VALIDASI METODE DAN PENETAPAN KADAR (BISPHENOL-A) BPA PADA AIR MINUM DALAM KEMASAN PLASTIK POLIKARBONAT

Rasty Nurhafilah^{1*}, Udrika Lailatul Qodri¹, Aqidatun Naffiah Choirunniza¹

¹Program Studi Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Ibrahimy, Jl. KHR. Syamsul Arifin No.1-2 Sukorejo, Situbondo, Indonesia, 68374

Korespondensi: rastynurhafilah01@gmail.com

ABSTRAK

Bisphenol-A (BPA) sering ditemukan dalam plastik dan resin yang digunakan untuk kemasan dan peralatan, termasuk botol air minum. Ketika air minum terkontaminasi oleh bisphenol-A BPA, bahan kimia ini dapat larut ke dalam air, yang berpotensi membahayakan kesehatan manusia dengan mengganggu sistem endokrin dan meningkatkan risiko berbagai masalah kesehatan. Tujuan penelitian mengidentifikasi hasil validasi metode analisis yang digunakan untuk mendeteksi bisphenol-A BPA dan menentukan kandungan bisphenol-A BPA pada air minum dalam kemasan plastik polikarbonat. Metode yang dilakukan meliputi optimasi pelarut, penentuan panjang gelombang maksimal, preparasi sampel, analisis data menggunakan Uji Oneway Anova dan validasi metode penelitian menggunakan spektrofotometri UV-Vis Thermo Genesys 150 meliputi linearitas, LOD dan LOO, akurasi, dan presisi. Hasil dari Linearitas dengan persamaan regresi linear y=0,0624x-0,0074 dengan nilai R² 0,9987. LOD & LOQ didapatkan nilai standard deviation 0,005435276 dan nilai slope 0,0624 sehingga LOD 0,26131 ppm dan LOQ 0,87104 ppm. Hasil uji presisi pada hari pertama 1,7492%, pada hari kedua 0,5384%, dan pada hari ketiga 0,8425%. Dan hasil uji akurasi diperoleh nilai persen perolehan kembali untuk larutan standar BPA konsentrasi 7 ppm 106.700 %, konsentrasi 8 ppm 104.113% dan konsentrasi 9 ppm 101.982%. Metode validasi yang dikembangkan memenuhi kriteria parameter metode validasi analisis dapat dipergunakan untuk menganalisis BPA dalam air. Terdapat cemaran BPA pada air minum kemasan plastik polikarbonat dengan kadar yang melebihi batas maksimal 0.6 ppm.

Kata kunci: Bisphenol-A, Polikaarbonat, Spektrofotometer UV-Vis, Validasi Metode

ABSTRACT

Bisphenol-A (BPA) is often found in plastics and resins used for packaging and equipment, including drinking water bottles. When drinking water is contaminated with BPA, this chemical can leach into the water, potentially endangering human health by disrupting the endocrine system and increasing the risk of various health problems. The research objective was to identify the validation results of the analytical method used to detect BPA and determine the BPA content in drinking water in polycarbonate plastic packaging. Methods include solvent optimization, determination of maximum wavelength, sample preparation, data analysis using the One Way Anova Test and validation of research methods using Thermo Genesys 150 UV-Vis spectrophotometry including linearity, LOD and LOQ, accuracy and precision. Results from Linearity with the linear regression equation y=0.0624x-0.0074 with an R² value of 0.9987. LOD & LOQ obtained a standard deviation value of 0.005435276 and a slope value of 0.0624 so that the LOD is 0.26131 ppm and LOQ is 0.87104 ppm. The precision test results on the first day were 1.7492%, on the second day 0.5384%, and on the third day 0.8425%. And from the results of the accuracy test, the percent recovery value for the standard BPA solution with a concentration of 7

ppm was 106.700%, a concentration of 8 ppm was 104.113% and a concentration of 9 ppm was 101.982%. The validation method developed meets the parameter criteria for the analytical validation method and can be used to analyze BPA in water. There is BPA contamination in polycarbonate plastic bottled drinking water with levels exceeding the maximum limit of 0.6 ppm.

