

Uji Selektivitas dan Validitas Metode *Flow Injection Analysis* (FIA) Spektrofotometri untuk Analisis Merkuri (II) dari Kosmetik

SKRIPSI

oleh:

Anindya Cahya Faticha

135090207111006



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWJAYA MALANG
2017**

Uji Selektivitas dan Validitas Metode *Flow Injection Analysis* (FIA) Spektrofotometri untuk Analisis Merkuri(II) dari Kosmetik

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia

oleh:

**Anindya Cahya Faticha
135090207111006**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWJAYA MALANG
2017**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Uji Selektivitas dan Validitas Metode *Flow Injection Analysis* (FIA) Spektrofotometri untuk Analisis Merkuri(II) dari Kosmetik

Oleh :

ANINDYA CAHYA FATICHA

135090207111006

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 196405291988022001

Dr. Ulfa Andayani, S.Si., M.Si
NIP. 197009291994122001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Anindya CahyaFaticha

NIM : 135090207111006

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

Uji Selektivitas dan Validitas Metode *Flow Injection Analysis* (FIA) Spektrofotometri untuk Analisis Merkuri(II) dari Kosmetik

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 termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2017

Yang menyatakan

(Anindya Cahya Faticha)

NIM. 135090207111006

Uji Selektivitas dan Validitas Metode *Flow Injection Analysis* (FIA) Spektrofotometri untuk Analisis Merkuri(II) dari Kosmetik

ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui selektivitas dan validitas dari metode *flow injection analysis* (FIA) pada penentuan merkuri dari kosmetik. Pengukuran merkuri dengan metode FIA didasarkan pada pengurangan intensitas warna yang terbentuk antara iodium dan amilum jika terdapat merkuri. Merkuri akan terikat dengan iodida membentuk tetra-ido-merkuri(II), sehingga hanya iodida yang tersisa yang akan dioksidasi menjadi iodium. Kadar merkuri dalam sampel dapat diketahui melalui pengurangan intensitas warna biru yang absorbansinya diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Selektivitas metode FIA untuk penentuan merkuri dari kosmetik dipengaruhi oleh adanya ion asing. Uji selektivitas dilakukan dengan cara membandingkan absorbansi larutan merkuri 5 mgL^{-1} tanpa dan dengan adanya ion asing Pb^{2+} dan Ag^+ . Ion Pb^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 10 kali lebih besar dibandingkan konsentrasi Hg^{2+} yaitu 50 mgL^{-1} , sedangkan ion Ag^+ mengganggu pengukuran pada konsentrasi yang sama dengan Hg^{2+} yaitu 5 mgL^{-1} . Uji validitas metode FIA dilakukan dengan cara adisi standar, yaitu mengukur kadar merkuri dalam suatu sampel kemudian ditambahkan merkuri standar 2, 4 dan 6 mgL^{-1} dan diukur nilai *recoverynya*. Validitas pengukuran merkuri pada sampel sintetis lebih baik daripada sampel kosmetik, yaitu dengan nilai ketepatan mendekati 100% sedangkan nilai recovery pada sampel kosmetik sebesar 83-117%.

Kata Kunci: Merkuri, ion asing, *flow injection*, adisi standar, kosmetik

Selectivity and Validity Test Flow Injection Analysis (FIA) Method Spectrophotometry to Analysis Mercury (II) in Cosmetics

ABSTRACT

The aim of this research is to find out the selectivity and validity of Flow injection analysis (FIA) method to analyze mercury from cosmetics. The measurement of mercury in this method based on the decline of color intensity which formed between iodine and starch with the presence of mercury. Mercury binds iodide forming tetra-iodo-mercury(II), and only remaining of iodide oxidised to iodine. The levels of mercury in sample is detected from decline of blue color complex which absorbance is measured by UV-VIS spectrophotometer. Selectivity of FIA method affected interfering agents. Selectivity test was conducted by comparing the absorbance of mercury solution in the absence and presence of interfering agents such as Pb^{2+} and Ag^+ . Pb^{2+} ion interfered measurement at the concentration 50 mgL^{-1} , meanwhile Ag^+ ion interfered the measurement at the concentration 5 mgL^{-1} . Validity test of FIA method by standard addition, measuring mercury levels in sample first then standard mercury 2, 4 and 6 mgL^{-1} were added and was measured again. Validity of the synthetic sample is better than cosmetics sample, with the accuracy of synthetic sample is 100-116% and the recovery of cosmetics sample is 70-116%.

Keyword: Mercury, interfering agents, flow injection, standard addition, cosmetics

