

SKRIPSI

**ANALISIS FORMALDEHID PADA IKAN ASIN DI TULUNGAGUNG
DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE**



ALDILA PUTRA TRISNA

**PROGRAM STUDI S1 FARMASI
STIKES KARYA PUTRA BANGSA
TULUNGAGUNG**

2018

SKRIPSI

**ANALISIS FORMALDEHID PADA IKAN ASIN DI
TULUNGAGUNG DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE**

**ALDILA PUTRA TRISNA
1413206002**

**PROGRAM STUDI S I FARMASI
STIKes KARYA PUTRA BANGSA
TULUNGAGUNG**

2018

SKRIPSI

**ANALISIS FORMALDEHID PADA IKAN ASIN DI
TULUNGAGUNG DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE**

**ALDILA PUTRA TRISNA
1413206002**

**PROGRAM STUDI S I FARMASI
STIKes KARYA PUTRA BANGSA
TULUNGAGUNG**

2018

**ANALISIS FORMALDEHID PADA IKAN ASIN DI
TULUNGAGUNG DENGAN METODE DESTILASI DAN
SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE**

SKRIPSI

**Dibuat untuk Memenuhi Syarat Mencapai Gelar Sarjana Farmasi pada
Program Studi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa
2018**

Oleh:

ALDILA PUTRA TRISNA

NIM: 1413206002

**Skripsi ini telah disetujui
Tanggal 31 Juli 2018 oleh:**

Pembimbing Utama,



**Rosalina Djatmika, S.Si., M.Si., M.Sc
NIDN.07.020691.02**

Pembimbing Serta,



**Afidatul Muadifah, M.Si
NIDN.07.080391.02**

**Ketua
STIKes Karya Putra Bangsa**



**dr. Denok Sri Utami, M.H
NIDN. 07.050966.01**

**Ketua Program Studi
S1 Farmasi**



**Tri Anita Sari, S.Farm, Apt
NP. 15.86.01.03**

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Aldila Putra Trisna

NIM : 1413206002

Program Studi : S1 Farmasi

menyatakan bahwa sesungguhnya skripsi yang saya tulis dengan judul:

(ANALISIS FORMALDEHID PADA IKAN ASIN DI TULUNGAGUNG DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE)

adalah benar-benar merupakan hasil karya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini menggunakan data fiktif atau merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Tulungagung, 07 Mei 2018



Aldila Putra Trisna

NIM: 1413206002

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena atas rahmad dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi dengan judul "Analisis Formaldehid Pada Ikan Asin di Tulungagung dengan Metode Spektrofotometri Visible" tepat pada waktunya. Skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa.

Penulisan skripsi ini tidak lepas dari berbagai pihak yang telah membantu dan mendukung. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu dr.Denok Sri Utami selaku Ketua STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung yang telah memberikan motivasi terbaik kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.
2. Ibu Tri Anita Sari, S.Farm.,Apt. selaku Ketua Program Studi Farmasi STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung
3. Ibu Rosalina Djatmika S.Si.,M.Si.,M.Sc selaku pembimbing utama yang telah memberikan ilmu dan bimbingan serta motivasi pada penulis selama penelitian.
4. Ibu Afidatul Muadifah S.Si.,M.Sc selaku pembimbing serta yang telah memberikan semangat, ilmu, dan bimbingan pada penulis selama penelitian.
5. Seluruh dosen, staff, karyawan Program Studi Farmasi STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung
6. Bu Retno, Bu Dyah, Bu Reni selaku asisten laboratorium di STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung yang telah banyak memberikan bantuan kepada penulis saat penelitian berlangsung.
7. Kedua orang tua, Ibu Sri Wahyuni dan Ayah Sutris, serta Kakakku Rendi Y.P yang telah memberikan kasih sayang, do'a dan dukungan baik moril serta materil.

8. Teman-teman Farmasi Angkatan 2014 terima kasih atas ilmu, dukungan, saran serta kritik kepada penulis.
9. Teman D3 Ahli Teknologi Laboratorium Medis Angkatan 2014 terima kasih atas ilmu, saran, dan motivasi kepada penulis.
10. Fahima Ariani, Narulita E.P yang telah banyak membant dan memberikan semangat.
11. Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu, membantu dalam penyusunan skripsi.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharap kritik dan saran yang bersifat membangun, demitercapai kesempurnaan skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap penelitian ini semoga bermanfaat bagi kalangan akademis, masyarakat dan perkembangan ilmu pengetahuan.

Tulungagung, 07 Juni 2017

Penulis

RINGKASAN

ANALISIS FORMALDEHID PADA IKAN ASIN DI TULUNGAGUNG DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

Formaldehid adalah bahan tambahan kimia yang berbahaya bagi kesehatan manusia. Formaldehid sebagai pengawet makanan yang dilarang penggunaannya sebab tidak diperkenankan ada dalam makanan maupun minuman, karena dalam jangka panjang dapat memicu perkembangan sel-sel kanker. Ikan merupakan bahan pangan yang mudah membusuk, sehingga pedagang menambahkan formaldehid untuk pengawet agar bertahan beberapa hari. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum formaldehid dengan metode spektrofotometri visible dan mengetahui kadar formaldehid yang terkandung pada ikan asin di Tulungagung. Adanya formaldehid dalam ikan asin diidentifikasi secara kualitatif menggunakan kulit buah naga dan KMnO_4 , serta kuantitatif menggunakan spektrofotometri visible. Teknik pengambilan sampel secara acak (random) yang diambil dari 3 pasar daerah Tulungagung. Berdasarkan sampel ikan asin yang didapat, dilakukan pengujian. Diperoleh hasil optimasi panjang gelombang optimum adalah 530nm, jenis pelarut yang paling optimum adalah aquadest. Selanjutnya, dilakukan validasi metode yang mencakup uji linieritas, uji akurasi, dan presisi. Pada uji linieritas menunjukkan persamaan regresi dari formaldehid $y = 0,1242 + 0,0088x$ dengan nilai koefisien korelasi (R^2) 0,9865, %recovery adalah 117,9%, **Relative Standard Deviation (RSD) adalah 2,218%**. Pada analisa kualitatif, dari 6 sampel, semua sampel positif mengandung formaldehid dan untuk analisa kuantitatif menggunakan spektrofotometri visible sampel mengandung formaldehid dengan kadar $90,54 \pm 1,583\text{ppm}$.

Kata kunci : *Formaldehid, Spektrofotometri Visible, Ikan Asin, Buah Naga, KMnO_4*

ABSTRACT

ANALYSIS OF FORMALDEHID IN SALTY FISH IN TULUNGAGUNG USING SPECTTROPHOTOMETRY VISIBLE METHOD

Formaldehyde is a chemical additive that is harmful to human health. Formaldehyde as a food preservative forbidden because it is not allowed in food or drink, because in the long term can lead to the development of cancer cells. Fish is a perishable food item, so that traders add formaldehyde to preservatives in order to survive a few days. The purpose of this study was to determine the optimum condition of visible spectrophotometry method and to know the concentration of formaldehyde contained in salted fish sold at Tulungagung. The presence of formaldehyde in salted fish identified qualitatively using dragon fruit peel and KMnO_4 , and quantitatively using visible spektrofotometri method. Random sampling taken from Tulungagung 3 regional market.. Based on samples obtained salted fish, sample was optimized. Optimization results obtained optimum wavelength is 530 nm, and optimum solvent type is aquadest. Furthermore, the result of validation of analytical method obtained in linearity test showed regression equation from formaldehyde $y = 0.1242 + 0,0088x$ with coefficient of correlation value (R^2) 0.9865, %recovery is 117.9%, *Relative Standard Deviasion (RSD)* is 2.218%. In a qualitative analysis, 6 samples was positive containing formaldehyde and for quantitative analysis using visible spectrophotometric, samples containing formaldehyde with levels of 90.54 ± 1.583 ppm.

Keywords : *Formaldehyde, Spectrofotometry Visible, Dragon Fruits, KMnO_4*

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
KATA PENGANTAR	v
RINGKASAN	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Bahan Tambahan Pangan (BTP)	5
2.2 Bahan Pengawet	5
2.2.1 Bahan Pengawet Organik	5
2.2.2 Bahan Pengawet Anorganik	5
2.3 Formaldehid.....	6
2.3.1 Fungsi Formaldehid.....	7

2.3.2 Gangguan Kesehatan Karena Penggunaan	
Formaldehid	7
2.4 Bahan Pelarut	8
2.5 Ikan Asin	8
2.5.1 Pengawetan Ikan Asin	9
2.5.2 Ciri – ciri Ikan Asin Yang Mengandung	
Formaldehid	9
2.6 Metode Preparasi Sampel	10
2.7 Destilasi	10
2.7.1 Macam-macam destilasi	10
2.8 Analisa Kualitatif Formaldehid	11
2.8.1 Kulit Buah Naga	11
2.8.2 Kalium Permanganat (KMnO ₄)	12
2.9 Analisa Kuantitatif Formaldehid	13
2.9.1 Spektrofotometri	13
2.10 Validasi Metode Analisis	14
2.10.1 Linieritas	14
2.10.2 LOD dan LOQ	15
2.10.3 Akurasi (Kecermatan)	15
2.9.4 Presisi	15
BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Bahan	17
3.2 Alat	17
3.3 Sampel	17
3.4 Variabel Penelitian	17

3.4.1 Variabel Bebas.....	17
3.4.2 Variabel Terikat.....	17
3.4.3 Variabel Terkendali.....	18
3.5 Metode Penelitian.....	18
3.5.1 Preparasi Sampel.....	18
3.5.2 Optimasi Jenis Pelarut.....	19
3.5.3 Validasi Metode.....	20
3.5.4 Analisis Kualitatif Formaldehid.....	21
3.5.5 Analisa Kuantitatif Formaldehid.....	22
3.6 Kerangka Penelitian.....	24
3.6 Jadwal Penelitian.....	25
BAB IV HASIL PENELITIAN.....	26
4.1 Optimasi.....	26
4.2 Validasi Metode Analisis.....	27
4.3 Analisa kualitatif formaldehid.....	30
4.4 Analisa Kuantitatif Menggunakan Spektrofotometer visible....	32
BAB V PEMBAHASAN.....	33
5.1 Preparasi Sampel.....	33
5.2 Penentuan Kondisi Optimum.....	34
5.3 Validasi Metode Analisis.....	35
5.4 Analisa Kualitatif Formaldehid.....	37
5.5 Analisa Kuantitatif Formaldehid.....	38
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....	49
DAFTAR PUSTAKA.....	40
LAMPIRAN.....	44

DAFTAR TABEL

Tabel	Hal
II.1 Formaldehid.....	6
II.2 Kalium Permanganat.....	12
II.3 Hubungan antara warna dengan panjang gelombang sinar tampak.	14
IV.1 Data absorbans pada masing-masing gelombang.....	26
IV.2 Data nilai pada masing-masing pelarut.....	27
IV.3 Nilai Absorbansi Larutan Standart Formaldehid.....	28
IV.4 Data hasil uji Akurasi.....	29
IV.5 Data hasil uji presisi.....	29
IV.6 Hasil Uji Dengan Kulit Buah Naga.....	31
IV.7 Hasil Uji dengan KMnO_4	32
IV.8 Data hasil uji formaldehid menggunakan spektrofotometer visible.....	32

DAFTAR GAMBAR

Gambar

Hal

4.1 Grafik Kurva Standart Formaldehid	28
4.2 Sampel ikan asin sebelum ditetesi dengan larutan kulit buah naga	30
4.3 Sampel ikan asin setelah ditetesi dengan larutan kulit buah naga	30
4.4 Sampel ikan asin sebelum ditetesi dengan larutan KMnO ₄	31
4.5 Sampel ikan asin setelah ditetesi dengan larutan KMnO ₄	31
5.1 Reaksi formaldehid dengan asam kromatofat	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Hal
L.1 Dokumentasi	42
L.2 Pembuatan larutan	45
L.3 Prosedur kerja	47
L.4 Perhitungan	53

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan Tambahan Pangan (BTP), adalah bahan yang ditambahkan ke dalam makanan untuk mempengaruhi sifat atau bentuk makanan. BTP tidak dimaksudkan untuk dikonsumsi secara langsung dan/atau tidak diperlakukan sebagai bahan baku makanan. BTP tidak termasuk cemaran atau bahan yang ditambahkan ke dalam makanan untuk mempertahankan atau meningkatkan nilai gizi (BPOM RI, 2013). Penggunaan BTPdilarang jika bertujuan untuk menutupi mutu yang rendah serta menyembunyikan cara pengolahan yang tidak baik (Khaira, 2015).

Formaldehid adalah larutan yang tidak berwarna dan baunya sangat menusuk. Di dalam formaldehid terkandung sekitar 37 persen formaldehid dalam air (Khaira, 2015). Formaldehid merupakan campuran dari larutan jenuh (saturated solution) formaldehid, metanol dan air dengan perbandingan 37 % : 15 % : 48 %, sehingga formaldehid yang beredar di pasaran adalah formaldehid dengan kadar formaldehid 37% (BPOM RI, 2005). Menurut Peraturan Menteri Kesehatan No. 1168/Menkes/PER/X/1999, Formaldehid merupakan bahan tambahan pangan yang penggunaannya dilarang dalam makanan. Penggunaan formaldehid pada makanan tidak diperbolehkan karena dapat menyebabkan keracunan pada tubuh manusia. Formaldehid pada dosis rendah dapat menyebabkan sakit perut akut disertai muntah-muntah, timbulnya depresi susunan syaraf serta terganggunya peredaran darah. Pada dosis tinggi, formaldehid dapat menyebabkan diare berdarah, kencing darah, muntah darah dan akhirnya menyebabkan kematian (Niswah, dkk., 2016). Dalam bahan makanan formaldehid banyak digunakan sebagai pengawet karena harganya yang murah sehingga dapat menekan biaya produksi, dapat membuat kenyal, utuh, tidak rusak, praktis dan efektif mengawetkan makanan (Suryadi dkk., 2010).

Ikan merupakan salah satu sumber protein hewani yang banyak dikonsumsi masyarakat, mudah didapat, dan harganya murah. Salah satu produk olahan ikan yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia adalah ikan asin. Ikan asin merupakan salah satu jenis makanan yang melewati proses pengawetan. Alasan masyarakat mengonsumsi ikan asin adalah harganya terjangkau, lebih awet atau tahan lama, mudah didapat dan kandungan gizi yang cukup baik, yaitu dalam 100 gr mengandung energi sebesar 198 kkal, protein 42% dan lemak 1,50 %, kalsium dan fosfor. Selain itu, ikan asin memiliki rasa dan aroma yang khas (Niswah dkk., 2016).

Meskipun ikan asin sangat memasyarakat, ternyata pengetahuan masyarakat mengenai ikan asin yang aman dan baik untuk dikonsumsi masih kurang. Ikan asin yang mengandung formaldehid masih banyak beredar dan dikonsumsi, padahal dampaknya sangat merugikan kesehatan. Hasil penelitian Niswah dkk (2016) tentang uji kandungan formaldehid pada ikan asin di pasar km 5 Palembang menunjukkan hasil, bahwa 8 dari 25 sampel ikan asin positif mengandung formaldehid dengan kadar berkisar antara 0,001 ppm hingga 0,006 ppm. Penelitian lain menunjukkan bahwa 7 dari 9 sampel ikan asin di beberapa pasar tradisional kota Kendari positif mengandung formaldehid dengan kadar berkisar antara 15.8 mg/g hingga 27 mg/g (Mirna dkk., 2016).

