

Analisis Formaldehid Pada Sediaan Cat Kuku Secara Kromatografi Lapis Tipis Dan Spektrofotometri Uv-Vis Yang Beredar Di Kota Bekasi

Analysis Of Formaldehyde In Nail Polish With Thin Layer Chromatography And Spectrophotometry Uv-Vis Circulated In Bekasi City

***Herdini¹, Veriah Hadi², Misqathul Hidayati³,**

1*3Program Studi Farmasi, Fakultas Farmasi, 2* Program Studi Fisika, Fakultas Sains Teknologi Informatika, Institut Sains dan Teknologi Nasional Jl. Moch Kahfi II, Bhumi Srengseng Indah, Srengseng Sawah, Jagakarsa, Jakarta Selatan 12640, Indonesia
email: herdinas69@istn.ac.id, veriahadi@istn.ac.id

ABSTRAK

Formaldehid merupakan suatu senyawa kimia yang berbentuk gas tidak berwarna, mudah menguap, berbau spesifik dan bersifat iritatif. Formaldehid digunakan pada sediaan cat kuku yang bertujuan sebagai pengawet dan sebagai selaput untuk membentuk resin yang berguna untuk meningkatkan daya lekat. Menurut Peraturan Kepala Badan POM No. HK 03.1.28.11.07517 tahun 2011, formaldehid digunakan dalam formulasi cat kuku dengan persyaratan kadar maksimum 5%. Oleh karena itu dilakukan analisis formaldehid pada sediaan cat kuku yang beredar di Kota Bekasi. Penelitian dilakukan secara kualitatif menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) dan kuantitatif menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis pada 3 sampel teregistrasi dan 3 sampel tidak teregistrasi yang diambil secara acak dengan berbagai merek. Uji kualitatif formaldehid dilakukan dengan KLT menggunakan eluen terbaik etil asetat : asam asetat : metanol (5:2:3). Penetapan kadar dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 554 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari uji kualitatif 6 sampel cat kuku tersebut positif mengandung formaldehid. Kadar formaldehid pada keenam sampel tersebut adalah 0,0042% (R1), 0,0021% (R2), 0,0007% (R3), 0,0014% (TR1), 0,0006% (TR2), 0,0013% (TR3).

Hasil dari penelitian ini diketahui tidak terdapat cat kuku yang beredar di kota Bekasi yang melebihi syarat kadar formaldehid yang ditetapkan oleh Badan POM RI.

Kata kunci: Formaldehid, cat kuku, kromatografi lapis tipis (KLT), spektrofotometri UV-Vis

ABSTRACT

Formaldehyde is a chemical compound in the form of colorless, volatile gas, specific odor, and irritative. Formaldehyde is used in nail polish preparation intended as preservatives and as membranes to form resins that are useful for increasing adhesion. According to the Regulation of the Head of the BPOM number HK 03.1.28.11.07517 in 2011, formaldehyde was used in nail polish formulations with a maximum content requirement of 5%. Therefore, formaldehyde analysis was carried out on nail polish preparations circulated in Bekasi City. The research was conducted qualitatively using thin layer chromatography (TLC) and quantitatively using spectrophotometry UV-Vis method in 3 registered samples and 3 unregistered samples taken randomly with various brands. Qualitative testing of formaldehyde was carried out by TLC using the best eluent ethyl acetate: acetic acid: methanol (5:2:3). Formaldehyde content was carried out by spectrophotometry UV-Vis at wavelength 554 nm. The results showed that from the qualitative test 6 samples of nail polish were positively containing formaldehyde. Formaldehyde content in six samples are 0,0042% (R1), 0,0021% (R2), 0,0007% (R3), 0,0014% (TR1), 0,0006% (TR2), 0,0013% (TR3). The result of this research it is known that there are no nail polishes circulated in Bekasi City that exceeds the requirements of formaldehyde content by the Indonesian Food and Drug Administration (BPOM).

