

**PEMBUATAN TES KIT DAN VALIDASI METODE UNTUK ANALISIS
KIMIA FORMALDEHIDA PADA MAKANAN**

(Skripsi)

Oleh

Nur Padila



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

PEMBUATAN TES KIT DAN VALIDASI METODE UNTUK ANALISIS KIMIA FORMALDEHIDA PADA MAKANAN

Oleh

Nur Padila

Telah dilakukan penelitian pembuatan tes kit dan validasi metode untuk analisis kimia formaldehida pada makanan. Deteksi formaldehida dilakukan secara kuantitatif dan kualitatif dengan pereaksi Schiff yang relatif murah dan mudah. Metode pada penelitian ini dilakukan dengan cara membuat larutan standar formaldehida konsentrasi 2,5 ppm, 5 ppm, 7,5 ppm, 10 ppm, dan 12,5 ppm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa, validasi metode menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 560 nm memberikan persamaan regresi yakni $A = 0,0878C_x - 0,0474$. Metode yang digunakan menghasilkan presisi %RSD 0,124% dan 0,07%, batas deteksi (LoD) = 0,01 mg/L dan batas kuantitas (LoQ) = 0,034 mg/L. Aplikasi pada sampel tahu dan ikan asin menunjukkan positif terhadap formaldehida, dengan kadar 92,6 ppm untuk tahu dan 162,6 ppm untuk ikan asin. Hasil ini melebihi ambang batas yang telah ditetapkan oleh Dinas Balai POM.

Kata Kunci : Formaldehida, Pereaksi Schiff, Spektrofotometri UV-Vis, Tahu, Ikan Asin.

ABSTRACT

MAKING KIT TEST AND VALIDATING METHODS FOR CHEMICAL ANALYSIS OF FORMALDEHYDE IN FOOD

By

Nur Padila

Research on making kit test validating methods for chemical analysis of formaldehyde in food. The detection of formaldehyde is carried out quantitatively and qualitatively with Schiff reagent a relatively cheap and easy. This research method is carried with making a formaldehyde standard solution of 2.5 ppm, 5 ppm, 7.5 ppm, 10 ppm, and 12.5 ppm. The results showed that the validation method used UV-Vis spectrophotometry with wavelength of 560 nm and regression $A = 0.0878C_x - 0.0474$. The method used produces yield precision %RSD 0.124% and 0.07%, limit of detection (LoD)= 0.01 mg/L and limit of strength (LoQ)= 0.034 mg/L. Applications in tofu and salted fish samples showed positive formaldehyde with contents 92.6 ppm for tofu and 162.6 ppm for salted fish. The result exceeds the threshold set by the BPOM.

Keyword : Formaldehyde, Spectrophotometer UV-Vis, Schiff Reagent, Tofu, Salted Fish.

**PEMBUATAN TES KIT DAN VALIDASI METODE UNTUK ANALISIS
KIMIA FORMALDEHIDA PADA MAKANAN**

**Oleh
Nur Padila**

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

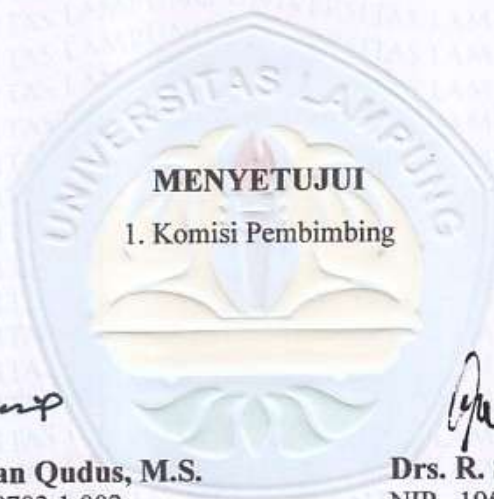
Judul Skripsi : **PEMBUATAN TES KIT DAN VALIDASI METODE
UNTUK ANALISIS KIMIA FORMALDEHIDA
PADA MAKANAN**

Nama Mahasiswa : **Nur Padifa**

No. Pokok Mahasiswa : 1317011053

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S.
NIP 19610203 198703 1 002

Drs. R. Supriyanto, M.S.
NIP 19581111 199003 1 001

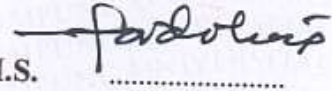
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

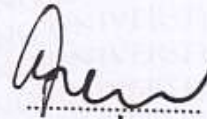
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

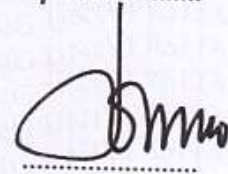
Ketua : **Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S.**



Sekretaris : **Drs. R. Supriyanto, M.S.**



Penguji
Bukan Pembimbing : **Prof. Dr. Yandri A.S, M.S.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Surafman, M.Sc.
NIP. 19640604 199003 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **25 September 2019**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa :

1. Skripsi dengan judul “Pembuatan Tes Kit dan Validasi Metode Untuk Analisis Kimia Formaldehida Pada Makanan” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan terhadap karya penulis orang lain dengan cara yang tidak sesuai dengan tata etika ilmiah yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiatisme.
2. Hak intelektual atas karya ilmiah ini diserahkan pada Universitas Lampung.

Atas pernyataan ini, apabila di kemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menanggung akibat dan sanksi yang diberikan kepada saya, serta saya bersedia dan sanggup dituntut sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 14 Oktober 2019



Nur Padila
NPM: 1317011053

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Gunung Mas pada tanggal 11 April 1995, sebagai anak pertama dari pasangan Bapak Maspardan dan Ibu Maryati. Penulis mulai menempuh pendidikan di SD Negeri 2 Gunung Mas dan lulus pada tahun 2007.

Kemudian, penulis melanjutkan pendidikan di SMP PGRI 2 Gunung Mas dan selesai pada tahun 2010. Pada tahun yang sama, penulis melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 1 Sribhawono dan lulus pada tahun 2013. Pendidikan penulis dilanjutkan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2013 melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Pada Tahun 2016 penulis melakukan Praktek Kerja Lapangan di Laboratorium UPTD BPSMB Teluk, Bandar Lampung dan Kuliah Kerja Nyata di Desa Mataram Udik, Kecamatan Bandar Mataram Lampung Tengah. Pengalaman organisasi penulis dimulai sejak menjadi Kader Muda Himaki tahun 2013-2014. Penulis pernah menjadi Anggota Bidang Kestari Himaki FMIPA Unila tahun 2013-2014, anggota Bidang PSLH BEMF periode 2014-2015, dan bendahara Paguyuban KSE 2016-2017.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

"Dengan menyebut nama Allah yang Maha pengasih lagi maha penyayang dan Segala Puji dan Syukur kepada Allah SWT"

Alhamdulillahirobbil a'lamiin.....

Atas Rahmat Allah SWT, kupersembahkan karya Sederhana ini teruntuk.....

Ayah dan Mama tercinta yang telah memberikan do'a, cinta, kasih sayang, dan bimbingan kepada ananda selama ini.

Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S dan Drs. R. Supriyanto, M.S. yang tak mengenal lelah dalam membimbing dan membagi ilmu kepada ananda serta semua Dosen Jurusan Kimia yang telah membimbing dan mendidik ananda selama menempuh pendidikan dikampus.

Keluarga Kimia 2013 dan Paguyuban KSE yang telah memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis.

Teruntuk Almamaterku tercinta Universitas Lampung.

MOTTO HIDUP

“Allah tidak membebani seseorang kecuali sesuai dengan batas kemampuannya (Albaqoroh : 287).”

“Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai dari suatu urusan tetaplah bekerja keras untuk urusan lain (Asy-Syarh : 5-7).”

“Hiduplah seolah engkau mati besok. Belajarlah seolah engkau hidup selamanya (Mahatma Gandhi).”

“Jika kamu tidak mengejar apa yang kamu inginkan, maka kamu tidak akan mendapatkannya (Paqila, 2019).”

SANWACANA

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillahirabbil 'alamin, segala puji hanya bagi Allah, *Rabb* semesta alam yang telah memberikan nikmat-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pembuatan Tes Kit dan Validasi Metode Untuk Analisis Kimia Formaldehida pada Makanan”. Shalawat dan salam tak lupa semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang memberikan syafa'atnya kepada seluruh umatnya di dunia dan di akhirat, Aamin. Teriring do'a yang tulus, penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S. selaku Pembimbing utama yang telah membimbing, mendidik, memberikan motivasi, dan mengarahkan penulis dengan kesabaran sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga barokah Allah selalu menyertai beliau.
2. Bapak Drs. R. Supriyanto, M.S. selaku pembimbing II penulis yang telah membimbing penulis dengan penuh kesabaran dan keikhlasan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.

