

PENETAPAN KADAR FORMALDEHID DALAM IKAN ASIN DI TULUNGAGUNG MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

Afidatul Muadifah¹, Rosalina Djatmika², Fahima Ariani³

^{1,2,3}Program Studi Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Karya Putra Bangsa Tulungagung
Jalan Raya Tulungagung-Blitar KM 4, Sumbergempol, Tulungagung

Email: Afyda31@gmail.com

ABSTRACT

Formaldehyde steam stimulates the mucous membranes of the nose, throat and burning sensation. The use of formaldehyde as a preservative in food still occurring to date, one of which is the use of formaldehyde in salted fish consumed by community. 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 which was analyzed using visible spectrophotometry method. The method used in this research is wavelength and solvent optimization. Validation used is linearity, accuracy and precision. The identification of formaldehyde of salted fish was qualitatively identified using the peel of dragon fruit and $KMnO_4$ and quantitative using visible spectrophotometry method. The result of the research obtained optimum wavelength is 530 nm, the optimum solvent is aquades. Result of linearity test obtained $y = 0.003x + 0.489$ with $R^2 = 0.989$. The accuracy test obtained recovery of 101.90% and precision test obtained $SD = 1.583$ and $RSD = 1.95\%$. Qualitative test was obtained from 6 salted fish samples analyzed, all samples positive contain formaldehyde. In a quantitative analysis obtained formaldehyde of $72 \pm 1,583$ ppm.

Keywords: *salted fish, formaldehyde, $KMnO_4$, peel of dragon fruit, visible spectrophotometry method*

PENDAHULUAN

Formaldehid dikenal luas sebagai desinfektan, pengawet spesimen, digunakan dalam industri kayu lapis sebagai perekat. Dalam konsentrasi yang sangat kecil (<1%), formaldehid digunakan sebagai pengawet untuk berbagai peralatan seperti pembersih rumah tangga, cairan pencuci piring. Formaldehid adalah bahan kimia berbahaya yang bisa menyebabkan kanker. Oleh karena itu, formaldehid tidak boleh digunakan pada bahan pangan. Jika tertelan, formaldehid dapat menyebabkan rasa terbakar pada mulut dan kerongkongan. Jika terhirup pada jangka waktu

yang lama, formaldehid dapat menyebabkan kanker hidung. Formaldehid juga dapat menyebabkan kelainan genetik pada manusia (BPOM, 2008).

Ikan asin merupakan produk pengawetan ikan yang dilakukan dengan cara penggaraman. Produk ikan asin banyak dikonsumsi oleh masyarakat dengan alasan harga yang terjangkau, lebih awet atau tahan lama, mudah didapat di pasar-pasar, dan memiliki kandungan gizi yang baik. Seratus gram ikan asin mengandung energi sebesar 198 kkal yang terdiri dari: protein 42%, lemak 1,50%, dan 56,5% kalsium dan fosfor. Selain itu, ikan juga

memiliki aroma dan rasa yang khas (Hastuti, 2010).

Spektrofotometri UV-Vis adalah metode analisis zat kimia yang menggunakan instrumen spektrofotometer berdasarkan penyerapan sinar ultraviolet maupun sinar tampak yang menyebabkan perpindahan elektron dari tingkat energi rendah ke tingkat energi tinggi (transisi elektron) (Octaviani *et al.*, 2014). Hasil penelitian lain yang dilakukan oleh Niswah *et al.*, (2016), ikan asin yang diperoleh dari pasar KM 5 Palembang setelah dilakukan uji kandungan formaldehid dengan metode kuantitatif diperoleh hasil bahwa dari 25 sampel yang diuji 8 diantaranya positif mengandung formaldehid. Formaldehid yang terkandung dalam ikan asin yang diuji memiliki kadar paling kecil 0,001 ppm dan paling besar 0,006 ppm.

