

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**ANALISIS FORMALIN DALAM IKAN DAN UDANG SEGAR  
DENGAN PEREAKSI SCHRYVER YANG DIMODIFIKASI**

**SKRIPSI**

**SONY SATRIA WICAKSONO**

**0806364750**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI SARJANA EKSTENSI FARMASI  
DEPOK  
JANUARI 2011**

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**ANALISIS FORMALIN DALAM IKAN DAN UDANG SEGAR  
DENGAN PEREAKSI SCHRYVER YANG DIMODIFIKASI**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana  
Farmasi**

**SONY SATRIA WICAKSONO**

**0806364750**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI SARJANA EKSTENSI FARMASI**

**DEPOK**


**JANUARI 2011**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar

Nama : Sony Satria Wicaksono

NPM : 0806364750

Tanda Tangan :  .....

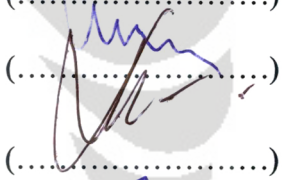
Tanggal : 04 Januari 2011

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Sony Satria Wicaksono  
NPM : 0806364750  
Program Studi : Farmasi  
Judul Skripsi : Analisis Formaldehida dalam Ikan dan Udang  
Segar dengan Pereaksi Schryver yang Dimodifikasi

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing 1	: Dr. Herman Suryadi, M.S	
Pembimbing 2	: Drs. Umar Mansur, M.Sc	
Penguji	: Dr. Harmita, Apt.	
Penguji	: Dr. Hasan Rachmat	
Penguji	: Drs. Jahja Atmadja	

Ditetapkan di : *Depok*

Tanggal : *4-1-2011*

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kepada Allah SWT, karena atas segala rahmat, anugerah serta karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan menyusun skripsi ini. Shalawat dan salam tak lupa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW.

Skripsi yang berjudul “Analisis Formaldehida dalam Ikan dan Udang Segar dengan Pereaksi Schryver yang Dimodifikasi” ini disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi, Departemen Farmasi Universitas Indonesia. Penelitian dalam rangka penyusunan skripsi ini dilakukan sepenuhnya di Laboratorium Kimia Kuantitatif, Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Pada kesempatan ini, penulis hendak mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Herman Suryadi, M.S selaku pembimbing I dan Bapak Drs. Umar Mansur, M.Sc selaku pembimbing II yang telah bersedia memberikan bimbingan dan pengarahan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Sutriyo, S.Si., M.Si., Apt. selaku pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan selama penulis menempuh pendidikan di Departemen Farmasi.
3. Bapak Dr. Abdul Mun'im selaku Ketua Program Ekstensi Farmasi FMIPA UI.
4. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS selaku Ketua Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
5. Bapak Drs. Hayun, M.Si, selaku kepala Laboratorium Kimia Kuantitatif Departemen Farmasi FMIPA UI.

6. Seluruh staff pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI.
7. Keluargaku tercinta, (Alm.) Papa yang sudah bahagia di sana, Mama, Mba Diyan, Bang Heri atas semua dukungan, kasih sayang, perhatian, kesabaran, dorongan semangat, do'a yang tidak henti-hentinya dan dana yang diberikan untuk penulis.
8. Kepada seluruh teman-teman yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangannya, baik dari segi ilmiah maupun penyajiannya. Penulis berharap penelitian ini dapat bermanfaat bagi rekan-rekan Farmasi khususnya dan para pengembang ilmu pengetahuan pada umumnya.

Penulis

2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Sony Satria Wicaksono

NPM : 0806364750

Program Studi : S1 Ekstensi Farmasi

Departemen : Farmasi

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis Karya : Skripsi

demikian demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Analisis Formaldehida dalam Ikan dan Udang Segar dengan Pereaksi Schryver yang Dimodifikasi

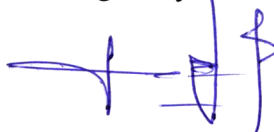
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia bebas menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 04 Januari 2011

Yang menyatakan



(Sony Satria Wicaksono)

## ABSTRAK

Nama : Sony Satria Wicaksono  
Program studi : Farmasi  
Judul : Analisis Formaldehida dalam Ikan dan Udang Segar dengan Perekasi Schryver yang Dimodifikasi

Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi pereaksi Schryver yang diharapkan dapat memberikan stabilitas dan terbentuknya warna yang spesifik dan sensitif antara pereaksi dan formaldehida dengan batas deteksi yang lebih baik dari pereaksi Schryver. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pereaksi untuk analisis formaldehida melalui reaksi polimerisasi oksidatif menggunakan kalium peroksodisulfat (PDS) dan untuk mengidentifikasi penggunaan formaldehida pada ikan dan udang segar yang dijual di Pasar Minggu. Penelitian ini diawali dengan identifikasi kandungan formaldehida dalam sampel ikan dan udang segar kemudian dilanjutkan dengan analisis kuantitatif untuk memperkuat hasil yang diperoleh. Analisis kualitatif dan kuantitatif formaldehida secara spektrofotometri UV-Vis dilakukan dengan pereaksi terpilih (asam sulfanilat dan PDS). Hasil validasi metode menunjukkan batas deteksi 0,0244 mg/L, batas kuantitasi 0,0815 mg/L, dan koefisien variasi 1,90%. Perolehan kembali formaldehida dalam sampel ikan berkisar antara 86,33-105,61% sedangkan dalam sampel udang 90,97-101,36%. Identifikasi terhadap sampel ikan dan sampel udang menunjukkan hasil yang positif dan hasil analisis kuantitatif pada seluruh sampel memperkuat hasil yang diperoleh, yaitu ditemukan adanya formaldehida dalam sampel ikan dan udang segar di Pasar Minggu dengan kadar rata-rata sebesar 888,32 µg/g untuk sampel ikan dan kadar rata-rata sebesar 1013,60 µg/g untuk sampel udang.

Kata kunci : formaldehida, ikan, asam sulfanilat dan PDS, spektrofotometri, udang  
xiii + 65 halaman : 16 gambar; 9 tabel; 8 lampiran  
Daftar acuan : 32 (1910-2008)



## ABSTRACT

Name : Sony Satria Wicaksono  
Program study : Pharmacy  
Title : Analysis of Formaldehyde in Fish and Shrimp  
Fresh with Modified Schryver Reagent

In this research, Schryver modification reagent that is expected to provide stability and formation of specific and sensitive color between the reagent and formaldehyde with a detection limit better than Schryver reagents. This research aims to obtain reagents for the analysis of formaldehyde through oxidative polymerization reaction using potassium peroxodisulfat (PDS) and to identify the use of formaldehyde in fish and fresh shrimp sold in Pasar Minggu. The first step of this research was formaldehyde identification in fish and shrimp samples and the next was quantitative analysis to assure the results obtained. Qualitative and quantitative determination was carried out spectrophotometrically using the selected reagent (sulfanilic acid and PDS). The limit of detection, limit of quantitation, and coefficient of variation for formaldehyde were 0.0244 mg/L, 0.0815 mg/L, and 1.90%, respectively. Recovery of formaldehyde in fish samples was 86.33-105.61% and shrimp samples was 90.97-101.36%. Qualitative determination in fish samples and shrimp samples showed positive results and the quantitative analysis confirmed that formaldehyde was found in the fresh fish and shrimp samples from Pasar Minggu with an average concentration of 888.32 ug/g for fish samples and the average concentration of 1013.60 ug/g for shrimp samples.

Keywords : fish, formaldehyde, shrimp, sulfanilic acid and PDS, spectrophotometry  
xiii + 65 pages : 16 figures; 9 tables; 8 appendices  
Bibliography : 32 (1910-2008)

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR ORISINALITAS .....</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>iv</b>
<b>LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiii</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	2
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>3</b>
2.1 Bahan Tambahan Makanan.....	3
2.2 Ikan dan Udang Segar .....	4
2.3 Formalin.....	6
2.4 Ikan dan Udang Berformalin.....	8
2.5 Metode Analisis Formaldehida.....	9
2.6 Pereaksi yang Dimodifikasi.....	11
2.7 Spektrofotometri UV-Vis.....	12
2.8 Validasi Metode Analisis.....	12
<b>BAB 3 METODE PENELITIAN .....</b>	<b>15</b>
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	15
3.2 Bahan .....	15
3.3 Alat .....	16
3.4 Cara Kerja.....	16
<b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>22</b>
4.1 Penetapan kadar larutan baku formaldehida.....	22
4.2 Pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehida..	22
4.3 Pemilihan pereaksi untuk analisis formaldehida.....	22
4.4 Pengamatan batas deteksi secara visual pereaksi terpilih terhadap formaldehida.....	23
4.5 Penentuan panjang gelombang maksimum dan kestabilan serapan warna kompleks.....	23
4.6 Validasi metode analisis formaldehida dengan pereaksi terpilih Secara Spektrofotometri UV-Vis.....	24
4.7 Penyiapan sampel untuk analisis formaldehida dalam sampel ikan segar.....	27
4.8 Penyiapan sampel untuk analisis formaldehida dalam sampel udang segar.....	28

<b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>30</b>
5.1 Kesimpulan .....	30
5.2 Saran .....	30
<b>DAFTAR ACUAN.....</b>	<b>31</b>



## DAFTAR GAMBAR

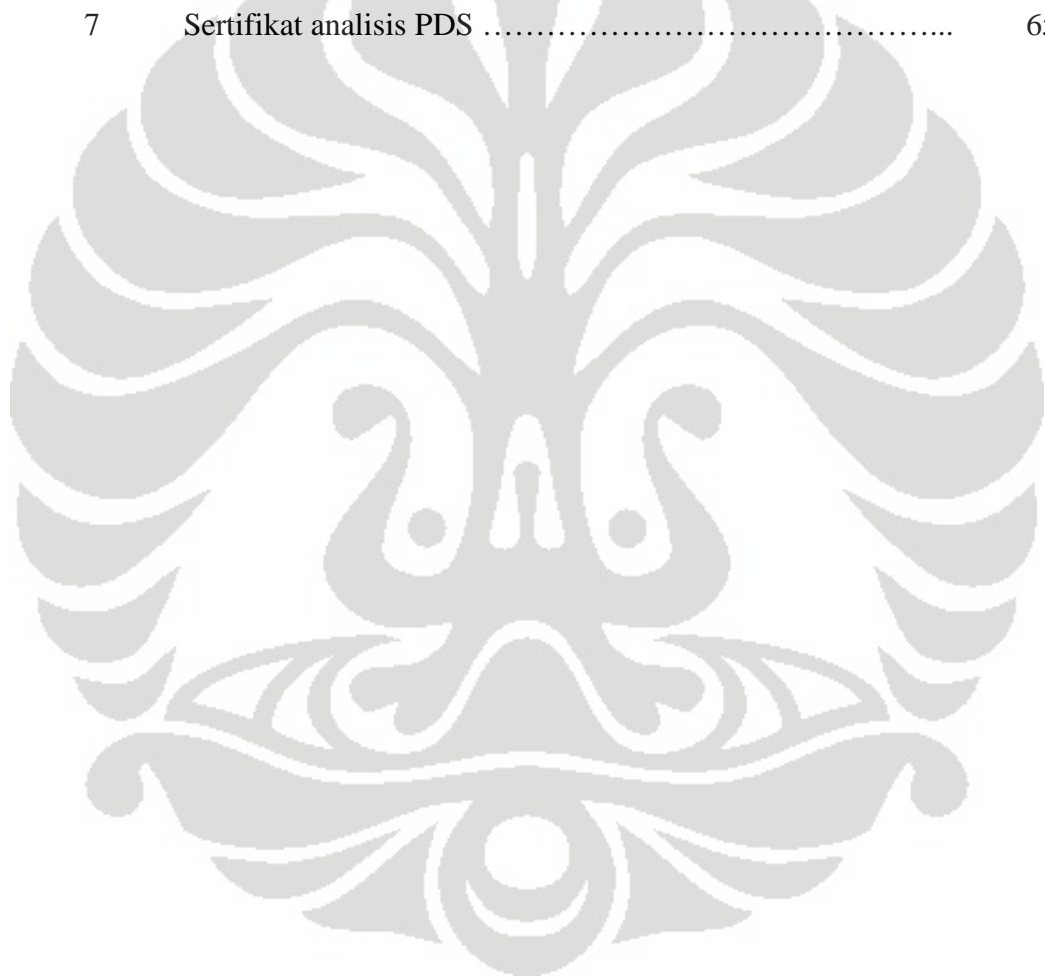
Gambar		Halaman
2.1	Rumus struktur formaldehida .....	6
2.2	Reaksi antara larutan formaldehida dengan pereaksi Schryver ..	34
2.3	Reaksi antara larutan formaldehida dengan pereaksi Nash .....	35
2.4	Reaksi antara larutan formaldehida dengan pereaksi asam kromatopat .....	36
4.1	Spektrum serapan hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih .....	37
4.2	Kurva kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih.....	38
4.3	Kurva kalibrasi senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih pada panjang gelombang 400,5 nm. Dengan persamaan garis $y = 0,00847 + 0,08181x$ dan $r = 0,99003$ .....	39
4.4	Reaksi warna yang dihasilkan dari beberapa senyawa induk ...	40
4.5	Pengujian 5 g sampel ikan dan udang segar dari Pasar Minggu secara kualitatif menggunakan pereaksi terpilih .....	41
4.6	Spektrum serapan sampel ikan segar yang mengandung formaldehida dengan pereaksi terpilih.....	42
4.7	Spektrum serapan sampel udang segar yang mengandung formaldehid dengan pereaksi terpilih .....	43
4.8	Spektrum serapan blanko (aquadest + pereaksi terpilih) .....	44
4.9	Reaksi warna yang dihasilkan oleh pereaksi terpilih (asam sulfanilat dan PDS) setelah direaksikan dengan formalidehida dan 2-propanol.....	45
4.10	Pengamatan batas deteksi pereaksi terpilih.....	46
4.11	Reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih (asam sulfanilat dan PDS) .....	47

## DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
4.1	Data penetapan kadar formaldehida standar secara titrasi asam basa.....	49
4.2	Data hubungan waktu terhadap kestabilan warna senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih .....	50
4.3	Data kurva kalibrasi formaldehid dengan pereaksi terpilih...	51
4.4	Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pereaksi terpilih .....	52
4.5	Data uji keterulangan pembentukan warna senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih .....	53
4.6	Data uji perolehan kembali formaldehida dengan konsentrasi 3,0; 5,0; dan 8,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel ikan.....	54
4.7	Data uji perolehan kembali formaldehida dengan konsentrasi 3,0; 5,0; dan 8,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel udang.....	55
4.8	Data analisis kuantitatif formadehida pada sampel ikan dan udang segar .....	56
4.9	Data reaksi warna kompleks dari beberapa senyawa induk ..	57

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
1	Data pembakuan NaOH dengan KHP secara titrasi asam basa .....	59
2	Perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehida .....	60
3	Perhitungan kadar formaldehida dari sampel ikan yang diperoleh dari Pasar Minggu-Jakarta Selatan.....	61
4	Perhitungan kadar formaldehida dari sampel udang yang diperoleh dari Pasar Minggu-Jakarta Selatan .....	62
5	Hasil pemeriksaan bahan baku formaldehida .....	63
6	Sertifikat analisis DPASA .....	64
7	Sertifikat analisis PDS .....	65



## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1. Latar Belakang

Bahan tambahan makanan adalah bahan yang ditambahkan pada pengolahan makanan untuk meningkatkan mutu, memberikan warna yang menarik, memberikan rasa supaya lebih enak, tahan lebih lama, lebih kental dan dapat memperbaiki tekstur makanan (Anonim, 1994 dan Awang, 2006). Bahan pengawet merupakan salah satu bahan tambahan makanan yang sudah lama digunakan. Beberapa metode pengawetan bahan makanan telah banyak dilakukan, pada mula-nya asap digunakan untuk mengawetkan daging dan ikan (Aurand *et al.*, 1987). Demikian juga pengawetan menggunakan gula, garam, asam dan selanjutnya dikenal pula bahan pengawet kimia.

Dalam pelaksanaannya, penggunaan bahan tambahan kadang-kadang tidak sesuai dengan persyaratan atau batasan yang telah ada, seperti penggunaan bahan tambahan yang melebihi dosis yang diijinkan. Selain itu sering juga digunakan bahan tambahan yang seharusnya bukan untuk pangan seperti penggunaan zat pewarna sintetik untuk tekstil atau kertas, boraks dan formaldehida. Di antara bahan-bahan yang dilarang penggunaannya tersebut adalah formaldehida, karena formaldehida adalah bahan untuk antiseptik, penghilang bau dan fumigant bahkan dikenal pula sebagai bahan pengawet sediaan (preparat) atau pengawet mayat di rumah sakit. Di samping itu adanya formalin dalam makanan dapat mengakibatkan keracunan tubuh pada manusia, yaitu dapat menimbulkan rasa sakit perut yang akut disertai muntah-muntah atau gangguan peredaran darah.

Formaldehida bukanlah bahan pengawet makanan. Larangan penggunaan formaldehida sebagai bahan tambahan makanan tercantum dalam Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.722/MenKes/Per/IV/88. Bahan pangan yang diawetkan dengan formaldehida memiliki penampilan yang lebih baik dan daya simpan yang lebih lama dibandingkan dengan yang tidak diberi

formaldehida. Secara umum, sulit membedakan ikan dan udang berformalin dengan yang tidak. Oleh karena itu, jangan terkecoh oleh penampilan ikan dan udang segar dari kapal yang baru pulang melaut. Kuat dugaan bahwa ikan dan udang segar sudah mulai diberi formaldehida sejak di dalam kapal (Saparinto *et al*, 2006).

