

**VALIDASI METODE ANALISIS FORMALDEHID PADA TISU BASAH
DENGAN PEREAKSI NASH MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI
UV-VIS**

Dwi Wahyuniati, Akademi Farmasi Surabaya

Cicik Herlina Yulianti, Akademi Farmasi Surabaya

Mercyska Suryandari, Akademi Farmasi Surabaya

ABSTRAK

Tisu basah merupakan istilah umum untuk menggambarkan sepotong bahan, umumnya ditambahkan dengan komposisi cairan atau semi cair, dimaksudkan untuk membersihkan dan memberikan rasa lembut. Tisu basah memiliki struktur berserat terdiri dari campuran serat selulosa pulp dan regenerasi, seperti rayon dan atau liosel, dengan atau tanpa serat pengikat. Pada proses produksi, komponen-komponen yang sengaja ditambahkan pada pembuatan tisu basah salah satunya adalah formaldehid sebagai penguat keadaan basah. Akan tetapi penggunaan yang berlebihan dapat menyebabkan ruam pada kulit (dermatitis). Pada penelitian ini dilakukan validasi metode analisis formaldehid pada tisu basah dengan menggunakan metode absorpsi uap SNI ISO 14184-2:2015 dengan pereaksi nash menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Sampel yang digunakan adalah tisu basah dari satu merek. Validasi metode dilakukan untuk memastikan metode SNI ISO 14184-2:2015 dapat diterapkan, diperoleh hasil valid, dengan nilai $R = 0,9993$, yang mendekati nilai 1, menghasilkan persamaan regresi linier $y = 0,0294x - 0,0317$. Pengujian akurasi diperoleh rata-rata persen *recovery* sebesar 84,54%, 102,05%, 106,13%, nilai RSD 1,62%, Hasil nilai LOD sebesar 0,040, sedangkan hasil nilai LOQ sebesar 0,136. Hasil validasi terhadap metode SNI ISO 14184 – 2 : 2015 dapat disimpulkan bahwa metode SNI ISO 14184-2:2015 dapat digunakan untuk menguji formaldehid pada tisu basah.

Kata kunci : Tisu basah, Formaldehid, Validasi, Pereaksi Nash, Spektrofotometri UV-Vis

ABSTRACT

Wet wipes are the general terms to describe a piece of material, generally impregnated with a liquid or semi liquid composition, intended to both cleaning and providing a smooth feeling. Wet wipes has fibrous structures consist of a mixture of pulp and regenerated cellulose fibers, such as rayon and/or lyocell, with or without binding fibers. In product process, one of components expressly added was formaldehyde as strengthener as wet condition. But, excessive use of formaldehyde can cause skin rash (dermatitis). This study was aimed to Analysis Method Validation of Formaldehyde of Wet Wipes used vapour absorption SNI ISO 14184-2:2015 method with Nash Reagents by UV-Vis Spectrophotometry. The wet wipes sample used was from one brand. Method validation was conducted to definite SNI ISO 14184-2:2015 method can be applied, the result was valid, r value is 0,9993, the linear regression $y = 0,0294x - 0,0317$, accuracy percent recovery study showed 84,54%, 102,05%, 106,13%, related standar deviation showed 1,62%, limit of detection was 0,040, limit of quantitation was 0,136. The validation result of SNI ISO 14184-2:2015 method can be concluded that SNI ISO 14184-2:2015 method can be applied to examine formaldehyde on wet wipes.

Keywords: Wet wipes, Formaldehyde, Validation, Nash Reagent, UV-Vis Spectrophotometry

PENDAHULUAN

Gaya hidup manusia saat ini yang menginginkan semuanya serba instan menyebabkan tisu menjadi hal yang sangat dibutuhkan belakangan ini. Berbeda pada saat tahun 70-an, dimana sapu tangan masih menjadi hal yang wajib dibawa saat bepergian. Saat ini banyak orang menggunakan tisu, salah satunya yaitu tisu basah. Berdasarkan Kemenkes (2012), komponen-komponen yang ditambahkan pada pembuatan tisu basah digunakan zat kimia pada proses produksinya salah satunya yakni, formalin, sebagai penguat keadaan basah, dengan penggunaan sekitar 50 Kg per ton. Telah diketahui sekitar 90% tetap berada dalam produk akhir atau sekitar 45 Kg per ton. Ternyata formaldehid pada tisu basah penggunaannya secara terus menerus dapat menyebabkan terjadinya dermatitis

kontak alergika (radang kulit akibat kontak dengan bahan yang memicu reaksi alergi pada kulit). Paparan formaldehid dapat mengiritasi kulit, mata, hidung, dan tenggorokan.

