu optimum. Vitamin C memiliki sifat yang serupa dengan hidrokuinon, yakni dapat mereduksi Cr^{6+} menjadi Cr^{3+} karena memiliki potensial reduksi lebih rendah dibandingkan dengan potensial reduksi Cr(VI) menjadi Cr(III). Hal ini menyebabkan vitamin C dapat menurunkan absorbansi kompleks karena semakin

banyaknya Cr(VI) yang tereduksi meskipun hidrokuinon telah seluruhnya mereduksi Cr(VI).

Hasil pengukuran absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC dengan penambahan senyawa pengganggu vitamin C dapat dilihat pada **gambar 4.5**.



Gambar 4.5 : Kurva hubungan pengaruh penambahan vitamin C terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

Berdasarkan kurva di atas yang merupakan hasil rata-rata absorbansi dari tiga kali pengulangan terlihat jelas pengaruh vitamin C yang dapat menurunkan absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC pada konsentrasi 2,5 dan 5 ppm, namun pada konsentrasi 0,5 dan 1 ppm tidak terlihat jelas perbedaannya. Sebagai langkah untuk meyakinkan pengaruh penambahan konsentrasi senyawa vitamin C diperlukan uji statistika dengan menentukan % kesalahan yang menunjukkan penyimpangan konsentrasi setelah penambahan dibandingkan dengan tanpa penambahan vitamin C. Selanjutnya pengaruh beda nyata dari nilai konsentrasi dibuktikan dengan uji t untuk mengetahui perbedaan konsentrasi yang diperoleh dengan taraf nyata 5% dan % ketepatan lebih dari atau sama dengan 95%. Hasil yang diperoleh dari perhitungan % kesalahan ditunjukkan pada **tabel 4.2**.

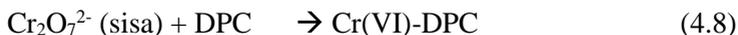
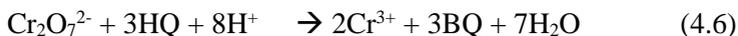
Tabel 4.2 : Pengaruh senyawa vitamin C terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

[HQ] (ppm)	[Vit. C] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terukur (ppm)	% kesalahan
0,5	0,0	0,623	$0,50 \pm 0,04$	0,0
	0,5	0,622	$0,51 \pm 0,05$	2,0
	1,0	0,614	$0,54 \pm 0,01$	8,0
	2,5	0,562	$0,78 \pm 0,03$	56,0
	5,0	0,504	$1,05 \pm 0,01$	110,0

Setelah dilakukan perhitungan % kesalahan, dapat diketahui bahwa pada penambahan vitamin C 0,5 ppm memiliki tingkat kesalahan kurang dari 5% sehingga pengaruh konsentrasi vitamin C 0,5 ppm tidak berpengaruh terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC yang terbentuk. Selain itu, nilai % ketepatan melebihi taraf nyata (α) yang digunakan, yakni 5% atau ketepatan lebih dari sama dengan 95%. Hal ini didukung pula oleh uji t yang menunjukkan bahwa nilai t hitung pada konsentrasi vitamin C 0,5 ppm sebesar 0,35 dan lebih rendah dibandingkan nilai t tabel yakni 2,92 sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan vitamin C pada konsentrasi 0,5 ppm tidak beda nyata terhadap kompleks Cr(VI)-DPC tanpa penambahan vitamin C. Sedangkan, pada penambahan vitamin C 1 ppm; 2,5 ppm; dan 5 ppm menunjukkan penurunan absorbansi kompleks yang cukup signifikan dibandingkan tanpa penambahan vitamin C dan % ketepatan yang diperoleh kurang dari 95% sehingga tidak memenuhi $\alpha = 5\%$. Hal ini dibuktikan oleh uji t yang menghasilkan nilai t hitung berturut-turut sebesar 9,53; 16,17; dan 95,26. Nilai tersebut lebih tinggi dibandingkan dengan nilai t tabel yakni 2,92.

Vitamin C sangat mengganggu terhadap metode penentuan kadar hidrokuinon melalui pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC karena vitamin C memiliki sifat reduktor yang cukup kuat dan akan bersaing atau melanjutkan reduksi Cr(VI) menjadi Cr(III) saat hidrokuinon telah habis bereaksi. Hal tersebut mengakibatkan semakin sedikitnya jumlah Cr(VI) yang tersedia sehingga kompleks Cr(VI)-DPC yang terbentuk semakin sedikit. Proses reaksi reduksi oksidasi dan

pembentukan kompleks pada larutan ditunjukkan pada reaksi (4.6) hingga (4.8).



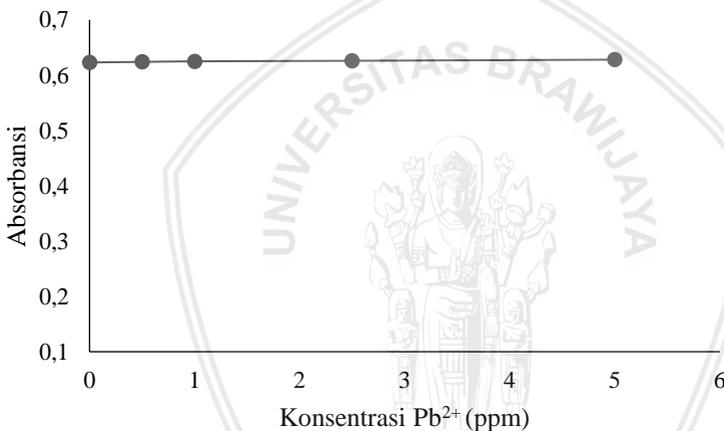
Nilai potensial sel reaksi Cr(VI) dengan vitamin C yakni 1,21 V, sementara nilai potensial sel reaksi Cr(VI) dengan HQ yakni 0,63 V. Nilai potensial sel reaksi Cr(VI) dengan vitamin C lebih besar jika dibandingkan dengan HQ sehingga reaksi yang lebih mudah terjadi adalah reaksi antara Cr(VI) dengan vitamin C. Setelah vitamin C habis teroksidasi, maka terjadi reduksi Cr(VI) oleh HQ. Hal ini menunjukkan bahwa keberadaan konsentrasi vitamin C terhadap metode ini sangat berpengaruh dan dapat mengganggu pengukuran kadar hidrokuinon.

4.3.2 Pengaruh Ion Pb^{2+}

Uji pengaruh ion Pb^{2+} pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui tingkat selektivitas dari metode penentuan hidrokuinon dengan pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC. Penentuan pengaruh senyawa pengganggu terhadap analisis hidrokuinon dilakukan dengan penambahan ion pengganggu Pb^{2+} kepada larutan yang mengandung hidrokuinon standar 0,5 ppm dengan konsentrasi 0,5 ppm (1:1); 1 ppm (1:2); 2,5 ppm (1:5); dan 5 ppm (1:10). Larutan lain yang digunakan, yakni $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, H_2SO_4 , dan DPC ditambahkan sesuai konsentrasi pada kondisi optimum dan diukur pada waktu optimum. Pb^{2+} merupakan ion yang umumnya terdapat pada krim penghilang flek hitam. Pemilihan Pb^{2+} sebagai ion pengganggu dikarenakan Pb^{2+} dapat mengganggu pengukuran absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC akibat pembentukan endapan PbSO_4 dengan nilai K_{sp} sebesar $2,53 \times 10^{-8}$. Reaksi pembentukan endapan PbSO_4 ditunjukkan pada reaksi (4.9) dan (4.10).



Reaksi pembentukan endapan ini menghasilkan kristal PbSO_4 berwarna putih yang tidak larut dan mengendap di dalam air. Keberadaan kristal ini dapat mengganggu pengukuran sehingga perlu dilakukan optimasi pengaruh ion Pb^{2+} terhadap kompleks Cr(VI)-DPC . Namun, pada kondisi sangat asam, endapan tersebut akan larut dan membentuk larutan $\text{Pb(HSO}_4)_2$. Selain itu, pada reaksi reduksi oksidasi Pb^{2+} hanya dapat terjadi pada kondisi basa, sedangkan reaksi reduksi oksidasi yang terjadi pada pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC berada pada kondisi asam sehingga tidak dapat terjadi reaksi reduksi oksidasi oleh Pb^{2+} . Hasil pengukuran absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC dengan penambahan senyawa pengganggu Pb^{2+} dapat dilihat pada **gambar 4.6**.