Telah diketahui bahwa analisis formaldehida dapat menggunakan pereaksi Schryver namun pada penelitian-penelitian sebelumnya pereaksi tersebut memberikan stabilitas yang kurang baik. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi pereaksi Schryver yang diharapkan dapat memberikan stabilitas dan terbentuknya warna yang spesifik dan sensitif antara pereaksi dan formaldehida dengan batas deteksi yang lebih baik dari pereaksi Schryver. Pereaksi utama dalam penelitian ini adalah terdiri dari asam difenilamin-4-sulfonat (DPASA) dan kalium peroksodisulfat (PDS) sebagai agen polimer sehingga terjadi reaksi polimerisasi oksidatif (Sivakumar *et al*, 2001). Modifikasi dilakukan dengan menggunakan anilin dan derivatnya seperti: fenilhidrazin HCl, asam sulfanilat, dan asam mefenamat sebagai pengganti senyawa dari pereaksi Schryver yang juga direaksikan oleh PDS. Alasan pemilihan senyawa-senyawa tersebut adalah peneliti ingin mencoba beberapa derivat anilin yang lain untuk menghasilkan warna yang lebih spesifik dari pereaksi Schryver yang juga termasuk dalam derivat anilin.

## **1.2. Tujuan Penelitian**

1. Mendapatkan pereaksi untuk analisis formaldehida melalui reaksi polimerisasi oksidatif menggunakan kalium peroksodisulfat (PDS).
2. Identifikasi formaldehida dalam ikan dan udang segar dengan pereaksi terpilih hasil modifikasi.
3. Penetapan kadar formaldehida dalam ikan dan udang segar secara spektrofotometri UV-Vis dengan pereaksi terpilih hasil modifikasi.



## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Bahan Tambahan Makanan** (Saparinto *et al*, 2006)

Peraturan Pemerintah nomor 28 tahun 2004 tentang keamanan, mutu, dan gizi pangan pada bab I pasal 1 menyebutkan, yang dimaksud dengan bahan tambahan pangan adalah bahan yang ditambahkan ke dalam makanan untuk mempengaruhi sifat atau bentuk pangan atau produk makanan. Menurut FAO di dalam Furia (1980), bahan tambahan pangan adalah senyawa yang sengaja ditambahkan ke dalam makanan dengan jumlah dan ukuran tertentu dan terlibat dalam proses pengolahan, pengemasan, dan atau penyimpanan. Bahan ini berfungsi untuk memperbaiki warna, bentuk, cita rasa, dan tekstur, serta memperpanjang masa simpan, dan bukan merupakan bahan utama. Menurut Codex, bahan tambahan pangan adalah bahan yang tidak lazim dikonsumsi sebagai makanan, yang dicampurkan secara sengaja pada proses pengolahan makanan.

Fungsi bahan tambahan pangan berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomor 235/MEN.KES/PER/VI/1979, tanggal 19 Juni 1979, yaitu sebagai (1) antioksidan, (2) antikempal, (3) pengasam, penetral, dan pendapar, (4) enzim, (5) pemanis buatan, (6) pemutih dan pematang, (7) penambah gizi, (8) pengawet, (9) pengemulsi, pemantap, dan pengental, (10) pengeras, (11) pewarna alami dan sintetik, (12) penyedap rasa dan aroma, (13) seskuestran, serta (14) bahan tambahan lain.

Penggunaan bahan tambahan pangan (BTP) dapat dibenarkan apabila:

- a. Dimaksudkan untuk mencapai masing-masing tujuan penggunaan dalam pengolahan,
- b. Tidak digunakan untuk menyembunyikan penggunaan bahan yang salah atau tidak memenuhi persyaratan,
- c. Tidak digunakan untuk menyembunyikan cara kerja yang bertentangan dengan cara produksi yang baik untuk makanan, dan
- d. Tidak digunakan untuk menyembunyikan kerusakan makanan.

Adapun tujuan penambahan bahan tambahan pangan secara umum adalah untuk:

- a. Meningkatkan nilai gizi makanan,
- b. Memperbaiki nilai estetika dan sensori makanan, dan
- c. Memperpanjang umur simpan makanan.

Penggunaan bahan tambahan pangan dewasa ini sangat beragam, dari pengawet sampai pemberi aroma dan pewarna. Berkembangnya bahan tambahan pangan mendorong pula perkembangan makanan hasil olahan pabrik, yakni bertambah aneka ragam jenisnya serta ragam cita rasa maupun kenampakannya. Sayangnya, penggunaan bahan tambahan pangan sering kali berakibat buruk terhadap kesehatan. Beberapa faktor penyebabnya adalah sebagai berikut:

- a. Penggunaan bahan yang sebenarnya bukan untuk pangan, karena alasan ekonomi. Sebagai contoh, penggunaan formalin untuk bahan makanan karena harganya lebih murah daripada es balok.
- b. Kurangnya sosialisasi tentang dosis, manfaat, dan bahaya akibat penggunaan bahan tambahan pangan secara salah (Saparinto *et al*, 2006).

## **2.2. Ikan dan Udang Segar**

Sejak beberapa abad yang lalu, manusia telah memanfaatkan ikan dan udang sebagai salah satu bahan pangan yang banyak mengandung protein. Ikan dan udang yang baik adalah ikan dan udang yang masih segar. Ikan dan udang segar masih mempunyai sifat sama dengan ikan dan udang hidup, baik rupa, bau, rasa, maupun teksturnya. Menurut Adawyah (2007), ikan dan udang segar adalah:

- a. Ikan dan udang yang baru saja ditangkap dan belum mengalami proses pengawetan maupun pengolahan lebih lanjut.
- b. Ikan dan udang yang belum mengalami perubahan fisika maupun kimia atau yang masih mempunyai sifat sama ketika ditangkap.

Adawyah (2007) menyatakan bahwa segar atau tidaknya ikan dapat dinilai melalui pengamatan kondisi fisik ikan, yaitu sebagai berikut:

- a. Kenampakan luar

Ikan yang masih segar mempunyai penampakan cerah dan tidak suram. Keadaan itu dikarenakan belum banyak perubahan biokimia yang terjadi.

Metabolisme dalam tubuh ikan masih berjalan sempurna. Pada ikan tidak ditemukan tanda-tanda perubahan warna, tetapi secara berangsur warna makin suram, karena timbulnya lendir sebagai akibat berlangsungnya proses biokimiawi lebih lanjut dan berkembangnya mikroba.

b. Lenturan daging ikan

Daging ikan segar cukup lentur jika dibengkokkan dan segera akan kembali ke bentuknya semula apabila dilepaskan. Kelenturan itu dikarenakan belum terputusnya jaringan pengikat pada daging, sedangkan pada ikan busuk jaringan pengikat banyak mengalami kerusakan dan dinding selnya banyak yang rusak sehingga daging ikan kehilangan kelenturan.

c. Keadaan mata

Parameter ini merupakan yang paling mudah untuk dilihat. Perubahan kesegaran ikan akan menyebabkan perubahan yang nyata pada kecerahan matanya.

d. Keadaan daging

Kualitas ikan ditentukan oleh dagingnya. Ikan yang masih segar, berdaging kenyal, jika ditekan dengan telunjuk atau ibu jari maka bekasnya akan segera kembali. Daging ikan yang belum kehilangan cairan daging kelihatan basah dan pada permukaan tubuh belum terdapat lendir yang menyebabkan kenampakan ikan menjadi suram/kusam dan tidak menarik. Setelah ikan mati, beberapa jam kemudian daging ikan menjadi kaku. Karena kerusakan pada jaringan dagingnya, maka makin lama kesegarannya akan hilang, timbul cairan sebagai tetes-tetes air yang mengalir keluar, dan daging kehilangan kekenyalan tekstur.

e. Keadaan insang dan sisik

Warna insang dapat dikatakan sebagai indikator, apakah ikan masih segar atau tidak. Ikan yang masih segar berwarna merah cerah, sedangkan ikan yang tidak segar berwarna coklat gelap. Insang ikan merupakan pusat darah mengambil oksigen dari dalam air. Ikan yang mati mengakibatkan peredaran darah terhenti, bahkan sebaliknya dapat teroksidasi sehingga warnanya berubah menjadi merah gelap. Sisik ikan dapat menjadi parameter kesegaran ikan, untuk

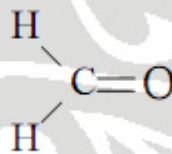
ikan bersisik jika sisiknya masih melekat kuat, tidak mudah dilepaskan dari tubuhnya berarti ikan tersebut masih segar (Adawiyah, 2007).

Purwaningsih (2000) menyatakan bahwa ciri-ciri udang segar adalah sebagai berikut:

- a. Rupa dan warna : bening, spesifik jenis, cemerlang, sambungan antarruas kokoh, kulit melekat kuat pada daging.
- b. Bau : segar spesifik menurut jenisnya
- c. Daging : bentuk daging kompak, elastis, dan rasanya manis (Purwaningsih, 2000)

### 2.3. Formalin

Formalin merupakan nama dagang dari senyawa formaldehida dalam air dengan konsentrasi sekitar 37%, biasanya ditambahkan 10-15% metanol sebagai penstabil untuk mencegah polimerisasi (The Merck Index 13th Edition, 2001). Formaldehida adalah gas dengan bau yang menyengat, tidak berwarna dan termasuk dalam golongan aldehida alifatik yang paling sederhana dengan rumus molekul  $\text{CH}_2\text{O}$  (Patnaik, 1992). Formaldehida sangat mudah larut dalam air, alkohol, dan pelarut polar lainnya (WHO, 2002). Formaldehida memiliki bobot molekul 30,03, jarak lebur  $-118^\circ\text{C}$  sampai  $-92^\circ\text{C}$ , dan jarak didih  $-21^\circ\text{C}$  sampai  $-19^\circ\text{C}$  (WHO, 2002). Rumus struktur formaldehida adalah sebagai berikut:



Gambar 2.1. Rumus struktur formaldehida (Butlerov, 1859) .

Penggunaan terbesar formaldehida yaitu untuk produksi resin dengan urea, fenol dan melamin, dan resin poliasetal. Selain itu, dalam dunia industri formaldehida banyak digunakan sebagai senyawa antara pada sintesis senyawa kimia yang selanjutnya digunakan dalam pembuatan plastik poliuretan dan poliester dan minyak pelumas sintetik (WHO, 1989; IARC, 1995; Reuss *et al*, 2003; Gerberich & Seaman, 2004). Formaldehida juga dimanfaatkan sebagai

pengawet spesimen biologi dan desinfektan peralatan rumah sakit. Dalam dunia kosmetik formaldehida digunakan sebagai agen antimikroba dalam berbagai produk, antara lain sabun, *shampoo*, deodoran, losion, cairan penyegar mulut (*Cosmetic Ingredient Review Expert Panel*, 1984; Reuss *et al*, 2003).

Pada sel mamalia, formaldehida merupakan zat antara yang penting dalam metabolisme normal asam amino seperti serin, glisin, metionin, dan kolin. Formaldehida dimetabolisme oleh konjugat formaldehida-glutation menjadi hidrosimetilglutation yang lalu dimetabolisme menjadi format oleh formaldehida dehidrogenase. Formaldehida dieliminasi dari tubuh sebagai format dalam urin atau karbon dioksida dalam hembusan napas. Apabila formaldehida tidak dimetabolisme oleh formaldehida dehidrogenase, ia dapat membentuk tautan silang antara protein dan DNA utas tunggal (Naya & Nakahashi, 2005).

Penelitian mengenai efek formaldehida terhadap manusia telah banyak dilakukan. Studi menunjukkan bahwa inhalasi kronik formaldehida menyebabkan iritasi mata, hidung, dan tenggorokan (Zhang, Steinmaus, Eastmond, Xin, & Smith, 2008; Noisel, Bouchard, & Carrier, 2007). Paparan oral formaldehida dapat menginduksi ulser saluran cerna.

Studi efek genetik pada sel mukosa bukal atau nasal dan pada limfosit perifer telah diamati pada individu yang terpapar formaldehida. Beberapa studi menunjukkan terjadinya efek genetik seperti aberasi kromosom dan *sister chromatid exchange* pada limfosit perifer individu yang terpapar formaldehida. Studi genotoksisitas *in vitro* menunjukkan formaldehida bersifat genotoksik pada kultur sel mamalia. Ketika formaldehida mencapai *nuclear* DNA, ia membentuk tautan silang antara protein dan DNA (DNA-protein *crosslinks*/DPX). Perbaikan DPX yang tidak sempurna dapat mengarah pada terjadinya mutasi, khususnya mutasi kromosom dan mikronukleus pada sel yang berproliferasi. Karena reaktivitasnya yang sangat tinggi, formaldehida terutama menyebabkan efek genotoksik lokal pada tempat kontak (Speit & Schmid, 2006).

*International Agency for Research on Cancer* (IARC) mengklasifikasikan formaldehida ke dalam kelompok 2A (*probably carcinogenic to human*). Namun pada Juni 2004 formaldehida diklasifikasi ulang dan dimasukkan ke dalam kelompok 1 berdasarkan bukti epidemiologis yang cukup bahwa formaldehida

menyebabkan kanker nasofaringeal pada manusia (Bosetti, McLaughlin, Tarone, Pira, & La Vecchia, 2008; Duhayon, Hoet, Van Maele-Fabry, Lison, 2008).

#### **2.4. Ikan dan Udang Berformalin**

Ikan dan udang adalah bahan pangan yang mudah rusak (membusuk). Apabila tidak diberikan perlakuan atau penanganan yang tepat, hanya dalam waktu beberapa jam sejak ditangkap dan didaratkan maka akan timbul proses perubahan yang mengarah pada kerusakan. Karena itu, agar dapat dimanfaatkan semaksimal mungkin, kondisinya perlu dijaga.

Penanganan yang tepat dapat menghambat atau menghentikan aktivitas zat-zat dan mikroorganisme perusak atau enzim-enzim yang dapat menyebabkan kemunduran mutu dan kerusakan sehingga ikan mampu disimpan lama sampai tiba waktunya untuk dijadikan bahan konsumsi. Semua penyebab kebusukan dapat dihambat dengan segera mendinginkan ikan dan udang setelah diangkat dari air dan menjaga agar suhunya tetap kurang lebih  $0^{\circ}\text{C}$  seraya memelihara kebersihan. Namun pada beberapa tahun terakhir ditemukan kasus penyalahgunaan formalin sebagai pengganti es batu untuk mencegah kebusukan ikan dan udang.

Formalin bersifat mudah larut dalam air sehingga memudahkannya untuk diserap jaringan dalam daging. Penyerapan tersebut berjalan melalui proses osmosis melalui membran sel. Osmosis merupakan proses perpindahan larutan ke larutan lainnya melalui membran. Perpindahan tersebut disebabkan oleh perbedaan kekentalan. Larutan yang kekentalannya rendah akan pindah melalui membran ke larutan yang kekentalannya lebih tinggi. Dengan mekanisme itulah formalin dapat masuk ke jaringan ikan dan udang. Formalin akan mengeluarkan isi sel sehingga tercipta sel baru yang memiliki struktur kuat dalam mencegah pembusukan oleh bakteri. Kuat dugaan bahwa ikan dan udang segar sudah mulai diberi formalin di dalam kapal.

Agar tidak terkecoh, konsumen dituntut untuk lebih teliti dalam membeli serta mewaspadai ikan dan udang berformalin yang ciri-cirinya adalah sebagai berikut:

- a. Tidak rusak sampai tiga hari pada suhu kamar ( $25^{\circ}\text{C}$ ).

- b. Mata ikan merah, tetapi warna insang merah tua, bukan merah segar, dan tidak cemerlang.
- c. Warna daging ikan putih bersih dengan tekstur kaku/kenyal.
- d. Bau amis (spesifik ikan dan udang) berkurang, lendir pada kulit ikan hanya sedikit, dan tercium bau seperti bau kaporit.
- e. Tidak dikerubungi lalat.

Kandungan alami formaldehid dalam jenis ikan dan udang (mg/kg) adalah: air laut asap 20; air tawar asap 20; ikan beku 20 dan udang hidup 1 (Nasiri, 2003).

## **2.5. Metode Analisis Formaldehida**

### **2.5.1. Metode Kolorimetri**

#### **2.5.1.1. Reaksi Schryver**

Ke dalam 10 mL larutan uji yang mengandung formaldehida tambahkan 2 mL larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% (dibuat baru dan disaring), 1 mL larutan kalium ferrisianida yang baru dibuat, dan 5 mL asam klorida pekat. Adanya formaldehida dalam larutan uji ditunjukkan oleh terbentuknya warna merah terang (Schryver, 1910). Reaksi dapat dilihat pada Gambar 2.2.

#### **2.5.1.2. Reaksi Nash**

Ke dalam larutan uji yang mengandung formaldehida tambahkan 5 mL pereaksi Nash (campuran dari 150 gram amonium asetat, 3 mL asam asetat glasial, dan 2 mL asetilaseton dilarutkan dalam aquadest hingga volume 1 L). Kocok dan panaskan selama 30 menit di penangas air ( $40^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ). Dinginkan pada temperatur kamar. Adanya formaldehida dalam larutan uji ditunjukkan oleh terbentuknya warna kuning (Nash, 1953). Reaksi dapat dilihat pada Gambar 2.3.

