

**ANALISIS MERKURI DALAM SEDIAAN KOSMETIK *BODY LOTION* MENGGUNAKAN
METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

Agung Dimas Jatmiko, Tjiptasurasa, Wiranti Sri Rahayu

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Puwokerto, Jl. Raya Dukuhwaluh,
PO BOX 202, Purwokerto 53182

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis merkuri dalam sediaan kosmetik *body lotion* menggunakan metode spektrofotometri serapan atom yang dimodifikasi dengan *mercury vapour unit*. Hasil validasi metode analisis meliputi linearitas $r = 0,9876$, batas deteksi 1,8919 ppb, batas kuantitasi 6,3066 ppb, presisi 98,3486% dan akurasi 88,25%. Hasil analisis merkuri dalam sediaan kosmetik *body lotion* menggunakan metode spektrofotometri serapan atom menunjukkan tidak terdeteksinya merkuri dalam sampel *body lotion* dari klinik-klinik kecantikan.

Kata kunci : merkuri, spektrofotometri serapan atom, *body lotion*

ABSTRACT

Analysis mercury in cosmetics body lotion using atomic absorption spectrophotometry method modified with mercury vapour unit. analysis method validation result covers linearity $r = 0.9876$, limits of detection 1.8919 ppb, limit of quantitation 6.3066 ppb, accuracy 88.25%, and precision 98.3486%. analysis result mercury in cosmetics body lotion using atomic absorption spectrophotometry method showed undetected mercury in body lotion sample from beauty clinics.

Key Word : mercury, atomic absorption spectrophotometry, body lotion

Pendahuluan

Sampai saat ini banyak yang masih menganggap bahwa kosmetik tidak akan menimbulkan efek yang berbahaya karena hanya diletakkan di permukaan kulit. Namun, ternyata kulit mampu menyerap bahan yang melekat pada kulit. Dalam beberapa kosmetik dapat ditemukan berbagai bahan kimia yang

berbahaya bagi kulit, seperti merkuri, hidrokinon, asam retinoat dan zat warna sintetis, seperti Rhodamin B dan Merah K3. Bahan-bahan ini sebetulnya telah dilarang penggunaannya sejak tahun 1998 melalui Peraturan Menteri Kesehatan RI No.445/MENKES/PER/V/1998 Tentang Bahan, Zat Warna, Substratum, Zat Pengawet dan Tabir

Surya pada Kosmetik. Sejauh ini, bahan-bahan kimia tersebut belum tergantikan oleh bahan-bahan lainnya yang sifatnya lebih alami. Bahan-bahan kimia tersebut dapat memicu kanker (Depkes, 2008).

Karena itu, perlu dilakukan penelitian apakah *body lotion* yang berasal dari klinik kecantikan mengandung merkuri. Salah satu metode untuk analisis merkuri pada kosmetik *body lotion* yaitu dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Metode ini memiliki kepekaan, ketelitian dan selektivitas yang tinggi.

Metode Penelitian

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Tanah/Soil/Fakultas Pertanian Universitas Jendral Soedirman yang dilaksanakan pada bulan Maret – Juli 2011.

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *body lotion* yang dibeli di klinik kecantikan yang ada di kota Purwokerto. Bahan-bahan kimia yang digunakan yaitu akuabidestilata (Otsuka®), Asam Sulfat pekat p.a (emerck®), Merkuri Klorida (emerck®), SnCl₂ p.a (emerck®).

Alat-alat yang digunakan yaitu alat-alat gelas, neraca analitik, seperangkat alat destruksi dan *Mercury Vapour Unit* (MVU) yang dihubungkan dengan Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu AA7000.

Prosedur Kerja

Langkah-langkah yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu pengambilan sampel, preparasi sampel dengan metode destruksi basah, analisis kandungan merkuri dalam sampel dan validasi metode yang digunakan.

1. Pengambilan Sampel

Sampel diambil dari klinik kecantikan yang memproduksi *body lotion*, satu klinik kecantikan diambil satu sampel *body lotion* untuk mewakili produknya.