3. Bapak Prof. Dr. Yandri AS., M.S. selaku pembahas penulis yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan nasihat kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.
4. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah mengajarkan dan memberikan ilmu dengan tulus.
5. Bapak Drs. Suratman, M.Sc. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Seluruh karyawan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung terkhusus Mbak Iin dan Mas Udin selaku Laboran Kimia Analitik dan Instrumentasi, serta Pak Ghani atas seluruh bantuan yang diberikan kepada penulis.
8. Teristimewa untuk kedua orang tuaku yang sangat aku cintai dan banggakan Bapak Maspardan dan Ibu Maryati, terima kasih atas segala bentuk pengorbanan, cinta yang begitu besar dan kasih sayang mu yang tulus. Terima kasih atas segala kebaikan, keikhlasan, kerja keras, dan segala perjuangan yang kalian berikan kepadaku.
9. Bapak dan Ibu Pengurus serta Donatur Yayasan Karya Salemba Empat yang telah memberikan motivasi dan bantuan dana pendidikan kepada penulis selama 2 tahun. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.
10. Sahabat-sahabat terbaikku Lulu Muniffah, Khalimatus Sa'adiyah, Linda Wati, Anita Sari, Renita Susanti atas bantuan, motivasi, dan persaudaraannya saat ini.

11. Teman-Teman Analitik, Eka, Oci, Rian, Yuvica, MbK Wiwin, Kak Ubay, Fatry yang telah memberikan semangat dan bantuan kepada penulis.
12. Keluargaku tercinta kimia 2013 yang selalu memberikan keceriaan dan kasih sayang kepada penulis.
13. Teman-teman kosan Septi, Suci, Hastin, Isti, Nur Halimah, Wiwit, Elsa atas suka dan duka serta dukungan dan bantuan selama ini.
14. Rekan-Rekan Paguyuban KSE Unila yang telah memberikan semangat kepada penulis.
15. Seluruh Keluarga besar Jurusan Kimia.
16. Almamater tercinta, Universitas Lampung.
17. Semua pihak yang telah membantu penulis selama kuliah, penelitian, hingga penulisan skripsi ini.

Akhir kata, penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kekeliruan, semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat sebagaimana mestinya, Aamiin.

Bandar Lampung, 14 Oktober 2019
Penulis

Nur Padila

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	iv
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	5
C. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
A. Formaldehida.....	6
1. Sifat Fisikokimia.....	7
2. Toksisitas Formaldehida	8
B. Penggunaan Formaldehida	9
1. Penggunaan Formaldehida yang Benar.....	10
2. Penggunaan Formaldehida yang Salah	10
C. Tahu	11
D. Ikan Asin	12
E. Analisis Formaldehida Secara Tes Kit.....	13
F. Analisis Kualitatif Formaldehida.....	14
1. Analisis Kualitatif dengan Pereaksi	14
2. Analisis Kualitatif dengan Kertas Indikator Formaldehida	17
G. Pereaksi Schiff.....	18
H. Analisis Kuantitatif Formaldehida.....	18
1. Kolorimetri	19
2. Spektrofotometri	20

I. Validasi Metode.....	25
1. Linearitas	25
2. Ketelitian (Presisi).....	26
3. Limit Deteksi	26
III. METODE PENELITIAN	28
A. Waktu dan Tempat	28
B. Alat dan Bahan	28
C. Prosedur Kerja.....	28
1. Pembuatan Larutan	29
a. Penetapan Kadar Larutan Baku Formaldehida	29
b. Pembuatan Larutan Induk Formaldehida 1000 ppm	29
c. Pembuatan Larutan Standar Formaldehida.....	29
d. Pembuatan Larutan Pereaksi Schiff	30
e. Penetapan Konsentrasi pada Penambahan Larutan Formaldehida dan Pereaksi Schiff.....	30
2. Penentuan Panjang Gelombang yang Memberikan Absorbansi Maksimum.....	31
3. Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	31
4. Penyiapan Sampel.....	31
a. Penyiapan Sampel Tahu dan Ikan Asin.....	32
b. Penyiapan Sampel Tahu dengan Pemanasan 50°C, 75°C, dan 100°C	32
5. Penentuan Waktu Kestabilan Pereaksi Schiff dan Formaldehida	32
6. Analisis Sampel dengan Menggunakan Pereaksi Schiff.....	33
7. Analisis Kuantitatif Secara Kolorimetri dengan Pereaksi Schiff	33
8. Analisis Kuantitatif dengan Menggunakan Pereaksi Schiff Secara Spektrofotometri UV-Vis.....	33
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34
A. Pembuatan Larutan Induk dan Pembuatan Larutan Standar Formaldehida	34
B. Pembuatan Pereaksi Schiff	34
C. Hasil Reaksi Formaldehida dan Pereaksi Schiff	35
D. Validasi Metode Analisis Formaldehida dengan Pereaksi Schiff Secara Spektrofotometri UV-Vis	37

1. Analisis Kuantitatif dengan Menggunakan Pereaksi Schiff Secara Spektrofotometri UV-Vis	37
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	39
3. Penentuan Kurva Kalibrasi.....	40
4. Penentuan Waktu Kestabilan Peaksi Schiff dan Formaldehida	41
5. Linearitas	43
6. Presisi	43
7. Limit Deteksi	45
8. Kadar Formaldehida dalam Sampel.....	46
E. Aplikasi Terhadap Sampel.....	46
F. Tes Kit	50
V. KESIMPULAN	52
A. Simpulan	52
B. Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN	58

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Panjang Gelombang dan Warna yang Diabsorpsi	21
2. Volume Pengambilan Larutan Standar Formaldehida	30
3. Hasil Pengukuran dengan Spektrofotometri.....	38
4. Hasil Pengukuran Pengenceran Konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm	38
5. Pengaruh Waktu Kestabilan Larutan Pereaksi Schiff dan Formaldehida ...	42
6. Hasil Pengukuran Uji Formaldehida 2,5 ppm	44
7. Hasil Pengukuran Uji Formaldehida 10 ppm	44
8. Hasil Absorbansi Pereaksi Schiff Terhadap Sampel	47
9. Absorbansi Larutan Sampel	63
10. Nilai Standar Deviasi Blangko Untuk Formaldehida.....	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Rumus Struktur dan Gambar Molekul Formaldehida.....	6
2. Reaksi Formaldehida dan Asam Kromatofat	15
3. Reaksi Formaldehida dan Schiff.....	16
4. Reaksi Formaldehida dan Schryver	17
5. Pengamatan Metode Fotometri.....	19
6. Kurva Absorbansi (A) vs Konsentrasi (C)	22
7. Pereaksi Schiff.....	35
8. Reaksi Schiff dan Formaldehida.....	36
9. Hasil Reaksi Larutan Standar Formaldehida dan Schiff	36
10. Spektrum Panjang Gelombang Maksimum Pereaksi Schiff dan Formaldehida	39
11. Kurva Kalibrasi.....	41
12. Kurva Pengaruh Waktu Kestabilan.....	42
13. Hasil Warna Ikan Asin dan Tahu	47
14. Pemanasan Dengan Penyaringan	49
15. Pemanasan Tanpa Penyaringan	49

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Penyalahgunaan bahan-bahan kimia berbahaya sebagai bahan tambahan untuk produk makanan maupun minuman, yang tidak sesuai dengan peruntukannya telah banyak membuat resah masyarakat. Penggunaan bahan kimia seperti pewarna dan pengawet untuk bahan makanan dilakukan oleh produsen agar produk olahannya menjadi lebih menarik, lebih tahan lama dan juga tentunya lebih ekonomis sehingga diharapkan dapat menghasilkan keuntungan yang sebesar-besarnya. Namun dampak kesehatan yang ditimbulkan dari penggunaan bahan-bahan berbahaya tersebut sangatlah buruk bagi masyarakat yang mengkonsumsinya. Keracunan makanan yang bersifat akut serta dampak akumulasi bahan kimia yang bersifat karsinogen menyebabkan beberapa masalah kesehatan yang akan dihadapi oleh konsumen (Aghnan, 2016).

Dalam proses pengolahan makanan, produsen selalu mengusahakan untuk menghasilkan makanan yang disukai dan berkualitas baik. Oleh karena itu, umumnya produsen sering menambahkan Bahan Tambahan Pangan (BTP) ke dalam makanan. Penggunaan bahan tambahan pangan (BTP) atau *food additives* sudah sangat meluas. Hampir semua industri pangan, baik industri besar maupun industri rumah tangga, dipastikan menggunakan BTP.

Penggunaan BTP memang tidak dilarang asalkan bahan tersebut benar-benar aman bagi kesehatan manusia dan dalam dosis yang tepat. Akan tetapi, terdapat dua permasalahan utama dalam penggunaannya. Pertama, produsen menggunakan BTP yang diizinkan akan tetapi melebihi dosis yang diizinkan. Kedua, produsen menggunakan bahan yang bukan merupakan BTP. Salah satu contoh bahan yang bukan termasuk BTP tetapi sering ditambahkan ke dalam makanan yaitu formalin atau formaldehida (Saparianto, 2006).

Formaldehida merupakan suatu senyawa kimia yang berbentuk gas dengan rumus CH_2O . Formaldehida juga dikenal sebagai suatu aldehida yang disebut metanal. Larutannya tidak berwarna, baunya sangat menusuk, dan biasanya ditambah metanol hingga 15% sebagai stabilisator (Dir. Jen. POM., 2003).

Formaldehida biasa digunakan sebagai pembunuh kuman sehingga dimanfaatkan untuk pembersih, bahan pengawet kosmetika, dan pengeras kuku dalam konsentrasi $<1\%$, cairan pembalsaman atau pengawet mayat (Dreisbach, 1982).

Beberapa contoh produk yang sering mengandung formaldehida misalnya, ikan asin, ikan segar, ayam potong, mie basah dan tahu yang beredar di pasaran.