## 2.5.2. Spektrokolorimetri

### 2.5.2.1. Reaksi Nash

Larutan formaldehida dengan konsentrasi 5 mg/L dipipet sebanyak 5,0 ml ke dalam labu ukur 10,0 mL, kemudian volumenya dicukupkan sampai batas menggunakan pereaksi Nash (dibuat dari 2 mL asetil aseton, 3 mL asam asetat, dan 150 gram amonium asetat yang diencerkan dengan aquadest hingga 1 L), kemudian dipanaskan di atas penangas air ( $40\pm 2^\circ\text{C}$ ) selama 30 menit akan terbentuk warna kuning. Didiamkan selama 30 menit pada suhu kamar kemudian diukur serapan pada panjang gelombang maksimumnya (412 nm) (Nash, 1953).

### 2.5.2.2. Reaksi asam kromotropat

Pereaksi yang digunakan adalah larutan jenuh asam 1,8-dihidroksinaftalen-3,6-disulfonat (0,5% b/v) dalam asam sulfat 72%. 5,0 mL larutan formaldehida yang dipipet ke dalam labu ukur 10,0 mL dicukupkan volumenya dengan pereaksi tersebut. Dikocok lalu dipanaskan di atas penangas air ( $100^\circ\text{C}$ ) selama 15 menit. Warna ungu yang terbentuk kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimumnya (580 nm). Reaksi dapat dilihat pada Gambar 2.4.

## 2.6. Pereaksi Schryver

Pereaksi Schryver merupakan salah satu metode analisis kualitatif yang spesifik untuk formalin. Pereaksi ini terdiri dari 2 mL larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% (dibuat baru dan disaring), 1 mL larutan kalium ferrisianida (dibuat baru) dan 5 mL asam klorida pekat.

Metode analisis ini pertama kali diperkenalkan oleh Rimini. Rimini menyatakan bahwa ketika ke dalam larutan formaldehida ditambahkan fenilhidrazin hidroklorida, setetes ferri klorida dan asam sulfat pekat, maka akan terbentuk warna seperti *fuchsin*. Reaksi ini kemudian dinyatakan tidak pasti karena bila penambahan ferri klorida terlalu sedikit maka warna tidak terbentuk sempurna, sedangkan bila penambahan ferri klorida terlalu banyak maka warna yang terbentuk akan cepat hilang. Selain itu, penggunaan asam sulfat pekat



menyebabkan metode ini kurang disukai untuk diterapkan dalam analisis kuantitatif (Schryver, 1910).

Reaksi terjadi karena terbentuk hasil kondensasi antara formaldehida dan fenilhidrazin, yang pada reaksi oksidasi menghasilkan basa lemah. Basa lemah tersebut dengan adanya asam kuat berlebih akan menghasilkan garam yang langsung mengalami disosiasi hidrolitik pada pengenceran. Schryver kemudian memodifikasi pereaksi yang digunakan, yaitu dengan mensubstitusi ferri klorida dengan zat oksidator lain yang bila ditambahkan berlebih tidak akan menghancurkan warna, dan dengan mensubstitusi asam sulfat pekat dengan asam klorida pekat sehingga reaksi ini dapat diterapkan pada analisis kuantitatif formaldehida. Modifikasi ini mampu meningkatkan sensitivitas reaksi, dimana sebelum modifikasi reaksi ini memiliki tingkat sensitivitas 1:50.000 dan setelah dimodifikasi sensitivitasnya menjadi 1:1.000.000 (Schryver, 1910).

Metode ini juga cukup spesifik untuk formaldehida. Ketika reaksi Schryver dicobakan pada aldehida, antara lain formaldehida, asetaldehida, benzaldehida, salisilaldehida, furfuraldehida, paraldehida, dan metaldehida, hanya formaldehida yang menghasilkan warna merah terang, sedangkan yang lainnya menghasilkan warna yang bervariasi dari jingga sampai hijau (Young & Conway, 1941).

## **2.6. Pereaksi yang Dimodifikasi**

Pereaksi yang utama adalah terdiri dari 100 mg asam difenilamin-4-sulfonat (DPASA) dan 100 mg kalium peroksodisulfat (PDS) sebagai agen polimer (Sivakumar *et al.*, 2001). Untuk dapat melakukan modifikasi dalam penelitian ini, maka digunakan anilin dan derivatnya seperti: fenilhidrazin HCl, asam sulfanilat, dan asam mefenamat sebagai pengganti senyawa dari pereaksi Schryver yang juga direaksikan oleh PDS. Alasan pemilihan senyawa-senyawa tersebut adalah peneliti ingin mencoba beberapa derivat anilin yang lain untuk menghasilkan warna yang lebih spesifik dari pereaksi Schryver yang juga termasuk dalam derivat anilin. Reaksi dari senyawa terpilih dapat dilihat pada gambar 4.11.

## 2.7. Spektrofotometri UV-Vis

Reaksi yang akan terbentuk merupakan hasil kondensasi antara formaldehida dan senyawa-senyawa seperti asam difenilamin-4-sulfonat, anilin, fenilhidrazin, asam sulfanilat, dan asam mefenamat yang pada reaksi oksidasi menghasilkan basa lemah. Basa lemah tersebut dengan adanya asam kuat berlebih akan menghasilkan garam yang langsung mengalami disosiasi hidrolitik pada pengenceran dan menghasilkan kompleks yang berwarna. Kompleks dengan warna yang spesifik dan sensitif yang akan digunakan sebagai analisis kualitatif dan kuantitatif. Peneliti kemudian memodifikasi pereaksi yang digunakan, yaitu dengan mensubstitusi kalium ferrisianida dengan zat oksidator lain yaitu kalium peroksodisulfat yang direaksikan dengan asam sulfat encer sehingga terjadi reaksi polimerisasi oksidatif (Sivakumar *et al*, 2001), yang bila ditambahkan berlebih tidak akan menghancurkan warna sehingga reaksi ini dapat diterapkan pada analisis kuantitatif formaldehida menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Modifikasi ini diharapkan mampu meningkatkan sensitivitas reaksi.

Reaksi warna digunakan untuk memodifikasi spektrum dari suatu molekul pengabsorpsi sehingga dapat dideteksi pada daerah sinar tampak, terpisah dengan komponen-komponen lain yang mungkin mengganggu pengukuran pada daerah ultraviolet. Lebih dari itu, modifikasi secara kimia dapat digunakan untuk mengubah suatu molekul yang tidak mengabsorpsi menjadi suatu derivat stabil yang dapat mengabsorpsi sinar tampak.

## 2.8. 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).

Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis antara lain kecermatan (*accuracy*), keseksamaan (*precision*), selektivitas (*selectivity*), linearitas (*linearity*) dan rentang (*range*), batas deteksi

(*limit of detection/LOD*) dan batas kuantitasi (*limit of quantitation/LOQ*), ketanggahan (*ruggedness*), serta kekuatan (*robustness*).

### **2.8.1. Kecermatan**

Kecermatan atau *accuracy* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

Ada tiga cara untuk menentukan akurasi, yaitu metode perbandingan terhadap standar acuan, metode simulasi (*spiked placebo recovery*) dan metode penambahan bahan baku (*standard addition method*). Cara yang umum digunakan untuk menentukan kecermatan adalah berdasarkan persentase yang didapat dari kurva linier standar.

Persen perolehan kembali dinyatakan sebagai perbandingan antara hasil kadar yang diperoleh dengan kadar yang sebenarnya. Kriteria cermat diberikan jika hasil analisis memberikan rasio antara 80–120%. Pada percobaan penetapan kecermatan, sedikitnya lima sampel yang mengandung analit dan plasebo harus disiapkan dengan kadar antara 50–150% dari kandungan yang diharapkan (Harmita, 2006).

### **2.8.2. Keseksamaan**

Keseksamaan atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen.

Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relative (koefisien variasi). Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*).

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Dari penelitian dijumpai bahwa koefisien variasi meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis.

Percobaan keseksamaan dilakukan terhadap paling sedikit enam replika sampel dengan matriks yang homogen (Harmita, 2006).

### **2.8.3. Linearitas dan rentang**

Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang sangat baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima.

Linearitas dapat diperoleh dengan mengukur beberapa (minimal 5) konsentrasi standar yang berbeda antara 50-150% dari kadar analit dalam sampel kemudian data diproses dengan menggunakan regresi linier, sehingga dapat diperoleh nilai *slope*, intersep dan koefisien korelasi (Harmita, 2006).

### **2.8.4. Batas deteksi dan batas kuantitasi (LOD dan LOQ)**

Batas deteksi (limit of detection/LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih memberikan respon yang cukup bermakna atau dapat diukur dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi (*limit of quantitation*/LOQ) merupakan kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memberikan respon yang memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi.

## **BAB 3**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Lokasi dan waktu penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Farmasi Analisis Kuantitatif Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia. Penelitian ini dilakukan dari bulan September sampai November 2010.

#### **3.2. Bahan**

##### **3.2.1. Bahan kimia**

Larutan baku formaldehida 37% (Merck), fenilhidrazin hidroklorida (Merck), asam klorida (Merck), asam sulfat, hidrogen peroksida (Merck), natrium hidroksida (Mallinckrodt), asam difenilamin-4-sulfonat (DPASA) (Merck), kalium peroksodisulfat (PDS) (Merck), anilin (Merck), asam sulfanilat (Merck), asam mefenamat (Merck).

##### **3.2.2 Sampel ikan dan udang segar yang diperoleh dari Pasar Minggu, Jakarta Selatan**

###### **3.2.2.1. Sampel ikan segar**

Sampel ikan yang diperoleh adalah ikan kembung berukuran sedang yang diambil pada pukul 05.00 pagi dengan ciri-ciri: penampakannya cerah, daging cukup lentur jika dibengkokkan, matanya cerah, daging kenyal tidak terdapat lender, insang berwarna merah cerah, dan sisiknya masih melekat kuat.

###### **3.2.2.2. Sampel udang segar**

Sampel udang yang diperoleh adalah udang pacet berukuran besar yang diambil pada pukul 05.00 pagi dengan ciri-ciri: penampakannya bening,

cemerlang, sambungan antarruas kokoh, kulit melekat kuat pada daging, dan elastis (Purwaningsih, 2000).

### **3.3. Alat**

Spektrofotometer UV-Vis (Jasco V-530), timbangan analitik (Acculab), penangas air (Lab-Line), oven (Heraeus), sentrifugator (Labofuge), lemari pendingin, alat-alat gelas.

### **3.4. Cara Kerja**

#### **3.4.1. Penetapan kadar larutan baku formaldehida**

Timbang seksama 1,5 g larutan baku formaldehida kemudian tambahkan campuran 12,5 mL hidrogen peroksida encer P dan 25 mL natrium hidroksida 1 N. Hangatkan di penangas air hingga pembuihan berhenti. Titrasi dengan asam klorida 1 N menggunakan indikator larutan fenolftalein P.

1 mL natrium hidroksida 1 N setara dengan 30,03 mg formaldehida.

#### **3.4.2. Pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehida**

##### **3.4.2.1. Larutan induk formaldehida**

Larutan standar formaldehida 740,5 mg yang ditimbang seksama lalu dilarutkan dalam aquadest hingga volume 250,0 mL.

##### **3.4.2.2 Larutan standar formaldehida**

Larutan induk formaldehida dipipet 10,0 ml dan dilarutkan dalam aquadest hingga volume 100,0 mL.

##### **3.4.3. Pemilihan pereaksi untuk analisis formaldehida**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, semua reagen disiapkan dengan aquabidest. Selanjutnya 100 mg kalium peroksodisulfat (sebagai agen polimer) yang telah dilarutkan dengan 2 ml larutan asam sulfat ditambahkan ke 100 mg asam difenilamin-4-sulfonat (DPASA) yang juga telah dilarutkan

dengan 2 ml larutan asam sulfat 0,5 M (Sivakumar *et al*, 2001). Pencampuran ini akan menghasilkan suatu polimer yang kemudian akan direaksikan dengan larutan formaldehida, sehingga akan menghasilkan suatu kompleks warna. Kemudian, ganti dengan senyawa anilin ataupun derivatnya seperti fenilhidrazin HCl, asam sulfanilat, maupun asam mefenamat sebagai pengganti senyawa dari pereaksi Schryver. Sehingga dapat diketahui dari senyawa-senyawa tersebut mana yang akan menghasilkan kompleks warna terbaik dan stabil.

#### **3.4.4. Pengamatan batas deteksi secara visual pereaksi terpilih terhadap formaldehida**

Larutan formaldehida dengan konsentrasi 0,2; 0,5; 2,0; dan 5,0 mg/ml dibuat. Masing-masing larutan di atas diambil sebanyak 1 ml, dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan pereaksi terpilih sama banyak, dipanaskan di penangas air ( $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperatur kamar selama 30 menit. Amati perubahan warna yang terjadi.

#### **3.4.5. Penentuan panjang gelombang maksimum dan kestabilan serapan warna kompleks**

##### **3.4.5.1. Penentuan panjang gelombang maksimum**

Larutan standar formaldehida dipipet 5,0 mL kemudian diencerkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL. Larutan tersebut dipipet 5,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL kemudian ditambahkan pereaksi terpilih terbaik hingga batas. Campuran dihomogenkan dan dipanaskan ( $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperatur kamar selama 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang 380-800 nm.

##### **3.4.5.2. Penentuan kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi formaldehida dengan pereaksi terpilih**

Larutan standar formaldehida dipipet 5,0 mL kemudian diencerkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL. Larutan tersebut dipipet 5,0 mL,

dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL kemudian ditambahkan pereaksi terpilih hingga batas. Campuran dihomogenkan dan dipanaskan ( $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperatur kamar selama 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

#### **3.4.6. Validasi metode analisis formaldehida dengan pereaksi terpilih secara spektrofotometri UV-Vis**

##### **3.4.6.1. Pembuatan kurva kalibrasi**

Dibuat larutan formaldehida dengan konsentrasi 3,0; 6,0; 9,0; 15,0 dan 16,0 mg/L. Masing-masing larutan diatas dipipet 5,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL kemudian ditambahkan pereaksi terpilih hingga batas. Campuran dihomogenkan dan dipanaskan ( $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperature kamar selama 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum.

##### **3.4.6.2. Penentuan Limit Deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)**

Dari kurva kalibrasi yang diperoleh, dihitung konsentrasi terkecil yang masih dapat dideteksi (LOD) dan terdeteksi secara kuantitatif (LOQ) dari pengamatan pereaksi terpilih setelah direaksikan dengan formaldehida.

##### **3.4.6.3. Uji keterulangan pembentukan warna hasil reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih**

Dibuat 6 buah larutan formaldehida dengan konsentrasi 5,0 mg/L. Masing-masing larutan tersebut dipipet 5,0 mL kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10,0 ml dan ditambahkan dengan pereaksi terpilih hingga batas. Campuran dihomogenkan kemudian dipanaskan ( $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperatur kamar selama 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum.



#### **3.4.6.4. Uji perolehan kembali pada sampel ikan**

Larutan formaldehida dengan konsentrasi akhir 3,0; 5,0 dan 8,0 mg/L dibuat sebagai berikut, sejumlah larutan formaldehida 37% ditambahkan pada 10 g ikan yang tidak mengandung formalin kemudian dihomogenkan. Kurang lebih 5 g campuran tersebut dipanaskan selama 30 menit di penangas air ( $40\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) kemudian didinginkan dan disaring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume dicukupkan sampai batas menggunakan air bilasan residu, dihomogenkan, kemudian disentrifus. Supernatan dipipet 2,0 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL dan dicukupkan volumenya dengan aquadest hingga batas. Larutan di atas dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL, ditambahkan dengan pereaksi terpilih hingga batas. Campuran dihomogenkan kemudian dipanaskan ( $40\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperatur kamar selama 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan 5,0 mL aquadest lalu ditambahkan dengan pereaksi terpilih hingga batas dalam labu ukur 10,0 mL.

#### **3.4.6.5. Uji perolehan kembali pada sampel udang**

Larutan formaldehida dengan konsentrasi akhir 3,0; 5,0 dan 8,0 mg/L dibuat sebagai berikut, sejumlah larutan formaldehida 37% ditambahkan pada 10 g udang yang tidak mengandung formalin kemudian dihomogenkan. Kurang lebih 5 g campuran tersebut dipanaskan selama 30 menit di penangas air ( $40\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) kemudian didinginkan dan disaring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume dicukupkan sampai batas menggunakan air bilasan residu, dihomogenkan, kemudian disentrifus. Supernatan dipipet 2,0 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL dan dicukupkan volumenya dengan aquadest hingga batas. Larutan di atas dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL, ditambahkan dengan pereaksi terpilih hingga batas. Campuran dihomogenkan kemudian dipanaskan ( $40\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) selama 30 menit, didinginkan pada temperatur kamar selama 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko

digunakan 5,0 mL aquadest lalu ditambahkan dengan pereaksi terpilih hingga batas dalam labu ukur 10,0 mL.

### **3.4.7. Penyiapan sampel untuk analisis formaldehida dalam sampel ikan segar**

Sampel ikan yang telah diberi kode I dibuang kepala, ekor, dan isi perutnya. Pembilasan dengan air dilakukan secukupnya untuk menghilangkan darah yang menempel ketika isi perut dibuang. Sampel kemudian di-*fillet* kemudian *fillet* tersebut dipotong-potong sampai berukuran  $\pm 1 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm}$  lalu di-*blender*. Potongan sampel ditimbang sebanyak  $\pm 5 \text{ g}$ , dimasukkan ke dalam Erlenmeyer bertutup dan ditambahkan 50 mL aquadest. Panaskan selama 30 menit pada suhu  $40 \pm 2^\circ\text{C}$  sambil dikocok selama 1 menit setiap 5 menit. Biarkan dingin lalu saring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume dicukupkan hingga batas menggunakan air bilasan residu. Dari prosedur akan didapat filtrat. Filtrat disentrifus untuk selanjutnya dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif.

