

BAB III
BAHAN DAN CARA KERJA

A. ALAT

1. Kertas saring
 - a. Kertas saring biasa
 - b. Kertas saring halus
 - c. Kertas saring Whatman lembar
 - d. Kertas saring Whatman no. 40
 - e. Kertas saring Whatman no. 42
2. Timbangan analitik
3. Penangas air
4. Alat- alat gelas
5. Blender

B. BAHAN

1. Sampel makanan yang diperoleh dari Pasar Depok
 - a. Sampel air rendaman tahu
 - b. Sampel daging ayam potong
 - c. Sampel ikan mentah

2. Bahan kimia

- a. Fenilhidrazin hidroklorida (Merck)
- b. Kalium ferrisianida (Merck)
- c. Asam klorida pekat (Univar)
- d. Asam kromatopat (Merck)
- e. Asam sulfat pekat (Merck)
- f. Larutan baku formaldehid 37% (Merck)
- g. Hidrogen peroksida (Merck)
- h. Natrium hidroksida (Merck)
- i. Indikator fenolftalein
- j. Aquadest

C. CARA KERJA

1. Penetapan kadar larutan baku formaldehid

Timbang seksama 3 g larutan baku formaldehid, tambahkan pada campuran 25 mL hidrogen peroksida encer P dan 50 mL natrium hidroksida 1 N lalu hangatkan di atas tangas 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 CH_2O

2. Pembuatan larutan standar formaldehid

a. Pembuatan larutan induk formaldehid

Timbang seksama 706,0 mg larutan baku formaldehid, masukkan ke dalam labu ukur 250,0 mL dan cukupkan volumenya dengan aquadest.

b. Pembuatan larutan standar formaldehid

Pipet 5,0 mL larutan induk formaldehid lalu masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL dan cukupkan volumenya dengan aquadest.

3. Pemilihan kertas saring untuk dijadikan kertas indikator

Untuk pemilihan kertas saring, digunakan salah satu formula Schryver untuk membuat kertas indikator kemudian diuji sensitivitasnya menggunakan larutan formaldehid dengan konsentrasi 1,0; 5,0; 10,0; 30,0; dan 50,0 mg/L di atas plat tetes. Amati perubahan warna yang terjadi setelah 5, 10, 15 dan 30 menit. Jenis kertas saring yang dicobakan adalah sebagai berikut:

- a. Kertas saring biasa
- b. Kertas saring halus
- c. Kertas saring Whatman lembaran
- d. Kertas saring Whatman no. 40
- e. Kertas saring Whatman no. 42

Kertas saring berukuran 5cm x 3cm disiapkan, kemudian ditetesi dengan 2 mL pereaksi. Pereaksi dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL

larutan fenilhidrazin HCl 5% (dibuat baru dan disaring) dan 2 mL HCl 4,5 N lalu dihomogenkan, kemudian tambahkan 1 mL larutan kalium ferrisianida 5% (dibuat baru). Kertas saring dibiarkan dalam posisi horisontal dalam cawan penguap sambil dikeringkan dengan pemanasan menggunakan udara panas ($\pm 70^{\circ}\text{C}$) selama ± 30 menit, kemudian ditetesi kembali dengan 2 mL pereaksi dan pengeringan dilanjutkan selama ± 1 jam. Setelah kering, potong kertas menjadi 6 bagian masing-masing ukuran 2,5 cm x 1 cm.

4. Optimasi pereaksi Schryver menjadi kertas indikator

Untuk mengoptimasi pereaksi Schryver menjadi kertas indikator, dibuat beberapa kombinasi pereaksi Schryver seperti tabel di bawah ini.