Penggunaan formaldehida pada makanan oleh produsen ini dimaksudkan untuk memperpanjang umur penyimpanan karena merupakan senyawa anti mikroba serbaguna yang dapat membunuh bakteri, jamur, bahkan virus. Selain itu interaksi antara formaldehida dengan protein dalam pangan menghasilkan tekstur yang tidak rapuh. Bau yang ditimbulkan oleh formaldehida menyebabkan lalat tidak mau hinggap. Penggunaan formaldehida untuk

mengawetkan makanan sangat menguntungkan bagi produsen maupun pedagang karena produknya tidak mudah busuk dan tahan lama. Alasan lain penggunaan formaldehida sebagai pengawet makanan adalah tingginya harga solar dan mahalanya harga es balok untuk mengawetkan ikan saat nelayan melaut. Tetapi, bahaya yang ditimbulkan dari konsumsi formaldehida itu sendiri sangat serius (Suwahono, 2009).

Formaldehida merupakan bahan beracun dan berbahaya bagi kesehatan manusia. Dampak yang ditimbulkan dari konsumsi formaldehida tidak langsung terlihat, tetapi akan terasa bertahun-tahun setelah kadar formaldehida pada tubuh terakumulasi. Batas toleransi formaldehida yang dapat diterima oleh tubuh dalam satu kali asupan adalah 0,2 mg/kg berat badan (Dir. Jen. POM., 2003).

Ada beberapa cara untuk menganalisis formaldehida di dalam sampel makanan, antara lain dengan metode kolometri (Altshuller *et al.*, 1953), spektrofotometri (Wang *et al.*, 2007), kromatografi cair kinerja tinggi (Li *et al.*, 2007), dan kromatografi gas (Bianchi *et al.*, 2007). Analisis secara Kromatografi Gas (KG-MS) dan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) memerlukan instrumentasi yang relatif mahal dan rumit. Selain itu, dibutuhkan proses *derivatisasi* menggunakan zat penderivat yang mahal sehingga tidak cocok untuk analisis rutin yang relatif murah. Oleh karena itu, diperlukan metode analisis lebih sederhana, cepat, ekonomis, sensitif, dan dapat diaplikasikan secara langsung oleh masyarakat (Suryadi dkk., 2010).

Pada penetapan kadar formaldehida secara spektrofotometri diperlukan suatu reaksi *derivatisasi* untuk membentuk gugus kromofor. Dalam proses ini, digunakan beberapa pereaksi warna sehingga formaldehida dapat membentuk warna dan memberi serapan pada panjang gelombang sinar tampak. Pereaksi yang bisa digunakan untuk tujuan ini merupakan pereaksi yang biasa digunakan untuk analisis kualitatif, yaitu pereaksi asam kromatofat, pereaksi Nash, pereaksi Schryver, dan pereaksi Schiff. Keempat pereaksi ini baik untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Namun, pada prosesnya baik pereaksi Nash maupun pereaksi asam kromatofat membutuhkan proses pemanasan yang cukup. Sehingga, pada penelitian ini dipilih pereaksi Schiff karena memiliki sensitivitas dan selektivitas yang cukup baik, mudah dilakukan, dan juga praktis karena bahan yang digunakan mudah didapatkan sehingga cocok untuk diaplikasikan pada analisis rutin formaldehida secara langsung. Pada penelitian sebelumnya, pereaksi Schiff telah dinyatakan sebagai pereaksi terbaik untuk analisis kualitatif karena pereaksi ini memiliki sensitivitas terhadap formaldehida (Dhaniyanto, 2016).

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode analisis formaldehida dalam berbagai makanan olahan seperti tahu dan ikan asin, baik yang mentah maupun yang telah melalui pemanasan dengan pereaksi Schiff. Penelitian dilakukan secara kolorimetri tes kit dan mengukur kadar formadehida menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Beberapa parameter yang dilakukan pada penelitian ini meliputi waktu, konsentrasi, dan validasi metode.

B. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Melakukan validasi metode terhadap analisis formaldehida menggunakan pereaksi Schiff.
2. Membuat suatu pereaksi analisis formaldehida yang mudah dan dapat diaplikasikan di masyarakat.
3. Mengetahui kandungan formaldehida pada tahu dan ikan asin secara kolorimetri tes kit dan spektrofotometri UV-Vis dengan pereaksi Schiff.

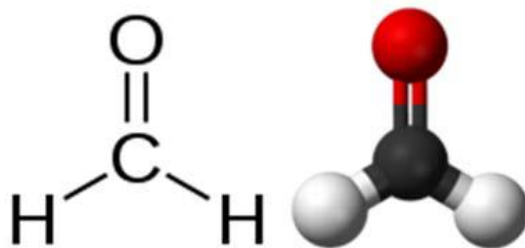
C. Manfaat Penelitian

Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah memberikan kontribusi kepada masyarakat untuk melakukan uji kimia kualitatif dan kuantitatif pada berbagai olahan makanan yang masih menggunakan pengawet formaldehida dengan tes kit dan penggunaannya diharapkan dapat dilakukan oleh masyarakat.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Formaldehida

Formaldehida berbentuk gas berguna sebagai pengawet dan lebih mudah disimpan dalam bentuk larutan atau biasa disebut formalin. Formalin merupakan nama dagang dari formaldehida yang mengandung 34% sampai 38% formaldehida (CH_2O) dengan metil alkohol 10% sampai 15% yang berfungsi sebagai stabilisator untuk mencegah terjadinya polimerisasi dari formaldehida menjadi paraformaldehida (Windholz and Susan, 2011). Nama lain formalin adalah *formol*, *morbicid*, dan *veracur* (Patnaik, 1992). Struktur formaldehida dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Rumus Struktur dan Molekul Formaldehida (Sutresna, 2012)

1. Sifat Fisikokimia

Larutan formaldehida adalah larutan tak berwarna dengan bau yang menyengat dan rasa terbakar, mudah larut dalam air dan alkohol, tidak larut dalam kloroform dan eter (Reynold, 1982). Formaldehida mudah larut dalam air sampai kadar 55% sangat efektif dalam suasana alkalis, serta bersifat reduktor kuat, dan mudah menguap di udara membentuk gas yang tidak berwarna dengan bau yang tajam (Winarno dan Tutik, 1994).

➤ Sifat Fisikokimia Formaldehida

Rumus Molekul	: CH ₂ O
Nama Kimia	: Formaldehida
Massa Molar	: 30,03 g/mol
Titik Leleh	: -92°C
Titik Didih	: -21°C

Gas formaldehida pada suhu ruang mudah terbakar dan meledak jika dicampur dengan udara pada konsentrasi 7% sampai 73%, dan dapat berpolimerasi pada suhu dibawah 80°C (Fauziah, 2005).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, formaldehida kemungkinan besar dapat menyebabkan kanker pada manusia dan positif menyebabkan kanker pada hewan percobaan. Penggunaan bahan tersebut dalam pengawetan makanan tentu sangat-sangat berbahaya dan tidak dapat ditolerir.

Penggunaanya sebagai pengawet dalam produk-produk non-pangan harus memperhitungkan segala risiko terpaparnya manusia saat produk tersebut digunakan (Sihombing, 1996).

2. Toksisitas Formaldehida

Telah banyak penelitian mengenai efek formaldehida terhadap kesehatan. Formaldehida dapat menimbulkan beberapa reaksi pada bagian tubuh yang terpapar, diantaranya :

a. Mata

Pada kebanyakan orang, mata adalah salah satu organ yang paling sensitif terhadap formaldehida di udara. Mata akan mulai terasa pedih bila terpapar formaldehida dengan konsentrasi 0,3 mg/L hingga 1,1 mg/L, sedangkan formaldehida pada konsentrasi 1,2 mg/L hingga 2,4 mg/L akan menyebabkan iritasi mata. Pada konsentrasi yang lebih tinggi dapat menyebabkan *lakrimasi*, korosi pada mata, penglihatan ganda, dan konjungtivitis (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

b. Saluran Pernapasan Atas dan Bawah

Formaldehida dilaporkan menyebabkan iritasi saluran pernapasan terutama saluran pernapasan atas dengan gejala hidung dan tenggorokan yang kering. Pada konsentrasi 0,13 mg/L sampai 0,45 mg/L, mulai dapat menyebabkan iritasi hidung dan tenggorokan. Sedangkan iritasi saluran napas bawah ditandai dengan batuk, rasa berat pada dada, dan *wheezing*. Inhalasi pada konsentrasi 3 mg/L dapat menimbulkan *dyspnea* dan asma pada orang sehat (IARC, 2006). Dalam kasus akut, efeknya dapat berkembang menjadi edema paru, dan depresi saluran pernapasan. Inhalasi dengan konsentrasi 50 mg/L dapat mengakibatkan *pneumonia* hingga kematian (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

c. Kulit

Kontak langsung formaldehida pada kulit akan mengakibatkan iritasi kulit, dermatitis, dan hipersensitivitas. Konsentrasi formaldehida menyebabkan iritasi pada kulit belum diketahui, namun pada aplikasi 1% larutan formaldehida dalam air mengakibatkan iritasi kulit (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

d. Saluran Pencernaan

Formaldehida juga dapat merusak saluran pencernaan terutama terjadi pada esofagus dan lambung. Dalam kasus akut, konsumsi formaldehida dapat menyebabkan luka pada lambung, mual, muntah, dan pendarahan. Batas konsentrasi maksimum formaldehida menimbulkan efek fatal 0,02%. Dapat menyebabkan kematian pada konsumsi 30 mL (EFSA, 2006).

