

**VALIDASI METODE ANALISIS FORMALDEHID PADA POPOK BAYI  
CUCI ULANG DENGAN PEREKASI NASH MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

**Cholifah, Akademi Farmasi Surabaya  
Cicik Herlina Y, S.T., M.Si, Akademi Farmasi Surabaya  
Mercyska Suryandari, S. Farm, Apt, Akademi Farmasi Surabaya**

**ABSTRAK**

Pada penelitian validasi metode analisis formaldehid pada popok bayi cuci ulang menggunakan metode SNI ISO 14184-2-2015. Cara uji kadar formaldehid yang dilepas dengan metode analisis pada 5 parameter yaitu uji selektivitas, linieritas, akurasi dan presisi serta LOD dan LOQ. Pada uji selektivitas terpilih panjang gelombang 412 nm sebagai panjang gelombang dengan serapan formaldehid maksimal. Pada uji linieritas didapatkan nilai  $r^2$  0,9839 dengan persamaan  $y = 0,0178x - 0,0094$ . Pada uji akurasi dengan menggunakan konsentrasi 2,5 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* sebesar 97,37 %, konsentrasi 4 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* sebesar 102,99 %, konsentrasi 6 ppm diperoleh rata-rata persen *recovery* sebesar 102,96 %. Semua percobaan memenuhi rentang 80-110 %. Sedangkan pada uji presisi dengan menggunakan konsentrasi 4 ppm diperoleh RSD 3,5484 % dengan memenuhi rentang 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 absorpsi uap pada produk tekstil dapat dikatakan valid karena memenuhi semua parameter validasi.

**Keywords :** Validasi, Formaldehid, Popok bayi cuci ulang  
Spektrofotometri Uv-Vis

**ABSTRACT**

Test method of formaldehyde content released by analysis method on 5 parameters namely selectivity test, linearity, accuracy and precision and LOD and LOQ. In the selected selectivity test of 412 nm wavelength as the wavelength with maximum formaldehyde absorption. In linearity test obtained  $r^2$  value of 0,9839 with the equation  $y = 0,0178X - 0,0094$ . On the accuracy test using 2,5 ppm concentration, the average recovery percentage was 97,37 %, 4 ppm concentration obtained an average percent recovery of 102,99 %, 6 ppm concentration obtained an average percent recovery of 102,96 %. All experiments meet the range of 80-110 %. While the precision test using 4 ppm obtained RSD 3,5484 % by meeting the RSD range of 11 %. In LOD and LOQ test obtained LOD results of 0,4194 and LOQ of 1,3890. So it can be concluded that SNI ISO

14182-2-215 method of formaldehyde content test using vapor absorption on textile product can be said valid because it fulfills all validation parameters.

**Keyword :** Validation, Formaldehyde, Spectrophotometric Uv-Vis, Diaper.

## **PENDAHULUAN**

Seiring meningkatnya populasi bayi sekarang ini mendorong kebutuhan bayi juga semakin meningkat. Salah satunya adalah popok bayi dalam artikel “10 Tips Perawatan Bayi Baru Lahir” mengatakan bahwa popok terdiri dari 2 jenis yaitu popok kain dan popok sekali pakai. Tetapi popok kain bisa digunakan berulang kali, bisa lebih sehat dan lebih hemat karena penyerapan yang digunakan bukanlah bahan kimia yang berbahaya bagi kesehatan bayi, sehingga jika bersentuhan dengan kulit bayi tidak akan mengakibatkan panas, iritasi dan rasa tidak nyaman. Pada proses pengemasan pakaian setelah pakaian selesai diproduksi, produsennya biasanya menambahkan formaldehid untuk menjaga pakaian dari kerutan dan mencegah timbulnya jamur selama pengiriman.

Formaldehid dapat menyebabkan dermatitis kontak alergika (radang kulit akibat kontak dengan bahan yang merangsang reaksi alergi pada kulit). Formaldehid dapat digunakan untuk membasmi sebagian besar bakteri, sehingga sering digunakan sebagai desinfektan dan juga sebagai bahan pengawet makanan (BPOM, 2011).