Dalam penelitian ini sebagai acuan metode absorpsi untuk mengekstrak formaldehid yang paling mendekati adalah SNI ISO 14184 – 2 : 2015 contoh uji tekstil. Agar metode validasi yang dipakai bisa digunakan di laboratorium lain dengan kondisi alat yang berbeda serta diperoleh hasil yang akurat, maka diperlukan pembuktian metode analisis tersebut untuk menguji formaldehid pada tisu basah, yaitu dengan memvalidasi metode tersebut.

Validasi adalah suatu tindakan pembuktian dengan cara yang sesuai bahwa tiap bahan, proses, prosedur, kegiatan, sistem, perlengkapan, atau mekanisme yang digunakan dalam produksi dan pengawasan akan senantiasa mencapai hasil yang diinginkan secara konsisten (BPOM, 2012). Parameter validasi yang akan dilakukan antara lain; selektivitas, linieritas, akurasi, presisi, limit deteksi (LOD) / Kuantitasi (LOQ).

METODE PENELITIAN

Alat:

Spektrofotometer ultraviolet–visibel (*Genesys® spit beam*), neraca analitik (*Shimadzu®*), alat-alat gelas (*Pyrex®*), botol kaca, keranjang kasa kawat kecil, inkubator (*Memmert®*), kompor listrik (*Maspion®*).

Bahan:

Formaldehid dengan kadar 37% b/v, tisu basah, asam sulfat (H_2SO_4), ammonium asetat, asetil aseton, asam asetat glasial, aquadest.

Metode:

1. Pembuatan dan Pembakuan Larutan Standar Formaldehid
Dibuat dari larutan baku induk Formaldehid 1.500 ppm dari larutan Formaldehid pro analysis 37% dengan pelarut aquades. Dilakukan pembakuan larutan baku induk Formaldehid 1.500 ppm, dengan cara dititrasi dengan asam sulfat (0,01 mol/l) menggunakan indikator timolftalein hingga warna biru tepat hilang. Hasil pembakuan larutan standar Formaldehid diperoleh konsentrasi sebenarnya, yaitu 1.609,92 ppm. Kemudian dibuat larutan baku kerja sebanyak 5 konsentrasi, yaitu 5,63 ppm; 6,43 ppm; 8,04 ppm; 10,46 ppm; 12,07 ppm.

2. Pembuatan pereaksi asetil aseton (pereaksi Nash)

Larutkan 150 g ammonium asetat dalam 800 mL air. Tambahkan 3 mL asam asetat glasial dan 2 mL asetil aseton, pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan dengan air hingga tepat tanda batas. Simpan larutan dalam botol coklat (Standar Nasional Indonesia, 2015).

3. Preparasi Sampel

Sampel uji dipotong berukuran kecil dengan berat 1 gram $\pm$ 10 mg. Setelah itu, digantung didalam botol kaca yang telah berisi 200 mL air, ditutup rapat dan disimpan dalam inkubator (65 ± 1)° C selama 4 jam. Setelah proses inkubasi selesai, botol kaca dikeluarkan dan didinginkan selama (30 ± 5) menit, sampel uji dan keranjang dikeluarkan. Botol kaca yang berisi larutan ditutup kembali dan dikocok, untuk mencampurkan larutan yang mengembun pada dinding botol kaca.

4. Validasi Metode Analisis

a. Penentuan panjang gelombang maksimum

Pengujian dilakukan dengan melakukan optimasi pada panjang gelombang maksimum formaldehid. Diketahui dari literatur, panjang gelombang maksimum formaldehid dengan menggunakan pereaksi Nash pada 412-415 nm. Dilakukan optimasi panjang gelombang pada salah satu konsentrasi baku kerja, yaitu 8,04 ppm, dengan cara dipipet 5 mL larutan baku kerja ini kedalam tabung reaksi tertutup tambahkan pereaksi asetil aseton (Nash) sebanyak 5 mL. Tabung reaksi tersebut dipanaskan diatas penangas air dengan suhu (40 ± 2)° C selama (30 ± 5) menit, kemudian didinginkan selama (30 ± 5) menit, lalu diukur absorbansi pada panjang gelombang 400-600 nm di spektrofotometer.

b. Selektivitas/Spesifisitas

Dengan cara membandingkan kurva (absorbansi Vs panjang gelombang) dari larutan standar formaldehid dengan konsentrasi 8,04 ppm, kurva dari sampel dengan adisi formaldehid 8,04 ppm dan kurva dari sampel tanpa adisi. Ketiga larutan diukur pada panjang gelombang 400-600 nm.