Penyalahgunaan formaldehid tersebut mengisyaratkan perlunya analisis formaldehid dalam makanan yang beredar di pasaran. Sampel makanan yang akan dianalisis harus melalui proses preparasi. Sampel yang dapat digunakan adalah dengan destilasi uap. Destilasi uap merupakan suatu proses pemisahan yang umumnya dilakukan untuk bahan yang sangat sensitive terhadap suhu, seperti senyawa alam aromatik. Destilasi uap diperlukan untuk menjaga senyawa formaldehid agar tidak rusak, karena formaldehid merupakan senyawa yang berbentuk gas dan bersifat sangat volatil atau mudah menguap juga memiliki titik didih dibawah 100°C yaitu 96°C (Susanti, 2010). Keunggulan dari destilasi uap yaitu dapat menghasilkan rendemen lebih banyak dibandingkan dengan menggunakan destilasi air (Santoso dkk., 2014). Menurut Farmakope Indonesia (1979), analisa kuantitatif formaldehid dapat dilakukan dengan metode titrasi

volumetri. Metode titrasi volumetri merupakan metode yang mudah dilakukan, praktis dan ekonomis, akan tetapi metode ini memiliki sensitivitas dan selektivitas yang kurang baik (Kuswan, 2011). Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan metode spektrofotometri. Metode spektrofotometri memiliki beberapa keuntungan, yaitu mempunyai sensitifitas yang tinggi, cara pengerjaan sederhana, cepat dan biaya relatif murah (Sudjarwo dkk., 2013). Sebagaimana telah dilakukan penelitian oleh Sudjarwo dkk. (2013) validasi metode Spektrofotometri pada penetapan kadar formaldehid dalam ayam potong, menghasilkan persamaan regresi $y = 0,5233x + 0,0397$ dan $r = 0,9998$; LOD = 0,0058 ppm; LOQ = 0,0192 ppm; presisi = 0,4039%; akurasi diperoleh (%) recovery sebesar $(87,3930 \pm 1,2408)\%$. Berdasarkan hasil validasi metode tersebut, metode ini dapat di diterapkan pada identifikasi formaldehid di dalam ikan asin yang beredar di pasaran.

Berdasarkan uraian latar belakang di atas maka perlu dilakukan pengujian atau analisis formaldehid terhadap bahan makanankhususnya ikan asin dengan menggunakan metode preparasi destilasi dan metode analisis spektrofotometri uv-vis. Hal ini penting dilakukan untuk memberi informasi kepada masyarakat tentang bahaya dan adanya kandungan formaldehid di ikan asin.

1.2 Rumusan Masalah

Sesuai dengan latar belakang yang telah dikemukakan di atas, maka yang menjadi permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimanakah kondisi optimum metode spektrofotometri visible untuk analilis formaldehid pada ikan asin di Tulungagung ?
2. Berapakah kadar formaldehid pada ikan asin di Tulungagung yang dianalisa menggunakan metode spektrofotometri visible?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk memberi informasi kepada civitas akademika mengenai kondisi optimum metode spektrofotometri visible dalam analisis formaldehid pada ikan asin di Tulungagung.
2. Untuk memberi informasi kepada civitas akademika mengenai kadar formaldehid yang terkandung pada ikan asin di Tulungagung yang dianalisa menggunakan metode spektrofotometri visible

1.4 Manfaat

1. Agar masyarakat lebih hati-hati dalam memilih produk pangan yang akan di konsumsi
2. Agar masyarakat dan penjual bisa mendapat pemahaman tentang formaldehid dan bahaya yang ditimbulkan

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Tambahan Pangan (BTP)

Bahan Tambahan Pangan (BTP) adalah bahan yang ditambahkan ke dalam pangan untuk mempengaruhi sifat atau bentuk pangan. BTP tidak dimaksudkan untuk dikonsumsi secara langsung dan/atau tidak diperlakukan sebagai bahan baku pangan. BTP tidak termasuk cemaran atau bahan yang ditambahkan ke dalam pangan untuk mempertahankan atau meningkatkan nilai gizi (BPOM RI, 2013).

BTP dapat mempunyai atau tidak mempunyai nilai gizi, yang sengaja ditambahkan ke dalam pangan untuk tujuan teknologis pada pembuatan, pengolahan, perlakuan, pengepakan, pengemasan, penyimpanan dan/atau pengangkutan pangan untuk menghasilkan atau diharapkan menghasilkan suatu komponen atau mempengaruhi sifat pangan tersebut, baik secara langsung atau tidak langsung (BPOM RI, 2013).

2.2 Bahan Pengawet

Pengawet (*Preservative*) adalah bahan tambahan pangan untuk mencegah atau menghambat fermentasi, pengasaman, penguraian, dan perusakan lainnya terhadap pangan yang disebabkan oleh mikroorganisme (BPOM RI, 2013).

3.2.1 Bahan Pengawet Organik

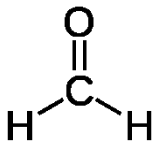
Bahan pengawet organik adalah pengawet yang dapat ditemukan di alam yang lebih mudah dibuat dan dapat terdegradasi sehingga mudah diekskresikan. Bahan pengawet organik yang sering digunakan adalah asam borat, asam propionate dan asam benzoate (Abdul dan Sumantri, 2007).

3.2.2 Bahan Pengawet Anorganik

Bahan pengawet anorganik pengawet yang dibuat dari bahan kimia. Bahan anorganik yang sering ditambahkan dalam makanan adalah nitrit dan sulfite (Abdul dan Sumantri, 2007).

2.3 Formaldehid

Tabel II.1 Formaldehid(BPOM RI, 2017)

Nama	: Formaldehida
Sinonim dan nama dagang	: Oxomethane; methylene oiye; formic aldehyde; methyl aldehyde; formaldehid ; Formol; Morbucid; Veracur.
Struktur kimia	: 
Rumus Molekul	: CH ₂ O
Massa Molekul	: 30,03 Dalton
Keadaan fisik	: Larutan jernih, tidak berwarna, berbau tajam dan menimbulkan nafas tercekik
Penyimpanan	: Simpan dalam kemasan tertutup rapat dan hanya dalam wadah asli serta jauhkan dari nyala api atau permukaan yang panas. Simpan dalam ruangan yang dingin dan berventilasi baik. Pisahkan dari bahan yang tidak boleh dicampurkan
Stabilitas	: Dalam bentuk gas kering, formaldehida monomer anhidrat, relatif stabil pada suhu 80-100°C, tetapi pada suhu lebih rendah mudah mengalami polimerisasi. Jika terdapat udara, uap formaldehida teroksidasi menjadi asam formiat. Dalam penyimpanan, terutama jika dingin, mungkin menjadi keruh. Jika menguap pada suhu rendah sebagian uap berubah menjadi trioksimetilen. Sensitif terhadap sinar. Dengan adanya air dalam jumlah sedikit, gas formaldehida secara lambat mengalami trimerase menjadi metaformaldehida.
Titik Didih	101°C

Inkompatibilitas : Tidak boleh dicampurkan (*incompatible*) dengan asam, basa, bahan pereduksi, logam, garam-garam logam, halogen, bahan mudah terbakar, peroksida, bahan pengoksidasi, halokarbon dan karbida logam.

2.3.1 Fungsi Formaldehid

Formaldehid digunakan sebagai desinfektan, cairan pembalsam, deodoran, fiksasi jaringan tubuh. Sebagai desinfektan, sering digunakan untuk membersihkan lantai, kapal, gudang, alat/instrumen serta pakaian. Digunakan sebagai germisida dan fungisida untuk pertanian. Juga digunakan dalam pembuatan alat pembasmi serangga lainnya, pembuatan damarfenol, ester selulosa dan sutra buatan, zat warna, senyawa organik, cermin, kaca, peledak dan untuk memperbaiki daya rekat zat pewarna pada benang serat. Dalam fotografi digunakan untuk memperkeras gelatin (BPOM RI, 2017).

2.3.2 Gangguan Kesehatan Karena Penggunaan Formaldehid

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan No. 1168/Menkes/PER/X/1999, Formaldehid merupakan bahan tambahan pangan yang penggunaannya dilarang dalam makanan. Penggunaan formaldehid pada makanan tidak diperbolehkan karena dapat menyebabkan keracunan pada tubuh manusia. Paparan formaldehid melalui saluran pencernaan dapat mengakibatkan luka korosif terhadap selaput lendir saluran pencernaan disertai mual, muntah, rasa perih yang hebat dan perforasi lambung. Efek sistemik dapat berupa depresi susunan syaraf pusat, koma, kejang, albuminaria, terdapatnya sel darah merah di urine (hematuria) dan asidosis metabolik. Formaldehid dapat mematikan sisi aktif dari protein- protein vital dalam tubuh, maka molekul-molekul itu akan kehilangan fungsi dalam metabolisme. Akibatnya fungsi sel akan terhenti (BPOM RI, 2009).

Formaldehid dalam jaringan tubuh sebagian besar akan dimetabolisir kurang dari 2 menit oleh enzim formaldehid dehidrogenase menjadi asam format yang kemudian diekskresikan tubuh melalui urin dan sebagian dirubah menjadi CO₂ yang dibuang melalui nafas. Fraksi formaldehid yang tidak mengalami metabolisme akan terikat secara stabil dengan makromolekul seluler protein DNA

yang dapat berupa ikatan silang (*cross-linked*). Ikatan silang formaldehid dengan DNA dan protein ini diduga bertanggungjawab atas terjadinya kekacauan informasi genetik dan konsekuensi lebih lanjut seperti terjadi mutasi genetik dan sel kanker. Bila gen-gen rusak itu diwariskan, maka akan terlahir generasi dengan cacat gen. Dalam pada itu, *International Agency Research on Cancer (IARC)* mengklasifikasikannya sebagai karsinogenik golongan 1 (cukup bukti sebagai karsinogen pada manusia), khususnya pada saluran pernafasan (BPOM RI, 2009).

2.4 Bahan Pelarut

2.4.1 Aquadest

Aquadest merupakan air hasil dari destilasi atau penyulingan, dapat disebut juga air murni (H₂O). karena H₂O hampir tidak mengandung mineral. Sedangkan air mineral merupakan pelarut yang universal (Santosa, 2011). Titik didih aquadest 100°C

2.4.2 Aseton

Aseton CH₃COCH₃ merupakan salah satu senyawa alifatik keton yang sangat penting. Penggunaan yang bersifat komersial adalah penggunaan sebagai senyawa intermediet dalam pembuatan methyl methacrylate bisphenol A, diaseton alcohol dan produk dan produk lain. Titik didih aseton 56,29°C (Johanna Lianna dan Lusiana Silalahi, 2012)

2.4.3 Etanol

Etanol merupakan salah satu sumber energi alternatif yang dapat dijadikan sebagai energi alternatif dari bahan bakar nabati (BBN). Etanol mempunyai beberapa kelebihan dari pada bahan bakar lain seperti premium antara lain sifat etanol yang dapat diperbaharui, menghasilkan gas buangan yang ramah lingkungan karena gas CO₂ yang dihasilkan rendah (Jeon, 2007). Titik didih etanol pada tekanan atmosfer adalah 78.32 °C. Indeks bias dan viskositas pada temperatur 20°C adalah 1.36143 dan 1.17 cP (Kirk and Othmer, 1965).

2.5 Ikan Asin

Ikan asin atau ikan kering merupakan hasil proses penggaraman dan pengeringan. Ikan ini mempunyai kadar air rendah karena penyerapan oleh garam dan penguapan oleh panas. Rasa dagingnya asin, tetapi dapat pula dibuat

rasa tawar. Beberapa jenis ikan yang biasanya diawetkan menjadi ikan asin atau ikan kering adalah ikan kakap, tenggiri, tongkol, kembung, layang, teri, petek, mujair, dan lainlain. Daerah istimewa Aceh dikenal sebagai produsen utama ikan asin yang disebutkan kayu. Bahan bakunya ikan tongkol. Jenis ikan awet ini dapat disimpan selama beberapa bulan bahkan beberapa tahun (Antoni, 2010)

2.5.1 Pengawetan Ikan Asin

Penggaraman merupakan proses pengawetan yang menggunakan garam sebagai pengawet, baik yang berbentuk kristal maupun larutan. Selama proses penggaraman, terjadi penetrasi garam ke dalam tubuh ikan dan keluarnya cairan dari tubuh ikan karena perbedaan konsentrasi. Proses itu mengakibatkan pengentalan cairan tubuh yang masih tersisa dan menggumpalkan protein (denaturasi) serta pengerutan sel-sel tubuh ikan sehingga sifat dagingnya berubah. Biasanya penggaraman akan dilanjutkan dengan proses pengeringan, hasilnya berupa ikan kering asin. Proses pengeringan bertujuan untuk meningkatkan daya awet ikan sehingga dapat disimpan cukup lama dan layak untuk dikonsumsi (Yusra, 2017).

2.5.2 Ciri-Ciri Ikan Yang Mengandung Formaldehid

Ciri-ciri ikan segar yang mengandung formaldehid adalah tidak rusak sampai 3 hari pada suhu kamar (25°C), warna insang merah tua dan tidak cemerlang bukan merah segar, warna daging ikan putih bersih, sisik-sisiknya mengkilat dan dagingnya kenyal. Sedangkan ciri-ciri ikan asin yang mengandung formaldehid adalah tidak rusak sampai lebih dari 1 bulan pada suhu kamar (25°C), bersih cerah, tidak berbau khas kan asin dan tidak ada lalat yang hinggap (Antoni, 2010).

2.6 Metode Preparasi Sampel

Dalam metode analisis, preparasi sampel merupakan tahap yang sangat penting, yang akan mempengaruhi kevalidan dan ketepatan hasil, serta menentukan waktu dan biaya analisis. Selama ini preparasi sampel untuk mengekstrak analat umumnya dilakukan dengan ekstraksi cair-cair, dilanjutkan dengan proses pemurnian menggunakan kolom kromatografi dan pemekatan dengan penguapan. Cara ini memerlukan pelarut yang cukup banyak (sekitar 200

ml atau lebih), waktu ekstraksi yang lama sehingga relatif mahal dan berpotensi menimbulkan pencemaran pula. Tahap preparasi yang panjang menimbulkan kemungkinan kesalahan yang besar dan hilangnya senyawa volatil yang dianalisis. Teknik Solid Phase Extraction, SPE, telah dikembangkan untuk mengatasi masalah tersebut, namun SPE memerlukan sampel dalam jumlah yang cukup besar dan masih memerlukan penguapan sehingga kemungkinan hilangnya senyawa volatil cukup besar (Rinawati, 2008).

