VALIDASI METODE ANALISIS FORMALDEHID PADA TISU KERING (TISU TOILET) DENGAN PEREAKSI NASH MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Firda Sekar Pertiwi, Akademi Farmasi Surabaya

Cicik Herlina Yulianti, Akademi Farmasi Surabaya

M.A.Hanny Ferry Fernanda, Akademi Farmasi Surabaya

ABSTRAK

Pada penelitian validasi metode analisis formaldehid pada tisu toilet menggunakan metode SNI ISO 14184:2-2015. Cara uji kadar formaldehid yang dilepas dengan metode analisis pada 5 parameter yaitu uji selektifitas, linieritas, akurasi dan presisi serta LOD dan LOQ. Pada uji selektifitas terpilih panjang gelombang 412 nm sebagai panjang gelombang dengan serapan formaldehid maksimal. Pada uji linieritas didapatkan nilai r^2 0,9836 dengan persamaan y = 0,0171x + 0,0096. Pada uji akurasi dengan menggunakan konsentrasi 2,5 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* sebesar 99,88 %, konsentrasi 4 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* 100,67 % konsentrasi 6 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* 102,39 %. Semua percobaan memenuhi rentang 80—110 %. Sedangkan pada uji presisi dengan menggunakan konsentrasi 4 ppm diperoleh nilai RSD 3,722 % dengan memenuhi persyaratan rentang nilai RSD 11 %. Pada uji LOD dan LOQ didapatkan hasil LOD sebesar 0,4194 dan LOQ sebesar 1,3980. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode SNI ISO 14184-2:2015 tentang cara uji kadar formaldehid menggunakan absorbansi uap pada produk tekstil dapat dikatakan valid karena memenuhi semua parameter validasi

Keywords: Validasi, Formaldehid, Tisu toilet, Spektrofotometri Uv-vis

ABSTRACT

Test method of formaldehyde content released by analysis method on 5 parameters namely selectivity test, linierity, accuracy and precision, and LOQ and LOQ. In the selected selectivity test of 412 nm wavelength as the wavelength with maximum formaldehyde absoption. In linierty test r^2 value of 0,9836 withy the aquation y = 0,0171x + 0,0096. *On the accuracy test using 2,5 ppm concentration, the average recovery percentage was* 99,88 %*, 4 ppm concentration obtained an average percent recovery of* 100,67 %

6 ppm concentration obtained an average percent recovery of 102,39 %. *All experiments meet the range of 80-110 %. While the precision test using 4 ppm obtained RSD 3,722 % by meeting the RSD range of 11 %. In LOD and LOQ test obtained LOD result of 0,4194 and LOQ of 1,3890. So it can be concluded that SNI ISO 14184-2:2015 method of formaldehyde content test using vapor absorptiom on textile product can be said valid because it fulfills all validation parameters*

Keywords : *Validation, Formaldehyde, Spectrophotometric Uv-Vis, Toilet papper*

PENDAHULUAN

Seiring meningkatnya populasi manusia sekarang ini mendorong kebutuhan alat-alat kesehatan semakin meningkat. Salah satunya adalah tisu kering. Tisu adalah produk berbahan dasar selulosa atau kertas bekas yang diolah kembali. Dalam sehari-hari dengan mudahnya banyak dijumpai masyarakat menggunakan tisu secara berlebihan. Sepertinya masyarakat tidak dapat dipisahkan dengan barang yang satu ini. Di rumah, mulai dari meja makan sampai meja rias, tas, kendaraan pribadi pasti ada tisu. Berbagai macam tisu yang beredar dipasaran antara lain tisu muka, tisu toilet, tisu makan, towel tisu, dan *multi purpose* tisu. Saat ini jenis tisu yang banyak digunakan salah satunya adalah tisu toilet. Tisu toilet memiliki harga yang realtif lebih murah dibandingkan tisu basah.Masyarakat luar negeri rata-rata sering menggunakan tisu toilet setelah buang air kecil ataupun buang air besar. Akan tetapi maraknya kekhawatiran masyarakat terhadap tisu dengan bahan tambahan zat kimia.

