



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**OPTIMASI PEREAKSI SCHRYVER  
DAN PENERAPANNYA PADA ANALISIS FORMALDEHID  
DALAM SAMPEL USUS DAN HATI AYAM  
SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

**SKRIPSI**

**ANNISRAKHMA SWASTINIAR KUSWAN  
0706264476**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI FARMASI  
DEPOK  
JULI 2011**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**OPTIMASI PEREAKSI SCHRYVER  
DAN PENERAPANNYA PADA ANALISIS FORMALDEHID  
DALAM SAMPEL USUS DAN HATI AYAM  
SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

**SKRIPSI**

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

**ANNISRAKHMA SWASTINIAR KUSWAN  
0706264476**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI FARMASI  
DEPOK  
JULI 2011**

ii

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

### HALAMAN PENGANTAR

Skrpsi ini dipusatkan oleh...

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

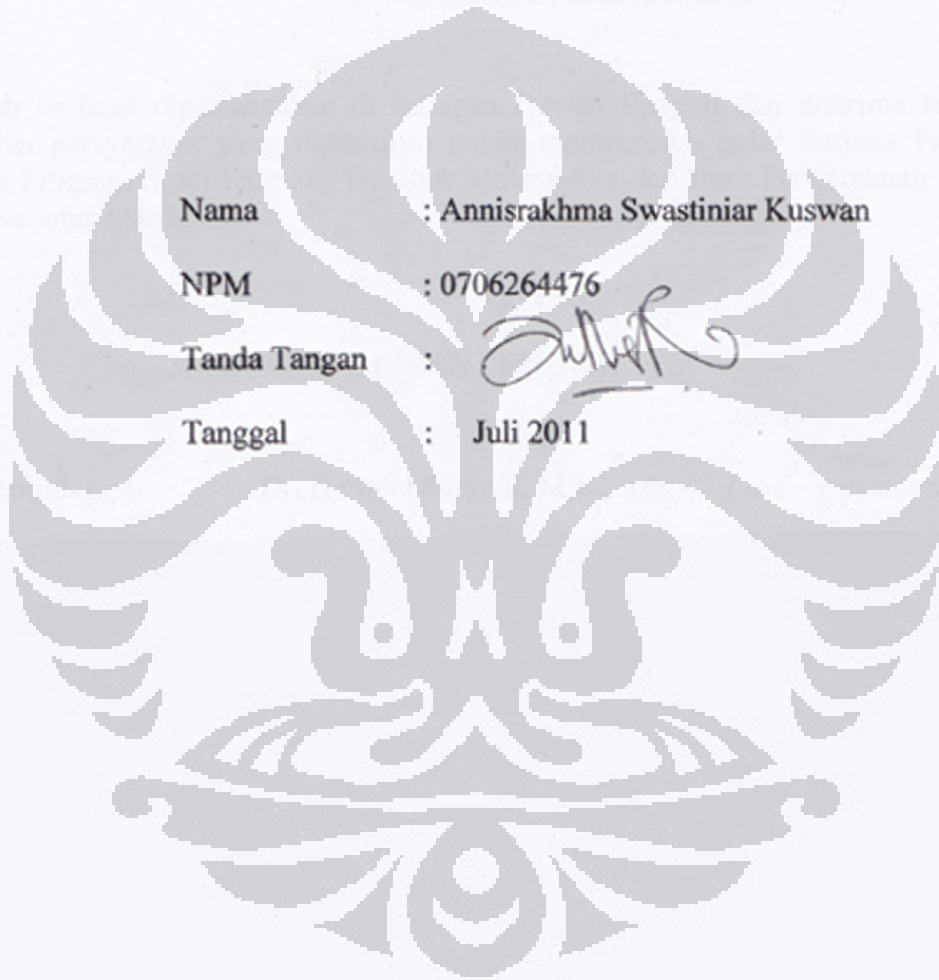
Telah berhasil dengan...  
Kegiatan...  
pada...  
Universitas...

Nama : Annisrahma Swastiniar Kuswan

NPM : 0706264476

Tanda Tangan : 

Tanggal : Juli 2011



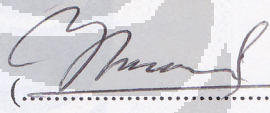


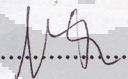
## HALAMAN PENGESAHAN

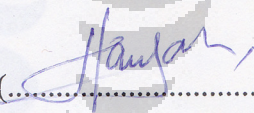
Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Annisrahma Swastiniar Kuswan  
NPM : 0706264476  
Program Studi : Farmasi  
Judul Skripsi : Optimasi Pereaksi Schryver dan Penerapannya  
pada Analisis Formaldehid dalam Usus dan Hati  
Ayam secara Spektrofotometri

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 I : Dr. Herman Suryadi, M.S., Apt.  (.....)

Pembimbing II : Dr. Nelly D. Leswara, MSc., Apt.  (.....)

Penguji I : Dra. Maryati Kurniadi, MSi., Apt.  (.....)

Penguji II : Dr. Berna Elya, MS., Apt.  (.....)

Penguji III : Santi Purna Sari, M.Si., Apt.  (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Juli 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.

Skripsi yang berjudul “Optimasi Pereaksi Schryver dan Penerapannya pada Analisis Formaldehid dalam Usus dan Hati Ayam secara Spektrofotometri” ini disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi Departemen Farmasi Universitas Indonesia.

Pada kesempatan ini, penulis sangat berterimakasih kepada :

1. Bapak Dr. Herman Suryadi, M.S., Apt. selaku pembimbing I dan ibu Dr. Nelly D. Leswara, MSc., Apt. selaku pembimbing II yang telah bersedia memberikan bimbingan dan pengarahan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Joshita Djajadisastra M.S., Ph.D selaku pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan selama penulis menempuh pendidikan di Departemen Farmasi.
3. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS., Apt. selaku Ketua Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
4. Bapak Drs. Hayun, M.Si., Apt. selaku kepala Laboratorium Kimia Kuantitatif Departemen Farmasi FMIPA UI.
5. Seluruh staff pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI, para laboran, terutama Bapak H. Rustam Pa'un dan Mbak Yayuk atas bantuan yang diberikan selama penulis melakukan penelitian, dan seluruh karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI.
6. Kedua orang tuaku tercinta, papa, mama, kedua adikku tersayang, Rissa, Rifky dan mas Vandy atas semua dukungan, kasih sayang, perhatian, kesabaran, dorongan semangat, do'a yang tidak henti-hentinya dan bantuan yang diberikan untuk penulis.

7. Sahabat-sahabatku Yoyo, Maya, Wulan, Fifi, Kun dan Noor atas semua dukungan, kasih sayang, dorongan semangat dan bantuan yang sangat berarti. Semoga persahabatan ini akan terus terjalin.
8. Kak Anindyajati, kak Anky, dan kak Sony atas bantuan dan dukungan yang diberikan dan rekan-rekan KBI Kimia Farmasi; Arif, icha, dewi, Stella, Arya, Vera, Anne, Lisa, serta rekan-rekan farmasi angkatan 2007 atas dukungan semangat yang diberikan.
9. 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

2011



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

---

---

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

Nama : Annisrahma Swastiniar Kuswan

NPM : 0706264476

Program Studi : S1 Reguler

Departemen : Farmasi

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis Karya : Skripsi

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 :

Optimasi Perekasi Schryver dan Penerapannya pada Analisis Formaldehid dalam Usus dan Hati Ayam secara Spektrofotometri

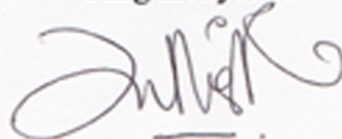
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia bebas menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2011

Yang menyatakan



(Annisrahma Swastiniar Kuswan)

## ABSTRAK

Nama : Annisrahma Swastiniar Kuswan  
Program studi : Farmasi  
Judul : Optimasi Pereaksi Schryver dan Penerapannya pada Analisis Formaldehid dalam Usus dan Hati Ayam secara Spektrofotometri

Pereaksi Schryver merupakan salah satu pereaksi yang biasa digunakan untuk analisis kualitatif formaldehid. Pereaksi ini banyak digunakan karena memiliki sensitivitas dan selektivitas yang baik terhadap formaldehid. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan optimasi pereaksi Schryver agar penggunaannya optimal pada analisis kualitatif dan kuantitatif formaldehid. Optimasi dilakukan dengan cara membuat variasi konsentrasi dari masing-masing komponen secara bertahap. Komposisi yang optimum dipilih berdasarkan intensitas dan stabilitas serapan yang diperoleh. Kemudian komposisi ini digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan kadar formaldehid secara spektrofotometri pada sampel usus dan hati ayam yang dijual di Pasar Minggu dan Pasar Kramat Jati, Jakarta, Indonesia. Hasil validasi metode menunjukkan batas deteksi 0,0464 mg/L dan batas kuantitasi 0,1546 mg/L. Uji presisi dan akurasi metode menunjukkan hasil yang baik dengan koefisien variasi 0,538%, persentase perolehan kembali formaldehid dalam sampel usus ayam berkisar antara 98,64 – 100,08% dan dalam sampel hati ayam 99,86 – 104,34%. Identifikasi formaldehid terhadap 6 sampel usus ayam didapatkan hanya 1 sampel yang menunjukkan hasil yang positif dengan kadar 99,8481 µg/g. Sedangkan identifikasi formaldehid dalam 6 sampel hati ayam menunjukkan hasil yang negatif.

