

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. HASIL PERCOBAAN

1. Penetapan kadar larutan baku formaldehid

Data penetapan kadar larutan baku formaldehid dapat dilihat pada tabel 2. Hasil yang diperoleh dari penetapan kadar larutan baku formaldehid sebesar $\pm 35,49\%$. Kadar ini memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia edisi III (34,0% - 38,0%).

2. Pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehid

Data perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehid dapat dilihat pada lampiran 3. Konsentrasi larutan induk dan larutan standar formaldehid yang didapat sebesar 1002,43 dan 50,12 mg/L.

3. Pemilihan kertas saring untuk dijadikan kertas indikator

Hasil pemilihan kertas saring dapat dilihat pada gambar 2. Gambar tersebut memperlihatkan bahwa kertas saring Whatman no. 42 merupakan

kertas saring terbaik untuk dijadikan kertas indikator dimana perubahan warna yang terjadi pada kertas saring dapat diamati lebih jelas dibandingkan kertas saring lainnya. Diperoleh pula waktu optimum pengamatan perubahan warna pada kertas saring Whatman 42 adalah 10 menit setelah kertas indikator direaksikan dengan larutan formaldehid. Hasil pemilihan waktu optimum pengamatan dapat dilihat pada gambar 3.

4. Optimasi pereaksi Schryver menjadi kertas indikator

Dari kelima formula yang dihasilkan, formula 1 dan 2 merupakan formula dengan warna kuning muda jernih sehingga dihasilkan kertas indikator yang berwarna putih. Formula 3, 4, dan 5 merupakan formula dengan warna lebih kecoklatan dimana warna formula 5 adalah yang paling coklat dan sedikit keruh sehingga kertas indikator yang dihasilkan tidak berwarna putih melainkan sedikit merah coklat dan warna ini semakin intensif dalam penyimpanan.

5. Pengujian sensitivitas kertas indikator terhadap formalin secara kualitatif

Hasil pengujian sensitivitas kertas indikator formula 1 sampai formula 5 beserta perbandingannya dengan pereaksi cair dapat dilihat pada gambar 4 sampai gambar 8. Gambar tersebut memperlihatkan bahwa kertas indikator

dari kelima formula memiliki sensitivitas yang relatif sama yaitu 5,0 mg/L. Perubahan warna terlihat sangat nyata pada formaldehid konsentrasi 30,0 dan 50,0 mg/L, sedangkan pada konsentrasi 10,0 dan 5,0 mg/L cukup terlihat nyata.

6. Pengujian stabilitas kertas indikator terpilih dalam penyimpanan

Hasil pengujian stabilitas kertas indikator terpilih pada penyimpanan suhu kamar selama interval waktu tertentu berdasarkan sensitivitasnya terhadap larutan formaldehid dengan konsentrasi 1,0; 5,0; 10,0; 30,0; dan 50,0 mg/L dapat dilihat pada gambar 9.

7. Pengambilan sampel dan penandaan

Masing-masing jenis sampel diambil 3 sampel. Untuk sampel air rendaman tahu diberi kode A1, A2, dan A3. Untuk sampel daging ayam potong diberi kode B1, B2, dan B3. Untuk sampel ikan segar diberi kode C1, C2, dan C3.

8. Identifikasi formalin dalam sampel

Pemeriksaan masing-masing sampel menggunakan kertas indikator formalin terpilih memberikan hasil positif pada sampel air rendaman tahu A1,

A2, dan A3. Berdasarkan pengujian sensitivitas yang dilakukan, diperkirakan kadar formalin antara 10 – 30 mg/L dan melebihi 50 mg/L. Hasil identifikasi formalin dalam sampel makanan menggunakan kertas indikator terpilih dapat dilihat pada gambar 10 sampai dengan gambar 18.

B. PEMBAHASAN

Larutan formaldehid atau formalin telah sering disalahgunakan sebagai bahan pengawet dalam makanan. Oleh sebab itu, saat ini dibutuhkan suatu cara deteksi formaldehid yang cepat, mudah dan akurat.

Metode analisis dengan menggunakan kertas indikator sebenarnya merupakan pengembangan lebih lanjut dari pereaksi kit tester (pereaksi warna). Tujuan dari pengembangan ini adalah untuk meningkatkan tingkat kemudahan aplikasi deteksi cepat suatu zat serta cara penyimpanan dari kit tersebut. Sama seperti halnya metode analisis menggunakan pereaksi kit tester, metode analisis ini lebih menitikberatkan pada pembentukan warna yang menunjukkan hasil positif.

