

PENETAPAN KADAR ZAT AKTIF N,N-DIETHYL-META-TOLUAMIDE (DEET) DALAM PRODUK SOFFELL SPRAY LOKAL DAN EKSPOR SECARA KROMATOGRAFI GAS

Renny Futeri ^{1*}, Olga Zalona Illahi ²

^{1*,2}Program Studi Analisis Kimia, Politeknik ATI Padang,
Bungo Pasang-Tabing, Padang 25171 Indonesia

*email : rennyfuteri@yahoo.com

Abstrak

Soffell adalah produk penolak nyamuk dalam bentuk lotion dan spray. Soffell dapat digunakan untuk melindungi tubuh dari gigitan nyamuk dengan efektivitas perlindungan mencapai 8 jam karena mengandung DEET di dalamnya. Penetapan kadar zat aktif DEET dalam produk Soffell Spray digunakan metode kromatografi gas. Kromatografi gas adalah metode pemisahan suatu campuran menjadi komponen-komponen penyusunnya berdasarkan interaksi fasa diam dan fasa gerak. Fasa diam yang digunakan yaitu kolom dimethyl polysiloxane sedangkan fasa geraknya yaitu gas N₂. Digunakan gas N₂ karena bersifat inert (tidak bereaksi dengan analit) juga mudah diperoleh dan murah. Pada kromatografi gas ini, kolom yang digunakan yaitu kolom RTX-1 yang berisi dimethyl polysiloxane. Sistem injeksi yang digunakan yaitu split injector untuk sampel yang memiliki konsentrasi tinggi. Volume sampel yang masuk hanya yang dibutuhkan saja sedangkan sisanya dibuang. Detektor yang digunakan yaitu FID (Flame Ionization Detector) sehingga membutuhkan gas H₂ sebagai gas pembakar dan O₂ sebagai pengoksidasi untuk menghasilkan flame. Kadar zat aktif DEET yang didapatkan dari produk Soffell Spray berturut-turut yaitu untuk Soffell Bunga Geranium 12,815 %, 12,518 %, 12,543 % dan Floral Spray 11,900 %, 12,043 %, 12,067 %. Hasil analisa yang didapat dari produk Soffell Spray masih masuk dalam standar spesifikasi perusahaan yaitu untuk Soffell Bunga Geranium 11,97-13,78 % dan Floral Spray 11,05-12,72 %.

Kata kunci: Soffell Spray, Kromatografi, DEET, Nyamuk, Zat aktif.

DETERMINATION OF ACTIVE N,N-DIETHYL-META-TOLUAMIDE (DEET) LEVELS IN LOCAL AND EXPORT SOFFEL SPRAY PRODUCT BY GAS CHROMATOGRAPHY

Abstract

Soffell is a mosquito repellent product in the form of lotions and sprays. Soffell can be used to protect the body from mosquito bites with an effective protection of up to 8 hours because it contains DEET in it. Determination of the level of DEET active substances in Soffell Spray products used the gas chromatography method. Gas chromatography is a method of separating a mixture into its constituent components based on the interaction of the stationary phase and the mobile phase. The stationary phase used is the dimethyl polysiloxane column while the mobile phase is N₂ gas. N₂ gas used because it is inert (does not react with analytes) is also easily obtained and inexpensive. In this gas chromatography, the column used is the RTX-1 column which contains dimethyl polysiloxane. The injection system used is a split injector for samples that have high concentrations. The incoming sample volume is only what is needed while the remainder is discarded. The detector used is FID (Flame Ionization

Detector) so it requires H₂ gas as a combustion gas and O₂ as an oxidizer to produce a flame. DEET active substances levels obtained from Soffell Spray products are Soffell Spray Geranium 12.815 %, 12.518 %, 12.543 % and Floral Spray 11.900 %, 12.043 %, 12.067 % respectively. The analysis results obtained from Soffell Spray products are still included in the standard company specifications are for Soffell Geranium Flowers 11.97-13.78 % and Floral Spray 11.05-12.72 %.