Keywords: Formaldehyde, nail polish, thin layer chromatography (TLC), spectrophotometry UV-Vis

1. PENDAHULUAN

Formaldehid adalah suatu senyawa kimia yang berbentuk gas tidak berwarna, mudah menguap, berbau spesifik dan bersifat iritatif. Formaldehid merupakan senyawa gugus aldehida yang paling sederhana dan dalam pembuatannya ditambahkan 15% metanol sebagai stabilisator. Gas formaldehid dapat masuk ke dalam tubuh manusia dengan bantuan enzim dalam hati akan mengalami biotransformasi menjadi asam format dan karbondioksida dan dikeluarkan melalui urin, sebagian lagi dikeluarkan dalam bentuk formaldehid ekhalasi (Mulono, 2005).

Formaldehid banyak digunakan pada produk-produk kosmetik yang berfungsi sebagai pengawet. Produk kosmetik yang mengandung formaldehid, formalin dan/atau paraformaldehid dapat kontak dengan rambut (misalnya sampo dan kosmetika rambut), kulit (deodoran, produk mandi, kosmetika kulit dan lotion), mata (maskara dan riasan mata), mukosa oral (obat kumur dan penyegar nafas), mukosa vagina (deodoran vagina) dan kuku (pelunak kutikula krim kuku dan lotion) (WHO, 2001).

Formaldehid pada cat kuku berfungsi sebagai pengawet dan selaput untuk membentuk resin yang berguna untuk meningkatkan daya lekat, memperkeras dan memperoleh kilap pada cat kuku. Formaldehid yang digunakan pada cat kuku berbentuk resin formaldehid. Resin formaldehid merupakan resin sintetik lunak yang memodifikasi karakteristik polimer jenis nitroselulosa. Nitroselulosa sangat keras dan rapuh, dengan penambahan resin formaldehid tersebut membuat film tidak rapuh, lebih keras dan meningkatkan kilap film.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah terdapat kandungan formaldehid pada cat kuku yang beredar di berbagai pusat perbelanjaan kota Bekasi yang diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis, mengetahui kadar formaldehid pada catkuku tersebut apakah masih memenuhi batas persyaratan yang diatur dalam Peraturan Kepala Badan POM RI No. HK 03.1.28.11.07517 tahun 2011 yaitu dengan kadar maksimum 5% (BPOM, 2011), dan mengetahui apakah pereaksi Schiff dapat

digunakan untuk analisis kadar formaldehid pada cat kuku dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

2. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan. Formaldehid 37%, asam fosfat 10%, reagen nash, kloroform, etil asetat, asam asetat, metanol, pereaksi Schiff, aquadest, dan kertas saring.

Metode Destilasi. Sampel ditimbang dan didestilasi menggunakan alat destilasi (Iwaki) dengan penambahan asam fosfat 10% dan aquadest.

Metode KLT. Hasil destilat direaksikan dengan reagen Nash lalu diuapkan di waterbath (Mommert), setelah dingin kemudian diekstraksi dengan kloroform menggunakan corong pisah (Iwaki). Hasil ekstraksi tersebut kemudian ditotolkan pada plat KLT (Merck) dan dielusi menggunakan fase gerak etil asetat : asam asetat : metanol (5:2:3).

Metode Spektrofotometri UV-Vis. Hasil destilat diukur pada pektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV- 1800) pada λ_{max} 554 nm menggunakan pereaksi Schiff.

Validasi Metode Analisis. Validasi metode analisis spektrofotometri UV-Vis menggunakan pereaksi Schiff dilakukan dengan uji linearitas, uji akurasi, uji presisi, uji batas deteksi, dan batas kuantitasi.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1. Hasil Uji Kualitatif Formaldehid pada Cat Kuku

Kode Sampel	Nilai Rf Standar Formaldehid	Nilai Rf Sampel Uji	Hasil
R1	0,80	0,80	(+)
R2	0,80	0,73	(+)
R3	0,80	0,76	(+)
TR1	0,80	0,73	(+)
TR2	0,80	0,76	(+)
TR3	0,80	0,75	(+)