Keywords: Bisphenol-A, Polycarbonate, UV-Vis Spectrophotometer, Method Validation

PENDAHULUAN

Penggunaan bisphenol-A (BPA) dalam industri plastik telah menjadi hal umum sejak tahun 1940. BPA digunakan sebagai komponen utama dalam pembuatan berbagai jenis plastik, termasuk polikarbonat, epoksi resin, dan polimer lainnya. Negara-negara maju seperti Eropa Amerika dan telah mengadopsi penggunaan BPA dalam produksi berbagai barang konsumen, seperti botol, galon, mug, dan tangki air. Plastik yang mengandung BPA cenderung memiliki karakteristik kaku dan transparan yang diminati oleh masyarakat. Di Indonesia, BPA seringkali terdapat dalam galon berbahan polikarbonat, sementara galon sekali pakai yang terbuat dari PET biasanya bebas dari BPA. Oleh karena itu, dalam kegiatan seharihari, masyarakat sering menggunakan galon berbahan polikarbonat sebagai pilihan utama mereka [1].

Berdasarkan kajian Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM), paparan BPA dapat membahayakan kesehatan. Menurut hasil pengawasan BPOM tahun 2021-2022, dari hasil uji migrasi BPA pada kemasan plastik berbahan polikarbonat terdapat 3,4% sampel di sarana distribusi dan peredaran yang melebihi batas migrasi BPA sebesar 0,6 bagian per juta (ppm) per liter. Di Medan bahkan BPOM menemukan kandungan BPA dalam air galon sudah mencapai 0,9 ppm per liter [2].

Karena adanya bahaya migrasi BPA, maka dikembangkanlah beberapa metode untuk menganalisis kandungan BPA, salah satunya adalah menggunakan Spektrofotometri UV-Vis Instrumen Spektrofotometri [3]. UV-Vis beberapa keunggulan memiliki vang membuatnya menjadi pilihan yang tepat dalam analisis zat. Pertama, alat ini dapat digunakan untuk menganalisis berbagai zat organik. Kedua, instrumen ini memiliki sifat selektif, memungkinkan penggunaannva mengukur zat tertentu dengan tepat. Ketiga, tingkat ketelitian spektrofotometri UV-Vis sangat tinggi, dengan tingkat kesalahan relatif sekitar 1-3%. Selain itu, analisis dengan alat ini dapat dilakukan dengan cepat dan akurat, bahkan untuk mengukur kuantitas zat yang

sangat kecil. Terakhir, hasil analisis yang diperoleh cukup akurat, karena angka yang terbaca langsung dicatat oleh detektor dan dapat disajikan dalam bentuk angka digital atau grafik yang sudah diregresikan [4].

Validasi metode dalam penelitian sangat penting dilakukan terkait adanya perbedaan kondisi penelitian dalam hal lokasi, waktu, alat dan sampel yang digunakan dalam penelitian sebelumnya. Validasi ulang sering diperlukan meskipun sudah ada penelitian sebelumnya karena konteks atau kondisi dapat berubah, kemajuan metodologi dapat memperkenalkan teknik baru, data yang digunakan bisa berbeda, dan standar ilmiah mungkin telah diperbarui. Selain itu, validasi ulang membantu memastikan reproduksibilitas hasil dan mengidentifikasi masalah atau batasan baru vang mungkin muncul. Dengan demikian, validasi ulang memastikan bahwa metode tetap relevan, andal, dan efektif dalam berbagai kondisi. Didasari dengan hal ini, dilakukanlah penelitian mengenai validasi metode untuk menentukan kadar bisphenol-A (BPA) dalam air yang dikemas dalam galon polikarbonat.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan secara eksperimental dengan desain kuantitatif, yang mencakup validasi metode serta penetapan kadar *Bisphenol-A* pada air minum dalam kemasan plastik polikarbonat. Proses ini melibatkan pemeriksaan laboratorium menggunakan instrumen spektrofotometri UV-Vis.

