

ANALISIS HIDROKUINON DALAM SEDIAAN KRIM MALAM “CW1” DAN “CW2” DARI KLINIK KECANTIKAN “N” DAN “E” DI KABUPATEN SIDOARJO

Katya Wili Sarah

Fakultas Farmasi

katyaaldian@gmail.com

Abstrak Kosmetik merupakan komponen kimia yang digunakan untuk mempercantik wajah. Kosmetik yang berbahaya mengandung komposisi dari berbagai macam senyawa kimia seperti hidrokuinon. Hidrokuinon banyak terdapat didalam sediaan krim malam. Mekanisme kerja hidrokuinon sebagai pencerah kulit dengan cara menghambat oksidasi tirosin, menghambat aktivitas enzim tirosinase dalam melanosit dan mengurangi jumlah melanin secara langsung. Dengan semakin maraknya pemakaian kosmetik, efek samping baik jangka pendek maupun jangka panjang dari pemakaian kosmetik harus diperhitungkan. Penggunaan hidrokuinon menurut Peraturan BPOM tahun 2009 adalah dilarang pada sediaan kosmetik, sedangkan untuk pengobatan, hidrokuinon termasuk golongan obat keras yang hanya dapat digunakan berdasarkan resep dokter. Dalam penelitian ini pertama-tama dilakukan validasi metode dengan penambahan pereaksi floroglusin, kemudian dilakukan analisis hidrokuinon pada sediaan krim malam CW1 dan CW2 klinik kecantikan N dan E yang berada di Kabupaten Sidoarjo. Alat yang dipakai spektrofotometer UV-Vis. Hasil validasi metode didapatkan harga $r = 0,999$; $V_{x_0} = 1,4\%$; LOD & LOQ berturut-turut = 0,06 bpj dan 0,18 bpj ; KV sampel CW1 dan CW2 berturut – turut = 0,94% dan 1,35%. Persen *Recovery* sampel CW1 memiliki rentang = 90,8 - 101,73% dan sampel CW2 memiliki rentang = 91,08 – 102,11%;. Hasil uji kualitatif dan kuantitatif krim malam CW1 dan CW2 positif mengandung hidrokuinon dengan kadar krim CW1 = 4,05% dan krim CW2 = 3,09%.

Kata kunci : Hidrokuinon, Validasi Metode, Analisis, Krim Malam

PENDAHULUAN

Setiap manusia pasti ingin menjadi sempurna, sempurna dibagi menjadi dua yaitu sempurna jasmani dan rohani. Sempurna jasmani artinya berbadan sehat, kuat, wajah cantik dan berkulit bersih (Dwikarya, 2003).

Dewasa ini, seiring dengan meningkatnya taraf hidup dan tercapainya berbagai kebutuhan primer masyarakat, maka kebutuhan yang bersifat lebih sekunder, seperti hiburan dan kosmetika secara otomatis akan semakin bertambah. Hal ini dapat dibuktikan dengan mulai maraknya bisnis kosmetika di Indonesia. Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi menunjang pertumbuhan pabrik-pabrik kosmetika, tidak lagi dalam ukuran industri rumah tangga tetapi sudah menjadi industri raksasa yang setaraf dengan industri farmasi kuat dengan aset ratusan juta dolar A.S. Industri ini tidak lagi hanya memproduksi satu jenis produk kosmetika seperti dulu (bedak, obat jerawat, minyak rambut), tetapi sudah meluas ke semua jenis kosmetika yang ditujukan untuk semua segmen pasar, yaitu kalangan bawah, kalangan menengah, kalangan atas, bayi, remaja, dewasa (Draelos, 2005).

Kosmetik merupakan bahan atau komponen kimia yang digunakan untuk mempercantik wajah. Kosmetik yang berbahaya mengandung komposisi dari berbagai macam senyawa kimia seperti hidrokuinon, merkuri dan logam berat lainnya yang dicairkan dalam beberapa campuran bahan yang mengandung minyak seperti minyak *cocoa*. Pemakaian kosmetik yang tidak hati-hati dan kandungan yang berbahaya seperti hidrokuinon dalam suatu produk kosmetika dapat menyebabkan wajah bukannya bertambah cantik tetapi malah menjadi tambah buruk. Sebab, kosmetik yang berbahaya dapat merusak kulit wajah. Untuk mengetahui apakah kosmetika itu baik, kita perlu mengetahui bahan-bahan yang terkandung di dalamnya dan cara pengolahannya (Dwikarya, 2003).

Melanin merupakan bahan yang diperlukan untuk proses pigmentasi kulit. Faktor-faktor yang mempengaruhi pigmentasi kulit antara lain frekuensi paparan sinar matahari dan usia. Paparan sinar matahari sangat berpengaruh karena jika frekuensi terkena sinar matahari tinggi maka kulit akan menjadi lebih gelap. Usia juga sangat berpengaruh terhadap pigmentasi kulit, sejalan dengan bertambahnya usia sel-sel pengatur pigmen sering kurang berfungsi dengan baik diantaranya memproduksi melanin dalam jumlah berlebih pada bagian tubuh yang sering terkena sinar matahari sehingga penggunaan *depigmenting agent*, sebagai contoh hidrokuinon dimaksudkan untuk menormalkan fungsi sel-sel pengatur pigmen (Wibowo, 2005).

Mekanisme kerja hidrokuinon sebagai pencerah kulit dengan cara menghambat oksidasi tirosin secara enzimatik menjadi *3,4-dihydrophenylalanine* (DOPA), menghambat aktivitas enzim tirosinase dalam melanosit dan mengurangi jumlah melanin secara langsung (Zuidhoff, 2000).