Tabel 1

Beberapa formula pereaksi Schryver yang dibandingkan

Formula	1	2	3	4	5
Fenilhidrazin HCl	5%; 0,5 mL	7,5%; 0,5 mL	5%; 0,5 mL	7,5%; 0,5 mL	10%; 0,5 mL
HCl	4,5 N; 2 mL	4,5 N; 2 mL	4,5 N; 2 mL	4,5 N; 2 mL	4,5 N; 2 mL
$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$	5%; 1 mL	5%; 1 mL	7,5%; 1 mL	7,5%; 1 mL	10%; 1 mL

a. Formula 1

Kertas saring terpilih berukuran 5cm x 3cm disiapkan, kemudian ditetesi dengan 2 mL pereaksi. Pereaksi dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL larutan fenilhidrazin HCl 5% (dibuat baru dan disaring) dan 2 mL HCl 4,5 N lalu dihomogenkan, kemudian tambahkan 1 mL larutan kalium ferrisianida 5% (dibuat baru). Kertas saring dibiarkan dalam posisi horisontal dalam cawan penguap sambil dikeringkan dengan pemanasan menggunakan udara panas ($\pm 70^{\circ}\text{C}$) selama ± 30 menit, kemudian ditetesi kembali dengan 2 mL pereaksi dan pengeringan dilanjutkan selama ± 1 jam. Setelah kering, potong kertas menjadi 6 bagian masing-masing ukuran 2,5cm x 1cm.

b. Formula 2

Kertas saring terpilih berukuran 5cm x 3cm disiapkan, kemudian ditetesi dengan 2 mL pereaksi. Pereaksi dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL larutan fenilhidrazin HCl 7,5% (dibuat baru dan disaring) dan 2 mL HCl 4,5 N lalu dihomogenkan, kemudian tambahkan 1 mL larutan kalium ferrisianida 5% (dibuat baru). Kertas saring dibiarkan dalam posisi horisontal dalam cawan penguap sambil dikeringkan dengan pemanasan menggunakan udara panas ($\pm 70^{\circ}\text{C}$) selama ± 30 menit, kemudian ditetesi kembali dengan 2 mL pereaksi dan pengeringan dilanjutkan selama ± 1 jam. Setelah kering, potong kertas menjadi 6 bagian masing-masing ukuran 2,5cm x 1cm.

c. Formula 3

Kertas saring terpilih berukuran 5cm x 3cm disiapkan, kemudian ditetesi dengan 2 mL pereaksi. Pereaksi dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL larutan fenilhidrazin HCl 5% (dibuat baru dan disaring) dan 2 mL HCl 4,5 N lalu dihomogenkan, kemudian tambahkan 1 mL larutan kalium ferrisianida 7,5% (dibuat baru). Kertas saring dibiarkan dalam posisi horisontal dalam cawan penguap sambil dikeringkan dengan pemanasan menggunakan udara panas ($\pm 70^{\circ}\text{C}$) selama ± 30 menit, kemudian ditetesi kembali dengan 2 mL pereaksi dan pengeringan dilanjutkan selama ± 1 jam. Setelah kering, potong kertas menjadi 6 bagian masing-masing ukuran 2,5cm x 1cm.

d. Formula 4

Kertas saring terpilih berukuran 5cm x 3cm disiapkan, kemudian ditetesi dengan 2 mL pereaksi. Pereaksi dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL larutan fenilhidrazin HCl 7,5% (dibuat baru dan disaring) dan 2 mL HCl 4,5 N lalu dihomogenkan, kemudian tambahkan 1 mL larutan kalium ferrisianida 7,5% (dibuat baru). Kertas saring dibiarkan dalam posisi horisontal dalam cawan penguap sambil dikeringkan dengan pemanasan menggunakan udara panas ($\pm 70^{\circ}\text{C}$) selama ± 30 menit, kemudian ditetesi kembali dengan 2 mL pereaksi dan pengeringan dilanjutkan selama ± 1 jam. Setelah kering, potong kertas menjadi 6 bagian masing-masing ukuran 2,5cm x 1cm.