Keywords: *Soffell Spray, Chromatography, DEET, Mosquitoes, Active substances.*

PENDAHULUAN

Nyamuk merupakan serangga yang mengganggu dan berbahaya bagi manusia. Selama ini yang dilakukan oleh masyarakat untuk menghindari gigitan nyamuk adalah menggunakan penolak nyamuk (*repellent*) yang beredar dipasaran, yang diketahui mengandung *N,N-Diethyl-meta-Toluamide* (DEET) yang dapat menimbulkan efek yang tidak diinginkan oleh penggunaannya (Flint and Robert Van den Bosch, 1995 dalam Mustanir dan Rosnani, 2008. 175). DEET adalah insektisida jenis *repellent* yang paling umum digunakan sebagai bahan aktif dalam produk penolak serangga. DEET adalah minyak berwarna kuning yang ditujukan untuk kulit untuk memberikan perlindungan terhadap nyamuk, kutu, lintah dan serangga lainnya karena bersifat *repellent*.

Repellent adalah bahan-bahan kimia yang mempunyai kemampuan menstimulus untuk menolak. DEET diabsorpsi melewati kulit menuju sirkulasi sistemik dan 10-15% tiap dosisnya dapat dikeluarkan melalui urin. Sedangkan metabolit DEET dapat persisten pada kulit dan area jaringan lemak selama 1-2 bulan. Absorpsi DEET dapat mempengaruhi sistem saraf pusat dan efek dermatologi pada penggunaan berkelanjutan. (White, 2006; Frances, 2006). Produk *repellent* berbentuk *lotion* dan *spray*. Salah satu jenis *repellent* yang mudah ditemui dipasaran adalah Soffell dengan kandungan DEET 13 %. Soffell adalah salah satu produk dari PT Herlina Indah yang berfungsi sebagai penolak nyamuk dalam bentuk *lotion* dan *spray*. Soffell dapat digunakan untuk melindungi tubuh

dari gigitan nyamuk dengan efektivitas perlindungan mencapai 8 jam.

Penggunaan DEET pada kulit sering menimbulkan iritasi kulit, termasuk eritema (kemerahan pada kulit) dan pruritis (gatal), sedangkan penggunaan DEET dengan konsentrasi yang tinggi dan setiap hari dapat menyebabkan efek yang lebih parah seperti insomnia, kram otot, gangguan pada suasana hati (*mood disturbances*) dan terbentuk ruam (BPOM, 2009:6). Oleh sebab itu, perlu dilakukan pengawasan terhadap mutu kadar DEET secara menyeluruh baik untuk produk lokal maupun ekspor.

Penetapan kadar DEET dapat dilakukan dengan metode Kromatografi Gas karena DEET mudah menguap atau diuapkan. Hal ini sesuai dengan syarat sampel yang dapat dianalisis dengan kromatografi gas. Gas dan uap mempunyai viskositas yang rendah, demikian juga keseimbangan partisi antara gas dan cairan berlangsung cepat, sehingga analisis relatif cepat dan sensitifitasnya tinggi.

METODE PENELITIAN

Pengujian ini dilakukan di Laboratorium *Quality Control* PT Herlina Indah pada bulan Januari sampai Juni 2019 dengan alamat Jalan Rawa Sumur II Blok DD No.16 Kawasan Industri Pulogadung, Jakarta Timur. Sampel diambil setelah proses produksi mixing selesai. QC Proses akan sampling 1 titik di kran sampling mixer. Sampling cukup pada 1 titik karena produk dalam bentuk larutan homogen. Setelah itu QC Proses akan menganalisa kimia fisik seperti organoleptik, warna, pH, density dan kadar alkohol. Kemudian dilakukan pengujian zat aktif dengan Kromatografi Gas.

Peralatan yang digunakan adalah GC 2010 Plus merek Shimadzu, Kolom RTX-1 *dimethyl polysiloxane*, Neraca analitik, Gelas piala 300 mL, Pipet volume 1 mL, Pipet tetes, Syringe, Labu ukur 20 ml, Labu ukur 10 ml, Labu ukur 100 ml, Bulp, Vial, Corong. Bahan-bahan yang digunakan adalah Standar DEET, Sampel *Soffell Spray* Bunga Geranium dan *Floral Spray*, Alkohol IPA-5 (Isopropil Alkohol), *Filter paper whatman* No.41, Aseton.