2.7 Destilasi

Destilasi adalah proses penguapan parsial, dengan adanya titik didih non-volatile dan tinggi memisahkan agen massa yang biasanya disebut entrainer atau memisahkan agen, yang ditambahkan ke dalam campuran azeotropik untuk mengubah volatilitas relatif dari komponen kunci tanpa pembentukan azeotrop tambahan (A. M. Uyazán, 2008)

2.7.1 Macam-macam destilasi (K. B. A. Walangare, 2013)

1. Destilasi Sederhana

Destilasi sederhana atau destilasi biasa adalah teknik pemisahan kimia untuk memisahkan dua atau lebih komponen yang memiliki perbedaan titik didih yang jauh. Suatu campuran dapat dipisahkan dengan destilasi biasa ini untuk memperoleh senyawa murni. Senyawa yang terdapat dalam campuran akan menguap saat mencapai titik didih masing-masing.

2. Destilasi Fraksionasi (Bertingkat)

Sama prinsipnya dengan destilasi sederhana, hanya destilasi bertingkat ini memiliki rangkaian alat kondensor yang lebih baik, sehingga mampu memisahkan dua komponen yang memiliki perbedaan titik didih yang berdekatan. Untuk memisahkan dua jenis cairan yang sama mudah menguap dapat dilakukan dengan destilasi bertingkat. Destilasi bertingkat adalah suatu proses destilasi berulang. Proses berulang ini terjadi pada kolom fraksional. Kolom fraksional terdiri atas beberapa plat dimana pada setiap plat terjadi pengembunan. Uap yang naik plat yang lebih tinggi lebih banyak mengandung cairan yang lebih atsiri (mudah menguap) sedangkan cairan yang kurang atsiri lebih banyak kondensat.

3. Destilasi Azeotrop

Memisahkan campuran azeotrop (campuran dua atau lebih komponen yang sulit di pisahkan), biasanya dalam prosesnya digunakan senyawa lain yang dapat memecah ikatan azeotroptersebut atau dengan menggunakan tekanan tinggi.

4. Destilasi Uap

Untuk memurnikan zat / senyawa cair yang tidak larut dalam air, dan titik didihnya cukup tinggi, sedangkan sebelum zat cair tersebut mencapai titik didihnya, zat cair sudah terurai, teroksidasi atau mengalami reaksi pengubahan (*rearrangement*), maka zat cair tersebut tidak dapat dimurnikan secara destilasi sederhana atau destilasi bertingkat, melainkan harus didestilasi dengan destilasi uap.

5. Destilasi Vakum

Memisahkan dua komponen yang titik didihnya sangat tinggi, metode yang digunakan adalah dengan menurunkan tekanan permukaan lebih rendah dari 1 atm, sehingga titik didihnya juga menjadi rendah, dalam prosesnya suhu yang digunakan untuk mendistilasinya tidak perlu terlalu tinggi.

2.8 Analisa Kualitatif Formaldehid

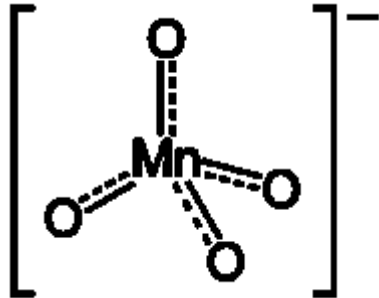
Analisis kualitatif formaldehid dapat dilakukan untuk menyatakan ada tidaknya formaldehid dalam suatu bahan yang diuji dengan cara menambahkan pereaksi kimia (reagen) tertentu pada bahan yang diduga mengandung formaldehid sehingga dihasilkan suatu perubahan warna yang khas (Widyaningsih dan Murtini, 2006).

2.8.1 Kulit Buah Naga

Bagian dari buah naga 30 - 35% merupakan kulit buah namun seringkali hanya dibuang sebagai sampah, kulit buah naga banyak mengandung antosianin sebagai zat pewarna alami, antosianin merupakan zat warna yang terdapat pada tumbuhan yang berperan memberikan warna merah pada buah naga yang berpotensi menjadi pewarna alami untuk pangan dan dapat dijadikan alternatif pengganti pewarna sintetis yang lebih aman bagi kesehatan (Rahmawati, 2012).

2.8.2 Kalium Permanganat (KMnO₄)

Tabel II.2 Kalium Permanganat (KMnO₄)

Nama	: Kalium permanganat
Sinonim	: Potassium Permanganate, Kalii permanganas
Struktur kimia	: 
Rumus Molekul	: KMnO ₄
Massa Molekul	: 158,03 g / mol
Kemurnian	: Kalium permanganat mengandung tidak kurang dari 99,0 % KMnO ₄ , dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan.
Pemerian	: Hablur mengkilap, ungu tua atau hampir hitam, tidak berbau, rasa manis, atau sepat.
Kelarutan	: Larut dalam 16 bagian air, mudah larut dalam air mendidih.
Inkompatibilitas	: Sangat reaktif dengan bahan organik, logam, asam. Reaktif dengan agen pereduksi, bahan mudah terbakar.
Penyimpanan	: Wadah tertutup baik.

Penambahan KMnO₄ pada uji kualitatif formaldehid berfungsi untuk mengoksidasi formaldehid dalam formaldehid, yang ditandai dengan hilangnya warna merah muda menjadi tidak berwarna (bening) dengan waktu yang cepat (kurang lebih 30 menit). Fessenden & Fessenden (1997) menyatakan semua adehid dapat teroksidasi menjadi asam karboksilat dengan pereaksi KmnO₄.

Hilangnya warna merah muda pada sampel mengindikasikan sampel positif mengandung formaldehid (Sikanna, 2016).

2.9 Analisa Kuantitatif Formaldehid

Analisa kuantitatif digunakan untuk menetapkan kadar suatu senyawa dalam sampel atau menetapkan banyaknya suatu zat tertentu yang ada dalam sampel.

2.9.1 Spektrofotometri

Spektrofotometri merupakan suatu metoda analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor fototube. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri. Jangkauan panjang gelombang untuk daerah ultraviolet adalah 190 – 380 nm, daerah cahaya tampak 380 – 780 nm, daerah infra merah dekat 780 – 3000 nm dan daerah infra merah 2,5 – 40 μm (Rohman dan Sumantri, 2007).

Metode spektrofotometri adalah metode yang sering digunakan untuk mengetahui kadar formaldehid dalam sampel. Prinsip metode spektrofotometri didasarkan 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 (Rohman dan Sumantri, 2007). Zat yang dapat dianalisis dengan spektrofotometri yaitu zat dalam bentuk larutan dan zat yang tidak tampak berwarna maupun berwarna. Terdapat beberapa istilah yang biasa digunakan yaitu geseran batokromat dan geseran hipsokromat. Geseran batokromat atau geseran batokromik (*Bathochromic shift*) atau geseran merah, yakni geseran atau perubahan λ_{maks} ke arah yang lebih besar. Penyebab terjadinya peristiwa ini adalah adanya perubahan struktur, misalnya adanya auksokrom atau adanya

pergantian pelarut. Geseran hipsokromat (*Hypsochromic shift*) atau pergeseran hipsokromik atau pergeseran biru, yakni geseran atau perubahan λ_{maks} ke arah yang lebih kecil. Munculnya gejala ini juga sering disebabkan oleh adanya penghilangan auksokrom atau oleh adanya pergantian pelarut.

Warna sinar tampak dapat dihubungkan dengan panjang gelombang. Sinar pada panjang gelombang tunggal dapat dipilih dari sinar putih karena sinar putih mengandung radiasi dari semua panjang gelombang. Hubungan antara warna dengan panjang gelombang dapat dilihat pada tabel II.1. Warna komplementer bermakna, jika salah satu komponen komponen warna putih dihilangkan (biasanya dengan absorpsi) maka sinar yang dihasilkan akan nampak sebagai komplemen warna yang diserap. Misalnya, jika warna ungu lembayung dihilangkan dari sinar putih tersebut maka radiasi yang dihasilkan adalah warna hijau kekuningan (Gandjar dan Rohman, 2007).

Tabel II.3 Hubungan antara warna dengan panjang gelombang sinar tampak (Gandjar dan Rohman, 2007)

Warna yang diabsorpsi	Panjang gelombang (nm)	Warna yang diamati/warna komplementer
Ungu (lembayung)	400 – 435	Hijau kekuningan
Biru	450 – 480	Kuning
Biru kehijauan	480 – 490	Oranye
Hijau kebiruan	490 – 500	Merah
Hijau	500 – 560	Merah anggur
Hijau kekuningan	560 – 580	Ungu (lembayung)
Kuning	580 – 595	Biru
Oranye	595 – 610	Biru kekuningan
Merah	610 – 750	Hijau kebiruan

2.10 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. (Harmita, 2006)

2.10.1 Linieritas

Linieritas merupakan parameter yang dipakai untuk melihat respon metode terhadap perubahan jumlah sampel. Pada parameter ini akan terlihat apakah dengan kenaikan jumlah sampel akan menaikkan respon (respon bisa dalam bentuk absorbansi, volume titran atau peak area) Pengerjaan parameter ini, dengan membuat sejumlah sampel range kadarnya antara 70 % - 130 %. Data kadar kemudian diolah dengan menggunakan *Linier Regresion* (LR) antara kadar terhitung dengan volume titran/absorbansi. Kemudian hitung nilai r nya. Kriteria keberterimaannya adalah jika $r > 0,98$ (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.10.2 LOD dan LOQ

Batas deteksi merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas deteksi dinyatakan dalam kondisi analit (persen bagian per miliar) dalam sampel.(Wardani, 2012)

Batas kuantisasi merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih memenuhi kriteria cermat dan seksama dan dapat dikualifikasi dengan akurasi dan presisi yang baik. Batas kuantisasi adalah nilai parameter penentuan kuantitatif senyawa yang terdapat dalam konsentrasi rendah dalam matriks.(Wardani, 2012)

$$\text{LOD (Limit Of Detection)} = LOD = \frac{3xSD}{Slope}$$

$$\text{LOQ (Limit Of Quantition)} = LOQ = \frac{10xSD}{Slope}$$

Dimana, SD= Standart Deviasi (Simpangan Baku) dari blanko contoh memberikan nilai deviasi standar yang tidak sama dengan nol.

2.10.3 Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil uji antara hasil yang diperoleh dengan nilai sebenarnya (true value) atau dengan nilai referensinya (Chown Chung Chan et all,

2004). Akurasi menggambarkan kesalahan sistematis dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan sistematis berasal dari pengaruh-pengaruh yang dapat diketahui dengan pasti dan bersifat konstan. Sumber kesalahan bisa dari kelembaban, bahan referensi, ketidakpastian yang diberikan oleh sertifikat, metode analisis dan lain-lain (Sumardi, 2005)

2.10.4 Presisi

Menurut Riyanto (2009), presisi atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Precision dapat dinyatakan sebagai repeatability (keterulangan) atau reproducibility (ketertiruan).

Pada umumnya nilai keseksamaan dihitung menggunakan standar deviasi (simpangan baku) untuk menghasilkan Relative Standard Deviation (RSD) atau Coefficient Variation (CV). Keseksamaan yang baik dinyatakan dengan semakin kecil persen RSD maka nilai presisi semakin tinggi. Kriteria seksama juga diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang dan $RSD \leq 15\%$. Makin kecil nilai standar deviasi yang diperoleh, maka makin kecil pula nilai koefisien variasinya.

Menurut (Sunardi, 2005) keseksamaan dinyatakan dengan presentase Relative Standard Deviation (%RSD) dengan batas-batas yang masih dapat diterima berdasarkan ketelitiannya. Tingkat ketelitiannya terdiri dari :

$RSD \leq 1\%$ = sangat teliti

$1\% < RSD \leq 2\%$ = teliti

$2\% < RSD < 5\%$ = ketelitian sedang

$RSD > 5\%$ = ketelitian rendah

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bahan kimia dan bahan alam. Bahan kimia yang digunakan adalah formaldehid 37%, larutan KMnO_4 0,1 N, alkohol 70%, aseton, asam kromatofat dan aquades. Sedangkan bahan alam yang digunakan adalah ikan asin dan kulit buah naga bagian dalam.

3.2 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah: gelas ukur, gelas beker, erlenmayer, tabung reaksi, pipet tetes, pipet ukur, blender, pisau/cutter, seperangkat alat destilasi, kompor, termometer, rak tabung reaksi, batang pengaduk, labu ukur, neraca analitik, spektrofotometer dan kuvet.

3.3 Sampel

Sampel adalah sebagian yang diambil dari seluruh objek yang diteliti dan dapat mewakili seluruh populasi (Riyanto, 2011). Teknik pengambilan sampel dalam penelitian ini adalah pengambilan sampel secara acak. Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah 6 sampel, 2 sampel diperoleh dari pasar daerah Bandung, Tulungagung yang dibeli dari 1 pedagang, 2 sampel diperoleh dari pasar daerah Ngemplak, Tulungagung yang di beli dari 1 pedagang, dan 2 sampel diperoleh dari pasar daerah Sumbergempolyang dibeli dari 1 pedagang.

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah panjang gelombang maksimum, dan jenis pelarut.

3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kadar formaldehid yang terdapat dalam ikan asin.

3.4.2 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan asin yang dijual di pasar di Tulungagung.

3.5 Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen/percobaan. Identifikasi keberadaan formaldehid pada ikan asin dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Pengujian awal secara kualitatif. Jika hasil positif akan dilanjutkan dengan pengujian secara kuantitatif menggunakan spektrofotometer visible.

3.5.1 Preparasi sampel

Identifikasi keberadaan formaldehid pada ikan asin dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Pengujian awal dilakukan secara kualitatif. Jika hasil positif akan dilanjutkan dengan pengujian secara kuantitatif menggunakan spektrofotometer visible. Ikan asin dipotong-potong kemudian dihaluskan dengan cara di blender. Setelah halus ditimbang 5 gram dilarutkan dengan aquades 100 ml dalam beaker glass kemudian dimasukkan labu alas bulat. Ditambahkan 10 ml H_3PO_4 10% kedalam labu alas bulat untuk mengubah suasana menjadi asam. Kemudian dirangkai alat destilasi dan pastikan bahwa alat telah disusun dengan baik dan benar, setelah itu dipasang termometer dan dijalankan air pendingin. Dilakukan proses destilasi pada suhu $85^{\circ}C$ sampai didapatkan sejumlah destilat yang diinginkan dan ditampung destilat pada erlenmeyer dan dijadikan sampel uji.

3.5.2 Optimasi

Optimasi digunakan untuk mengetahui kondisi optimum dalam analisis analit menggunakan instrumen tertentu. Pada penelitian ini dilakukan optimasi jenis pelarut dan panjang gelombang maksimal untuk penentuan kadar formaldehid dalam sampel ikan asin.

3.5.2.1 Optimasi Panjang Gelombang

Sampel ikan asin hasil preparasi, diambil sedikit dimasukkan dalam kuvet kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometri pada 3 variasi panjang gelombang yaitu 510 nm, 520 nm, dan 530 nm. Selanjutnya ditentukan panjang gelombang optimum yang ditunjukkan nilai absorbansi tertinggi (<2).