Penggunaan hidrokuinon menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) berdasarkan *PUBLIC WARNING/PERINGATAN* Nomer KH.00.01.43.2503 tanggal 11 Juni 2009 adalah dilarang pada sediaan kosmetik, sedangkan untuk pengobatan, hidrokuinon termasuk golongan obat keras yang hanya dapat digunakan berdasarkan resep dokter.

Dengan semakin meluasnya pemakaian kosmetik, khususnya pada kaum wanita, efek samping pemakaian kosmetik harus diperhitungkan. Pemakaian kosmetik yang tidak hati-hati dan kandungan yang berbahaya seperti hidrokuinon

dalam suatu produk kosmetik dapat menyebabkan efek samping seperti iritasi kulit, kulit menjadi merah dan rasa terbakar, bercak-bercak hitam (Draelos, 2005).

Oleh karena itu, dilakukan penelitian yang bertujuan untuk mengetahui apakah terdapat kandungan hidrokuinon dalam sediaan krim malam. Tahap awal yang dilakukan yaitu identifikasi kualitatif sediaan krim dengan organoleptis, menggunakan reaksi warna dan KLT (Kromatografi Lapis Tipis). Apabila sediaan mengandung hidrokuinon, dilakukan validasi metode yang meliputi linieritas (*linierity*), akurasi (*accuracy*), presisi (*precision*) serta LOD & LOD menggunakan instrumen spektrofotometri UV-Visibel dengan penambahan pereaksi floroglusin. Tahap selanjutnya yaitu identifikasi kuantitatif sediaan yang meliputi penetapan kadar hidrokuinon dalam sediaan krim malam serta penentuan % *Recovery* pada sampel sediaan krim malam CW1 dan CW2.

METODE PENELITIAN

I. Bahan Penelitian

Sediaan krim malam “CW1” dan krim malam “CW2” yang di racik sendiri pada masing – masing klinik kecantikan (N dan E) di Kabupaten Sidoarjo dan tidak terdaftar pada BPOM RI. Pemilihan sediaan krim malam “CW1” dan “CW2” berdasarkan banyak minat para konsumen dan produk dapat dibeli tanpa menggunakan resep dokter. Pemilihan 2 klinik kecantikan (Klinik kecantikan “N” dan Klinik kecantikan “E”) berdasarkan banyaknya pelanggan yang mendatangi klinik kecantikan tersebut.

II. Bahan Kimia

Untuk uji kualitatif :

Etanol (C₂H₅OH) (Mallincrodt), Hidrokuinon p.g (E.Merck), Aquadem (Fakultas Farmasi, UBAYA), *Reagen Benedict* (Natrium sitrat, Natrium karbonat, CuSO₄), Reagen FeCl₃ (ACS Merck), Reagen o-fenantrolin (Merck), N-heksan : Aseton (3 : 2), Kloroform : Metanol (1 : 1), Asam asetat glasial : Toluena (1 : 4)

Untuk uji kuantitatif :

Hidrokuinon (C₆H₆O₂) p.g (E.Merck), Etanol 95% p.a (Mallincrodt), Floroglusin p.a (Merck), NaOH p.a (Merck), Aquadem (Fakultas Farmasi, UBAYA)

III. Alat

Untuk uji kualitatif :

Timbangan analitik (AND GR 202), Penangas air (Queen), Kertas saring, pH universal, Chamber, Lempeng KLT GF254, Lampu UV254, Pipa Kapiler, Alat gelas untuk laboratorium.

Untuk uji kuantitatif :

Mikropipet, Spektrofotometer UV-Vis (Cintra 101), Timbangan analitik (AND GR 202), Termometer raksa, Penangas air (Queen), Kertas Saring, Alat gelas untuk laboratorium.

IV. Metode Kerja

Pembuatan Larutan Floroglusin 1% (Departemen Kesehatan RI, 1995)

Ditimbang secara seksama floroglusin sebanyak 1 gram. floroglusin yang telah ditimbang lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan dengan etanol 90% hingga volumenya tepat 100 mL sehingga didapat larutan floroglusin 1%

Pembuatan NaOH 0,5 N (Departemen Kesehatan RI, 1995)

Ditimbang secara seksama 2 gram NaOH kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL. Selanjutnya ditambahkan dengan akuadestilata hingga volumenya tepat 100,0 mL.

Analisis Kualitatif

1. Metode Reaksi Warna (Moffat *et al.*, 2004)

Diambil sedikit hidrokuinon murni dan sampel (CW1 & CW2) lalu diletakkan pada plat tetes. Masing – masing sampel direaksikan dengan FeCl_3 , *reagen benedict*, dan o-fenantrolin . Hasil identifikasi positif apabila dengan FeCl_3 akan menghasilkan warna hijau, dengan *reagen benedict* akan menghasilkan warna merah dan dengan o-fenantrolin akan terbentuk kompleks merah.

2. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Ditimbang hidrokuinon murni dan sampel (CW1 & CW2) masing-masing sebanyak 2 gram kemudian dimasukkan ke dalam beker glass 25 ml selanjutnya ditambahkan etanol 96% 15 ml sampai tanda. Campuran dihomogenkan diatas penangas air suhu 60°C selama 10 menit dan

kemudian masukkan dalam penangas es sampai terpisah lemak dan lilin dengan fase cair lalu saring kemudian saringan dapat digunakan untuk analisis KLT. Kemudian disiapkan plat KLT berukuran 20x20 cm diaktifkan dengan cara dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam kemudian sampel ditotolkan pada plat KLT dengan menggunakan pipa kapiler pada jarak 1,5 cm dari bagian bawah plat, jarak antara noda adalah 2,5 cm. Kemudian dibiarkan beberapa saat hingga mengering. Plat KLT yang telah mengandung cuplikan dimasukkan ke dalam chamber yang terlebih dahulu telah dijenuhkan dengan fase gerak N-heksan : aseton (3:2). Dibiarkan hingga lempeng terelusi sempurna, kemudian plat KLT diangkat dan dikeringkan. Noda hasil pemisahan diamati di bawah cahaya lampu UV₂₅₄ nm kemudian dihitung nilai R_f. Dilakukan replikasi yang sama dengan 2 eluen yang berbeda yaitu kloroform : metanol (1:1) dan toluena : asam asetat glasial (1:4).