e. Sistem Saraf Pusat

Formaldehida menimbulkan gejala nonspesifik yang berkaitan dengan sistem saraf pusat, yaitu menimbulkan rasa haus, sakit kepala, pusing, apatis, tidak mampu berkonsentrasi, sulit tidur, dan lemah (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

B. Penggunaan Formaldehida

Menurut Suwahono (2009), penggunaan formaldehida pada makanan oleh produsen ini dimaksudkan untuk memperpanjang umur penyimpanan karena formaldehida adalah senyawa anti mikroba serbaguna yang dapat membunuh

bakteri, jamur, bahkan virus. Selain itu interaksi antara formaldehida dengan protein dalam pangan menghasilkan tekstur yang tidak rapuh seperti beberapa produk pangan yakni, tahu, mie basah, dan ikan segar. Bau yang ditimbulkan oleh formaldehida menyebabkan lalat tidak mau hinggap. Berikut adalah penggunaan formaldehida yang salah dan benar :

1. Penggunaan Formaldehida yang Benar

Formaldehida biasanya digunakan sebagai pembunuh kuman sehingga dimanfaatkan untuk pembersih lantai, kapal, gudang, dan pakaian. Serta pembasmi lalat dan berbagai serangga lainnya. Bahan pada pembuatan sutra buatan, zat pewarna, cermin kaca, dan bahan peledak. Dalam dunia fotografi biasanya digunakan untuk pengeras lapisan glatin dan kertas. Bahan pembuat pupuk dalam bentuk urea, pembuat produk kosmetik, pengeras kuku, dan pengawet mayat. Dalam konsentrasi yang sangat kecil <1% digunakan sebagai pengawet untuk berbagai barang konsumen seperti pembersih rumah tangga, cairan pencuci piring, pelembut, perawat sepatu, sampo mobil, lilin, dan pembersih karpet (Dreisbach, 1982).

2. Penggunaan Formaldehida yang Salah

Penggunaan formaldehida yang salah adalah hal yang disesalkan. Melalui berbagai survei dan pemeriksaan laboratorium, ditemukan sejumlah produk pangan yang menggunakan formaldehida sebagai pengawet. Praktek yang salah ini dilakukan oleh produsen yang tidak bertanggung jawab (IARC, 2006).

C. Tahu

Tahu merupakan makanan yang banyak digemari masyarakat, karena rasanya enak dan kandungan gizinya yang tinggi. Tahu dibuat dari kedelai yang merupakan sumber makanan dengan kandungan protein tinggi. Dalam 100 gr tahu mengandung 68 gr kalori, protein 7,8 gr, lemak 4,6 gr, karbohidrat 1,6 gr, kalsium 124 gr, fosfor 63 mg, besi 0,8 mg, vitamin B 0,06 mg, dan air 84,8 gr. Tahu diperoleh melalui proses pengumpulan (pengendapan) protein susu kedelai, bahan yang digunakan adalah batu tahu (CaSO_4), asam cuka (CH_3COOH) dan MgSO_4 . Secara umum, proses pembuatan tahu meliputi, perendaman, penggilingan, pemasakan, penyaringan, penggumpalan, pencetakan atau pengerasan dan pemotongan. Dalam pengolahan tahu biasanya produsen menggunakan formaldehida sebagai pengawet agar produksinya dapat bertahan lama dan dapat disimpan jika tidak habis terjual oleh para pedagang tahu di pasaran (Handayani, 2006).

Formaldehida memiliki sifat pengawet karena memiliki unsur aldehida yang bersifat mudah bereaksi dengan protein. Formaldehida akan mengikat unsur protein mulai dari bagian permukaan tahu hingga terus meresap kebagian dalamnya. Tahu yang mengandung formalin atau formaldehida mempunyai ciri-ciri antara lain tekstur kenyal, tidak padat tetapi tidak mudah hancur, awet sampai 3 hari pada suhu kamar, tahan sampai 15 hari dalam lemari es, dan aroma menyengat atau bau formalin (Sani, 2006).

D. Ikan Asin

Ikan merupakan salah satu sumber protein hewani yang banyak dikonsumsi masyarakat, mudah didapat, dan harganya murah. Namun ikan cepat mengalami proses pembusukan. Oleh sebab itu pengawetan ikan perlu diketahui semua lapisan masyarakat. Pengawetan ikan secara tradisional bertujuan untuk mengurangi kadar air dalam tubuh ikan, salah satu caranya adalah dengan pembuatan ikan asin (Suhartini dan Hidayat, 2005).

Cara pengawetan ini merupakan usaha yang paling mudah dalam menyelamatkan hasil tangkapan nelayan. Dengan penggaraman proses pembusukan dapat dihambat sehingga ikan dapat disimpan lebih lama. Penggunaan garam sebagai bahan pengawet terutama diandalkan pada kemampuannya menghambat pertumbuhan bakteri dan kegiatan enzim penyebab pembusukan yang terdapat dalam tubuh ikan (Afrianto dan Liviawaty, 1989).

Meskipun ikan asin sangat memasyarakat, ternyata pengetahuan konsumen mengenai ikan asin yang aman dan baik untuk dikonsumsi masih kurang. Buktinya ikan asin yang mengandung formaldehida masih banyak beredar dan dikonsumsi, padahal dampaknya sangat merugikan kesehatan. Formalin atau formaldehida digunakan karena dapat memperpanjang keawetan ikan asin. Perlu adanya suatu pengawasan mutu dengan metode yang sederhana dan memiliki sensitivitas tinggi dengan batas deteksi yang rendah (Suryadi dkk., 2010). Terdapat beberapa cara untuk menganalisis formaldehida atau formalin dalam sampel makanan, antara lain dengan metode kolorimetri

(Altshuller *et al.*, 1953), spektrofotometri (Wang *et al.*, 2007), kromatografi cair kinerja tinggi (Li *et al.*, 2007), dan kromatografi gas (Bianchi *et al.*, 2007).

Sejauh ini belum tersedia metode untuk mendeteksi kadar formaldehida dalam bahan makanan yang dapat langsung dilakukan oleh masyarakat. Salah satu metode yang sederhana dan dapat dilakukan adalah uji tes kit, namun pengembangannya masih belum dapat dipahami oleh masyarakat, sehingga perlu disiapkan metode untuk uji formaldehida dengan tes kit yang dapat diaplikasikan oleh masyarakat (Marliana, 2008).

E. Analisis Formaldehida Secara Tes Kit

Banyak diantara kita yang memang berniat untuk mendeteksi kandungan formadehida di dalam makanan, akan tetapi masih banyak pula yang tidak mengerti untuk menggunakan metode apa yang ingin digunakan, dan bagaimana cara penggunaannya. Salah satunya kita dapat menggunakan parameter warna untuk mengukur kandungan formaldehida yakni Tes Kit Formaldehida. Tes ini adalah merupakan cara sederhana yang dapat dilakukan masyarakat luas, yang awam sekalipun. Pertama-tama ambil objek yang dicurigai mengandung formaldehida, lalu rendam objek makanan ke dalam air yang telah disediakan dalam wadah yang tidak terlalu besar. Rendam kurang lebih 1 sampai 2 menit, lalu masukkan air bekas rendaman objek makanan tadi ke dalam tabung reaksi yang memang sudah disediakan di dalam paket test kit formaldehida, kemudian teteskan cairan test kit ke

dalam air bekas rendaman objek makanan yang sudah berada di dalam tabung reaksi tersebut. Teteskan 3 tetes sampai 5 tetes saja, maka dalam beberapa detik hasil test kit bisa langsung dapat diketahui apakah mengandung formaldehida atau tidak dalam objek makanan tersebut. Batas deteksi Test Kit Formaldehida ini sangat rendah, yaitu: 0,1 mg/L sampai 2 mg/L. Prinsip kerja tes kit formaldehida ini adalah dengan pembentukan senyawa kompleks berwarna merah-ungu dari reaksi antara formaldehida dan 4-Amino-3-Hidrazino-5-Mercapto-1,2,4-Triazole (Mahdi, 2008).

F. Analisis Kualitatif Formaldehida

Ada beberapa metode analisis yang dapat dilakukan untuk menganalisis kandungan formaldehida pada makanan, di antaranya analisis kualitatif dan kuantitatif (Susanti, 2010). Berikut beberapa analisis kualitatif yang dapat dilakukan untuk menganalisis formaldehida.