3.5.2.2 Optimasi Jenis Pelarut

3.5.2.2.1 Aquades

Ikan asin dipotong-potong kemudian dihaluskan dengan cara di blender. Setelah halus ditimbang 5 gram dilarutkan dengan aquades 100 ml dalam beaker glass kemudian dimasukkan labu alas bulat. Ditambahkan 10 ml H_3PO_4 10% kedalam labu alas bulat untuk mengubah suasana menjadi asam. Kemudian dirangkai alat destilasi dan pastikan bahwa alat telah disusun dengan baik dan benar, setelah itu dipasang termometer dan dijalankan air pendingin. Dilakukan proses destilasi pada suhu $85^{\circ}C$ sampai didapatkan sejumlah destilat yang diinginkan dan ditampung destilat pada erlenmayer kemudian dibaca dalam spektrofotometer dengan panjang gelombang optimum yang ditunjukkan oleh nilai absorbansi tertinggi (<2).

3.5.2.2.2 Aseton

Ikan asin dipotong-potong kemudian dihaluskan dengan cara di blender. Setelah halus ditimbang 5 gram dilarutkan dengan aseton 100 ml dalam labu alas bulat. Ditambahkan 10 ml H_3PO_4 10% kedalam labu alas bulat untuk mengubah suasana menjadi asam. Kemudian dirangkai alat destilasi dan pastikan bahwa alat telah disusun dengan baik dan benar, setelah itu dipasang termometer dan dijalankan air pendingin. Dilakukan proses destilasi pada suhu $85^{\circ}C$ sampai didapatkan sejumlah destilat yang diinginkan dan ditampung destilat pada erlenmayer kemudian dibaca dalam spektrofotometer dengan panjang gelombang optimum. yang ditunjukkan oleh nilai absorbansi tertinggi (<2).

3.5.2.2.3 Etanol

Ikan asin dipotong-potong kemudian dihaluskan dengan cara di blender. Setelah halus ditimbang 5 gram dilarutkan dengan etanol 100 ml dalam labu alas bulat. Ditambahkan 10 ml H_3PO_4 10% kedalam labu alas bulat untuk mengubah suasana menjadi asam. Kemudian dirangkai alat destilasi dan pastikan bahwa alat telah disusun dengan baik dan benar, setelah itu dipasang termometer dan dijalankan air pendingin. Dilakukan proses destilasi pada suhu $85^{\circ}C$ sampai didapatkan sejumlah destilat yang diinginkan dan ditampung destilat pada

erlenmayer kemudian dibaca dalam spektrofotometer dengan panjang gelombang optimum yang ditunjukkan oleh nilai absorbansi tertinggi (<2).

3.5.3 Validasi Metode

3.5.3.1 Uji Linieritas

Larutan standar formaldehid dibuat variasi konsentrasi 78 ppm, 83 ppm, 88 ppm, dan 93 ppm. Masing – masing konsentrasi diambil sedikit dimasukkan dalam kuvet. Kemudian dibaca absorbansinya pada spektrofotometri pada panjang gelombang optimum. Dilakukan 3 kali replikasi dan dicatat hasilnya.

Hasil absorbansi masing – masing konsentrasi kemudian dihitung rata – ratanya. Dari data tersebut dapat ditentukan nilai kemiringan (slope = a), intersep (b), dan koefisien korelasi (r). Kemudian dibuat kurva baku dengan memasukkan sumbu x (konsentrasi standar) dan sumbu y (absorbansi rata – rata) dan dicari R². Tingkat linieritas optimum apabila R² mendekati 1.

3.5.3.2 Uji Akurasi

Sampel ikan asin hasil preparasi dipipet 10 ml kemudian dimasukkan dalam tabung reaksi. Ditambah larutan standar formaldehid kedalam sampel ikan asin dengan jumlah minimal setengah atau sepertiga dari dugaan konsentrasi analit dan 5 ml asam kromatofat kedalam sampel ikan asin kemudian dikocok sampai homogen. Tabung reaksi kemudian dipanaskan pada suhu 100°C selama 30 menit. Diambil sedikit kemudian dimasukkan kuvet dan dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometri pada panjang gelombang optimum. Dilakukan replikasi sebanyak 3 kali. Persen perolehan kembali atau recovery dihitung menggunakan rumus:

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\textit{konsentrasi spiking} - \textit{konsentrasi sampel}}{\textit{absorbansi standar}} \times 100\%$$

Larutan standar yang di spikekan ke dalam sampel jumlahnya minimal setengah atau sepertiga dari dugaan konsentrasi analit dalam sampel (Sumardi, 2005). Akurasi bagus jika nilai absorbansi spiking lebih besar daripada absorbansi sampel.

3.5.3.3 Uji Presisi

Sampel ikan asin hasil preparasi diambil 2 ml dimasukkan dalam tabung reaksi. Ditambah 5 ml asam kromatofat kedalam ekstrak ikan asin kemudian dikocok sampai homogen. Tabung reaksi kemudian dipanaskan pada suhu 100°C selama 30 menit. Larutan didinginkan pada suhu ruang kemudian diambil sedikit dimasukkan dalam kuvet. Dibaca absorbansinya pada spektrofotometri pada panjang gelombang optimum. Dilakukan 3 kali replikasi dan dicatat hasilnya.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Keterangan:

SD = standar deviasi

n = jumlah sampel

X_i = rata-rata kadar analit tiap volume

\bar{X} = kadar terukur analit tiap pengulangan

Parameter tingkat presisi ditentukan berdasarkan nilai relatif standar deviasi (RSD) dari beberapa konsentrasi analit dalam sampel.

$$RSD = \frac{\text{standar deviasi (SD)}}{\text{konsentrasi rata - rata analit dalam sampel}} \times 100\%$$

$RSD \leq 1\%$ = sangat teliti

$1\% \leq RSD \leq 2\%$ = teliti

$2\% \leq RSD \leq 5\%$ = ketelitian sedang

$RSD > 5\%$ = ketelitian rendah

3.5.4 Analisa Kualitatif Formaldehid

3.5.4.1 Pengujian Formaldehid Menggunakan Kulit Buah Naga

Buah naga segar di cuci sampai bersih. Bagian buah dan kulit paling luar dibuang, kulit bagian dalam kemudian dipotong – potong dan dihaluskan menggunakan blender dengan menambahkan 50 ml aquades. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring yang diletakkan pada corong kaca. Penyaringan dilakukan 2 - 3 kali sampai dihaluskan filtrat yang jernih. Filtrat yang dihasilkan ditampung dalam erlemeyer.

Sampel ikan asin (hasil preparasi sampel) diambil 10 ml dimasukkan dalam tabung reaksi. Kemudian ditambah 10 tetes filtrat kulit buah naga, digoyang – goyangkan tabung reaksi. Adanya formaldehid ditunjukkan dengan tidak adanya perubahan pada larutan kulit buah naga ketika larutan kulit buah naga bercampur dengan sampel. Pengujian ini dilakukan dengan 3 kali pengulangan.

3.5.4.2 Pengujian Formaldehid Menggunakan KMnO_4

Sampel ikan asin (hasil preparasi sampel) diambil 2 ml masukkan dalam tabung reaksi. Ditambah 1 tetes larutan KMnO_4 , tabung reaksi digoyang-goyangkan. Adanya formaldehid ditandai dengan hilangnya warna pink / merah muda pada larutan. Pengujian ini dilakukan dengan 3 kali pengulangan.

3.5.5 Analisa Kuantitatif Formaldehid

Sampel yang positif mengandung formaldehid kemudian dilanjutkan dengan analisis menggunakan spektrofotometer visible. Tujuan dari analisa kuantitatif ini adalah untuk menentukan kadar formaldehid yang terkandung dalam sampel.

3.5.5.1 Pengujian Formaldehid Menggunakan Spektrofotometer Visible

1) Pembuatan larutan uji

Sampel ikan asin (hasil preparasi sampel) diambil sebanyak 2 ml kemudian dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambah 5 ml asam kromatofat dan tabung reaksi digoyang – goyang sampai homogen. Masing – masing tabung reaksi dipanaskan pada suhu 85°C selama 30 menit. Kemudian didinginkan pada suhu ruang.

2) Penetapan kadar formaldehid

Penetapan kadar formaldehid dilakukan dengan cara masing – masing larutan standar dan larutan uji dimasukkan dalam kuvet. Kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometer visible pada panjang gelombang optimum. Dicatat nilai absorbansinya. Untuk menghitung kadar formaldehid yang terkandung dalam sampel digunakan rumus $y = a + bx$.

Rumus $y = a + bx$ adalah rumus uji linieritas penentuan regresi dari standar kurva kalibrasi, diperoleh koefisien korelasi dan diketahui kondisi alat yang digunakan sudah mewakili jumlah sampel. Dimana:

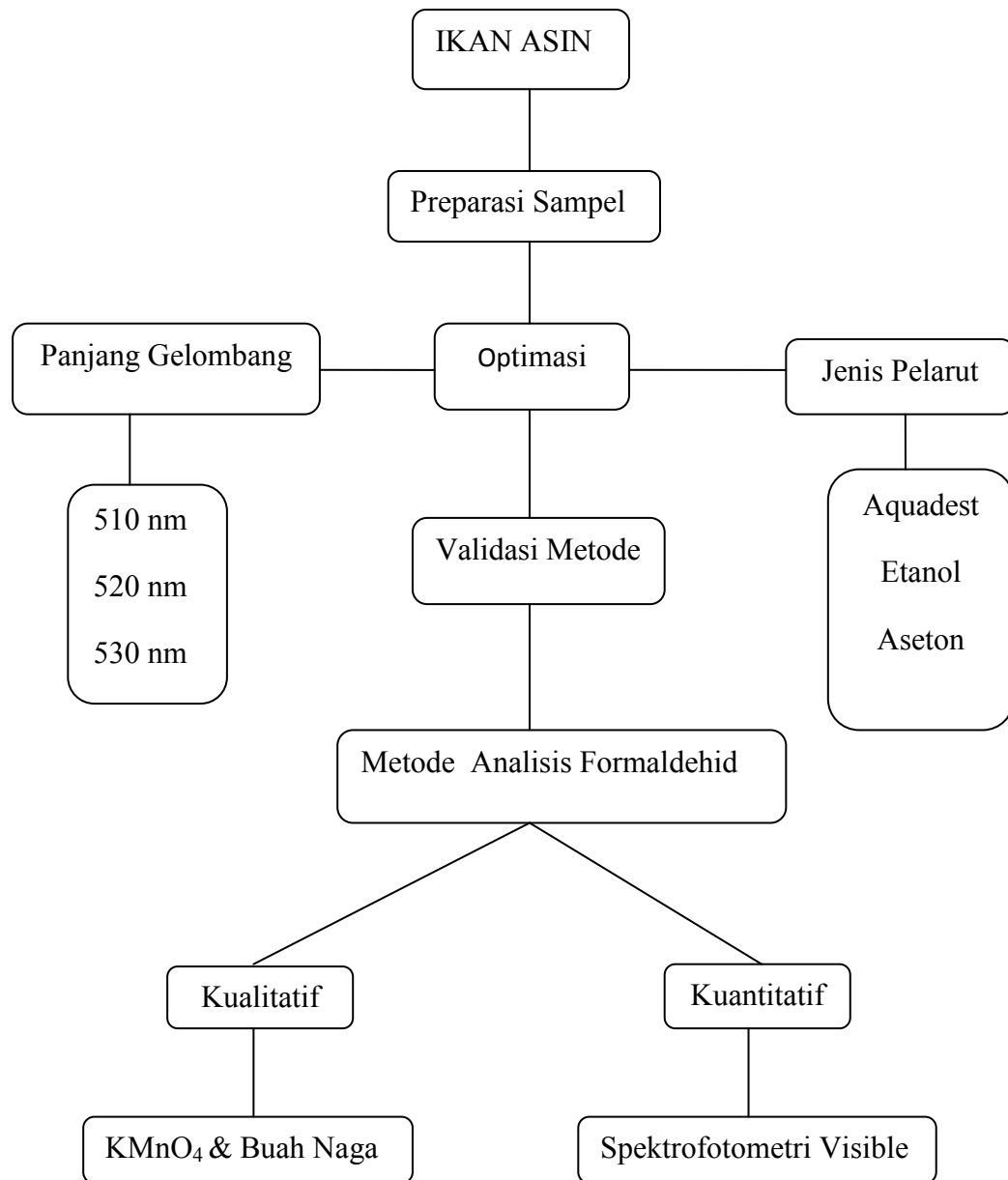
y = nilai absorbansi

x = konsentrasi

b = koefisien regresi (menyatakan slope)

a = tetapan regresi (menyatakan intercept)

3.6 Kerangka Penelitian



3.7 Jadwal Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Stikes Karya Putra Bangsa Tulungagung. Jl. Raya Tulungagung – Blitar KM 4 Sumbergempol, Tulungagung.

No	Jenis Kegiatan	Tahun 2017			Tahun 2018						
		Ok t	Nov	De s	Jan	Fe b	Mar	Ap r	Me i	Jun	Jul
1	Studi pustaka	v	v	v							
2	Persiapan sampel			v							
	a. Pemilihan ikan asin				v						
	b. Pengeringan ikan asin				v						
	c. Ekstraksi				v						
3	Penelitian laboratorium					v					
	a. Analisa formaldehid					v					
	b. Validasi metode					v					
4	Pengumpulan dan analisis data					v	v				
5	Penyusunan laporan						v	v	v	v	v

BAB IV

HASIL PENELITIAN

Dari penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Stikes Karya Putra Bangsa Tulungagung. Pada sampel ikan asin yang diduga mengandung formaldehid pada pasar di Tulungagung telah dilakukan penelitian dan didapatkan hasil sebagai berikut :

4.1 Optimasi

4.1.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Panjang gelombang optimum merupakan suatu panjang gelombang yang diambil dari absorbansi dengan nilai tertinggi dari sejumlah deret panjang gelombang pada suatu konsentrasi yang diperkirakan berdasarkan warna larutan. Untuk menentukan panjang gelombang optimum, panjang gelombang pada penelitian ini diukur dari panjang gelombang 510-530 nm dengan kenaikan 10 nm.

Tabel IV.1 Data Absorbansi Pada masing-masing gelombang

Panjang gelombang (λ)	Absorbansi
510 nm	0,910
520 nm	0,874
530 nm	0,991

Pada hasil tersebut dapat terlihat panjang gelombang optimum antara 510-530 nm adalah 530 nm, karena memberikan nilai serapan paling tinggi 0,991. Sehingga untuk pengukuran konsentrasi selanjutnya dapat diukur pada panjang gelombang 530 nm

4.1.2 Optimasi Pelarut

Pelarut yang optimum merupakan pelarut yang absorbansinya memberikan nilai paling tinggi ketika serapannya dibaca pada gelombang optimum.

