

PENETAPAN KADAR BENZALDEHID PADA PARFUM X DARI TIGA TOKO PARFUM DI WILAYAH SURABAYA UTARA

Levita Effendy

levitalev@hotmail.com

Abstract- Perfumes are one of cosmetic products that contain a mixture with certain levels without listed on the products. Sometimes, the producers add some hazardous materials aimed at increasing the interest in perfume. One of those hazard materials might be Benzaldehyde, which in a long-term application with high doses can lead to kidney damage. This research was determined the concentration of Benzaldehyde in the X perfume sample from three stores in the North Surabaya, A, B and C which have the most affordable price. The research was carry out by GC Hewlett Packard HP 6890 series with the addition of a internal standard and standard addition. Based on the qualitative test of X perfume samples are known that the three samples contain Benzaldehyde with an increase in the peak at the retention time that known as the retention time of Benzaldehyde after the addition of a number of Benzaldehyde standard solution. Based on the quantitative test is known that X perfume samples of the A, B and C store in the North Surabaya containing Benzaldehyde with the concentration of 0,01-0,02%.

Keyword : validation, gas chromatography, perfume, concentration, Benzaldehyde

Abstrak- Parfum merupakan salah satu produk kosmetik yang mengandung banyak campuran bahan dengan kadar tertentu, akan tetapi sering kali tidak dicantumkan pada kemasan. Produsen terkadang menambahkan beberapa bahan berbahaya yang bertujuan meningkatkan ketertarikan terhadap aroma parfum. Diduga bahan tambahan yang digunakan adalah Benzaldehid yang pada penggunaan jangka panjang dan kadar tinggi dapat memicu kerusakan ginjal. Penelitian dilakukan pada sampel parfum X dari tiga toko yang memiliki harga paling terjangkau di wilayah Surabaya Utara yaitu toko A, B dan C. Penelitian dilakukan dengan alat Kromatografi gas *Hewlett Packard HP 6890 series* dengan penambahan standar internal dan standar adisi. Berdasarkan uji kualitatif pada sampel parfum X diketahui bahwa ketiga sampel mengandung Benzaldehid dengan adanya kenaikan puncak pada waktu retensi yang diketahui sebagai waktu retensi Benzaldehid setelah adanya penambahan sejumlah larutan baku. Berdasarkan uji kuantitatif diketahui bahwa sampel parfum X dari toko A, B dan C yang terdapat di wilayah Surabaya Utara mengandung Benzaldehid dengan kadar 0,01-0,02 %

Kata kunci : validasi, kromatografi gas, parfum, kadar, benzaldehid

PENDAHULUAN

Parfum sebagai salah satu kosmetika banyak digunakan dalam keseharian dan menempel pada kulit dalam jangka waktu yang panjang bahkan seringkali digunakan berulang kali untuk menjaga keharumannya. Beberapa produsen seringkali tidak bertanggung jawab dengan menggunakan berbagai bahan kimia untuk menghasilkan produk yang mirip dengan parfum mahal namun harganya relatif terjangkau yang dikenal sebagai parfum bibit. Benzaldehid sebagai salah satu bahan kimia yang menimbulkan aroma harum mirip dengan almond namun dapat menimbulkan iritasi hingga kerusakan ginjal dan hati banyak digunakan pada parfum. Kemungkinan adanya penggunaan bahan kimia berbahaya seperti Benzaldehid menimbulkan alasan perlunya dilakukan kontrol kualitas.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan pada penelitian adalah Benzaldehid p.a (Sigma Aldrich), Alkohol Anhidrat p.a (Mallinckrodt), n-propanol (Sceelze Hannover) dan produk parfum X dari pada 3 toko di wilayah Surabaya Utara yang memiliki harga paling terjangkau dibandingkan toko-toko lainnya. Parfum X merupakan parfum bibit dengan perbandingan minyak bibit dan pelarut 1:1 serta memiliki karakteristik bau yang mirip dengan Benzaldehid.