3. pH Sampel

Sampel CW1 dan CW2 di periksa pHnya dengan menggunakan kertas lakmus dan atau pH universal.

Analisis Kuantitatif Kadar hidrokuinon dengan spektrofotometer UV-Vis

1. Pembuatan larutan baku induk

Ditimbang hidrokuinon murni sebanyak 50,0 mg dan dilarutkan dalam sejumlah tertentu etanol 95%. Larutan tersebut dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100,0 ml dan ditambahkan etanol 95%

sampai tepat 100,0 ml, kemudian larutan dikocok sampai homogen. Sehingga didapatkan konsentrasi baku induk hidrokuinon 500 bpj dalam etanol 95%.

2. Penentuan λ max Hidrokuinon dalam NaOH (Moffat, et.al., 2004)

Larutan baku kerja konsentrasi 10 bpj dipipet 250 μ L dalam tabung reaksi ditambahkan dengan 1 mL pereaksi floroglusin 1% dan 1 mL NaOH 0,5 N, kemudian dipanaskan dalam penangas air pada suhu 70°C selama 15 menit. Larutan tersebut didinginkan dalam air bersuhu 25°C, kemudian ditambahkan dengan NaOH 0,5 N hingga volumenya 5,0 mL di dalam tabung reaksi dengan menggunakan mikropipet. Larutan dikocok hingga tercampur sempurna. Selanjutnya dibaca absorbansi larutan tersebut pada panjang gelombang 400-700 nm sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum.

3. Penentuan *Operating Time*

Larutan baku kerja konsentrasi 10 bpj dipipet 250 μ L dimasukkan ke dalam lima tabung reaksi kemudian ditambahkan dengan 1 mL pereaksi floroglusin 1% dan 1 mL NaOH 0,5 N, kemudian dipanaskan dalam penangas air pada suhu 70°C selama 15 menit. Larutan tersebut kemudian didinginkan dalam air bersuhu 25°C, kemudian campuran larutan ditambahkan dengan NaOH 0,5N menggunakan mikropipet hingga volumenya 5,0 mL dalam tabung reaksi. Selanjutnya dibaca absorbansinya pada menit ke 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 dan 18 pada panjang gelombang maksimum sehingga didapatkan *operating time*.

4. Pembuatan Kurva Baku Hidrokuinon dalam NaOH 0,5 N

Diambil larutan hidroquinon dengan konsentrasi 0,5 – 2,5 bpj masing-masing sejumlah tertentu sesuai dengan pipet dengan mikropipet, lalu dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan dengan 1 mL pereaksi floroglusin 1% dan 1 mL larutan NaOH 0,5 N lalu dipanaskan dalam penangas air pada suhu 70°C selama 15 menit. Larutan tersebut kemudian didinginkan dalam air bersuhu 25°C, selanjutnya campuran larutan ditambahkan dengan NaOH 0,5 N hingga volumenya 5,0 ml menggunakan mikropipet. Selanjutnya didiamkan selama *operating time* dan masing-masing larutan dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan blanko NaOH. Hasil absorbansi yang diperoleh pada masing-masing konsentrasi diplotkan ke dalam regresi linier sehingga diperoleh persamaan kurva baku yaitu $Y = bx + a$. Persamaan kurva baku yang diperoleh akan menjadi dasar dalam perhitungan kadar.

Uji Validasi Metode

a. Akurasi

Uji perolehan kembali (*recovery test*) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Uji perolehan kembali dinyatakan dengan % perolehan kembali (*recovery*) yang ditentukan dengan menghitung berapa % analit yang ditambahkan dapat diperoleh kembali dalam suatu pengukuran

(Rohman, 2007). Akurasi ditentukan dengan menggunakan penambahan adisi (*the method of standard additivies*), yakni ke dalam sampel CW1 dan CW2 masing – masing ditambahkan serbuk hidrokuinon sejumlah bpj tertentu, kemudian dianalisis dengan prosedur yang sama seperti pada sampel. Hasil dinyatakan dalam persen perolehan kembali (*% recovery*). Persen perolehan kembali dihitung dengan menggunakan rumus sbb:

$$\%recovery = \frac{Konsentrasi\ terhitung}{Konsentrasi\ sebenarnya} \times 100\%$$

b. LOD & LOQ

Batas deteksi (*LOD*) dan batas kuantitasi (*LOQ*) dihitung dari persamaan regresi kurva kalibrasi baku pembanding. Batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (y-y)^2}{n-2}}$$

$$S_{x_0} = \frac{S_{y/x}}{b}$$

$$V_{x_0} = \frac{S_{x_0}}{x} \times 100\%$$

Untuk linieritas, sebaiknya harga $V_{x_0} \leq 2\%$ (Ahuya, 2000).