Kata kunci : formaldehid, pereaksi Schryver, usus, hati, optimasi  
xv + 91 halaman : 21 gambar; 14 tabel; 7 lampiran  
Daftar acuan : 40 (1910-2010)



## ABSTRACT

Name : Annisrakhma Swastiniar Kuswan  
Program study : Pharmacy  
Title : Optimization of Schryver's Reagent and Its Application for  
Formaldehyde Analysis in Chicken Intestine and Liver using  
Spectrophotometry

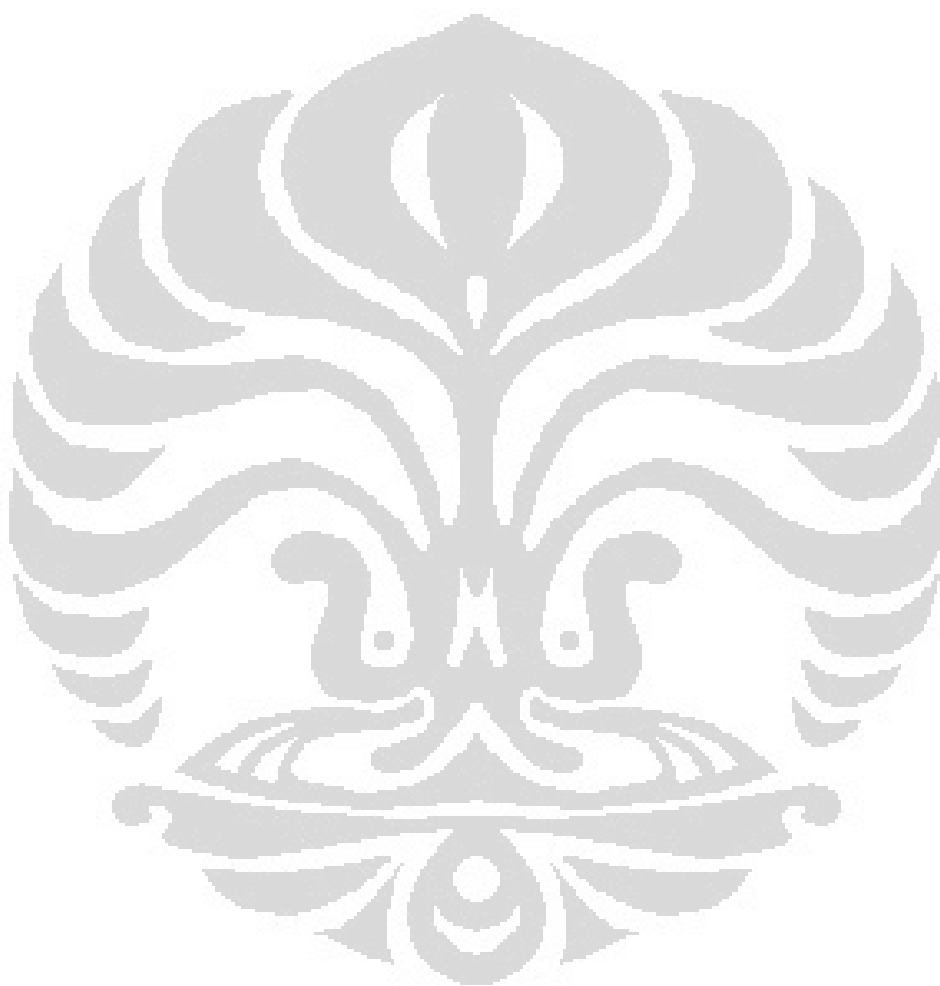
Schryver's Reagent is one of many reagent that often used for formaldehyde qualitative analysis. For most purposes Schryver's method using phenylhydrazine hydrochloride and potassium ferricyanide is the method of choice because this reagent have a good sensitivity and selectivity against formaldehyde. In this research, the Schryver's reagent will be optimized and so it can be used optimally in qualitative and quantitative analysis of formaldehyde. Optimization was done by varying the concentration of each component step by step. The optimum composition was selected based on the absorption intensity and stability obtained. Then the optimized composition will be used to identify and determine the value of formaldehyde using spectrophotometry in chicken intestine and liver samples that sold in Pasar Minggu and Pasar Kramat Jati, Jakarta, Indonesia. The validation method showed that the detection limit was 0.0464 mg/L and the quantification limit 0.1546 mg/L. Precision and accuracy test showed a good result that variation coefficient 0.538%, recovery test of formaldehyde in chicken intestine sample is about between 98.64% and 100.08%, and about between 99.86% and 104.34% in chicken liver. The formaldehyde identification in chicken intestine sample showed from six samples have been tested, only one sample that gave a positive result which contain 99.8481 µg/g. Whereas the formaldehyde identification in chicken liver sample showed a negative result.

Keywords : formaldehyde, intestine, liver, schryver's reagent,  
spectrophotometry  
xv + 91 pages : 21 figures; 14 tables; 7 appendices  
Bibliography : 40 (1910-2010)

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN ORISINALITAS .....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS .....</b>	<b>vii</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>viii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xv</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan.....	3
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
2.1 Formalin .....	4
2.2 Usus Ayam .....	7
2.3 Hati Ayam .....	8
2.4 Metode Analisis Formaldehid .....	9
2.5 Pereaksi Schryver .....	11
2.6 Optimasi .....	13
2.7 Spektrofotometri Uv-vis.....	14
2.8 Validasi Metode Analisis .....	18
<b>BAB 3 METODE PENELITIAN.....</b>	<b>21</b>
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	21
3.2 Bahan.....	21
3.3 Alat .....	21
3.4 Cara Kerja .....	21
<b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>30</b>
4.1 Penetapan Kadar Larutan Baku Formaldehid .....	30
4.2 Pembuatan Larutan Induk dan Larutan Standar Formalin .....	30
4.3 Optimasi Pereaksi Schryver .....	30
4.4 Pengujian untuk Analisis Kualitatif .....	40
4.5 Validasi Metode Analisis Formaldehid dengan Masing-masing Pereaksi secara Spektrofotometri Sinar Tampak.....	41
4.6 Pengujian Adanya Formaldehid dalam Sampel Usus Ayam.....	43
4.7 Pengujian adanya formaldehid dalam sampel hati ayam .....	45

<b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>47</b>
5.1 Kesimpulan.....	47
5.2 Saran.....	47
<b>DAFTAR ACUAN.....</b>	<b>48</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Rumus Struktur Formaldehid.....	4
Gambar 2.2	Rumus Struktur Fenilhidrazin Hidroklorida.....	12
Gambar 2.3	Skema Sederhana dari alat Spektrofotometer Uv-Vis.....	17
Gambar 4.1	Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 518 nm.....	32
Gambar 4.2	Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 518 nm.....	33
Gambar 4.3	Pengaruh kepekatan asam klorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 14 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 518 nm.....	35
Gambar 4.4	Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 518 nm.....	37
Gambar 4.5	Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 518 nm.....	38
Gambar 4.6	Pengaruh kepekatan asam klorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 15 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 518 nm.....	39
Gambar 4.7	Spektrum serapan hasil reaksi antara formalin konsentrasi 15 mg/L dengan pereaksi Schryver.....	52
Gambar 4.8	Reaksi warna yang dihasilkan dari formaldehid 13 mg/L dan pereaksi Schryver yang menggunakan fenilhidrazin hidroklorida konsentrasi (1) 5% (2) 3 % (3) 1% (4) 0,5 % (5) 0,1 % dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.....	53
Gambar 4.9	Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 10 menit pertama; konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida (a) 5%; (b) 3%; (c) 1%; (d) 0,5%; (e) 0,1%.....	53
Gambar 4.10	Reaksi warna yang dihasilkan dari formaldehid 13 mg/L dan pereaksi Schryver yang menggunakan kalium ferrisianida konsentrasi (1) 7% (2) 5 % (3) 3% (4) 1 % (5) 0,5 % dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.....	54