#### **3.4.7.1. Analisis kualitatif dengan menggunakan pereaksi terpilih**

Filtrat yang diperoleh dari sampel I diambil sebanyak 2 ml, dalam tabung reaksi, ditambahkan pereaksi terpilih lalu dipanaskan kemudian diamati perubahan warna yang terjadi. Hasil yang positif formaldehida ditunjukkan oleh terbentuknya warna jingga merah kecoklatan.

#### **3.4.7.2. Analisis kuantitatif dengan menggunakan pereaksi terpilih**

Filtrat yang diperoleh dari sampel I dipipet sebanyak 5,0 mL ke dalam labu ukur 10,0 mL. Volumennya dicukupkan dengan menggunakan pereaksi terpilih sampai tanda batas, dipanaskan selama 30 menit pada suhu  $40 \pm 2^\circ\text{C}$  lalu dibiarkan dingin pada suhu kamar selama 30 menit. Diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Dicatat serapan yang didapat dan kadar formaldehida dalam ikan dihitung.

### **3.4.8. Penyiapan sampel untuk analisis formaldehida dalam sampel udang segar**

Sampel udang utuh (tidak ada bagian tubuh yang dibuang) yang telah diberi kode U diletakkan memanjang ke samping kemudian dipotong setiap jarak  $\pm 0,5$  cm lalu di-*blender*. Potongan sampel ditimbang sebanyak  $\pm 5$  g, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer bertutup dan ditambahkan 50 mL aquadest. Panaskan selama 30 menit pada suhu  $40\pm 2^\circ\text{C}$  sambil dikocok selama 1 menit setiap 5 menit. Biarkan dingin lalu saring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume dicukupkan hingga batas menggunakan air bilasan residu. Dari prosedur akan didapat filtrat. Filtrat disentrifus untuk selanjutnya dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif.

#### **3.4.8.1. Analisis kualitatif dengan menggunakan pereaksi terpilih**

Filtrat yang diperoleh dari sampel U diambil sebanyak 2 ml, dalam tabung reaksi, ditambahkan pereaksi terpilih lalu dipanaskan kemudian diamati perubahan warna yang terjadi. Hasil yang positif formaldehida ditunjukkan oleh terbentuknya warna jingga merah kecoklatan.

#### **3.4.8.2. Analisis kuantitatif dengan menggunakan pereaksi terpilih**

Filtrat yang diperoleh dari sampel U dipipet sebanyak 5,0 mL ke dalam labu ukur 10,0 mL. Volumennya dicukupkan dengan menggunakan pereaksi terpilih sampai tanda batas, dipanaskan selama 30 menit pada suhu  $40\pm 2^\circ\text{C}$  lalu dibiarkan dingin pada suhu kamar selama 30 menit. Diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Dicatat serapan yang didapat dan kadar formaldehida dalam ikan dihitung.

## **BAB 4**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1. Penetapan kadar larutan baku formaldehida**

Penetapan kadar dilakukan secara titrasi asam basa tidak langsung karena reaksi berjalan lambat pada suhu kamar sehingga dibutuhkan pemanasan. Dari titrasi tersebut diperoleh kadar formaldehida sebesar  $\pm 36,17\%$  (lihat Tabel 4.1.). Hasil ini memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia edisi III (34,0% - 38,0%). Data perhitungan pembakuan dapat dilihat pada lampiran 1.

Prinsip reaksi ini yaitu oksidasi formaldehida menjadi asam format oleh hydrogen peroksida dalam suasana alkali berlebih. Selanjutnya, asam format akan bereaksi dengan natrium hidroksida berlebih menghasilkan natrium format. Kelebihan natrium hidroksida dititrasi dengan asam klorida.

#### **4.2. Pembuatan larutan induk dan pembuatan larutan standar formaldehida**

Kadar larutan formaldehida baku yang diperoleh dari tahap sebelumnya digunakan untuk perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar. Konsentrasi larutan induk dan larutan standar formaldehida yang didapat sebesar 1071,355 mg/L dan 107,136 mg/L. Larutan standar ini digunakan untuk membuat konsentrasi yang diinginkan pada tahap-tahap berikutnya. Data perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehida dapat dilihat pada lampiran 2.

#### **4.3. Pemilihan pereaksi untuk analisis formaldehida**

- 1) 100 mg DPASA dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M direaksikan dengan 100 mg PDS dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M lalu ditambahkan larutan formaldehida 1 ml selanjutnya dipanaskan, akan memberikan warna hijau tua pekat. (lihat Gambar 4.4.)
- 2) 100 mg Anilin dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M direaksikan dengan 100 mg PDS dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M lalu ditambahkan larutan formaldehida 1 ml selanjutnya dipanaskan, akan memberikan warna coklat tua pekat. (lihat Gambar 4.4.)

- 3) 100 mg fenilhidrazin HCl dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M direaksikan dengan 100 mg PDS dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M lalu ditambahkan larutan formaldehida 1 ml selanjutnya dipanaskan, akan memberikan warna merah coklat tua.(lihat Gambar 4.4.)
- 4) 100 mg asam sulfanilat dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M direaksikan dengan 100 mg PDS dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M lalu ditambahkan larutan formaldehida 1 ml selanjutnya dipanaskan, akan memberikan warna jingga merah kecoklatan.(lihat Gambar 4.4.)
- 5) 100 mg asam mefenamat dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M direaksikan dengan 100 mg PDS dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M lalu ditambahkan larutan formaldehida 1 ml selanjutnya dipanaskan, akan memberikan warna putih keruh.(lihat Gambar 4.4.)

Dari reaksi-reaksi tersebut didapat kompleks warna terbaik dari senyawa induk Asam sulfanilat yang menghasilkan kompleks warna jingga merah kecoklatan karena warna tersebut mudah untuk diamati. Dan untuk tahap-tahap selanjutnya ditetapkan sebagai pereaksi terpilih. Data selengkapnya lihat pada tabel 4.8.

#### **4.4. Pengamatan batas deteksi secara visual pereaksi terpilih terhadap formaldehida**

Hasil Pengamatan batas deteksi secara visual pereaksi terpilih dapat dilihat pada gambar 4.10.

#### **4.5. Penentuan panjang gelombang maksimum dan kestabilan serapan warna kompleks**

##### **4.5.1. Penentuan panjang gelombang maksimum**

Spektrum serapan untuk memperoleh panjang gelombang maksimum dibuat dari larutan formaldehida dengan konsentrasi 5,4 mg/L yang dicampurkan dengan pereaksi terpilih. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh yaitu 400,5 nm. Data dapat dilihat pada gambar 4.1.

Sebelum melakukan validasi metode, terlebih dahulu ditentukan panjang gelombang maksimum untuk analisis formaldehida secara spektrofotometri menggunakan pereaksi terpilih terbaik. Panjang gelombang maksimum perlu dicari karena akan digunakan untuk penetapan kadar. Penetapan kadar dilakukan pada panjang gelombang maksimum karena pada panjang gelombang maksimum diperoleh serapan maksimum, dimana perubahan serapan karena konsentrasi juga maksimum sehingga menghasilkan kepekaan dan keakuratan yang lebih tinggi. Kedua, pada pita panjang gelombang maksimum daya serap relative konstan sehingga diperoleh kurva kalibrasi yang linier. Ketiga, pada panjang gelombang maksimum bentuk serapan pada umumnya landai sehingga kesalahan penempatan/pembacaan panjang gelombang dapat diabaikan (Harmita, 2006).

#### **4.5.2. Penentuan kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi formaldehida dengan pereaksi terpilih**

Tahap ini dilakukan untuk mendapatkan waktu analisis optimum dimana pada waktu tersebut serapan cukup stabil dan perbedaan serapan karena perbedaan waktu analisis tidak signifikan. Serapan warna kompleks hasil reaksi antara formalin dengan pereaksi terpilih cukup stabil pada menit ke-5 sampai menit ke-10 setelah tahap mereaksikan selesai. Data dapat dilihat pada tabel dan gambar 4.2.

#### **4.6. Validasi metode analisis formaldehida dengan pereaksi terpilih secara spektrofotometri UV-Vis**

##### **4.6.1. Pembuatan kurva kalibrasi**

Kurva kalibrasi dibuat dengan menghubungkan serapan yang dihasilkan oleh sedikitnya lima konsentrasi analit berbeda. Pada penelitian ini, pembuatan kurva kalibrasi formaldehida dilakukan dengan menghubungkan enam titik pada

berbagai konsentrasi formaldehida yaitu 3,21408; 6,42816; 9,64224; 16,0704 dan 17,14176 mg/L. Persamaan kurva kalibrasi merupakan hubungan antara sumbu x dan y. Deretan konsentrasi yang dibuat dinyatakan sebagai nilai sumbu x sedangkan serapan yang diperoleh dari hasil pengukuran dinyatakan sebagai nilai sumbu y. Persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi yang diperoleh adalah  $y = 0,0847 + 0,008181x$  dengan koefisien korelasi  $r = 0,99003$ . Harga koefisien korelasi (r) yang mendekati nilai 1 menyatakan hubungan yang linier antara konsentrasi dengan serapan yang dihasilkan. Data dapat dilihat pada tabel dan gambar 4.3.

#### **4.6.2. Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)**

Berdasarkan perhitungan secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi, diperoleh batas deteksi formalin sebesar 0,0244 mg/L dan batas kuantitasi formaldehida sebesar 0,0815 mg/L. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Batas deteksi (*limit of detection/LOD*) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (*limit of quantitation/LOQ*) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung secara statistik menggunakan persamaan garis regresi linier dari kurva kalibrasi yang telah diperoleh.

#### **4.6.3. Uji keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih**

Nilai koefisien variasi yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu 1,90%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi kriteria seksama. Data dapat dilihat pada tabel 4.5.

Uji presisi dilakukan dengan cara mengukur keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih. Kriteria seksama atau presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku

relative (koefisien variasi atau KV) sebesar 2% atau kurang. Nilai koefisien variasi yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu 1,90%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi kriteria seksama. Data dapat dilihat pada tabel 4.5.

#### **4.6.4. Uji perolehan kembali pada sampel ikan**

Penambahan formaldehida ke dalam sampel ikan dilakukan pada rentang 50%, 100%, dan 150%. Pada rentang 50% diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 86,33%; pada rentang 100% diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 97,09%; pada rentang 150% diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 105,61%. Dengan demikian, hasil uji perolehan kembali formaldehida pada sampel ikan memenuhi kriteria, dimana nilai persen perolehan kembali yang baik berada dalam rentang 80-120%. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Uji perolehan kembali (UPK) merupakan cara untuk menentukan kecermatan hasil analisis suatu metode. Uji perolehan kembali dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu metode absolut dan metode adisi. Pada penelitian ini dilakukan uji perolehan kembali dengan metode adisi, dimana sejumlah analit ditambahkan dengan konsentrasi tertentu pada sampel yang diperiksa lalu dianalisis. Persen perolehan kembali ditentukan dengan menentukan berapa persen analit yang ditambahkan tadi dapat ditemukan.

#### **4.6.5. Uji perolehan kembali pada sampel udang**

Seperti halnya pada sampel ikan, uji perolehan kembali pada sampel udang dilakukan dengan metode adisi. Penambahan formaldehida ke dalam sampel ikan dilakukan pada rentang 50%, 100%, dan 150%. Pada rentang 50% diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 101,36%; pada rentang 100% diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 90,97%; pada rentang 150% diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 100,56%. Dengan demikian, hasil uji perolehan kembali formaldehida pada sampel ikan memenuhi kriteria, dimana nilai persen perolehan kembali yang baik berada dalam rentang 80-120%. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.7.



#### **4.7. Penyiapan sampel untuk analisis formaldehida dalam sampel ikan segar**

Sebelum dianalisis, ikan segar terlebih dahulu dipotong kecil kemudian dihomogenkan. Selanjutnya, dilakukan penyarian untuk mendapatkan formaldehida dalam sampel. Penyarian dilakukan dengan menggunakan aquadest berdasarkan sifat formaldehida yang sangat mudah larut dalam air. Potongan sampel ikan yang telah di-*blender* dan ditimbang kemudian dimasukkan dalam Erlenmeyer bertutup dan ditambahkan aquadest sebanyak  $\pm 50$  mL. Selanjutnya, Erlenmeyer dipanaskan di atas penangas air bersuhu  $40\pm 2^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit sambil dikocok-kocok selama 1 menit setiap 5 menit. Pemanasan dilakukan untuk mempercepat kelarutan formaldehida. Setelah 30 menit, isi Erlenmeyer tadi disaring menggunakan kertas saring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume labu ukur dicukupkan menggunakan filtrat dan air bilasan residu kemudian dihomogenkan. Larutan dalam labu ukur tersebut digunakan untuk analisis.

##### **4.7.1. Analisis sampel ikan segar secara kualitatif**

Pemeriksaan kualitatif sampel I dilakukan dengan menggunakan pereaksi terpilih. Ketika pereaksi terpilih ditambahkan ke tabung reaksi yang telah berisi filtrat sampel kemudian dipanaskan, terjadi perubahan warna pada sampel (lihat Gambar 4.5.). Hal ini menunjukkan bahwa sampel mengandung formaldehida. Untuk lebih memastikan hasil tersebut, dilakukan analisis kuantitatif secara spektrofotometri menggunakan pereaksi terpilih.

##### **4.7.2. Analisis sampel ikan segar secara kuantitatif**

Pemeriksaan sampel I dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis menggunakan pereaksi terpilih pada panjang gelombang 400,5 nm. Spektrum yang dihasilkan sampel memberikan serapan sebesar 0,28128 dan 0,29026 (lihat Gambar 4.6.) berbeda dengan larutan blanko (lihat Gambar 4.8.). Hal ini menunjukkan bahwa sampel ikan segar yang diperoleh dari Pasar Minggu mengandung formaldehida. Setelah dihitung didapat kadar rata-rata formaldehida sebesar 888,32  $\mu\text{g/g}$  (lihat Tabel 4.8.).

#### **4.8. Penyiapan sampel untuk analisis formaldehida dalam sampel udang segar**

Seperti halnya pada penetapan kadar formaldehida dalam ikan, sebelum dianalisis udang dipotong-potong kecil kemudian dihomogenkan dan ditimbang. Selanjutnya, udang yang telah ditimbang disari menggunakan aquadest dalam Erlenmeyer bertutup berdasarkan sifat formaldehida yang sangat mudah larut dalam air. Erlenmeyer berisi sampel dipanaskan di atas penangas air bersuhu  $40\pm 2^{\circ}\text{C}$  selama satu jam sambil dikocok-kocok selama 1 menit setiap 5 menit. Setelah 30 menit, isi Erlenmeyer tadi disaring menggunakan kertas saring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume labu ukur dicukupkan menggunakan filtrat dan air bilasan residu kemudian dihomogenkan. Larutan dalam labu ukur tersebut digunakan untuk analisis.

##### **4.8.1. Analisis sampel udang segar secara kualitatif**

Pemeriksaan kualitatif sampel U dilakukan dengan menggunakan pereaksi terpilih. Ketika pereaksi terpilih ditambahkan ke tabung reaksi yang telah berisi filtrat sampel kemudian dipanaskan, terjadi perubahan warna pada sampel (lihat Gambar 4.5.). Hal ini menunjukkan bahwa sampel mengandung formaldehida. Untuk lebih memastikan hasil tersebut, dilakukan analisis kuantitatif secara spektrofotometri menggunakan pereaksi terpilih.