Alat yang digunakan adalah Kromatografi Gas *Hewlett Packard* HP 6890 *series* dengan menggunakan kolom kapiler berisi metil siloksan 30m, diameter 320 μm , 1 μm . Gas pembawa yang digunakan adalah helium dengan kecepatan alir 1,6 mL/ menit dan detektor yang digunakan adalah *Flame Ionization Detector* (FID) dengan suhu 250°C. Injektor Kromatografi Gas diatur pada suhu 250°C dan oven diatur dengan suhu terprogram diawali pada suhu 150°C yang ditahan selama 3 menit kemudian dinaikkan sebanyak 5°C per menit hingga mencapai suhu 200°C.

Sebelum melakukan analisis kualitatif pada sampel parfum X dilakukan analisis pada Benzaldehid murni untuk mengetahui waktu retensi dari Benzaldehid dengan cara menginjeksikan secara langsung 1 μL Benzaldehid dan menghasilkan waktu retensi 7,702 menit. Kemudian di injeksikan 1 μL sampel

secara langsung dan diamati waktu retensi yang muncul. Sampel dikatakan mengandung Benzaldehid apabila waktu retensi analit pada sampel mendekati waktu retensi Benzaldehid murni.

Pada analisis kuantitatif, sampel diambil sebanyak 5,0 mL kemudian dipindahkan pada vial coklat dan ditambahkan 10,0 μ L n-propanol sebagai standar internal dan 50,0 μ L standar adisi yaitu larutan baku Benzaldehid 5%. Pada sampel ditambahkan standar adisi untuk meningkatkan respon alat karena kadar Benzaldehid terlalu kecil. Sampel kemudian di analisis dengan alat kromatografi gas untuk mengetahui kadar Benzaldehid di dalamnya.

Penetapan % *Recovery* dilakukan dengan membuat larutan blanko serta larutan yang ditambahkan sejumlah baku yang diketahui kadarnya. Pada penelitian ini penetapan % *Recovery* dilakukan hanya pada satu konsentrasi yaitu pada konsentrasi rendah karena adanya keterbatasan waktu penggunaan alat. Sebagai blanko digunakan masing-masing sampel sedangkan pada larutan yang diadisi sampel diambil sebanyak 5,0 mL dimasukan pada vial coklat dan ditambahkan 10,0 μ L n-propanol dan 50,0 μ L larutan baku 5%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada analisis sampel parfum X berdasarkan kurva baku Benzaldehid dilakukan perhitungan r, LOD dan LOQ dengan rumus sebagai berikut :

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(y-\hat{y})^2}{n-2}}$$

$$S_{x0} = \frac{S_{y/x}}{b}$$

$$V_{x0} = \frac{S_{x0}}{\bar{x}} \times 100\%$$

Untuk $y = bx + a$

$$LOD = \frac{3 S_{y/x}}{b}$$

$$LOQ = \frac{10 S_{y/x}}{b}$$

Untuk $y = bx - a$

$$LOD = \frac{3 S_{y/x} + |2a|}{b}$$

$$LOQ = \frac{10 S_{y/x} + |2a|}{b}$$

Keterangan :