Berdasarkan uraian latar belakang di atas maka perlu dilakukan penelitian dengan judul “Penetapan Kadar Formaldehid Dalam Ikan Asin Di Tulungagung Menggunakan Metode Spektrofotometri visible”. Peneliti memilih judul tersebut karena di Tulungagung belum ada penelitian yang menganalisa formaldehid pada ikan asin. Alasan penggunaan metode spektrofotometri adalah bahwa metode tersebut dianggap metode yang sederhana yang dapat dilakukan untuk mengukur kadar zat dengan jumlah yang sangat kecil dengan waktu yang relatif cepat.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah seperangkat alat spektrofotometri visible, seperangkat alat gelas, mikropipet (accumax pro), blender, pisau, neraca analitik, tabung reaksi, rak tabung.

Bahan yang digunakan adalah ikan asin, kulit buah naga bagian dalam, formaldehid 37% (p.a), KMnO_4 0,1 N (teknis), alkohol 70% (teknis), aseton (teknis), asam kromatofat (p.a) dan aquades (teknis).

Prosedur Penelitian

Preparasi Sampel

Sampel dihaluskan dengan blender, ditimbang 50 gram kemudian direndam dengan aquades 100 ml dalam *beker glass* selama 30 menit. Larutan kemudian disaring sampai filtrat jernih dan ditampung dalam botol gelap.

Optimasi

Optimasi panjang gelombang. Dipipet 2 ml formaldehid 100 ppm dimasukkan tabung reaksi, ditambah 5 ml asam kromatofat, dipanaskan selama 30 menit pada suhu 100°C , dinginkan. Diambil sedikit dimasukkan kuvet, dibaca absorbansi pada variasi panjang gelombang 510; 520; 530 nm menggunakan spektrofotometri visible.

Optimasi pelarut. Sampel di preparasi menggunakan aquades, etanol dan acetone. Diberi perlakuan seperti pada optimasi panjang gelombang dan dibaca absorbansi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometri visible.

Validasi Metode

Uji Linieritas

Dibuat larutan baku formaldehid 100 ppm. Formaldehid 37% dipipet 135 μl dimasukkan dalam gelas piala 500 ml. Ditambah aquades sampai tanda batas, ditutup dan dikocok sampai homogen. Dibuat konsentrasi 50; 65; 80; 100 ppm. Masing-masing konsentrasi diambil 2 ml dimasukkan dalam tabung reaksi. Diberi perlakuan seperti pada optimasi panjang gelombang. Diambil sedikit larutan dimasukkan dalam kuvet kemudian dibaca absorbansi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometri visible. Hasil dibuat kurva kalibrasi hingga didapat persamaan linier $y = a + bx$, koefisien korelasi (r) dari persamaan garis linier.

Uji Akurasi

Sampel dipipet 10 ml + 22,9 ml (spiking) larutan baku formaldehid + 5 ml asam kromatofat dalam tabung reaksi. Dipanaskan selama 30 menit

pada suhu 100°C. Larutan didinginkan kemudian dibaca absorbansi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometri visible. Dilakukan replikasi 3 kali. Dihitung nilai perolehan kembali dengan membandingkan konsentrasi *spiking* dikurangi konsentrasi sampel dengan absorbansi standar (baku) dikali 100%. Akurasi baik jika nilai perolehan kembali 80-102 %.

Uji Presisi

Diambil 2 ml sampel + 5 ml asam kromatofat dalam tabung reaksi. Dipanaskan pada suhu 100°C selama 30 menit, dinginkan. Diambil sedikit dimasukkan dalam kuvet, dibaca absorbansi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometri visible. Dilakukan replikasi 3 kali. Presisi baik jika nilai RSD $\leq 2\%$.

Uji Kualitatif

Menggunakan kulit buah naga

Larutan kulit buah naga dibuat dengan cara kulit buah naga yang masih segar diambil bagian dalamnya kemudian diblender dengan air secukupnya. Larutan kemudian disaring diambil filtratnya.