2. Pembuatan larutan induk Merkuri 1000µg/L (1000 ppb)

Melarutkan 0,1354 gram serbuk merkuri klorida dengan 70 mL akuabidestilata di dalam labu takar 100,0 mL. Ditambah akuabidestilata sampai tepat pada tanda tera sehingga menjadi konsentrasi 1000 ppm (BSN, 2003). Kemudian memipet 0,1 mL larutan induk merkuri 1000 mg/L ke dalam labu takar 100,0 mL yang telah berisi lebih kurang 50 mL akuabidestilata, ditepatkan sampai tanda tera dengan

akuabidestilata sehingga konsentrasi menjadi 1000 ppb (BSN, 2003).

3. Pembuatan Kurva Baku

Larutan stok merkuri 1000 ppb dipipet 10 mL ke dalam labu takar 100,0 mL yang berisi kurang lebih 70 mL akuabidestilata. Ditepatkan sampai tanda tera dengan akuabidestilata sehingga konsentrasi menjadi 100 ppb. Dari larutan dengan konsentrasi 100 ppb diambil 6,25; 12,5; 18,75; 25,0; dan 31,25 mL masing-masing diencerkan 250 mL sehingga didapat konsentrasi 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 ppb diaspirasikan dalam alat spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm.

4. Preparasi Sampel

Preparasi larutan uji dilakukan dengan metode destruksi basah. Sampel *body lotion* sebanyak 2 gram dimasukkan dalam labu kjeldhal, ditambahkan H₂SO₄(p). Kemudian didestruksi sampai larutan menjadi jernih dan tidak berasap. Sisa detruksi dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan ditambah akuabidestilata sampai tanda tera.

5. Validasi Metode

a. Uji Presisi Alat

Larutan baku Merkuri dengan konsentrasi 7,5 ppb diaspirasikan ke dalam alat spektrofotometer serapan

atom pada panjang gelombang (λ) = 253,7 nm sebanyak 5 kali (Tahid & Sekarwati, 2005). Hasil absorbansi digunakan untuk menghitung absorban rata-rata, nilai *standar deviation* (SD), *Relative Standar Deviation* (RSD) dan ketelitian alat dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\bar{X} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} \dots\dots$$

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

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots$$

$$\text{Ketelitian alat} = 100\% - \frac{SD}{\bar{X}} \dots\dots\dots$$

b. Uji Akurasi

Sampel sebanyak ± 2 g dibuat duplo dengan berat sama. Ditambahkan larutan standar merkuri 7,5 ppb sebanyak 75 mL ke dalam erlenmeyer pada salah satu sampel tersebut, kemudian ditambahkan 10 mL asam sulfat (p) destruksi sampai larutan menjadi jernih dan tidak berasap. Sisa destruksi dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan ditambah akuabidestilata sampai tanda tera. Kemudian diaspirasikan sebanyak 200 mL ke dalam alat spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang (λ) = 253,7 nm. Hasil serapan digunakan untuk menghitung nilai perolehan kembali

dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{(C_F - C_A)}{C_A^Y} \times 100\%$$

Keterangan :

C_F = Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

C_A = Konsentrasi sampel sebenarnya

C_A^Y = Konsentrasi baku yang ditambahkan

c. Uji Linearitas

Uji linearitas diambil kurva baku standar merkuri yang sudah diperoleh. Hasil absorbansi yang diperoleh digunakan untuk menghitung nilai koefisien korelasi (r), *slope* (kemiringan) dan nilai intersep. Linearitas suatu metode dapat dilihat dari respon hasil pengukuran dengan konsentrasi mendekati garis lurus.

d. Batas Deteksi

Batas deteksi (LOD) dapat dihitung berdasarkan standar deviasi (SD) respond dan kemiringan (*slope*) (Gandjar dan Rohman, 2007). Persamaan yang dapat digunakan untuk menghitung batas deteksi adalah sebagai berikut:

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

$$LOD = \frac{3SD}{b}$$

$$LOQ = \frac{10SD}{b}$$

Keterangan :

SD = Standar deviasi respon

b = Slope (kemiringan) pada persamaan regresi linear kurva baku

6. Uji Merkuri pada Sampel

Sampel yang telah didestruksi diaspirasikan ke dalam spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang (λ) = 253,7 nm. Kemudian hasil pembacaan absorbansi dimasukkan ke dalam persamaan kurva baku yang telah diperoleh.