Tabel IV.2 Data Absorpsi Pada Masing-masing Pelarut

Pelarut	Absorbansi λ 530 nm
Aquadest	0,779
Etanol	0,468
Aseton	0,631

Pada hasil tersebut, pelarut aquadest memberikan nilai serapan yang paling tinggi yaitu 0,779. Jadi, pelarut aquadest merupakan pelarut yang optimum untuk analisa formaldehid

4.2 Validasi Metode Analisis

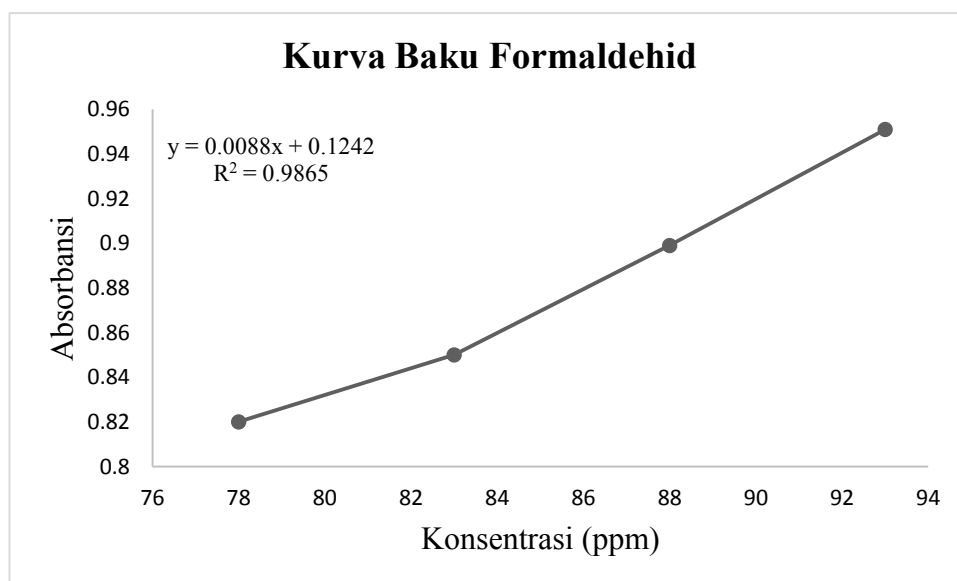
4.2.1 Uji Linieritas

Konsentrasi formaldehid yang digunakan adalah 78; 83; 88; 93 ppm. Masing-masing larutan standart tersebut dibuat dari larutan stock formaldehid 37%. Pengukuran absorbansi larutan standart formaldehid ini dilakukan dengan menggunakan instrumen spektrofotometri visible pada gelombang maksimumnya sebesar 530 nm. Hasil yang diperoleh dari pengukuran larutan standart dapat dilihat pada tabel IV.2.

Tabel IV.2 Dibawah menunjukkan masing-masing absorbansi dari larutan standart formaldehid. Semakin besar konsentrasi larutan standart, maka absorbansinya semakin besar. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer dimana konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansinya. Dari hasil yang telah didapat diatas, dibuat kurva regresi linier hubungan antara konsentrasi dan absorbansinya. Sehingga diperoleh persamaan regresi yang digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel.

Tabel IV.3 Nilai Absorbansi Larutan Standart Formaldehid

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi 530 nm	Rata-rata absorbansi
78	0,815	0,820
	0,823	
	0,822	
83	0,855	0,850
	0,849	
	0,846	
88	0,890	0,899
	0,920	
	0,877	
93	0,964	0,951
	0,930	
	0,959	

Gambar 4.1 Grafik Kurva Standart Formaldehid

Berdasarkan gambar 4.3 grafik kurva standart formaldehid, pengukuran larutan formaldehid cukup baik hal ini dapat dibuktikan dengan diperolehnya koefisien korelasi persamaan yang mendekati 1 yakni 0,9865.

4.2.1 Uji Akurasi

Tabel IV.4 Data Hasil Uji Akurasi

Absorbansi	Kadar(ppm)	% <i>Recovery</i>	Rata – rata %Recovery
1,195	85,18	249,25%	
1,182	84,25	110,44%	117,90 %
1,171	83,47	-5,97%	

Jumlah spiking 47,76 ppm nilai absorbansinya adalah 0,670.

Setelah didapat nilai kadar analit dan kadar analit + spiking kemudian dihitung nilai perolehan kembali (% Recovery) menggunakan rumus:

$$\frac{[rata - rata analit + spiking] - [rata - rata analit]}{absorbansi spiking} \times 100$$

4.2.2 Uji Presisi

Tabel IV.5 Data Hasil Uji Presisi

X_i	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
84,96	1,45	2,1025
83,75	0,24	0,0576
81,82	-1,69	2,8561
83,51	0,46	1,6720

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$\sqrt{\frac{5,0162}{3-1}}$$

$$= \sqrt{2,5081}$$

$$= 1,583$$

$$RSD = \frac{SD}{[rata-rata analit]} \times 100\%$$

$$= \frac{1,583}{83,51} \times 100\%$$

= 2,218 %

4.3 Analisa Kualitatif Formaldehid

4.3.1 Analisa Formaldehid Menggunakan Kulit Buah Naga



Gambar 4.2 Sampel ikan asin sebelum ditetesi dengan larutan kulit buah naga



Gambar 4.3 Sampel ikan asin setelah ditetesi dengan larutan kulit buah naga

Berdasarkan Gambar 4.2 dan 4.3 hasil dari percobaan tersebut, maka sampel ikan asin yang telah ditetesi dengan menggunakan larutan kulit buah naga menunjukkan hasil seluruhnya positif mengandung formaldehid. Terbukti dengan adanya perubahan warna yang lebih pekat dari blanko. Serta tidak terbentuk endapan atau uap ketika dicampurkan dengan sampel ikan asin. Hal ini menunjukkan bahwa zat pigmen antosianin pada kulit buah naga menjadi stabil.

Tabel IV.6 Hasil Uji Dengan Kulit Buah Naga

Sampel	Hasil	Keterangan
A	+	Tidak terjadi perubahan warna
B	+	Tidak terjadi perubahan warna
C	+	Tidak terjadi perubahan warna
D	+	Tidak terjadi perubahan warna
E	+	Tidak terjadi perubahan warna
F	+	Tidak terjadi perubahan warna

Keterangan : A&B : Pasar Bandung ; C&D ; Pasar Ngemplak ; E&F : Pasar Sumbergempol.

4.3.2 Pengujian Formaldehid Menggunakan KMnO_4



Gambar 4.4 Sampel ikan asin sebelum ditetesi dengan larutan KMnO_4



Gambar 4.5 Sampel ikan asin setelah ditetesi dengan larutan KMnO_4

Berdasarkan gambar 4.3 dan 4.4 tersebut semua sampel dinyatakan positif mengandung formaldehid setelah ditetesi dengan KMnO_4 . Dimana sampel berwarna lebih gelap dibanding dengan blangko, selain itu sampel yang positif mengandung formaldehid ditandai dengan hilangnya warna ungu dari KMnO_4

Tabel IV.7 Hasil Uji dengan KMnO_4

Sampel	Hasil	Keterangan
A	+	Bening – Coklat
B	+	Bening – Coklat
C	+	Bening – Coklat
D	+	Bening – Coklat
E	+	Bening - Coklat

Keterangan : A&B : Pasar Bandung ; C&D ; Pasar Ngemplak ; E&F : Pasar Sumbergempol.

4.4 Analisa Kuantitatif Menggunakan Spektrofotometer visible

Setelah dilakukan uji kualitatif secara dilanjutkan dengan uji kuantitatif menggunakan spektrofotometer visible

4.4.1 Analisa Formaldehid Menggunakan Spektrofotometer visible

Tabel IV.8 Data Hasil Uji Formaldehid Menggunakan Spektrofotometer Visible

Absorbansi	Konsentrasi / kadar (ppm) \pm SD
0,921	90,54 \pm 1,583

Berdasarkan perhitungan penetapan kadar yang telah dilakul didapatkan hasil sampel ikan asin didaerah Tulungagung mengandung formaldehid dengan kadar 90,54 \pm 1,583 ppm.

BAB V PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum metode spektrofotometri visible dalam analisis formaldehid pada ikan asin di Tulungagung, serta mengetahui kadar formaldehid pada ikan asin yang dianalisis menggunakan metode spektrofotometri visible.

5.1 Preparasi Sampel

Pada proses preparasi sampel, dilakukan proses destilasi sampel dengan metode destilasi menggunakan alat destilasi uap. Destilasi uap diperlukan untuk menjaga senyawa formaldehid agar tidak mudah rusak, karena destilasi uap digunakan untuk mengekstraksi senyawa-senyawa yang tidak tahan dengan pemanasan atau suhu tinggi. Metode destilasi uap dilakukan karena formaldehid merupakan senyawa yang berbentuk gas dan bersifat sangat volatil atau mudah menguap, dimana formaldehid sendiri memiliki titik didih dibawah 100°C yaitu 85°C (Sanny, 2010).

Sampel ikan asin ditimbang sebanyak 5 gram dan haluskan menggunakan blender. Kemudian sampel yang sudah halus dimasukkan ke dalam labu alas bulat atau labu destilasi dengan ditambahkan 100mL aquades/ aseton/ etanol dan 10 mL asam phospat 10%. Penambahan asam phospat disini bertujuan untuk menghancurkan atau melepaskan ikatan antara formaldehid dengan protein yang terdapat dalam sampel ikan asin. Sehingga formaldehid dapat terpisahkan dengan

proses destilasi uap itu sendiri. Sampel yang telah siap langsung diekstraksi menggunakan destilasi uap pada suhu $\pm 85^{\circ}\text{C}$, labu penampung destilasi terlebih dahulu diisi air 10 mL kemudian ujung pendingim tercelup kedalam air, hal ini bertujuan untuk menampung uap tiap formaldehid yang dihasilkan pada proses destilasi kedalam air yang telah ditambahkan pada wadah penampungan tersebut. Setelah hasil destilasi diperoleh sebanyak 100 mL proses destilasi dihentikan.

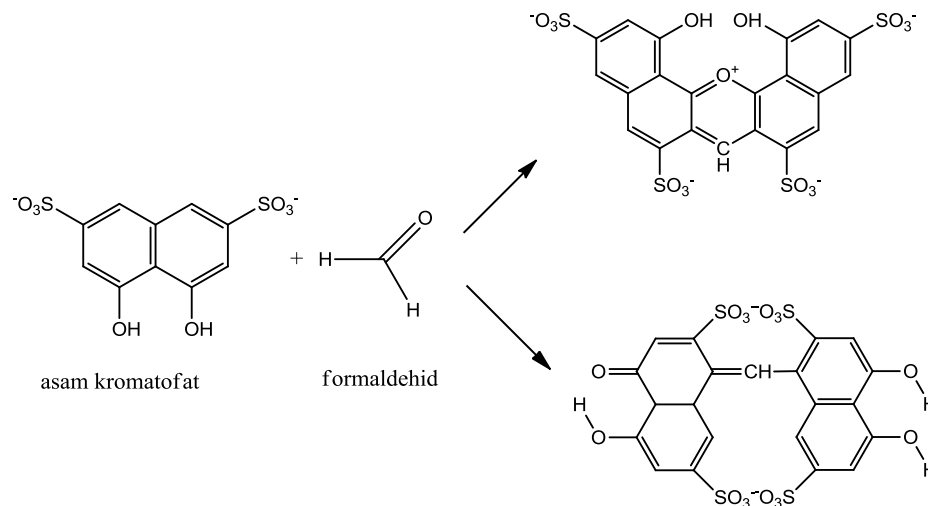
5.2 Penentuan Kondisi Optimum

5.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Penentuan panjang gelombang optimum dilakukan pertama sebelum penetapan kadar. Meskipun panjang gelombang suatu senyawa sudah diketahui dalam literatur, panjang gelombang suatu senyawa dapat berbeda bila ditentukan pada kondisi dan alat yang berbeda. Panjang gelombang optimum pengukuran yang dilakukan pada larutan formaldehid 100 ppm yang dilarutkan dalam aquades dan asam kromatofat kemudian dipanaskan pada suhu 100°C memberikan hasil warna ungu tua. Larutan kemudian didinginkan sampai suhu ruang, selanjutnya dibaca serapan menggunakan spektrofotometri visible. Panjang gelombang yang optimum terdapat pada 530 nm dengan nilai absorbansi 0,991. Panjang gelombang ini sesuai dengan literatur dalam jurnal Hastuti tahun 2010. Hasil pengukuran serapan larutan formaldehid dapat dilihat pada Tabel IV.1.

5.2.2 Penentan Pelarut Optimum

Penentuan pelarut optimum bertujuan mengetahui beberapa pelarut yaitu aquadest, aseton, dan etanol untuk memberikan nilai absorbansi optimum. Dapat diketahui bahwa aquadest bersifat polar, sedangkan acetone dan etanol bersifat semi polar. Penentuan pelarut optimum dilakukan pada sampel yang ditambahkan aquadest dan dipanaskan dengan suhu 100°C. setelah dipanaskan kemudian didinginkan sampai suhu ruang dan dibaca absorbansi pada gelombang 530nm. Didapatkan pelarut optimum yaitu aquadest dengan nilai absorbansi 0,779. Hal ini sesuai dengan literatur dalam jurnal Yusuf dkk tahun 2015. Hasil pengukuran serapan pada pelarut yang berbeda dapat dilihat pada tabel IV.2.



Gambar 5.1 Reaksi formaldehid dengan asam kromatofat (Sartono, 2002)

Penambahan asam kromatofat bertujuan untuk mengikat formaldehid agar terlepas dari sampel, selain itu akan bereaksi dengan formaldehid dan menghasilkan senyawa kompleks yang berwarna merah keunguan (Hastuti, 2010). Reaksi antara formaldehid dengan asam kromatofat dapat dipercepat dengan proses pemanasan. Sifat formaldehid pada suhu yang tinggi cenderung menguap namun, kandungan formaldehid pada sampel tidak hilang semua karena formaldehid dapat berikatan dengan protein. Menurut Hastuti (2010), formaldehid yang digunakan sebagai pengawet pada daging akan berikatan dengan protein dari senyawa lain dalam daging dan tetap dalam bentuk formaldehid bebas akan diserap oleh daging, sehingga penguapan berjalan lambat dan terlindungi dari cahaya sehingga formaldehid masih terdeteksi pada sampel. Mekanisme reaksi reaksi formaldehid dengan asam kromatofat dapat dilihat Gambar 5.2

5.3 Validasi Metode Analisis

5.3.1 Uji Linieritas

Uji linieritas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi yang dapat menghasilkan persamaan garis regresi. Kurva kalibrasi dibuat dari empat variasi

konsentrasi larutan formaldehid yaitu 78, 83, 88, dan 93 ppm. Berdasarkan gambar 4.2 hasil yang didapat menunjukkan bahwa nilai absorbansi yang dihasilkan meningkat dengan meningkatnya konsentrasi larutan standart formaldehid yang dibuat. Dari hasil pengukuran tersebut didapatkan regresi dari formaldehid $y = 0,0088x + 0,1242$ dengan nilai koefisien determinasi (R^2) 0,9865. Nilai koefisien yang diperoleh menunjukkan hasil yang baik karena mendekati nilai 1.

5.3.2 Uji Akurasi (kecermatan)

Setelah itu dilakukan uji validasi akurasi (kecermatan). Akurasi dinyatakan sebagai penelitian kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Dalam metode ini sejumlah analit ditambahkan kedalam campuran pembawa yang kemudian dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya) (Riyanto, 2011). Setelah dilakukan perhitungan diperoleh nilai uji perolehan kembali (UPK) sebesar 117,9 %, adapun syarat UPK yang baik adalah 80-120 % (Harmita, 2004) sehingga hasil yang diperoleh memenuhi syarat uji akurasi.

