

Penentuan Ion Logam Aluminium dalam Sediaan Deodoran dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Adinda Anno Meitasari^{1,*}, A. Sentosa Panggabean¹, dan Subur P. Pasaribu¹

¹Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

*Email : dinda.anno92@gmail.com

Abstract A research about the aluminium content in deodorant with AAS method has been carried out. To obtain the optimum measurement results, should be done with analytical performance parameters. The result showed good performance, indicated of the LoD parameters was given 0,30 mg/L, %CV was given 2,63% and %Recovery for the samples deodorant X = 115%, deodorant Y = 96% and deodorant Z = 90,7%. Based on the results, this method was applied to aluminium contained in deodorant brand X, Y and Z. method respectively 0,61 µg/g for deodorant X : 0,73µg/g for deodorant Y and 0,29 µg/g deodorant Z. The result can be concluded for this research sholved the AAS method.

Keywords *deodorant, aluminium, AAS*

Pendahuluan

Deodoran adalah suatu produk yang ditujukan untuk mengurangi atau menutupi bau ketiak melalui kerja antimikroba terhadap organisme - organisme. Deodoran dapat digolongkan sebagai kosmetik. Deodoran termasuk antiperspiran, hal tersebut disebabkan oleh kerja garam aluminium sebagai zat aktif dalam antiperspiran yang bersifat anti bakteri dan mampu mengurangi jumlah pengeluaran keringat pada ketiak.

Fungsi deodoran antara lain kemampuannya dapat menutupi atau mengurangi bau dalam waktu lama, tidak mengiritasi kulit, zat aktifnya dapat larut dengan baik dalam sistem penghantaran, pengendalian viskositas produk dan rasa nyaman di kulit. Deodoran dapat membunuh bakteri *Staphylococcus* apabila mengandung bahan anti bakteri dan antiperspiran untuk penyerap keringat yang kuat. Sayangnya bahan - bahan itu adalah zat kimia yang memiliki efek negatif bagi kulit manusia jika berlebihan.

Di dalam deodoran itu umumnya terdapat Aluminium Klorohidrat. Aluminium Klorohidrat adalah senyawa kimia yang menjadikan DNA rusak dan itu menyebabkan pemicu munculnya kanker payudara . Aluminium Klorohidrat ini bekerja mengendalikan keringat dengan cara menutup atau menyempikan pori - pori. Ion aluminium klorohidrat ini akan bereaksi dengan ion - ion keringat dan menutupi pori - pori sehingga keringat tidak jadi dikeluarkan.

Aluminium termasuk golongan yang tinggi kadar toksiknya dan apabila terlalu berlebihan dapat menyebabkan anemia, sakit tulang dan demensia khusus pada pasien dengan keturunan penyakit ginjal. Aluminium juga dapat menyebabkan penyakit *Alzheimer* yang

sebelumnya telah ditemukan. Meskipun begitu aluminium digunakan pada beberapa produk kosmetik contohnya deodoran atau antiperspiran.

Kadar ambang batas yang untuk deodoran yang diperbolehkan adalah 20% dalam Aluminium Klorohidrat dan 5% untuk Aluminium dalam bentuk lain [1].

Telah dilakukan beberapa penelitian tentang logam aluminium di dalam sediaan deodoran. Penelitian Kasim [2] tentang pengukuran sampel deodoran dilakukan dengan Spektrofotometer Serapan Atom menunjukkan hasil berkisar antara 0,624-2,416 mg/L kadar aluminium didalam deodoran dari 7 brand dari Negara yang berbeda, dimana Indonesia memiliki kadar ion logam aluminium tertinggi yaitu 2,416 mg/L. Kemudian penelitian oleh Melissa tahun 2007 di mana uji perolehan kembali yang dilakukan pada sediaan deodoran dengan penambahan bahan baku 20% dan 60% di peroleh hasil antara 97,5% - 101,9%.