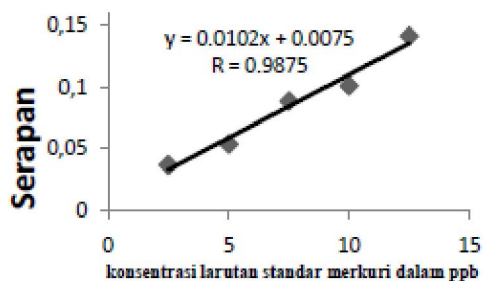
Hasil dan Pembahasan

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui ada atau tidaknya logam berat merkuri (Hg) di dalam sampel *body lotion* yang berasal dari klinik kecantikan yang ada di kota Purwokerto. Sampel diambil dari 4 klinik kecantikan A, B, C dan D yang ada di kota Purwokerto dengan rumus pengambilan sampel $\sqrt{N+1}$ (Depkes, 1990). Analisis merkuri pada sediaan kosmetik *body lotion* ini menggunakan metode spektrofotometri serapan atom. Pada penelitian sebelumnya, metode ini digunakan karena memiliki selektifitas yang baik.

Sebelum terbaca pada spektrofotometer serapan atom, ion merkuri (Hg^{2+}) yang didapat dari destruksi kemudian direduksi menjadi atom merkuri dalam bentuk *cold vapour* oleh SnCl_2 pada alat MVU (*Mercury Vapour Unit*) karena merkuri merupakan logam yang mudah menguap (BSN, 2006).

Pembuatan Kurva Baku

Kurva baku dibuat dengan seri konsentrasi 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 dan 12,5 ppb larutan merkuri. Masing-masing absorbansi larutan diukur, kemudian dibuat kurva yang merupakan hubungan antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x). Hubungan antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x) dapat dilihat pada gambar 2 dengan persamaan kurva baku yang diperoleh yaitu $y = 0,0102x + 7,5231 \cdot 10^{-3}$.



Gambar 1. Kurva baku larutan standar merkuri pada spektrofotometer serapan atom dengan panjang gelombang 253,7 nm.

Validitas Metode Analisis

1. Uji Presisi Alat

Uji presisi alat dilakukan dengan mengaspirasikan larutan standar merkuri dengan konsentrasi 7,5 ppb pada alat spektrofotometri serapan atom sebanyak lima kali aspirasi. Tujuan dari uji ini adalah membuktikan ketelitian suatu alat berdasarkan tingkat keakuratan individual hasil analisis yang ditunjukkan dari hasil *Standart Deviation* (SD), *Relatif Standary Deviation* (RSD), dan ketelitian alat. Kriteria ketelitian diberikan apabila metode memberikan hasil simpangan baku relative atau koefisien variasi kurang dari 2% (Harmita, 2004).

Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode yang digunakan mempunyai nilai ketelitian yang cukup baik dari hasil simpangan baku relative atau koefisien variasi tidak melebihi 2% (Harmita, 2004). Metode ini layak untuk digunakan dalam analisis merkuri (Hg) dalam krim malam pemutih wajah.

Tabel 1 Data Uji Presisi

Standar Hg	Serapan
Aspirasi 1	0,0823
Aspirasi 2	0,0834
Aspirasi 3	0,0852
Aspirasi 4	0,0840
Aspirasi 5	0,0849
Serapan rata-rata	0,0839
SD	0,1231
RSD	1,6514%
Ketelitian alat	98,3486%

2. Uji Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linearitas suatu metode merupakan suatu ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x). Linearitas dapat diukur melalui pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda (Rohman, 2007).