1. Analisis Kualitatif dengan Preaksi

Terdapat banyak metode untuk mengetahui apakah suatu bahan makanan mengandung formaldehida atau tidak, mulai dari pengamatan secara fisik makanan seperti warna pada makanan lebih terang, tekstur kaku, dan yang dapat teramati lebih detail adalah pada keawetan makanan tersebut. Namun pada konsentrasi rendah pengamatan secara fisik akan sukar diketahui, sehingga perlu dilakukan analisis kualitatif formaldehida dalam bahan makanan agar diketahui ada atau tidaknya formaldehida. Analisis kualitatif

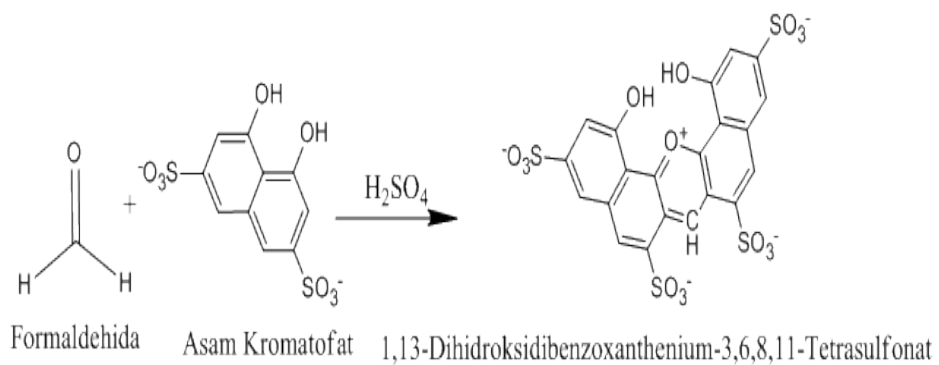
cenderung mudah dilakukan yaitu dengan menambahkan pereaksi tertentu ke dalam bahan makanan yang diduga mengandung formaldehida sehingga akan dihasilkan perubahan warna yang khas. Uji seperti ini disebut juga spot test. Analisis kualitatif formaldehida dapat dilakukan dengan pereaksi asam kromatofat, pereaksi Schiff, pereaksi Fehling, dan pereaksi Schryver (Suryadi dkk., 2008).

Persamaan reaksi yang terjadi antara formaldehida dengan pereaksi-pereaksinya yaitu:

a. Pereaksi Asam Kromatofat ($C_{10}H_6O_8S_2 \cdot 2H_2O$)

Reaksi asam kromatofat dengan formaldehida dapat dilihat pada Gambar

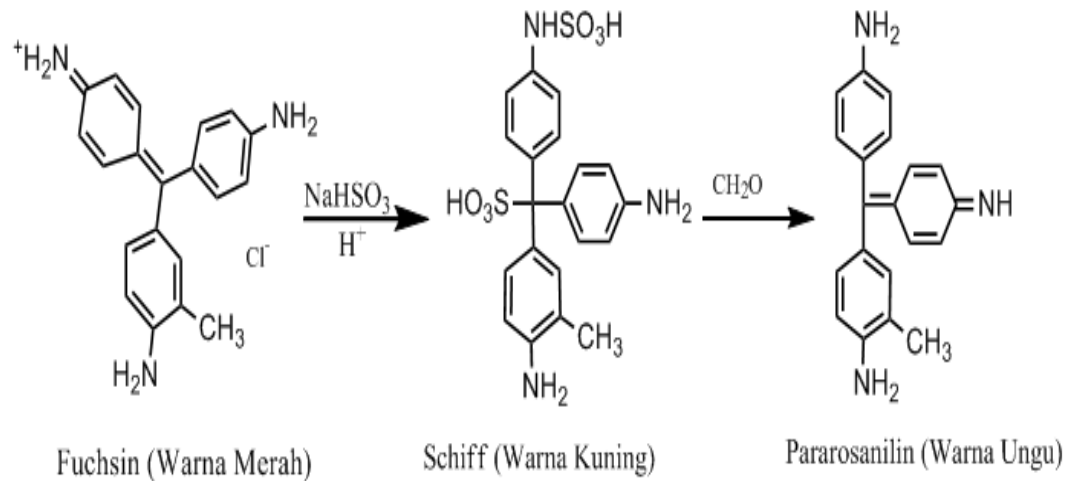
2.



Gambar 2. Reaksi Formaldehida dan Asam Kromatofat (Paris, 1989).

b. Pereaksi Schiff

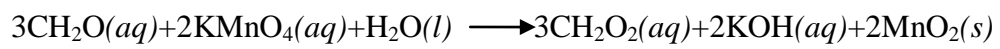
Reaksinya ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Reaksi Formaldehida dan Schiff (Keusch, 2012)

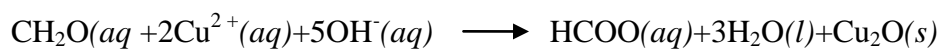
c. Pereaksi $KMnO_4$

Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada $KMnO_4$ yakni :



d. Pereaksi Fehling

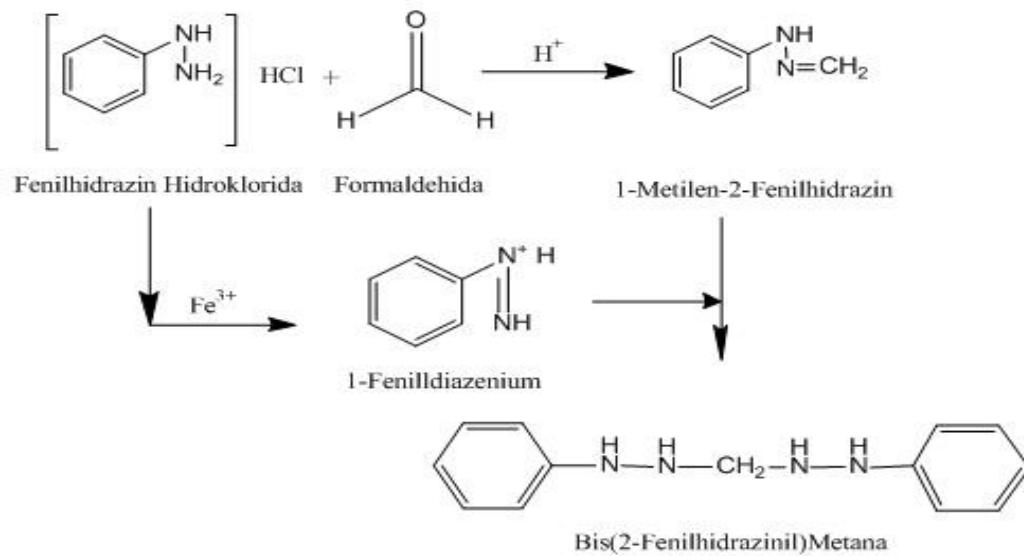
Reaksi Fehling sebagai berikut :



(Fessenden, 1986).

e. Pereaksi Schryver

Reaksi Schryver dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Reaksi Formaldehida dan Schryver (Suryadi dkk., 2008)

2. Analisis Kualitatif dengan Kertas Indikator Formaldehida

Suatu kertas indikator merupakan pengembangan dari kit tester ke dalam media kertas. Kit tester itu sendiri sudah merupakan suatu pengembangan dari metode analisis kualitatif menjadi satu kesatuan pereaksi untuk mempermudah analisis suatu zat. Pengembangan lebih lanjut dari kit test menjadi kertas indikator bertujuan untuk meningkatkan kemudahan aplikasi deteksi cepat suatu zat serta penyimpanan dari kit tersebut. Selain itu, diketahui pula bahwa media berpori (misalnya gelatin atau kertas saring) yang diresapi dengan pereaksi dapat meningkatkan sensitifitas pengujian (Saptarini dkk., 2011). Pada penelitian yang dilakukan Setianingrum (2016), digunakan paper test untuk uji formaldehida pada makanan secara kualitatif dan kuantitatif. Hasil yang didapat cocok untuk uji kualitatif tetapi tidak valid untuk uji kuantitatif. Sehingga penggunaan paper test hanya bisa digunakan pada uji kualitatif.

G. Perekasi Schiff

Formaldehida bereaksi dengan pereaksi Schiff menghasilkan Pararosanilin membentuk larutan berwarna ungu, dan intensitas warna diukur dengan panjang gelombang 560 nm. Semakin tinggi kandungan formaldehida dalam sampel, maka nilai absorbansinya akan semakin besar. Nilai absorbansi kemudian dibandingkan dengan kurva standar (Cahyadi, 2009).

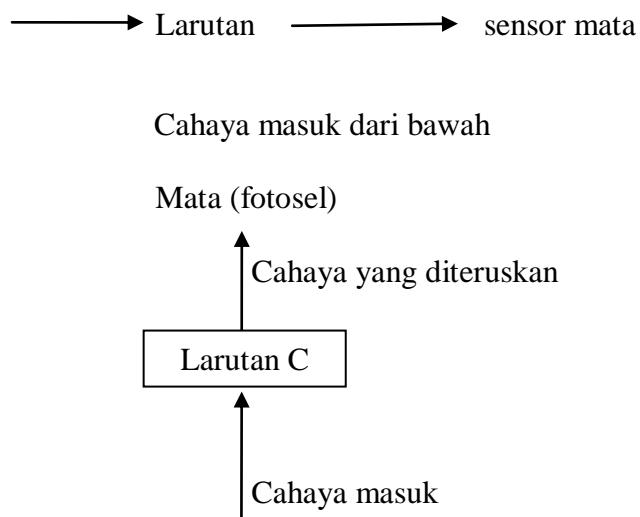
Secara teoritis, formaldehida akan bereaksi positif dengan pereaksi Schiff menghasilkan warna ungu. Untuk mengidentifikasi adanya gugus aldehida dengan mereaksikan fuchsin dengan bisulfit distabilkan dengan resonansi. Penambahan pereaksi Schiff adalah sebagai pengompleks pada spektrofotometri untuk menambah gugus kromofor dalam senyawa yang terbentuk agar lebih sensitif (Petrucci, 1993).