Berdasarkan latar belakang yang tertera diatas, timbul keinginan untuk melakukan penelitian tentang konsentrasi aluminium deodoran jenis *Roll-On* asal Indonesia yang diambil secara acak. Di mana deodoran di beri label dengan nama brand X , Y dan Z menggunakan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Parameter-parameter pengukuran yang harus dipelajari untuk mendapatkan hasil yang dikatakan optimal adalah mengetahui daerah linearitas standar aluminium, yang nantinya berhubungan dengan penentuan konsentrasi analit. Serta penentuan nilai LoD, presisi dan akurasi. dimana pada prosesnya, sampel akan di *spike* dengan sejumlah tertentu analit dari larutan standar untuk mendapatkan %recovery yang baik.

Metodologi Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *Atomic Adsorption Spectrofotometry merk Shimadzu*, Peralatan Gelas Laboratorium, Neraca Analitik, *Hot Plate*, Pipet Mikro, *Beaker Glass*, Pipet Volum, Botol Film Plastik, Klem, Statif dan Labu Erlenmayer. Bahan-bahan yang digunakan adalah HCl, HNO₃ 60%, aquades, IEW, larutan Induk Aluminium 1000 mg/L, kertas saring Whatman 11 mm dan deodoran.

Prosedur Penelitian

Optimasi Parameter Pengukuran AAS

Kondisi alat instrumen yang digunakan cukup baik. Hanya saja pada penggunaan gas pembakar khususnya untuk logam Aluminium terdapat perbedaan. Gas pembakar yang digunakan untuk proses atomisasi senyawa Aluminium menggunakan campuran Nitrous-Asetilen yang memiliki suhu sekitar 2900 °C .

Namun pada penelitian ini menggunakan gas asetilen - udara yang memiliki suhu sekitar 2300 °C. Dimana gas pembakar dan oksidan dicari variasi pembakaran optimum untuk pengukuran konsentrasi sampel dan kinerja analitik. Dalam hal ini, nyala yang digunakan adalah nyala pereduksi (rich). Hal ini diharapkan dapat menunjukkan sensitifitas pengukuran yang mendekati pengukuran dengan gas campuran nitrous - asetilen.

Pada percobaan ini, dicari variasi pengatomisasian yang tepat. Dimana asetilen dan udara divariasikan dengan perbandingan (3 : 10), (3,5 : 10), dan (4 : 10). Untuk penentuan pembakaran yang maksimal, dapat ditandai dengan nilai absorbansi yang didapatkan. Kemudian hasil yang diperoleh dapat digunakan untuk mencari absorbansi setiap pengukuran.

Persiapan uji untuk sampel deodoran Destruksi menggunakan Aquaregia (HCl : HNO₃)

Sampel deodoran dari ketiga brand yaitu *brand X*, *brand Y* dan *brand Z* diambil sebanyak 2 mL. Kemudian masukkan ke dalam labu erlenmayer. Tambahkan 10 mL aqua regia (kombinasi asam nitrat dan asam klorida dalam perbandingan 1:3) pekat. Campuran ini diuapkan ± 2,5 jam menggunakan *hot plate* hingga uap coklatnya hilang dan menyisakan uap berwarna putih.

Hasil destruksi biarkan mendingin dan masukkan ke dalam labu takar 25 mL, volume larutan ditepatkan ke tanda batas dengan aquades. Campuran ini disaring dengan kertas saring (Whatman 11 mm) ke dalam botol

sampel. Kemudian diukur absorbansinya dengan Spektrofotometer Serapan Atom [2].

Uji Kinerja Analitik Linearitas

Pada perlakuan ini, pertama-tama dibuat variasi konsentrasi 1,0 mL; 1,5 mL; 2,0 mL; 2,5 mL; 3,0 mL dan 3,5 mL. Lalu diukur dengan AAS masing-masing larutan standar yang kemudian dilakukan perulangan sebanyak 3 kali. Dari percobaan ini akan diperoleh persamaan garis regresi untuk Aluminium dengan memplotkan absorbansi terukur dengan konsentrasi larutan seri.

Penentuan LoD

Batas deteksi ditentukan dengan pengukuran harga absorbansi terkecil yang masih dapat ditentukan dan dibedakan dari sinyal yang diberikan oleh blanko dengan beberapa kali pengukuran. Batas deteksi dinyatakan sebagai perbandingan sinyal standar (S) terhadap sinyal blanko (N) atau $S/N = 3$ [3].