c. Linieritas

Penentuan linieritas dilakukan dengan menguji kelima larutan baku kerja formaldehid (5,63 ppm; 6,43 ppm; 8,04 ppm; 10,46 ppm; 12,07 ppm) diamati panjang gelombang maksimal. Hasil absorbansi yang diperoleh kemudian

dianalisis dengan membuat persamaan garis regresi linier dan ditentukan koefisien korelasinya. Dari hasil analisis tersebut, dapat ditentukan linieritasnya. Kurva regresi tersebut dapat digunakan untuk semua pengukuran larutan formaldehid dengan konsentrasi yang berbeda-beda.

d. Akurasi

Dilakukan pada hasil ekstraksi sampel tisu basah yang diadisi formaldehid dengan konsentrasi 5,63 ppm; 6,43 ppm; 8,04 ppm (masing-masing adisi sampel dengan konsentrasi tersebut direplikasi sebanyak 3 kali) menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Hasil pengukuran dibandingkan dengan kurva baku yang telah dibuat dan digunakan untuk menghitung persentase *recovery*.

$$\text{Kadar kembalian} = \frac{\text{sampel adisi} - \text{sampel non adisi}}{\text{standar yg diadisikan}} \times 100$$

Hasil persentase *recovery* untuk keperluan analisis dapat memenuhi syarat jika menunjukkan persentase antara 80% - 110%.

e. Presisi

Pengujian presisi yang dilakukan adalah kategori keterulangan (*repeatability*). Pengujian dilakukan pada konsentrasi 6,43 ppm dengan 6 kali replikasi. Selanjutnya diamati serapannya pada panjang gelombang maksimum. Ketelitian ditentukan sebagai simpangan baku (SD) dan % RSD. Ketelitian untuk keperluan analisis dikatakan cukup baik jika %RSD $\leq 7,3\%$.

f. LOD/LOQ

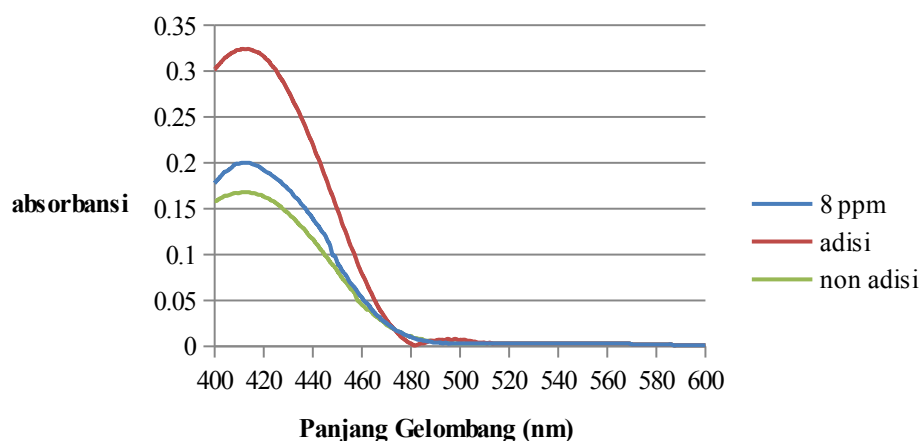
LOD (*Limit of Detection*) merupakan nilai konsentrasi zat yang diukur pada saat metode/instrumen mulai mendeteksi keberadaan zat tersebut tetapi belum bisa dikuantifikasi secara tepat. Sedangkan yang dimaksud LOQ (*Limit of Quantitation*) adalah nilai konsentrasi terendah dari zat yang diukur pada saat metode/instrumen dapat mendeteksi zat tersebut dengan akurasi dan presisi yang baik. Uji LOD dan LOQ Dilakukan pada pengukuran absorbansi blanko, dilakukan sebanyak 10 kali pengukuran. Kemudian dihitung nilai SD, LOD, dan LOQ.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum d^2}{n-1}} \quad LOD = \frac{3 \times SD}{S} \quad LOQ = \frac{10 \times SD}{S}$$

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Pada tahap awal validasi metode analisis adalah memilih panjang gelombang maksimum formaldehid. Pada pemilihan panjang gelombang digunakan konsentrasi 8,04 ppm dengan mengujikan pada panjang gelombang 400-600 nm. Dari hasil penelitian didapatkan panjang gelombang maksimum terpilih yang mempunyai absorban maksimal yaitu 413 nm.