Bila $y = -a + bx$: $LOD = \frac{3 S_{y/x} + |2a|}{b}$

$$LOQ = \frac{10 S_{y/x} + |2a|}{b}$$

Bila $y = a + bx$: $LOD = \frac{3 S_{y/x}}{b}$

$$LOQ = \frac{10 S_{y/x}}{b}$$

Penetapan Kadar Hidrokuinon dalam Sampel CW1 dan CW2

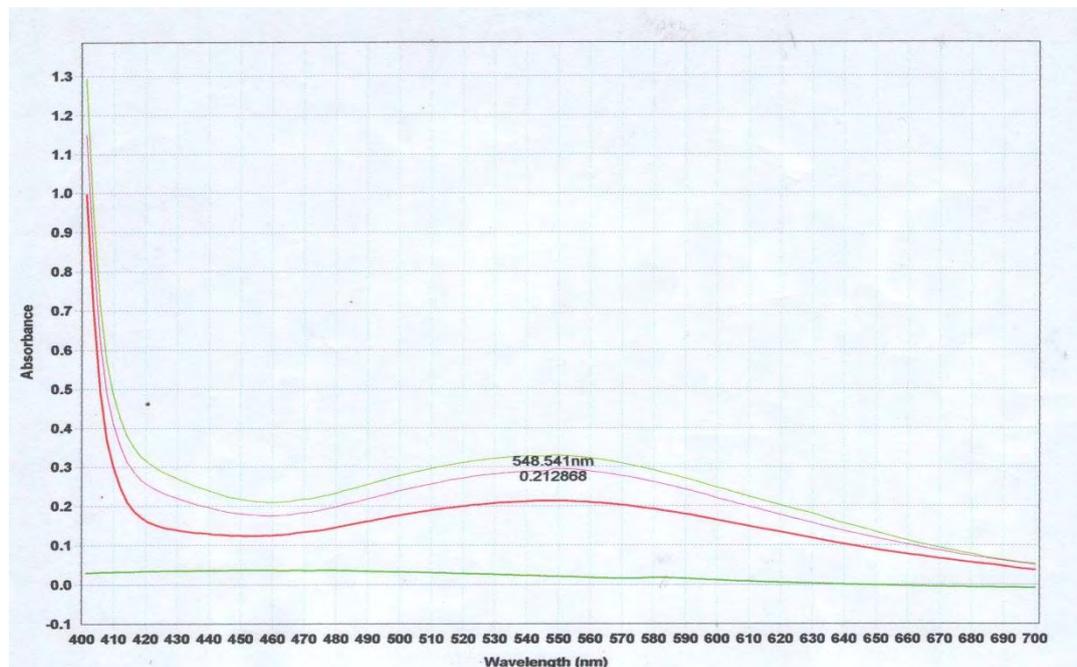
Ditimbang $\pm 100 - 150$ mg pada masing-masing sampel krim. Kemudian dilarutkan dalam 5 mL etanol 95%, lalu disonifikasi selama 3 menit, larutan disaring dengan kertas saring kedalam labu takar 10,0 mL dan ditambahkan etanol 95% sampai tanda batas. Larutan tersebut dipipet sebanyak 100 μ L dan dimasukkan kedalam labu takar 5,0 mL, ditambahkan dengan etanol 95% sampai garis tanda. Dari larutan tersebut dipipet lagi sebanyak 500 μ L dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan dengan 1 mL larutan floroglusin 1% dan 1 mL NaOH 0,5 N, lalu dipanaskan pada suhu 70°C selama 15 menit. Tabung reaksi kemudian didinginkan dalam air bersuhu 25°C, selanjutnya campuran larutan ditambahkan dengan NaOH 0,5 N hingga volumenya 5,0 mL. Kemudian didiamkan pada *operating time* dan dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Masing-masing sampel direplikasi tiga kali.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil Analisis Kualitatif

Tabel 4.1 Hasil Identifikasi Kualitatif Hidrokuinon

No.	Cara Uji	Hasil	Pustaka*	Keterangan
1	Organoleptis a. Bentuk b. Bau c. Warna	Kristal jarum Tidak berbau Putih	Kristal Jarum Tidak berbau Putih	+
2	Reaksi Warna a. Reagen Benedict b. FeCl ₃ c. o-fenantrolin	Merah Hijau Kompleks Merah	Merah Hijau Kompleks Merah	+ +
3	KLT (Kromatografi Lapis Tipis) a. Eluen n-heksan:Aseton (1:2) b. Eluen Kloroform:metanol (1:1) c. Eluen Asam asetat glasial:toluena (1:4)	$Rf = \frac{2,3}{7} = 0,33$ $Rf = \frac{5,7}{7} = 0,9$ $Rf = \frac{0,4}{7} = 0,06$	Rf dalam rentang : 0,2 – 0,8	+ - -



Gambar 4.1 Spektrum UV-Vis serapan hidrokuinon diamati menggunakan Spektrofotometer UV-Vis (λ maks = 548,541 nm)

Tabel 4.2 Hasil Pemeriksaan Organoleptis Sediaan Krim Malam

Sampel	Replikasi	Organoleptis		
		Bentuk	Bau	Warna
Krim Malam CW1	1	<i>Emulsifying Cream</i>	Tidak berbau	Kuning Muda
	2	<i>Emulsifying Cream</i>	Tidak berbau	Kuning Muda
	3	<i>Emulsifying Cream</i>	Tidak berbau	Kuning Muda
Krim Malam CW2	1	<i>Emulsifying Cream</i>	Tidak berbau	Putih
	2	<i>Emulsifying Cream</i>	Tidak berbau	Putih
	3	<i>Emulsifying Cream</i>	Tidak berbau	Putih

Tabel 4.3 Hasil Pemeriksaan KLT

Eluen	Rf		
	Sampel CW1	Sampel CW2	Baku Hidrokuinon
n-heksan : aseton (1:2)	0,33	0,32	0,33
Kloroform : metanol (1:1)	0,81	0,79	0,93
Asam asetat glasial : toluena (1:4)	0,04	0,05	0,06