Limit Deteksi

$$LoD = \bar{X} + 3 \cdot SD$$

Penentuan Presisi

Presisi adalah suatu ukuran penyebaran (dispersi suatu kumpulan hasil), kedekatan dari suatu rangkaian pengukuran berulang-ulang satu sama lain. Penentuan metode presisi digolongkan ke dalam 3 bagian yaitu reproduksibilitas, replotabilitas dan presisi Antara.

Pada penelitian ini, uji presisi dilakukan secara replotabilitas. Dimana larutan standar Aluminium 2 ppm diukur sebanyak 7 kali. Kemudian untuk memperoleh absorbansinya diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Setelah itu, dihitung Standar Deviasi dan nilai %KV.

Penentuan Akurasi

Ketepatan (*Accuracy*) suatu pengukuran dapat didefinisikan sebagai kesesuaian antara penetapan suatu nilai dengan nilai sebenarnya atau nilai yang paling mungkin. Untuk menetapkan akurasi dibagi menjadi 2 cara yaitu metode simulasi standar dan metode penambahan bahan baku standar (*spike*).

Pada penelitian ini, dilakukan uji perolehan kembali dengan metode Spike. Pada tahapan ini, 2 mL sampel deodoran dari masing-masing brand yaitu brand X, brand Y dan brand Z dimasukkan ke dalam labu erlenmayer. Ditambahkan larutan standar 0,5 mL yang setara dengan 1 mg/L. Kemudian tambahkan 10 mL aquaregia dengan kombinasi HNO₃ dan HCl (1 : 3). Campuran ini diuapkan ± 2,5 jam menggunakan *hot plate* hingga uap coklatnya hilang dan menyisakan uap putih.

Hasil destruksi dinginkan dan pindahkan ke dalam labu takar 25 mL, volume larutan ditepatkan ke tanda batas dengan Aquades. Campuran ini disaring dengan kertas saring (*Whatman* 11 mm) ke dalam botol sampel. Kemudian diukur absorbansinya dengan Spektrofotometer Serapan Atom dan dihitung %Recovery.

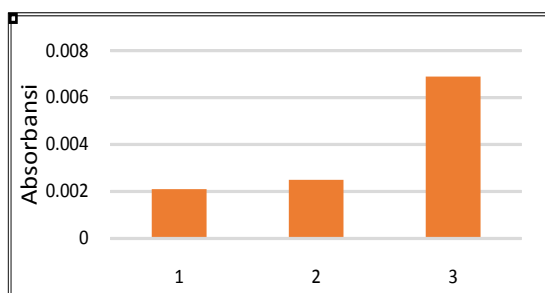
Hasil dan Pembahasan

Optimasi Parameter Pengukuran AAS

Optimasi parameter pengukuran menggunakan SSA yang dilakukan antara lain dengan cara memvariasikan gas pembakar dan Oksidan. Penentuan pembakaran maksimal ditentukan melalui nilai absorbansi yang didapatkan. Setelah didapatkan maka akan digunakan untuk mencari absorbansi setiap pengukuran.

1. Penentuan Gas Pembakar : Oksidan (Asetilen : Udara)

Pada penentuan gas pembakar pada nyala AAS, diperoleh pembakaran optimum pada perbandingan Asetilen : udara adalah 4:10. Hal ini diperoleh dari serapan atau absorbansi terbesar yang diberikan terhadap pengukuran standar 1 ppm yang diulang sebanyak 3 kali pengukuran untuk mendapatkan keakuratan. Di mana nilai rata-rata dari absorbansi yang didapatkan adalah 0,0077. Penentuan konsentrasi 1 mg/L diambil dari ukuran terkecil konsentrasi pada kurva kalibrasi yang peneliti ukur dengan SSA.



Gambar 1. Grafik hasil variasi gas pembakar : oksidan terhadap pengukuran larutan standar aluminium 1 mg/L.