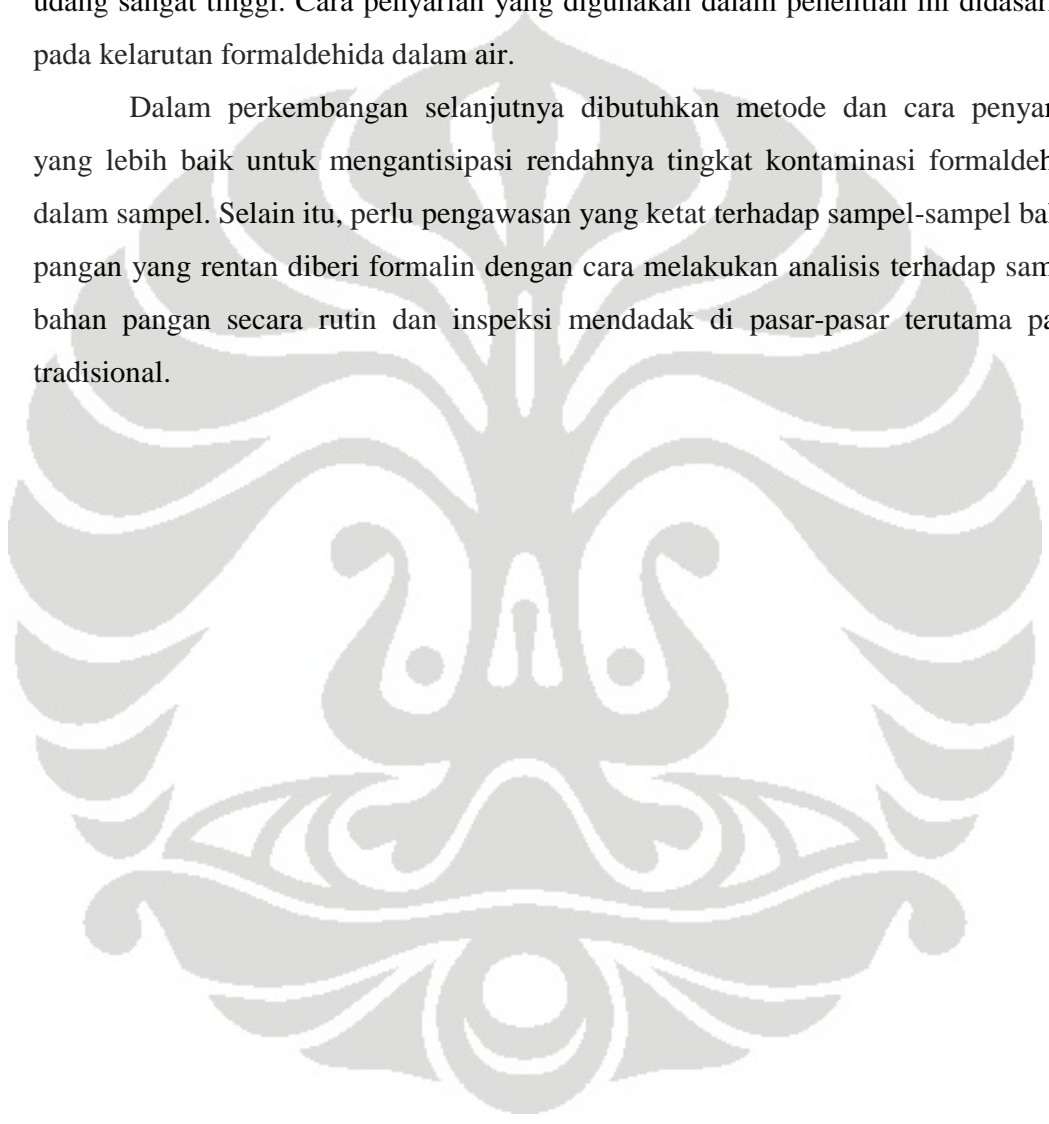
##### **4.8.2. Analisis sampel udang segar secara kuantitatif**

Pemeriksaan sampel U dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis menggunakan pereaksi terpilih pada panjang gelombang 400,5 nm. Spektrum yang dihasilkan sampel memberikan serapan sebesar 0,33762 dan 0,33934 (lihat Gambar 4.7.) berbeda dengan larutan blanko (lihat Gambar 4.8.). Hal ini menunjukkan bahwa sampel udang segar yang diperoleh dari Pasar Minggu mengandung formaldehida. Setelah dihitung didapat kadar rata-rata formaldehida sebesar 1013,60  $\mu\text{g/g}$  (lihat Tabel 4.8.).

Sebelumnya pereaksi terpilih telah dibandingkan dengan cara direaksikan pada formaldehida dan juga alkohol alifatik yang diharapkan akan memberikan kompleks warna yang berbeda sehingga dapat diketahui pereaksi tersebut dapat memberikan warna yang selektif dalam identifikasi formalin (lihat Gambar 4.10.).

Hasil analisis menunjukkan bahwa sampel ikan dan udang segar yang diperoleh dari Pasar Minggu mengandung formaldehida cukup tinggi dari ambang batas. Hasil ini dapat disebabkan oleh sampel yang diambil sudah mengalami distribusi bukan yang baru tiba di pasar setelah diturunkan dari kapal nelayan. Ada dugaan pedagang sudah memasukkan formalin ke dalam ikan dan udang tersebut. Namun, dapat pula dikarenakan tingkat pencemaran formaldehida pada ikan dan udang sangat tinggi. Cara penyarian yang digunakan dalam penelitian ini didasarkan pada kelarutan formaldehida dalam air.

Dalam perkembangan selanjutnya dibutuhkan metode dan cara penyarian yang lebih baik untuk mengantisipasi rendahnya tingkat kontaminasi formaldehida dalam sampel. Selain itu, perlu pengawasan yang ketat terhadap sampel-sampel bahan pangan yang rentan diberi formalin dengan cara melakukan analisis terhadap sampel bahan pangan secara rutin dan inspeksi mendadak di pasar-pasar terutama pasar tradisional.



## **BAB 5**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

1. Pereaksi terpilih dihasilkan setelah mereaksikan asam sulfanilat dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M yang direaksikan dengan PDS dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M lalu ditambahkan larutan formalin selanjutnya dipanaskan, akan memberikan warna jingga merah kecoklatan.
2. Identifikasi formalin dalam sampel ikan dan sampel udang segar yang diperoleh dari Pasar Minggu menunjukkan hasil yang positif.
3. Analisis kuantitatif sampel ikan dan udang segar yang diperoleh dari Pasar Minggu menunjukkan bahwa ditemukan adanya formalin dalam sampel dengan kadar rata-rata sebesar 888,32  $\mu\text{g/g}$  pada ikan segar dan kadar rata-rata sebesar 1013,60  $\mu\text{g/g}$  pada udang segar.

#### **5.2. Saran**

1. Menemukan pereaksi yang lebih baik lagi dalam analisis formalin dengan biaya yang tidak terlalu tinggi dan proses reaksi yang tidak rumit.
2. Melakukan analisis formalin dan inspeksi mendadak secara rutin ke pasar-pasar terutama pasar tradisional untuk bahan-bahan makanan yang rentan ditambahkan formalin.

## DAFTAR ACUAN

- Adawyah, Rabiatul. (2007). *Pengolahan dan pengawetan ikan*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Anonim, 1994. *Pengaruh Bahan Tambahan pada Makanan, dalam kumpulan makalah symposium. Amankan makanan kita*, Ikatan Farmakologi Cabang Jakarta, FK-UI. Jakarta.
- Aurand, L. W., Wood, A.E. and Wells, M.R., 1987. *Food Composition and Analisis*. An Avi Book, Van Nostrand Reinhold, New York: 636.
- Awang. R, 2006. *Kesan Pengawet dalam Makanan*, Universitas Sain Malaysia. Malaysia.
- Barry, J.L. and Tome, D., 1991. *Formaldehyde Content of Milk in Goats Fed Formaldehyde-treated Soybean Oilmeal*. *J. Food Add and Cont.*: 633-640
- Buckley, K.E., Fisher, L.J., and Mac Kay, V.G., 1986. *Electron Capture Gas Chromatographic Determination of Traces of Formaldehyde in Milk as the 2,4-Dinitrophenylhydrazone*. *J. Ass. Anal. Chem.*: 655-657.
- Bosetti, C., et al. (2008). Formaldehyde and cancer risk: A quantitative review of cohort studies through 2006. *Ann. Oncol.*, 19, 29-43.
- Cosmetic Ingredient Review Expert Panel. (1984). Final report on the safety assessment of formaldehyde. *J. Am. Coll. Toxicol.*, 3, 157-184.
- Farmakope Indonesia III. (1979). Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Gerberich, H.R. & Seaman, G.C. (2004). Formaldehyde. In J.I. Kroschwitz & M. Howe-Grant (Ed.). *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology* (5th Ed., Vol. 11, pp. 929-951). New York: John Wiley & Sons.
- Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Departemen Farmasi FMIPA UI, Depok: 15-17.
- Harmita. (2006). *Analisis kuantitatif bahan baku dan sediaan farmasi*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA UI.

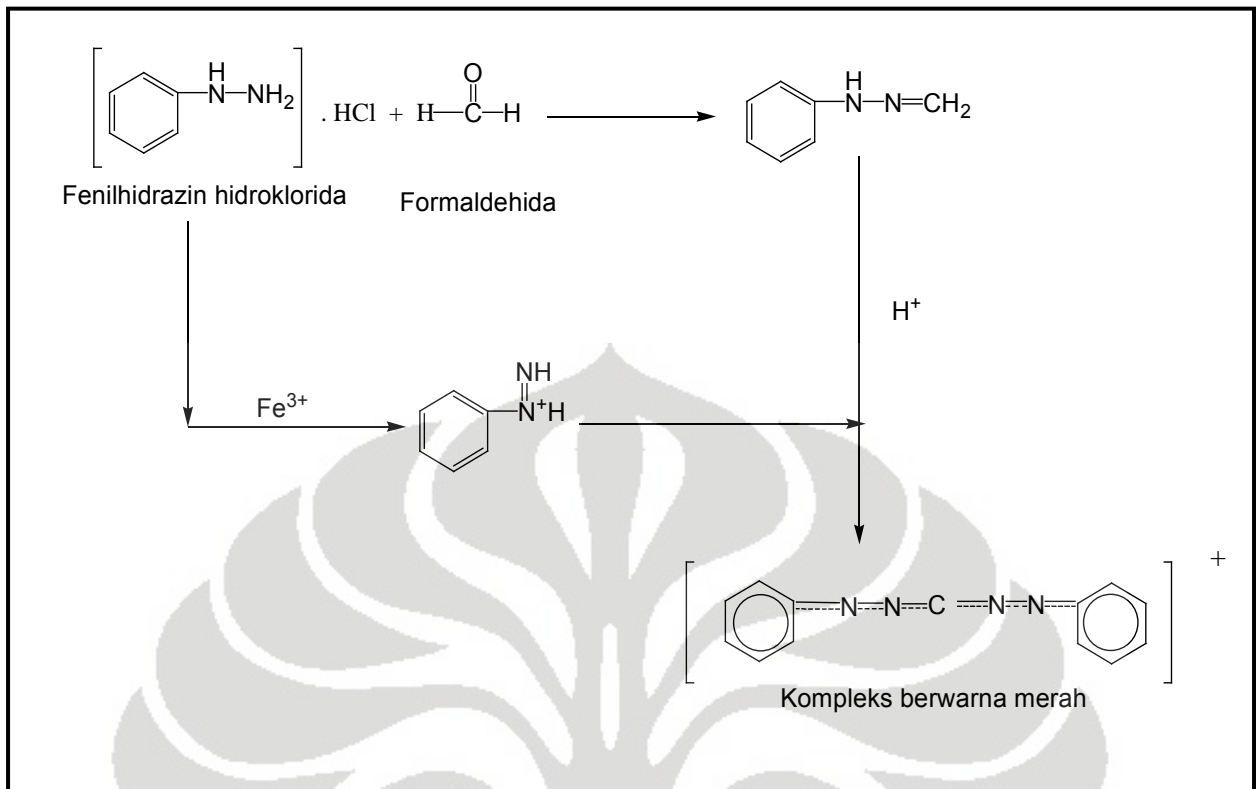
- IARC. (1995). *IARC Monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans: Wood dust and formaldehyde*. Vol. 62. Lyon: WHO.
- Kaminski, J., Atwal, A.S., and Mahadevan, S. 1993. *High Performance Liquid Chromatographic Determination of Formaldehyde in Milk*. J. of LIq. Chrom.: 521-526.
- Nash, T. (1953). Colorimetric estimation of formaldehyde by means of Hantzsch reaction. *Biochem. J.*, 55 (3), 417-418.
- Nasiri, Johan. *Bahaya Formalin Bagi Kesehatan*. Sentra Polimer.
- Naya, M. & Nakahashi, J. (2005). Risk assessment of formaldehyde for the general population in Japan. *Regul. Toxicol. Pharmacol.*, 43, 232-248.
- Patnaik, Praydot. 1992. *A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances*. Van Nostrand Reinhold, New York: 94.
- Purwaningsih, Sri (2000). *Teknologi Pembekuan Udang*. Penebar Swadaya.
- Reuss, G., al. (2003). Formaldehyde. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (6th rev. Ed., Vol. 15, pp. 1-34). Weinheim: Wiley.
- Saparinto, Cahyo dan Diana Hidayati. 2006. *Bahan Tambahan Pangan*. Penerbit Kanisius, Yogyakarta: 7-11, 65-66
- Schryver, S.B. (1910). The photochemical formation of formaldehyde in green plants. *Proc. Roy. Soc. London, Series B* 82 (554), 227.
- Sitting, Marshall. 1991. *Handbook of Toxic and Hazardous Chemicals and Carcinogens, Vol. 1, 3<sup>rd</sup> ed.* Noyes Publications, New Jersey: 834-835.
- Sivakumar, C., Vasudevan, T., and Gopalan, A. 2001. *Chemical Oxidative Polymerization and in situ Spectroelectrochemical Studies of a Sulfonated Aniline Derivative by UV-Visible Spectroscopy*. ACS Publications, Karaikudi: 40, 40-51.
- Speit, S. & Schmid, O. (2006). Local genotoxic effects of formaldehyde in humans measured by the micronucleus test with exfoliated epithelial cells. *Mutat. Res.*, 613, 1-9.

- Suryadi, H., Mansur, U., & Christine, N. (2008, Agustus). *Optimasi pereaksi Schryver untuk identifikasi formalin dalam sampel permen*. Makalah dipresentasikan pada Kongres Ilmiah XVI Ikatan Sarjana Farmasi Indonesia, Yogyakarta.
- The Merck Index. (2001). *The Merck Index* (13th ed.). New Jersey: Author.
- Winarno, F.G. dan Titi Sulistyowati Rahayu. 1994. *Bahan Tambahan untuk Makanan dan Kontaminan*. Pustaka Sinar Harapan, Jakarta: 26.
- WHO. (1989). *Environmental Health Criteria 89: Formaldehyde*. Geneva: International Programme on Chemical Safety.
- WHO. (2002). *Concise international chemical assessment document 40: Formaldehyde*. Geneva: World Health Organization.
- Young, E.G., & Conway, C.F. (1941). On the estimation of allantoin by the Rimini-Schryver reaction. *J. Biol. Chem.*, 55, 849.
- Zhang, L., et al. (2008). Formaldehyde exposure and leukimia: A new metaanalysis and potential mechanisms. *Mutat. Res.*, 681, 150-168.

