

**VALIDASI METODE ANALISIS FORMALDEHID PADA  
PEMBALUT CUCI ULANG DENGAN PEREAKSI NASH  
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

**Fathia Ikrima, Akademi Farmasi Surabaya**  
**Cicik Herlina Y.,S.T.,M.Si, Akademi Farmasi Surabaya**  
**Anisa Rizki Amalia ,S.Farm.,Apt, Akademi Farmasi  
Surabaya**

**ABSTRAK**

Pembalut cuci ulang merupakan pembalut wanita yang dapat dicuci ulang karena terbuat dari bahan kain dan bisa digunakan dalam waktu lama. Pembalut cuci ulang memiliki 3 lapisan yaitu lapisan inti, lapisan dalam dan lapisan luar. Diduga pada lapisan dalam dan inti pembalut cuci ulang mengandung formaldehid. Formaldehid pada alat kesehatan umumnya sebagai pengawet (*antibacterial*), akan tetapi penggunaan yang berlebihan dapat menyebabkan ruam pada kulit (*dermatitis*). Pada Penelitian validasi metode analisis formaldehid pada kain digunakan metode SNI ISO 14184-2:2015. Tujuan pada penelitian ini untuk membuktikan bahwa metode analisis (cara/prosedur pengujian) yang digunakan merupakan metode yang valid dan dapat dipercaya dengan memenuhi semua persyaratan validasi. Dari hasil validasi metode menunjukkan bahwa persamaan kurva linieritas  $Y = 0,0178x + 0,0094$  dimana nilai  $r$  mendekati 1 yaitu 0,9991. Pengujian akurasi dilakukan dengan konsentrasi 2,5 ppm, 4 ppm dan 6 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* berturut-turut sebesar 104,12 %, 105,80 %, dan 103,30 %. Pengujian presisi dilakukan pada konsentrasi 4 ppm nilai *Relative Standart Deviation* (RSD) pada penelitian ini diperoleh sebesar 1,99 %. Uji LOD dan LOQ dihasilkan berdasarkan nilai absorbansi pada konsentrasi terkecil yaitu 1,5 ppm, dengan nilai LOD sebesar

0,6008 ppm dan nilai LOQ sebesar 2,0028 ppm. Disimpulkan bahwa metode SNI ISO 14184-2:2015 tentang cara uji kadar formaldehid menggunakan absorpsi uap pada produk tekstil dapat dikatakan valid karena memenuhi semua parameter validasi metode analisis.

**Kata kunci** : *Validasi, Formaldehid, Spektrofotometri Uv-Vis, Pembalut Cuci Ulang, Pereaksi Nash.*

### **ABSTRACT**

*Sanitary napkin is a pad that can be washed because it is made of fabric and can be used for a long time. The re-wash pad has 3 layers: the core layer, the inner layer and the outer layer. Allegedly in the inner layer and core re-wash pads containing formaldehyde. Formaldehyde in the medical tool generally used as a preservative (antibacterial), but excessive use could lead to skin rash (dermatitis). In the research of method validation of formaldehyde analysis used SNI ISO 14184-2: 2015 method. The purpose of this study is to prove that the analytical method (testing method / procedure) used is a valid and reliable method by fulfilling all validation requirements. From the result of method validation show that the equation of linearity curve  $Y = 0,0178x + 0,0094$  where the value of  $r$  close to 1 is 0.9919. Accuracy testing Respectively of concentration of 2.5 ppm, 4 ppm and 6 ppm obtained average percent recovery 104,12 %, 105,80 %, dan 103,30 %. Precision testing was carried out at a concentration of 4 ppm Relative Standart Deviation (RSD) obtained in this study is 1.99%. LOD and LOQ test were obtained based on absorbance value at the smallest concentration of 1.5 ppm, with LOD value of 0,6008 ppm and LOQ value of 2,0028 ppm. It was concluded that the method of SNI ISO 14184-2: 2015 on the test of formaldehyde content using steam absorption on*

*textile products is valid because it fulfill all validation parameter of analysis method.*