Tabel 4.4 Hasil Pemeriksaan dengan Reaksi Warna Krim Malam

Pereaksi Uji	Krim Malam	Hasil Pengamatan	Pustaka*	Keterangan
Benedict	CW1	Biru	Merah	-
	CW2	Biru	Merah	
FeCl₃	CW1	Hijau	Hijau	+
	CW2	Hijau	Hijau	
o-fenantrolin	CW1	Kompleks Merah	Kompleks Merah	+
	CW2	Kompleks Merah	Kompleks Merah	

2. Hasil Analisis Kuantitatif

Kurva Baku Hidrokuinon

Hasil pengamatan absorbansi hidrokuinon dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan pada panjang gelombang 548,541 nm, didapatkan data sebagai berikut :

Tabel 4.8 Nilai Absorbansi Hidrokuinon dalam NaOH

Konsentrasi (bpj)	Absorbansi	\hat{y}	$(y-\hat{y})^2$
0,51	0,193	0,1920667262	$8,710000149 \times 10^{-7}$
0,71	0,213	0,2127481908	$6,340786611 \times 10^{-8}$
0,91	0,234	0,2336344224	$1,336469668 \times 10^{-7}$
1,12	0,255	0,2543158871	$4,680105283 \times 10^{-7}$

1,32	0,271	0,2750997352	$1,680782845 \times 10^{-5}$
1,52	0,295	0,2958835833	$7,807194232 \times 10^{-7}$
1,72	0,318	0,3166674314	$1,775739063 \times 10^{-6}$
1,93	0,339	0,3374512795	$2,398535119 \times 10^{-6}$
2,13	0,358	0,3581327442	$1,762100977 \times 10^{-6}$

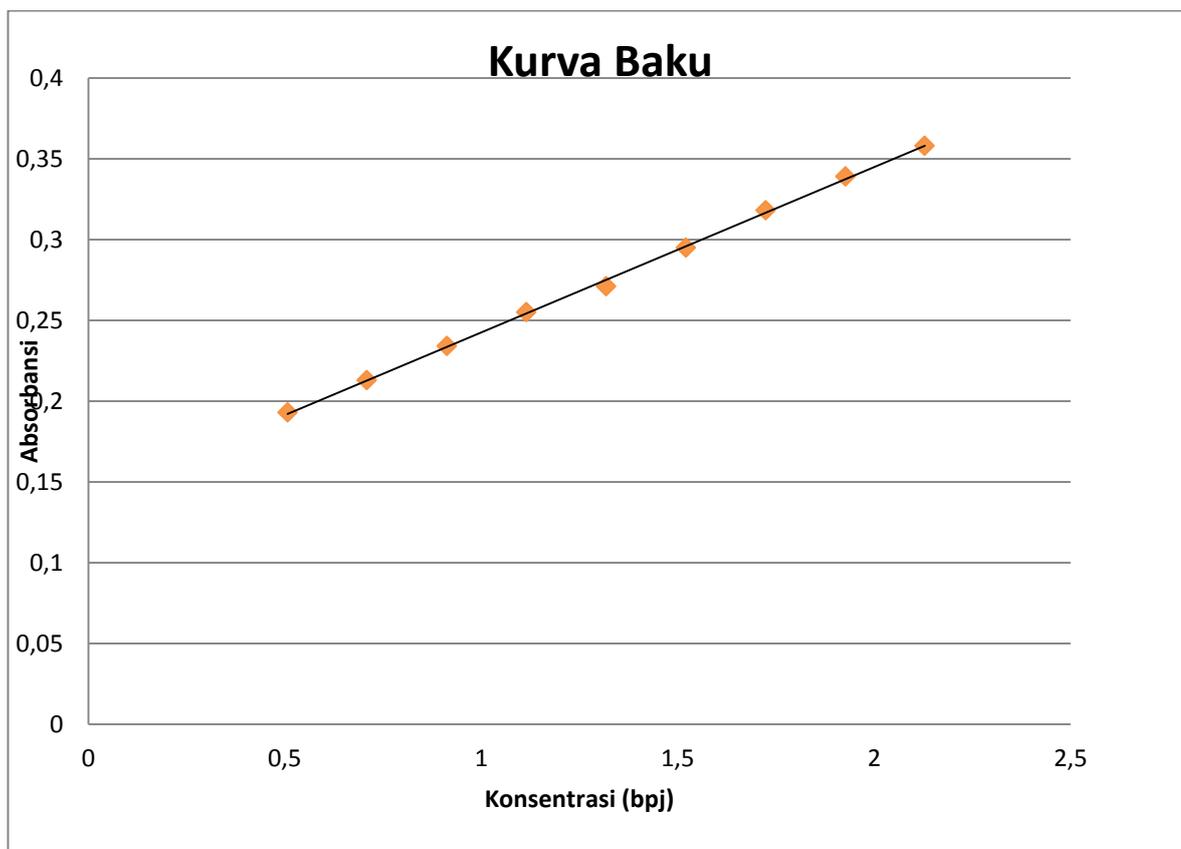
➤ Persamaan regresi hidrokuinon dalam NaOH adalah $y = 0,1024x + 0,1402$

dengan harga koefisien korelasi (r) adalah 0,999

➤ $LOD = \frac{3 Sy/x}{b} = 0,06$ bpj

➤ $LOQ = \frac{10 Sy/x}{b} = 0,18$ bpj

➤ $V_{xo} = \frac{S_{xo}}{x} \times 100\% = 1,4 \%$



Gambar 4.5 Kurva Hubungan Konsentrasi (bpj) dengan Nilai Absorbansi dari Baku Kerja Hidrokuinon dalam NaOH