Bahan: Bahan yang akan digunakan pada penelitian ini diantaranya sampel air minum kemasan galon polikarbonat No.7, air kemasan gelas polipropilen No.5, standar BPA (Loba Chemie), akuades dan etanol 96%.

Alat: Alat yang akan digunakan penelitian ini diantaranya alat instrumen Spektrofotometer UV-Vis (Thermo Scientific Genesys 150), timbangan analitik, gelas beaker 25 ml dan 50 ml (Iwaki), labu ukur 10 ml, 25 ml, 250 ml dan 1000 ml (Iwaki), pipet tetes (Pyrex), mikropipet 100-1000 μL (Dragon), sendok stanless, kaca

arloji, batang pengaduk, kaca arloji, serta perangkat lunak SPSS versi 25.

Metode

Optimasi Pelarut

Pembuatan pelarut masing-masing 100 ml, untuk pelarut pertama diencerkan etanol 96% sebanyak 25 ml dalam 100 ml larutan menggunakan akuades (pelarut 1), pelarut kedua diencerkan etanol 96% sebanyak 50 ml dalam 100 ml larutan menggunakan akuades (pelarut 2), terakhir untuk pelarut ketiga diencerkan etanol 96% sebanyak 75 ml dalam 100 ml larutan menggunakan akuades (pelarut 3). Kemudian dilihat secara organoleptik untuk kelarutan BPA yang paling baik.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Standar BPA ditimbang sebanyak 25 mg kemudian dilarutkan menggunakan pelarut terbaik berdasarkan hasil optimasi pelarut hingga 25 mL dan diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 200 – 400 nm dengan interval panjang gelombang 5λ dan dilihat absorbansi yang paling tinggi.

Linearitas

Standar BPA disiapkan dengan membuat larutan baku induk dengan konsentrasi 1000 ppm dalam 25 ml labu ukur. Dari larutan baku induk tersebut, dibuat larutan baku antara dengan mengencerkan baku induk hingga konsentrasi 100 ppm. Selanjutnya, dari larutan baku antara ini dibuat enam larutan baku kerja dengan konsentrasi 5 ppm, 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm, 9 ppm, dan 10 ppm. Absorbansi dari larutan-larutan baku kerja tersebut diukur pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis Vis pada panjang gelombang 200 - 400 nm dengan interval panjang gelombang 5λ. Pengukuran dilakukan dengan tiga kali replikasi untuk setiap konsentrasi.

LOD dan LOQ

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dihitung berdasarkan hasil linieritas. LOD dan LOQ ditentukan dengan menggunakan data standar eror dan slope dari kurva kalibrasi. LOD dan LOQ dihitung masing-masing dengan persamaan sebagai berikut [5]:

LOD = LOQ =

Akurasi

Sampel dipipet sebanyak 1 ml lalu ditambahkan standar BPA 4 ppm, 4,5 ppm, dan 5 ppm dan ditambahkan dengan pelarut hingga tanda batas lalu diukur panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometri UV-Vis. Dilakukan tiga kali replikasi pada masingmasing konsentrasi.

Presisi

Dibuat larutan standar BPA 6 ppm sebanyak tiga kali replikasi, diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. Presisi dilakukan selama tiga hari tanpa terputus.

Preparasi Sampel

Preparasi sampel dilakukan terhadap lima air galon plastik berbahan polikarbonat merk "K", lima sampel air galon merk "L" dan lima sampel air kemasan gelas plastik merk "M" sebagai kontrol. Masing-masing sampel dipipet 1 ml dan ditambah dengan pelarut (etanol:air) sampai tanda batas pada labu ukur 10 ml dilakukan replikasi sebanyak tiga kali pada masing-masing sampel. Kemudian diukur panjang absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometri UV-Vis.