Dari data pada gambar 4.1 dapat disimpulkan bahwa serapan atau absorbansi yang paling optimum adalah terdapat pada perbandingan 4 : 10 (gas pembakar : oksidan). Sedangkan untuk variasi dibawahnya memiliki serapan yang kurang optimum. Dalam hal ini, variasi yang digunakan jika diatas 4 : 10 akan terjadi masalah pada alat SSA. Di mana api yang digunakan dapat mati tiba-tiba karena gas tidak mampu menyuplai tekanan diatas 4 : 10. Sehingga 4 : 10 merupakan

optimasi yang cocok untuk digunakan pada analisa selanjutnya. Pada nyala SSA yang digunakan pada penelitian kali ini adalah nyala pereduksi. Di mana Nyala pereduksi adalah proporsi bahan bakar melebihi jumlah stoikiometri terhadap oksidan dan warnanya kuning seluruhnya.

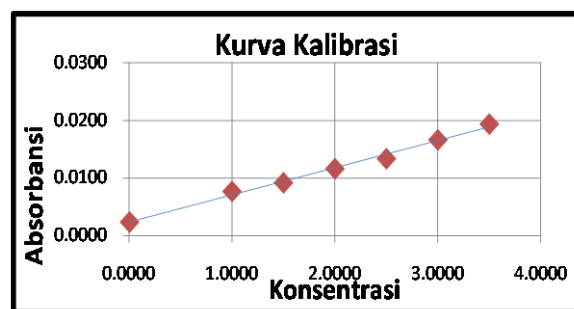
Preparasi Sampel

Pada penelitian ini, deodoran yang digunakan diambil secara acak. Masing-masing deodoran memiliki kadar aluminium yang diduga berbeda. Penentuan ion aluminium dalam deodoran ini menggunakan teknik destruksi basah menggunakan asam kuat yaitu *Aquaregia*. *Aquaregia* sebagai zat kimia yang mampu melarutkan semua logam termasuk emas dan platina. Dalam hal ini, penggunaan *Aquaregia* untuk melarutkan aluminium secara sempurna, dilakukan selama $\pm 2,5$ jam hingga asap coklat berubah menjadi asap putih, kemudian diencerkan dalam 25 mL. Ini menandakan bahwa deodoran yang di destruksi dapat diukur dengan SSA menggunakan api reduksi yang telah optimum. Hasil pengukuran dapat dilihat pada lampiran 5.

Kinerja Analitik

1. Linearitas

Pada perlakuan ini, pertama-tama dibuat variasi konsentrasi larutan standar aluminium. Lalu diukur dengan AAS masing-masing larutan standar yang kemudian dilakukan perulangan sebanyak 3 kali. Dari percobaan ini akan diperoleh persamaan garis regresi untuk Aluminium dengan memplotkan absorbansi terukur dengan konsentrasi larutan seri.



Gambar 2. Persamaan garis regresi linier

Pada pengukuran linearitas yang diperoleh dari ion Aluminium dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom, di mana gas optimum yang digunakan adalah perbandingan 4:1 yaitu asetilen : udara. Hasil nilai regresi yang diperoleh sebagai berikut : $y = 0.0048x + 0.0019$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0.9941$. Di mana pada setiap pengukuran standar, dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan

hasil yang akurat pada pengukuran ion Aluminium dengan spektrofotometer serapan atom. Hal ini dapat disimpulkan bahwa nilai regresi cukup baik dan proposional terhadap konsentrasi sampel.

2. LoD

Batas deteksi ditentukan dengan pengukuran harga absorbansi terkecil yang masih dapat ditentukan dan dibedakan dari sinyal yang diberikan oleh blanko dengan beberapa kali pengukuran. Batas deteksi dinyatakan sebagai perbandingan sinyal standar (S) terhadap sinyal blanko (N) atau $S/N = 3$ [3].

Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh nilai absorbansi rata-rata blanko sebesar 0.000971 dengan nilai standar deviasi 0.00025. Di mana blanko yang digunakan pada penelitian ini adalah *IEW* (*Ion Exchange Water*). Pada pengukuran konsentrasi 0,5 ppm pada logam aluminium diperoleh absorbansi rata-rata sebesar 0,0029 dengan nilai standar deviasi 0,00054. pada penentuan limit deteksi, diperoleh nilai sebesar 0,30 mg/L. Untuk hasil pengukuran dapat dilihat pada Lampiran 3.