Kadar Hidrokuinon dalam Sampel CW1 dan CW2

Tabel 4.9 Hasil Penetapan Kadar Hidrokuinon dalam Krim CW1 dan CW2

Sampel	Kadar Hidrokuinon (%)	Rata – rata (%)	SD	KV (%)
Krim CW1				
Replikasi 1	4,10	4,05	0,04163	0,94%
Replikasi 2	4,02			
Replikasi 3	4,04			
Krim CW2				
Replikasi 1	3,10	3,09	0,04163	1,35%
Replikasi 2	3,12			
Replikasi 3	3,04			

Perhitungan %Recovery Sampel

Tabel 4.5 Hasil Penetapan % Recovery Hidrokuinon dalam Krim Malam CW1

a. Penambahan adisi 1,52 bpj

Konsentrasi sampel (bpj)	Konsentrasi baku yang teramati (bpj)	Konsentrasi baku sesungguhnya (bpj)	%Recovery
256,6	1,42	1,52	93,12%
246	1,40	1,52	92,11%
258,6	1,38	1,52	90,8%

$\bar{x} = 92,01\%$

SD = 1,16322

Rentang = 90,85 – 93,17%

KV = 1,65% (Syarat : KV ≤ 2%)

b. Penambahan adisi 2,13 bpj

Konsentrasi sampel (bpj)	Konsentrasi baku yang teramati (bpj)	Konsentrasi baku sesungguhnya (bpj)	%Recovery
256,6	2,10	2,13	98,52
246	2,17	2,13	101,73
258,6	2,12	2,13	99,44

$\bar{x} = 99,89\%$

SD = 1,65301

Rentang = 98,24 – 101,55%

KV = % (Syarat : KV ≤ 2%)

Tabel 4.6 Hasil Penetapan % *Recovery* Hidrokuinon dalam Krim Malam CW2

a. Penambahan adisi 1,52 bpj

Konsentrasi sampel (bpj)	Konsentrasi baku yang teramati (bpj)	Konsentrasi baku sesungguhnya (bpj)	%<i>Recovery</i>
324,4	1,54	1,52	101,47
334,6	1,50	1,52	98,9
328,2	1,55	1,52	102,11

$\bar{x} = 100,83\%$

SD = 1,69895

Rentang = 99,13 -102,55%

KV = 1,69% (Syarat : $KV \leq 2\%$)

b. Penambahan adisi 2,13 bpj

Konsentrasi sampel (bpj)	Konsentrasi baku yang teramati (bpj)	Konsentrasi baku sesungguhnya (bpj)	%<i>Recovery</i>
324,4	1,94	2,13	91,08%
334,6	1,96	2,13	92,02%
328,2	2,00	2,13	93,9%

$\bar{x} = 92,33$

SD = 1,43587

Rentang =90,89 – 93,77%

KV = 1,56% (Syarat : $KV \leq 2\%$)

Pada penelitian ini dipilih Sampel krim malam dengan merek CW1 dan CW2 yang terdapat pada Klinik kecantikan N dan E di kabupaten Sidoarjo. Dipilih Sampel krim malam CW1 dan CW2 untuk diteliti karena sebagian besar masyarakat remaja dan dewasa di Kabupaten Sidoarjo gemar membeli produk ini untuk memberikan hasil kulit putih dan bersih dalam waktu yang cepat. Selain itu,

kedua krim ini dapat dibeli bebas oleh konsumen tanpa menggunakan resep dokter. Pada penelitian ini dilakukan analisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui apakah terdapat hidrokuinon pada sampel yang diteliti dan memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) berdasarkan *PUBLIC WARNING/PERINGATAN* Nomer KH.00.01.43.2503 tanggal 11 Juni 2009. Dari hasil penelitian diperoleh hasil sebagai berikut :

Dilakukan pemeriksaan kandungan hidrokuinon secara kualitatif meliputi pemeriksaan organoleptis (bentuk, bau dan warna), identifikasi dengan metode KLT (Kromatografi Lapis Tipis), identifikasi dengan menggunakan reaksi warna, yaitu dengan reagen Benedict yang (+) warna merah, dengan FeCl_3 yang (+) warna hijau dan dengan o-fenantrolin yang (+) kompleks merah menunjukkan hasil yang positif sesuai dengan pustaka kecuali reagen benedict. Selain itu juga dilakukan penentuan profil spektrum hidrokuinon dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400,0-700,00 nm dengan mengukur nilai absorbansi 3 konsentrasi larutan baku kerja dalam NaOH. Dari hasil pengamatan didapatkan panjang gelombang maksimum hidrokuinon dalam NaOH yaitu 548,541 nm. Setelah itu dilakukan pula optimasi suhu dan *operating time* dengan cara orientasi suhu dan waktu pemanasan dari 60°C - 80°C pada menit ke 5 sampai menit ke 15. Kemudian didiamkan pada suhu kamar dengan waktu pendiaman 5 menit untuk masing-masing replikasi, lalu diamati absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Didapatkan absorbansi maksimum pada suhu pemanasan 70°C dalam waktu 15 menit.

Pengujian kualitatif sediaan krim malam CW1 dan CW2 meliputi pemeriksaan organoleptis (bentuk, bau dan warna), penentuan pH dan penentuan panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil pemeriksaan organoleptis sediaan krim malam, ketiganya memiliki karakteristik yang sama dalam hal bentuk dan bau, namun dalam hal warna memiliki hasil yang berbeda. Pada pengujian dengan reaksi warna, krim malam CW1 dan CW2 menunjukkan hasil positif mengandung hidrokuinon. Dari hasil spektrogram krim malam CW1 dan CW2 menunjukkan hasil yang positif yaitu dengan adanya peak yang sama dengan panjang gelombang hidrokuinon murni yaitu 548,541 nm.