Hingga saat ini belum ditemukan batasan yang menginformasikan tentang kadar formaldehid pada popok bayi 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 20 mg/kg hingga 3.500 mg/kg. Dan batasan aman kadar formaldehid pada bayi usia 36 bulan 0 ppm atau kurang dari 20 ppm yang dianggap tidak berdeteksi dan 75 ppm pada anak usia diatas 36 bulan. Oleh karena itu, dalam penelitian uji kadar formaldehida pada berbagai merek popok bayi cuci ulang untuk mengetahui tingkat keamanan dari suatu merek sebagai alat kesehatan.

Acuan metode yang digunakan adalah metode absorpsi untuk mengekstraksi formalin yang paling mendekati adalah SNI-ISO 14184-2-2015 dengan menggunakan bahan uji berupa tekstil. Pada penelitian ini bahan uji diganti dengan menguji popok bayi cuci ulang 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 selektifitas, linieritas, LOD & LOQ, presisi, dan akurasi. (Harmita, 2004).

Berdasarkan hal tersebut maka peneliti akan melakukan penelitian validasi metode analisis pengujian kadar formaldehid pada popok bayi cuci ulang. Pada penelitian ini dipilih metode spektrofotometri karena penggunaannya lebih sederhana, cepat, ekonomis, dan sensitifitasnya baik.

## **METODE PENELITIAN**

### **Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah spektrofotometri Ultraviolet visibel (merek Caliesys) single beam, 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 formaldehid dengan kadar 37% b/v, popok bayi cuci ulang, Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), indikator timoftalin, Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), Ammonium Asetat, Asetil Aseton, Asam Oksalat ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), Natrium Hidroksida ( $\text{NaOH}$ ), Aquadest, Asam Asetat Glasial.

### **Prosedur Kerja**

#### **A. Larutan Formaldehid**

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

## **B. Pembakuan Formaldehid**

pembakuan larutan formaldehid, dengan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,0181 N, pada pembakuan larutan formaldehid dilakukan penambahan natrium sulfit untuk mengubah sifat basa dari larutan formaldehid. Setelah dibakukan dan dihitung kadar formaldehid pada larutan formaldehid (1500 ppm) didapatkan kadar sebenarnya sebesar 1506 ppm.

## **C. Validasi Metode analisis**

Meliputi parameter uji selektifitas, uji linieritas, uji akurasi dan presisi serta uji LOD dan LOQ. Yaitu sebagai berikut :

### **1. Uji Selektifitas**

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 diukur pada panjang gelombang 409 – 415 nm.

### **2. Uji Linieritas**

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

### **3. Uji Akurasi**

Parameter akurasi pada penelitian ini menggunakan 3 konsentrasi (50% -150%) dari konsentrasi yang diinginkan (Harmita, 2004), dan masing-masing konsentrasi direplikasi sebanyak 3 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 visible pada panjang gelombang maksimal, 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**

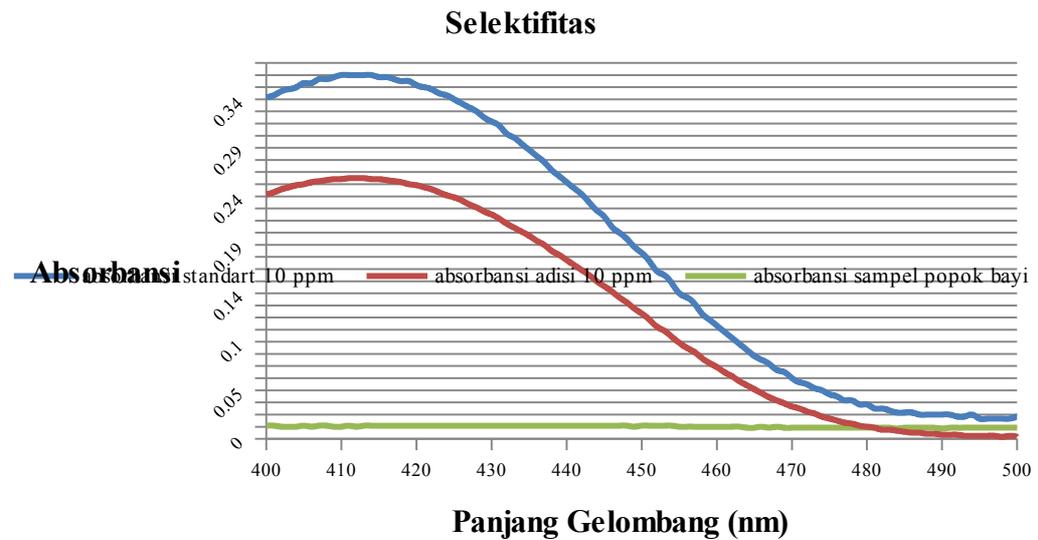
Dilakukan pengujian kadar formaldehid pada popok bayi cuci ulang dengan metode SNI ISO 14184-2-2015 tentang cara uji kadar formaldehid menggunakan metode absorpsi uap pada produk tekstil, sehingga perlu dilakukan validasi metode analisis sebelum diterapkan pada produk popok bayi cuci ulang. Validasi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