Prosedur kerja

Kondisi GC

- Kolom : RTX-1 (30m x 0,25mm(ID), *film thickness* : 0,25µm)
- Sistem injeksi
 - Injektor: *Split injection*
 - Split ratio : 20,0
 - Volum injeksi : 1,0µL
- Detektor : FID
- Suhu
 - Column oven* :

Tabel .1 Suhu Oven Kolom

Suhu	Hold Time (min)
190,0	1,00
230,0	1,00

- Injection port* : 250°C
- Detector* : 250°C
- Gas pembawa : N₂ (30,0 ml/min)
- Gas pembakar : H₂ (40,0 ml/min)
- Gas pendukung : Udara (400,0 ml/min)
- Waktu retensi : 2,3 min

Pembuatan Larutan Standar adalah Ditimbang 650,0 mg DEET ke dalam labu ukur 100 ml. Diencerkan dengan alkohol IPA-5 hingga 100 ml. Dipipet 1 ml dengan pipet volum ke dalam labu ukur 10 ml. Diencerkan dengan alkohol IPA-5 hingga 10 ml. Disaring ke dalam vial kemudian diukur dengan GC.

Pembuatan Larutan Sampel adalah dipipet 1,00 ml sampel *soffell spray* ke dalam labu ukur 20 ml. Diencerkan dengan alkohol IPA-5 hingga 20 ml. Dipipet 1,0 ml dengan pipet volum ke dalam labu ukur 10 ml. Diencerkan dengan alkohol IPA-5 hingga 10 ml. Disaring ke dalam vial dan diukur dengan GC.

Perhitungan

$$\text{Kadar DEET (\%)} = \frac{\text{Area sampel}}{\text{Area standar}} \times 1,0501 \times \% \text{DEET (COA)} \times \frac{\text{bobot std tertimbang (g)}}{0,650 \text{ g}} \times 13\% \quad (1)$$

Keterangan :

Nilai 1,0501 didapat dari

$$\frac{\text{bobot target std lotion (g)}}{\text{bobot target std spray (g)}} = \frac{0,650 \text{ g}}{0,619 \text{ g}} \quad (2)$$

(Validasi metode)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil pengujian yang dilakukan pada Penetapan Kadar Zat Aktif DEET dalam Produk *Soffell Spray* Lokal dan Ekspor dengan menggunakan metode Kromatografi Gas diperoleh hasil analisis sebagai berikut :

Tabel .2 Data Standar DEET

Nama Standar	Ret. Time	Area	Conc (%)
Std DEET	2,330	520019	13,809
Std DEET	2,329	514887	13,809
Average	2,329	517453	13,809
%RSD	0,059	0,701	0,000

Tabel .3 Data Sampel *Soffell Spray*

Nama Sampel	No. Batch	Ret. Time	Area	Conc (%)	Standar Spesifikasi
Soffell Bunga Geranium <i>Spray</i>	419B9	2,328	457280	12,815	
Soffell Bunga Geranium <i>Spray</i>	419B10	2,327	446682	12,518	11,97-13,78%
Soffell Bunga Geranium <i>Spray</i>	419B11	2,326	447587	12,543	
Floral <i>Spray</i>	1019B13	2,332	424634	11,900	
Floral <i>Spray</i>	1019B14	2,331	429760	12,043	11,05-12,72%
Floral <i>Spray</i>	1019B15	2,328	430587	12,067	

Pembahasan

Penetapan kadar zat aktif DEET dalam produk *Soffell Spray* digunakan metode kromatografi gas. Kromatografi gas adalah metode pemisahan suatu campuran menjadi komponen-komponen penyusunnya berdasarkan interaksi fasa diam dan fasa gerak. Fasa diam yang digunakan yaitu kolom *dimethyl*

polysiloxane sedangkan fasa geraknya yaitu gas N₂. Digunakan gas N₂ karena bersifat inert (tidak bereaksi dengan analit) juga mudah diperoleh dan murah. Pada kromatografi gas ini, kolom yang digunakan yaitu kolom RTX-1 yang berisi *dimethyl polysiloxane*. Sistem injeksi yang digunakan yaitu *split injector* untuk sampel yang memiliki konsentrasi tinggi. Volume sampel yang masuk hanya yang dibutuhkan saja sedangkan sisanya dibuang. Detektor yang digunakan yaitu FID (*Flame Ionization Detector*) sehingga membutuhkan gas H₂ sebagai gas pembakar dan O₂ sebagai pengoksidasi untuk menghasilkan *flame*.