Gambar 4.6 : Kurva hubungan pengaruh penambahan Pb^{2+} terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

Berdasarkan kurva di atas yakni hasil rata-rata absorbansi dari tiga kali pengulangan terlihat tidak ada perubahan signifikan pengaruh penambahan Pb^{2+} yang terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC . Sebagai langkah untuk meyakinkan pengaruh penambahan konsentrasi Pb^{2+} diperlukan uji statistika dengan menentukan % kesalahan yang menunjukkan penyimpangan konsentrasi setelah penambahan dibandingkan dengan tanpa penambahan Pb^{2+} yang dilanjutkan dengan uji t untuk mengetahui perbedaan konsentrasi yang

diperoleh dengan taraf nyata 5% dengan % ketepatan lebih dari atau sama dengan 95%. Perbedaan absorbansi dengan selisih tidak signifikan dapat ditentukan beda nyata atau tidak dari perhitungan nilai t hitung yang lebih besar dibandingkan dengan t tabel 5%. Hasil yang diperoleh dari perhitungan % kesalahan ditunjukkan pada **tabel 4.3**.

Tabel 4.3 : Pengaruh ion Pb^{2+} terhadap absorbansi kompleks Cr(VI) DPC

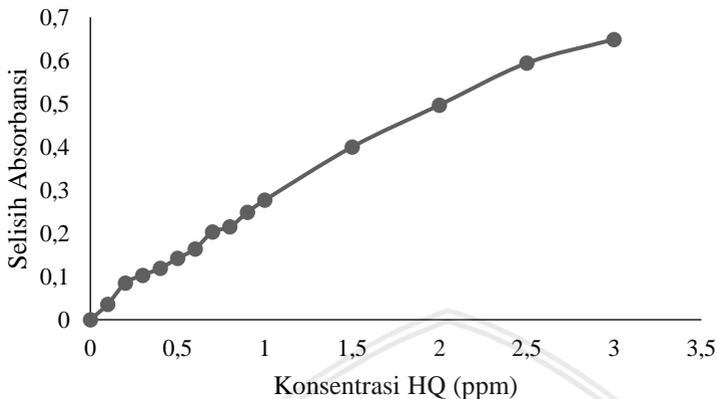
[HQ] (ppm)	[Pb^{2+}] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terukur (ppm)	% kesalahan
0,5	0,0	0,623	$0,50 \pm 0,04$	0,0
	0,5	0,624	$0,49 \pm 0,04$	2,0
	1,0	0,625	$0,49 \pm 0,01$	2,0
	2,5	0,626	$0,49 \pm 0,03$	2,0
	5,0	0,628	$0,48 \pm 0,06$	4,0

Setelah dilakukan perhitungan % Kesalahan, dapat diketahui bahwa pada penambahan Pb^{2+} 0,5; 1; 2,5; dan 5 ppm memiliki tingkat % kesalahan yang rendah sehingga konsentrasi Pb^{2+} tidak terlalu berpengaruh terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC yang terbentuk. Selain itu, nilai % ketepatan melebihi taraf nyata (α) yang digunakan, yakni 5% atau ketepatan lebih dari sama dengan 95%. Hal ini didukung pula oleh uji t yang menunjukkan nilai t hitung pada penambahan variasi konsentrasi Pb^{2+} sebesar -0,43; -1,73; -0,58; dan -0,58. Nilai t hitung lebih rendah dibandingkan nilai t tabel yakni 2,92 sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan Pb^{2+} pada konsentrasi tidak beda nyata atau tidak mempengaruhi pengukuran maupun pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC.

4.4 Uji Linieritas

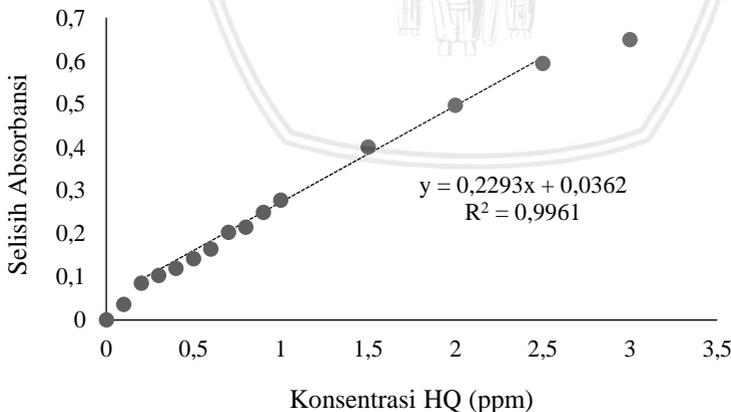
Linieritas pengukuran dari metode penentuan kadar hidrokuinon dengan pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys* dibuat dengan mengukur minimal 5 variasi konsentrasi larutan standar yang digunakan. Konsentrasi

hidrokuinon yang digunakan yakni sebesar 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 ppm.



Gambar 4.7 : Kurva pengaruh variasi hidrokuinon terhadap selish absorbansi

Berdasarkan **gambar 4.7**, dapat dilihat pengaruh penambahan konsentrasi hidrokuinon terhadap pembentukan kompleks. Konsentrasi hidrokuinon yang ditambahkan pada larutan memiliki nilai sebesar selish absorbansi setelah dikonversi menggunakan persamaan regresi pada kurva baku.



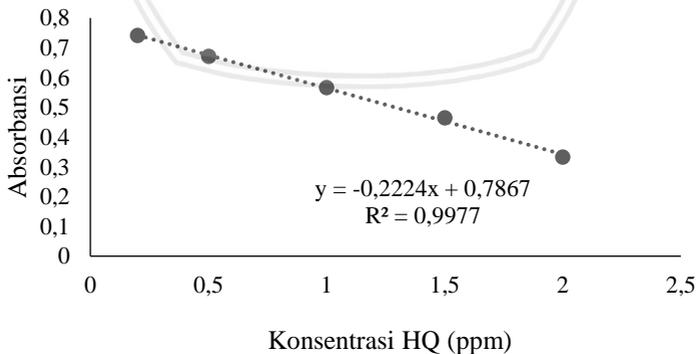
Gambar 4.8 : Kurva linieritas variasi konsentrasi hidrokuinon

Kurva linieritas ditunjukkan pada **gambar 4.8** dengan nilai R^2 sebesar 0,9961 yang menunjukkan tingkat linieritas metode sangat baik. Nilai R^2 semakin baik jika memiliki nilai mendekati 1. Suatu metode dapat dikatakan linier jika nilai R^2 lebih besar daripada 0,98 sehingga pada metode penentuan kadar hidrokuinon dari penurunan absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys* menunjukkan tingkat linieritas yang baik pada konsentrasi 0,2 hingga 3 ppm hidrokuinon.

4.5 Pembuatan Kurva Baku

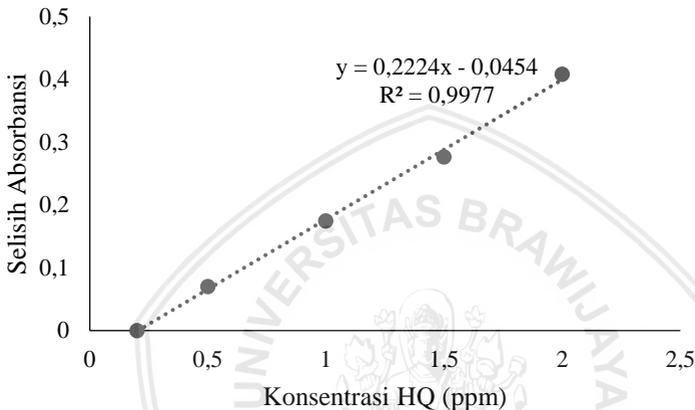
Pembuatan kurva baku standar dengan larutan standar hidrokuinon dilakukan dengan mengukur absorbansi dari variasi konsentrasi hidrokuinon 0,2; 0,5; 1; 1,5; dan 2 ppm. Konsentrasi yang digunakan harus termasuk di dalam linieritas metode agar hasil yang diperoleh optimal. Larutan lain yang digunakan, yakni $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 , dan DPC ditambahkan sesuai konsentrasi pada kondisi optimum dan diukur pada waktu optimum. Perlakuan untuk pembuatan kurva baku dilakukan secara triplo. Kurva baku standar dari larutan hidrokuinon dapat dilihat pada **gambar 4.9**. Kurva baku standar ini digunakan untuk penentuan konsentrasi sampel dan digunakan untuk uji validitas.