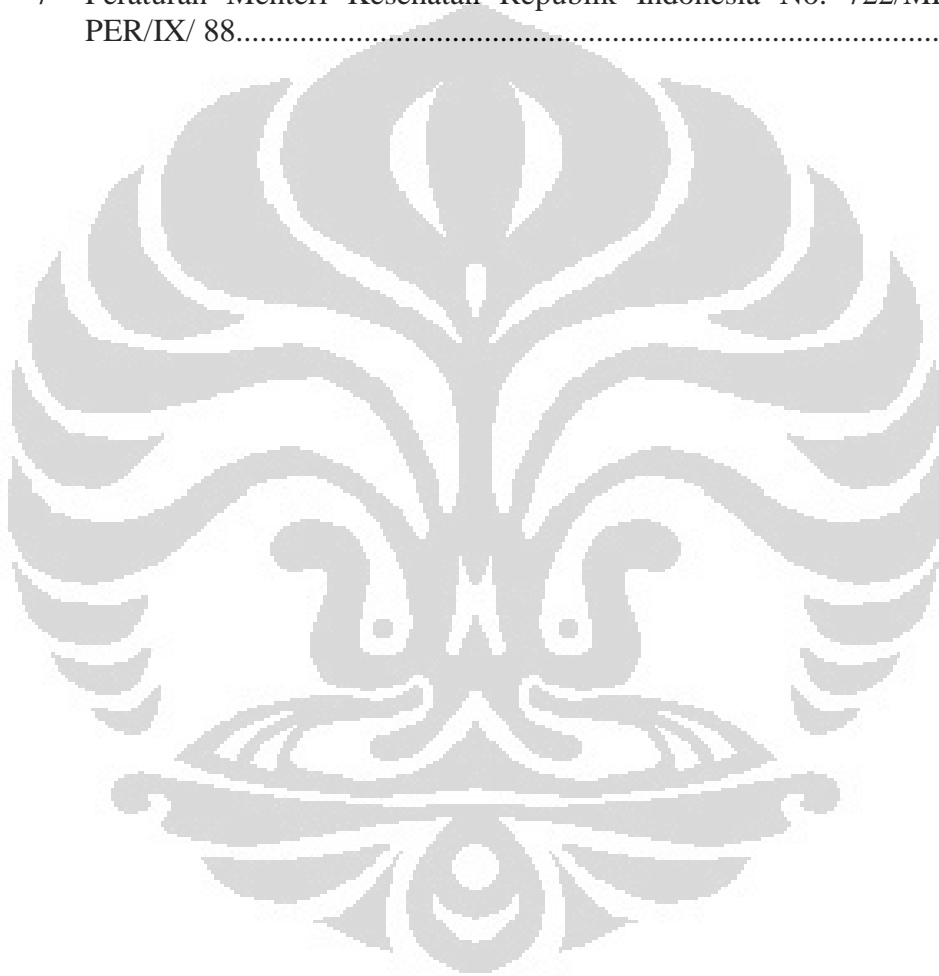
Gambar 4.11	Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 13 mg/L pada 10 menit pertama dalam optimasi siklus pertama; konsentrasi kalium ferrisianida (a) 7 %; (b) 5 %; (c) 3 %; (d) 1 %; (e) 0,5 %.....	54
Gambar 4.12	Reaksi warna yang dihasilkan dari formaldehid 14 mg/L dan pereaksi Schryver yang menggunakan asam klorida normalitas (1) 0,1 N (2) 1 N (3) 2,5 N (4) 4,5 N (5) 5N dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.....	55
Gambar 4.13	Pengaruh normalitas asam klorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 14 mg/L pada waktu 10 menit pertama dalam optimasi siklus pertama; Normalitas asam klorida (a) 0,1 N; (b) 1 N; (c) 2,5 N; (d) 4,5 N; (e) 5 N.....	55
Gambar 4.14	Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 10 menit pertama; konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida (a) 4%; (b) 3,5%; (c) 3%; (d) 2,5%; (e) 2 %.....	56
Gambar 4.15	Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 19 mg/L pada 10 menit pertama dalam optimasi siklus kedua; konsentrasi kalium ferrisianida (a) 4 %; (b) 3,5 %; (c) 3 %; (d) 2,5 %; (e) 2 %.....	57
Gambar 4.16	Pengaruh normalitas asam klorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 15 mg/L pada waktu 10 menit pertama dalam optimasi siklus kedua; Normalitas asam klorida (a) 2,5 N; (b) 3 N ;(c) 3,5 N; (d) 4 N; (e) 4,5 N.....	58
Gambar 4.17	Hasil uji sensitivitas pereaksi Schryver terhadap (1) aquadest sebagai kontrol negatif; larutan formaldehid dengan konsentrasi (2) 0,1 mg/L; (3) 0,2 mg/L; (4) 0,5 mg/L; (5) 1 mg/L; (6) 2 mg/L; dan (7) 5 mg/L.....	59
Gambar 4.18	Kurva kalibrasi senyawa kompleks hasil reaksi antara larutan formaldehid dengan pereaksi Schryver pada panjang gelombang 518 nm. Dengan persamaan garis $y = 0,04719 + 0,06849 x$ dan $r = 0,9995$ .....	59
Gambar 4.19	Pengujian (a) sampel usus ayam dan (b) hati ayam dari Pasar Minggu dan Pasar Kramat Jati secara kualitatif menggunakan pereaksi Schryver.....	60
Gambar 4.20	Spektrum serapan sampel usus ayam yang mengandung larutan formaldehid dengan pereaksi Schryver.....	61
Gambar 4.22	Reaksi antara formaldehid dengan pereaksi Schryver (telah diolah kembali).....	62

## DAFTAR TABEL

Tabel	4.1	Komposisi optimum pereaksi schryver.....	40
Tabel	4.2	Data penetapan kadar formaldehid standar secara titrasi asam basa.....	64
Tabel	4.3	Data pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.....	65
Tabel	4.4	Data pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.....	67
Tabel	4.5	Data pengaruh kepekatan asam klorida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 14 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.....	69
Tabel	4.6	Data pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada suhu kamar.....	71
Tabel	4.7	Data pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada suhu kamar.....	73
Tabel	4.8	Data pengaruh kepekatan asam klorida terhadap intensitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 15 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada suhu kamar.....	75
Tabel	4.9	Data kurva kalibrasi formaldehid dengan pereaksi Schryver.....	77
Tabel	4.10	Data perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ).....	78
Tabel	4.11	Data uji keterulangan pembentukan warna senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehid konsentrasi 10,489 mg/L dengan pereaksi Schryver.....	79
Tabel	4.12	Data uji perolehan kembali formaldehid dengan konsentrasi 3,0; 7,0; dan 14,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel usus ayam.....	80
Tabel	4.13	Data uji perolehan kembali formaldehid dengan konsentrasi 3,0; 7,0; dan 14,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel hati ayam.....	81
Tabel	4.14	Data analisis kuantitatif formaldehid pada sampel usus ayam.....	82

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	1	Data pembakuan NaOH dengan KHP secara titrasi asam basa.....	84
Lampiran	2	Data pembakuan HCl dengan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ secara titrasi asam basa.....	85
Lampiran	3	Perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehid.....	86
Lampiran	4	Perhitungan kadar formaldehid dari sampel usus ayam yang diperoleh dari Pasar Minggu, Jakarta Selatan.....	87
Lampiran	5	Hasil pemeriksaan bahan baku formaldehid.....	89
Lampiran	6	Sertifikat analisis larutan baku formaldehid.....	90
Lampiran	7	Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 722/MENKES/PER/IX/ 88.....	91



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Formalin adalah nama dagang dari campuran formaldehid, metanol dan air. Formalin yang beredar di pasaran mempunyai kadar formaldehid yang bervariasi, antara 34%-38%. Berdasarkan bukti epidemiologis, *International Agency for Research on Cancer* (IARC) mengklasifikasikan formaldehid ke dalam kelompok 1 (*Carcinogenic to human*) karena formaldehid menyebabkan kanker hidung, nasofaringeal, hipofaring, dan paru-paru pada manusia yang menghirupnya dan menyebabkan kerusakan lambung dan usus pada manusia yang memakannya (IARC, 2006).

Larangan penggunaan formalin dalam makanan telah tercantum dalam Peraturan Menteri Kesehatan No.722/MENKES/PER/IX/88 dan Peraturan Menteri Kesehatan No.1168/Menkes/PER/X/1999 (Lampiran 7), dimana dinyatakan bahwa formaldehid merupakan Bahan Tambah Pangan (BTP) yang dilarang, sehingga kandungannya dalam produk harus negatif. Namun, peraturan-peraturan ini masih dilanggar oleh pihak yang tidak bertanggung jawab dengan menggunakannya sebagai pengawet makanan (Anwar & Ali, 2009).

Formaldehid banyak digunakan karena memiliki kemampuan yang sangat baik dalam mengawetkan makanan, harganya murah dan mudah didapatkan. Oleh karena itu, akibat dari tingginya tekanan ekonomi, formaldehid sering ditambahkan dalam makanan-makanan yang tidak tahan lama untuk mengurangi kerugian jika barang dagangan tidak laku dijual. Penyalahgunaan formaldehid ini dapat ditemukan pada beberapa makanan tidak tahan lama seperti mie basah, bakso, ikan segar, dan tahu. Baru-baru ini kasus penyalahgunaan formaldehid kembali muncul yakni untuk pengawet usus ayam yang diolah sebagai bahan makanan. Pada dasarnya usus ayam sangat mudah membusuk, yaitu sekitar empat jam setelah ayam dipotong, usus ini sudah tidak layak dikonsumsi lagi. Namun, untuk meningkatkan keuntungan, usus ayam direndam didalam air yang telah dicampur formaldehid untuk meningkatkan usia jual produk.



Berdasarkan harian Kompas, Sabtu 27 November 2010, Suku Dinas Peternakan dan Perikanan Jakarta Selatan menemukan 20 kilogram usus berformalin di tempat pemotongan ayam kelompok Arela (Arek Lamongan) Kebayoran Lama, Jakarta Selatan (Soebijoto, 2010). Pada 25 Desember 2010, Dinas Peternakan dan Perikanan Kota Jakarta Pusat kembali menemukan 36 kg usus ayam berformalin. Berdasarkan informasi yang diperoleh dari para pedagang, diduga 95% usus ayam yang beredar di DKI Jakarta telah dicampur dengan formaldehid (Nugroho, 2010). Hal ini sangat mengkhawatirkan sehingga diperlukan adanya pengujian dan pengukuran kadar formaldehid dalam usus ayam yang dijual di pasaran. Selain itu, perlu adanya pengujian pada produk jeroan ayam lain, yaitu pada hati ayam mengingat konsumsinya tinggi dimasyarakat.

Metode analisis formaldehid dapat dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif formaldehid biasanya didasarkan pada reaksi warna, sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan beberapa metode, yaitu dengan titrasi volumetri (Farmakope Indonesia III, 1949), spektrofotometri, kromatografi gas (Bianchi, Careri, Musci, & Mangia, 2007) dan kromatografi cair kinerja tinggi (*Health and Safety Executive*, 1994). Metode titrasi volumetri merupakan metode yang mudah dilakukan, praktis dan ekonomis, namun metode ini memiliki sensitivitas dan selektivitas yang kurang baik. Sedangkan metode kromatografi gas dan kromatografi cair kinerja tinggi memiliki sensitivitas dan selektivitas yang sangat baik. Namun, analisis secara kromatografi gas dan kromatografi cair kinerja tinggi memerlukan instrumentasi yang relatif mahal dan rumit. Selain itu, dibutuhkan proses derivatisasi menggunakan zat penderivat yang mahal sehingga tidak cocok untuk analisis rutin. Oleh karena itu, pada penelitian ini dipilih metode analisis kuantitatif yang lebih sederhana, cepat, ekonomis dan sensitif, yaitu spektrofotometri.