Tisu dapat dibuat dari bahan-bahan hasil dari daur ulang kertas-kertas bekas, majalah, kertas koran atau dari bahan serat kayu murni atau dari batang pohon yang dihancurkan. Dari bahan-bahan daur ulang tersebut diolah menjadi *pulp*. *Pulp* merupakan campuran bahan selulosa, seperti kayu, kertas, kain bekas yang dilumatkan dan dimasukkan kedalam air untuk membuat bubur kertas. Dalam proses *pulp* menjadi tisu, banyak digunakan berbagai bahan kimia, antara lain klorin, pelembut, serta pengawet seperti formaldehida. Formaldehid ditambahkan dalam proses

pembuatan tisu sebagai penguat dalam keadaan basah, sekitar 90% masih ada dalam produk akhir pembuatan tisu (kemenkes RI,2012).

Formaldehida (formalin) banyak digunakan karena memiliki kemampuan yang sangat baik dalam mengawetkan, harganya murah dan mudah didapat.bahaya jangka pendek formaldehida bila terkena kulit maka akan menimbulkan iritasi, gatal, luka bakar, kulit kering, dan kemungkinan reaksi alergi. Bahaya jangka panjang bila kontak dengan kulit sehari-hari dapat menyebabkan kulit kering dan bersisik. Pada beberapa individu, kontak dengan bahan untuk kali pertama dapat menimbulkan reaksi alergi dan pada paparan berikutnya dapat menimbulkan ruam pada kulit dan reaksi asma dapat menjadi berat jika paparan berlangsung lama (BPOM,2001). Selain itu, *International Regency for Research on Cancer* juga mengatakan bahwa formaldehida dapat menyebabkan cancer (IARC,2006).

Menurut SNI 8361:2016 batas formaldehid yang diperbolehkan pakaian dalam wanita yaitu 75 ppm. Hingga saat ini belum dilakukan penelitian kadar formaldehida dalam tisu toilet sehingga tidak ditemukan metode yang sesuai maka dari itu perlu dilakukan penelitian karena dalam proses pembuatan tisu toilet dicurigai mengandung cemaran formaldehida karena juga terbuat dari bahan dasar pulp.dan belum ditemukan batasan yang menginformasikan tentang kadar formaldehida pada tisu toilet.

Oleh karena itu peneliti akan melakukan penelitian Validasi Metode Analisis Pengujian Kadar Formaldehid pada tisu toilet. Acuan metode yang digunakan adalah metode absorpsi untuk mengekstrak formalin yang paling mendekati adalah SNI-ISO 14184-2 2015 dengan menggunakan bahan uji berupa textile. Pada penelitian ini bahan uji diganti dengan menguji tisu toilet sehingga diperlukan validasi. Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan penyediaan obyektif bahwa persyaratan tertentu telah dipenuhi. Validasi pada laboratorium dilakukan untuk metode tidak baku, yaitu metode yang dikembangkan sendiri atau dimodifikasi oleh laboratorium. Validasi dilakukan untuk mengetahui apakah metode pengujian yang dilakukan sudah sesuai sehingga menghasilkan data yang valid. Parameter yang diuji dalam validasi metode penentuan kadar dengan

spektrofotometri Uv-Vis antara lain presisi, akurasi, linieritas, LOD, dan LOQ, serta selektivitas.

Pada penelitian ini dipilih metode spektrofotometri karena penggunaannya lebih sederhana, cepat, ekonomis, dan sensifitasnya baik. Spektrofotometri menggunakan pereaksi nash yang dapat bereaksi dengan larutan formalin menghasilkan warna kuning yang mantap dan diukur pada panjang gelombang 412 nm.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah spektrofotometer ultraviolet-visible, neraca analitik (merek Shimadzu), alat-alat gelas (merek Pyrex), botol kaca, keranjang kasa kawat kecil, inkubator (merek Memmert), penangas air (merek maspion).