Berdasarkan kurva baku standar yang diperoleh, dapat diketahui bahwa persamaan regresi linier $y = -0,2224x + 0,7867$ dengan nilai koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,9977.



Gambar 4.9 : Kurva baku absorbansi dengan konsentrasi

Pada penelitian ini, diperoleh grafik yang tidak sesuai dengan hukum Lambert-Beer dikarenakan konsentrasi berbanding terbalik dengan absorbansi. Metode yang digunakan berdasarkan reaksi tidak langsung, sehingga kadar hidrokuinon dapat diketahui melalui selisih absorbansi dari penambahan konsentrasi tertentu dengan konsentrasi terkecilnya. Kurva baku standar yang sesuai dengan hukum Lambert-Beer dapat diperoleh dari plot selisih absorbansi dengan konsentrasi hidrokuinon seperti pada **gambar 4.10**.



Gambar 4.10 : Kurva baku selisih absorbansi dengan konsentrasi

4.6 Uji Validitas Metode

Uji akurasi atau uji validasi dilakukan untuk mengetahui tingkat validitas dengan metode adisi standar. Metode adisi standar dilakukan dengan mengukur absorbansi sampel, dan dilakukan beberapa penambahan larutan standar yang diukur sehingga diperoleh kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sesungguhnya yang dinyatakan sebagai % *recovery* [10]. Pada penelitian ini, uji validitas dilakukan dengan 2 jenis sampel krim penghilang flek hitam, yakni sampel A dan sampel B. Setelah itu dilakukan penambahan konsentrasi hidrokuinon standar sebanyak 0,2 ppm dan 0,4 ppm. Larutan lain yang digunakan, yakni $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 , dan DPC ditambahkan sesuai konsentrasi pada kondisi optimum dan diukur pada waktu optimum. Perlakuan untuk penentuan kadar hidrokuinon dalam sampel krim penghilang flek hitam dan uji validitas dilakukan

secara triplo. Hasil pengukuran pada sampel A dapat dilihat pada **tabel 4.4**.

Tabel 4.4 : Hasil pengukuran sampel A

Sampel A	Adisi [HQ] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terukur (ppm)	% <i>Recovery</i>
	0,0	0,699	$0,40 \pm 0,10$	-
	0,2	0,662	$0,60 \pm 0,04$	100,0
	0,4	0,612	$0,79 \pm 0,08$	97,5

Berdasarkan pengukuran sampel A melalui pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys*, diperoleh nilai absorbansi rata-rata dari tiga kali pengulangan sebesar 0,699 dan selanjutnya disubstitusi nilai y pada persamaan regresi $y = -0,2224x + 0,7867$ sehingga diperoleh konsentrasi terukur sebesar $0,40 \pm 0,1$ ppm. Penambahan konsentrasi hidrokuinon standar 0,2 ppm dan 0,4 ppm secara berturut-turut menghasilkan absorbansi sebesar 0,662 dan 0,612. Konsentrasi yang diperoleh dari penambahan 0,2 ppm dan 0,4 ppm sebesar $0,60 \pm 0,04$ dan $0,79 \pm 0,08$ sehingga diperoleh nilai % *recovery* sebesar 100% dan 97,5%. Nilai kesalahan relatif pada penelitian ini cukup terkontrol (RSD < 10%), yakni 6,7% dan 10,1% untuk penambahan 0,2 dan 0,4 ppm hidrokuinon standar.

Pada penentuan kadar hidrokuinon dengan sampel B dilakukan menggunakan prosedur yang sama seperti sampel A sehingga diperoleh hasil yang ditunjukkan pada **tabel 4.5**.

Tabel 4.5 : Hasil pengukuran sampel B

Sampel B	Adisi [HQ] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terukur (ppm)	% <i>Recovery</i>
	0,0	0,735	$0,23 \pm 0,05$	-
	0,2	0,689	$0,44 \pm 0,04$	104,3
	0,4	0,646	$0,63 \pm 0,06$	100,0

Berdasarkan pengukuran sampel B melalui pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Genesys*, diperoleh nilai absorbansi rata-rata dari tiga kali pengulangan sebesar 0,735 dan selanjutnya disubstitusi nilai y pada

repository.ub.ac.id

persamaan regresi $y = -0,2224x + 0,7867$ sehingga diperoleh konsentrasi terukur sebesar $0,23 \pm 0,05$ ppm. Penambahan konsentrasi hidrokuinon standar 0,2 ppm dan 0,4 ppm secara berturut-turut menghasilkan absorbansi sebesar 0,689 dan 0,646. Konsentrasi yang diperoleh dari penambahan 0,2 ppm dan 0,4 ppm sebesar $0,44 \pm 0,04$ dan $0,63 \pm 0,06$ sehingga diperoleh nilai % *recovery* sebesar 104,3% dan 100,0%. Nilai kesalahan relatif pada penelitian ini cukup terkontrol ($RSD < 10\%$), yakni 9,1% dan 9,5% untuk penambahan 0,2 dan 0,4 ppm hidrokuinon standar.

Pada uji validitas, nilai % *recovery* yang menunjukkan perolehan kembali sangat baik pada rentang 90-110%. Pada sampel A dan sampel B menunjukkan % *recovery* sangat baik dikarenakan nilainya masih terdapat pada rentang tersebut. Selain itu, pada perhitungan LOD dan LOQ diperoleh nilai sebesar 0,07 ppm dan 0,10 ppm konsentrasi minimum analit atau sampel yang dapat diukur. Nilai LOD dan LOQ biasa diekspresikan sebagai konsentrasi pada rasio sinyal terhadap gangguan (*noise*) sehingga dengan pembacaan pada konsentrasi tersebut telah menunjukkan metode penentuan hidrokuinon dapat mengukur konsentrasi analit untuk konsentrasi tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa metode penentuan kadar hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam melalui penurunan absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC menggunakan spektrofotometer UV-Vis Genesys memiliki keakuratan tinggi dan dapat digunakan untuk referensi metode penentuan kadar hidrokuinon di dalam sampel krim penghilang flek hitam lainnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Kondisi optimum yang diperoleh dari hasil optimasi konsentrasi H_2SO_4 yakni 0,05 M dan optimasi konsentrasi *diphenylcarbazine* yakni 0,0125%.
2. Kisaran konsentrasi hidrokuinon pada sampel krim penghilang flek hitam yang dapat terukur menggunakan metode ini sebesar 0,2 hingga 2,5 ppm.
3. Tingkat selektivitas metode cukup baik dikarenakan tidak dipengaruhi oleh penambahan vitamin C sebanyak 0,5 ppm atau satu kali konsentrasi HQ dan Pb^{2+} hingga 5 ppm atau lima kali konsentrasi HQ.
4. Metode yang dikembangkan memiliki tingkat validitas dengan akurasi yang baik untuk menentukan kadar hidrokuinon dalam sampel krim penghilang flek hitam dengan nilai % *recovery* mendekati 100,0%.

5.2 Saran

Jika pada sampel krim penghilang flek hitam terdapat kadar vitamin C sebesar 2 kali lipat atau lebih dari kadar hidrokuinon, maka diperlukan pemisahan untuk menghilangkan vitamin C yang terdapat pada sampel.



DAFTAR PUSTAKA

- [1]Badan Pengawasan Obat dan Makanan RI, 2011, “**Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor HK.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011 Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika,**” *Direktorat Standarisasi Obat Tradisional, Kosmetika dan Produk Komplemen Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia*, Jakarta.
- [2]Lisnawati, D., Agustin, W., Ade, P., 2016, “**Tingkat Pengetahuan dan Persepsi Bahaya Kosmetika yang Mengandung Bahan Pemutih di SMK Negeri 4 Yogyakarta,**” *J. Media Farmasi*, 13, 1, 122–134.
- [3]Young, J. A., 2008, “**Chemical Laboratory Information Profile : Hydroquinone,**” *Journal of Chemical Education*, 85, 11, 1485.
- [4]World Health Organization, 1996, “**Hydroquinone Health and Safety Guide No.101,**” *IPCS International Programme on Chemical Safety*, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart.
- [5]Tranggono, R. I., dan Fatma, L., 2007, *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*, Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- [6]Osman, H. M., Shayoub, M. E., Munzir, M. E. A., Babiker, E. M., 2015, “**Assessment of Using Cosmetics Containing Hydroquinone among Sudanese Women,**” *Journal of Cosmetics, Dermatological Science and Applications*, 5, 73-77.
- [7]Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2014, *Farmakope Indonesia edisi V*, Jakarta: Kementerian Kesehatan RI.
- [8]Pelaum, R. T. dan Lester, C. H., 1956, “**The Chromium-Diphenylcarbazide Reaction,**” *Contribution from Department of Chemistry, State University of Iowa*, 78, 4862-4866.
- [9]Nurfitriani, S., 2015, “**Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Zat Hidrokuinon pada Kosmetika Krim Pemutih yang Beredar di**

Beberapa Tempat di Kota Bandung,” Skripsi, Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Al-Ghifari, Bandung.