$S_{y/x}$ = standar deviasi residual

y = area puncak hasil pengukuran

\hat{y} = area puncak hasil ekstrapolasi dari persamaan regresi

n = jumlah data

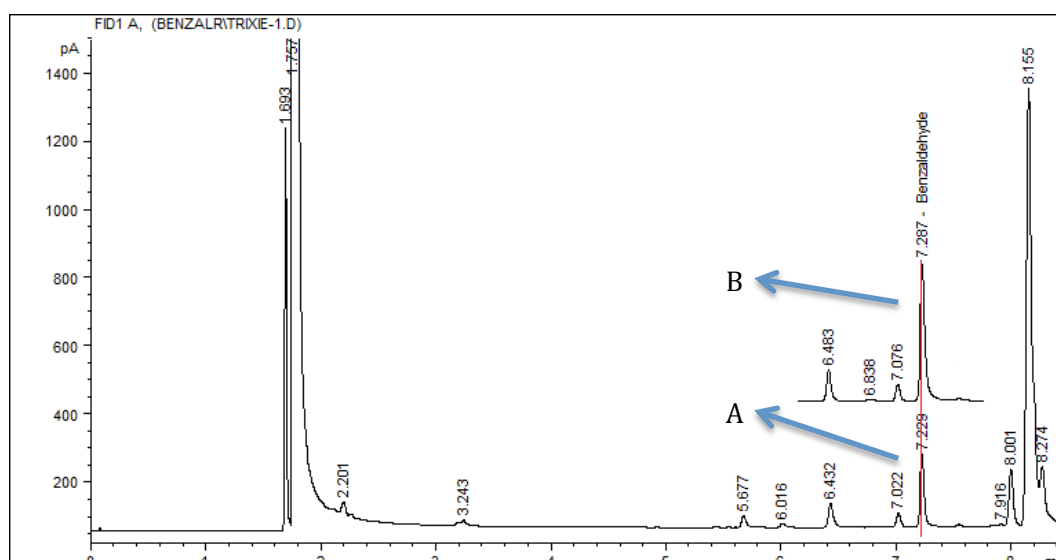
a = *intercept*

b = *slope*

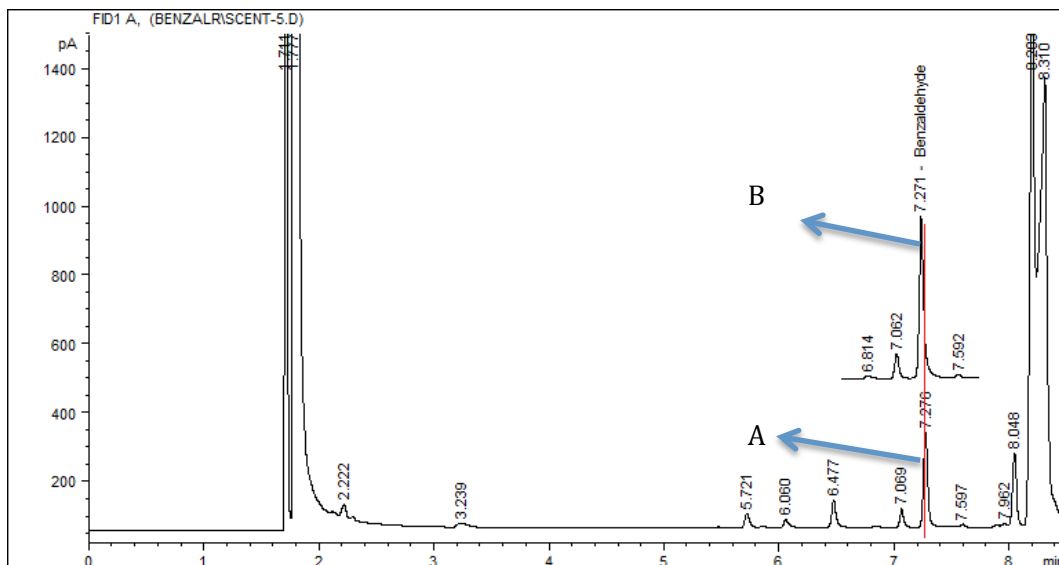
Pada pembuatan baku kerja Benzaldehid, didapatkan data sebagai berikut :