**Keyword** : *Validation, Formaldehyde, Spectrophotometric Uv-Vis, Sanitary Napkin, Nash Reagent.*

## **PENDAHULUAN**

Wanita pada umumnya pasti akan mengalami menstruasi, peristiwa menstruasi yang pertama kali terjadi pada usia 11 tahun, sedangkan berhenti menstruasi disebut menopause yang terjadi pada usia 49 - 50 tahun (sulistyowati, 2011). Suatu hal yang sering luput dari perhatian perempuan adalah bagaimana tetap menjaga kebersihan intim dan memilih pembalut saat menstruasi. Menurut artikel Depkes, (2015) adanya penambahan bahan kimia pada pembalut perempuan yang berbahaya, salah satu bahan kimia yang berbahaya tersebut ialah formaldehid. Formaldehid dapat menyebabkan terjadinya dermatitis kontak alergika (radang kulit akibat kontak dengan bahan yang mengandung rekasi alergi pada kulit). Selain itu formaldehid juga dapat menyebabkan kanker (IARC, 2006). Hingga saat ini belum ditemukan batasan yang menginformasikan tentang kadar formaldehid pada pembalut cuci ulang. Menurut BPOM persyaratan formaldehid pada alat kesehatan adalah maksimal 2 %. Dan menurut SNI ISO 14184-2:2015 tentang persyaratan zat warna azo dan kadar formaldehid pada kain adalah 20mg/kg hingga 3.500 mg/kg.

Dalam penelitian ini sebagai acuan metode absorpsi untuk formalin yang paling mendekati adalah SNI ISO 14184-2:2015 contoh uji tekstil menggunakan metode absorpsi uap. Agar metode analisa yang diperoleh memberikan hasil yang akurat, maka diperlukan pembuktian metode analisis untuk menjamin kontrol kualitas pembalut cuci ulang yaitu dengan cara

melakukan validasi metode analisa. Tujuannya adalah untuk membuktikan bahwa metode analisis (cara/prosedur pengujian) yang digunakan merupakan metode yang valid dan dapat dipercaya dengan memenuhi semua persyaratan validasi. Menurut CPOB (2012), parameter validasi yang akan dilakukan antara lain Selektivitas, linieritas, akurasi, presisi, LOD dan LOQ.

## **METODE PENELITIAN**

### **Alat dan Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan formaldehid dengan kadar 37%, pembalut cuci ulang, Natrium sulfit. Indikator timoftalein, Asam Sulfat, Ammonium asetat, Asetil aseton, Asam Oksalat, Natrium Hidroksida, aquadest Asam Asetat Glasial.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Spektrofotometri Uv-Vis, neraca analitik (merek shimadzu), alat-alat gelas (merek pyrex), botol kaca, keranjang kasa kawat kecil, inkubator (merek memmert), penangas air (merek maspion).

### **Validasi Metode Analisis**

#### **Selektivitas**

Uji Selektivitas pada spektrofotometri Uv-Vis, dilakukan dengan cara membandingkan kurva (Absorbansi Vs panjang gelombang) dari larutan standar formaldehid dengan konsentrasi 10 ppm, kurva dari sampel dengan adisi formaldehid 10 ppm dan kurva dari sampel tanpa adisi. Ketiga larutan *discanning* pada panjang gelombang 400 - 500 nm kemudian dicari panjang gelombang maksimum.

#### **Linieritas**

Melakukan uji linieritas dengan cara menguji kelima larutan baku kerja yang sudah dibuat pada spektrofotometri dengan panjang gelombang maksimal. Kemudian membuat kurva antara konsentrasi dengan absorbansi, dan juga

menghitung persamaan garis lurusnya dengan rumus,  $y = bx + a$ . Dikatakan linier jika parameter  $r$  mendekati 0,98 (CPOB,2012).

### **Akurasi**

Pengujian akurasi pada penelitian ini menggunakan 3 konsentrasi dari konsentrasi yang diinginkan (Harmita, 2004), dan masing-masing konsentrasi direplikasi sebanyak 3 kali. Dikatakan akurasi jika % recoverynya diperoleh sekitar 80 – 110 % (AOAC, 1998).

### **Presisi**

Pengujian presisi pada penelitian ini termasuk kategori keterulangan (*repeatability*). Parameter presisi pada penelitian ini menggunakan 1 konsentrasi baku kerja dengan 6 kali replikasi, lalu mengukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometri UV – Vis pada panjang gelombang maksimum, kemudian mendapatkan nilai absorbansi dan membandingkan dengan nilai standar deviasi. Dikatakan presisi jika mendapat RSD < 11 % (AOAC, 1998).

### **LOD dan LOQ**

Pengujian LOD dan LOQ pada penelitian ini menggunakan 1 konsentrasi dan mereplikasi sebanyak 10 kali. Uji LOD dan LOQ dilakukan dengan memilih larutan formaldehid yang paling kecil.