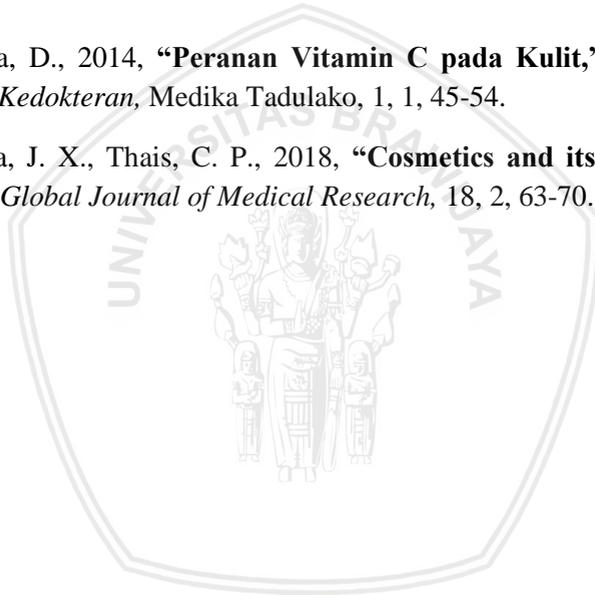
- [10]Irnawati, Handoyo, S., Wa Ode N. D., 2016, **“Analisis Hidrokuinon pada Krim Pemutih Wajah dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis,”** *Jurnal Ilmiah Farmasi*, 5, 3, 229-237.
- [11]Agustoo, L. C., 2008, **“Validasi Metode Spektrofotometri Visibel menggunakan Pereaksi o-Fenantrolina pada Penetapan Kadar Hidrokuinon dalam Krim Simulasi,”** Skripsi, Jurusan Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.
- [12]Pangaribuan, L., 2017, **“Efek Samping Kosmetik dan Penanganannya bagi Kaum Perempuan,”** *Jurnal Keluarga Sehat Sejahtera*, 15, 30, 20-28.
- [13]Hu Ming, Z., Qiong, Z., Tie-Chi, L., Shen-Feng D., Shi-Zheng X., 2009, **“Effects of Hydroquinone and Its Glucoside Deivates on Melanogenesis and Antioxidation: Biosafety as Skin Whitening Agents,”** *Journal of Dermatological Science*, 55, 179-184.
- [14]Siyaka, L., Joda, A. E., Yesufu, H. B., Akinleye, M. O., 2016, **“Determination of Hydroquinone Content in Skin-lightening Creams in Lagos, Nigeria,”** *The Pharma Innovation Journal*, 5, 9, 101-105.
- [15]Oyedeji, F. O., Hassan, G. O., Adeleke, B. B., 2011, **“Hydroquinone and Heavy Metals Levels in Cosmetics Marketed in Nigeria,”** *Trends in Applied Sciences Research*, 6, 7, 622-639.
- [16]Sirajuddin, M. Iqbal, B., Abdul, N., Afzal, S., Abdul, R., 2007, **“Ultra-trace Level Determination of Hydroquinone in Waste**

Photographic Solution by UV-Vis Spectrophotometry,”
Talanta, 72, 546-553.

- [17]Astuti, D. W., Hieronimus, R. P., Dina, I., 2016, “**Identifikasi Hidroquinon pada Krim Pemutih Wajah yang Dijual di Minimarket Wilayah Minomartini, Yogyakarta,**” *Journal of Agromedicine and Medical Sciences*, 2, 1, 13-19.
- [18]Putri, F. A., 2015, “**Analisis Molekul pada Gas Rumah Kaca,**” *Berita Dirgantara*, 16, 1, 9-16.
- [19]Khoshneviszadeh, R., Bibi, S. F. B., Mohammad, R. H., Azadeh, E. H., Omid, R., 2013, “**UV Spectrophotometric Determination and Validation of Hydroquinone in Liposome,**” *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*, 14, 2, 473-478.
- [20]Baetjer, A. M. dkk., 1974, “**Chromium,**” Washington: National Academy of Sciences.
- [21]Jeffery, G. H., Bassett, J., Medham, J., Denney, R. C., 1989, “**Vogel’s Text Book of Quantitative Chemical Analysis, Fifth Edition,**” London: Longman Scientific and Technical.
- [22]Dachriyanus, 2004, “**Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi,**” Padang: Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi Universitas Andalas.
- [23]Mujawar, L. H., Muhammad, I. R., Zulfiqar, A. R., Talal, A., Jalal, M. B., 2017, “**A Highly Structured 1,10-Phenantroline Arrayed Hydrophobic Sulfone Membrane Platform for the Rapid Determination and Speciation of Fe²⁺/Fe³⁺ Ions in Water,**” *Analytical Sciences*, 33, 511-517.
- [24]Mitic, S. S., Danijela, A. K., Danijela, C. N., Milan, N. M., 2011, “**Rapid and Reliable HPLC Method for the Determination of Vitamin C in Pharmaceutical Samples,**” *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 10, 1, 105-111.

- [25]Peres, M. R., 2007, *The Focal Encyclopedia of Photography*, 4th Edition, China: Elsevier Focal Press.
- [26]Mulyasuryani, A., Alfita, S., 2015, **“Penentuan Hidrokuinon dalam Sampel Krim Pemutih Wajah secara Voltametri Menggunakan Screen Printed Carbon Electrode (SPCE),”** *Jurnal Kimia VALENSI: Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia*, 1, 2, 97-102.
- [27]Kari, F. W., 1989, *Toxicology and Carcinogenesis Studies of Hydroquinone*, NTP TR 366, United States: U.S. Department of Health and Human Services.
- [28]Rappoport, Z., 2003, *The Chemistry of Phenols*, Jerusalem: John Wiley & Sons.
- [29]Patel, A. B., Raj, K., Asha, K., 2013, **“Clinicopathological correlation of acquired hyperpigmentary disorders,”** *Indian Journal of Dermatology Venereology and Leprology*, 79, 3, 367-375.
- [30]Balan, C., Irina, V., Doina, B., 2013, **“Chromium (VI) Removal from Aqueous Solution by Purolite Base Anion-Exchange Resins with Gel Structure,”** *Chemical Industry & Chemical Engineering Quarterly*, 19, 4, 615-628.
- [31]Suryati, L., Hermin, S., Atikah, 2015, **“Development of Spectrophotometric Method for the Determination of Chromium Species with Hypochlorite Agent Based on Complex Formation of Cr(VI)-Diphenylcarbazine,”** *J. Pure App. Chem. Res.*, 4, 1, 34-41.
- [32]Wandoyo, V. W., Mudasir, Roto, 2006, **“Extraction and Speciation of Chromium(VI) and Chromium(III) as Ion-Association Complexes of Tetramethylammonium-Chromate,”** *Indo. J. Chem.*, 6, 2, 150-154.