Pada penetapan kadar formaldehid secara spektrofotometri diperlukan suatu reaksi derivatisasi untuk membentuk gugus kromofor. Dalam proses ini dapat digunakan beberapa pereaksi warna sehingga formaldehid dapat membentuk warna dan memberi serapan pada panjang gelombang sinar tampak. Pereaksi yang biasa digunakan untuk tujuan ini merupakan pereaksi yang biasa digunakan untuk analisis kualitatif, yaitu pereaksi asam kromotropat, pereaksi Nash, dan pereaksi

Schryver. Ketiga pereaksi ini baik untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Namun, pada prosesnya baik pereaksi Nash maupun pereaksi asam kromatratop membutuhkan proses pemanasan yang cukup.

Pada penelitian ini dipilih pereaksi Schryver karena memiliki sensitivitas dan selektivitas yang cukup baik, mudah dilakukan juga praktis karena tidak memerlukan proses pemanasan sehingga cocok untuk diaplikasikan pada analisis rutin formaldehid di lapangan. Pada penelitian sebelumnya pereaksi Schryver telah dinyatakan sebagai pereaksi terbaik untuk analisis kualitatif karena pereaksi ini memiliki batas deteksi visual yang relatif rendah, yaitu 0,2 ppm (Suryadi, Hayun, & Harsono, 2008). Selain itu, pereaksi Schryver juga dapat diaplikasikan secara luas pada kehidupan sehari-hari.

Namun, pereaksi ini memberikan perubahan warna yang kurang konsisten karena perubahan warna yang ditimbulkan menjadi berbeda saat rasio dari jumlah komponen pereaksi ini berubah. Oleh karena itu, perlu adanya pengamatan mengenai kondisi dan kombinasi komponen pereaksi agar penggunaan pereaksi Schryver dapat dimanfaatkan secara optimal untuk analisis formaldehid secara kualitatif dan analisis kuantitatif.

## **1.2 Tujuan**

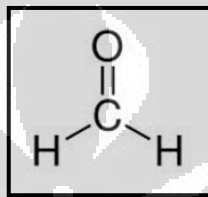
- 1.2.1 Mendapatkan komposisi optimum dari pereaksi Schryver baik untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif formaldehid.
- 1.2.2 Identifikasi dan penentuan kadar formaldehid dalam beberapa sampel usus dan hati ayam yang beredar di pasar tradisional kawasan Pasar Minggu dan Kramat Jati dengan menggunakan komposisi pereaksi yang terpilih.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Formalin

Formalin adalah larutan dalam air yang mengandung 34–38% formaldehid ( $\text{CH}_2\text{O}$ ) dengan metil alkohol 10–15% yang berfungsi sebagai stabilisator untuk mencegah terjadinya polimerisasi dari formaldehid menjadi paraformaldehid (Windholtz & Susan, 2001). Nama lain formalin adalah formol; morbidicid; veracur (typharm) (Patnaik, 1992)



Gambar 2.1 Rumus struktur formaldehid

##### 2.1.1 Sifat Fisikokimia

Larutan formaldehid adalah larutan tidak berwarna dengan bau yang menyengat dan rasa terbakar, mudah larut dalam air dan alkohol, tidak larut dalam kloroform dan eter (Reynold, 1982). Formaldehid mudah larut dalam air sampai kadar 55%, sangat efektif dalam suasana alkalis, serta bersifat reduktor kuat dan mudah menguap di udara membentuk gas yang tidak berwarna dengan bau yang tajam (Winarno & Tuti, 1994).

##### 2.1.2 Penggunaan Formalin

Formaldehid digunakan di beberapa bidang, yaitu;

###### a. Sebagai salah satu komponen pembentuk resin sintetik

Penggunaan formaldehid dalam pembuatan resin fenolik, poliasetal resin, urea dan melamin resin merupakan penggunaan terbesar dari jumlah total penggunaan formaldehid di dunia (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989). Produk resin urea, melamin dan fenolik ini secara luas digunakan sebagai adhesif dan pengikat pada produk kayu, furnitur, kertas, pembuatan plastik dan *coating*, sedangkan produk resin poliasetal digunakan pada produksi plastik (IARC, 2006).

b. Pembuatan senyawa-senyawa organik dalam industri kimia

Formaldehid memiliki peran penting dalam reaksi sintesis berbagai senyawa organik dalam industri kimia. Formaldehid digunakan sebagai produk antara dalam proses pembuatan beberapa senyawa-senyawa kimia misalnya pada produksi 1,4- butanediol, dan hexametilentetraamin (IARC, 2006).

c. Desinfektan dan agen sterilisasi

Formaldehid berfungsi sebagai desinfektan dengan efektivitas yang tinggi terhadap bakteri vegetatif, fungi dan virus (Reynold, 1982). Di rumah sakit digunakan untuk mencegah infeksi dan sebagai desinfektan alat, baju dan kamar. Konsentrasi formaldehid yang digunakan untuk tujuan ini biasanya berkisar antara 6-10% (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989). Gas formaldehid digunakan sebagai pengawet untuk mencegah kerusakan bahan tekstil dari kerusakan yang disebabkan oleh jamur dan ngengat. Di bidang Pertanian, formaldehid digunakan sebagai fungisida dan germisida untuk tanaman dan sayur-sayuran (Windholtz & Susan, 1983) .

d. Kosmetik dan sediaan farmasi

Dalam sediaan kosmetik, formaldehid digunakan sebagai pengawet dalam sediaan, terutama pada sediaan yang kandungan airnya tinggi. Berdasarkan Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat & Makanan RI No. HK.00.05.4.1745 Lampiran III, kadar formaldehid yang diperbolehkan dalam sediaan oral adalah 0,1%, pada sediaan kosmetik adalah 0,2%, kecuali pengeras kuku dimana boleh mengandung hingga 5% formaldehid. Namun, bila penggunaan lebih dari 0,05% konsentrasi formaldehid harus ditulis pada label produk. Dalam produk kosmetik, kadar formaldehid berkisar mulai dari 0,04% dalam pasta gigi hingga 4,5% dalam pengeras kuku, sedangkan dalam produk pelembab, sabun, krim, dan deodoran kadarnya berkisar 0,4-0,6% (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

e. Penggunaan di dalam produk rumah tangga

Seperti halnya penggunaan formaldehid dalam kosmetik dan sediaan farmasi, formaldehid juga digunakan sebagai pengawet dalam produk perawatan rumah seperti pembersih rumah tangga, cairan pencuci piring, pelembut, perawat



sepatu, sampo mobil, lilin dan pembersih karpet. Untuk tujuan ini kadar yang diperbolehkan hanya kurang dari 1%. Selain itu, formaldehid juga digunakan sebagai perekat pada pembuatan kertas, sutra buatan, bahan pewarna, dan kayu. Dalam dunia fotografi biasanya digunakan untuk pengeras lapisan gelatin (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

### 2.1.3 Toksisitas Formalin

Telah banyak penelitian mengenai efek formaldehid terhadap kesehatan. Formaldehid dapat menimbulkan beberapa reaksi pada bagian tubuh yang terpapar, antara lain;

#### a. Mata

Pada kebanyakan orang, mata adalah salah satu organ yang paling sensitif terhadap formaldehid di udara. Mata akan mulai terasa pedih bila terpapar formaldehid dengan konsentrasi 0,3 mg/L hingga 1,1 mg/L, sedangkan formaldehid pada konsentrasi 1,2 mg/L hingga 2,4 mg/L akan menyebabkan iritasi pada mata. Pada konsentrasi yang lebih tinggi dapat menyebabkan lakrimasi, korosi pada mata, penglihatan ganda dan konjungtivitis (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

#### b. Saluran pernapasan bagian atas dan bawah

Formaldehid dilaporkan menyebabkan iritasi saluran napas terutama saluran pernapasan atas dengan gejala hidung dan tenggorokan yang kering. Pada konsentrasi 0,13-0,45 mg/L, mulai dapat menyebabkan iritasi hidung dan tenggorokan, sedangkan iritasi saluran napas bawah ditandai dengan batuk, rasa berat pada dada dan *wheezing*. Inhalasi pada konsentrasi 3 mg/L dapat menimbulkan *dyspnea* dan asma pada orang sehat (IARC, 2006). Dalam kasus akut, efeknya dapat berkembang menjadi edema paru, dan depresi saluran pernapasan. Inhalasi dengan konsentrasi 50 mg/L dapat mengakibatkan pneumonia hingga kematian (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

#### c. Kulit

Kontak langsung formaldehid pada kulit akan mengakibatkan iritasi kulit, dermatitis, dan hipersensitivitas. Konsentrasi formaldehid yang mulai

menyebabkan iritasi masih belum diketahui, namun pada aplikasi 1% larutan formaldehid dalam air mengakibatkan iritasi kulit (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

#### d. Saluran Pencernaan

Formaldehid juga dapat merusak saluran pencernaan terutama terjadi pada esofagus dan lambung. Dalam kasus akut, konsumsi oral formaldehid dapat menyebabkan luka pada lambung, mual, muntah, dan perdarahan. Batas konsentrasi maksimum formaldehid yang tidak menimbulkan efek pada konsumsi oral formaldehid adalah 0,02% (EFSA, 2006). Kematian dapat terjadi pada konsumsi 30 ml formalin (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

#### e. Sistem saraf pusat

Formaldehid menimbulkan gejala nonspesifik yang berkaitan dengan sistem saraf pusat, yaitu menimbulkan rasa haus, sakit kepala, pusing, apatis, tidak mampu berkonsentrasi, sulit tidur dan lemah (*WHO Environmental Health Criteria*, 1989).