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah larutan formaldehida dengan kadar 37%, tissue toilet merek (PO), natrium sulfit (Na_2SO_3), indikator timolftalin, asam sulfat (H_2SO_4), ammoniumasetat, asetilaseton, asam oksalat ($C_2H_20_4$), natrium hidroksida (NaOH), aquadest (Laboratorium Kimia Farmasi).

Prosedur Kerja

A) Larutan Formaldehid

Membuat larutan baku induk formaldehid 1500 ppm diawali dengan memipet larutan formaldehid 37% b/v (370.000 ppm) sebanyak 0,4 mL, kemudian memasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, tambahkan aquadest hingga tepat tanda, kocok hingga homogen.

B) Pembakuan Formaldehid

Pembakuan larutan formaldehid dengan larutan H_2SO_4 0,0181 N, pada pembakuan larutan formaldehid dilakukan penambahan natrium sulfit untuk mengubah sifat basa dari larutan formaldehid pada larutan

formaldehid (1.500 ppm) didapatkan kadar sebenarnya sebesar 1.558 ppm

C) Validasi Metode Analisis

Meliputi parameter uji selektifitas, uju linieritas, uji akurasi dan presisi, serta uji LOD dan LOQ yaitu sebagai berikut:

1. Uji Seletifitas

Menguji selektifitas pada spektrofotometri UV-Vis, 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 dikur pada panjang gelombang 409 – 415 nm

2. Uji Linieritas

Melakukan uji linieritas dengan cara menguji ketujuh larutan baku kerja yang sudah dibuat pada spektrofotometri dengan panjang gelombang maksimal. Kemudian membuat kurva konsentrasi dengan absorbansi, dan juga menghitung persamaan garis lurusnya dengan rumus, $y = bx + a$. Dikatakan linier jika parameter r, jika parameter r mendekati 1.

3. Uji Akurasi

Pengujian akurasi pada penelitian ini menggunakan 3 konsentrasi dari konsentrasi yang diinginkan (Harmita, 2004), dan masing-masing konsentrasi direplikasi sebanyak tiga kali.

4. Uji Presisi

Pengujian presisi pada penelitian ini termasuk kategori keterulangan (*repeatability*). Parameter presisi pada penelitian ini menggunakan 1 konsentrasi baku kerja, yaitu 4 ppm 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.

5. **Uji LOD dan LOQ**

Pengujian LOD dan LOQ pada penelitian ini menggunakan 1 konsentrasi dan mereplikasi sebanyak 10 kali.

HASIL DAN PEMBAHASAN

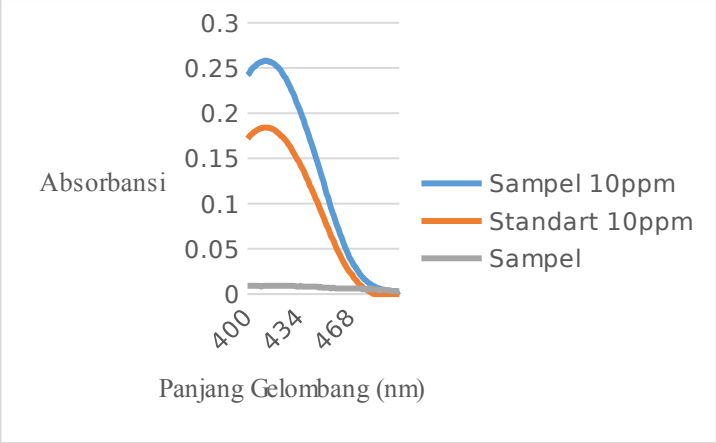
Dilakukan pengujian kadar formaldehid pada tisu toilet dengan metode SNI ISO 14184-2:2015 tentang cara uji kadar formadehid menggunakan metode absorbs uap pada produk tekstil, sehingga perlu dilakukan validasi metode analisis sebelum diterapkan pada produk tisu toilet. Validasi metode analisis meliputi parameter uji selektifitas, uji linieritas, uji akurasi dan presisi, serta uji LOD dan LOQ