Pada penelitian ini dilakukan percobaan untuk mengoptimasi pereaksi Schryver menjadi bentuk kertas indikator. Pereaksi Schryver mempunyai kelebihan dibandingkan dua pereaksi-sensitif-formalin lainnya untuk dijadikan kertas indikator. Pereaksi Nash memberikan hasil warna kuning sehingga kurang cocok untuk dikembangkan sebagai kertas indikator yang menitikberatkan pada perubahan warna. Pereaksi asam kromotropat

memerlukan asam sulfat konsentrasi hampir pekat untuk dapat bereaksi membentuk warna. Asam sulfat konsentrasi hampir pekat bersifat korosif dan dapat menghancurkan kertas sehingga tidak dapat dikembangkan menjadi bentuk kertas indikator.

Adapun tujuan akhir dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kertas indikator yang sensitif terhadap formaldehid sehingga dapat diaplikasikan untuk identifikasi formalin yang cepat, mudah, dan akurat dalam makanan. Hal-hal yang dioptimasi dalam penelitian ini adalah jenis kertas yang digunakan, konsentrasi pereaksi, dan sensitivitasnya terhadap formaldehid.

Pada pemilihan kertas saring untuk dijadikan kertas saring, digunakan 5 jenis kertas saring yang berbeda kehalusan dan ketebalannya, yaitu kertas saring biasa, kertas saring halus, kertas saring Whatman lembaran, kertas saring Whatman nomor 40 dan kertas saring Whatman nomor 42. Masing – masing kertas ini dijadikan kertas indikator menggunakan formula hasil optimasi dari penelitian sebelumnya. Kertas indikator yang dihasilkan kemudian diuji sensitivitasnya menggunakan larutan formaldehid dengan berbagai konsentrasi.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator dari kertas saring biasa, hasil positif berupa perubahan warna menjadi oranye yang semakin intensif ditunjukkan pada larutan formaldehid konsentrasi 5 mg/L hingga 50 mg/L. Perubahan warna pada kertas mulai terlihat jelas sejak menit ke-5 dan stabil hingga menit ke-15. Perubahan warna mulai terlihat tidak jelas setelah menit

ke-15 dan pada menit ke-30 warna sudah sulit dibedakan dengan blangko aquadest. Tidak terbentuknya warna merah pada pengujian sensitivitas disebabkan oleh tekstur yang kasar dan berpori lebar dari kertas saring biasa sehingga hanya sedikit pereaksi yang dapat terserapkan dalam kertas.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator dari kertas saring halus dan kertas saring Whatman lembaran, sensitivitas menurun sehingga batas deteksi terendah menjadi 10 mg/L. Warna yang ditunjukkan pada larutan formaldehid konsentrasi 10 mg/L adalah putih sedikit warna kecoklatan sedangkan pada konsentrasi 30 dan 50 mg/L adalah warna kuning muda dengan ujung berwarna merah muda. Warna merah muda yang terlihat pada ujung kertas indikator menunjukkan bahwa terbentuk kompleks warna yang stabil dalam jumlah sedikit. Pada kertas saring halus, perubahan warna mulai terlihat jelas sejak menit ke-5 dan stabil hingga menit ke-30. Setelah 30 menit, warna yang ditunjukkan pada larutan formaldehid konsentrasi 10 mg/L sudah tidak dapat dibedakan dengan blangko aquadest sementara pada konsentrasi 30 dan 50 mg/L warna masih dapat dibedakan. Sedangkan pada kertas saring Whatman lembaran warna yang terbentuk stabil hingga menit ke-30 dan setelah menit ke-30 warna sudah sulit dibedakan dengan blangko aquadest.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator dari kertas saring Whatman nomor 40, hasil positif berupa perubahan warna menjadi kuning muda ditunjukkan pada larutan formaldehid konsentrasi 5 mg/L hingga 50 mg/L. Warna kuning muda yang dihasilkan tidak terlalu jelas tetapi semakin