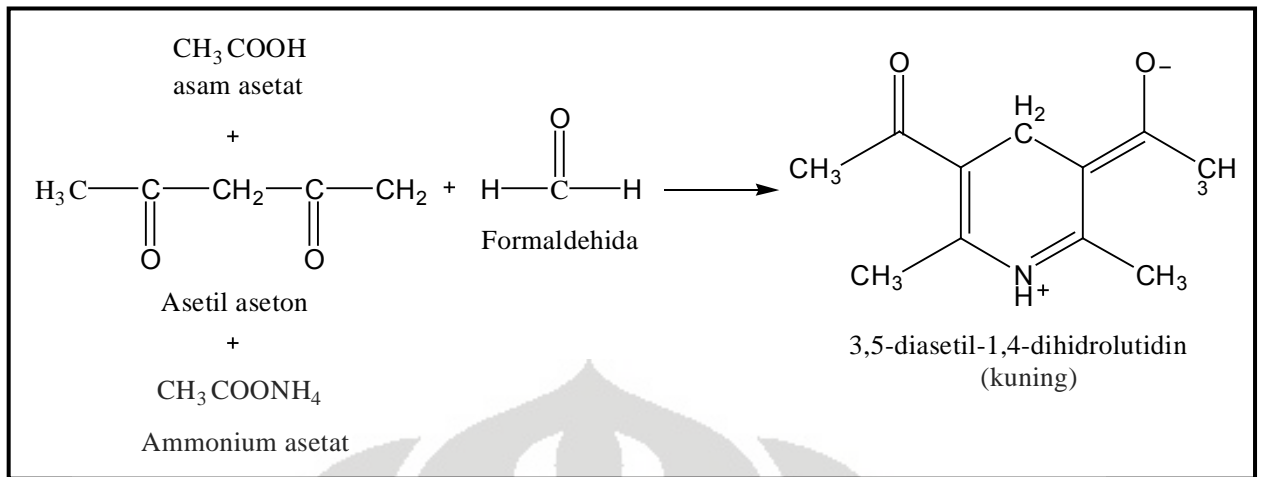


# **GAMBAR**

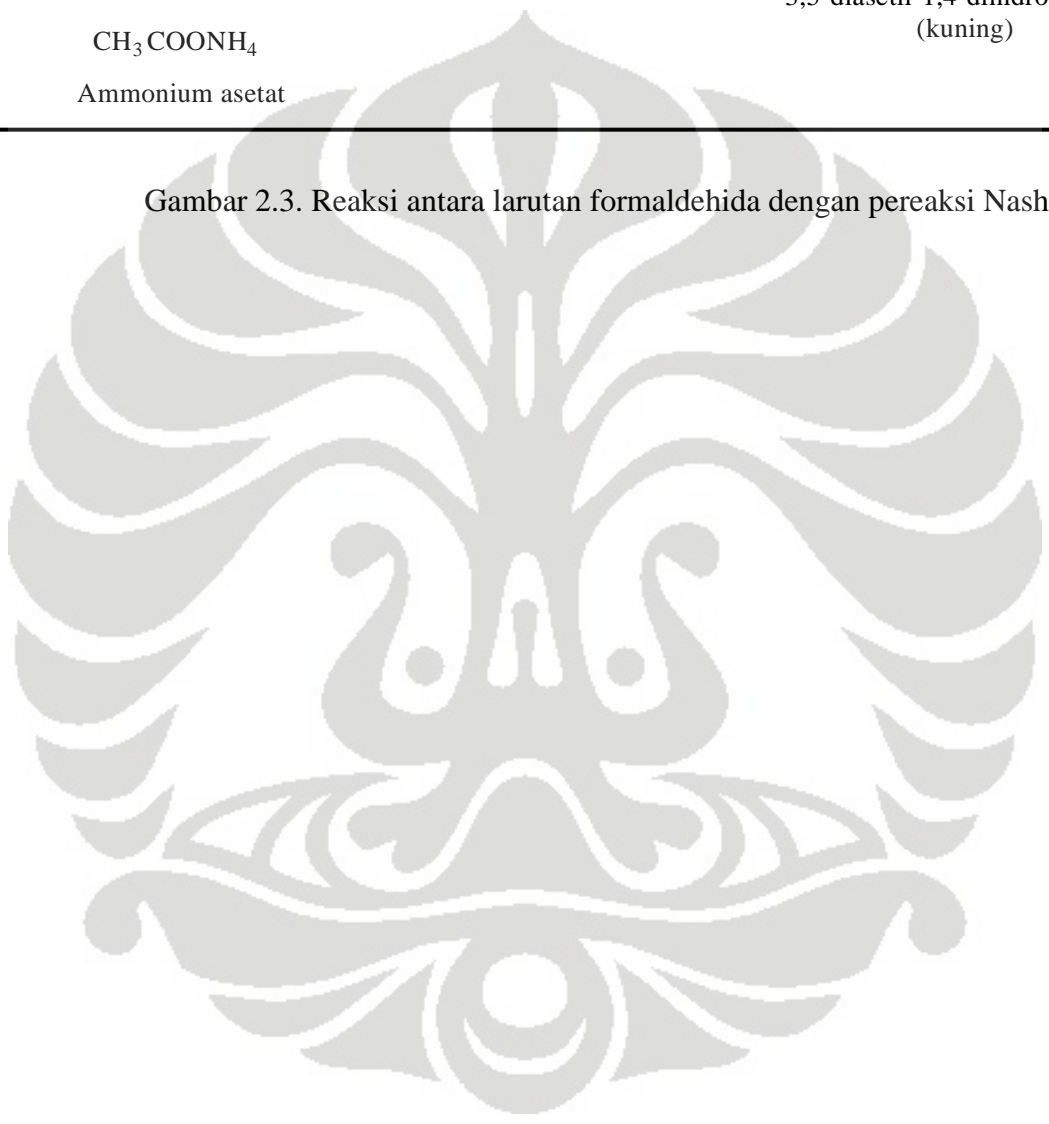


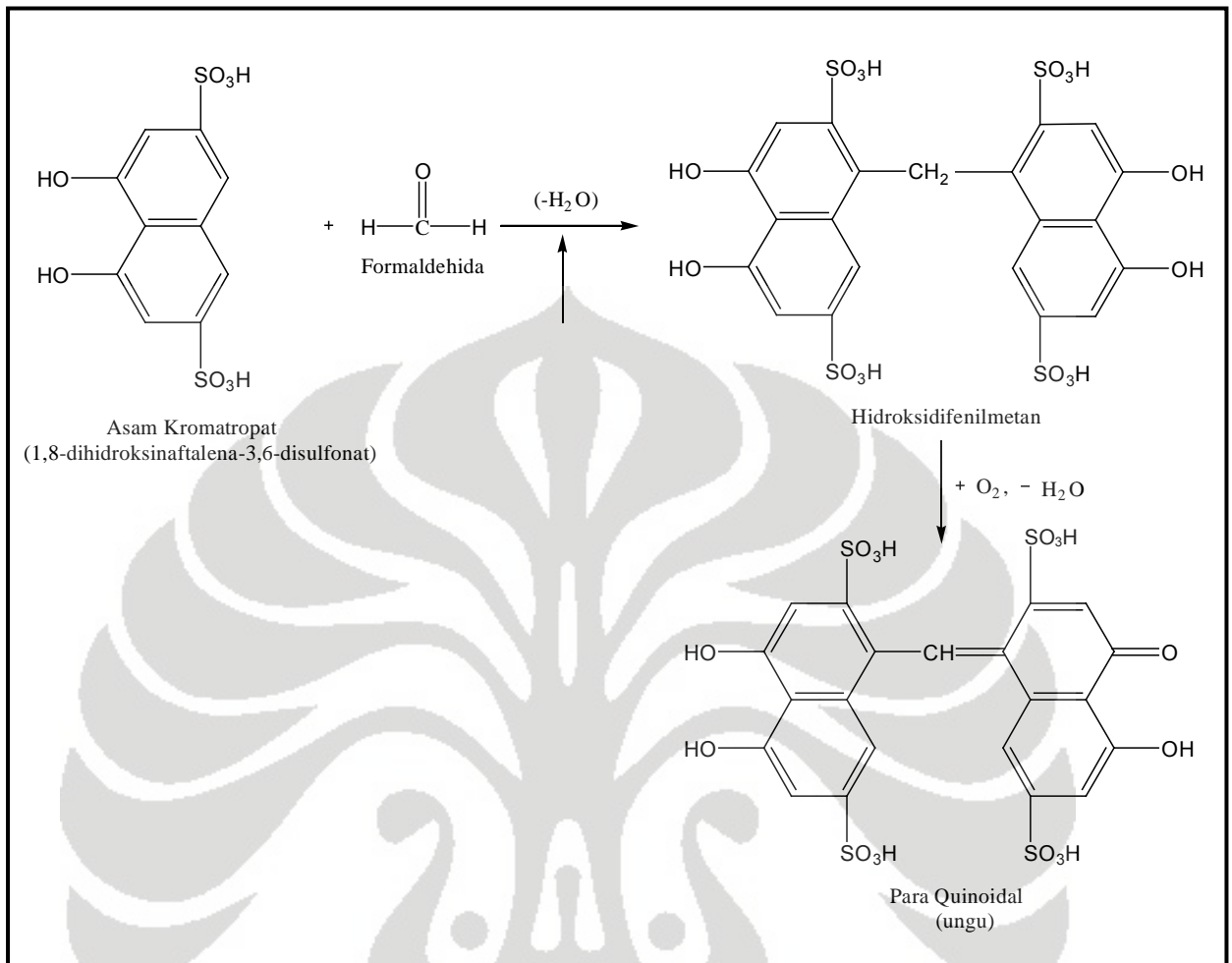


Gambar 2.2. Reaksi antara larutan formaldehida dengan pereaksi Schryver

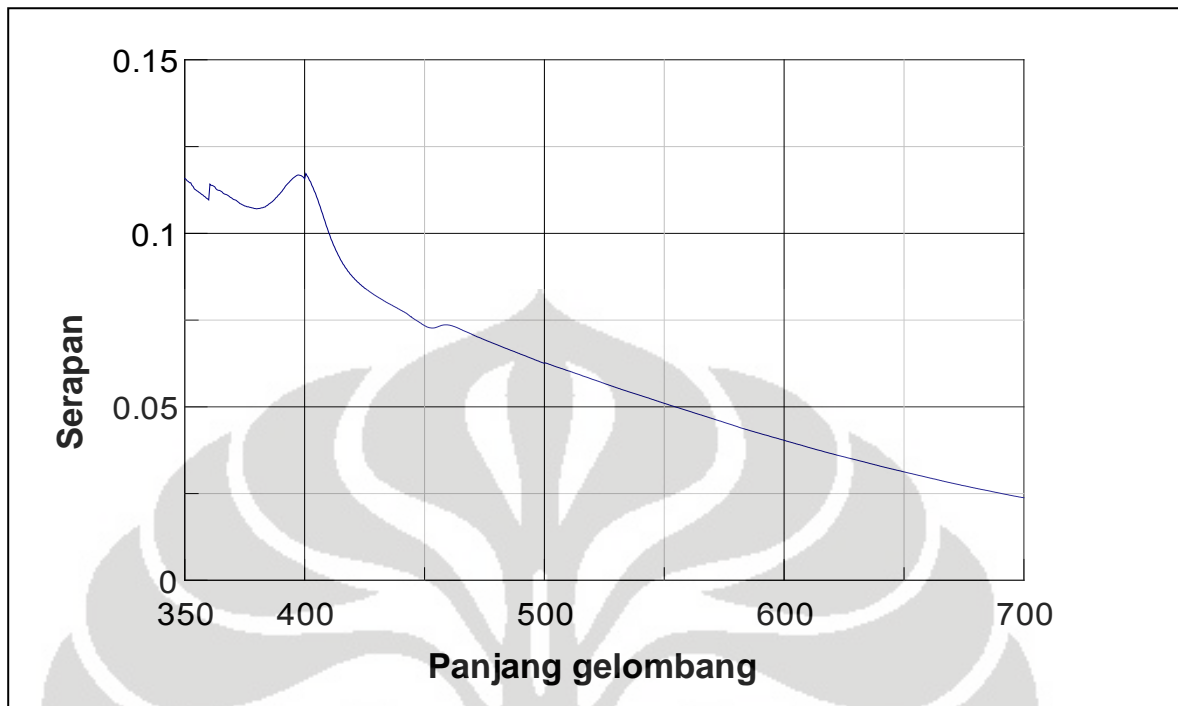


Gambar 2.3. Reaksi antara larutan formaldehida dengan pereaksi Nash

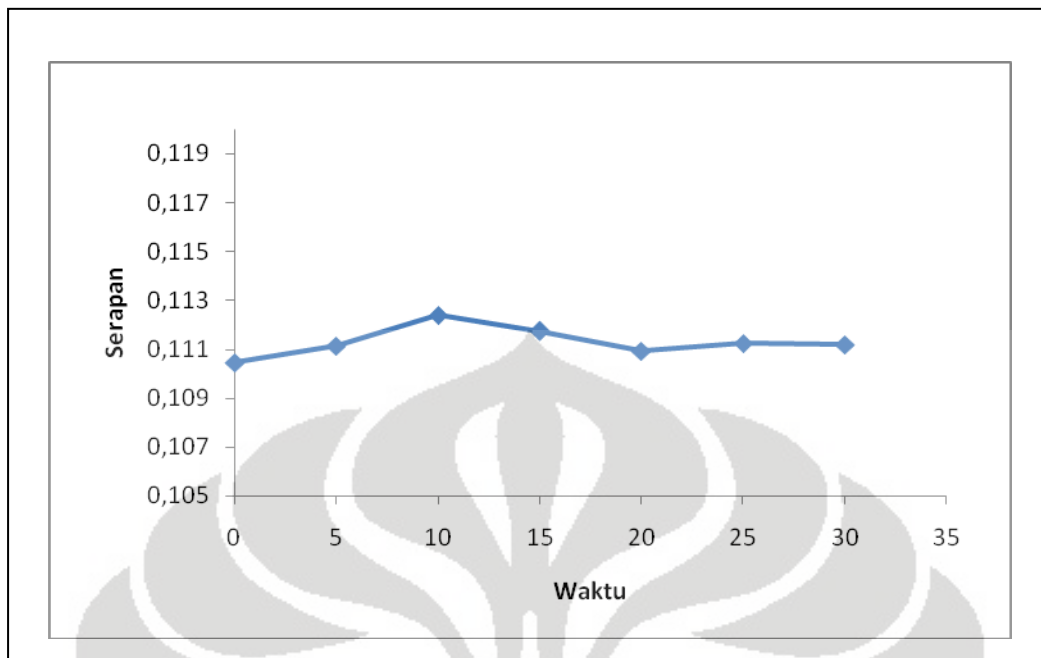




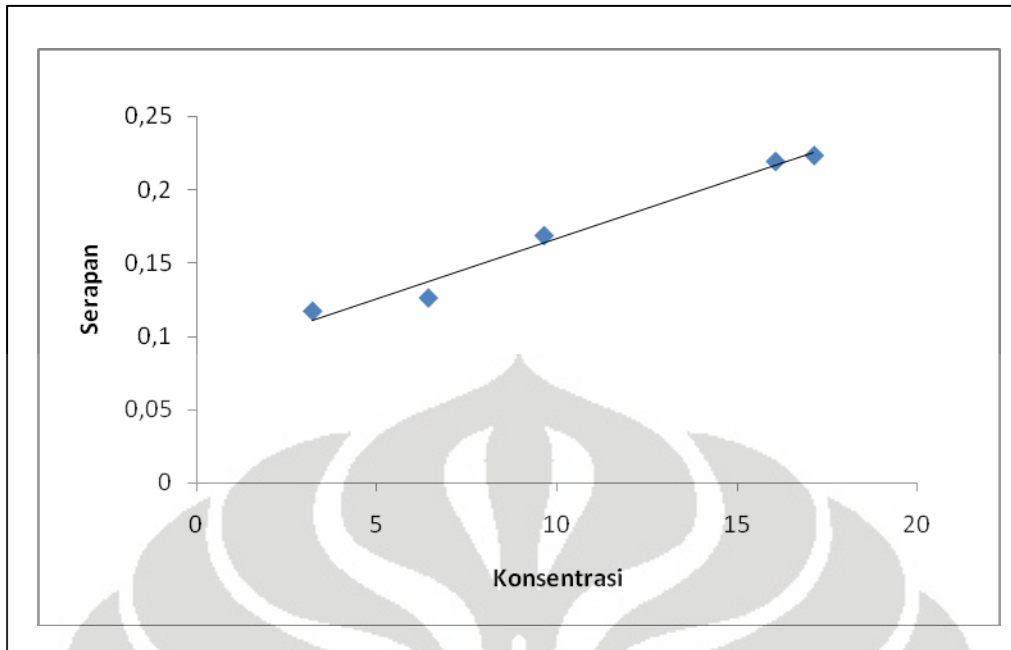
Gambar 2.4. Reaksi antara larutan formaldehida dengan pereaksi asam kromotropat



Gambar 4.1. Spektrum serapan hasil reaksi antara formalin konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih pada panjang gelombang maksimum 400,5 nm.



Gambar 4.2. Kurva kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih

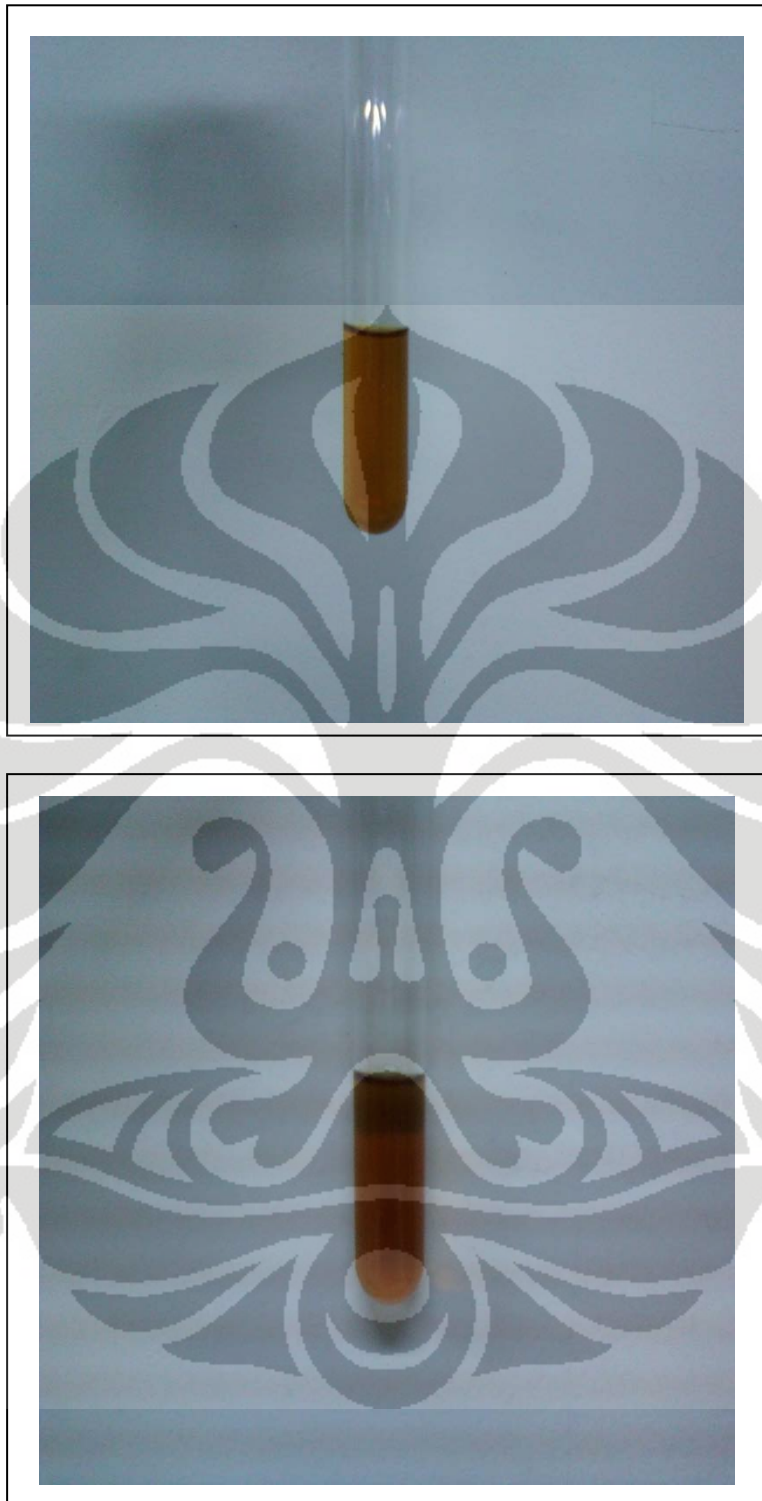


Gambar 4.3. Kurva kalibrasi senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih pada panjang gelombang 400,5 nm.