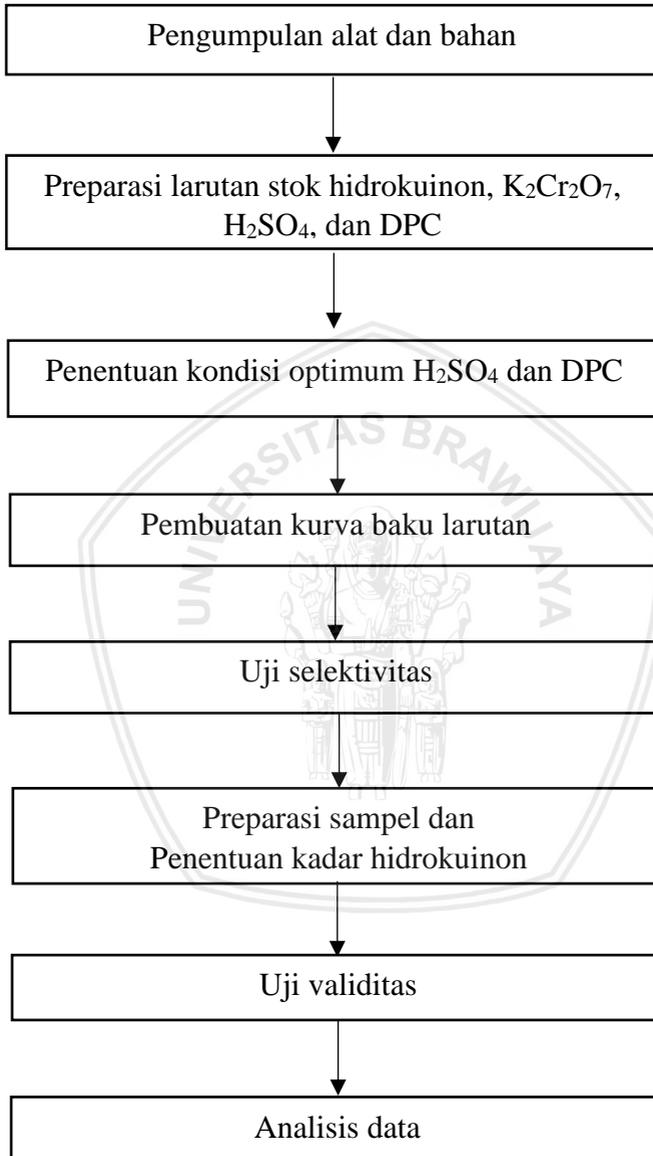
- [33]Greenberg, A. E., Lenore, S. C., Andrew, D. R., 1992, *Standard Methods for The Exmination of Water and Wastewater, 3500-Cr*, Washington: American Public Health Association.
- [34]Chi, C., Zeng, Z., Hou-min, C., Hasan, J., 2009, “**Determination of Furfural and Hydroxymethylfurfural Formed from Biomass Under Acidic Condition,**” *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 29, 265-276.
- [35]Triyati, E., 1985, “**Spektrofotometer Ultra-Violet dan Sinar Tampak serta Aplikasinya dalam Oseanologi,**” *Oseana*, 10, 1, 39-47.
- [36]Pakaya, D., 2014, “**Peranan Vitamin C pada Kulit,**” *Jurnal Ilmiah Kedokteran, Medika Tadulako*, 1, 1, 45-54.
- [37]Pereira, J. X., Thais, C. P., 2018, “**Cosmetics and its Health Risk,**” *Global Journal of Medical Research*, 18, 2, 63-70.





LAMPIRAN

A. Tahapan Penelitian



B. Perhitungan dan Preparasi Larutan

B.1 Larutan Hidrokuinon

B.1.1 Pembuatan Larutan Stok Hidrokuinon 100 ppm

Larutan stok hidrokuinon 100 ppm dibuat dari padatan hidrokuinon dengan massa yang sesuai pada perhitungan berikut:

$$\text{Kadar (ppm)} = \frac{\text{massa hidrokuinon (mg)}}{\text{volume (L)}}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa hidrokuinon}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa hidrokuinon} = 10 \text{ mg} = 0,01 \text{ g}$$

B.1.2 Pembuatan Larutan Hidrokuinon 10 ppm

Pembuatan larutan hidrokuinon 10 ppm dibuat dari pengenceran larutan stok hidrokuinon 100 ppm dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Larutan hidrokuinon 100 ppm yang digunakan untuk membuat hidrokuinon 10 ppm adalah sebanyak 10 mL.

B.1.3 Pembuatan Larutan Standar Hidrokuinon

Larutan standar hidrokuinon dengan konsentrasi 0-3 ppm dibuat dari pengambilan sejumlah hidrokuinon 10 ppm sesuai pada tabel di bawah ke dalam campuran melalui perhitungan:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

dimana, V_1 = Volume larutan hidrokuinon stok (mL)

M_1 = Konsentrasi larutan hidrokuinon stok (ppm)

V_2 = Volume campuran (mL)

M_2 = Konsentrasi larutan hidrokuinon dalam campuran (ppm)

Pembuatan larutan standar 0-3 ppm dapat dilihat pada **tabel B.1**.

Tabel B.1: Pembuatan larutan hidrokuinon 0-3 ppm

V ₁ (mL)	M ₁ (ppm)	V ₂ (mL)	M ₂ (ppm)
0	10	10	0
0,1	10	10	0,1
0,2	10	10	0,2
0,3	10	10	0,3
0,4	10	10	0,4
0,5	10	10	0,5
0,6	10	10	0,6
0,7	10	10	0,7
0,8	10	10	0,8
0,9	10	10	0,9
1,0	10	10	1,0
1,5	10	10	1,5
2	10	10	2
2,5	10	10	2,5
3	10	10	3

B.2 Larutan K₂Cr₂O₇

B.2.1 Pembuatan Larutan Stok K₂Cr₂O₇ 100 ppm

Larutan stok K₂Cr₂O₇ 100 ppm dibuat dari padatan K₂Cr₂O₇ dengan massa yang sesuai pada perhitungan berikut:

$$\text{Kadar (ppm)} = \frac{\text{Ar Cr}_2 \times \text{massa K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ (mg)}}{\text{Mr K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times \text{volume (L)}}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{104 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \text{massa K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{294 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 28,3 \text{ mg} = 0,0283 \text{ g}$$

B.2.2 Pembuatan Larutan $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm

Pembuatan larutan $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm dibuat dari pengenceran larutan stok $K_2Cr_2O_7$ 100 ppm dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

Larutan $K_2Cr_2O_7$ 100 ppm yang digunakan untuk membuat larutan $K_2Cr_2O_7$ 10 ppm adalah sebanyak 10 mL.

B.3 Larutan H_2SO_4

B.3.1 Pembuatan Larutan H_2SO_4 1 M

Larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 1 M dibuat dari larutan H_2SO_4 18 M dengan pengambilan sebanyak 5,5 mL ke dalam 100 mL pelarut akuades melalui perhitungan:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 18 \text{ M} &= 100 \text{ mL} \times 1 \text{ M} \\V_1 &= 5,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

B.3.2 Variasi Volume Larutan H_2SO_4 1 M pada Optimasi

Variasi konsentrasi larutan H_2SO_4 yang digunakan pada optimasi dengan konsentrasi 0,02 M; 0,05 M, 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M dibuat dengan memvariasikan volume H_2SO_4 1 M yang ditambahkan pada larutan campuran. Penambahan volume H_2SO_4 1 M berdasarkan perhitungan:

- a. Konsentrasi H_2SO_4 0,02 M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 1 \text{ M} &= 10 \text{ mL} \times 0,02 \text{ M} \\V_1 &= 0,2 \text{ mL}\end{aligned}$$

- b. Konsentrasi H_2SO_4 0,05 M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 1 \text{ M} &= 10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ M} \\V_1 &= 0,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

- c. Konsentrasi H_2SO_4 0,1 M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 1 \text{ M} &= 10 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M}\end{aligned}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

d. Konsentrasi H_2SO_4 0,2 M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1 \text{ M} = 10 \text{ mL} \times 0,2 \text{ M}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

e. Konsentrasi H_2SO_4 0,3 M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1 \text{ M} = 10 \text{ mL} \times 0,3 \text{ M}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

B.4 Larutan *Diphenylcarbazine*

B.4.1 Pembuatan Larutan *Diphenylcarbazine* 0,25%

Larutan *diphenylcarbazine* dengan konsentrasi 0,25% dibuat dari padatan *diphenylcarbazine* dengan pengambilan sebanyak 0,25 g ke dalam 100 mL pelarut yang terdiri atas 50 mL aseton dan 50 mL akuades melalui perhitungan:

$$\% \text{ massa} = \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}}$$

$$0,25 \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}} = \frac{\text{massa DPC}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa DPC} = 0,25 \text{ g}$$