intensif seiring peningkatan konsentrasi formaldehid. Kertas saring Whatman 40 mempunyai tekstur halus dibandingkan kertas saring sebelumnya tetapi tidak cukup tebal untuk menahan pereaksi dalam kertas sehingga banyak pereaksi yang lolos dari pori dan menyebabkan tidak terbentuknya warna merah. Perubahan warna pada kertas mulai terlihat sejak menit ke-5 dan stabil hingga menit ke-15. Setelah 15 menit, warna yang ditunjukkan pada larutan formaldehid konsentrasi 5 dan 10 mg/L sulit dibedakan dengan blangko aquadest.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator dari kertas saring Whatman nomor 42, batas deteksi terendah adalah 5 mg/L. Warna yang ditunjukkan adalah coklat kemerahan. Hal ini menunjukkan bahwa terbentuk kompleks warna stabil. Kertas Whatman nomor 42 mempunyai tekstur halus, cukup tebal dan pori yang kecil sehingga banyak pereaksi yang dapat terserap dalam kertas. Warna coklat kemerahan ini mulai terlihat jelas dari menit ke-5, mencapai optimum pada menit ke-10 dan stabil hingga menit ke-30 tanpa terlihat penurunan intensitas warna yang signifikan.

Berdasarkan percobaan pemilihan kertas saring yang dilakukan, maka dapat dipilih kertas saring Whatman nomor 42 sebagai kertas saring terbaik untuk digunakan sebagai kertas indikator didasarkan atas perubahan warna yang terlihat lebih jelas dibandingkan kertas saring lainnya. Selain itu, diperoleh pula waktu optimum untuk pengamatan adalah 10 menit setelah kertas indikator direaksikan dengan larutan formaldehid.

Langkah selanjutnya yang dilakukan adalah optimasi pereaksi Schryver menjadi kertas indikator. Pada optimasi pereaksi ini dibuat 5 formula dengan perbandingan volume yang sama tetapi berbeda konsentrasi fenilhidrazin dan kalium ferrisianida. Perbandingan volume fenilhidrazin hidroklorida, asam klorida 4,5 N, dan kalium ferrisianida yang digunakan adalah 1 : 4 : 2. Formula 1 merupakan formula hasil optimasi dari penelitian sebelumnya, yaitu menggunakan fenilhidrazin hidroklorida 5% dan kalium ferrisianida 5%. Formula 2 didapatkan dengan meningkatkan konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida menjadi 7,5% sementara konsentrasi kalium ferrisianida tetap. Formula 3 didapatkan dengan meningkatkan konsentrasi kalium ferrisianida menjadi 7,5% dan konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida tetap. Formula 4 didapatkan dengan meningkatkan konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida dan kalium ferrisianida menjadi 7,5%. Formula 5 didapatkan dengan meningkatkan konsentrasi kedua pereaksi tersebut menjadi 10%.

Dari kelima formula yang dihasilkan, formula 1 dan 2 merupakan formula dengan warna kuning muda jernih sehingga dihasilkan kertas indikator yang berwarna putih. Formula 3, 4, dan 5 merupakan formula dengan warna lebih kecoklatan dimana warna formula 5 adalah yang paling coklat dan sedikit keruh sehingga kertas indikator yang dihasilkan tidak berwarna putih melainkan sedikit merah coklat. Warna kecoklatan ini disebabkan karena peningkatan konsentrasi kalium ferrisianida yang digunakan.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator Schryver formula 1 dan 3, batas deteksi terendah yang masih dapat teramati adalah 5 mg/L. Warna yang ditunjukkan adalah coklat kemerahan. Warna coklat ini disebabkan oleh konsentrasi kalium ferrisianida yang lebih besar daripada konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida. Perubahan warna ini mulai terlihat jelas sejak menit ke-5 dan stabil hingga menit ke-30 tanpa terlihat penurunan intensitas warna.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator Schryver formula 2, batas sensitivitas kertas tidak berubah dengan deteksi terendah yang masih dapat teramati adalah 5 mg/L. Warna yang ditunjukkan adalah kemerahan yang semakin jelas dengan kenaikan konsentrasi formaldehid. Warna kemerahan yang terbentuk dari formula 2 kurang intensif jika dibandingkan formula 1 dan 3. Hal ini disebabkan oleh konsentrasi kalium ferrisianida yang lebih rendah daripada konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida sehingga agen pengoksidasi tidak mencukupi untuk membentuk warna. Perubahan warna ini mulai terlihat jelas sejak menit ke-5 dan mencapai optimum pada menit ke-10. Pada pengamatan menit ke-30, perubahan warna masih terlihat cukup jelas tetapi berubah warna menjadi kuning muda dengan sedikit kemerahan yang dapat terlihat.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator Schryver formula 4, sensitivitas meningkat sehingga batas deteksi terendah menjadi 1 mg/L dimana pada formaldehid konsentrasi tersebut kertas telah menunjukkan perubahan warna yang dapat dibedakan dari warna yang ditunjukkan oleh blangko aquadest. Seiring peningkatan konsentrasi formaldehid, warna coklat