Hasil uji kualitatif pada cat kuku menggunakan metode kromatografi lapis tipis (KLT) yang tertera pada Tabel 1 menunjukkan bahwa 3 sampel cat kuku registrasi (R1, R2, R3) dan 3 sampel cat kuku tidak teregistrasi (TR1, TR2, TR3) memiliki nilai Rf yang berdekatan dengan standar

pembandingnya yaitu formaldehid. Sampel R1, R2, R3, TR1, TR2, TR3, dan standar pembanding menghasilkan bercak pada KLT dan memiliki nilai Rf yang cukup baik yaitu antara 0,2-0,8. Jadi dapat disimpulkan bahwa dalam penelitian ini terdeteksi 6 sampel cat kuku positif mengandung formaldehid

Tabel 2. Hasil Uji Kuantitatif Formaldehid secara Spektrofotometri UV-Vis pada Panjang Gelombang 554 nm

Kode Sampel	Pengulangan	Konsentrasi (mg/l)	Absorbansi	Kadar Formaldehid Dalam Sampel	Kadar Rerata
R1	1	0,8195	0,168	0,0041%	0,0042%
	2	0,8709	0,184	0,0043%	
	3	0,8709	0,184	0,0043%	
R2	1	0,2864	0,002	0,0021%	0,0021%
	2	0,2832	0,001	0,0021%	
	3	0,2832	0,001	0,0021%	
R3	1	0,4823	0,063	0,0007%	0,0007%
	2	0,4823	0,063	0,0007%	
	3	0,4855	0,064	0,0007%	
TR1	1	1,0218	0,231	0,0014%	0,0014%
	2	1,0154	0,229	0,0014%	
	3	1,0089	0,227	0,0014%	
TR2	1	0,5016	0,069	0,0006%	0,0006%
	2	0,5016	0,069	0,0006%	
	3	0,5048	0,070	0,0006%	
TR3	1	0,9576	0,211	0,0013%	0,0013%
	2	0,9608	0,212	0,0013%	
	3	0,9383	0,205	0,0012%	

Hasil uji kuantitatif pada cat kuku menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis yang tertera pada Tabel 2 menunjukkan pengukuran pada sampel R2, R3, dan TR2 menghasilkan nilai absorbansi yang terlalu rendah, dimana nilai absorbansi yang baik yaitu antara 0,2-0,8. Konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi atau nilai LOD yaitu 0,2115 mg/l, berarti pada angka tersebut sampel masih dapat dideteksi pada alat namun tidak selalu dapat dikuantitasi. Pengukuran pada sampel R1, TR1, dan TR3 menghasilkan nilai absorbansi yang baik yaitu antara 0,2-0,8, dapat disimpulkan bahwa kadar pada

pengukuran sampel R1, TR1, dan TR3 lebih akurat dan teliti dibandingkan pengukuran pada sampel R2, R3, dan TR2.

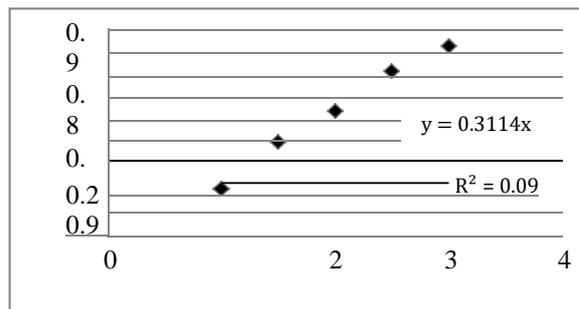
Berdasarkan hasil tersebut dinyatakan tidak terdapat sampel yang positif mengandung formaldehid dengan kadar rata-rata yang melebihi batas dari ketentuan Peraturan Kepala Badan POM RI No. HK 03.1.28.11.07517 tahun 2011 yaitu dengan kadar maksimum 5%. Maka dapat disimpulkan bahwa sediaan cat kuku yang beredar di pusat perbelanjaan Bekasi tersebut layak digunakan karena tidak terdapat penyalahgunaan bahan pengawet pada kosmetika yang tidak diperbolehkan

untuk melebihi batas kadar yang telah ditetapkan oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia. Namun, alangkah baiknya dibatasi penggunaan cat kuku yang mengandung formaldehid mengingat efek dari formaldehid yang membahayakan kesehatan apabila sering terpapar formaldehid.