(1) Kons. baku Benzaldehid (%)	(2) Area Benzaldehid	(3) Area n- propanol	(4) Peak ratio (2/3)	(5) \hat{y}	(6) $y - \hat{y}$ (4-5)	$(y - \hat{y})^2$
0.0005	7.764	1217.3	0.0064	-0.0141	0.0204	0.0004
	7.908	1203.6	0.0066	-0.0141	0.0206	0.0004
	8.021	1193.4	0.0067	-0.0141	0.0208	0.0004
0.002	31.254	1250.3	0.0250	0.0064	0.0186	0.0003
0.01	167.31	1243.7	0.1345	0.1157	0.0188	0.0004
	158.64	1225.8	0.1294	0.1157	0.0137	0.0002
	159.48	1248.4	0.1277	0.1157	0.0120	0.0001
0.02	316.56	1212.1	0.2612	0.2523	0.0089	0.0001
0.05	776.61	1224.2	0.6344	0.6621	-0.0277	0.0008
	762.02	1224.1	0.6225	0.6621	-0.0396	0.0016
	783.85	1247.6	0.6283	0.6621	-0.0338	0.0011
0.1	1501.31372	1237.68372	1.2130	1.3451	-0.1321	0.0175
	1510.179	1205.4736	1.2528	1.3451	-0.0924	0.0085
	1497.6405	1197.85089	1.2503	1.3451	-0.0949	0.0090
0.15	2489.46191	1217.41638	2.0449	2.0281	0.0167	0.0003
	2488.20264	1218.98437	2.0412	2.0281	0.0131	0.0002
	2498.91504	1217.547	2.0524	2.0281	0.0243	0.0006
0.25	4208.13525	1206.40833	3.4882	3.3942	0.0940	0.0088
	4208.24072	1212.89111	3.4696	3.3942	0.0754	0.0057
	4213.5874	1214.55798	3.4692	3.3942	0.0751	0.0056
0.5	8329.7	1227.3	6.7870	6.8092	-0.0222	0.0005
					$\Sigma(y - \hat{y})^2 =$	0.0625

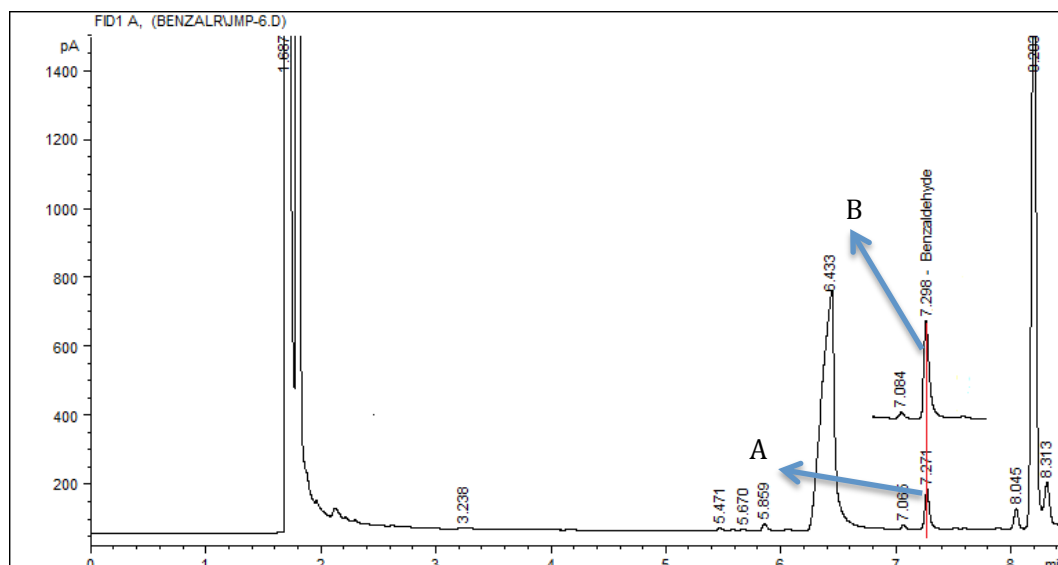
Berdasarkan data tersebut, didapatkan hasil $r = 0,9997$, $LOD = 0,0044\%$, $LOQ = 0,0063\%$ serta $V_{x0} = 1,97\%$. Pada penelitian ini dilakukan uji kualitatif masing-masing sampel parfum X dengan menginjeksikan secara langsung $1 \mu\text{L}$ sampel ke alat kromatografi gas. Didapatkan waktu retensi analit pada yang muncul pada sampel dari toko A, B dan C berturut-turut yaitu 7,229 menit, 7,276 menit dan 7,271 menit. Karena adanya pergeseran waktu analit dalam sampel dibandingkan dengan waktu retensi Benzaldehid murni yaitu 7,696 menit, maka dilakukan *spiking* dengan penambahan larutan baku Benzaldehid 0,5% sebanyak $100,0 \mu\text{L}$. Dari hasil analisis, terdapat peningkatan puncak pada waktu retensi tersebut sehingga diduga sampel parfum X dari toko A, B dan C yang di wilayah Surabaya Utara mengandung Benzaldehid. Hasil uji kualitatif parfum X dari masing-masing toko dapat dilihat pada gambar 1, 2 dan 3.