kemerahan terlihat semakin jelas. Peningkatan sensitivitas ini menunjukkan bahwa kedua pereaksi pada konsentrasi 7,5% memberikan hasil optimum dalam bentuk kertas indikator. Perubahan warna terlihat jelas sejak menit ke-5 dan stabil hingga menit ke-15. Pada pengamatan menit ke-30 perubahan warna masih dapat terlihat tetapi mengalami penurunan intensitas sehingga pada konsentrasi 1 mg/L sudah sulit dibedakan dengan blangko aquadest.

Pada pengujian sensitivitas kertas indikator Schryver formula 5, batas deteksi terendah yang masih dapat teramati adalah 5 mg/L. Pada konsentrasi 5 dan 10 mg/L warna yang ditunjukkan kurang jelas tetapi terlihat bahwa telah terjadi perubahan warna dibandingkan dengan blangko aquadest. Pada konsentrasi 30 dan 50 mg/L perubahan warna yang ditunjukkan adalah warna ungu kecoklatan. Konfirmasi menggunakan pereaksi cair menunjukkan warna yang terbentuk adalah ungu yang semakin intensif seiring peningkatan konsentrasi formaldehid. Tidak terbentuknya warna merah melainkan warna ungu sebagai hasil positif dari reaksi ini menunjukkan bahwa telah terjadi pergeseran panjang gelombang. Warna yang ditunjukkan pada kertas indikator mulai terlihat jelas sejak menit ke-5 hingga menit ke-10. Pada pengamatan menit ke-15 terjadi penurunan intensitas warna sehingga pada konsentrasi 10 mg/L warna sudah tidak dapat dibedakan dengan blangko aquadest sedangkan pada konsentrasi 30 dan 50 mg/L perubahan warna masih dapat terlihat.

Berdasarkan percobaan optimasi yang dilakukan, maka diperoleh pereaksi Schryver terpilih untuk dikembangkan menjadi bentuk kertas

indikator adalah formula 4. Formula ini mempunyai batas deteksi terendah yang paling kecil, yaitu 1 mg/L dan intensitas warna yang lebih jelas dibandingkan formula lainnya.

Setelah didapatkan kertas indikator terpilih, dilakukan pengujian stabilitas kertas indikator terpilih dalam penyimpanan. Penyimpanan hanya dilakukan pada suhu kamar (28-30°C) karena pada suhu panas (diatas 40°C) kertas perlahan-lahan mengalami perubahan menjadi hangus sedangkan ada suhu dingin (2-8°C) kertas perlahan-lahan menjadi lembab sehingga kertas tidak dapat digunakan lagi. Pengujian stabilitas hanya dilakukan selama 1 hari dengan 5 kali pengukuran, yaitu setelah 30 menit, 1 jam, 3 jam, 6 jam dan 24 jam (1 hari) setelah kertas selesai dibuat.

Pada pengamatan 30 menit setelah kertas indikator dibuat, perubahan warna yang terjadi masih terlihat jelas dan batas deteksi terendah tidak berubah, yaitu 1 mg/L. Pada pengamatan 1 jam setelah kertas indikator dibuat, sensitivitas menurun sehingga batas deteksi terendah berubah menjadi 5 mg/L. Pada pengamatan 3 dan 6 jam setelah kertas indikator dibuat, batas deteksi tetap 5 mg/L tetapi intensitas warna telah menurun secara nyata sehingga pada konsentrasi 5 dan 10 mg/L perubahan warna dibandingkan dengan blangko aquadest kurang terlihat nyata. Pada pengamatan 1 hari setelah kertas indikator dibuat, kertas indikator sudah tidak sensitif sehingga pada semua konsentrasi formaldehid dari uji sensitivitas tidak terjadi perubahan warna. Penyimpanan tidak dilanjutkan setelah 1 hari karena kertas telah kehilangan sensitivitasnya. Ada