A. Standarisasi Pembakuan Formaldehid (1.500 ppm)

Sebelum dilakukan validasi metode analisis, terlebih dahulu melakukan standarisasi formaldehid dengan asam oksalat ($H_2C_2O_4$) untuk mengetahui konsentrasi larutan formaldehid secara tepat dan akurat karena penelitian ini menggunakan formaldehid 37% b/v yang berarti formaldehid tidak murni 100%, maka larutan formaldehid perlu distandartkan terlebih dahulu dengan menggunakan titrasi asam-basa (Badan Standar Nasional,2010).

B. Selektifitas

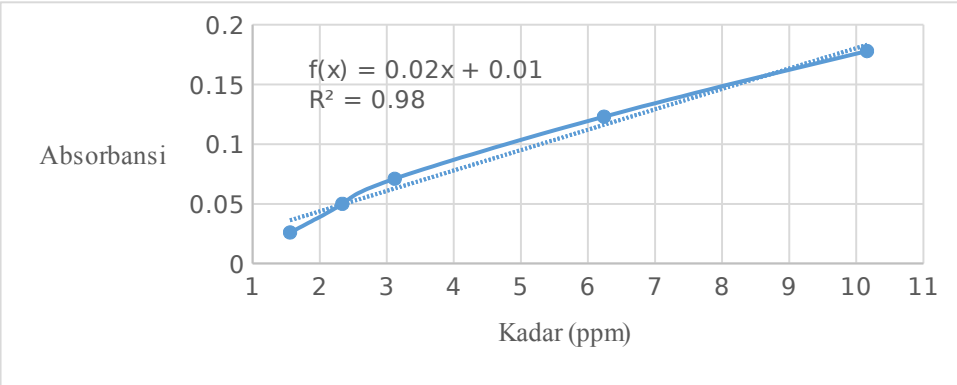
Uji selektifitas dilakukan dengan mengoptimalkan panjang gelombang maksimal, sehingga didapatkan panjang gelombang maksimal untuk menganalisa kadar formaldehid dengan spektrofotometer. Dengan menggunakan konsentrasi 10 ppm, sampel yang diadisi, dan sampel non adisi. Dilakukan pada panjang gelombang 400–500 nm ditampilkan pada gambar 4.1



Gambar 1 Kurva hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi pada serapan formaldehida

Pada gambar 1 sampel adisi dan sampel non adisi membuktikan bahwa pada panjang gelombang 412 nm selektif dalam validasi formaldehid pada tisu toilet. Sedangkan sampelnya mendapatkan nilai absorbansi yang kecil diartikan tidak mengandung formaldehid.

C. Linieritas



Uji linieritas dibuat 7 baku kerja yaitu 1,558 ppm; 2,337 ppm; 3,119 ppm; 6,239 ppm; 10,160 ppm pada panjang gelombang maksimal 412 nm. Dari data tersebut diperoleh persamaan y = 0,0172x + 0,0094 dengan nilai r^2 mendekati 1 yaitu 0,9836 sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa metode yang diinginkan memberikan hasil linier. Persyaratan dikatakan linier jika, koefisien korelasi ≥ 0,98 (BPOM, 2012).

Gambar 2 Kurva Linieritas hubungan antara konsentrasi formaldehida dengan absorbansi.

D. Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan menggunakan 3 konsentrasi, yaitu pada konsentrasi 2,5; 4; dan 6 ppm. Pada setiap konsentrasi dilakukan tiga kali replikasi, pada setiap konsentrasinya di ukur pada panjang gelombang 412 nm. Berikut hasil data akurasi menggunakan adisi dengan konsentrasi 2,5; 4; dan 6 ppm

Table 1 Tabel Hasil Persen Recovery

Konsentrasi Adisi	Replikasi	Absorbansi	% Recovery	Rata-rata %
2,5 ppm	I	0,0629	99,88 %	99,87 %
	II	0,0630	99,40 %	
	III	0,0628	100,34 %	
4,0 ppm	I	0,1030	100,27 %	100,66%
	II	0,1010	101,00 %	
	III	0,1000	100,72 %	
6,0 ppm	I	0,1530	100,76 %	102,39%
	II	0,1540	101,75 %	
	III	0,1520	104,66 %	

Dengan memakai konsentrasi tersebut hasil dari sampel tisu toilet dikatakan memenuhi persyaratan jika % *recovery* untuk konsentrasi 2,5; 4; dan 6 ppm diantara 80-110% (AOAC,2011).

E. Presisi

Uji presisi dilakukan dengan menggunakan konsentrasi 4 ppm dari 6 kali replikasi. Didapatkan hasil penelitian uji presisi menggunakan panjang gelombang 412 nm memenuhi persyaratan yang didapat dengan RSD 3,722 %. Persyaratan dikatakan memenuhi jika nilai RSD konsentrasi 4 ppm adalah tidak lebih dari 11 % (AOAC,2011). Berikut hasil uji presisi menggunakan adisi dengan konsentrasi 4 ppm.

Table 2 Hasil persen recovery dan nilai RSD

Kadar (x)	X rata-rata	D	d^2	Sd	RSD
4,4056	4,3130	0,143	0,02044	0,16053	3,722
4,2361		0,0769	0,005913		
4,3485		0,0355	0,001260		
4,5170		0,204	0,041616		
4,0688		0,244	0,059536		
4,3023		0,0107	0,00011449		
			$\sum d^2 = 0,12887$		

F. Uji LOD dan LOQ

Uji LOD dan LOQ dilakukan dengan konsentrasi linieritas yang terkecil yaitu 1,5 ppm dengan 10 kali replikasi. Digunakan konsentrasi terkecil karena tujuan dari pengujian LOD dan LOQ untuk mengetahui kadar terkecil formaldehid yang dapat terdeteksi oleh spektrofotometer yang digunakan. Hasilnya didapat nilai LOD sebesar 0,4194 dan nilai LOQ sebesar 1,3980. Berikut hasil LOD dan LOQ.

Table 3 Data Absorbansi LOD dan LOQ

Replikasi	Absorbansi	SD	LOD	LOQ
1	0,021	0,003565	0,04941	1,4764
2	0,020			
3	0,025			
4	0,029			
5	0,025			
6	0,029			
7	0,022			
8	0,030			
9	0,028			
10	0,025			

SIMPULAN

Setelah dilakukan pengujian dapat disimpulkan bahwa metode pengujian formaldehid SNI ISO 14184-2:2015 tentang cara uji kadar formaldehid menggunakan absorbsi uap pada produk tekstil dapat diterapkan pada penelitian tisu toilet karena telah sesuai dengan persyaratan

RUJUKAN

AOAC. 1998. Peer-Verified Methods Program, Manual on policies and procedure : **Table excerpted. Arlingtn, Va., USA**.

BPOM. 2012. **Cara Pembuatan Obat Yang Baik**. Jakarta: Badan Pengawasan Obat dan Makanan

BPOM. 2011. **Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat Dan Makanan RI HK.03.1.23.08.11.075 Tentang Persyratan Bahan Kosmetika**. Jakarta: Badan Pengawasan Obat Dan Makanan.

BSN. 2010. **Persyaratan zat warna azo dan formaldehid Standar Nasional Indonesia (SNI)**. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.

Harmita,2004. Petunjuk Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya. Departemen Farmasi FMIPA-UI. **Majalah Ilmu Kefarmasian ISSN** 1693-9883 3(1), Halaman : 117-135