Uji linearitas dilakukan dengan menentukan persamaan garis lurus antara konsentrasi terhadap perubahan serapan menggunakan larutan standar merkuri konsentrasi 2,5; 5; 7,5; 10; dan 12,5 ppb. Persamaan garis kurva baku yang diperoleh dari data tersebut adalah $y = 0,0102x + 7,5231 \cdot 10^{-3}$ dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9876. Berdasarkan hasil tersebut maka persamaan di atas dapat digunakan

sebagai dasar perhitungan kadar (sumbu x) dengan memasukkan nilai serapan terukur (sumbu y). Data uji linearitas ditunjukkan pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil uji linearitas larutan standar merkuri

Konsentrasi (ppb)	Serapan	Keterangan
2,5	0,0369	Intersep =
5,0	0,0538	$7,5231 \cdot 10^{-3}$
7,5	0,0887	Slope = 0,0102
10,0	0,1012	Korelasi =
12,5	0,1413	0,9876

3. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi digunakan untuk mengetahui jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko sedangkan batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2004).

Berdasarkan perhitungan diperoleh nilai SB sebesar 0,0075 sehingga dapat digunakan untuk menghitung batas deteksi (LOD) dengan persamaan $LOD = 3SD/b$ dan diperoleh batas deteksi 1,8919 ppb. Batas kuantitasi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan $LOQ = 10 SD/b$ dari perhitungan diperoleh nilai LOQ sebesar 6,3066 ppb.

4. Uji Akurasi

Uji akurasi digunakan untuk menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis (Harmita, 2004). Uji akurasi dilakukan dengan metode adisi secara duplo yaitu dengan menimbang sampel dengan bobot yang sama sebanyak dua kali kemudian pada salah satu sampel ditambahkan larutan baku.

Nilai Perolehan kembali yang diperoleh adalah sebesar 92,29%, 83,18%, 89,29% Nilai Perolehan kembali rata-rata memenuhi persyaratan akurasi yang baik yaitu sebesar 88,25 ditunjukkan pada tabel 3. Suatu metode dikatakan mempunyai akurasi yang baik apabila memiliki nilai perolehan kembali 80%-120%.

Tabel 3. Hasil Uji Akurasi

Rep	Sampel	Recovery
1	Sampel + Hg standar 7,5 ppb 75 mL	92,29%
2	Sampel + Hg standar 7,5 ppb 75 mL	83,18%
3	Sampel + Hg standar 7,5 ppb 75 mL	89,29%

Hasil Analisis Cemaran Logam Berat

Merkuri

Analisis cemaran logam berat merkuri (Hg) dalam krim malam pemutih wajah dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom. Sebelum pengukuran, sampel mengalami perlakuan destruksi basah kemudian diaspirasikan pada alat spektrofotometer serapan atom. Hasil analisis cemaran logam merkuri pada tabel 4 menunjukkan bahwa sampel *body lotion* yang didapat dari klinik kecantikan yang ada di kota Purwokerto tidak terdeteksi logam berat merkuri (Hg)

Tabel 4. Hasil analisis logam merkuri pada krim malam pemutih wajah dari klinik kecantikan

Kode sampel	Berat sampel (g)	Serapan	Ket.
A	2,0002	0,000	Ttd
B	2,0001	0,000	Ttd
C	2,0002	0,000	Ttd
D	2,0002	0,000	Ttd

Kesimpulan

1. *Body lotion* yang berasal dari klinik-klinik kecantikan yang ada di kota Purwokerto tidak terdeteksi adanya logam berat merkuri.
2. Hasil validasi metode pada analisis merkuri dengan spektrofotometri

serapan atom menunjukkan bahwa hasil presisi, Linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, dan akurasi memenuhi syarat.

Daftar Pustaka

- Anonim. 1998. *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Tentang Bahan Zat Warna, Substartum, Zat Pengawet Dan Tabir Surya Pada Kosmetik*. Jakarta : Departemen Kesehatan Indonesia.
- BSN. 2006. SNI: *Penetapan Kadar Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Produk Perikanan*. Jakarta: DSN
- Depkes. 1990. *Petunjuk Operasional Penetapan Cara Pembuatan Obat Yang Baik*. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Penghitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian Vol. 1 No. 3 : 121 - 130.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.