e. Formula 5

Kertas saring terpilih berukuran 5cm x 3cm disiapkan, kemudian ditetesi dengan 2 mL pereaksi. Pereaksi dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL larutan fenilhidrazin HCl 10% (dibuat baru dan disaring) dan 2 mL HCl 4,5 N lalu dihomogenkan, kemudian tambahkan 1 mL larutan kalium ferrisianida 10% (dibuat baru). Kertas saring dibiarkan dalam posisi horisontal dalam cawan penguap sambil dikeringkan dengan pemanasan menggunakan udara panas ($\pm 70^{\circ}\text{C}$) selama ± 30 menit, kemudian ditetesi kembali dengan 2 mL pereaksi dan pengeringan dilanjutkan selama ± 1 jam. Setelah kering, potong kertas menjadi 6 bagian masing-masing ukuran 2,5cm x 1cm.

5. Pengujian sensitivitas kertas indikator terhadap formalin secara kualitatif

Larutan formaldehid dengan konsentrasi 1,0; 5,0; 10,0; 30,0; dan 50,0 mg/L dibuat. Masing-masing larutan formaldehid di atas, diambil 5 tetes dan ditetaskan ke dalam plat tetes. Celupkan kertas indikator formalin selama 10 menit. Amati perubahan warna yang terjadi pada kertas indikator. Gunakan 5 tetes aquadest sebagai filtrat blangko dan pereaksi cair sebagai pembanding.

6. Pengujian stabilitas kertas indikator terpilih dalam penyimpanan

Sejumlah kertas indikator formalin terpilih diletakkan dalam wadah gelas tertutup kemudian pengujian stabilitas dilakukan pada penyimpanan suhu kamar (28-30°C). Setiap interval waktu tertentu (30 menit, 1 jam, 3 jam, 6 jam, 1 hari), sejumlah kertas indikator diambil dan diuji sensitivitasnya menggunakan 5 tetes larutan formaldehid dengan konsentrasi 1,0; 5,0; 10,0; 30,0; dan 50,0 mg/L.

7. Pengambilan sampel dan penandaan

Pada penelitian ini digunakan tiga jenis sampel, yaitu tahu, daging ayam potong, dan ikan mentah. Sampel dipilih secara acak dari beberapa penjual di dua pasar tradisional Depok. Masing-masing sampel diberi kode untuk memudahkan identifikasi.

8. Identifikasi formalin dalam sampel air rendaman tahu

Sampel air rendaman tahu dipisahkan dari tahu. Teteskan 5 tetes filtrat rendaman sampel di atas plat tetes. Celupkan kertas indikator formalin terpilih selama 10 menit. Amati perubahan warna yang terjadi pada kertas indikator. Gunakan 5 tetes aquadest sebagai filtrat blangko serta pereaksi cair dan pereaksi asam kromatopat sebagai pembanding.

9. Identifikasi formalin dalam sampel daging ayam potong

Sampel dibersihkan kemudian sejumlah 25 g sampel dipotong-potong dan ditambahkan air sebanyak 50 mL. Panaskan sampel selama 1 jam di atas penangas air ($40\pm 2^{\circ}\text{C}$). Dinginkan lalu saring filtratnya. Teteskan 5 tetes filtrat di atas plat tetes. Celupkan kertas indikator formalin terpilih selama 10 menit. Amati perubahan warna yang terjadi pada kertas indikator. Gunakan 5 tetes aquadest sebagai filtrat blangko serta pereaksi cair dan pereaksi asam kromatropat sebagai pembanding.

10. Identifikasi formalin dalam sampel ikan mentah

Sampel dibersihkan kemudian sejumlah 25 g sampel dipotong-potong dan ditambahkan air sebanyak 50 mL. Panaskan sampel selama 1 jam di atas penangas air ($40\pm 2^{\circ}\text{C}$). Dinginkan lalu saring filtratnya. Teteskan 5 tetes filtrat di atas plat tetes. Celupkan kertas indikator formalin terpilih selama 10 menit. Amati perubahan warna yang terjadi pada kertas indikator. Gunakan 5 tetes aquadest sebagai blangko serta pereaksi cair dan pereaksi asam kromatropat sebagai pembanding.