5.3.3 Uji Presisi

Uji validasi berikutnya adalah uji keseksamaan atau uji presisi merupakan ukuran derajat kesesuaian antara hasil individual dari rata-rata, jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2006). Hasil percobaan yang dilakukan koefisien variasi 2,218 % dan nilai simpangan baku (SD) sebesar 1,583. Syarat uji keseksamaan yaitu nilai koefisien variasi $\leq 2\%$.

5.4 Analisa Kualitatif Formaldehid

Uji kualitatif pada penelitian ini dilakukan dengan dua metode. Yang pertama adalah analisa menggunakan larutan kulit buah naga dan KMnO_4 .

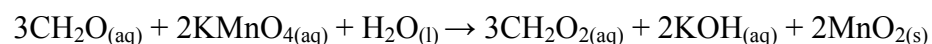
5.4.1 Analisa Kualitatif Formaldehid Menggunakan Kulit Buah Naga

Uji kualitatif yang pertama adalah analisa menggunakan kulit buah naga, dimana dalam kulit buah naga terdapat zat pigmen alami antosianin yang dapat

berfungsi untuk mendeteksi formaldehid dalam makana. Kulit buah naga 6 sampel, pertama-tama dikupas di ambil bagian dalamnya dan di hancurkan hingga terbentuk larutan. Larutan atau indikator dari buah naga ini kemudian di teteskan beberapa tetes pada sampel yang telah di destilasi. Sampel yang telah ditetesi dengan larutan kulit buah naga menunjukkan hasil positif mengandung formaldehid dalam penelitian ini ditunjukkan pada gambar 4.2 Formaldehid memiliki unsur aldehyd yang mudah bereaksi dengan protein. Antosianin yang terdapat dalam kulit buah naga menjadi setabil, tidak mengalami perubahan warna, tidak terbentuk endapan atau uap ketika dicampurkan dengan sampel makanan, ketika ditetsi pada sampel makanan formaldehid akan mengikat protein mulai dari permukaan hingga bagian terdalam sehingga mengakibatkan protein dari makanan itu sendiri mati. Dimana pigmen antosianin tidak bereaksi dengan protein karena protein pada sampel makanan telah berikatan dengan formaldehid. Hal ini menunjukkan bahwa sampel positif mengandung formaldehid (Khaira, 2013). Hasil percobaan percobaan yang didapat semua positif mengandung formaldehid

5.4.2 Analisa Kualitatif Formaldehid Menggunakan KMnO_4

Uji kualitatif yang kedua yaitu menggunakan larutan KMnO_4 . Pada penelitian ini, pengujian formaldehid menggunakan KMnO_4 menunjukkan hasil yang positif mengandung formaldehid seperti yang terlihat pada gambar 4.4. Hasil tersebut ditandai dengan hilangnya warna ungu pada KMnO_4 setelah beraksi dengan sampel.



Larutan berwarna ungu

Endapan coklat

Gambar 5.4 Persamaan reaksi formaldehid dengan kalium permanganat

KMnO_4 cepat memudar atau hilang artinya sampel tersebut mengandung aldehyd yang bersifat mereduksi KMnO_4 , karena merupakan oksidator yang kuat sehingga dapat mengoksidasi formaldehid. Aldehyd dapat teroksidasi menjadi

asam karboksilat dengan pereaksi KMnO_4 (Mirna *et al.*, 2016). Mekanisme reaksi proses ini dapat dilihat pada Gambar 5.4.

5.5 Analis Kuantitatif Formaldehid Menggunakan Spektrofotometri Visible

Uji kuantitatif digunakan untuk mengetahui kadar formaldehid pada sampel. Penetapan kadar menggunakan spektrofotometri visible dengan cara 2 ml sampel dicampur dengan 5 ml asam kromatofat kemudian dipanaskan pada suhu 100°C selama 30 menit. Sampel kemudian didinginkan pada suhu ruang dan dibaca serapannya pada panjang gelombang 530nm. Penambahan asam kromatofat berfungsi untuk mengikat formaldehid agar terlepas dari sampel. Asam kromatofat bereaksi dengan formaldehid menghasilkan senyawa kompleks yang berwarna merah keunguan. Sedangkan proses pemanasan berfungsi untuk mempercepat reaksi antara formaldehid dan asam kromatofat, walaupun sifat formaldehid cenderung menguap pada suhu tinggi, tetapi pada proses pemanasan tidak menghilangkan semua kandungan formaldehid pada sampel karena formaldehid dapat berikatan dengan protein (Hastuti, 2010). Setelah dilakukan perhitungan sampel ikan asin di daerah Tulungagung mengandung formaldehid dengan kadar $90,54 \pm 1,583$ ppm, kadar tersebut menunjukkan bahwa ikan asin yang dijual di 3 pasar yang ada di Kabupaten Tulungagung tidak layak untuk dikonsumsi sebagaimana yang tercantum dalam PERMENKES RI No 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan. Bahan tambahan yang masih diizinkan dalam Peraturan Kepala Badan POM RI No.03.1.23.08.11.07517 tahun 2011 yaitu dengan kadar formaldehid maksimum 5%. Perhitungan penetapan kadar formaldehid menggunakan metode spektrofotometri visible dapat dilihat pada bab IV.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dengan analisis formaldehid pada ikan asin di daerah Tulungagung menggunakan spektrofotometri visible, diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum untuk analisis formaldehid pada ikan asin di Tulungagung dengan metode spektrofotometri visible adalah menggunakan panjang gelombang maksimum 530 nm dengan pelarut aquadest.
2. Kadar formaldehid dalam sampel ikan asin yang telah dilakukan uji kuantitatif sebesar $90,54 \pm 1,583$ ppm.

6.2 Saran

Perlunya dilakukan penelitian lanjutan mengenai penentuan formaldehid dalam ikan asin menggunakan instrument KCKT.

Daftar Pustaka

- A. M. Uyazán, j. L. A. G. R. A. L. A. C., 2008. Separation of ethanol and water by extractive distillation with salt and solvent as entrainer : process simulation. *Brazilian journal of chemical engineering*, january - maret , volume 25, pp. 207-215.
- Antoni, s., 2010. Analisa kandungan formalin pada ikan asin dengan metode spektrofotometri di kecamatan tampan pekan baru. Pp. 1-66.
- BPOM RI, 2009. *Bahan berbahaya yang dilarang untuk pangan*. [online] available at: <http://www.pom.go.id/mobile/index.php/view/berita/139/bahan-berbahaya-yang-dilarang-untuk-pangan.html> [accessed 27 oktober 2017].
- BPOM RI, 2013. *Peraturan kepala badan pengawas obat dan makanan republik indonesia nomor 36 tahun 2013 tentang batas maksimum penggunaan bahan tambahan pangan pengawet*. Jakarta: kepala badan pengawas obat dan makanan republik indonesia.
- BPOM RI, 2017. *Formaldehida (larutan 37%)*. [online] available at: <http://www.kelair.bppt.go.id/sib3pop/b3/formaldehida.htm> [accessed 27 oktober 2017].
- K. B. A. Walangare, a. S. M. L. J. O. W. B. A. S., 2013. Rancang bangun alat konversi air laut menjadi air minum dengan proses destilasi sederhana menggunakan pemanas elektrik.
- Khaira, K, 2015. Pemeriksaan formalin pada tahu yang beredar di pasar batusangkar menggunakan kalium permanganat (kmno_4) dan kulit buah naga. *Jurnal sains dan teknologi*, 7(1), p. 76.

- Kuswan, a. S., 2011. Optimasi pereaksi schryver dan penerapannya pada analisis formaldehid dalam sampel usus dan hati ayam secara spektrofotometri. In: *skripsi* . Jakarta: universitas indonesia.
- Mirna, karimuna, I. & Asyik, n., 2016. Analisis formalin pada ikan asin di beberapa pasar kota kendari. *J. Sains dan teknologi pangan*, 1(1), pp. 31-36.
- Niswah, C., Pane, E. R. & Resanti, M., 2016. Uji kandungan formalin pada ikan asin di pasar km 5 Palembang. *Jurnal bioilmi*, 2(2), pp. 121-128.
- Rahmawati, P. A. H. D. A., 2012. Pemanfaatan kulit buah naga. Pp. 1-6.
- Rinawati, N. U. D. W. S., 2008. Solid-phase microextraction untuk monitoring air laut pelabuhan panjang. Pp. 1-6.
- Riyanto, 2009. *Validasi dan verifikasi metode uji*. Yogyakarta: deepublish.
- Santoso, J., Hutama, F. M., Prihatini, p. & Mahfud, 2014. Perbandingan metode hydro-distillation dan steam hydro-distillation dengan microwave terhadap rendemen serta mutu minyak atsiri dari batang cengkeh (*eugenia aromaticum*). *Jurnal tektik pomits*, 2(1), pp. 1-5.
- Sikanna, R., 2016. Qualitative analysis of formalin in tofu that sold in palu markets. *Kovalen*, 2(2), pp. 85-90.
- Sudjarwo, S., P. & A.R, P., 2013. Validasi spektrofotometri visible untuk penentuan kadar formalin dalam daging ayam. *Berkala ilmiah kimia farmasi*, 2(1).
- Suryadi, H., kurniadi, M. & Melanie, y., 2010. Analisis formalin dalam sampel ikan dan udang segar dari pasar muara angke. *Majalah ilmu kefarmasian*, 7(3), pp. 16-31.
- Susanti, S., 2010. Penetapan kadar formaldehid pada tahu yang dijual di pasar ciputat dengan metode spektrofotometri uv-vis disertai kolorimetri

menggunakan pereaksi nash. In: *skripsi*. Jakarta: fakultas kedokteran dan ilmu kesehatan universitas islam negeri (uin) syarif hidayatullah.

Wardani, I. A., 2012. Validasi metode analisis dan penentuan kadar vitamin c pada minuman buah kemasan dengan spektrofotometri uv-visible.

Yusra, 2017. Analisis kandungan formalin ikan asin kering di gasan gadang, kabupaten padang pariaman, sumatra barat. Pp. 1-9.

Yusuf, Y., Zamzibar Zuki, M. & Amanda, R. R., 2015. Pengaruh beberapa perlakuan terhadap pengurangan kadar formalin pada ikan yang ditentukan secara spektrofotometri. *J. Ris. Kim.*, 8(2), pp. 182-188.

LAMPIRAN

L.1 Dokumentasi



Ikan Asin



Spektrofotometer Visible



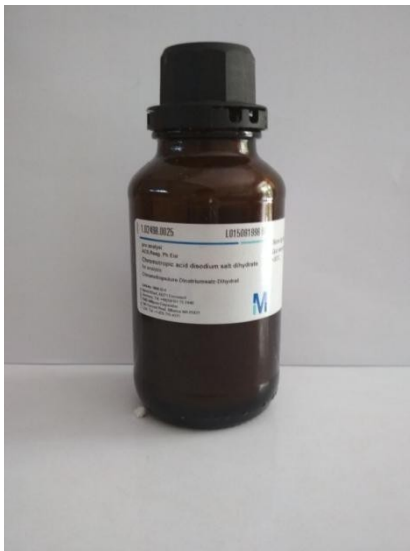
Micropipet 50 µl



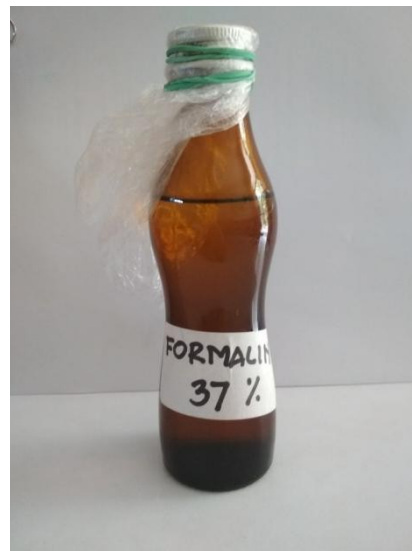
Micropipet 20 µl



NaOH (Merck)



Asam Kromatofat (Merck)



Formaldehid 37%



Indikator PP



alkohol



Penghalusan ikan asin

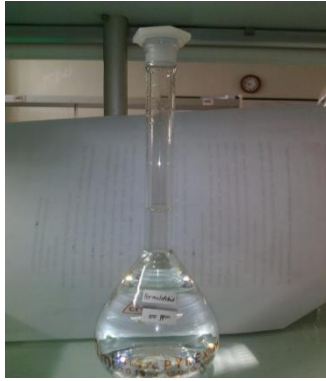


Proses destilasi

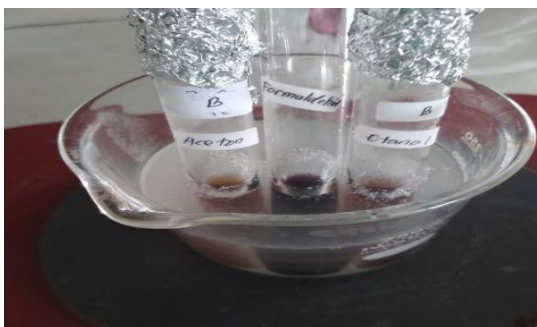


hasil destilat

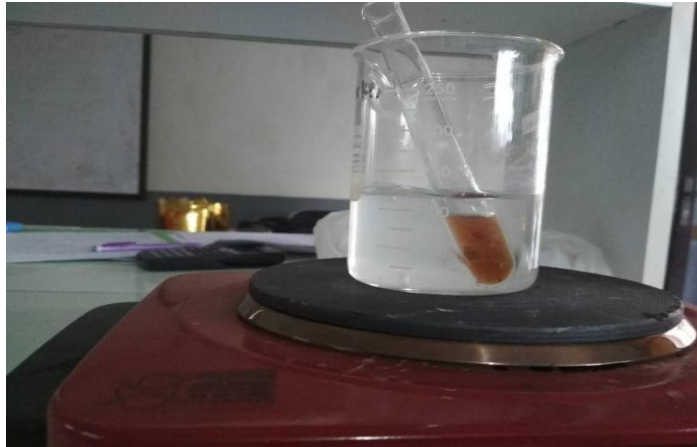
- spektrofotometri



larutan induk 100 ppm formaldehyd 78 & 83 ppm formaldehyd 88 & 93 ppm



Pemanasan sampel



Pemanasan uji kadar formmaldehid dalam sampel

L.2 Pembuatan Larutan

L.2.1 Pembuatan larutan baku formaldehid 37% 100 ppm 50 ml dari formaldehid 37% (370.000 ppm)

$$\begin{aligned} V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\ 50 \times 100 &= V_2 \times 370000 \\ 5000 &= V_2 \times 370000 \\ 5000 : 370000 &= V_2 \\ 0,135 \text{ ml} &= V_2 \\ 135 \mu\text{l} &= V_2 \end{aligned}$$

135 μl formaldehid dalam 500 ml aquades

L.2.2 Pembuatan variasi konsentrasi

Dibuat variasi konsentrasi 78 ppm, 83 ppm, 88 ppm, 93 ppm

L.2.2.1 78 ppm

$$\begin{aligned} V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\ 250 \times 78 &= V_2 \times 100 \\ 19500 &= V_2 \times 100 \\ V_2 &= 19500 : 100 \\ V_2 &= 195 \text{ ml} \end{aligned}$$