Menurut Wasitaatmadja (1997), meskipun sukar dinilai, penggunaan kosmetika memberikan efek jangka panjang akibat efek akumulatif penggunaan kosmetika yang umumnya dipakai dalam jangka waktu lama dan daerah pemakaian yang luas. Zat dalam kosmetika kuku yang sering menimbulkan efek samping adalah formaldehid pada cat kuku. Efek samping formaldehid dalam cat kuku bervariasi dapat berupa kerusakan kuku, perubahan warna kuku dan dermatitis kontak alergi. Dermatitis dapat terjadi di sekitar area pemakaian (periungual) maupun di tempat jauh (dermatitis ektopik).

Validasi metode analisis merupakan suatu proses yang dilakukan melalui percobaan di laboratorium, untuk membuktikan bahwa karakteristik kinerja suatu metode analisis telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan sebelumnya pada metode baku/standar/compendial method (USP, FI, AOAC, ISO, dll). Tujuan dari validasi adalah untuk menjamin atau menunjukkan bahwa metode analitik yang digunakan mampu memberikan hasil yang

cermat dan handal hingga dapat dipercaya (Hasanah, Musfiroh, & Muchtaridi 2016).



Gambar 1. Kurva Baku Larutan Standar Formaldehid, Konsentrasi terhadap Absorbansi

Hasil uji linearitas pada Gambar 1 menyatakan hasil perhitungan persamaan regresi kurva diperoleh persamaan garis $y = 0,3114x - 0,0872$ dengan koefisien korelasi (r) adalah sebesar 0,9909. Persyaratan nilai koefisien korelasi adalah $\geq 0,98$ (BPOM, 2013). Nilai koefisien korelasi yang didapat menyatakan bahwa terdapat korelasi yang positif antara konsentrasi dan absorbansi. Artinya, dengan meningkatnya konsentrasi maka absorbansi juga akan meningkat. Kurva baku formaldehid juga menunjukkan garis lurus sehingga hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa intensitas radiasi yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan tebal dan konsentrasi larut

Tabel 3. Hasil Uji Perolehan Kembali Formaldehid

Berat (gram)	Akurasi	Konsentrasi Sebenarnya (bpj)	Abs	Konsentrasi Terukur (bpj)	Konsentrasi Terukur Sebenarnya (bpj)	Recovery (%)
20,02 (TR2)	1 bpj	0,5016	0,129	0,6943	1,3886	96,63
		0,5016	0,128	0,6911	1,3822	96,15
		0,5048	0,120	0,6553	1,3106	88,00
	2 bpj	0,5016	0,320	1,3076	2,6152	105,27
		0,5016	0,316	1,2948	2,5896	104
		0,5048	0,314	1,2884	2,5768	103,20
Rata-rata recovery (%)					=	98,88

Hasil uji akurasi pada Tabel 3 menyatakan secara keseluruhan nilai persen perolehan kembali berada dalam kriteria persen perolehan kembali yaitu 80 sampai 120% untuk cemaran atau zat yang ditambahkan dalam konsentrasi kecil (EMEA, 1995). Nilai persen perolehan kembali yang mendekati syarat akurasi menunjukkan bahwa metode tersebut

memiliki ketepatan yang baik dalam menunjukkan tingkat kesesuaian dari rata-rata suatu pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya (true value). Berdasarkan hasil uji akurasi yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang dilakukan memenuhi kriteria untuk uji akurasi dan metode analisis tersebut memiliki kecermatan yang baik.