B.4.2 Variasi Volume Larutan *Diphenylcarbazine* 0,25% pada Optimasi

Variasi konsentrasi larutan *Diphenylcarbazine* yang digunakan pada optimasi dengan konsentrasi 0,005%; 0,0125%, 0,025%; 0,0375%; dan 0,0625% dibuat dengan memvariasikan volume *Diphenylcarbazine* 0,25% yang ditambahkan pada larutan campuran berdasarkan perhitungan:

a. Konsentrasi *diphenylcarbazine* 0,005%

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 0,25\% = 10 \text{ mL} \times 0,005\%$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

b. Konsentrasi *diphenylcarbazine* 0,0125%

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 0,25\% = 10 \text{ mL} \times 0,0125\%$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- c. Konsentrasi *diphenylcarbazine* 0,025%

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 0,25\% = 10 \text{ mL} \times 0,025\%$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- d. Konsentrasi *diphenylcarbazine* 0,0375%

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 0,25\% = 10 \text{ mL} \times 0,0375\%$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

- e. Konsentrasi *diphenylcarbazine* 0,0625%

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 0,25\% = 10 \text{ mL} \times 0,0625\%$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

B.5 Larutan Asam Askorbat (Vitamin C)

B.5.1 Pembuatan Larutan Stok Vitamin C 100 ppm

Larutan vitamin C dengan konsentrasi 100 ppm dibuat dari padatan vitamin C dengan pengambilan sebanyak 0,01 g ke dalam 100 mL pelarut akuades melalui perhitungan:

$$\text{Kadar (ppm)} = \frac{\text{massa vitamin C (mg)}}{\text{volume (L)}}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa vitamin C}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa vitamin C} = 10 \text{ mg} = 0,01 \text{ g}$$

B.5.2 Pembuatan Larutan Vitamin C 10 ppm

Pembuatan larutan vitamin C 10 ppm dibuat dari pengenceran larutan stok vitamin C 100 ppm dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Larutan vitamin C 100 ppm yang digunakan untuk membuat larutan vitamin C 10 ppm adalah sebanyak 10 mL.

B.5.3 Variasi Volume Larutan Vitamin C 10 ppm pada Uji Selektivitas

Variasi konsentrasi larutan vitamin C yang digunakan pada uji selektivitas dengan konsentrasi 0,5 ppm; 1 ppm; 2,5 ppm; dan 5 ppm dibuat dengan memvariasikan volume vitamin C 10 ppm yang ditambahkan pada larutan campuran berdasarkan perhitungan:

- a. Konsentrasi vitamin C 0,5 ppm

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10 \text{ ppm} &= 10 \text{ mL} \times 0,5 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

- b. Konsentrasi vitamin C 1 ppm

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10 \text{ ppm} &= 10 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm} \\V_1 &= 1 \text{ mL}\end{aligned}$$

- c. Konsentrasi vitamin C 2,5 ppm

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10 \text{ ppm} &= 10 \text{ mL} \times 2,5 \text{ ppm} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

- d. Konsentrasi vitamin C 5 ppm

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10 \text{ ppm} &= 10 \text{ mL} \times 5 \text{ ppm} \\V_1 &= 5 \text{ mL}\end{aligned}$$

B.6 Larutan Pb^{2+} dari $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

B.6.1 Pembuatan Larutan Stok Pb^{2+} 100 ppm

Larutan Pb^{2+} dengan konsentrasi 100 ppm dibuat dari padatan Pb^{2+} dengan pengambilan sebanyak 0,016 g ke dalam 100 mL pelarut akuades melalui perhitungan:

$$\text{Kadar (ppm)} = \frac{A_r \text{ Pb} \times \text{massa Pb}(\text{NO}_3)_2 \text{ (mg)}}{M_r \text{ Pb}(\text{NO}_3)_2 \times \text{volume (L)}}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{207 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \text{massa Pb}(\text{NO}_3)_2}{331 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 = 16 \text{ mg} = 0,016 \text{ g}$$

B.6.2 Pembuatan Larutan Pb²⁺ 10 ppm

Pembuatan larutan Pb²⁺ 10 ppm dibuat dari pengenceran larutan stok Pb²⁺ 100 ppm dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Larutan Pb²⁺ 100 ppm yang digunakan untuk membuat larutan Pb²⁺ 10 ppm adalah sebanyak 10 mL.

B.6.3 Variasi Volume Larutan Pb²⁺ 10 ppm pada Uji Selektivitas

Variasi konsentrasi larutan Pb²⁺ yang digunakan pada uji selektivitas dengan konsentrasi 0,5 ppm; 1 ppm; 2,5 ppm; dan 5 ppm dibuat dengan memvariasikan volume Pb²⁺ 10 ppm yang ditambahkan pada larutan campuran berdasarkan perhitungan:

- a. Konsentrasi Pb²⁺ 0,5 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 0,5 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- b. Konsentrasi Pb²⁺ 1 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- c. Konsentrasi Pb²⁺ 2,5 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 2,5 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

- d. Konsentrasi Pb²⁺ 5 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 5 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

C. Data Hasil Optimasi

C.1 Optimasi Konsentrasi H₂SO₄

Tabel C.1: Hasil pengukuran absorbansi optimasi H₂SO₄

Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M)	Absorbansi
0,02	0,700
0,05	0,714
0,1	0,690
0,2	0,680
0,3	0,662

C.2 Optimasi Konsentrasi *Diphenylcarbazide* (DPC)

- Mol K₂Cr₂O₇ 1 ppm

$$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ 1 ppm} = 1 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = 0,001 \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Cr} &= \frac{\text{g}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{0,001 \text{ g}}{52 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= 1,923 \times 10^{-5} \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Cr di dalam Cr}_2\text{O}_7^{2-} &= \frac{1}{2} \times 1,923 \cdot 10^{-5} \\ &= 9,615 \times 10^{-6} \text{ mol} \end{aligned}$$

- Mol DPC 0,0125%

$$\text{DPC 0,0125\%} = 0,0125 \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}} = 0,125 \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol DPC} &= \frac{\text{g}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{0,125 \text{ g}}{242,28 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= 5,16 \times 10^{-4} \text{ mol} \end{aligned}$$

Tabel C.2: Hasil pengukuran absorbansi optimasi DPC

Konsentrasi DPC (%)	Absorbansi
0,005	0,686
0,0125	0,728
0,0375	0,703
0,025	0,688
0,0625	0,698

D. Validasi Metode

D.1 Pembuatan Kurva Baku Standar

Tabel D.1: Hasil pengukuran absorbansi optimasi H₂SO₄

Konsentrasi HQ (ppm)	Absorbansi			Rata-rata Absorbansi	Selisih Absorbansi
	1	2	3		
0,2	0,742	0,732	0,75	0,741	0
0,5	0,681	0,654	0,678	0,671	0,070
1	0,562	0,571	0,567	0,567	0,175
1,5	0,475	0,465	0,455	0,465	0,276
2	0,317	0,321	0,361	0,333	0,408

D.2 Uji Selektivitas Terhadap Pengganggu

D.2.1 Pengaruh Senyawa Asam Askorbat (Vitamin C)

Tabel D.2: Hasil pengukuran absorbansi penambahan vitamin C

[Vit. C] (ppm)	Absorbansi		
	1	2	3
0	0,631	0,614	0,625
0,5	0,611	0,631	0,623
1	0,612	0,615	0,615
2,5	0,555	0,565	0,566
5	0,507	0,501	0,503

D.2.1.1 Perhitungan Konsentrasi Hidrokuinon Terukur

Perhitungan konsentrasi hidrokuinon dengan digunakannya persamaan pada kurva baku standar yang digunakan untuk penelitian uji selektivitas, yakni $y = -0,2023x + 0,7606$ dengan $R^2 = 0,998$. Nilai absorbansi disubstitusi dengan y dan nilai x menunjukkan konsentrasi terukur.