Berdasarkan studi yang telah dilakukan oleh *International Agency For Research On Cancer* (IARC), formaldehid diklasifikasikan dalam senyawa grup 1 (*Carcinogenic to human*) pada tahun 2006 karena telah terbukti dapat menyebabkan antara lain kanker nasofaring, sinonasal dan leukimia.

## 2.2 Usus Ayam

Usus merupakan organ utama berlangsungnya pencernaan dan absorpsi makanan. Secara anatomis, usus ayam terbagi menjadi 3 bagian, yaitu usus halus (*small intestine*), usus buntu (*ceca*), dan usus besar (*rectum*). Usus halus terbagi menjadi 3 bagian, yaitu duodenum, jejunum, dan illeum. Beberapa ahli biasa menyebut duodenum sebagai usus halus bagian atas dan jejunum sampai illeum sebagai usus halus bagian bawah, sedangkan usus besar merupakan bagian akhir dari usus halus yang diameternya dua kali dari usus halus berbentuk membesar dan melebar. Diantara usus halus dan usus besar terdapat usus buntu merupakan saluran buntu yang berupa kantong. Pada ayam dewasa, panjang usus halus

mencapai 1,5 meter, sedangkan usus buntu dan usus besar biasanya memiliki panjang masing-masing 15 cm dan 10 cm (Suprijatna, Umiyati, & Ruhyat, 2008).

Usus ayam ini merupakan salah satu jeroan yang banyak digemari masyarakat, Di pasaran, usus ayam dapat dijual dalam keadaan kotor maupun bersih. Kebanyakan konsumen hanya membeli usus ayam yang telah dibersihkan karena proses pembersihan usus ayam dari kotoran relatif sulit. Menurut Priyatno (2003), Usus yang bersih telah mengalami beberapa proses pengolahan, diantaranya sebagai berikut:

- a. Pertama-tama usus dipisahkan dari produk jeroan lain, yaitu hati, ampela, limpa, dan jantung.
- b. Usus buntu dibuang, setelah itu usus dicuci dengan air dan ditampung.
- c. Kemudian usus kotor tersebut disobek membujur searah dengan panjang usus. Isi usus dikeluarkan dengan menyemprotkan air ke usus yang telah terbelah tersebut.
- d. Setelah bersih dari kotoran, usus direbus setengah matang, didinginkan dan siap untuk dijual.

Secara umum usus ayam banyak mengandung lemak, karbohidrat, protein, vitamin dan mineral. Namun, di dalam usus ayam ini terdapat ratusan mikroba normal seperti bakteri, protozoa, virus dan berbagai mikroorganisme lainnya sehingga harus dibersihkan dengan baik pada saat pengolahannya. Bila tak segera dibersihkan dari sisa kotoran lebih dari 4 jam setelah hewan dipotong, tingkat kerusakan usus ayam akan sangat tinggi. Usus ayam yang masih baik secara umum dapat dilihat dari penampilannya, yaitu usus berwarna kuning, tidak berair, dan berbau khas (Fadilah & Agustin, 2004).

### **2.3 Hati Ayam**

Hati ayam merupakan kelenjar paling besar dalam tubuh ayam dan memiliki fungsi sebagai kelenjar eksokrin yang berperan dalam pencernaan ayam. Warnanya merah coklat dan terdiri dari dua lobus. Struktur umumnya mirip dengan hati mamalia dengan lobulasi kurang jelas. Letak hati yang strategis diantara usus dan aliran darah umum, menyebabkan hati menerima darah portal yang mengangkut zat makanan dari usus halus. Hati ini berfungsi menyaring

darah dan menyimpan glikogen yang didistribusikan ke seluruh tubuh melalui aliran darah (Dellman, 1971; Akoso, 1998).

Hati ayam juga merupakan produk jeroan yang sangat diminati. Hati banyak dikonsumsi karena kaya akan vitamin A dan zat besi. Biasanya hati ayam dijual bersamaan dengan jantung dan ampela ayam. Pada proses pengolahannya, hati hanya dipisahkan dari empedu. Hati ini bersifat sangat mudah hancur, dan mudah menjadi bau (Priyatno, 2003). Hati ayam yang masih baik secara umum juga dapat dilihat dari penampilannya, yaitu berwarna merah coklat, tidak kehitaman atau warna tidak terlalu gelap, terlihat segar dan berbau normal agak anyir (Fadilah & Agustin, 2004).

## **2.4 Metode Analisis Formaldehid**

### **2.4.1 Titrasi Volumetri**

Timbang seksama 3 gram larutan formaldehid, kemudian ditambahkan pada campuran 25 ml hidrogen peroksida encer dan 50 ml natrium hidroksida 1 N. Campuran tersebut dihangatkan diatas penangas air hingga pembuihan berhenti dan dititrasi dengan asam klorida 1 N menggunakan indikator larutan fenolftalein (Depkes RI, 1979)

### **2.4.2 Spektrokolorimetri**

#### **2.4.2.1 Reaksi Asam Kromatropat**

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 formaldehid yang dipipet ke dalam labu ukur 10,0 mL dicukupkan volumenya dengan pereaksi tersebut. Dikocok lalu dipanaskan di atas penangas air (100°C) selama 15 menit. Jika bereaksi dengan formaldehid akan terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi ungu kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimumnya (580 nm).

#### 2.4.2.2 Reaksi Schryver

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. Jika bereaksi dengan formalin akan terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah terang kemudian diukur serapannya pada panjang gelombangnya (518 nm) (Schryver, 1910).

#### 2.4.2.3 Reaksi Nash

Pereaksi Nash ini dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif formaldehid. Larutan formaldehid 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. Jika bereaksi dengan formaldehid akan terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi kuning. Selanjutnya didiamkan selama 30 menit pada suhu kamar kemudian diukur serapan pada panjang gelombang maksimumnya (412 nm) (Nash, 1953).

#### 2.4.3 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (*Health and Safety Executive*, 1994)

Kolom : C18 Fase terbalik

Fase gerak : asetonitril-metanol-air

Teknik analisis: isokratik atau gradien

Detektor : UV-Vis pada 365 nm setelah diderivatisasi dengan 2,4-dinitrofenilhidrazin (2,4-DNPH)

#### 2.4.4 Metode Kromatografi Gas-Spektrofotometri Massa

Formaldehid diderivatisasi terlebih dahulu menggunakan *O*-(2,3,4,5,6-pentafluorobenzyl)-hydroxylamine hydrochloride (PFBHA) menghasilkan PFBHA-formaldoxime yang selanjutnya dianalisis dengan kromatografi gas Hewlett Packard 6890 Series Plus yang dilengkapi dengan spektrometer massa MSD 5973. Gas pembawa yang digunakan adalah helium dengan laju alir 1,0

mL/menit. Kolom yang digunakan yaitu kolom kapiler HP-5MS berukuran 30 m x 0,25  $\mu$ m. Suhu oven diprogram dengan suhu awal 70°C ditahan selama 1 menit dengan kenaikan suhu 3°C/menit hingga 100°C, kemudian suhu dinaikkan kembali hingga 250°C dengan kenaikan suhu 20°C/menit dan suhu akhir 250°C ditahan selama 2 menit (Bianchi, Careri, Musci, & Mangia, 2007).

## 2.5 Pereaksi Schryver

Pereaksi Schryver merupakan salah satu pereaksi kimia yang spesifik untuk analisis formaldehid. Pereaksi ini pertama kali diperkenalkan oleh Rimini dengan menggunakan fenilhidrazin hidroklorida sebagai reagen dalam penetapan kadar formaldehid secara kolorimetri (Boyd, 1945). Rimini menyatakan bahwa ketika ke dalam larutan formaldehid 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 (Schryver, 1910).

Selanjutnya pereaksi ini dimodifikasi oleh Schryver. Schryver (1910) menjelaskan reaksi kimia yang terjadi merupakan reaksi kondensasi antara formaldehid dengan fenilhidrazin membentuk fenilhidrazon (Walter, 1996), dimana dengan adanya suatu oksidator akan mengakibatkan suatu reaksi oksidasi yang menghasilkan suatu basa lemah. Kemudian basa lemah tersebut dengan adanya asam kuat berlebih akan menghasilkan garam yang dapat mengalami disosiasi hidrolitik pada pengenceran. Agen pengoksidasi yang digunakan oleh Schryver adalah kalium ferrisianida dimana dalam jumlah banyak tidak menghancurkan warna, dan dengan menggunakan asam klorida pekat sebagai agen pengasam sehingga metode ini bisa dikembangkan untuk analisis kuantitatif.

Aplikasi pereaksi ini telah banyak digunakan terutama untuk analisis kualitatif yang berdasarkan reaksi warna. Pereaksi ini terdiri dari 2 mL larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% (dibuat baru dan disaring), 2 mL larutan kalium ferrisianida 2-5% yang baru dibuat, dan 3 mL asam klorida pekat. Adanya formaldehid dalam larutan uji ditunjukkan oleh terbentuknya warna merah terang.