### **A. Standarisasi Pembakuan Formaldehid (1500 ppm)**

Sebelum dilakukan validasi metode analisis, terlebih dahulu melakukan standarisasi formaldehid dengan asam oksalat ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), 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 distandarkan terlebih dahulu dengan menggunakan titrasi asam –basa (Badan Standar Nasional, 2010). Setelah dilakukan perhitungan didapatkan kadar sebenarnya dari larutan formaldehid 1506 ppm.

### **B. Selektifitas**

Uji selektifitas dilakukan dengan mengoptimasi 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 1.

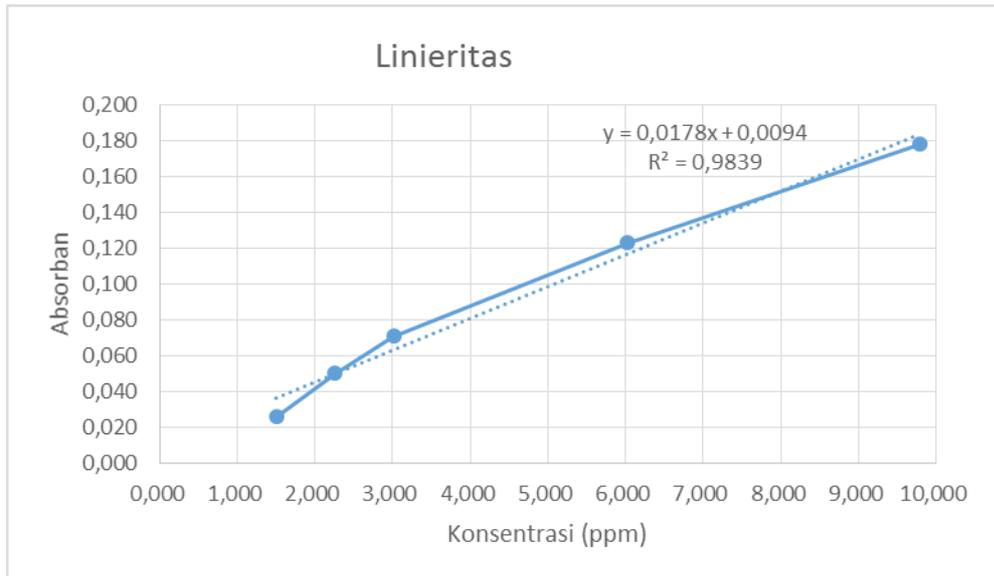


**Gambar 1.** Kurva Hubungan Antara Standart, Sampel Adisi dan Sampel Non Adisi

Pada gambar 1 sampel adisi dan sampel non adisi membuktikan bahwa pada panjang gelombang 412 nm selektif dalam validasi formaldehid pada popok bayi cuci ulang. Sedangkan sampelnya mendapatkan nilai absorban yang kecil yang diartikan tidak mengandung formaldehid.