D.2.1.2 Perhitungan Standar Deviasi (SD) Pengukuran

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

- SD 0 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0012+0,0019+0,000049)}$
 $= 0,04$

- SD 0,5 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0024+0,0018+0,000036)}$
 $= 0,05$

- SD 1 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,000081+0,000025+0,000025)}$
 $= 0,01$

- SD 2,5 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0010+0,00019+0,00036)}$
 $= 0,03$

- SD 5 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,00023+0,00017+0,000016)}$
 $= 0,01$

D.2.1.3 Perhitungan % Kesalahan dan % Akurasi

$$\% \text{ Kesalahan} = \left| \frac{[C]_{\text{standar+spike}} - [C]_{\text{standar}}}{[C]_{\text{standar}}} \right| \times 100\%$$

- % Kesalahan 0 ppm $= \left| \frac{0,5-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 0\%$
 % Akurasi 0 ppm $= 100\% - 0\% = 100\%$
- % Kesalahan 0,5 ppm $= \left| \frac{0,51-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 2\%$
 % Akurasi 0,5 ppm $= 100\% - 2\% = 98\%$
- % Kesalahan 1 ppm $= \left| \frac{0,54-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 8\%$
 % Akurasi 1 ppm $= 100\% - 8\% = 92\%$
- % Kesalahan 2,5 ppm $= \left| \frac{0,78-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 56\%$
 % Akurasi 2,5 ppm $= 100\% - 56\% = 44\%$
- % Kesalahan 5 ppm $= \left| \frac{1,05-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 110\%$
 % Akurasi 5 ppm $= 100\% - 110\% = -10\%$

Tabel D.3: Hasil perhitungan uji selektivitas dengan vitamin C

[Vit. C] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terhitung (ppm)	SD	% Akurasi
0	0,631	0,46	0,04	100
0	0,614	0,54		
0	0,625	0,49		
0,5	0,611	0,56	0,05	98
0,5	0,631	0,46		
0,5	0,623	0,50		
1	0,612	0,55	0,01	92
1	0,615	0,54		
1	0,615	0,54		
2,5	0,555	0,81	0,03	44
2,5	0,565	0,77		
2,5	0,566	0,76		
5	0,507	1,04	0,01	-10
5	0,501	1,06		
5	0,503	1,06		

D.2.1.4 Perhitungan Uji t

- Penambahan 0,5 ppm vitamin C

$$\begin{aligned}
 t_{hitung} &= (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{SD} \right) \\
 &= (0,51 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,05} \right) = 0,35
 \end{aligned}$$

- Penambahan 1 ppm vitamin C

$$\begin{aligned}
 t_{hitung} &= (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{SD} \right) \\
 &= (0,54 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,01} \right) = 6,92
 \end{aligned}$$

- Penambahan 2,5 ppm vitamin C

$$\begin{aligned}
 t_{hitung} &= (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{SD} \right) \\
 &= (0,78 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,03} \right) = 16,17
 \end{aligned}$$

- Penambahan 5 ppm vitamin C

$$t_{\text{hitung}} = (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{SD} \right)$$

$$= (1,05 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,01} \right) = 95,26$$

Tabel D.4: Uji t pengaruh senyawa vitamin C terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

[Vit. C] (ppm)	T hitung	T tabel*	Kesimpulan
0	-	2,92	-
0,5	0,35		Tidak Beda Nyata
1	6,92		Beda Nyata
2,5	16,17		Beda Nyata
5	95,26		Beda Nyata

*digunakan tingkat kepercayaan 95% ($\alpha = 5\%$)

D.2.2 Pengaruh Senyawa Pb²⁺

Tabel D.5: Hasil pengukuran absorbansi penambahan Pb²⁺

[Pb ²⁺] (ppm)	Absorbansi		
	1	2	3
0	0,631	0,614	0,625
0,5	0,624	0,617	0,632
1	0,628	0,622	0,625
2,5	0,623	0,622	0,632
5	0,643	0,622	0,618

D.2.2.1 Perhitungan Konsentrasi Hidrokuinon Terukur

Perhitungan konsentrasi hidroquinon dengan digunakannya persamaan pada kurva baku standar yang digunakan untuk penelitian uji selektivitas, yakni $y = -0,2023x + 0,7606$ dengan $R^2 = 0,998$. Nilai absorbansi disubstitusi dengan y dan nilai x menunjukkan konsentrasi terukur.

D.2.2.2 Perhitungan Standar Deviasi (SD) Pengukuran

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_1^n (x_i - \bar{x})^2}$$

- SD 0 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0012+0,0019+0,000049)}$
= 0,04
- SD 0,5 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,000001+0,0012+0,0013)}$
= 0,04
- SD 1 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,00019+0,00019+0)}$
= 0,01
- SD 2,5 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,00014+0,00029+0,0009)}$
= 0,03
- SD 5 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0049+0,00073+0,0020)}$
= 0,06

D.2.2.3 Perhitungan % Kesalahan dan % Akurasi

$$\% \text{ Kesalahan} = \left| \frac{[C]_{\text{standar+spike}} - [C]_{\text{standar}}}{[C]_{\text{standar}}} \right| \times 100\%$$

- % Kesalahan 0 ppm = $\left| \frac{0,5-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 0\%$
% Akurasi 0 ppm = $100\% - 0,3\% = 100\%$
- % Kesalahan 0,5 ppm = $\left| \frac{0,49-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 2\%$
% Akurasi 0,5 ppm = $100\% - 1,2\% = 98\%$
- % Kesalahan 1 ppm = $\left| \frac{0,49-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 2\%$
% Akurasi 1 ppm = $100\% - 1,8\% = 98\%$
- % Kesalahan 2,5 ppm = $\left| \frac{0,49-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 2\%$

- % Akurasi 2,5 ppm = 100% - 2,4% = 98%
- % Kesalahan 5 ppm = $\left| \frac{0,48-0,5}{0,5} \right| \times 100\% = 4\%$
- % Akurasi 5 ppm = 100% - 4,4% = 96%

Tabel D.6: Hasil perhitungan uji selektivitas dengan Pb²⁺

[Pb ²⁺] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terhitung (ppm)	SD	% Akurasi
0	0,631	0,46	0,04	99,7
0	0,614	0,54		
0	0,625	0,49		
0,5	0,624	0,50	0,04	98,8
0,5	0,617	0,53		
0,5	0,632	0,46		
1	0,628	0,48	0,01	98,2
1	0,622	0,51		
1	0,625	0,49		
2,5	0,623	0,50	0,03	97,6
2,5	0,622	0,51		
2,5	0,632	0,46		
5	0,643	0,41	0,06	95,6
5	0,622	0,51		
5	0,618	0,52		

D.2.2.4 Perhitungan Uji t

- Penambahan 0,5 ppm Pb²⁺

$$\begin{aligned}
 t_{\text{hitung}} &= (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{\text{SD}} \right) \\
 &= (0,49 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,04} \right) = -0,43
 \end{aligned}$$

- Penambahan 1 ppm Pb²⁺

$$\begin{aligned}
 t_{\text{hitung}} &= (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{\text{SD}} \right) \\
 &= (0,49 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,01} \right) = -1,73
 \end{aligned}$$

- Penambahan 2,5 ppm Pb^{2+}

$$t_{hitung} = (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{SD} \right)$$

$$= (0,49 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,03} \right) = -0,58$$

- Penambahan 5 ppm Pb^{2+}

$$t_{hitung} = (\text{Kons. rata-rata} - \text{Kons. standar}) \times \left(\frac{\sqrt{n}}{SD} \right)$$

$$= (0,48 - 0,50) \times \left(\frac{\sqrt{3}}{0,06} \right) = -0,58$$

Tabel D.7: Uji t pengaruh senyawa Pb^{2+} terhadap absorbansi kompleks Cr(VI)-DPC

[Pb^{2+}] (ppm)	T hitung	T tabel*	Kesimpulan
0	-	2,92	-
0,5	-0,43		Tidak Beda Nyata
1	-1,73		Tidak Beda Nyata
2,5	-0,58		Tidak Beda Nyata
5	-0,58		Tidak Beda Nyata

*digunakan tingkat kepercayaan 95% ($\alpha = 5\%$)

D.3 Uji Validitas

D.3.1 Sampel A

Tabel D.8: Hasil pengukuran absorbansi sampel A

[HQ] (ppm)	Absorbansi		
	1	2	3
0	0,713	0,709	0,674
0,2	0,647	0,663	0,650
0,4	0,616	0,626	0,593

D.3.1.1 Perhitungan Konsentrasi Hidrokuinon Terukur

Perhitungan konsentrasi hidrokuinon dengan digunakannya persamaan pada kurva baku standar yang digunakan saat penelitian uji validitas, yakni $y = -0,2224x + 0,7867$ dengan $R^2 = 0,9977$. Nilai absorbansi disubstitusi dengan y dan nilai x menunjukkan konsentrasi terukur.