Penentuan kadar DEET secara kromatografi gas ini, dimungkinkan karena DEET mudah menguap atau diuapkan. Pelarut yang digunakan yaitu Isopropil Alkohol (IPA). Pelarut ini bisa digunakan karena harganya murah dan relatif lebih aman digunakan jika dilihat dari segi kesehatan. Pada analisa DEET produk Soffell *Spray* digunakan suhu bertingkat (suhu gradien) karena DEET terdiri dari banyak komponen penyusun. Jika langsung ke suhu akhir maka *peak* kromatogram tidak berpisah sempurna. Pada suhu gradien digunakan waktu tahan (*hold time*) yang bertujuan untuk memisahkan komponen supaya terpisah sempurna. Suhu kolom lebih rendah daripada suhu detektor karena jika suhu kolom lebih tinggi maka pada detektor akan terjadi pengembunan dan akan membuat api padam. Waktu retensi yang digunakan yaitu 2,3 min. Faktor-faktor yang mempengaruhi waktu retensi :

1. Bobot molekul, semakin kecil bobot molekul semakin kecil waktu retensi.
2. Isomer gugus fungsi, rantai alifatik akan memiliki waktu retensi yang lebih kecil dibanding rantai bercabang dengan bobot molekul yang sama.
3. Suhu, semakin tinggi suhu semakin kecil waktu retensi.
4. Tekanan, semakin besar tekanan maka semakin kecil waktu retensi.

Dari data Tabel 2 Perlakuan duplo terhadap larutan standar didapat %RSD untuk waktu retensi dan luas area berturut-turut adalah 0,059% dan 0,701%. Artinya

nilai ini masih dapat diterima karena memiliki %RSD yang kurang dari 2%. Dari Tabel 3 terdapat 2 produk yaitu Soffell Bunga Geranium *Spray* dan Soffell Floral *Spray* yang memiliki konsentrasi DEET yang berbeda. Perbedaan ini karena mengikuti registrasi pada negara masing-masing yaitu lokal dengan kadar DEET Soffell Bunga Geranium *Spray* 13% dan ekspor dengan kadar DEET Soffell Floral *Spray* 12%. Namun secara keseluruhan hasil yang didapat memenuhi standar spesifikasi yang ditetapkan perusahaan. Jika kadar yang didapatkan berlebih atau kurang dari standar yang ditetapkan, maka perusahaan akan membuat formula khusus menggunakan *batch record* khusus yang mengacu pada Instruksi Kerja (IK) *reprocess nonconformity product* dengan kadar yang disesuaikan. Setelah itu diproses kembali hingga didapat produk dengan kadar yang sesuai dengan spesifikasi.

KESIMPULAN

Dari pengujian yang telah dilakukan pada Penetapan Kadar Zat Aktif DEET dalam Produk Soffell *Spray* Lokal dan Ekspor dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Kadar zat aktif DEET yang didapatkan dari produk Soffell *Spray* berturut-turut yaitu untuk Soffell Bunga Geranium 12,815 %, 12,518 %, 12,543 % dan Floral *Spray* 11,900 %, 12,043 %, 12,067 %.
2. Hasil analisa yang didapat dari produk Soffell *Spray* masih masuk dalam standar spesifikasi perusahaan yaitu untuk Soffell Bunga Geranium 11,97-13,78 % dan Floral *Spray* 11,05-12,72 %.

DAFTAR PUSTAKA

- Ansel, H. 2005. *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi Edisi IV*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Arfiyah. 2012. *Laporan Praktikum GC*. Didownload di <http://academia.edu.com/> pada 17 Desember 2014

BPOM. 2009. *Bahayakah DEET pada Insect Repellent? Info POM*. Vol 10. No 5. Hal 5-8.

Frances , P. 2006. *Efficacy AND Safety of Repellents Containing Deet. Pp. 319 in Insect Repellents, Principles, Methode and Uses*. (M. Debboun, P. Frances, and D. Strickman, eds). Boca Raton: CRC Press.

Lotion or Spray. 2010 (cited at January 2011). Website <http://www.sawyer.com/faqtopical.htm>. tanggal akses 11 Januari 2011.

Massachusetts Department of Public Health (MDPH). 2008. *Mosquito Repellents*.

Mustanir dan Rosnani. 2008. *Isolasi Senyawa Bioaktif Penolak (Repellent) Nyamuk dari Ekstrak Aseton Batang Tumbuhan Legendi (Vitex trifolia)*. Banda Aceh: Universitas Syiah Kuala.

Soedarto. 1992. *Entomologi Kedokteran*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC. Halaman: 59-61 & 102.

Syed Z and Leal WS.2008. Mosquito Smell and Avoid the Insect Repellent DEET, PANS : 2008 : 105(36).p 13598-13603

Watson, D.G. 2005. *Analisis Farmasi* Edisi kedua. Jakarta: EGC Penerbit Buku Kedokteran.