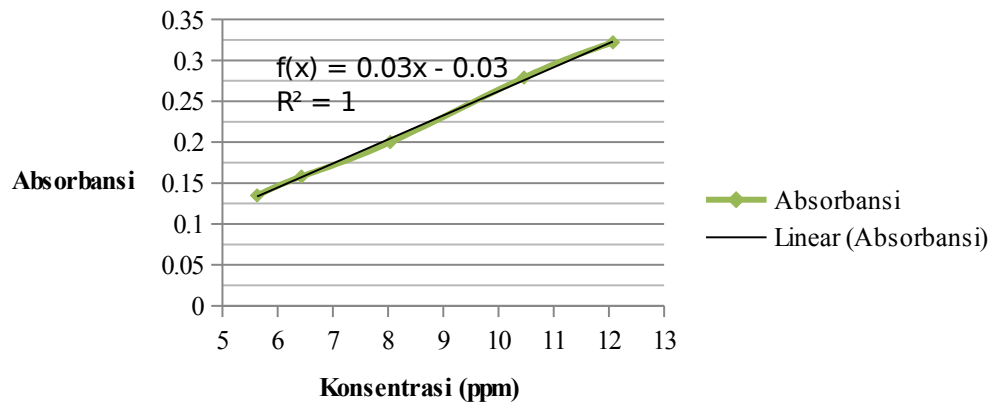
Uji selektivitas diperoleh pada panjang gelombang 413 nm karena tidak diganggu oleh matriks sampel, 3 kurva yang diperoleh memiliki profil sama, pada panjang gelombang 400 nm absorbansi mulai naik dan absorbansi turun ketika di panjang gelombang 415 nm, ketiga kurva memiliki puncak sama ketika di panjang gelombang 412-414nm. Sehingga selektivitas dinyatakan bahwa tidak ada analit lain yang bereaksi dengan Nash pada panjang gelombang 400nm-600nm, selain formaldehid. Hasil uji selektivitas dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Uji selektivitas pada Panjang Gelombang 400-600nm

Uji linieritas antara konsentrasi formaldehid dengan absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 413 nm dengan menggunakan 5 baku kerja didapat dari pengenceran baku induk formaldehid 1.609,92 ppm. sehingga didapatkan kurva

linieritas dengan nilai $r = 0,9993$, yang mendekati nilai 1, menghasilkan persamaan $y = 0,0294x - 0,0317$, Sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa metode yang digunakan memberikan hasil yang linier.



Gambar 2. Kurva Linearitas Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorban

Uji akurasi didapatkan hasil yang memenuhi persyaratan dari rentang *persen recovery* yaitu 84,54%, 102,05%, 106,13% antara 80-110%. Uji presisi didapatkan nilai RSD kurang dari 7,3%, yaitu 1,62%. Dari nilai *persen recovery* dan nilai RSD dapat disimpulkan validasi metode analisis formaldehid pada tisu basah yang digunakan memberikan hasil yang akurat dan presisi.

Uji LOD dan LOQ pada penelitian ini menggunakan larutan blanko yang direplikasi sebanyak 10 kali. Hasil pengukuran LOD dan LOQ, didapatkan nilai absorban uji dari 10 kali replikasi. dilakukan perhitungan SD dari absorban didapat nilai sebesar 0,0004. Nilai LOD sebesar 0,040 dan nilai LOQ sebesar 0,136.

SIMPULAN

Metode SNI ISO 14184-2:2015 dapat digunakan untuk menguji formaldehid pada tisu basah.

RUJUKAN

- AOAC. 1998. *Manual on Policies and Procedures*. USA: AOAC International.
- AOAC. 2007. *Official Methods of Analysis of AOAC International 8th Edition*. Gaithersburg: AOAC International.
- Badan POM. 2012. *Cara Pembuatan Obat Yang baik*. Jakarta.

- BPOM. 2011. **Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RI HK.031.23.08.11.07515 Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika Badan Pengawasan Obat dan Makanan**. Jakarta: Badan POM.
- Deckner G., dkk. 2005. *Composition for wet wipes that enhances the efficacy of cleansing while being gentle to the skin*. CENTER HILL AVENUE, CINCINNATI, US. Diambil kembali dari <https://www.google.com/patents/US20050008681>, pada 11 Desember 2017.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. **Majalah Ilmu Kefarmasian**. halaman 117 - 135.
- Kemenkes. 2012. **Pedoman Bahan Berbahaya Pada Produk Alat Kesehatan Dan Perbekalan Kesehatan Rumah Tangga**. Jakarta: Kemenkes.
- Nash, T. (1953). **The Colorimetric Estimation Of Formaldehyde by Means of the Hantzsch Reaction**. London: Air Hygiene Laboratory, Public Health Service. Halaman 416-421.
- Standar Nasional Indonesia. 2015. **Cara Uji Kadar Formaldehida yang dilepas (Metode Absorpsi Uap)**. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.