## **HASIL PENELITIAN dan PEMBAHASAN**

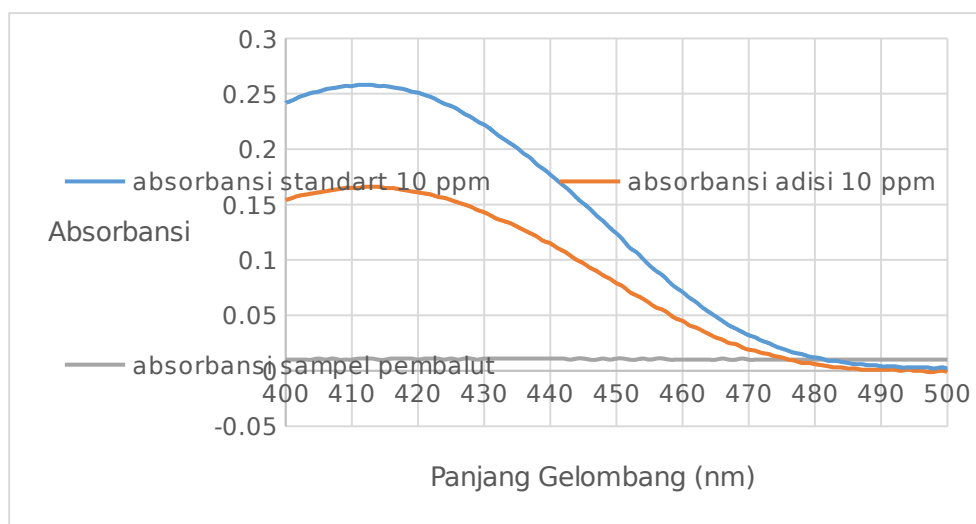
### **Standarisasi Larutan Formaldehid**

Standarisasi ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi formaldehid secara tepat yang digunakan menghitung kadar sampel dengan metode absorpsi uap, diperoleh rata-rata  $H_2SO_4$  yang dibutuhkan pada standarisasi formaldehid dengan  $H_2SO_4$  sebesar 25,1 mL dan diperoleh kadar formaldehid sebesar 1.506 ppm.

### **Selektivitas**

Parameter selektivitas digunakan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan konsentrasi standart

10 ppm, sampel yang diadisi formaldehid dan sampel non adisi. Discanning pada panjang gelombang 400 nm - 500 nm.



**Gambar 1. Kurva Hubungan Panjang Gelombang (nm) Vs Absorbansi dari Standar, Sampel Adisi, dan Sampel non Adisi.**

Diperoleh panjang gelombang maksimal formaldehid yang terletak pada panjang gelombang 411 nm, 412 nm, 413 nm. Pada penelitian ini dipilih panjang gelombang 412 nm karena panjang gelombang tersebut terletak diantara panjang gelombang lainnya. Panjang gelombang tersebut digunakan untuk mengukur parameter lainnya.

## Linieritas

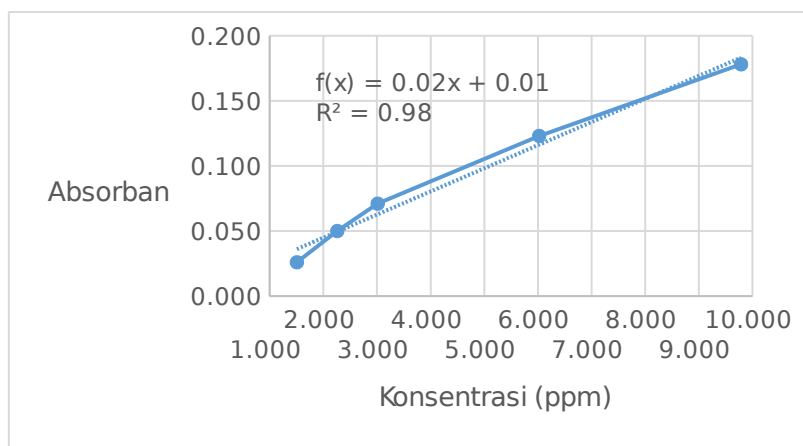
Penentuan linieritas kurva kalibrasi ditentukan berdasarkan serapan pada konsentrasi 1,5 ppm - 10 ppm pada panjang gelombang 412 nm

**Tabel 1. Data konsentrasi dan Absorban Kurva Kalibrasi.**

No	Konsentrasi sebenarnya (X) dalam ppm	Absorbansi (Y)
1	1,506	0,026

2	2,259	0,058
3	3,012	0,071
4	6,024	0,123
5	9,789	0,178

Pada tabel diatas dapat dilihat semakin besar konsentrasi semakin besar juga nilai absorbansinya dan memberikan kurva linier seperti terlihat pada gambar



**Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Formaldehid**

Dari kurva tersebut diperoleh persamaan linier hubungan antara konsentrasi terhadap absorbansi dengan persamaan  $y = 0,0178x + 0,0094$ . Linieritas kurva kalibrasi dilihat dengan menghitung koefisien korelasi ( $r$ ) dari persamaan regresi linier. Koefisien korelasi ( $r$ ) yang diperoleh 0,9919. Dimana dapat dikatakan linier jika  $r$  mendekati  $\geq 0,98$  (CPOB,2012).