Gambar 1. Hasil uji kualitatif Benzaldehid pada parfum X dari toko A



Gambar 2. Hasil uji kualitatif Benzaldehid pada parfum X dari toko B



Gambar 3. Hasil uji kualitatif Benzaldehid pada parfum X dari toko C

Keterangan :

A = puncak sebelum di *spiking*

B = puncak setelah di *spiking*

Pada penelitian ini dilakukan penentuan akurasi sediaan dengan parameter *% Recovery* :

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{Kadar baku yang diperoleh}}{\text{Kadar baku yang ditambahkan}} \times 100\%$$

Hasil % *Recovery* dari sampel parfum X yang didapat dari 3 toko di wilayah Surabaya Utara dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2 Data % *Recovery* Sampel Parfum X dari 3 Toko di Wilayah Surabaya Utara

Toko	(1) Kons. Teoritis (%)	(2) Area Benzaldehid	(3) Area n-propanol	(4) <i>Peak ratio</i> sampel (2/3)	(5) Kons. yang teramati (%)	(6) <i>% recovery</i> $\left(\frac{(5)}{(1)} \times 100\%\right)$
	0	243,4905				
A	0,0494	1064,4926	1397,2072	0,5876	0,0445	90,16%
	0,0494	1059,3024	1394,6318	0,5850	0,0444	89,77%
	0,0494	1065,5005	1392,0051	0,5905	0,0448	90,59%
B	0,0494	1242,9020	1445,2831	0,5300	0,0403	81,62%
	0,0494	1246,2246	1441,3084	0,5337	0,0406	82,18%
	0,0494	1247,7656	1444,7872	0,5335	0,0406	82,14%
C	0,0494	852,4500	1121,5522	0,5385	0,0410	82,89%
	0,0494	852,0868	1120,9055	0,5385	0,0410	82,89%
	0,0494	849,0549	1120,4944	0,5360	0,0408	82,52%

Hasil penelitian akurasi menunjukkan rentang % *Recovery* sampel parfum X dari 3 toko di wilayah Surabaya Utara berturut-turut adalah 89,77-90,59%; 81,62-82,18%; 82,52-82,89%. Berdasarkan hasil % *Recovery* dari masing-masing matriks menunjukkan akurasi yang baik dan memenuhi persyaratan yaitu 80-120% (Ermer dan Miller, 2005).

Uji presisi dilakukan dengan mereplikasi sampel parfum X yang telah ditambahkan standar internal dan standar adisi sebanyak 3 kali dan kemudian diamati areanya dengan alat kromatografi gas. Persyaratan nilai %RSD yaitu $\leq 2\%$ (Haider, 2006). Berdasarkan hasil penelitian didapatkan nilai KV sampel parfum X dari masing-masing toko yaitu 0,46%; 0,38% dan 0,26% sehingga dapat memenuhi persyaratan presisi.