kemungkinan buruknya kestabilan kertas indikator berhubungan dengan suhu dan lama pemanasan yang digunakan untuk mengeringkan kertas. Suhu pemanasan yang digunakan adalah $\pm 70^{\circ}\text{C}$ dan lama pemanasan adalah $\pm 1,5$ jam. Pada pengujian sensitivitas kertas indikator dalam optimasi kertas saring dan pereaksi Schryver, pengujian selalu dilakukan dalam waktu 15 menit setelah kertas selesai dibuat.

Kertas indikator terpilih kemudian diaplikasikan untuk identifikasi formalin dalam sampel makanan. Sampel makanan yang diuji adalah air rendaman tahu, daging ayam potong, dan ikan mentah, masing-masing jenis makanan diambil 3 sampel. Sampel dipilih secara acak dari beberapa penjual di dua pasar tradisional Depok. Masing-masing sampel diberi kode untuk memudahkan identifikasi. Untuk sampel air rendaman tahu diberi kode A1, A2, A3. Untuk sampel daging ayam potong diberi kode B1, B2, dan B3. Untuk sampel ikan segar diberi kode C1, C2, dan C3. Selain uji menggunakan kertas indikator terpilih, sampel juga di uji menggunakan pereaksi cair Schryver formula 4 dan pereaksi asam kromatropat untuk menguji kebenaran hasil yang diperoleh menggunakan kertas indikator.

Sampel yang digunakan pada identifikasi formalin dalam air rendaman tahu adalah 1 air rendaman tahu kuning yang diberi label A1 dan 2 air rendaman tahu putih yang diberi kode A2 dan A3. Pengujian ketiga sampel menggunakan kertas indikator formalin terpilih memberikan hasil positif dengan terbentuknya warna merah pada kertas dimana sampel air rendaman tahu putih menunjukkan warna merah darah yang jelas dan intensif sejak

menit pertama sedangkan sampel air rendaman tahu kuning menunjukkan warna merah muda pada kertas sejak menit ke-5. Identifikasi menggunakan pereaksi cair Schryver dan pereaksi asam kromatropat juga memberikan hasil positif sehingga dapat disimpulkan kertas tidak memberikan warna positif palsu. Berdasarkan pengujian sensitivitas kertas indikator formalin terpilih dan pereaksi cair pembanding, diperkirakan kadar formalin yang terdapat dalam air rendaman tahu putih melebihi 50 mg/L sedangkan kadar formalin yang terdapat dalam air rendaman tahu kuning berkisar 10 – 30 mg/L.

Pada identifikasi formalin dalam sampel daging ayam potong dan ikan mentah, formalin disari terlebih dahulu dari sampel yang sudah dibersihkan. Formalin disari menggunakan pelarut air. Hal ini dilakukan berdasarkan sifat formalin yang larut dalam air. Penyarian dilakukan dengan memanaskannya di atas penangas air pada suhu $40 \pm 2^\circ\text{C}$ yang merupakan suhu optimum penyarian formalin dalam sampel. Setelah dilakukan penyarian, filtrat yang didapatkan, digunakan untuk identifikasi. Hasil identifikasi formalin dalam 3 sampel daging ayam potong dan 3 sampel ikan mentah menggunakan kertas indikator formalin terpilih memberikan hasil negatif. Identifikasi menggunakan pereaksi cair Schryver dan pereaksi asam kromatropat juga memberikan hasil negatif sehingga dapat dipastikan sampel tidak mengandung formalin.

Dari hasil identifikasi formalin dalam sampel makanan, dapat disimpulkan bahwa kertas indikator formalin terpilih hasil optimasi dapat diaplikasikan secara langsung untuk identifikasi formalin dalam makanan.

Kekurangan dari kertas indikator ini adalah sensitivitasnya yang rendah sehingga sulit untuk mendeteksi formalin dalam kadar rendah serta kestabilannya yang buruk sehingga kertas indikator harus selalu dibuat baru sebelum digunakan. Cara penggunaan yang praktis dari kertas indikator formalin ini dapat membantu masyarakat umum untuk melakukan sendiri deteksi formalin dalam makanan secara cepat dan mudah .