H. Analisis Kuantitatif Formaldehida

Analisis kuantitatif digunakan untuk menentukan kadar suatu senyawa dalam sampel atau menetapkan banyaknya suatu zat tertentu yang ada dalam sampel. Metode spektrofotometri adalah metode yang sering digunakan untuk mengetahui kadar formaldehida dalam sampel. Beberapa teknik analisis kuantitatif yang umum digunakan di dalam laboratorium antara lain: kolorimetri dan spektrofotometri (Suryadi dkk., 2008).

1. Kolorimetri

Kolorimetri adalah suatu metode analisa kimia yang di dasarkan pada perbandingan intensitas warna suatu larutan dengan warna larutan standar. Metode analisa ini adalah bagian dari analisa fotometri. Pengukuran zat dan warnanya yaitu dengan melewatkan sinar melalui pelarutnya. Pengamatan dilakukan dengan memakai mata kita yang disebut fotosel. Cahaya masuk dari sebelah kiri, dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengamatan Metode Fotometri

Jika sinar baik monokromatis maupun polikromatis mengenai suatu media, maka intensitasnya akan berkurang. Berkurangnya intensitas sinar terjadi karena adanya serapan media tersebut dan sebagian kecil dipantulkan atau dihamburkan.

$$I_0 = I_a + I_f + I_r \quad (1)$$

Keterangan :

I_0 = Intensitas Mula-Mula

I_a = Sinar yang Diserap

I_f = Sinar yang Diteruskan

I_r = Sinar yang Dipantulkan (Underwood, 1998).

Metode kolorimetri merupakan metode spektroskopi sinar tampak, berdasarkan panjang sinar tampak oleh suatu larutan berwarna, hanya senyawa berwarna yang dapat ditentukan dengan metode ini. Senyawa tak berwarna dapat dibuat berwarna dengan pereaksi yang menghasilkan senyawa berwarna, misalnya ion Fe^{3+} dan SCN^- menghasilkan larutan berwarna merah. Lazimnya, kolorimetri dilakukan dengan membandingkan larutan standar dengan cuplikan yang dibuat pada keadaan yang sama dengan menggunakan tabung *Messler* atau kolorimetri *Dubuscog*. Dengan kolorimetri elektronik, jumlah cahaya yang diserap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Metode ini sering digunakan untuk menentukan konsentrasi besi di dalam air minum (Daintith, 2008).

2. Spektrofotometri

Metode spektrofotometri adalah metode yang sering digunakan untuk mengetahui kadar formaldehida dalam sampel. Prinsip metode spektrofotometri di dasarkan adanya interaksi dari energi radiasi elektromagnetik dengan suatu zat kimia. Tempat cahaya putih diubah menjadi cahaya monokromatis yang bisa dilewatkan ke dalam larutan berwarna, sebagian cahaya diserap dan sebagian diteruskan. Salah satu spektrofotometer yang sering digunakan dalam penelitian adalah spektrofotometri UV-Vis.

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190 nm sampai 380 nm) dan sinar tampak (380 nm sampai 780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer (Dewanto, 2015). Panjang gelombang dan warna yang diabsorpsi dapat ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Panjang gelombang dan warna yang diabsorpsi

Warna Yang Diabsorpsi	Panjang Gelombang (nm)
Ultra Violet	<400
Violet	400-450
Biru	450-500
Hijau	500-570
Kuning	570-590
Jingga	590-620
Merah	620-670
Infra Merah	>760

Sumber Bassett *et al.*, 1994.

Jika suatu berkas cahaya melewati suatu medium homogen, sebagian dari cahaya datang (P_o) diabsorpsi sebanyak (P_a), sebagian dapat dipantulkan (P_r), sedangkan sisanya ditransmisikan (P_t) dengan efek intensitas murni sebesar :

$$P_o = P_a + P_t + P_r \quad (2)$$

Keterangan:

P_o : Intensitas Cahaya Masuk

P_a : Intensitas Cahaya Diabsorpsi

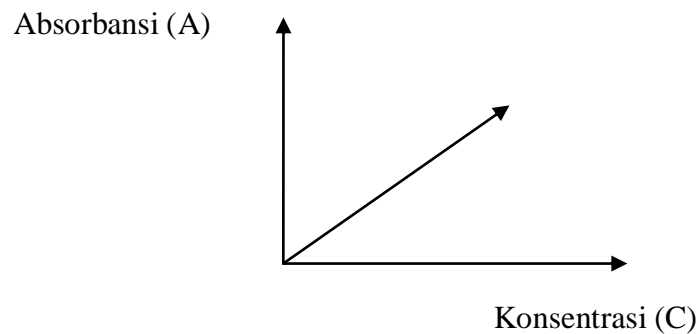
Pr : Intensitas Cahaya Dipantulkan

Pt : Intensitas Cahaya Ditransmisikan.

Pada praktiknya, nilai Pr adalah kecil yaitu kurang dari 4%, sehingga dapat diabaikan dan diperoleh pada persamaan 3:

$$P_o = P_a + P_t \quad (\text{Bassett } et \text{ al., } 1994) \quad (3)$$

Berdasarkan hukum Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi sehingga kurva Absorbansi (A) vs Konsentrasi (C) digambarkan garis linier melalui titik (0,0). Kurva yang diperoleh dengan persamaan $Y = m_x$ dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Kurva Absorbansi (A) Vs Konsentrasi (C) (Sumaryanto, 2012)

Hukum Lambert-Beer (1952) menyatakan bahwa intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan absorbansi dan konsentrasi larutan.

Hal-hal yang harus diperhatikan dalam analisis spektrofotometri yaitu :

a. Pembentukan Molekul yang Dapat Menyerap Sinar

Hal ini perlu dilakukan jika senyawa yang dianalisis tidak menyerap pada daerah tersebut. Cara yang digunakan dengan merubah menjadi senyawa lain atau direaksikan dengan pereaksi tertentu. Pereaksi yang digunakan harus memenuhi beberapa persyaratan yaitu:

- Reaksinya selektif dan sensitif
- Reaksinya cepat, kuantitatif, dan reproduibel
- Hasil reaksi stabil dalam jangka waktu yang lama

b. Waktu Optimal

Pengukuran waktu optimal bertujuan untuk mengetahui waktu pengukuran yang stabil. Waktu optimal ditentukan dengan menentukan hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi larutan dengan cara mengukur absorbansi larutan pada periode waktu tertentu (Swinheart, 1962).

c. Pemilihan Panjang Gelombang

Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis kuantitatif adalah panjang gelombang yang mempunyai absorbansi maksimum. Untuk memilih panjang gelombang yang memberikan absorbansi maksimum (λ_{max}), dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari suatu larutan baku pada konsentrasi tertentu (Ganjar dkk., 2007).

d. Pembuatan Kurva Baku

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan membuat seri larutan baku dari zat yang akan dianalisis dengan berbagai konsentrasi. Masing-masing absorbansi larutan dengan berbagai konsentrasi diukur, kemudian dibuat kurva yang

merupakan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi. Bila hukum Lambert-Beer terpenuhi, maka kurva baku berupa garis lurus. Kurva baku sebaiknya sering diperiksa ulang. Penyimpangan dari garis lurus biasanya disebabkan oleh: kekuatan ion yang tinggi, perubahan suhu, dan reaksi kimia yang terjadi (Ganjar dkk., 2007).

Hal-hal yang harus diperhatikan dalam pembuatan kurva standar antara lain:

1. Dibuat suatu deret larutan standar yang akan dianalisis dengan berbagai konsentrasi.
2. Masing-masing larutan dengan konsentrasi tertentu diukur pada λ_{\max} (berdasarkan hasil panjang gelombang yang diperoleh) dan waktu optimal (berdasarkan data yang diperoleh).
3. Kurva standar merupakan hubungan antara konsentrasi (sumbu X) dan absorbansi (sumbu Y).
4. Deret konsentrasi yang dibuat paling tidak lima titik.
5. Jika kurva baku berupa garis lurus, maka hukum Lambert-Beer terpenuhi.
6. Harga koefisien determinasi (R^2) menunjukkan baik tidaknya suatu kurva standar. Kurva standar yang baik ialah harga koefisien determinasinya mendekati satu.
7. Pada kurva standar akan diperoleh persamaan $Y = bx + a$.
8. Berdasar perhitungan slope dan intersep tersebut, maka akan diperoleh suatu koefisien korelasi (r), yaitu $r = \sqrt{R^2}$ (Bassett *et al.*, 1994).

e. Pembacaan Absorbansi Sampel atau Cuplikan

Absorbansi yang terbaca pada spektrofotometri hendaknya antara 0,2 A sampai 0,8 A atau 15% sampai 70% jika dibaca dengan transmittan. Anjuran ini berdasarkan anggapan bahwa kesalahan pembacaan T adalah 0,005 atau 0,5% (Ganjar dkk., 2007).

Makin tinggi kandungan formaldehida dalam sampel, maka nilai absorbansinya akan makin besar. Nilai absorbansi kemudian dibandingkan dengan kurva standar. Parameter yang digunakan dalam validasi meliputi penentuan linieritas kurva kalibrasi, penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi, dan selektivitas (Cahyadi, 2009).