**C. Linieritas**

Uji linieritas dibuat 5 baku kerja yaitu 1,506; 2,259; 3,012, 6,024; 9,789 ppm. Kemudian dilakukan pada panjang gelombang 412 nm. Dari data tersebut diperoleh persamaan  $y = 0,0178x - 0,0094$  dengan nilai  $r^2$  mendekati 1 yaitu 0,9839, sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa metode yang diinginkan memberikan hasil linier. Persyaratan dikatakan linier jika, koefisien korelasi  $\geq 0,98$  (BPOM, 2012).



**Gambar 2.** Kurva Linieritas Hubungan Antara Konsentrasi Formaldehid dengan Absorbansi

#### D. Akurasi

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

**Tabel 1.** Data Akurasi Menggunakan Adisi dengan Konsentrasi 2,5; 4; 6 ppm

| Konsentrasi (ppm) | Replikasi | Abs   | % recovery | Rata-rata % |
|-------------------|-----------|-------|------------|-------------|
| 2,5 ppm           | 1         | 0,055 | 96,63      | 97,37       |
|                   | 2         | 0,057 | 101,12     |             |
|                   | 3         | 0,054 | 94,38      |             |
| 4 ppm             | 1         | 0,085 | 102,52     | 102,99      |
|                   | 2         | 0,087 | 105,33     |             |
|                   | 3         | 0,084 | 101,12     |             |
| 6 ppm             | 1         | 0,122 | 102,90     | 102,96      |
|                   | 2         | 0,124 | 104,87     |             |
|                   | 3         | 0,120 | 101,12     |             |

Dengan memakai konsentrasi tersebut hasil dari sampel popok bayi cuci ulang persyaratan dikatakan memenuhi persyaratan jika % *recovery* untuk konsenrasi 2,5, 4, 6, (ppm) antara 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 3,5484 %. Persyaratan dikatakan memenuhi persyaratan jika nilai RSD konsentrasi 4 ppm adalah titik lebih dari 11 % (AOAC, 2011). Berikut hasil uji presisi menggunakan adisi dengan konsentrasi 4 ppm.

**Tabel 2.** Hasil Uji Presisi Menggunakan Adisi dengan Konsentrasi 4 ppm

| Kadar (x) | X (rata-rata) | D (x-x) | d <sup>2</sup>  | SD     | RSD      |
|-----------|---------------|---------|-----------------|--------|----------|
| 4,4157    | 4,3220        | 0,0937  | 0,0087          | 0,1533 | 3,5484 % |
| 4,2471    |               | 0,0749  | 0,0056          |        |          |
| 4,3595    |               | 0,0375  | 0,0014          |        |          |
| 4,5280    |               | 0,2060  | 0,0424          |        |          |
| 4,0786    |               | 0,2434  | 0,0592          |        |          |
| 4,3033    |               | 0,0187  | 0,0003          |        |          |
|           |               |         | $\Sigma=0,1176$ |        |          |

#### F. LOD dan LOQ

Uji LOD dan LOQ. Uji LOD dan LOQ dilakukan dengan konsentrasi linieritas yang terkecil 1,5 ppm dengan 10 kali replikasi. Digunakan konsenrasi terkecil karena tujuan dari pengujian LOD dan LOQ sendiri 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 :

**Tabel 3.** Pengukuran LOD dan LOQ pada Larutan Baku 1,5 ppm

| Replikasi | Absorbansi | SD                     | LOD    | LOQ    |
|-----------|------------|------------------------|--------|--------|
| 1         | 0,021      | 3,565x10 <sup>-3</sup> | 0,4194 | 1,3980 |
| 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 absorpsi uap pada produk tekstil dapat diterapkan pada penelitian pada popok bayi cuci ulang karena telah sesuai dengan persyaratan.

## **RUJUKAN**

- AOAC. 1998. *Peer-Verified Methods Program, Manual on policies and procedures* :Table excerpted. Arlington, Va., USA.
- Badan POM. 2012. **Cara Pembuatan Obat Yang Baik**. Jakarta: Badan POM.
- BPOM. 2011. **Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat Dan Makanan RI HK.03.1.23.08.11.075 Tentang Persyaratan 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 Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya. Departemen Farmasi FMIPA-UI **Majalah Ilmu Kefarmasian**ISSN : 1693-9883 3(1), Halaman : 117-135.