## Akurasi

**Tabel 2. Data Akurasi Menggunakan Adisi dengan Konsentrasi 2,5 ppm, 4 ppm,6 ppm**

Konsentrasi	% Recovery	Rata-Rata
2,5 ppm	105,62%	104,12%
	101,12 %	
	105,62%	
4 ppm	109,55 %	105,80%
	105,33%	
	102,53 %	

6 ppm	100,18 %	103,30%
	103,93 %	
	105,80 %	

Pada tabel diatas diperoleh nilai persen recovery rata-rata berturut-turut sebesar 104,12 % , 105,80 % 103,30 % . berdasarkan persyaratan AOAC, larutan yang mempunyai rentang kurang dari 1 ppm persen *recovery* adalah sebesar 80 - 110% ketiga konsentrasi tersebut dapat ditarik kesimpulan bahwa tidak melebihi batas persen *recovery* yang telah ditetapkan.

### Presisi

**Tabel 3. Data Presisi Menggunakan Adisi Dengan Konsentrasi 4 ppm.**

Kon sentrasi	Re plikasi	kadar (x)	Kadar Rata-Rata $\bar{x}$	d ( $\bar{x} - x$ )	d <sup>2</sup>	SD	RSD
4 ppm	1	4,5280	4,6029	0,0749	5,6100 x 10 <sup>-3</sup>	0,0916	1,99 %
	2	4,6404		0,0355	1,4062 x 10 <sup>-3</sup>		
	3	4,5280		0,0749	5,6100x 10 <sup>-3</sup>		
	4	4,7528		0,1499	0,0224		
	5	4,5280		0,0749	5,6100 x 10 <sup>-3</sup>		
	6	4,6404		0,0375	1,4062 x 10 <sup>-3</sup>		
				$\Sigma=0,4496$	$\Sigma=0,0420$		

RSD yang diperoleh sebesar 1,99%, berdasarkan persyaratan AOAC larutan yang mempunyai kadar rentang kurang dari 1 ppm Relative Standart Deviation (RSD) < 11%, sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa penelitian uji presisi memnuhi presyaratan yang telah ditetapkan.

### LOD dan LOQ

**Tabel 4. Data LOD dan LOQ menggunakan Konsentrasi 1,5 ppm.**

Replikasi	LOD	LOQ
1		
2		
3		
4		



5	0,6008	2,0028
6		
7		
8		
9		
10		

Pada tabel diatas dapat diketahui nilai LOD sebesar 0,6008 ppm dan nilai LOQ sebesar 2,0028 ppm.

## SIMPULAN

Validasi metode analisis formaldehid pada pembalut cuci ulang dengan pereaksi nash menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis berdasarkan Metode SNI ISO 14184-2:2015 tentang cara uji kadar formaldehid menggunakan absorpsi uap pada produk tekstil sesuai dengan parameter validasi yang telah ditetapkan sehingga memiliki nilai validitas yang dapat diterima dengan LOD 0,6008 dan LOQ 2,0028.

## RUJUKAN

- AOAC.1998. **Peer-Verified Methods Program, Manual on policies and procedure** : Table excerpted.arlington, Va., USA.
- Badan POM, 2012. **Cara Pembuatan Obat Yang Baik**. Jakarta; Badan Pom.
- Depkes RI. 1995. **Farmakope Indonesia Edisi Keempat**. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Standar National Indonesia. (2015). **Cara Uji Kadar Formaldehida yang dilepas (Metode Absobsi Uap)**.Jakarta. Badan Standarisasi Nasional
- Sulistyowati, Lili S. 2012. **Aku Bangga Aku Tahu**. Jakarta: Kementrian Kesehatan RI.
- WHO, 2006. **IARC monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans** volume 88 “*Formaldehyde, 2-Butoxyethanol and 1-tert-Butoxypropan-2-ol*”. Lyon, France: World Health Organization International Agency For Research On Cancer.