I. Validasi Metode

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan di laboratorium. Validasi metode digunakan untuk pembuktian apakah suatu metode pengujian sesuai untuk maksud atau tujuan tertentu dan untuk jaminan mutu hasil uji yang dievaluasi secara objektif. Hasil dari validasi metode dapat digunakan untuk menilai kualitas, tingkat kepercayaan (*reliability*), dan konsistensi hasil analisis, itu semua menjadi bagian dari praktek analisis yang baik. Parameter yang digunakan adalah sebagai berikut :

1. Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas dapat

diukur dengan melakukan pengukuran dengan konsentrasi yang berbeda-beda. Uji linearitas dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi larutan standar, dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis lurus atau regresi dan koefisien korelasi yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara korelasi larutan standar dengan nilai absorbansi yang dihasilkan.

2. Ketelitian (Presisi)

Presisi merupakan ukuran derajat keterulangan dari metode analisis, yang memberikan hasil yang sama pada beberapa pengulangan. Hasil analisis dinyatakan sebagai simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD), metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan SD $\leq 10\%$. Standar deviasi dapat dihitung dengan rumus berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}} \quad (4)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (5)$$

Keterangan :

SD = Standar Deviasi

RSD = Simpangan Baku Relatif

x = Kadar Sampel yang Diperoleh

\bar{x} = Kadar Rata-Rata

n = Jumlah Pengulangan Analisis

3. Limit Deteksi

Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan. Limit deteksi

merupakan parameter tes kuantitatif untuk tingkat rendah senyawa dalam matriks sampel dan digunakan terutama untuk produk terintegritas limit deteksi.

Rumusnya dapat dilihat pada Persamaan 5 dan Persamaan 6.

$$\text{LoD} = \frac{3 \times \text{SD}}{\text{SI}} \quad (6)$$

$$\text{LoQ} = \frac{10 \times \text{SD}}{\text{SI}} \quad (7)$$

Keterangan :

SD = Standar Deviasi

SI = Arah garis linear dari kurva kalibrasi antara respon terhadap konsentrasi = slope (persamaan pada garis $y = a + bx$) (Harmita, 2006).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan 1 Februari sampai 26 April 2019 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sarung tangan, penggerus mortar dan alu, spektrofotometri UV-Vis, botol gelap, hotplate, panci, timbangan analitik, kertas saring, lemari asam, dan alat-alat gelas.

Bahan-bahan yang digunakan adalah, larutan baku formaldehida 37%, NaHSO_3 , fuchsin basa, HCl pekat, akuades, ikan asin, dan tahu.

C. Prosedur Kerja

Prosedur kerja yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pembuatan Larutan

a. Penetapan Kadar Larutan Baku Formaldehida

Larutan baku formaldehida (37%) dibuat dengan menimbang 36,9 gram formaldehida dan dimasukkan ke dalam gelas beaker. Ditambahkan 50 mL akuades dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL. Tambah akuades hingga tanda batas, dan homogenkan. Data perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 1.

b. Pembuatan Larutan Induk Formaldehida 1000 ppm

Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm dibuat dari larutan baku formaldehida 37%, dengan mengambil 0,27 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL. Tambahkan akuades sampai tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

c. Pembuatan Larutan Standar Formaldehida

Dibuat Larutan standar formaldehida 50 ppm dari larutan formaldehida 1000 ppm. Larutan diambil sebanyak 2,5 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

Larutan standar formaldehida dibuat dengan variasi konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm dari larutan formaldehida 50 ppm pada labu takar 25 mL. Pengambilan variasi konsentrasi larutan standar formaldehida mengikuti komposisi seperti pada Tabel 2 dan

data perhitungan pengenceran pada Lampiran 1. Larutan ditambahkan akuades, dan dikocok hingga homogen.

Tabel 2. Volume Pengambilan Larutan Standar Formaldehida

Konsentrasi Formaldehida (ppm)	Volume Larutan (mL)
0	0
5	2,5
10	5
15	7,5
20	10
25	12,5

d. Pembuatan Larutan Pereaksi Schiff

Dilarutkan 0,1 gram fuchsin basa dalam 60 mL akuades panas dalam gelas beaker, dan dibiarkan dingin. Ditambahkan 1 mL NaHSO₃ dalam 10 mL akuades, dan 2,5 mL HCl pekat. Diencerkan dengan akuades hingga 100 mL, biarkan satu malam dan disimpan ditempat yang terlindung dari sinar matahari.

e. Penetapan Konsentrasi pada Penambahan Larutan Formaldehida dan Pereaksi Schiff

Dibuat konsentrasi larutan standar formaldehida dengan variasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm masing-masing diambil 5 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan pereaksi Schiff sebanyak 5 mL sehingga konsentrasi larutan standar berubah menjadi 2,5 ppm, 5 ppm, 7,5 ppm, 10 ppm, dan 12,5 ppm. Lihat perubahan warnanya dan foto hasil pengamatan. Data

perhitungan konsentrasi larutan standar formaldehida dan pereaksi Schiff dapat dilihat pada Lampiran 2.

2. Penentuan Panjang Gelombang yang Memberikan Absorbansi Maksimum

Penentuan panjang gelombang yang memberikan absorbansi maksimum dilakukan dengan menggunakan campuran 5 mL larutan standar formaldehida 20 ppm dengan 5 mL pereaksi Schiff. Absorbansi larutan tersebut dengan spektrofotometri UV-Vis, diukur pada panjang gelombang 200 nm sampai 800 nm. Panjang gelombang (λ) yang menghasilkan absorbansi terbesar ditentukan sebagai λ maksimum.

3. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengambil larutan standar formaldehida 5, 10, 15, 20, 25 ppm masing-masing 5 mL. Setiap konsentrasi ditambahkan 5 mL pereaksi Schiff. Data perhitungan konsentrasi formaldehida dan pereaksi Schiff dapat dilihat di Lampiran 2. Larutan diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang λ maksimum, kemudian dibuat kurva kalibrasi hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan.

4. Penyiapan Sampel

Sampel tahu dan ikan asin didapatkan secara acak dari warung sekitar Kampung Baru, Raja Basa Bandar Lampung. Sampel diuji menjadi dua

perlakuan, yakni sampel mentah dan sampel yang telah melalui pemanasan pada suhu 50°C, 75°C, dan 100°C.

a. **Penyiapan Sampel Tahu dan Ikan Asin**

Sampel tahu dan ikan asin mentah masing-masing dihaluskan dan ditimbang sebanyak 10 gram, lalu direndam dalam 100 mL akuades selama 30 menit. Campuran dimasukkan ke dalam botol, dikocok dan dibiarkan beberapa saat. Campuran disaring dengan menggunakan corong dan kertas saring. Filtrat yang didapat ditampung dalam erlenmeyer dan ditambahkan 5 mL pereaksi Schiff, diamati perubahan warna.

b. **Penyiapan Sampel Tahu dengan Pemanasan 50°C, 75°C, dan 100°C**

Disiapkan 3 erlenmeyer ukuran 100 mL, masing-masing dimasukkan sampel tahu halus sebanyak 10 gram. Dimasukkan 5 mL larutan standar formaldehida 20 ppm dan tambahkan 50 mL akuades, kemudian dipanaskan. Sampel dipanaskan dengan suhu 50°C, 75°C, dan 100°C selama 10 menit. Sampel dibiarkan dingin dan disaring. Tambahkan pereaksi Schiff 5 mL dan amati perubahan warna, kemudian hasilnya difoto. Buat dua perlakuan yakni dengan penyaringan dan tanpa penyaringan.

5. Penentuan Waktu Kestabilan Peraksi Schiff dan Formaldehida

Penentuan waktu kestabilan dilakukan dengan mengabsorbansi larutan standar konsentrasi 10 ppm . Diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang λ maksimum per hari sampai didapatkan kondisi

setimbang. Dibuat kurva hubungan antara absorbansi dengan waktu kestabilan.

6. Analisis Sampel dengan Menggunakan Pereaksi Schiff

Masing-masing filtrat sampel yang diperoleh, ditambahkan 5 mL pereaksi Schiff lalu diamati perubahan warna yang terjadi. Hasil yang positif formaldehida ditunjukkan oleh terbentuknya perubahan warna ungu.

7. Analisis Kuantitatif Secara Kolorimetri dengan Pereaksi Schiff

Analisis kuantitatif secara kolorimetri dilakukan dengan mengambil larutan standar formaldehida 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm masing-masing 5 mL. Setiap konsentrasi larutan standar formaldehida ditambahkan 5 mL pereaksi Schiff, sehingga didapatkan konsentrasi larutan 2,5 ppm, 5 ppm, 7,5 ppm, 10 ppm, dan 12,5 ppm. Diamati perubahan masing-masing konsentrasi dan hasilnya dibandingkan dengan tes uji pada sampel.

8. Analisis Kuantitatif dengan Menggunakan Pereaksi Schiff Secara Spektrofotometri UV-Vis

Filtrat sampel tahu dan ikan asin yang telah ditambahkan pereaksi Schiff, diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang λ maksimum.