Dengan persamaan garis  $y = 0,0847 + 0,08181x$  dan  $r = 0,99003$ .

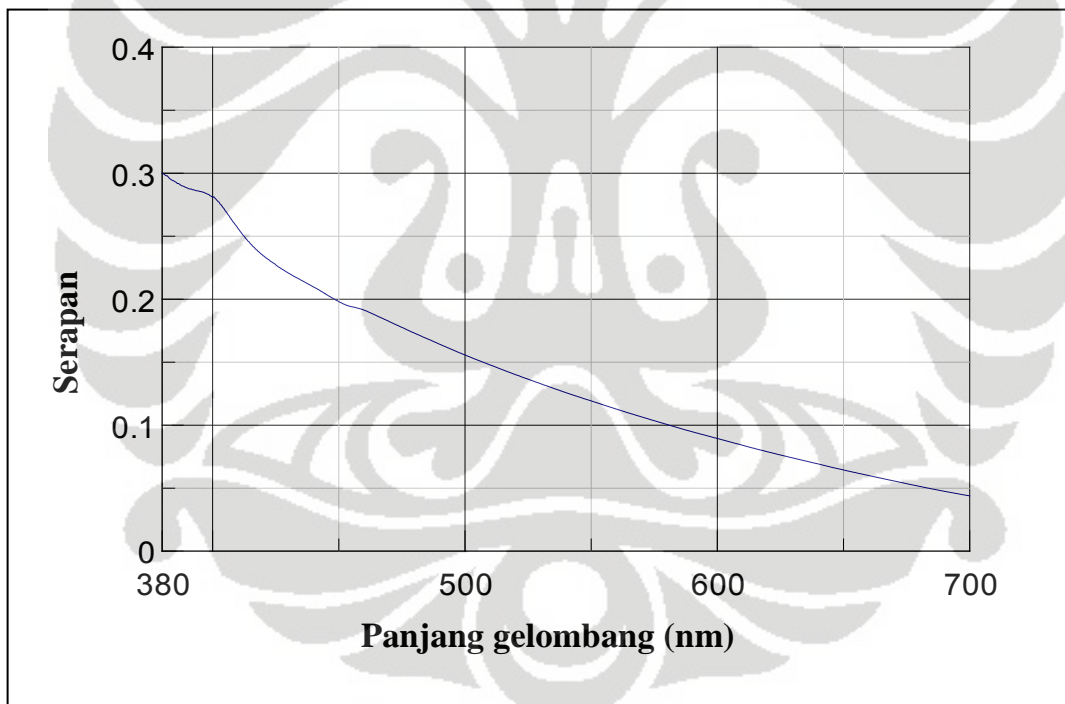
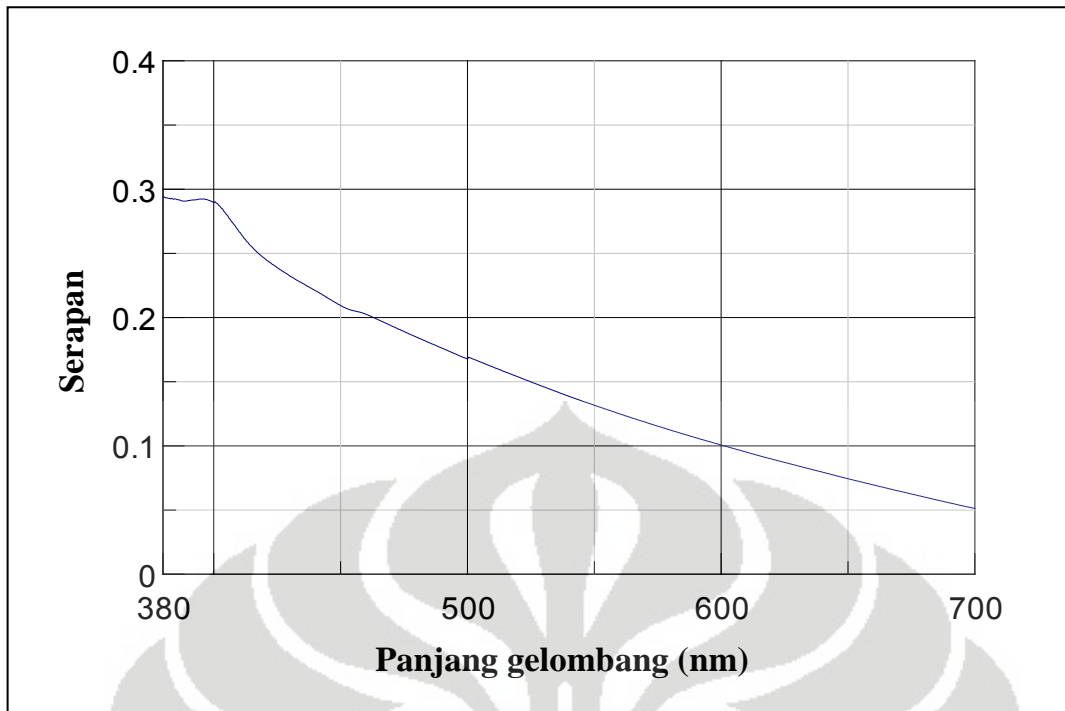


Gambar 4.4. Reaksi warna yang dihasilkan dari beberapa senyawa induk dengan larutan formaldehida (1) DPASA ; (2) aniline ; (3) fenilhidrazin HCl ; (4) Asam sulfanilat ; (5) Asam mefenamat setelah direaksikan dengan PDS (dalam  $H_2SO_4$ )

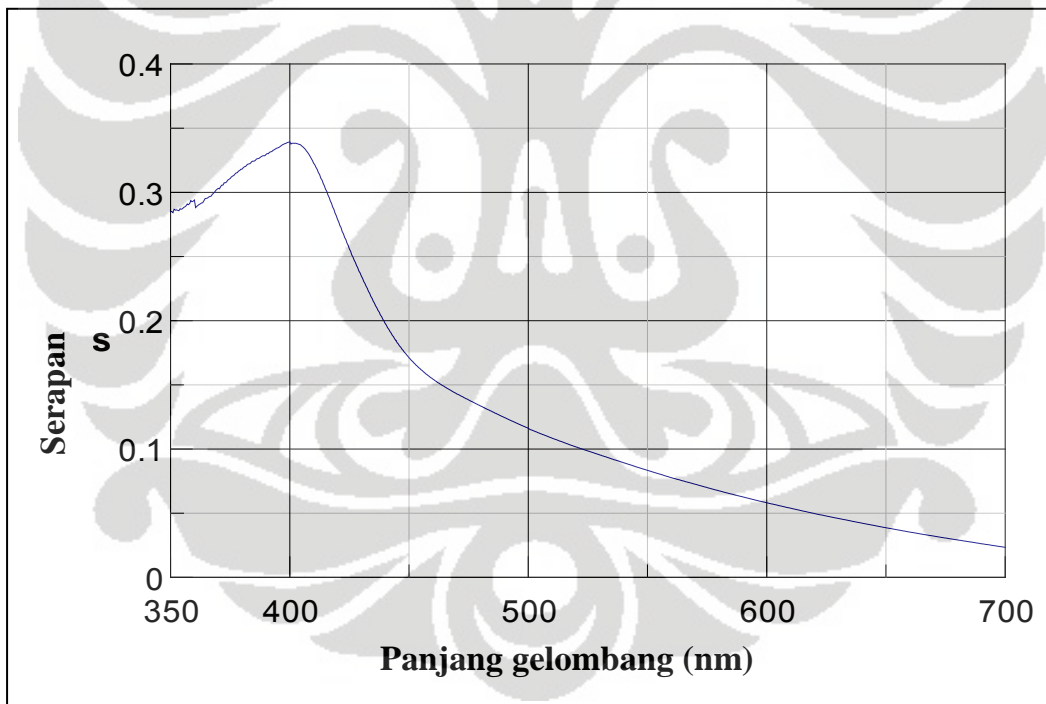
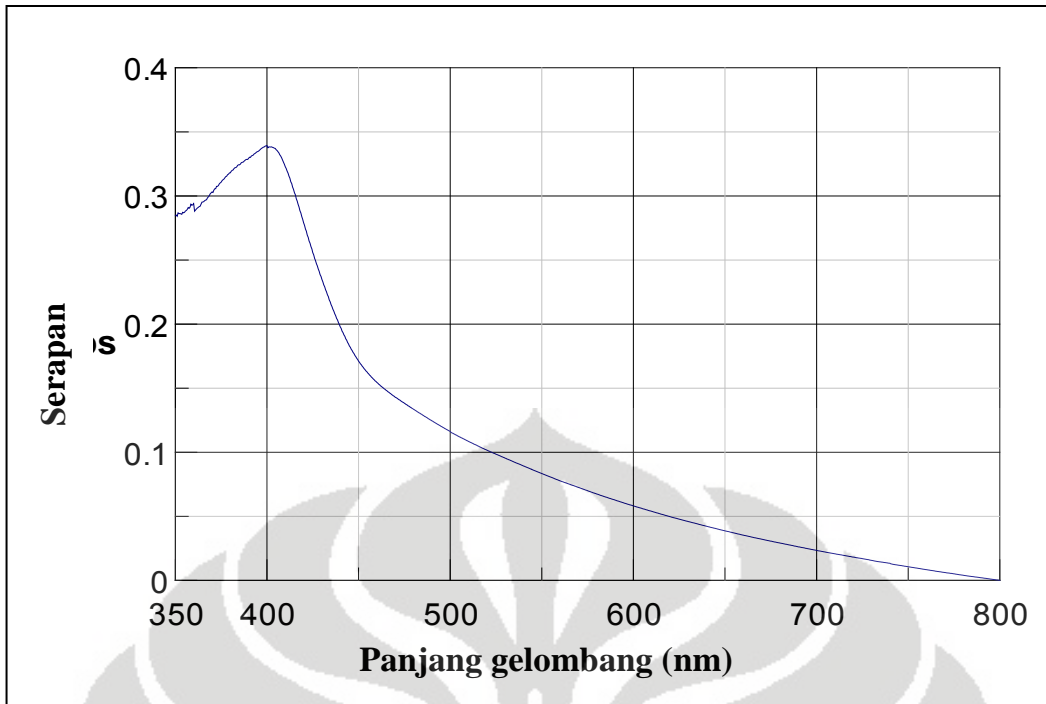


Gambar 4.5. Pengujian 5 g sampel ikan dan udang segar dari Pasar Minggu secara kualitatif menggunakan pereaksi terpilih.

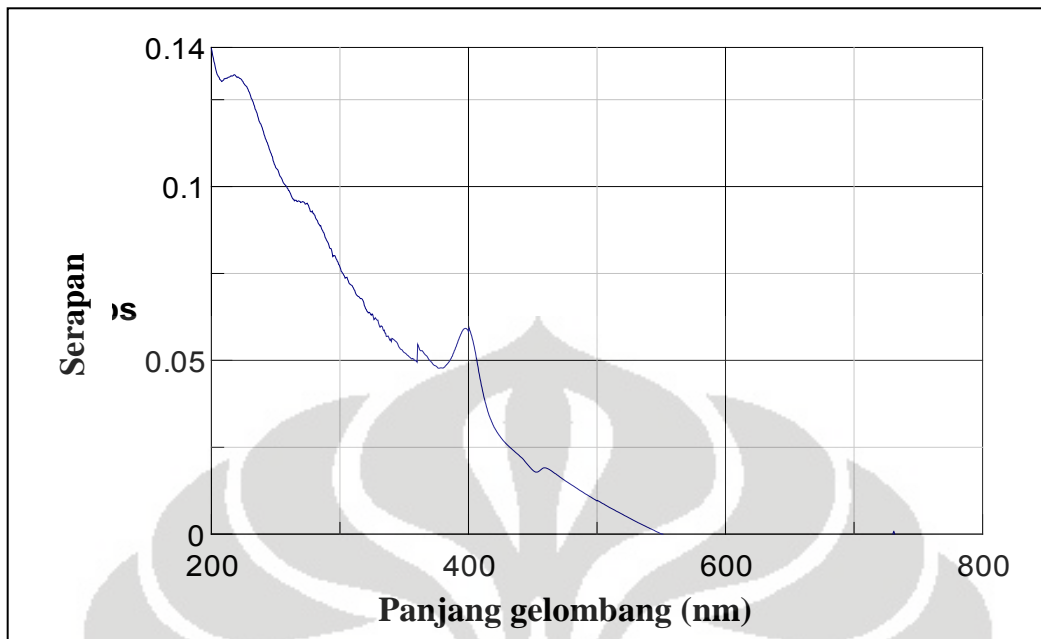




Gambar 4.6. Spektrum serapan sampel ikan segar yang mengandung formalin dengan pereaksi terpilih



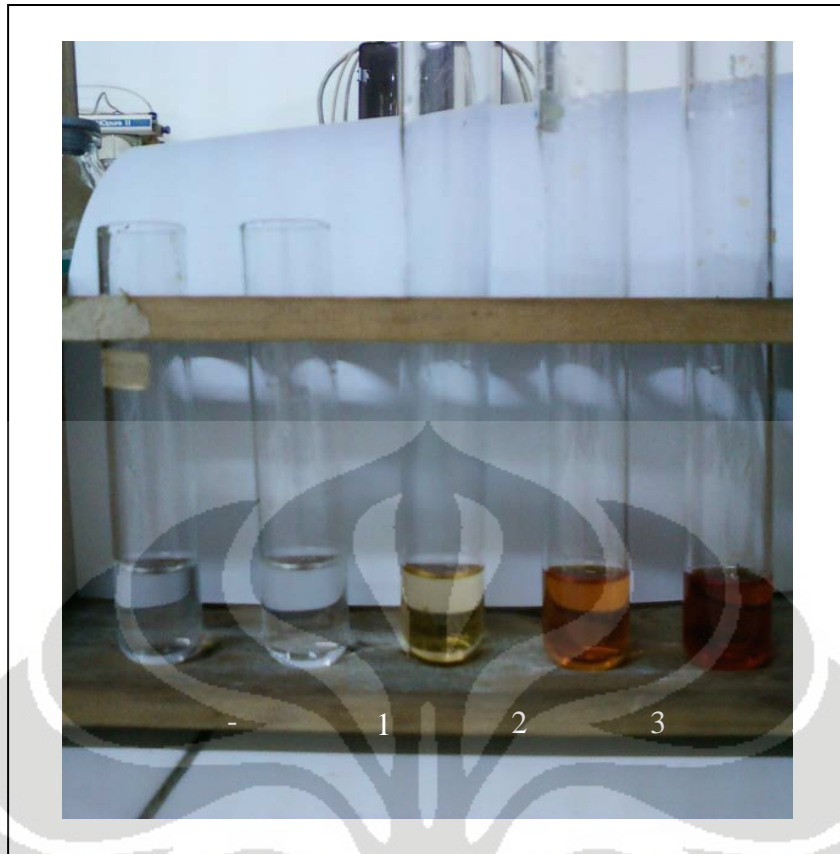
Gambar 4.7. Spektrum serapan sampel udang segar yang mengandung formalin dengan pereaksi terpilih



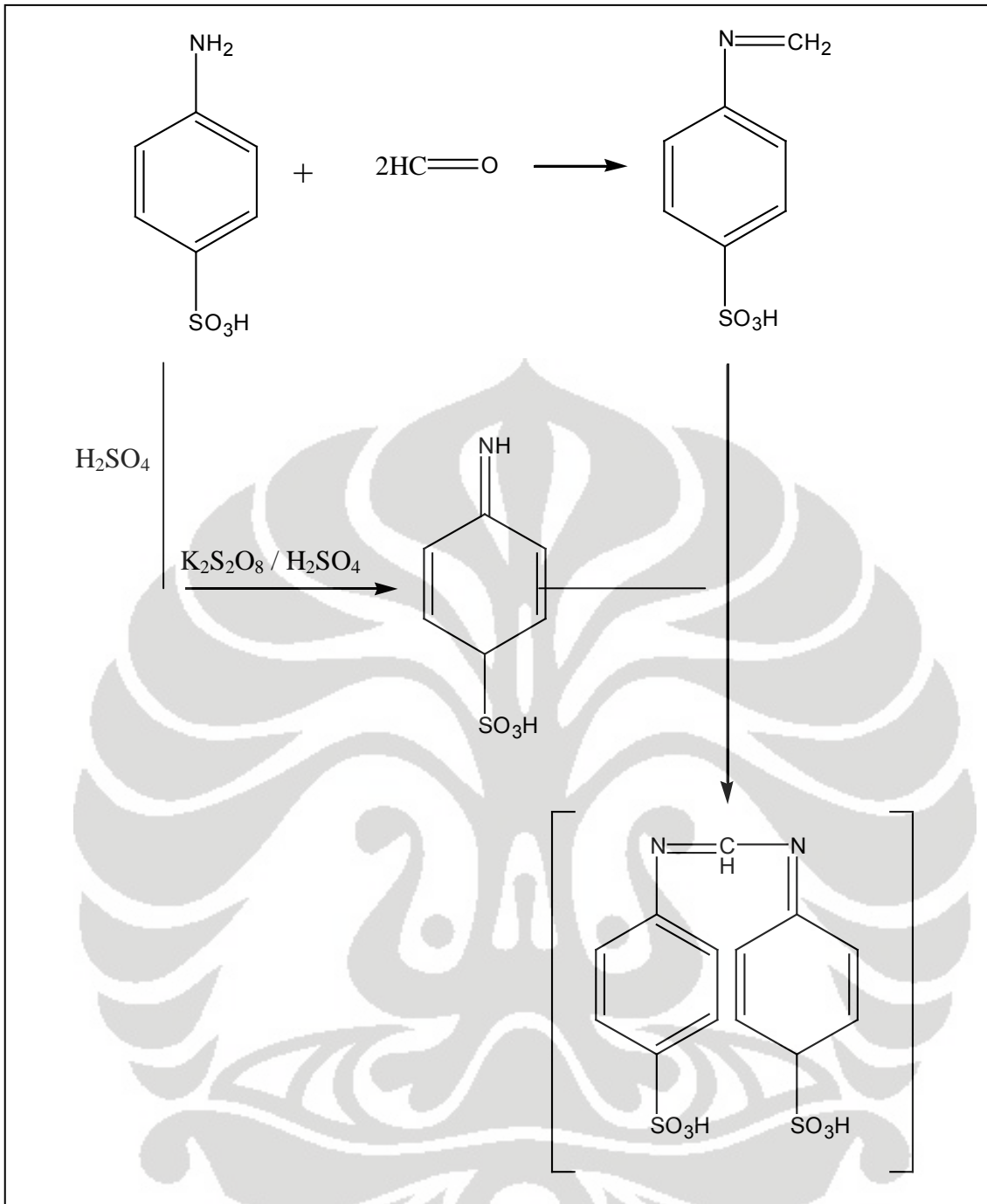
Gambar 4.8. Spektrum serapan blanko (pereaksi terpilih + aquadest)