Analisis Data

Data yang diperoleh kemudian dihitung konsentrasi BPA yang terkandung di dalamnya. konsentrasi **BPA** diperoleh Hasil yang kemudian akan diuji statistic menggunakan versi 25. Konsentrasi BPA akan SPSS menjalani uji normalitas menggunakan uji Shairo Wilk yang kemudian baru akan dilanjutkan uji hipotesis dengan menggunakan Uji Oneway Anova untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan kadar dari masing-masing sampel yang diuji.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini diawali dengan optimasi pelarut dengan hasil pelarut yang paling optimal didapatkan adalah pelarut dengan konsentrasi etanol:akuades (3:1) karena sampel yang digunakan berupa air sehingga pelarut menyesuaikan digunakan kelarutan yang diuji. Hasil uji kelarutan BPA pada masing-masing pelarut yaitu pelarut dengan konsentrasi etanol:akuades (3:1) dapat melarutkan standar BPA lebih baik dibandingkan pelarut dengan konsentrasi etanol:akuades (1:3)dan konsentrasi etanol:akuades (1:1). BPA memiliki sifat larut dalam etanol dan tidak larut dalam air sehingga semakin tinggi kadar etanol maka kelarutan BPA akan semakin baik.

Selanjutnya dilakukan verifikasi metode analisis terlebih dahulu sebelum pengukuran kadar sampel untuk mebuktikan bahwa metode dapat digunakan di laboratorium yang ada. Parameter yang diukur diantaranya yaitu uji lineritas, LOD dan LOQ, seletivitas, presisi dan akurasi.

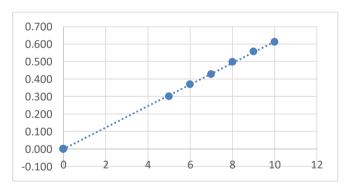
Uji Linearitas

Pengujian linearitas dilakukan dengan serangkaian mengukur larutan berbagai konsentrasi BPA yang terdiri dari enam tingkat konsentrasi. Dari hasil pengujian tersebut, diperoleh persamaan regresi linier y=0,0624x-0.0074 dengan nilai R^2 sebesar 0,9987. Berdasarkan data kurva kalibrasi yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa uji linearitas memenuhi kriteria yang ditetapkan, yaitu bahwa kurva kalibrasi dianggap linear jika nilai R² lebih besar dari 0,995. [6].

Konsentrasi Baku Kerja (ppm) Absorbansi 5 0,301 6 0,37 7 0,428 8 0,498 9 0,557 10 0,612

Tabel 1. Hasil Absorbansi Kurva Baku

Gambar 1. Kurva Kalibrasi



Uji LOD dan LOQ

Limit of detection (LOD) adalah konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat di deteksi pada saat pengukuran. Limit of quantification (LOO) adalah konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang dapat memenuhi kriteria presisi dan akurasi [7]. Hasil perhitungan berdasarkan persamaan linear nilai didapatkan standart error sebesar 0,005435276 dan nilai slope sebesar 0,0624 sehingga batas deteksi (LOD) diperoleh dari analisis regresi linier untuk BPA sebesar 0,26131 ppm dan batas kuantifikasi (LOQ) sebesar ppm.

Uji Akurasi

Berdasarkan hasil uji akurasi, diperoleh nilai persen perolehan kembali untuk larutan konsentrasi 7 ppm sebesar standar BPA 106,700 %, larutan konsentrasi 8 ppm sebesar 104,113% dan larutan konsentrasi 9 ppm sebesar 101.982%. Dapat disimpulkan bahwa setiap konsentrasi memiliki hasil akurasi yang baik pada analisis kadar BPA, karena memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh ICH (International Harmonisation) dimana

Conference On nilai perolehan

kembali yang dianjurkan pada rentang 80-120% [5]. Hasil uji akurasi dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil Akurasi

Konsentrasi	Absorbansi	%recovery	%recovery rata-rata
	0,470	109,295	
7	0,436	101,511	106,700 %
	0,470	109,295	
	0,506	102,845	
8	0,519	105,449	104,113 %
	0,512	104,046	
	0,550	99,252	
9	0,580	104,594	101,982 %
	0,566	102,101	