Berat (gram)	Pengulangan	X_i	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$	SB	SBR (%)
20,02	1	0,5016	0	0	0,0064	1,28
	2	0,5016	0	0		
	3	0,5048	0,0032	0,00001024		
	4	0,4984	-0,0032	-0,00001024		
	5	0,4920	-0,0096	-0,00009216		
	6 n=6	0,5112	-0,0096	-0,00009216 $\Sigma(-)$		
		0,5016		=0,00018432		

Hasil uji presisi pada Tabel 4 menunjukkan bahwa nilai SBR adalah 1,28%. Nilai SBR ini memenuhi persyaratan presisi, dimana nilai SBR untuk cemaran atau zat yang ditambahkan dalam konsentrasi kecil adalah $\leq 20\%$ (EMEA, 1995). Hal ini menunjukkan bahwa sistem operasional alat dan analisis memiliki nilai presisi yang baik terhadap metode dengan respon yang relatif konstan, sehingga hasil pengukuran memiliki nilai presisi yang memenuhi persyaratan.

Uji batas deteksi dan batas kuantitasi ditentukan dengan perhitungan statistik melalui garis regresi linear dari kurva baku formaldehid. Setelah didapat kurva baku yang memenuhi persyaratan analisis, kemudian data yang didapat diolah dan dilanjutkan dengan menentukan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ). Batas deteksi merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Hasil pada percobaan diperoleh nilai LOD adalah 0,2115 mg/L. Batas kuantitasi merupakan kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat ditentukan dengan metode yang digunakan sebagai acuan dalam pemilihan konsentrasi sampel pada pengujian selektivitas. Hasil penelitian diperoleh nilai LOQ adalah 0,7049 mg/L.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis formaldehid pada cat kuku registrasi dan tidak teregistrasi yang beredar di pusat

perbelanjaan kota Bekasi, maka dapat disimpulkan bahwa cat kuku yang beredar di berbagai pusat perbelanjaan kota Bekasi yang diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis positif mengandung formaldehid dan tidak terdapat sampel dengan kadar rata-rata formaldehid yang melebihi batas dari ketentuan Peraturan Kepala Badan POM RI No. HK 03.1.28.11.07517 tahun 2011 yaitu dengan kadar maksimum 5%. Hasil validasi metode analisis formaldehid dengan pereaksi Schiff secara spektrofotometri UV-Vis telah memenuhi kriteria validasi metode analisis sehingga metode spektrofotometri UV-Vis tersebut dapat digunakan untuk penentuan kadar formaldehid.

DAFTAR PUSTAKA

- Aminah, Siti. (2017).** Pemeriksaan Kandungan Formaldehid pada Kosmetik Pewarna Kuku (Kutek) dengan Pereaksi Schiff secara Sinar Tampak. Medan: Program Ekstensi Sarjana Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara. 33.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan. (2011).** Persyaratan Teknis Bahan Kosmetik : Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.03.1.23.08.11.07517.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan. (2013).** Petunjuk Operasional Penerapan Pedoman CPOB 2012. (1),
- EMEA. (1995).** ICH Topic Q2 (R1) Validation

of Analytical Procedures: Text and Methodology. Journal of European Medicines Agency.

Hasanah, A.N., Musfiroh, I., & Muchtaridi. (2016). Dasar-dasar Analisis Fisikokimia di Bidang Farmasi. Yogyakarta: Deepublish. 166-178.

Hayun, H., Harmita, K., & Pramudita, T, B. (2017). Determination of Formaldehyde Content in Wet Noodles by Thin Layer Chromatography-Densitometry After Derivatization With Nash Reagent. Jurnal Fakultas Farmasi Universitas Indonesia. 1401.

Mulono. (2005). Toksikologi Lingkungan. Surabaya: Universitas Airlangga Press.134-155.

Wasitaatmadja, S. M. (1997). Penuntun Ilmu Kosmetik Medik, Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia. 3, 51-56 105-110.

WHO. (2001). Formaldehyde. Air Quality Guidelines. Denmark: WHO Regional Office for Europe. 5.8(2).