Dalam uji *recovery* dilakukan dengan metode penambahan standard adisi sejumlah tertentu dengan konsentrasi tertentu untuk masing-masing sediaan krim malam CW1 dan CW2. Setelah itu dilakukan pencampuran larutan standard dengan masing-masing konsentrasi sampel yang sehingga didapat absorbansi campuran. Absorbansi baku didapatkan dari absorbansi campuran dikurangkan dengan absorbansi sampel. Dari absorbansi baku didapatkan konsentrasi baku yang teramati dengan bantuan regresi kurva baku. Hasil uji *recovery* diperoleh dengan membandingkan konsentrasi baku yang diamati dengan konsentrasi baku sesungguhnya (larutan standard) dikalikan seratus persen. Hasil uji *recovery* yang diperoleh untuk sediaan krim malam CW1 adalah 92,01% dan 99,89% serta sediaan krim malam CW2 adalah 100,83% dan 92,33%. Hasil uji *recovery* untuk sediaan krim malam CW1 dan sediaan krim malam CW2 memenuhi persyaratan yaitu 80 – 120% (WHO).

Tahap akhir dari penelitian ini adalah melakukan penetapan kadar hidrokuinon yang dimulai dengan pembuatan kurva baku. Kurva baku dibuat dari hasil pengukuran absorbansi larutan baku kerja hidrokuinon dalam NaOH pada konsentrasi 0,51 bpj; 0,71 bpj; 0,91 bpj; 1,12 bpj; 1,32 bpj; 1,52 bpj; 1,72 bpj; 1,93 bpj; 2,13 bpj yang diamati pada panjang gelombang 548,541 nm.

Dari hasil perhitungan kurva baku dapat diperoleh persamaan regresi, LOD, LOQ dan V_{x_0} . Persamaan regresi hidrokuinon dalam NaOH adalah $y = 0,10246x + 0,13997$ dengan harga koefisien korelasi (r) adalah 0,9993. Nilai LOD, LOQ, dan V_{x_0} berturut-turut adalah 0,05 bpj, 0,18 bpj, dan 1,39 %. Harga $r_{hitung} = 0,999$ dan V_{x_0} memenuhi persyaratan linieritas sehingga dapat dikatakan ada hubungan antara kadar dengan absorbansi (Gunawan, 1995). Dari hasil penetapan kadar didapatkan kadar hidrokuinon dalam sediaan krim CW1 = 4,05% dan dalam sediaan krim CW2 = 3,09%. Karena mengandung hidrokuinon, pembelian sediaan krim malam CW1 dan CW2 harus berdasarkan resep dokter karena termasuk golongan obat keras, apalagi kadar hidrokuinon dari sediaan krim CW2 melebihi batas efektifnya, yaitu 2 – 4% (Clark's), lebih dari itu akan menimbulkan efek samping sehingga harus dibawah pengawasan dokter (Draelos, 2005).

KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa pada uji kualitatif, secara organolpetis, KLT, reaksi warna dan penentuan profil hidrokuinon, sediaan krim malam CW1 dan CW2 mengandung hidrokuinon.

Dari validasi metode yang dilakukan diperoleh harga yang menunjukkan bahwa metode penetapan kadar yang dilakukan memenuhi persyaratan validasi, dengan nilai linieritas $r = 0,999$ dan nilai $V_{x0} = 1,4\%$. Presisi memenuhi syarat diperoleh harga KV sampel CW1 dan CW2 berturut – turut = 0,94% dan 1,35%. Akurasi memenuhi syarat karena diperoleh nilai *%Recovery* dalam sampel CW1 dengan rentang = 90,8 - 101,73% dan sampel CW2 dengan rentang = 91,08 – 102,11%. Analisis hidrokuinon pada sampel CW1 dan CW2 secara kuantitatif menggunakan spektrofotometri UV-Vis untuk menganalisis kadar hidrokuinon dalam sediaan krim malam CW1 dan CW2 diperoleh berturut-turut = 4,05% dan 3,09%.

Melihat masih banyaknya penggunaan hidrokuinon dalam krim malam yang tidak menggunakan resep dokter pada klinik kecantikan ataupun dilarang menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) berdasarkan *PUBLIC WARNING/PERINGATAN* Nomer KH.00.01.43.2503 tanggal 11 Juni 2009 adalah dilarang pada sediaan kosmetik, maka sebaiknya dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai keberadaan hidrokuinon dalam krim malam lainnya yang ada di klinik-klinik kecantikan di Sidoarjo. Selain itu, perlu dilakukan pula penelitian mengenai bahan-bahan lain yang penggunaannya dilarang/dibatasi dalam sediaan kosmetik, seperti merkuri dan asam retinoat karena terkait dengan efek samping dari bahan-bahan tersebut baik jangka pendek maupun jangka panjang.

DAFTAR PUSTAKA

- Ansel HC, 1989, *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi*, Universitas Indonesia Press, Jakarta, 551.
- Anief M, 1997, *Formulasi Obat Topikal dengan Dasar Penyakit Kulit*, Gajah Mada University Press, Jogjakarta, 1-7.
- Aulton ME (ed), 1988, *Pharmaceutics : The Science of Dosage Form Design*, Churcill Livingstone, Edinburgh, 385-386, 389-402, 406.
- Badan POM Republik Indonesia, 2009, *Public Warning tentang Kosmetik mengandung Bahan Berbahaya/Bahan Dilarang*, 1-2.
- Bae H, Kang M, Cho C, 2006, *Survey and Mechanism of skin Depigmenting Agent and Lightening Agent*, John Wiley and Sons Ltd, 921-934.
- Baran, Robert & Howard I, Maibach, 1998, *Textbook of Cosmetic Dermatology*, 2nd ed, Martin dunitz, London, 401-402.
- Barry BW, 1983, *Dermatological Formulations : Percutaneous Absorption*, Marcel Dekker Inc., 2-14, 95-115.
- Day RA, AL Underwood, 2001, *Analisis Kimia Kuantitatif*, 6th ed. Erlangga, Jakarta, 396-404.
- Darmadi, 2008, *Infeksi Nosokomial : Problematika dan Pengendaliannya*, Salemba Medika, jakarta, 117-118.
- Departemen Kesehatan RI, 1995, *FI ed. 4*, Departemen Kesehatan, Jakarta, 440.