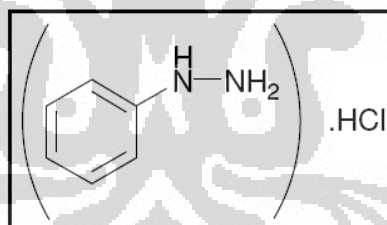
Pereaksi Schryver ini merupakan metode yang paling sering digunakan untuk analisis formaldehid karena warna merah yang dihasilkan mudah diamati dan cukup stabil selama beberapa jam (Allport, 1951).

Metode ini juga memiliki selektivitas yang baik untuk formaldehid. Ketika reaksi Schryver diuji pada aldehid, antara lain formaldehid, asetaldehid, benzaldehid, salisilaldehid, furfuraldehid, paraldehid, dan metaldehid, hanya formaldehid yang menghasilkan warna merah terang, sedangkan yang lainnya menghasilkan warna yang bervariasi dari jingga sampai hijau (Young & Conway, 1941).

Selain itu pereaksi Schryver dapat diaplikasikan secara luas pada kehidupan sehari-hari. Pereaksi ini dapat digunakan untuk penetapan kadar formaldehid baik pada jaringan biologis seperti daging, makanan dan minuman, maupun sediaan farmasetika seperti tablet tanpa terganggu oleh adanya zat-zat tambahan, seperti laktosa, sukrosa (Allport, 1951).

## 2.5.1 Sifat Fisikokimia Komponen Pereaksi Schryver

### 2.5.1.1 Fenilhidrazin Hidroklorida (USP 24, 1999)



Gambar 2.2. Rumus struktur Fenilhidrazin Hidroklorida

Rumus empiris :  $C_6H_8N_2Cl$

Berat molekul : 144,60

Pemerian : Serbuk atau kristal berwarna putih atau kekuning-kuningan.

Jarak leburnya antara 242-246 °C, dengan sedikit warna gelap.

Kelarutan : Larut dalam air dan dalam etanol

### 2.5.1.2 Kalium Ferrisianida (USP 24, 1999)

Rumus empiris :  $K_3Fe(CN)_6$

Berat molekul : 329,24

Pemerian : Kristal merah marun



Kelarutan : Larut perlahan-lahan dalam 2,5 bagian air dan dalam 1,3 bagian air mendidih, sedikit larut dalam etanol, terurai oleh asam. Larutan kalium ferisianida dalam air mengalami peruraian secara perlahan-lahan.

### 2.5.1.3 Asam klorida (Depkes RI, 1995)

Rumus empiris : HCl

Berat molekul : 36,46

Pemerian : Cairan tidak berwarna, berasap, bau merangsang. Bobot jenis lebih kurang 1,18.

Kelarutan : Jika diencerkan dengan 2 bagian volume air, asap hilang.

## 2.6 Optimasi

Dalam reaksi kimia, untuk mendapatkan hasil yang terbaik dibutuhkan suatu adaptasi dari semua variabel kontrol disebut optimasi. Suatu kondisi optimum,  $\varphi$ , dari suatu sistem kimia biasanya bergantung pada beberapa parameter. Parameter ini ada yang dapat diatur (*adaptable parameters*),  $x_i$ , namun ada yang tidak dapat diatur (*nonadaptable parameters*),  $y_j$ . Sehingga secara matematis, optimasi ini dapat dirumuskan sebagai fungsi:

$$\varphi = f = (x_i, y_j) \quad (2.1)$$

Namun, hampir semua *nonadaptable parameters* dianggap random, dimana hasil dari variasi parameter mengikuti distribusi Gaussian dan tidak berpengaruh satu sama lain. Sehingga pengaruh dari *nonadaptable parameters*,  $y_j$ , bersifat independen. Dengan asumsi ini, optimasi menjadi hanya bergantung pada  $x_i$ , dapat ditulis:

$$\varphi = f = (x_i) \quad (2.2)$$

Menurut Gandjar dan Abdul (2007) optimasi metode dapat dilakukan secara manual (eksperimental). Pendekatan manual melibatkan variasi satu variabel dalam satu waktu, sedangkan variabel yang lainnya dibuat tetap.

Variabel-variabel tersebut dapat berupa kecepatan alir, komposisi fase diam dan fase gerak, konsentrasi, suhu, panjang gelombang analisis, dan pH.

Pada kondisi dimana beberapa faktor *adaptable parameters* berpengaruh pada kondisi optimum, optimasi dilakukan dengan cara membuat variasi dari salah satu faktor ( $x$ ) tersebut dan faktor lainnya ( $y$ ) dibiarkan konstan. Kemudian, saat faktor pertama ( $x$ ) memberikan hasil yang optimum, proses optimasi dapat dilanjutkan ke tahap berikutnya, yaitu mencari hasil optimum pada faktor kedua ( $y$ ). Tahap-tahap yang dilakukan dalam proses optimasi ini dapat dirumuskan sebagai berikut;

- a. Pertama tentukan terlebih dahulu koordinat awal untuk memulai proses optimasi, dimana pada dua faktor, koordinat awal menjadi  $(x_0, y_0)$ .
- b. Dalam percobaan yang pertama, nilai faktor pertama ( $x$ ) divariasikan dan nilai faktor lainnya ( $y$ ) konstan. Nilai optimum faktor pertama ( $x$ ) didapatkan, misal  $(x_1)$ .
- c. Pada percobaan yang kedua, nilai faktor pertama yang memberikan hasil optimum ( $x_1$ ) digunakan untuk mencari nilai optimum pada faktor lainnya ( $y$ ). Kemudian nilai faktor lain ini juga divariasikan. Nilai faktor lain ( $y$ ) yang memberikan hasil optimum didapatkan, misal  $(y_1)$ .
- d. Selanjutnya dilakukan optimasi kembali dengan menggunakan koordinat awal berupa nilai dari kedua faktor yang memberikan nilai optimum tersebut  $(x_1, y_1)$ .
- e. Optimasi selanjutnya dilakukan dengan menggunakan range varian yang lebih kecil dari siklus proses yang pertama (Kateman & Buydens, 1993).

Optimasi dengan menggunakan metode ini dapat memberikan pemahaman tentang prinsip-prinsip dan teori yang terlibat. Selain itu, juga dapat menunjukkan interaksi antara variabel yang dioptimalkan (Gandjar & Abdul, 2007).

## 2.7 Spektrofotometri Uv-Vis

### 2.7.1 Teori Dasar

Analisis dengan spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul atau zat yang dianalisis. Pada spektrofotometri serapan, interaksi tersebut berupa serapan radiasi elektromagnetik oleh molekul. Untuk menggambarkan bagaimana radiasi

elektromagnetik berinteraksi dengan suatu molekul dapat dijelaskan berdasarkan teori kuantum di mana setiap molekul mempunyai tingkat energi tertentu. Pada suhu kamar, molekul berada pada tingkat energi terendah yang disebut *ground state*. Apabila suatu foton yang dihasilkan dari radiasi elektromagnetik melintasi suatu molekul dan energi foton sama dengan perbedaan energi antara *ground state* dengan tingkat energi yang lebih tinggi dari molekul, maka penyerapan oleh molekul tersebut dapat terjadi. Pada keadaan ini energi berpindah ke molekul, sehingga molekul berada pada tingkat energi yang lebih tinggi atau *excited state* (Harmita, 2006a).

Pengukuran secara spektrofotometri dilakukan pada panjang gelombang tertentu dimana molekul dapat berinteraksi atau memberikan serapan. Secara garis besar daerah spektrum ini dibagi dalam daerah ultraviolet (190 nm – 380 nm), daerah *visible* atau cahaya tampak (380 nm – 710 nm), daerah inframerah dekat (780 nm – 3000 nm) dan daerah inframerah (2,5  $\mu\text{m}$  – 40  $\mu\text{m}$ ). Spektrofotometri Uv-Vis menggunakan spektrum *visible* sampai dengan spektrum ultraviolet (190 nm – 780 nm). Zat yang dapat dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-vis harus memiliki gugus kromofor atau dapat membentuk gugus kromofor dengan suatu pereaksi. Gugus kromofor adalah gugus fungsional yang mengabsorpsi radiasi ultraviolet dan tampak jika berikatan dengan senyawa yang tidak mengabsorpsi (Harmita, 2006b).

Intensitas dari suatu berkas radiasi akan berkurang sehubungan dengan jarak yang ditempuhnya melalui medium penyerap. Intensitas tersebut juga berkurang sehubungan dengan kadar zat penyerap yang terdapat dalam medium tersebut. Penurunan intensitas radiasi monokromatis yang melalui medium penyerap yang homogen dinyatakan oleh hukum Lambert-Beer (Harmita, 2006a).

Hukum Lambert-Beer:

$$\text{Log } T^{-1} = \text{Log } (I_0 / I) = A = a \cdot b \cdot C \quad (2.3)$$

Keterangan:

T : transmisi

$I_0$  : Intensitas radiasi elektromagnetik yang mengenai zat

I : Intensitas radiasi elektromagnetik yang keluar dari zat

- A : Serapan
- a : Daya serap
- b : Panjang jalur serapan atau tebal kuvet (cm)
- c : konsentrasi larutan zat (mg / ml)

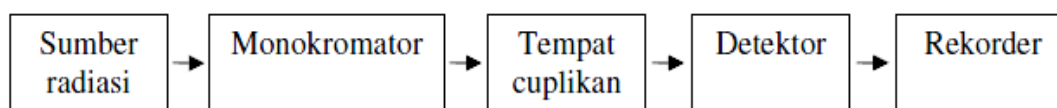
Jika konsentrasi dinyatakan dalam mol L<sup>-1</sup> dan b dalam cm, maka a disebut daya serap molar ( $\epsilon$ ) atau absorptivitas dengan satuan L cm<sup>-1</sup> mol<sup>-1</sup>. Absorptivitas adalah khas untuk molekul atau ion penyerap dalam pelarut dan panjang gelombang tertentu. Selain itu, absorptivitas merupakan konstanta yang tidak tergantung pada konsentrasi, tebal kuvet, dan intensitas radiasi yang mengenai larutan sampel. Absorptivitas bergantung pada suhu, pelarut, struktur molekul dan panjang gelombang radiasi (Basset, 1994).