Uji Presisi

Uji presisi diukur sebagai simpangan baku atau RSD (simpangan baku relatif) dengan syarat memberikan nilai % RSD kurang dari 2% [8]. Presisi yang dilakukan dala penelitian ini enggunakan metode presisi interday.Metode presisi interday adalah metode pengujian presisi

yang dilakukan selama beberapa hari yaitu selama 3 hari. Hasil uji presisi pada hari pertama 1,7492%, pada hari kedua 0,5384%, dan pada hari ketiga 0,8425% dapat disimpulkan bahwa uji presisi memenuhi syarat. Hasil uji presisi dapat dilihat pada tabel 3

Tabel 3. Hasil Presisi

Hari	Absorbansi	Rata-rata	SD	%RSD
Pertama	0,501	8,313	0,145	1,749 %
	0,515			
	0,518			
Kedua	0,482	7,875	0,042	0,538 %
	0,487			
	0,483			
Ketiga	0,515	8,292	0,070	0,842 %
	0,507			
	0,508			

Uji Penetapan Kadar BPA pada Sampel

Setelah dilakukan verifikasi metode analisis, maka dilakukan penetapan kadar BPA pada sampel. Sampel uji yang telah disiapkan kemudian diukur pada panjang gelobang 230 nm. Dimana pengukuran absorbansi dilakukan sebanyak tiga kali replikasi. Hal ini bertujuan untuk meminimalisir kesalahan dari nilai sebenarnya pada pengukuran.

Tabel 3. Hasil Konsentrasi BPA Sampel

Sampel	Konsentrasi BPA (ppm)	Sig.
K	2,66	
L	-	0,000
Kontrol	-	

Dari tabel di atas dapat diketahui konsentrasi BPA pada kemasan galon berbahan polikarbonat menghasilkan kadar BPA pada sampel K sebesar 2,66 ppm, sampel L dan kontrol memiliki hasil negatif. Dari data yang diperoleh pada sampel K sampai sampel 5 dapat disimpulkan kadar BPA melebihi batas yang

telah ditetapkan. Menurut BPOM paparan BPA dalam batas BPA yang dapat ditoleransi oleh tubuh yaitu 0,6 mg/kg perhari sesuai dengan PerBPOM No. 20 tahun 2019 tentang kemasan pangan [9]. Sedangkan untuk sampel L dan kontrol memiliki konsentrasi negatif, hasil negatif pada sampel menunjukkan tidak

JURNAL FARMAMEDIKA (Pharmamedica Journal) Vol.9 No.2, Desember 2024: 189-194

terdapat senyawa BPA pada galon plastik kode segitiga no. 7 sehingga galon tersebut dapat diasumsikan tidak terbuat dari jenis plastik polikarbonat tapi menggunakan bahan lain.

BPA bisa melepaskan diri dari polikarbonat ke dalam air mineral karena terjadi polimer yang dikatalisis hidroksida saat kemasan yang mengandung polikarbonat bersentuhan dengan air mineral. Selain itu, faktor pH juga bisa mempengaruhi pelepasan BPA dari kemasannya. Penyisipan BPA karena kenaikan pH juga dipengaruhi oleh beberapa faktor lain seperti durasi kontak dan suhu. [1]. Tingginya suhu makanan ataupun minuman yang tersimpan berbanding lurus dengan cemaran BPA dimana semakin tinggi suhu makanan yang dikemas dalam wadah plastik polikarbonat, semakin banyak pula monomer yang dapat bermigrasi ke makanan **SIMPULAN**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan metode validasi yang dikembangkan memenuhi kriteria parameter metode validasi analisis sehingga dikembangkan dapat metode yang dipergunakan untuk menganalisis BPA dalam air. Selain itu dari sampel yang telah diuji terdapat cemaran BPA pada air minum kemasan plastik polikarbonat dengan kadar vang melebihi batas maksimal 0,6 ppm.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] H. Faadhilah and A. Tiitraresmi, "Review: Pencemaran Bisphenol A (BPA) dalam Kemasan Galon dan Dampaknya Bagi Kesehatan," *Farmaka*, vol. 21, no. 2, pp. 223–229, 2023, doi: https://doi.org/10.24198/farmaka.v21i2. 46546.
- [2] T. P. Kurnianingrum, "Pentingnya Regulasi Pencantuman Label Bisphenol A (BPA) pada Kemasan Pangan," *INFO* Singk., vol. 15, no. 18, pp. 25–30, 2022.
- [3] B. Nugroho, Y. Pramudya, and W. Widodo, "The Content Analysis of Bisphenol A (BPA) on Water in Plastic Glass with Varying Temperatures and Contact Times using UV-VIS Spectrophotometer," *Indones. Rev. Phys.*, vol. 1, no. 2, p. 27, 2019, doi: 10.12928/irip.v1i2.263.
- [4] S. A. A. Rohmah, A. Muadifah, and R.