Gambar 4.9. Reaksi warna yang dihasilkan oleh pereaksi terpilih (asam sulfanilat dan PDS) setelah direaksikan dengan formaldehida (kiri) ; 2-propanol (kanan)



Gambar 4.10. Pengamatan batas deteksi secara visual pereaksi terpilih dengan konsentrasi larutan formaldehida (1) 0,2 ; (2) 0,5 ; (3) 2 ; dan (4) 5 mg/L



Gambar 4.10. Reaksi antara formaldehida dengan pereaksi terpilih



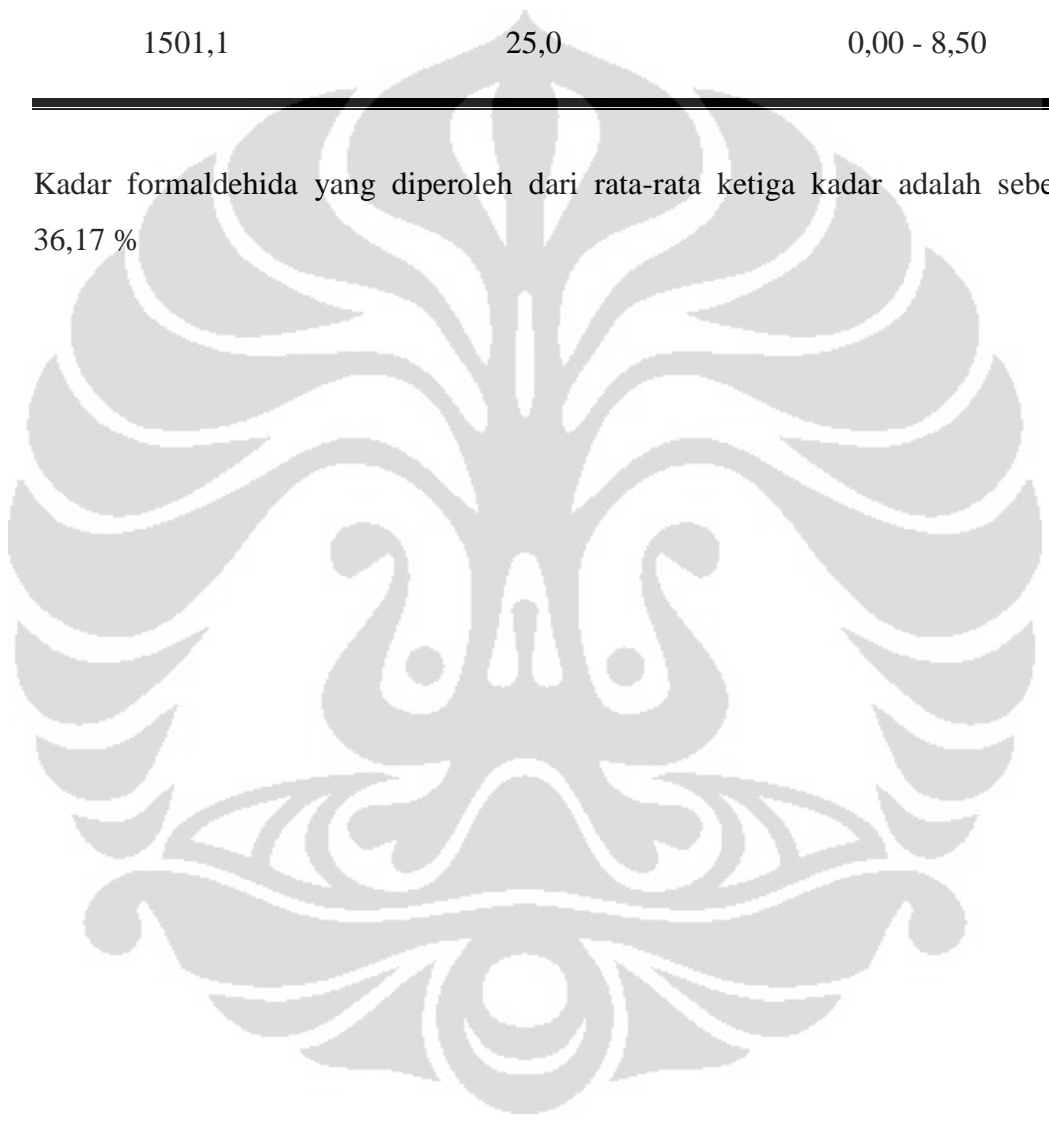
# TABEL

Tabel 4.1. Data penetapan kadar formaldehida standar secara titrasi asam basa

Penetapan kadar formaldehida standar

Berat formalin (mg)	Volume NaOH 1 N (ml)	Volume HCl 1 N (ml)
1506,7	25,0	0,00 - 8,30
1501,1	25,0	0,00 - 8,50

Kadar formaldehida yang diperoleh dari rata-rata ketiga kadar adalah sebesar 36,17 %





Tabel 4.2. Data hubungan waktu terhadap kestabilan warna senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih

Waktu	Serapan (A)	$\Delta A$
0	0,11046	0
5	0,11113	0,00067
10	0,11239	0,00193
15	0,11175	0,00129
20	0,11092	0,00046
25	0,11124	0,00078
30	0,11118	0,00072

Tabel 4.3. Data kurva kalibrasi formaldehida dengan pereaksi terpilih

Konsentrasi formalin (mg/L)	Serapan
3,21408	0,11701
6,42816	0,12596
9,64224	0,16838
16,0704	0,21892
17,14176	0,22291

$a = 0,0847$

$b = 0,008181$

$r = 0,9900$

Persamaan regresi linier :  $y = 0,0847 + 0,008181 x$

Tabel 4.4. Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pereaksi terpilih

Konsentrasi (mg/L)	Serapan	$Y_i = a + bx$	$(Y - Y_i)^2$	$X^2$
3,21408	0,11701	0,110994388	0,0000361876	10,33031025
6,42816	0,12596	0,137288777	0,0001283412	41,32124099
9,64224	0,16838	0,163583165	0,0000230096	92,97279222
16,0704	0,21892	0,216171942	0,0000075518	258,2577562
17,14176	0,22291	0,224936738	0,0000041077	293,8399359
N = 5			<b><math>\Sigma = 0,0001991979</math></b>	<b><math>\Sigma = 696,7220356</math></b>

Persamaan regresi linier :  $y = 0,0847 + 0,008181 x$   
 $r = 0,99003$

S (y/x) = 0,0081485766

b = 0,008181

Batas deteksi (LOD) = 0,0244 mg/L

Batas kuantitasi (LOQ) = 0,0815 mg/L

Tabel 4.5. Data uji keterulangan pembentukan warna senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehida konsentrasi 5,4 mg/L dengan pereaksi terpilih

No.	Konsentrasi formalin (mg/L)	Serapan
1.	5,3568	0,10666
2.	5,3568	0,10343
3.	5,3568	0,10406
4.	5,3568	0,10900
5.	5,3568	0,10372
6.	5,3568	0,10406

Serapan rata-rata = 0,10516

Standar deviasi = 0,001995

Koefisien variasi = 1,90%

Tabel 4.6. Data uji perolehan kembali formaldehida dengan konsentrasi 3,0; 5,0; dan 8,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel ikan

Simulasi	Ulangan	Serapan (A) $\lambda = 400 \text{ nm}$	Kadar Sebenarnya (mg/L)	Kadar Diperoleh (mg/L)	Perolehan Kembali (%)	Rata- rata UPK (%)
I	1	0,10835	3,17	2,89	91,17	86,33
	2	0,10995	3,19	3,09	96,87	
	3	0,10184	2,96	2,10	70,95	
II	1	0,11845	5,04	4,13	81,94	97,09
	2	0,12805	5,17	5,30	102,51	
	3	0,12950	5,13	5,48	106,82	
III	1	0,16862	8,31	10,26	123,47	105,61
	2	0,14835	8,16	7,78	95,34	
	3	0,14817	8,11	7,76	95,68	

Tabel 4.7. Data uji perolehan kembali formaldehida dengan konsentrasi 3,0; 5,0; dan 8,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel udang

Simulasi	Ulangan	Serapan (A) $\lambda = 400 \text{ nm}$	Kadar Sebenarnya (mg/L)	Kadar Diperoleh (mg/L)	Perolehan Kembali (%)	Rata- rata UPK (%)
I	1	0,10984	2,99	3,07	102,68	101,36
	2	0,10982	3,11	3,07	98,71	
	3	0,10979	2,99	3,07	102,68	
II	1	0,11489	4,98	3,69	74,10	90,97
	2	0,12596	5,09	5,04	99,02	
	3	0,12589	5,04	5,04	99,80	
III	1	0,14630	8,15	7,53	92,39	100,56
	2	0,16128	8,05	9,36	116,27	
	3	0,14570	8,02	7,46	93,02	

Tabel 4.8. Data analisis kuantitatif formaldehida pada sampel ikan dan udang segar

Sampel	Berat (g)	Serapan	Kadar ( $\mu\text{g/g}$ )
Ikan	5,0957	0,28128	877,90
	5,0997	0,29026	898,74
Udang	5,1048	0,33762	1011,25
	5,1019	0,33934	1015,94

Rata-rata kadar sampel ikan = 888,32  $\mu\text{g/g}$

Rata-rata kadar sampel udang = 1013,60  $\mu\text{g/g}$

Tabel 4.9. Data reaksi warna kompleks dari beberapa senyawa induk

Senyawa induk (dalam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Pereaksi	Larutan standar	Hasil pengamatan
DPASA			Hijau tua pekat
Anilin	+ PDS (dalam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	+ Larutan formaldehida*	Endapan coklat tua pekat
Fenilhidrazin HCl			Endapan merah coklat tua
Asam sulfanilat			Merah kecoklatan
Asam mefenamat			Endapan putih keruh

Ket\* : setelah penambahan formaldehida lalu dipanaskan





# LAMPIRAN

## Lampiran 1

### Data pembakuan NaOH dengan KHP secara titrasi asam basa

Berat KHP (mg)	Volume NaOH (ml)
599,9	0,00 - 2,95
600,1	0,00 - 2,65
600,3	0,00 - 2,70

Normalitas yang diperoleh sebesar 0,9959 N

$$\begin{aligned}
 \text{Contoh :} \quad \text{mek NaOH} &= \text{mek KHP} \\
 V \times N &= \frac{\text{mg}}{\text{BE}} \\
 2,95 \times N &= \frac{599,9}{204,2/1} \\
 N &= 0,9959
 \end{aligned}$$

### Data pembakuan HCl dengan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ secara titrasi asam basa

Berat $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (mg)	Volume NaOH 1 N (ml)
599,9	0,00 - 3,85
600,3	0,00 - 3,50
600,9	0,00 - 3,90

Normalitas yang diperoleh sebesar 0,8080 N

$$\begin{aligned}
 \text{Contoh :} \quad \text{mek HCl} &= \text{mek Dinatrium Tetraborat} \\
 V \times N &= \frac{\text{mg}}{\text{BE}} \\
 3,90 \times N &= \frac{600,9}{381,37/2} \\
 N &= 0,8080
 \end{aligned}$$

## Lampiran 2

### Perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehida

#### a. Konsentrasi larutan induk formaldehida

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi larutan} &= \text{Berat penimbangan X Kadar sebenarnya X 1000} \\ \text{induk formaldehida} &= \frac{100 \text{ X Volume pembuatan}}{100 \text{ X 250,0 ml}} \\ &= \frac{740,5 \text{ mg X 36,17 X 1000}}{100 \text{ X 250,0 ml}} \\ &= 1071,355 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

#### b. Konsentrasi larutan standar formaldehida

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi larutan} &= \text{Volume pipetkan X konsentrasi larutan induk} \\ \text{Standar formaldehida} &= \frac{\text{Volume pembuatan}}{100,0 \text{ ml}} \\ &= \frac{10,0 \text{ ml X 1071,355}}{100,0 \text{ ml}} \\ &= 107,136 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Lampiran 3. Perhitungan kadar formalin dari sampel ikan  
yang diperoleh dari pasar Minggu – Jakarta Selatan

Konsentrasi formalin dalam sampel diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi:

$$y = 0,0847 + 0,008181 x$$

y = serapan sampel

x = konsentrasi (mg/L atau  $\mu\text{g/ml}$ )

$$\text{Kadar formalin dalam sampel} = \text{Konsentrasi} \times \frac{\text{Volume}}{\text{Berat sampel}}$$

Contoh:

$$\text{Serapan sampel} = 0,28128$$

$$\text{Berat sampel} = 5,0957 \text{ g}$$

$$x = \frac{(0,28128 + 0,0847)}{0,008181}$$

$$= 44,7354 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar formalin dalam sampel} = 44,7354 \mu\text{g/ml} \times \frac{100 \text{ ml}}{5,0957 \text{ g}}$$

$$= 877,90 \mu\text{g/g}$$

Lampiran 4. Perhitungan kadar formalin dari sampel udang  
yang diperoleh dari pasar Minggu – Jakarta Selatan

Konsentrasi formalin dalam sampel diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi:

$$y = 0,0847 + 0,008181 x$$

y = serapan sampel

x = konsentrasi (mg/L atau  $\mu\text{g/ml}$ )

$$\text{Kadar formalin dalam sampel} = \text{Konsentrasi} \times \frac{\text{Volume}}{\text{Berat sampel}}$$

Contoh:

$$\text{Serapan sampel} = 0,33762$$

$$\text{Berat sampel} = 5,1048 \text{ g}$$

$$X = \frac{(0,33762 + 0,0847)}{0,008181}$$

$$= 51,6221 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar formalin dalam sampel} = 51,6221 \mu\text{g/ml} \times \frac{100 \text{ ml}}{5,1048 \text{ g}}$$

$$= 1011,25 \mu\text{g/g}$$

## Lampiran 5

### Hasil pemeriksaan bahan baku formaldehida

#### Hasil pemeriksaan

No.	Parameter	Persyaratan	Hasil
1.	Pemerian	Cairan jernih, tidak berwarna atau hampir tidak berwarna: bau menusuk, uap merangsang selaput lendir hidung dan tenggorokan. Jika disimpan ditempat dingin dapat menjadi keruh	Cairan jernih, bau menusuk
2.	Kelarutan	Dapat dicampur dengan air dan dengan etanol (95 %)	Sesuai
3.	Penetapan kadar (Titrasi asam basa)	Kadar formaldehida, $\text{CH}_2\text{O}$ , tidak kurang dari 34,0 % dan tidak lebih dari 38,0 %	36,17%

Kesimpulan : Bahan baku formaldehida, batch no. K35855803, Ex. Merck memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia

Lampiran 6  
Sertifikat analisis DPASA



Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 20.10.2010

1.00255.0005 Diphenylamine-4-sulfonic acid barium salt redox indicator  
Batch K39135355

	Spec. Values	Batch Values
<b>Identity (IR-spectrum)</b>	passes test	passes test
Absorption maximum $\lambda_{max}$ (water)	290 - 295 nm	290 - 295 nm
Spec. Absorptivity A 1%/1cm ( $\lambda_{max}$ ): 0.001 %; water; calculated on dried substance)	600 - 700	654
Loss on drying (105 °C)	≤ 5 %	2 %
Suitability as redox indicator	passes test	passes test
Test date (DD.MM.YYYY):	15.03.2009	
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY):	30.06.2013	

Dr. Ulrich Reichert

responsible laboratory manager quality control

*This document has been produced electronically and is valid without a signature*

Lampiran 7  
Sertifikat analisis PDS



Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 20.10.2010

1.05091.0250 Potassium peroxodisulfate GR for analysis  
Batch K39627291

Batch Values

Assay (Iodometric)	100.4	%
Chloride (Cl)	≤ 0.001	%
Heavy metals (as Pb)	≤ 0.003	%
Fe (Iron)	≤ 0.001	%
Mn (Manganese)	≤ 0.0001	%

Test date (D.D.MM.YYYY): 08.01.2009  
Minimum shelf life (D.D.MM.YYYY): 31.01.2012

Dr. Matthias Ohm

responsible laboratory manager quality control

*This document has been produced electronically and is valid without a signature*