Diambil 10 ml sampel + 10 tetes filtrat kulit buah naga dalam tabung reaksi, goyang-goyangkan tabung reaksi. Amati perubahan dalam tabung reaksi. Jika warna kulit buah naga tetap artinya sampel positif mengandung formaldehid.

Menggunakan KMnO₄

Diambil 2 ml sampel + 1 tetes KMnO₄ dalam tabung reaksi, goyang-goyangkan tabung. Amati perubahan dalam tabung reaksi. Jika warna KMnO₄ hilang artinya sampel positif mengandung formaldehid.

Uji Kuantitatif

Diambil 2 ml sampel + 5 ml asam kromatofat dalam tabung reaksi, goyang-goyangkan tabung sampai homogen. Panaskan larutan pada suhu 100°C selama 30 menit. Dinginkan pada suhu ruang. Diambil sedikit larutan dimasukkan dalam kuvet dibaca absorbansi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometri visible.

Dilakukan replikasi 3 kali. Kadar formaldehid dihitung menggunakan rumus $y = a + bx$.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan sampel ikan asin yang diperoleh dari 3 pasar di Kabupaten Tulungagung, yaitu pasar Sumbergempol, pasar Ngemplak dan pasar Bandung. Sampel diambil secara random.

Optimasi

Optimasi Panjang Gelombang

Berdasarkan Tabel.1 diperoleh panjang gelombang optimum yaitu 530 nm, karena pada panjang gelombang ini memberikan hasil peak yang baik yang sesuai dengan literatur (Hastuti, 2010).

Tabel 1. Data nilai absorbansi pada masing-masing panjang gelombang

Panjang Gelombang (λ)	Absorbansi
510 nm	0,899
520 nm	0,624
530 nm	0,985

Optimasi pelarut

Berdasarkan tabel 2 diperoleh pelarut yang optimum pada penelitian ini adalah aquades karena pada panjang gelombang 530 nm aquades memberikan nilai absorbansi yang paling tinggi, sesuai dengan literatur dalam jurnal Yusuf *et al* tahun 2015.

Tabel 2. Data nilai absorbansi pada masing-masing pelarut

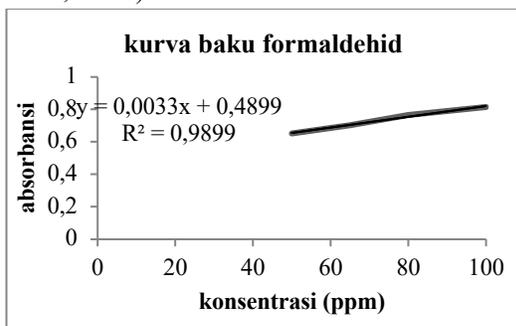
Pelarut	Absorbansi pada λ 530 nm
Aquades	0,493
Etanol	0,199
Aseton	0,360

Validasi Metode

Uji linieritas

Uji linieritas dilakukan dengan membuat

kurva kalibrasi yang dapat menghasilkan persamaan garis regresi. Kurva kalibrasi standar formaldehid dilakukan pada konsentrasi 50; 65; 80 dan 100 ppm. Masing-masing konsentrasi direaksikan dengan asam kromatofat membentuk senyawa kompleks berwarna merah keunguan. Penambahan asam kromatofat berfungsi untuk mengikat formaldehid agar terlepas dari sampel (Hastuti, 2010).



Gambar 1. Kurva kalibrasi standar formaldehid

Berdasarkan Gambar 1 hasil uji linieritas diperoleh persamaan kurva kalibrasi $y = 0,003x + 0,489$ dengan nilai koefisien korelasi (R^2) 0,989. Nilai R^2 0,989 menunjukkan ada hubungan antara konsentrasi dengan nilai absorban terukur karena nilainya kurang dari 1. Nilai ini sesuai dengan literatur yang menyatakan terdapat hubungan yang linier apabila nilai R^2 mendekati nilai 1 (Riyanto, 2011).