atau minuman [10]. Adapun dilihat dari uji statistik, keseluruhan data dinyatakan berdistribusi normal dan sehingga dapat dilanjutkan ke uji parametrik menggunakan One-Way Anova. Hasil Uji One-Way Anova didapatkan perbedaan signifikan ditandai nilai signifikansi 0,000 (<0,05). Hal ini dapat diartikan perbedaan konsentrasi BPA sampel K yang diduga mengalami migrasi BPA dari galon plastik ke air yang ada didalamnya signifikan lebih tinggi dibandingkan sampel L dan kontrol. Karakter dari galon K yang lebih keras dan berwarna lebih keruh dari galon L yang keduanya terbuat dari bahan polikarbonat menunjukkan semakin tinggi BPA yang digunakan dalam pembuatan galon dan potensi menjadi cemaran ke air minum yang ada didalamnya juga semakin tinggi.

Faktor yang mempengaruhi migrasi bisa saja karena karakteristik galon polikarbonat yang digunakan dimana sampel K dengan karakter galon yang lebih keras memiliki kandungan BPA yang lebih tinggi dari sampel L. Hasil perbandingan konsentrasi BPA yang terkandung juga telah diuji secara statistik dengan hasil perbedaan keduanya dinyatakan signifikan.

- D. Martha, "Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis," *J. Sains dan Kesehat.*, vol. 3, no. 2, pp. 120–127, 2021, doi: 10.25026/jsk.v3i2.265.
- N. Lubis, D. Soni, and M. D. Faudi, [5] "Pengaruh Suhu Penyimpanan Air Minum pada **Botol** Kemasan Polikarbonat (PC) yang Beredar di Daerah Garut Terhadap Kadar Bisphenol-A (BPA) Menggunakan Spektrofotometri Ultraviolet," J. Kim. (Journal od Chem., vol. 15, no. 2, pp. 223–230, 2021, doi: https://doi.org/10.24843/JCHEM.2021.v 15.i02.p14.
- [6] C. N. Sa'adah, M. R. Utami, and M. A. Mulki, "Validasi Metode Analisis Timbal(Ii) Pada Kerang Hijau Menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis Derivatisasi," Anal. Anal. Environ.

- *Chem.*, vol. 8, no. 2, p. 53, 2023, doi: 10.23960/aec.v8i2.2023.p53-62.
- [7] S. A. Ramadhan and I. Musfiroh, "Review Artikel: Verifikasi Metode Analisis Obat," *Farmaka*, vol. 19, pp. 87–92, 2021.
- [8] O. Anngela, A. Muadifah, and D. P. Nugraha, "Validasi Metode Penetapan Kadar Boraks pada Kerupuk Puli Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis," *J. Sains dan Kesehat.*, vol. 3, no. 4, pp. 375–381, 2021, doi: 10.25026/jsk.v3i4.258.
- [9] G. Aulia and S. R. Mita, "Review Artikel: Pengaruh Bisphenol-A (BPA) dalam Kemasan Pangan Terhadap Kesehatan," *Farmaka*, vol. 21, no. 1, pp. 43–49, 2023, doi: https://doi.org/10.24198/farmaka.v21i1. 41469.
- [10] N. G. Suyasa, W. Jana, and D. G. D. D. Santhi, "Faktor-Faktor yang Berhubungan dengan Keberadaan Bahan Berbahaya Bisphenol A (BPA) yang Terkandung dalam Kontainer Plastik Makanan dan Minuman," *J. Skala Husada*, vol. 15, no. 1, pp. 34–42, 2018.