V. KESIMPULAN

A. Simpulan

Dari hasil pembahasan dan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Pereaksi Schiff dapat digunakan sebagai tes kit untuk analisis kandungan formaldehida pada tahu dan ikan asin dengan memberikan perubahan warna ungu.
2. Pada uji linearitas diperoleh nilai $r = 0,9959$ pada panjang gelombang 560 nm dan sesuai dengan prosedur yang ada.
3. Pada uji presisi didapatkan nilai % RSD = 0,124% untuk 2,5 ppm dan % RSD = 0,07% untuk 10 ppm, sedangkan LoD dan LoQ yang didapatkan adalah 0,01 mg/L dan 0,034 mg/L.
4. Pada uji kestabilan absorbansi mengalami peningkatan setiap harinya dan mencapai absorbansi maksimum pada hari ke lima dan stabil pada hari ke enam.
5. Aplikasi tes kit sampel tahu dan ikan asin positif mengandung formaldehida dengan kadar 92,6 ppm untuk tahu dan 162,6 ppm untuk ikan asin.

B. Saran

Keberadaan formaldehida pada makanan memiliki dampak negatif terhadap kesehatan masyarakat. Untuk selanjutnya, perlu dilakukan pengawasan dan penelitian yang lebih mendalam lagi dengan menggunakan konsentrasi yang lebih kecil dan keakuratan data yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Afrianto dan Liviawati. 1989. *Pengawetan dan Pengolahan Ikan*. Kanisius. Yogyakarta.
- Aghnan. 2016. Bahan Pengawet dan Penyedap dalam Makanan (Boraks, Formalin, dan MSG). <http://aghnan354.wordpress.com/ilmu-pengetahuan/bahan-pengawet-dan-penyedap-dalam-makanan-boraks-formalin-dan-msg/> diakses pada 20 Januari 2019.
- Altshuller, A.P., D.L. Miller., and S.F. Slewa. 1953. Determination Of Formaldehyde in Gas Mixture by The Chromotropic Acid Method. *Analytical Chem.*, **33**: 621-625.
- Association of Official Analytical Chemist (AOAC). 2002. *Official Methods of Analysis of AOAC International 18th Edition*. AOAC International. Gaithersburg.
- Bassett, J., R. C. Denney., G.H. Jeffery., dan J. Mendhom. 1994. *Buku Ajar Vogel; Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Terjemahan oleh A.H. Pudjaatmaka. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- Bianchi, F., Careri, Musci, and Mangia. 2007. Fish And Food Safety: Determination of Formaldehyde In 12 Fish Species by SPME Extraction and GC-MS Analysis. *Journal Food Chem.* **100**:1049-1053.
- Cahyadi. 2009. *Analisis Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Bumi Aksara. Jakarta.
- Cristian, G.D. 1994. *Analytical Chemistry*. Fourth Edition. Jhon Wiley and Sons, Inc. University of Wasington. Hal 676.
- Daintith, J. 2008. *Kamus Lengkap Kimia*. Semarang. Terjemahan S. Achmadi. Halaman 7-8.

- Dewanto, G.R. 2015. *Analisis Kuantitatif Pewarna Eritrosin pada Susu Kedelai yang dijual Toko Tahu di Cibuntu dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak*. (Skripsi). Universitas Islam Bandung. Bandung.
- Dhanianto. 2016. *Validasi Metode Analisis Formalin Secara Spektrofotometri Sinar Tampak dengan Pereaksi Schryver*. (Skripsi). Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta. 89 hlm.
- Dir. Jen. POM. 2003. *Formalin*. Departemen Kesehatan RI. Jakarta.
- Dreisbach, R.1982. *Hand Book Of Poisoning*. University Of Washington. Washington. Terjemahan oleh S. Susanti. Halaman 200-201.
- EFSA. 2006. Use of Formaldehyde as A Preservative During The Manufacture and Preparation of Food Additives. *The European Food Safety Authority Journal*, **415**: 1-10.
- Fauziah. 2005. *Pengelolaan Aman Limbah Layanan Kesehatan*. EGC. Jakarta. Halaman 104.
- Fessenden, R.J., and J.S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik Dasar Edisi Ketiga Jilid 2*. Terjemahan oleh A.H. Pudjaatmaka. Erlangga. Jakarta.
- Ganjar., I. Gholib., dan A. Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Belajar. Yogyakarta. Halaman 51-60.
- Handayani. 2006. *Bahaya Kandungan Formalin pada Makanan*. PT. Astra Internasional. Jakarta.
- Harmita. 2006. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Erlangga. Jakarta.
- IARC. 2006. *IARC Monographs on The Evaluation of Carcinogenic Risks Tohumans: Formaldehyde, 2-Butoxyethanol and 1-tert-Butoxypropan-2-ol Vol. 88*. Lyon . WHO.
- Keusch, P. 2012. Test For Aldehydes-Schiff Reagent. *Journal Chemistry*. **43**: 232-248.
- Lambert and Beer. 1952. *Lambert Beer Law*. Terjemahan Oleh A.S. Kuswan. Erlangga. Jakarta.

- Li J., J. Zhu., and L. Ye. 2007. Determination of Formaldehyde in Squid by High performance Liquid Chromatography. *Asia Pac. J. Clin. Nutr.*, **16**: 127-130.
- Mahdi. 2008. *Mengenal Berbagai Produk Reagen Kit Tester Untuk Uji Formalin, Boraks, Zat Pewarna Berbahaya dan Kandungan Yodium pada Garam Beryodium*. (Skripsi). Universitas Brawijaya. Malang. 81 hlm.
- Marliana. 2008. *Optimasi Pereaksi Schryver Menjadi Kertas Indikator Untuk Identifikasi Makanan*. (Skripsi). Universitas Indonesia. Jakarta. 96 hlm.
- Paris, E. 1989. The Chemistry of The Chromatography Acid Method for The Analysis of Formaldehyde. *Journal Chemistry*. **45**: 140-146.
- Patnaik, P. 1992. *A Comprehensive Guide to The Hazardous Properties of Chemical Substances*. Van Nostrand Reinhold. New York.
- Petrucci, R. 1993. *Kimia Dasar Prinsip dan Terapan Modern Edisi keempat Jilid I*. Erlangga. Jakarta.
- Reynold, J.E. 1982. Martinadale The Extra Pharmacopoeia 28th ed. *The Pharmaceutical Press*. **1**: 563-564.
- Sani. 2006. *Pengolahan Air Limbah Tahu menggunakan Reaktor Anaerob Bersekat dan Aerob*. (Tesis). Program Magister Ilmu Lingkungan. Universitas Diponegoro. Semarang. 85 hlm.
- Saparianto. 2006. *Bahan Tambahan Pangan*. Kanisius. Yogyakarta. Halaman 12-16.
- Saptarini, N.M., Y. Wardati, dan U. Supriatna. 2011. Deteksi Formalin Dalam Tahu di Pasar Tradisional Purwakarta. *Jurnal Penelitian Sains dan Teknologi*. **12**: 37-44.
- Setianingrum. 2016. *Validasi Paper Test Untuk Uji Formalin dengan Pereaksi Schiff*. (Skripsi). Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta. 109 hlm.
- Sihombing, M. 1996. Kandungan Zat Gizi Tahu Yang Direndam Dalam Formalin. *Majalah Kesehatan Masyarakat Indonesia ed.* **24**: 173-174.
- Suhartini dan Hidayat. 2005. *Olahan Ikan Segar*. Trubus Agrisarana. Surabaya.

- Sumaryanto. 2012. Hukum Lambert-Beer. <http://kimiaanalisa.web.id/hukum-Lambert-beer-perhitungan-kuantitatif/> diakses pada tanggal 20 Januari 2019.
- Suryadi, Herman, Hayun, dan Harsono. 2008. Metode Analisis Formalin Berdasarkan Warna dan Spektrofotometri UV-Vis. *Proseeding Kongres Ilmiah ISFI*. **1**: 1-10.
- Suryadi, H., M. Kurniadi., dan Y. Melanie. 2010. Analisis Formalin dalam Sampel Ikan dan Udang Segar dari Pasar Muara Angke. *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian*. **7**: 3.
- Susanti. 2010. *Penetapan Kadar Formaldehida pada Tahu yang Dijual Di Pasar Ciputat dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis Disertai Kolometri Menggunakan Pereaksi Nash*. (Skripsi). Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah. Jakarta. 97 hlm.
- Sutresna. 2012. Struktur Formaldehid dan Sifatnya. <http://ferdideel.wordpress.co./Struktur-formaldehid-dan-sifatnya/> diakses pada 20 Januari 2019.
- Suwahono. 2009. *Analisis Kualitatif Adanya Formaldehid Pada Mie Basah*. (Skripsi). IAIN Walisongo. Semarang. 102 hlm.
- Swinheart, D.F. 1962. The Beer-Lambert Law. *J. Chem. Educ.***1**: 333.
- Underwood, A.L. 1998. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Erlangga. Jakarta.
- Wang S., X. Cui., and G. Fan . 2007. Rapid Determination of Formaldehyde and Sulfur Dioxide in Food products and Chinese Herbals. *Food Chem.* **103**:148-149.
- WHO Environmental Health Criteria. 1989. Formaldehyde. *International Programme on Chemical Safety*. **1**: 18-150.
- Winarno dan Tutik. 1994. *Bahan Tambahan Untuk Makanan dan Kontaminan*. Pustaka Sinar Harapan. Jakarta.
- Windholzand and Susan. 2011. *The Merck Index 11th ed. Merck and co, Inc.* **12**: 414.