Uji akurasi

Akurasi dinyatakan sebagai perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Penelitian ini menggunakan metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) (Riyanto, 2011).. Setelah dilakukan perhitungan diperoleh nilai uji perolehan kembali sebesar 101,90%. Nilai ini menyatakan akurasi dalam penelitian ini baik dimana syarat nilai uji perolehan kembali yang baik adalah 98% - 102% (Gandjar dan Rohman, 2007).

Uji presisi

Presisi menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji yang diukur. Presisi diukur sebagai simpangan

baku atau simpangan baku relatif (Gandjar dan Rohman, 2007). Adapun hasil uji presisi dari penelitian ini adalah nilai $SD = 1,583$ dan nilai $RSD = 1,95\%$ yang termasuk dalam kategori teliti. Hasil tersebut memenuhi syarat dari uji presisi dimana nilai yang disyaratkan adalah $RSD \leq 2\%$.

Uji Kualitatif

Menggunakan kulit buah naga

Berdasarkan Tabel 3 semua sampel positif mengandung formaldehid yang ditandai dengan tidak adanya perubahan warna pada kulit buah setelah ditambahkan ke dalam sampel.

Tabel 3. Hasil analisa formaldehid menggunakan kulit buah naga

Sampel	Hasil	keterangan
A	+	
B	+	
C	+	Warna kulit buah
D	+	naga tetap
E	+	
F	+	

Buah naga yang digunakan adalah buah naga yang berwarna merah, karena pada kulit buah yang berwarna merah mengandung pigmen antosianin yang cukup tinggi. Apabila antosianin bereaksi dengan dengan protein akan menyebabkan perubahan warna, pembentukan uap atau endapan (Simanjuntak, 2014).

Formaldehid memiliki unsur aldehid yang mudah bereaksi dengan protein. Aldehid mengikat protein dalam ikan asin sehingga mengakibatkan protein mati. Apabila protein sudah mati, protein tersebut tidak dapat bereaksi dengan antosianin sehingga antosianin stabil dan ketika diteteskan pada sampel tidak mengalami perubahan warna, tidak terbentuk uap atau endapan (Khaira, 2013).

Menggunakan $KMnO_4$

Berdasarkan Tabel 4 semua sampel positif mengandung formaldehid yang ditandai dengan hilangnya warna ungu pada $KMnO_4$ setelah ditambahkan ke dalam sampel.

Tabel 4. Hasil analisa formaldehid menggunakan KMnO_4

Sampel	Hasil	keterangan
A	+	
B	+	
C	+	Warna KMnO_4
D	+	hilang
E	+	
F	+	

KMnO_4 merupakan oksidator yang kuat sehingga dapat mengoksidasi formaldehid. Aldehid dapat teroksidasi menjadi asam karboksilat dengan pereaksi KMnO_4 . Jika warna KMnO_4 segera memudar atau hilang artinya sampel tersebut mengandung aldehid yang bersifat mereduksi KMnO_4 (Mirna *et al.*, 2016).

Uji Kuantitatif

Uji kuantitatif menggunakan spektrofotometri visible digunakan untuk mengetahui kadar formaldehid dalam ikan asin. Sampel dalam penelitian ini diambil secara random yaitu, pengambilan sampel yang memberikan kesempatan yang sama untuk diambil pada setiap elemen populasi (Gandjar dan Rohman, 2007).

Sampel ditambah asam kromatofat kemudian dipanaskan pada suhu 100°C selama 30 menit. Kemudian sampel didinginkan selanjutnya dibaca serapannya pada spektrofotometri visible dengan panjang gelombang 530 nm. Seperti yang sudah dijelaskan diatas, penambahan asam kromatofat berfungsi untuk mengikat formaldehid agar terlepas dari sampel. Sedangkan proses pemanasan berfungsi untuk mempercepat reaksi antara formaldehid dengan asam kromatofat. Walaupun sifat formaldehid cenderung menguap pada suhu tinggi namun 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 $72 \pm 1,583$ ppm seperti yang

tercantum dalam Tabel 5.