D.3.1.2 Perhitungan Standar Deviasi (SD) Pengukuran

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_i^n (x_i - \bar{x})^2}$$

- SD 0 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0042+0,0022+0,0123)}$
 $= 0,10$
- SD 0,2 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,00084+0,0018+0,00023)}$
 $= 0,04$
- SD 0,4 ppm $= \sqrt{\frac{1}{3-1} (0,0004+0,0042+0,0071)}$
 $= 0,08$

D.3.1.3 Perhitungan Relatif Standar Deviasi (RSD) Pengukuran

- RSD 0,2 ppm $= \frac{SD}{\text{Kons.Rata-rata}} \times 100\%$
 $= \frac{0,04}{0,60} \times 100\%$
 $= 6,7\%$
- RSD 0,4 ppm $= \frac{SD}{\text{Kons.Rata-rata}} \times 100\%$
 $= \frac{0,08}{0,79} \times 100\%$
 $= 10,1\%$

D.3.1.4 Perhitungan % Recovery

$$\% \text{ recovery} = \frac{[C]_{\text{sampel+spike}} - [C]_{\text{spike}}}{[C]_{\text{sampel}}} \times 100\%$$

- % recovery 0,2 ppm = $\left| \frac{0,6-0,2}{0,4} \right| \times 100\% = 100\%$
- % recovery 0,4 ppm = $\left| \frac{0,79-0,4}{0,4} \right| \times 100\% = 97,5\%$

Tabel D.9: Tabel perhitungan uji validitas sampel A

Sampel A					
[HQ] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	SD	RSD (%)	% Recovery
0	0,713	0,33	0,1	-	-
	0,709	0,35			
	0,674	0,51			
0,2	0,647	0,63	0,04	6,7	100
	0,663	0,56			
	0,65	0,61			
0,4	0,616	0,77	0,08	10,1	97,5
	0,626	0,72			
	0,593	0,87			

D.3.2 Sampel B

Tabel D.10: Hasil pengukuran absorbansi sampel B

[HQ] (ppm)	Absorbansi		
	1	2	3
0	0,733	0,724	0,748
0,2	0,689	0,700	0,680
0,4	0,639	0,661	0,638

D.3.2.1 Perhitungan Konsentrasi Hidrokuinon Terukur

Perhitungan konsentrasi hidrokuinon dengan digunakannya persamaan pada kurva baku standar yang digunakan saat penelitian uji validitas, yakni $y = -0,2224x + 0,7867$ dengan $R^2 = 0,9977$. Nilai

absorbansi disubstitusi dengan y dan nilai x menunjukkan konsentrasi terukur.

D.3.2.2 Perhitungan Standar Deviasi (SD) Pengukuran

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_i^n (x_i - \bar{x})^2}$$

- SD 0 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,000081+0,0025+0,0033)}$
= 0,05
- SD 0,2 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,000009+0,0021+0,0019)}$
= 0,04
- SD 0,4 ppm = $\sqrt{\frac{1}{3-1} (0,001+0,0045+0,0013)}$
= 0,06

D.3.2.3 Perhitungan Relatif Standar Deviasi (RSD) Pengukuran

- RSD 0,2 ppm = $\frac{SD}{Kons.Rata-rata} \times 100\%$
= $\frac{0,04}{0,44} \times 100\%$
= 9,1%
- RSD 0,4 ppm = $\frac{SD}{Kons.Rata-rata} \times 100\%$
= $\frac{0,06}{0,63} \times 100\%$
= 9,5%

D.3.2.4 Perhitungan % Recovery

$$\% recovery = \frac{[C]_{sampel+spike} - [C]_{spike}}{[C]_{sampel}} \times 100\%$$

- % Recovery 0,2 ppm = $\left| \frac{0,44-0,2}{0,23} \right| \times 100\% = 104,3\%$
- % Recovery 0,4 ppm = $\left| \frac{0,63-0,4}{0,23} \right| \times 100\% = 100,0\%$

Tabel D.11: Tabel perhitungan uji validitas sampel B

Sampel B					
[HQ] (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	SD	RSD (%)	% Recovery
0	0,733	0,241	0,054	7,3	-
	0,724	0,281			
	0,748	0,174			
0,2	0,689	0,439	0,044	10,1	101,7
	0,700	0,390			
	0,68	0,480			
0,4	0,639	0,664	0,058	9,2	100,0
	0,661	0,565			
	0,638	0,668			

D.3.3 Perhitungan LOD dan LOQ

Tabel D.12: Tabel pengukuran blanko

Pengulangan	Absorbansi	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0,050	$2,90 \times 10^{-6}$
2	0,048	$0,09 \times 10^{-6}$
3	0,050	$2,90 \times 10^{-6}$
4	0,047	$1,70 \times 10^{-6}$
5	0,048	$0,09 \times 10^{-6}$
6	0,047	$1,70 \times 10^{-6}$
7	0,049	$0,49 \times 10^{-6}$
8	0,048	$0,09 \times 10^{-6}$
9	0,049	$0,49 \times 10^{-6}$
10	0,047	$1,70 \times 10^{-6}$
Jumlah	0,483	$12,2 \times 10^{-6}$
Rata - rata	0,0483	

$$S_D = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_i^n (x_i - \bar{x})^2}$$

$$S_D = \sqrt{\frac{1}{10-1} (12,2 \times 10^{-6})}$$

$$= 0,001$$

D.3.3.1 Perhitungan LOD

- $A_{LOD} = (3 \times S_B) + A_B$
 $= 3 \times 0,0012 + 0,048$
 $= 0,052$
- Persamaan kurva linieritas:
 $A = 0,2293x + 0,0362$
 $0,052 = 0,2293x + 0,0362$
 $x = \frac{0,052 - 0,0362}{0,2293} = 0,07 \text{ ppm}$

D.3.3.2 Perhitungan LOQ

- $A_{LOQ} = (10 \times S_B) + A_B$
 $= 10 \times 0,0012 + 0,0483$
 $= 0,060$
- Persamaan kurva linieritas:
 $A = 0,2293x + 0,0362$
 $0,060 = 0,2293x + 0,0362$
 $x = \frac{0,060 - 0,0362}{0,2293} = 0,10 \text{ ppm}$

D.4 Perhitungan Konsentrasi Hidrokuinon pada Sampel

D.4.1 Sampel A

- Perhitungan kadar hidrokuinon di dalam sampel

Pengambilan 0,01 g dan dilarutkan di dalam 100 mL, sehingga konsentrasi larutan sampel sebesar $0,01 \frac{g}{100 \text{ mL}}$ atau $100 \frac{mg}{L}$. Diperoleh konsentrasi hidrokuinon dalam larutan sampel 100 ppm dengan pengambilan larutan sampel ke larutan campuran sebanyak 10 mL sebesar 0,40 ppm sehingga dapat dihitung konsentrasi hidrokuinon dalam 100 mL sampel sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \text{Dalam 100 mL sampel} &= FP \times \frac{100}{1000} \times \text{Konsentrasi HQ terukur} \\
 &= \frac{100}{10} \times \frac{100}{1000} \times 0,40 \frac{mg}{0,01 g} \\
 &= 0,40 \frac{mg}{0,01 g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Dalam 100 g sampel} &= \frac{100}{0,01} \times 0,40 mg \\
 &= 4,0 \frac{g}{100 g} = 4,0\%
 \end{aligned}$$

D.4.2 Sampel B

- Perhitungan kadar hidrokuinon di dalam sampel

Pengambilan 0,01 g dan dilarutkan di dalam 100 mL, sehingga konsentrasi larutan sampel sebesar $0,01 \frac{g}{100 mL}$ atau $100 \frac{mg}{L}$. Diperoleh konsentrasi hidrokuinon dalam larutan sampel 100 ppm dengan pengambilan larutan sampel ke larutan campuran sebanyak 10 mL sebesar 0,23 ppm sehingga dapat dihitung konsentrasi hidrokuinon dalam 100 mL sampel sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \text{Dalam 100 mL sampel} &= FP \times \frac{100}{1000} \times \text{Konsentrasi HQ terukur} \\
 &= \frac{100}{10} \times \frac{100}{1000} \times 0,23 \frac{mg}{0,01 g} \\
 &= 0,23 \frac{mg}{0,01 g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Dalam 100 g sampel} &= \frac{100}{0,01} \times 0,23 mg \\
 &= 2,3 \frac{g}{100 g} = 2,3\%
 \end{aligned}$$