Secara sederhana, penelitian ini dapat disimpulkan bahwa hasil pengukuran yang didapatkan berdasarkan rumus $S/N = 3$ apabila dimasukkan nilai rata-rata absorbansi larutan standar 0,5 mg/L adalah 0,0029 dan dibagi nilai *noise* pada blanko menghasilkan rata-rata absorbansi 0,00097 sama dengan 2,98969 atau mendekati 3, maka dapat disimpulkan bahwa nilai *LoD* telah sesuai dengan acuan. Sedangkan jika dimasukkan ke dalam rumus *LoD* yang sebenarnya maka diperoleh hasil sebesar 0,30 mg/L.

Limit deteksi juga dapat ditentukan dengan cara penambahan baku suatu standar. Cara penambahan baku standar dapat dilakukan dengan dua cara yaitu mengukur langsung suatu deret standar ion logam atau bila diaplikasikan dengan sampel maka dapat digunakan pula dengan metode *spike* dengan penambahan standar di dalam sampel. Pengukuran limit deteksi dengan pendekatan ini tidak menghilangkan pengaruh matriks yang signifikan di dalamnya.

3. Presisi

Presisi adalah suatu ukuran penyebaran (dispersi suatu kumpulan hasil), kedekatan dari suatu rangkaian pengukuran berulang-ulang satu sama lain. Nilai presisi mungkin saja tidak akurat, disebabkan karena adanya galat akibat deviasi dari nilai yang sebenarnya yang dapat berpengaruh sama terhadap pengukuran namun tidak mengganggu kepresisiannya.

Tabel 1. Data Hasil Pengukuran Presisi

No.	Absorbansi [Al] 2 mg/L
1	0.0119
2	0.0113
3	0.0110
4	0.0111
5	0.0112
6	0.0113
7	0.0115
Jumlah	0.0793
Rata-rata	0,0113
STDEV	0.000298
%KV	2,63 %

Berdasarkan hasil yang diberikan, nilai hasil pengukuran terhadap larutan standar 2mg/L yang diulang sebanyak 7 kali adalah sebagai berikut. Rata-rata absorbansi adalah 0,0113. Standar deviasinya adalah 0,000298 dan %KV yang diberikan adalah 2,63%. Hasil ini cukup baik mengingat % KV yang masih diperbolehkan adalah $\leq 5\%$.

4. Akurasi

Ketepatan (*Accuracy*) suatu pengukuran dapat didefinisikan sebagai kesesuaian antara penetapan suatu nilai dengan nilai sebenarnya atau nilai yang paling mungkin. Ketepatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Sejumlah tertentu matriks ke dalam suatu sampel untuk mengetahui adakah pengaruh matriks terhadap sampel.

Pada percobaan ini, telah dilakukan penambahan sejumlah tertentu larutan standar yaitu standar aluminium dengan konsentrasi 1 ppm ke dalam sampel deodorant sebelum ditambahkan *aquaregia* (air raja) kemudian setelah dimasukkan larutan standar 1 mg/L, kemudian diukur dengan SSA menggunakan lampu katoda khusus aluminium dengan panjang gelombang 309,6 nm dan berikut adalah hasil analisa yang diperoleh.

Tabel 2. Data Absorbansi Rata-Rata Sampel

No	Sampel	Absorbansi rata-rata Aluminium	Absorbansi rata-rata Spike (1mg/L)
1	Deodoran X	0,0031	0,0089
2	Deodoran Y	0.0035	0,0110
3	Deodoran Z	0.0025	0.0068

Tabel 3. Data Hasil Pengukuran Perolehan Kembali (%Recovery)

No	Sampel	[Al] ditemukan (mg/L)	[Al] Spike (1 mg/L)	%Recovery
1	X	0,26	1,45	115%
2	Y	0,30	1,25	96%
3	Z	0,125	1,02	91%

Pada penentuan akurasi menggunakan metode spike, di peroleh hasil sebagai berikut : deodoran X memiliki %Recovery 115%, Deodoran Y 96% dan Deodoran Z 90.7%. Pada data yang telah diperoleh, dapat disimpulkan bahwa %Recovery dapat dikatakan cukup baik karena menurut Sumardi tahun 2002, akurasi metode dikatakan baik, jika didapatkan % recovery antara 95-105% atau ada pula rentang %Recovery yang bisa diterima yaitu 90 - 110% .