Tabel 5. Data penetapan kadar formaldehid menggunakan spektrofotometri visible

Absorbansi	Konsentrasi/kadar \pm SD
0,710	$73,7 \pm 1,583$ ppm
0,715	$75,3 \pm 1,583$ ppm
0,690	$67 \pm 1,583$ ppm
$\bar{X} = 72 \pm 1,583$ ppm	

Berdasarkan analisa formaldehid menggunakan spektrofotometri visible didapat kadar formaldehid yang terkandung dalam ikan asin sebesar $72 \pm 1,583$ 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.

Berdasarkan PERMENKES RI No 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan, formaldehid termasuk dalam bahan yang dilarang digunakan sebagai bahan tambahan pangan. Apabila pelaku usaha terbukti menyalahgunakan bahan berbahaya dalam pangan, akan mendapatkan sanksi administrasi dan pembinaan. Sanksi administrasi berupa peringatan tertulis, penghentian sementara kegiatan, rekomendasi pencabutan izin, pencabutan izin usaha dan tindakan lain sesuai dengan ketentuan perundang-undangan. Sedangkan pembinaan yang dilakukan oleh BPOM salah satunya adalah pelatihan dan bimbingan teknis (Peraturan Bersama Mendagri RI dan BPOM, 2013).

KESIMPULAN

Panjang gelombang optimum dan pelarut optimum untuk analisis formaldehid dengan metode spektrofotometri visible adalah 530 nm dan menggunakan pelarut aquades. Berdasarkan pengujian menggunakan metode spektrofotometri visible sampel ikan asin di Tulungagung mengandung formaldehid sebesar $72 \pm 1,583$ ppm.

DAFTAR PUSTAKA

- Balai Pengawasan Obat Dan Makan. 2008. *Formalin (Larutan Formaldehid)*. Jakarta: Badan POM.
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Belajar.
- Hastuti, Sri. 2010. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Formalin pada Ikan Asin di Madura. *Jurnal Agrotek* Vol. 4, No. 2, p.132-137.
- Khaira, Kuntum. 2013. *Pemeriksaan Pada Tahu Yang Beredar di Pasar Batusangkar Menggunakan Kalium Permanganat (KMnO₄) Dan Kulit Buah Naga*. Batusangkar.
- Mirna., Karimuna, La., dan Asyik, N. 2016. Analisis Formalin Pada Ikan Asin di Beberapa Pasar Tradisional Kota Kendari. *Jurnal Sains dan Teknologi Pangan* Vol.1, No.1, p 31-36.
- Niswah, C., Pane, E.F., dan Resanti, M. 2016. Uji Kandungan Formalin Pada Ikan Asin di Pasar KM 5 Palembang. *Jurnal Bioilmi* Vol.2 No.2.
- Peraturan Bersama Menteri Dalam Negeri Republik Indonesia dan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2013. *Peraturan Bersama Menteri Dalam Negeri Republik Indonesia dan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 43 Tahun 2013 dan nomor 2 Tahun 2013 Tentang Pengawasan Bahan Berbahaya Yang Disalahgunakan Dalam Pangan*. Jakarta.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia. 2012. *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia
- Riyanto. 2011. *Validasi & Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: Deppublish
- Yusuf, Y., Zuki, Z., MP., Amanda, RR. 2015. Pengaruh Beberapa Perlakuan Terhadap Pengurangan Kadar Formalin Pada Ikan Yang Ditentukan Secara Spektrofotometri. *J. Ris. Kim.* Vol. 8, No. 2.
- Simajuntak, Lidya. 2014. Ekstraksi Pigmen Antosianin dari Kulit Buah Naga Merah (*Hyloceus polyrhizus*). *Jurnal Teknik Kimia USU*. Vol. 3, No. 2, p. 25-29.