L.3.2.2 83 ppm

$$\begin{aligned}V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\250 \times 83 &= V_2 \times 100 \\20750 &= V_2 \times 100 \\V_2 &= 20750 : 100 \\V_2 &= 207,5 \text{ ml}\end{aligned}$$

L.3.2.2.3 88 ppm

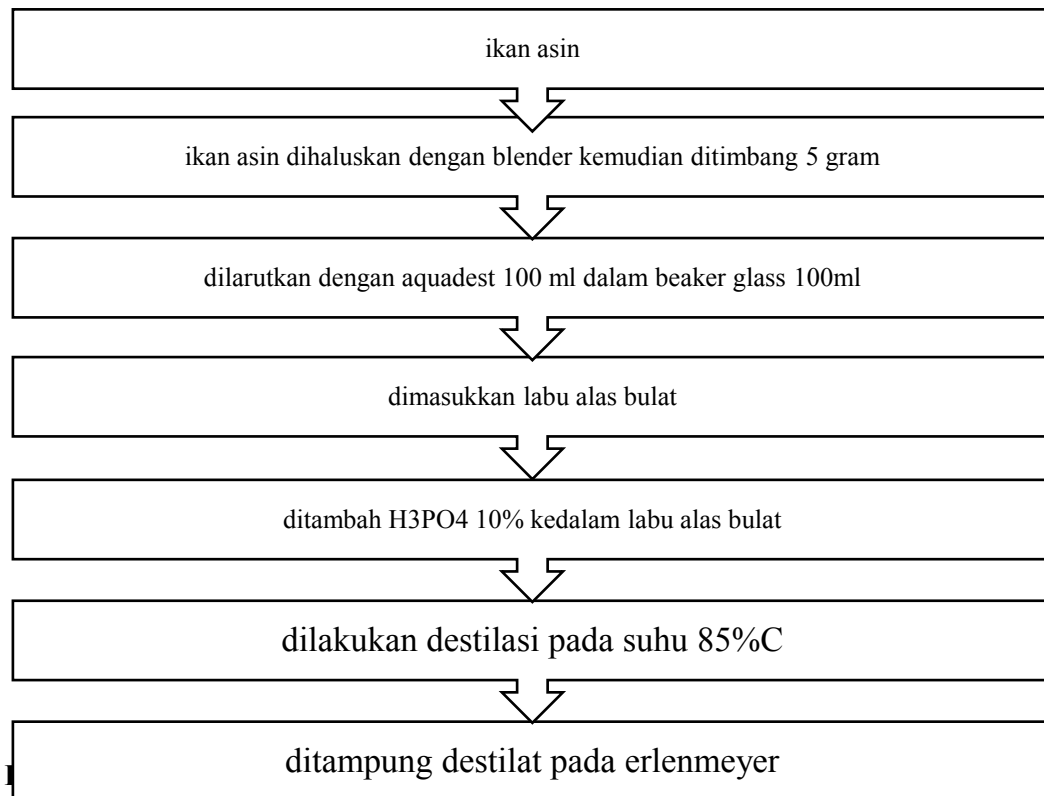
$$\begin{aligned}V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\250 \times 88 &= V_2 \times 100 \\22000 &= V_2 \times 100 \\V_2 &= 22000 : 100 \\V_2 &= 220 \text{ ml}\end{aligned}$$

L.3.2.2.4 93 ppm

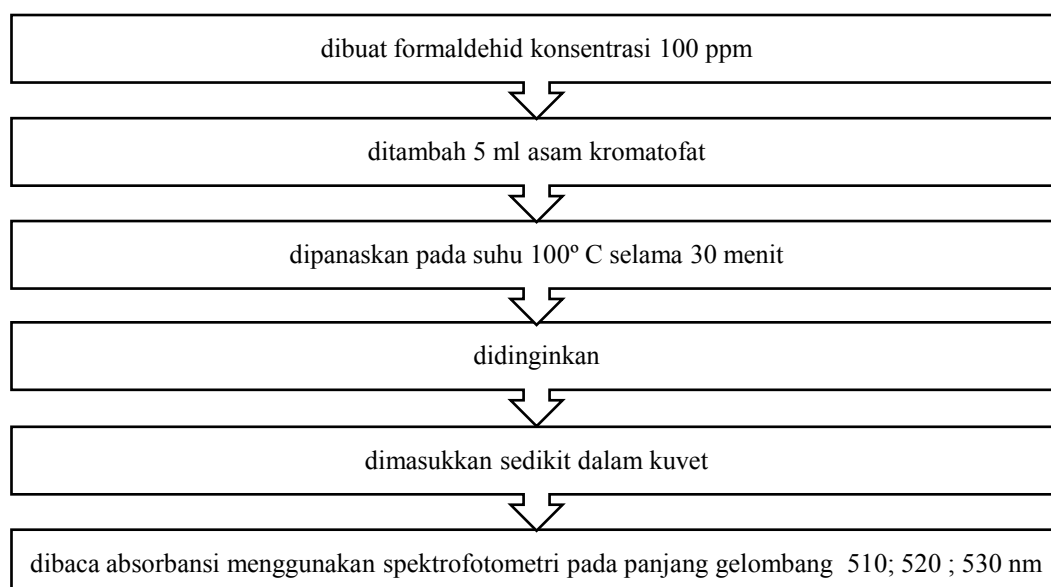
$$\begin{aligned}V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\250 \times 93 &= V_2 \times 100 \\23250 &= V_2 \times 100 \\V_2 &= 23250 : 100 \\V_2 &= 232,5 \text{ ml}\end{aligned}$$

L.3 Prosedur Kerja

L.3.1 Preparasi sampel



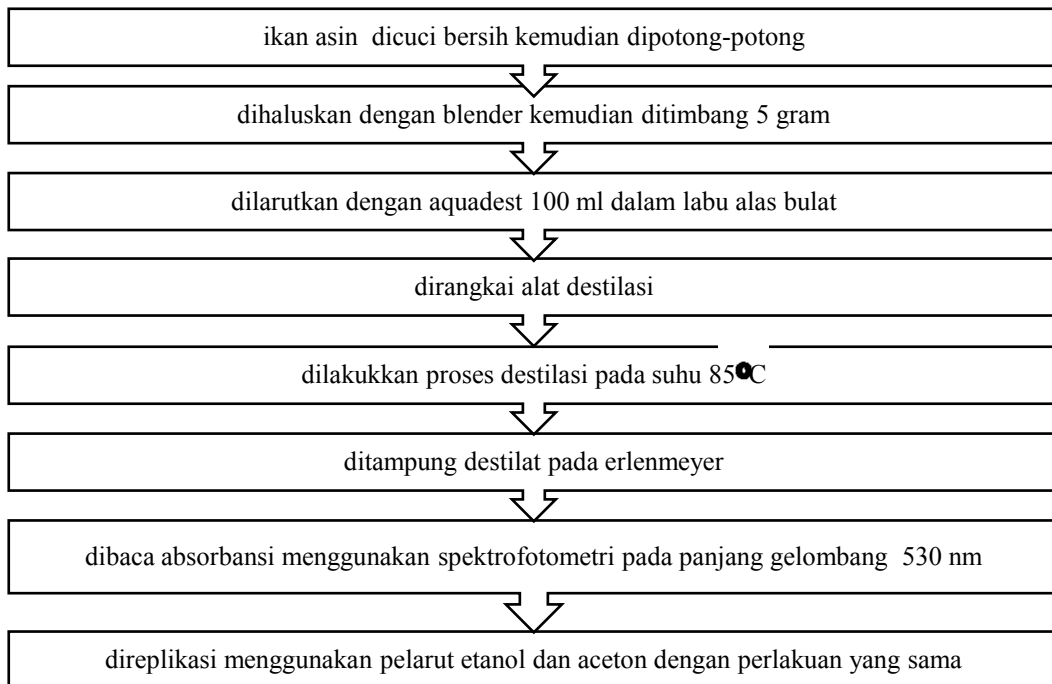
L.3.2.1 Optimasi Panjang Gelombang



hasil diambil nilai absorbansi yang paling tinggi tetapi harus dibawah 2

L.3.2.2 Optimasi Jenis Pelarut

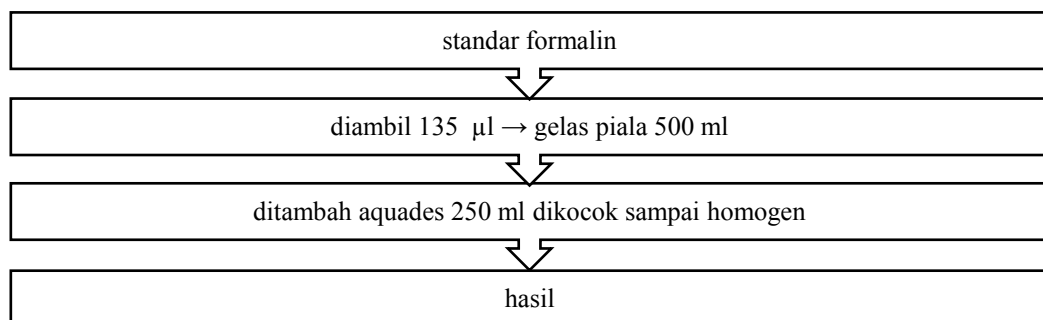
L.3.2.2.1 Pelarut Aquadest



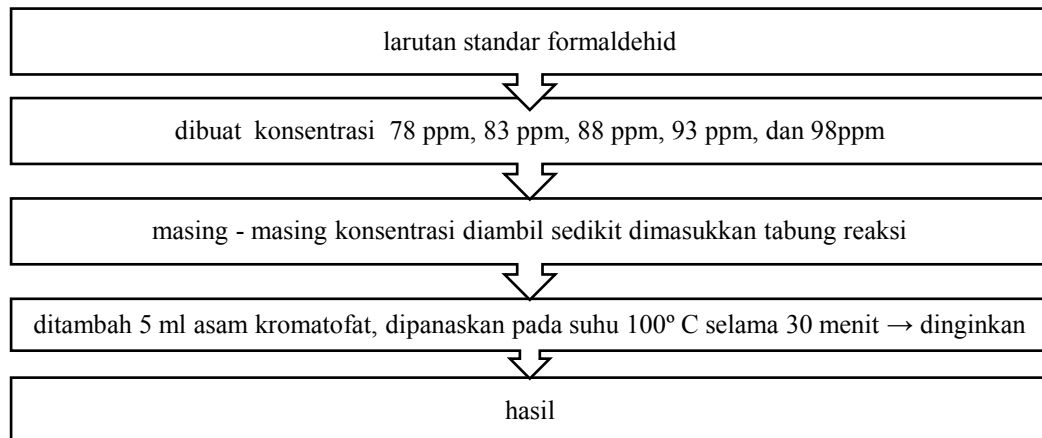
L.3.3 Validasi Metode

L.3.3.1 Uji Linieritas

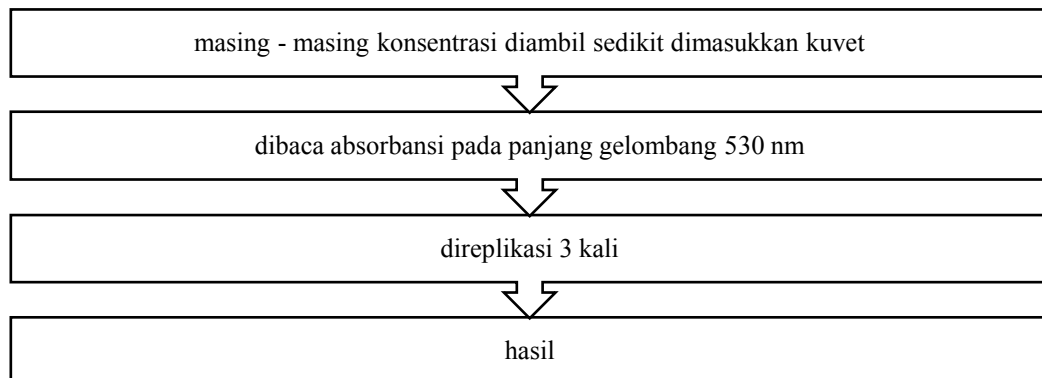
L.3.3.1.1 Pembuatan larutan standar



L.3.3.1.2 Pembuatan variasi konsentrasi



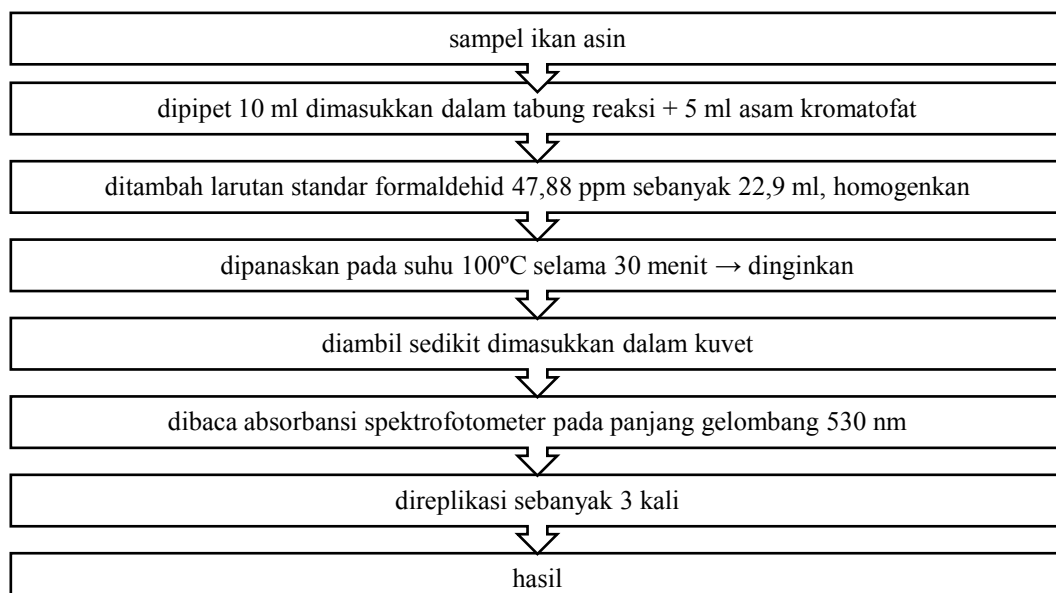
L.3.3.1.3 Pengujian



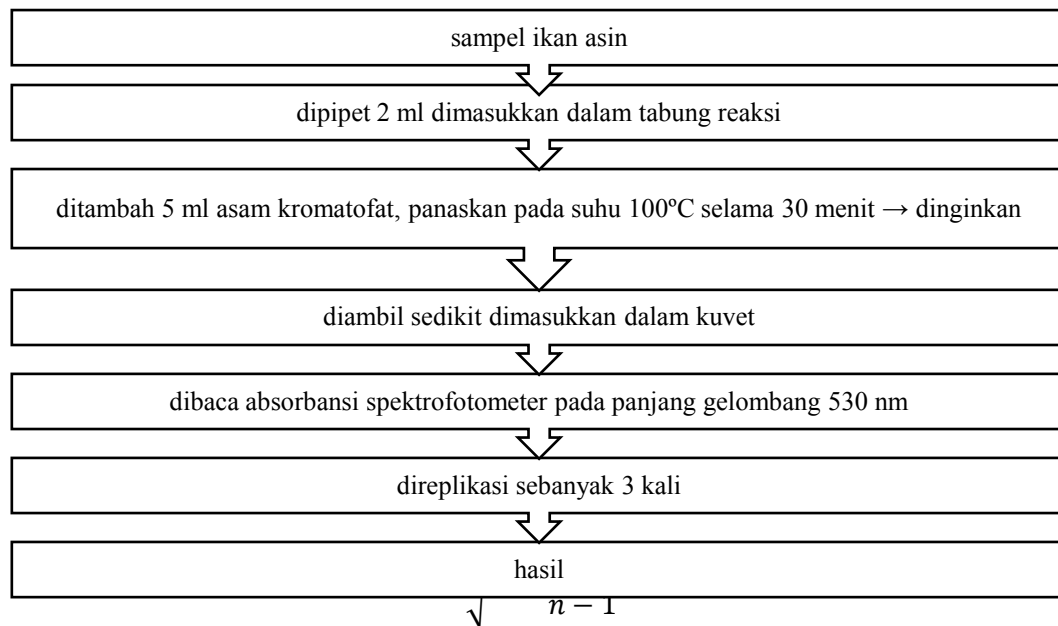
hasil absorbansi masing-masing konsentrasi kemudian dibuat kurva baku dengan memasukkan sumbu x (konsentrasi standar) dan sumbu y (absorbansi rata-rata) dan dicari R^2 . Tingkat linieritas optimum apabila R^2 mendekati 1