- Djuanda A, Kamzah M, Aisah S, 2007, *Ilmu Penyakit Kulit dan Kelamin*, ed.5, Kedokteran UI, Jakarta, 3-8.
- Draelos ZD, 2005, *Cosmeceuticals*, Elsevier, USA, 215-235, 163, 1-2.
- Dwikarya M, 2003, *Merawat Kulit dan Wajah*, PT. Kawan Pustaka, Jakarta, 1-5.
- Elsner P, Maibach, HI 2000, *Cosmeceuticals*, marcel Dekker Inc. New York, 123-143.
- Fawcett DW, 2002, Buku Ajar Histologi, ed 12, Terjemahan oleh Jan Tambayong, 1994, ECG, Jakarta, 468-474, 477-481.
- Flynn, 1989, *Modern Pharmaceutics*, vol. 7, Marcel Dekker Inc., New York, 263-323.
- Genaro, A (eds), 1995, *Remington's Pharmaceuticals Sciences*, 19th edition, Mack Publishing Company Inc., 282-284, 289.
- Gritter, J.R., dkk., 1991, *Kromatografi*, Penerbit Institut Teknologi Bandung, 1, 6, 8.
- Junqueira LC & Carneiro, 2005, *Basic Histology Text & Atlas*, 11th edition.
- Harahap M, 1990, *Penyakit Kulit*, PT. Gramedia, Jakarta, 1-4.
- Katsambas AD, Stratigos AJ, 2001, *Depigmenting & Bleaching Agents : Coping Hyperpigmentation*, Clinics in Dermatology, 19, 483-488.

- Kipngetich TE, Hillary M, Shadrack M, 2013, *UV-Vis Analysis and Determination of Hydroquinone in Body Lotion and Creams Sold in Retail Outlets in Baraton Kenya*, Baraton Interdisciplinary Research Journal Vol.3(1), 23-28.
- Kreps SI, Goldenberg RL, 1972, *Suntan Preparation dalam : Balsam M.S, Sagarin E (eds) Cosmetic Science and Technology*, 2nd edition, vol. I : 241-305.
- Martin A, Swarbrick J, Cammarata A, 1993, *Farmasi Fisik : Dasa-dasar Kimia Fisik dalam Ilmu Farmasetik*, 3rd ed, vol. 2, 827-896, 1077-1117.
- Mitsui T, 2004, *New Cosmetic Science*, Elsevier : Tokyo, Japan, 32-38, 142, 343, 345-351.
- Moffat AC, Osselton, 2004, *Clarke's Analysis of Drugs and Poisons*, 3rd ed., volume 2, 1115.
- Mescher AL, 2010, *Basic Histology Text and Atlas*, 12th edition, USA.
- Nakayama K, Ebihara T, Jinnai T, 2000, *Depigmentation Agents dalam : Cosmeceuticals Drug vs Cosmetics*, Newyork.
- Ningsih, 2009, *Identifikasi Hidrokuinon dalam Krim Pemutih Selebritis Night Cream dengan Metode KLT*, Skripsi tidak dipublikasikan, Medan, Fak. Matematika dan IPA Universitas Sumatera Utara.

- Odumosu PO, Ekwe TO, 2010, *Identification&Spectrophometric Determination of Hydroquinone Levels in Some Cosmetic Creams*, African Journal of pharmacy and Pharmacology Vol. 4(5), 231-234.
- Prabawati DA, Fatimawali, Yudistira A, 2010, *Analisis Zat Hidrokuinon pada Krim Pemutih wajah yang Beredar di Kota Manado*. Skripsi tidak dipublikasikan, UNSRAT Manado.
- Sastrohamidjojo H, 2007, *Dasar-dasar Spektroskopi*, UGM, Yogyakarta, 1-5.
- Schlossman ML, 2010, *The Chemistry and Manufacture of Cosmetics*, USA, 325-340.
- Shai A, Maibach HI, Baron R, 2001, *Handbook of Cosmetic Skin Care*, Martin Dunitz, UK.
- Suharman, 1995, *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press, Surabaya, 23-26.
- The United States Pharmacopoeia, 2005, *The Official Compendia of Standards, The USP XXVIII and The national Formulary XXIII*, Philadelphia : Convention Inc., 7, 929-930.
- Tranggono RI & Latifah F, 2007, *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*, Gramedia, Jakarta, 11-15.
- Wasitaatmadja SM, 1997, *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*, Penerbit UI, Jakarta, 11-15.

Wattimena *et al.*, 1991, *Farmakodinamika & Terapi Antibiotika*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, 60-63.

Wibowo DS, 2005, *Anatomi Tubuh Manusia*, Grasindo, Jakarta, 15-25.

Westerhof W, Kooyers TJ, 2005, *Hidroquinone and Its analogues in Dermatology-A Potential Health Risk*, *Journal of Cosmetic Dermatology*, 4, 55-59.

Yuwono M, Mulja M, Indrianto G, 1999, *HPLC*, Universitas Airlangga, Surabaya, 49-56.

Zuidhoff HW, 2000, *The Whitening Properties of Lactic Acid and Lactates dalam Personal Care Ingredients Asia : Conferences Proceeding*, Maret 2000, England, 85-87.