Berdasarkan hasil analisis kuantitatif menunjukkan sampel parfum X dari toko A, B dan C yang terletak di wilayah Surabaya Utara mengandung Benzaldehid dengan kadar 0,01-0,02% sehingga kadar Benzaldehid masih memenuhi persyaratan IFRA *Standart 47th Amendment*.

KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa metode yang digunakan telah memenuhi syarat akurasi, presisi, linearitas, selektivitas, LOD dan LOQ sehingga metode tersebut dapat digunakan untuk analisis sampel parfum X dari tiga toko di wilayah Surabaya Utara dengan menggunakan alat kromatografi gas *Hewlett Packard HP 6890 series*. Sediaan parfum X dari tiga toko di wilayah Surabaya Utara diketahui mengandung Benzaldehid berdasarkan uji kualitatif. Uji kuantitatif menunjukkan respon yang rendah sehingga ditambahkan standar adisi untuk meningkatkan respon dan diketahui rentang kadar Benzaldehid dalam parfum X dari tiga toko di wilayah Surabaya Utara adalah 0,01-0,02%. Kadar Benzaldehid dalam sampel parfum X dari tiga toko di wilayah Surabaya Utara $< 0,27\%$ sehingga masih memenuhi persyaratan IFRA *Standart 47th Amendment*. Penulis menyarankan dilakukan analisis terhadap kandungan berbahaya lain yang terdapat pada parfum X juga perlu dilakukan analisis kandungan Benzaldehid pada parfum lain sehingga konsumen bisa mendapatkan jaminan keamanan.

DAFTAR PUSTAKA

- Association of Official Analytical Chemists. 2007. *Official Methods of Analysis of AOAC International*. 18th Edition Chapter 8. Gaithersburg: AOAC International., 1
- Badan POM Republik Indonesia, 2008, *Natura Kos vol III*, (online), (<http://perpustakaan.pom.go.id/KoleksiLainnya/Buletin%20Naturalkos/0208.pdf>), 8 Agustus 2008.
- Bauer, Kurt., Dorothea Garbe, Horst Surburg, 1997, *Common Fragrance and Flavor Materials: Preparation, Properties and Uses*, German: Wiley-VCH,100
- Braithwaite,A & Smith, F.J., 1996, *Chromatographic Methods 5th edition*, Glasgow: Blackie Academic & Professional.,232-233
- Ermer, Joachim & John H.McB.Miller, eds. 2005, *Method Validation in Pharmaceutical Analysis*, Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.,69
- Gandjar, Ibnu Gholib dan Abdul Rohman, 2012, *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.,316;368;381;472-479;493-494
- Hendayana, Sumar, 2006, *Kimia Pemisahan: Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*, Bandung: PT Remaja Rosdakarya, 31-37;53-60
- International Fragrance Association, 2013, IFRA Standards in 47th Amendment, Agustus 2013, (online), (http://www.ifraorg.org/en-us/standards#.UhYe_tL7C_s diakses 02-08-2013)
- Moffat, A.C., M. David Osselton, Brian Widdop, 2004, *Clarke's Analysis of Drugs and Poisons, 3rd ed, Vol.2*, London: Pharmaceutical Press.,680
- Pohanish, Richard.P., 2012, *Sittig's Handbook of Toxic and Hazardous Chemical and Carcinogens 6th edition*, United Kingdom: Elsevier Inc.,339

Scientific Committee on Consumer Safety, 2012, *OPINION on Fragrance allergens in cosmetic products*, European Union, Brussels

Sweetman (Ed.), S.C., 2009, *Martindale 36 The Complete Drug Reference*. London: The Pharmaceutical Press, 2264

Teixeira, Miguel.A., Oscar Rodriguez, Paula Gomes., 2010, *Perfume Engineering: Design, Performance and Classification*, United Kingdom: Elsevier Ltd., 90

Yuwono, 1999, *HPLC*, Unit Layanan Konsultasi, Pengujian dan Kerjasama Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, Surabaya, 51-52