Penyimpangan dari hukum Lambert-Beer dapat disebabkan oleh variabel kimia dan atau instrumen. Penyimpangan tersebut antara lain disebabkan oleh perubahan kadar molekul terlarut sebagai akibat dari asosiasi molekul terlarut, asosiasi molekul terlarut dan pelarut, atau akibat disosiasi, pengaruh radiasi polikromatis, pengaruh lebar celah atau cahaya yang menyimpang (Harmita, 2006b).

Pelarut yang digunakan untuk pengukuran serapan selain harus dapat melarutkan zat yang akan diukur, juga harus dapat meneruskan radiasi atau transparan dalam daerah panjang gelombang yang diamati, sehingga tidak mengganggu spektrum serapan (Mursito, 1991). Pelarut yang paling baik dan umum digunakan sebagai pelarut adalah aquadest yang tidak memberikan serapan pada panjang gelombang analisis karena memiliki batas terendah hantaran bening (*cut-off point*) 190 nm. Sedangkan pelarut organik yang dapat digunakan seperti etanol, metanol, isopropanol dan heksan dapat digunakan pada panjang gelombang analisis lebih dari 210 nm (Harmita, 2006b).

### 2.7.2 Instrumentasi

Alat Spektrofotometer UV-Vis pada dasarnya terdiri dari lima bagian, yaitu:



[Sumber: Sastrohamidjojo, 1991]

Gambar 2.3. Skema sederhana dari alat Spektrofotometer Uv-Vis.

#### 2.7.2.1 Sumber Radiasi

Sumber radiasi yang ideal untuk pengukuran serapan harus dapat menghasilkan intensitas yang seragam dan stabil untuk waktu tertentu pada panjang gelombang yang sedang diamati. Lampu deuterium dan lampu hidrogen digunakan untuk mendapatkan radiasi sinambung antara 160 nm hingga 350 nm dan sangat umum digunakan dalam spektrofotometri ultraviolet. Untuk sumber radiasi sinar tampak (*visible*) digunakan lampu filamen tungsten. Filamen tungsten menghasilkan radiasi kontinu pada daerah antara 350 nm sampai 2500 nm. Pengaturan sumber tenaga radiasi dibutuhkan untuk menghasilkan radiasi dengan intensitas yang konstan (Mursito, 2004; Sastrohamidjojo, 1991).

#### 2.7.2.2 Monokromator

Dalam spektrofotometri ada dua jenis alat yang digunakan untuk menguraikan radiasi polikromatik menjadi monokromatik, yaitu penyaring (*filter*) dan monokromator. Penyaring dibuat dari benda khusus yang hanya meneruskan radiasi pada daerah panjang gelombang tertentu dan menyerap radiasi panjang gelombang lainnya. Sedangkan monokromator merupakan serangkaian alat optik yang menguraikan radiasi polikromatik menjadi jalur-jalur panjang gelombang tunggal (Sastrohamidjojo, 1991).

#### 2.7.2.3 Tempat cuplikan (sel penyerap)

Cuplikan yang akan diukur ditempatkan dalam sel atau kuvet. Kuvet yang terbuat dari kuarts atau silika lebur dapat digunakan untuk pengukuran di daerah sinar ultraviolet dan tampak. Kuvet untuk pengukuran larutan bervariasi panjang jalurnya mulai dari 1 cm sampai 10 cm (Sastrohamidjojo, 1991).

#### 2.7.2.4 Detektor

Detektor adalah alat yang dapat mendeteksi adanya suatu fenomena fisika, seperti pH, massa, temperatur dan intensitas sinar. Dalam spektrofotometri intensitas sinar merupakan suatu sinyal yang kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh transduser (Mursito, 2004).

#### 2.7.2.5 Rekorder

Hasil pengukuran dapat dilihat pada layar pencatat atau direkam oleh rekorder (Day, 2001).

### 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, 2004).

#### 2.8.1 Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*).

Pada metode simulasi, sejumlah analit bahan murni ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (*placebo*) lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya) (Gandjar & Abdul, 2007). Sedangkan pada metode penambahan baku, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan) (Harmita, 2004).

Dalam kedua metode tersebut, persen perolehan kembali dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan cara membuat sampel placebo

(ekspisien obat, cairan biologis) kemudian ditambah analit dengan konsentrasi tertentu (biasanya 80% sampai 120% dari kadar analit yang diperkirakan), kemudian dianalisis dengan metode yang akan divalidasi (Harmita, 2004).

### 2.8.2 Keseksamaan (*precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Percobaan keseksamaan dilakukan terhadap paling sedikit 6 replika sampel yang diambil dari campuran sampel dengan matriks yang homogen (Harmita, 2004).

### 2.8.3 Linearitas dan rentang

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah batas konsentrasi terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan akurasi, presisi dan linearitas yang dapat diterima (Gandjar & Abdul, 2007; Harmita, 2004).

Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi  $r$  pada analisis regresi linier  $Y = a + bX$ . Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai  $b = 0$  dan  $r = +1$  atau  $-1$  bergantung pada arah garis, sedangkan nilai  $a$  menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2004).

### 2.8.4 Batas Deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.



Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai  $b$  pada persamaan garis linier  $y = a + bx$ , sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual ( $S_{y/x}$ ) (Harmita, 2004).



## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis Kuantitatif Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia pada bulan Maret hingga Mei 2011.

#### **3.2 Alat**

Spektrofotometer UV-Vis (Jasco V-630), timbangan analitik (Acculab), penangas air (Lab-Line), sentrifugator (Labofuge), lemari pendingin, dan alat-alat gelas.

#### **3.3 Bahan**

##### **3.3.1 Bahan Kimia**

Larutan baku formaldehid 37% (Merck), fenilhidrazin hidroklorida (Merck), asam klorida pekat (Merck), hidrogen peroksida (Merck), natrium hidroksida (Mallinckrodt), kalium ferrisianida (Merck), aquadest, indikator fenolftalein.

##### **3.3.2 Sampel**

Sampel usus ayam bersih diperoleh secara acak dari pedagang yang berbeda dari 2 lokasi, yaitu 3 sampel dari Pasar Minggu, Jakarta Selatan dan 3 sampel lainnya berasal dari Pasar Kramat Jati, Jakarta Timur. Sedangkan sampel hati ayam juga diperoleh secara acak dari pedagang yang berbeda dari 2 lokasi, yaitu 3 sampel dari Pasar Minggu, Jakarta Selatan dan 3 sampel lainnya berasal dari Pasar Kramat Jati, Jakarta Timur.

#### **3.4 Cara Kerja**

##### **3.4.1 Penetapan Kadar Larutan baku Formaldehid**

Larutan baku formaldehid ditimbang seksama 1,5 gram kemudian ditambahkan 12,5 ml hidrogen peroksida dan 25,0 ml natrium hidroksida 1N.

Larutan dihangatkan di penangas air hingga pembuihan berhenti. Selanjutnya larutan dititrasi dengan menggunakan asam klorida 1N menggunakan indikator fenolftalein P.

1 ml Natrium hidroksida 1N ~ 30,03 mg Formaldehid

#### 3.4.2 Pembuatan Larutan induk dan Larutan Standar Formaldehid

Larutan induk dibuat dengan cara larutan baku formaldehid ditimbang sebanyak  $\pm 750$  mg lalu dilarutkan dalam aquadest hingga volume 250,0 ml. Selanjutnya larutan standar dibuat dengan cara larutan induk formaldehid dipipet sebanyak 10,0 ml dan dilarutkan dalam aquadest hingga volume 100,0 ml.

#### 3.4.3 Optimasi Pereaksi Schryver

Campuran awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah 4 bagian campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1 bagian larutan kalium ferrisianida 1% (Suryadi, Hayun, & Harsono, 2008).

##### 3.4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar formaldehid dipipet 5,0 mL diencerkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL. Larutan tersebut dipipet 5,0 mL kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Selanjutnya ditambahkan pereaksi Schryver sesuai dengan campuran awal, yaitu 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida 1%. Larutan dihomogenkan kemudian diukur serapannya dan panjang gelombang dimana larutan memberi serapan maksimum dicatat. Untuk larutan blanko digunakan aquadest.

##### 3.4.3.2 Optimasi Siklus Pertama

###### a. Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Fenilhidrazin Hidroklorida

Larutan fenilhidrazin hidroklorida dengan konsentrasi 0,1%; 0,5%; 1%; 3%; 5% dalam air dibuat. Masing-masing larutan fenilhidrazin hidroklorida dicampurkan dengan asam klorida 4,5 N dengan perbandingan 3 : 5. Selanjutnya campuran tersebut dipipet 4,0 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer.