L.3.3.3 Uji Akurasi

Dilakukan dengan teknik *spiking*



L.3.3.4 Uji Presisi



SD = standar deviasi

n = jumlah sampel

X_i = kadar analit tiap pengulangan

\bar{X} = rata-rata kadar analit tiap pengulangan

$$RSD = \frac{\text{standar deviasi (SD)}}{\text{konsentrasi rata - rata analit dalam sampel}} \times 100\%$$

$RSD \leq 1\%$ = sangat teliti

$1\% \leq RSD \leq 2\%$ = teliti

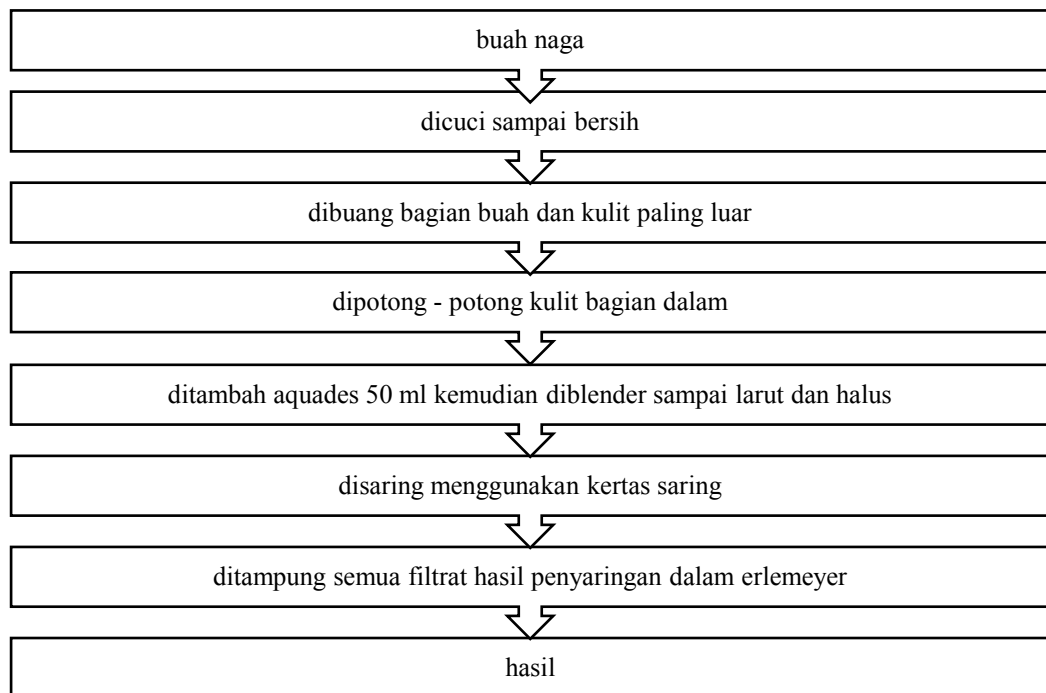
$2\% \leq RSD \leq 5\%$ = ketelitian sedang

RSD > 5% = ketelitian rendah

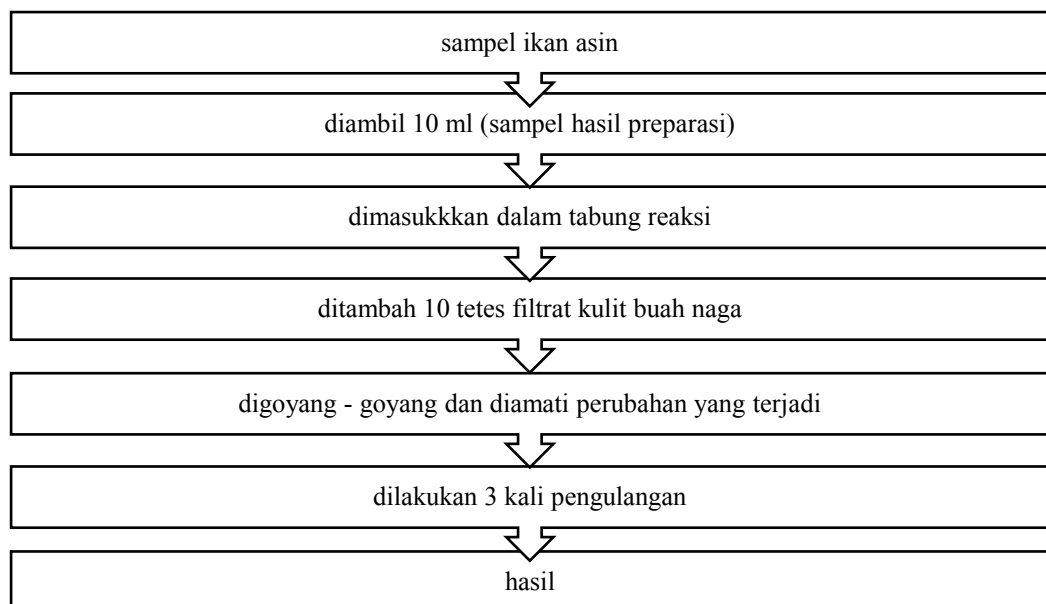
L.3.4 Analisa Kualitatif

L.3.4.1 Pengujian dengan kulit buah naga

L.3.4.1.1 Pembuatan larutan kulit buah naga

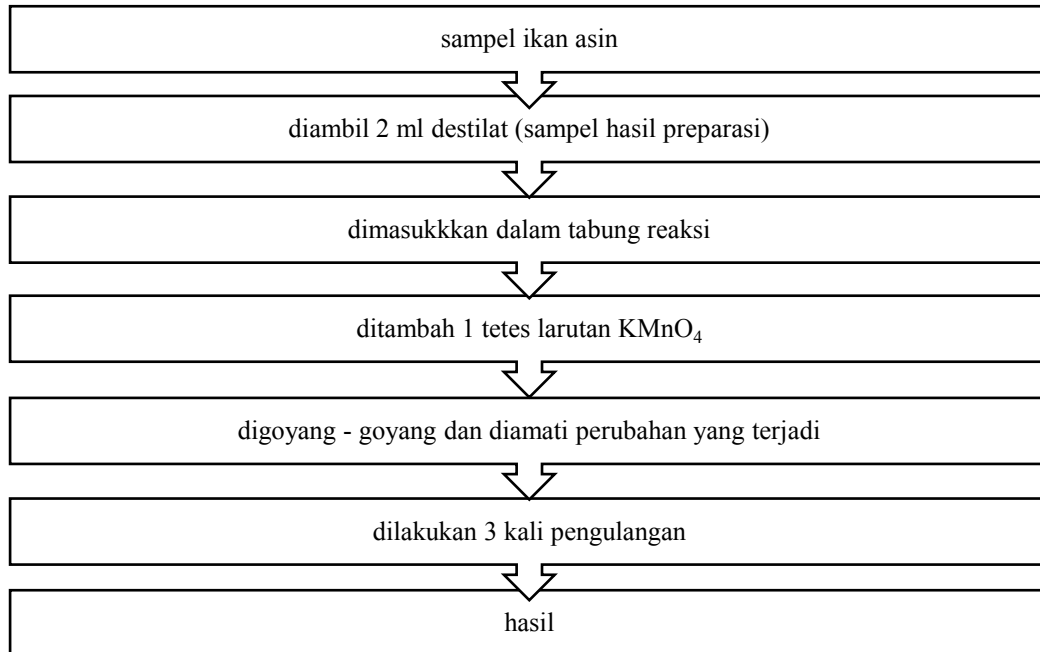


L.3.4.1.2 Pengujian



tidak terjadi perubahan pada larutan kulit buah naga = positif mengandung formaldehid

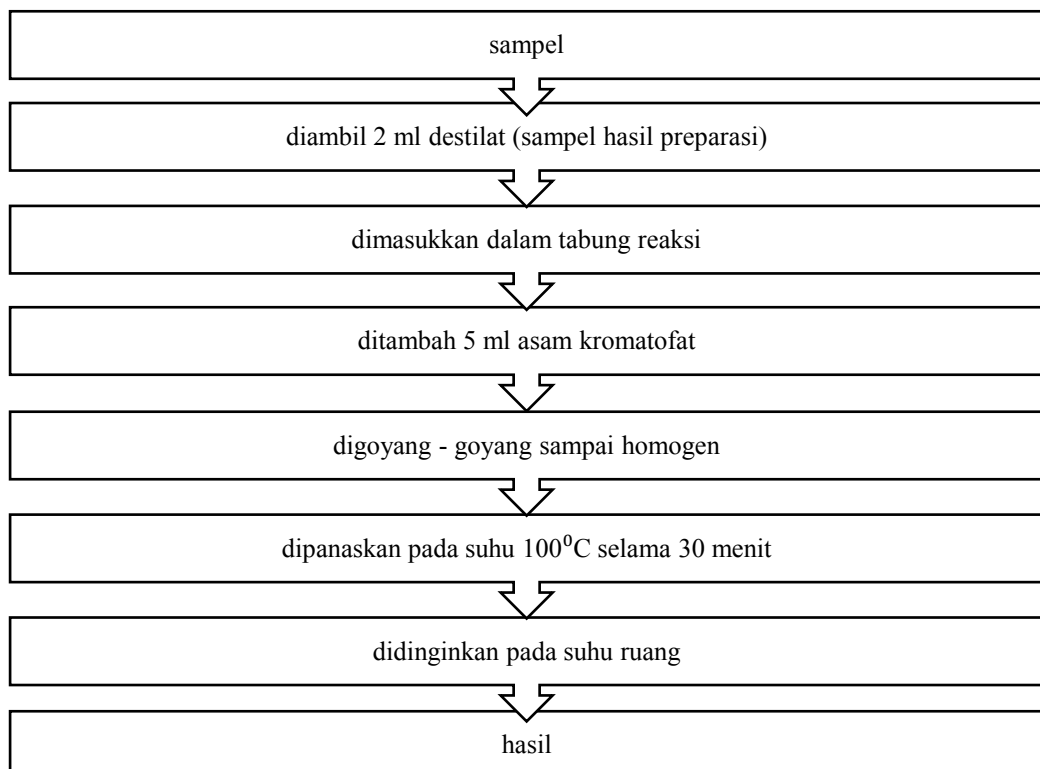
L.3.4.2 Pengujian dengan KMnO_4



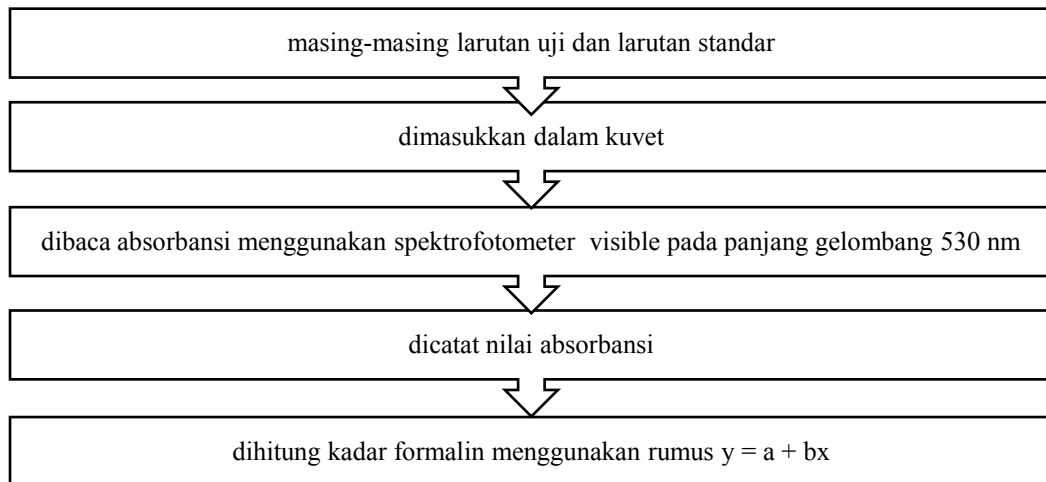
L.3.5 Analisa kuantitatif

L.3.5.1 Pengujian dengan spektrofotometri visible

L.3.5.1.1 Pembuatan larutan uji



L.3.5.1.2 Penetapan kadar formaldehid



Rumus $y = a + bx$ adalah rumus uji linieritas penentuan regresi dari standar kurva kalibrasi, diperoleh koefisien korelasi dan diketahui kondisi alat yang digunakan sudah mewakili jumlah sampel. Dimana :

y = nilai absorbansi

x = konsentrasi

b = koefisien regresi (menyatakan slope)

a = tetapan regresi (menyatakan intercept)

L.4.3 Perhitungan standar deviasi (SD)

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$\sqrt{\frac{5,0162}{3-1}}$$

$$= \sqrt{2,5081}$$

$$= 1,583$$

L.4.4 Perhitungan ratio standar deviasi (RSD)

$$\begin{aligned} \text{RSD} &= \frac{\text{SD}}{[\text{rata-rata analit}]} \times 100\% \\ &= \frac{1,583}{83,51} \times 100\% \\ &= 2,218\% \end{aligned}$$

L.4.5 Perhitungan kadar formaldehid metode spektrofotometri visible

$$\begin{aligned} y &= a + bx \\ 0,921 &= 0,1242 + 0,0088x \\ 0,921 - 0,1242 &= 0,0088x \\ 0,7968 &= 0,0088x \\ 0,7968 : 0,0088 &= x \\ 90,54 &= x \end{aligned}$$