5. Penentuan Konsentrasi Aluminium dalam Deodoran

Salah satu tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui konsentrasi aluminium dalam deodoran menggunakan metode SSA yang sebelumnya dilakukan optimasi terhadap kinerja alat yang nantinya akan digunakan hingga tahap akhir penelitian sehingga memperoleh data yang cepat , tepat dan ekonomis.

Berdasarkan data absorbansi yang diperoleh setelah pengukuran menggunakan SSA, kemudian di substitusikan ke dalam persamaan kurva kalibrasi. Setelah itu dihitung penetapan konsentrasi aluminium dalam deodoran menggunakan rumus sebagai berikut.

Konsentrasi Aluminium =

$$\frac{\text{(Konsentrasi Terkoreksi} \times V \text{ sampel sebelum diinjeksi)}}{\text{massa sampel deodoran}}$$

Sehingga diperoleh hasil sebagai berikut :

No.	Sampel	Konsentrasi Aluminium dalam deodoran
1.	Deodoran X	0,61 µg/g
2.	Deodoran Y	0,73µg/g
3.	Deodoran Z	0,29 µg/g

Penelitian ini mengacu kepada penelitian Kasim [2] dan Mellisa [4]. Di mana pada penelitian Kasim [2] menggunakan deodoran dari 7 Negara yang dijual oleh pasar di Nigeria yakni Indonesia, Taiwan, Prancis, Nil, Irlandia, Nigeria, Inggris dan Kanada. Di mana dari ketujuh sampel tersebut, Indonesia memiliki kandungan Aluminium yang paling tinggi diantara Negara lainnya. Sehingga

peneliti tertarik untuk mencari deodoran yang mengandung ion logam aluminium tertinggi asal Indonesia dari ketiga sampel deodoran jenis Roll-On yang diambil secara acak. Sedangkan pada penelitian Mellisa [4], peneliti ingin mengetahui %recovery dari masing-masing sampel deodoran yang diukur dengan alat instrumen yang berbeda. Di mana peneliti menggunakan SSA dengan api pembakaran yang digunakan adalah api reduksi. Dari hasil penelitian ini, di simpulkan bahwa kadar aluminium yang diukur oleh peneliti jika dibandingkan dengan penelitian Kasim [2] sangat berbeda jauh. Di mana pada Kasim [2], kadar aluminium pada sampel deodoran Indonesia memiliki konsentrasi 2,416 mg/L. Sedangkan pada penelitian ini, masing-masing sampel memberikan hasil 0,26mg/L untuk deodoran X, 0,30 mg/L untuk deodoran Y dan 0,125 mg/L untuk deodoran Z, hal ini berbeda dengan acuan menurut BPPOM [1] di mana deodoran yang diperbolehkan adalah 20%. Hal ini disebabkan karena gas pembakar dan optimasi alat yang berbeda digunakan oleh Kasim [2] dan peneliti berbeda. Di mana Kasim [2] menggunakan gas pembakar berupa Nitrogen : Asetilen, sedangkan peneliti menggunakan Asetilen : Udara.

Kesimpulan

Konsentrasi ion aluminium dalam masing-masing sampel deodoran dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara berturut-turut adalah deodoran X = 0,26 mg/L, deodoran Y = 0,30 mg/L dan deodoran Z = 0.125 mg/L.

Referensi

- [1] BPPOM, 2011. *Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika*. Jakarta : Badan Pengawas Obat dan Makanan
- [2] Kasim, 2013. *Kajian Quantitive Assessment Of Metals In Some Antiperspirant Formulations Marketed In Nigeria*. Faculty of Pharmacy : Nigeria. Sihaloho, W.S. 2009. *Analisa Kandungan Amonia Dari Limbah Cair Inlet Dan Outlet Dari Beberapa Industri Kelapa Sawit*. Skripsi. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- [3] Panggabean, A. S. 2010. *Reaktor Separator Gas-Cair Terintegrasi untuk Penentuan Sn(II) pada Level Renik dalam Larutan*. Indo. J. Chem, 2010, 10(1), 51-57.
- [4] Melisa, 2007. *Penetapan Kadar Aluminium Klorohidrat Dalam Sediaan Kosmetik Antiprespiran Bentuk Roll-On Secara Spektrofotometri*. Jakarta : Universitas Pancasila.