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas limpahan taufiq, rahmat, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Uji Selektivitas dan Validitas Metode Flow Injection Analysis (FIA) Spektrofotometri untuk Analisis Merkuri(II) dari Kosmetik**” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dalam bidang Kimia, di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini telah banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak selama proses pelaksanaan dan penyelesaian. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dr. Hermin Sulistyarti selaku Dosen Pembimbing I, yang telah banyak memberikan bimbingan, arahan, dorongan serta motivasi selama penelitian berlangsung.
2. Dr. Ulfa Andayani, S.Si., M.Si., selaku Dosen pembimbing II yang telah memberikan saran, nasehat dan arahan selama penelitian berlangsung.
3. Lukman Hakim, S.Si.,M.Sc.,Dr.Sc selaku Dosen Penasehat Akademik yang selalu memberikan arahan dan motivasi selama masa perkuliahan.
4. Masruri, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia serta segenap staf pengajar Jurusan Kimia untuk bimbingan dan ilmu yang telah diberikan kepada penulis selama studi.
5. Bapak Sukateman dan Ibu Siti Asiyah serta keluarga yang telah banyak memberikan dukungan secara moral, spiritual maupun material guna menyelesaikan studi S1.
6. Lia Marisca Permata sebagai rekan satu tim penelitian dan teman-teman skripsi kimia analitik atas ilmu, motivasi dan kebersamaan selama di dalam dan di luar penelitian.
7. Malisa Y.P., Ningtyas Megarahayu, Masitha D.A. sebagai sahabat yang telah banyak memberikan dorongan dan motivasi selama penelitian dan penyusunan skripsi.
8. Teman-teman Kimia angkatan 2013 khususnya Kimia C 2013 yang membantu dan memberikan banyak dukungan.

9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah membantu, memberi saran, dukungan, dan doa dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa laporan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis menerima saran dan kritik dari pembaca serta semoga laporan skripsi ini akan membawa manfaat khususnya bagi penulis dan pembaca pada umumnya.
Amin.

Malang, Juli 2017
Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I	
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II	
TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Merkuri	5
2.1.1 Sifat merkuri	5
2.1.2 Keberadaan merkuri	5
2.1.3 Persenyawaan merkuri	6
2.1.4 Toksisitas merkuri	6
2.1.5 Reaksi merkuri dengan iodida	7
2.2. Merkuri pada Kosmetik	8
2.3 Metode Analisis Merkuri	9
2.4 Iodida	10
2.5 Oksidator Kalium Iodat	11

2.6 Kompleks I ₂ -Amilum	12
Gambar 2.1 Struktur Amilum	12
2.7 Ion Pengganggu (Pb ²⁺ , Ag ⁺)	13
2.8 Flow Injection Analysis (FIA)	14
2.9 Spektrofotometer UV-Vis	15
BAB III	
METODE PENELITIAN	17
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat penelitian	17
3.2.2 Bahan penelitian	18
3.3 Tahapan Penelitian	18
3.3.1 Preparasi bahan	18
3.3.2 Uji selektivitas pengaruh ion asing	18
3.3.3 Uji validitas metode <i>flow injection analysis</i> (FIA)	18
3.4 Prosedur Kerja	19
3.4.1 Preparasi larutan stok merkuri	19
3.4.2 Preparasi merkuri(II) pada sampel kosmetik	19
3.4.3 Preparasi larutan H ₂ SO ₄ 0,01 M	19
3.4.4 Preparasi kalium iodat (KIO ₃)	19
3.4.5 Preparasi larutan amilum 0,1%	20
3.4.6 Preparasi larutan KI	20
3.4.7 Preparasi larutan Pb(II)	20
3.4.8 Preparasi larutan Ag(I)	20
3.4.9 Pembuatan kurva baku standar merkuri(II)	20
3.4.10 Uji selektivitas pengaruh ion asing terhadap analisis kadar merkuri secara <i>flow injection analysis</i> (FIA)	21

3.4.12 Uji Validitas	21
3.5 Analisis Data	22
3.5.1 Perhitungan persamaan regresi linear dan koefisien korelasi	22
3.5.2 Perhitungan standar deviasi	22
3.5.3 Perhitungan <i>recovery</i>	23
BAB IV	
HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Kurva Baku	24
4.2 Uji Selektivitas Metode Flow Injection analysis untuk Analisis merkuri (II)	25
4.2.1 Pengaruh ion Pb ²⁺ terhadap analisis merkuri (II) pada metode FIA	26
4.2.2 Pengaruh ion Ag+ terhadap analisis merkuri (II) pada metode FIA	28
4.3 Uji Validitas Metode Flow Injection analysis untuk Analisis Merkuri (II)	30
BAB V	33
KESIMPULAN DAN SARAN	33
5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saran	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Amilum	12
Gambar 2.2 Susunan Komponen Dasar FIA. S = sampel injection, DET = Detektor	14
Gambar 2.3 Posisi Load dan Inject pada FIA	15
Gambar 3.1 Rangkaian instrumen FIA untuk analisis merkuri(II)	17
Gambar 4.1 Kurva baku metode FIA untuk analisis merkuri (II)	25
Gambar 4.2 Grafik hubungan konsentrasi ion Pb^{2+} terhadap absorbansi I_2 -amilum	26
Gambar 4.3 Profil FIA-gram pengaruh ion Pb^{2+} terhadap absorbansi I_2 -amilum dari merkuri 5mgL^{-1}	26
Gambar 4.4 Grafik hubungan konsentrasi ion Ag^+ dengan absorbansi I_2 -amilum	28
Gambar 4.5 Profil FIA-Gram ion Ag^+ terhadap absorbansi I_2 -amilum	28

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Pengaruh ion Pb ²⁺ terhadap absorbansi I ₂ -amilum	27
Tabel 4.2 Pengaruh ion Ag ⁺ terhadap absorbansi I ₂ -amilum	29
Tabel 4.3 Hasil pengukuran sampel sintetis	
Error! Bookmark not defined.	30
Tabel 4.4 Hasil pengukuran sampel kosmetik dengan adisi standar	31

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Tahapan Kerja	39
Lampiran B. Perhitungan dan Pembuatan Larutan	40
Lampiran C. Data Hasil Penelitian	47