Kemudian ditambahkan larutan formaldehid 13 mg/L sebanyak 5,0 ml dan larutan kalium ferrisianida 1% sebanyak 1,0 ml. Masing-masing larutan dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

b. Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Kalium Ferrisianida

Larutan kalium ferrisianida dengan konsentrasi 0,5% ; 1%; 3%; 5% dan 7% dalam air dibuat, kemudian masing-masing larutan dipipet 1,0 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi 5,0 ml larutan formaldehid 13 mg/L dan 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase yang telah diperoleh pada percobaan sebelumnya dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5). Masing-masing larutan dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

c. Pengamatan Pengaruh Kepekatan Asam Klorida

Larutan asam klorida dengan normalitas 0,1 N; 1 N; 2,5 N; 4,5 N; dan 5 N dibuat, kemudian masing-masing larutan asam klorida dicampur dengan larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase yang telah diperoleh pada percobaan sebelumnya (3 : 5). Masing-masing campuran tersebut dipipet sebanyak 4,0 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan larutan formaldehid 14 mg/L sebanyak 5,0 ml dan larutan kalium ferrisianida persentase yang telah diperoleh pada percobaan sebelumnya sebanyak 1,0 ml. Masing-masing larutan dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

3.4.3.3 Optimasi Siklus Kedua

Campuran awal yang digunakan dalam siklus kedua ini adalah 4 bagian campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase yang telah diperoleh pada siklus pertama dengan asam klorida normalitas yang telah diperoleh pada siklus pertama (3 : 5) dan 1 bagian larutan kalium ferrisianida dengan persentase yang telah diperoleh pada siklus pertama.

a. Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Fenilhidrazin Hidroklorida

Larutan fenilhidrazin hidroklorida dengan variasi konsentrasi yang berdekatan dengan konsentrasi optimum yang didapatkan dari siklus pertama dibuat. Kemudian masing-masing larutan fenilhidrazin hidroklorida dicampurkan dengan asam klorida normalitas yang telah diperoleh pada siklus pertama menggunakan perbandingan 3 : 5. Campuran tersebut dipipet sebanyak 4,0 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Selanjutnya ditambahkan larutan formaldehid 19 mg/L sebanyak 5,0 ml dan larutan kalium ferrisianida dengan persentase yang telah diperoleh pada siklus pertama sebanyak 1,0 ml. Masing-masing larutan dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

b. Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Kalium Ferrisianida

Larutan kalium ferrisianida dengan variasi konsentrasi yang berdekatan dengan konsentrasi optimum yang didapatkan dari siklus pertama dibuat. Kemudian masing-masing larutan dipipet sebanyak 1,0 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi 5,0 ml larutan formaldehid 19 mg/L dan 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase yang telah diperoleh pada siklus kedua dengan asam klorida normalitas yang telah diperoleh pada siklus pertama (3 : 5). Masing-masing larutan dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

c. Pengamatan Pengaruh Kepekatan Asam Klorida

Dibuat larutan asam klorida dengan variasi normalitas yang berdekatan dengan konsentrasi optimum yang didapatkan dari siklus pertama. Kemudian masing-masing larutan asam klorida dicampur dengan larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase yang telah diperoleh pada siklus kedua dengan perbandingan 3 : 5. Masing-masing campuran tersebut dipipet sebanyak 4,0 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Selanjutnya ditambahkan larutan formaldehid 15 mg/L sebanyak 5,0 ml dan larutan kalium ferrisianida dengan persentase yang telah diperoleh pada siklus kedua sebanyak 1,0 ml. Masing-masing larutan dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit.

### 3.4.4 Pengujian untuk Analisis Kualitatif Formaldehid

#### 3.4.4.1 Pengamatan Batas Deteksi secara Visual Pereaksi Schryver terhadap Formaldehid

Larutan formaldehid dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; dan 5,0 mg/L dibuat. Masing-masing larutan tersebut ditambahkan pereaksi Schryver kemudian perubahan warna yang terjadi diamati.

#### 3.4.5 Validasi Metode Analisis Formaldehid dengan Pereaksi Scryver secara Spektrofotometri Sinar Tampak

##### 3.4.5.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Dibuat larutan formaldehid dengan konsentrasi 1,0; 2,0; 6,0; 10,0; 12,0; 20,0 mg/L. Masing-masing larutan tersebut dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) sebanyak 4,0 ml dan larutan kalium ferrisianida persentase terpilih sebanyak 1,0 ml. Campuran dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan aquadest.

##### 3.4.5.2 Penentuan LOD dan LOQ

Dari kurva kalibrasi yang diperoleh, dihitung konsentrasi terkecil yang masih dapat dideteksi (LOD) dan terdeteksi secara kuantitatif (LOQ) menggunakan perhitungan statistik.

##### 3.4.5.3 Uji Keterulangan Pembentukan Warna Hasil Reaksi antara Formaldehid dengan Pereaksi Schryver

Dibuat 6 buah larutan formaldehid dengan konsentrasi 10,489 mg/L. Masing-masing larutan tersebut dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) sebanyak 4,0 ml dan larutan kalium ferrisianida persentase terpilih sebanyak 1,0 ml. Campuran

dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan aquadest.

#### 3.4.5.4 Uji Perolehan Kembali pada Sampel Usus Ayam

Usus ayam yang tidak mengandung formaldehid dipotong-potong sampai berukuran  $\pm 1$  cm x 0,5 cm x 0,5 cm. Potongan usus ayam ditimbang sebanyak  $\pm 5$  g, dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup. Larutan formaldehid dengan konsentrasi akhir masing-masing 3,0; 7,0 dan 14,0 mg/L dibuat dan ditambahkan sebanyak 10,0 ml pada usus ayam tersebut, didiamkan selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 50 mL aquadest dan dikocok 1 menit setiap 5 menit selama 1 jam. Selanjutnya dimasukkan ke dalam lemari es selama 30 menit, lalu disaring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL. Residu yang tersisa ditambahkan 10 ml aquadest, dikocok dan disaring kembali. Hal ini dilakukan secara berulang sebanyak 4 kali hingga volume mencapai batas labu. Larutan dihomogenkan, kemudian disentrifugasi. Supernatan dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) sebanyak 4,0 ml dan larutan kalium ferrisianida persentase terpilih sebanyak 1,0 ml. Campuran dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan aquadest.

#### 3.4.5.5 Uji Perolehan Kembali pada Sampel Hati Ayam

Hati ayam yang tidak mengandung formaldehid, kemudian dipotong-potong sampai berukuran  $\pm 1$  cm x 0,5 cm x 0,5 cm. Potongan hati ayam ditimbang sebanyak  $\pm 5$  g, dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup. Larutan formaldehid dengan konsentrasi akhir masing-masing 3,0; 7,0 dan 14,0 mg/L dibuat dan ditambahkan sebanyak 10,0 ml pada hati ayam tersebut, didiamkan selama 30 menit. Selanjutnya ditambahkan 50 mL aquadest dan dikocok 1 menit setiap 5 menit selama 1 jam, lalu disaring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL. Residu yang tersisa ditambahkan 10 ml aquadest pada, dikocok dan disaring kembali. Hal ini dilakukan secara berulang sebanyak 4 kali hingga volume mencapai batas labu. Larutan dihomogenkan, kemudian disentrifugasi.



Supernatan dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) sebanyak 4,0 ml dan larutan kalium ferrisianida persentase terpilih sebanyak 1,0 ml. Campuran dihomogenkan dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan aquadest.

### 3.4.6 Pengujian Adanya Formaldehid dalam Sampel Usus Ayam

#### 3.4.6.1 Analisis Kualitatif Formaldehid dengan Pereaksi Schryver

Sampel usus ayam  $U_1$ ,  $U_2$ ,  $U_3$ ,  $U_4$ ,  $U_5$ , dan  $U_6$  dipotong-potong sampai berukuran  $\pm 1$  cm x 0,5 cm x 0,5 cm. Potongan sampel ditimbang sebanyak  $\pm 5$  gram, dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup. Kemudian ditambahkan 50 mL aquadest, dihomogenkan. Filtrat diambil sebanyak 5 tetes, diteteskan ke plat tetes. Selanjutnya ditambahkan 4 tetes campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) dan 1 tetes larutan kalium ferrisianida persentase terpilih. Perubahan warna yang terjadi diamati. Jika menunjukkan hasil positif, yaitu dari tidak berwarna menjadi pink muda sampai merah, pengujian dilanjutkan pada analisis kuantitatif.

#### 3.4.6.2 Analisis Kuantitatif Formaldehid dengan Pereaksi Schryver

##### a. Penyiapan Sampel untuk Analisis Kuantitatif Formaldehid dalam Sampel Usus Ayam.

Sampel usus ayam yang menunjukkan hasil positif pada analisis kualitatif formaldehid dipotong-potong sampai berukuran  $\pm 1$  cm x 0,5 cm x 0,5 cm. Potongan sampel ditimbang sebanyak  $\pm 5$  gram, dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup, ditambahkan 50 mL aquadest dan dikocok 1 menit setiap 5 menit selama 1 jam. Selanjutnya dimasukkan ke dalam lemari es selama 30 menit, lalu disaring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL. Pada residu yang tersisa ditambahkan 10 ml aquadest, dikocok dan disaring kembali. Hal ini dilakukan secara berulang sebanyak 4 kali hingga volume mencapai batas labu. Filtrat yang didapatkan disentrifugasi untuk selanjutnya dianalisis secara kuantitatif.

b. Pengukuran Kadar Formaldehid secara Spektrofotometri dengan Menggunakan Pereaksi Schryver dalam Sampel Usus Ayam

Filtrat yang diperoleh dari sampel positif secara kualitatif dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) sebanyak 4,0 ml dan larutan kalium ferrisianida persentase terpilih sebanyak 1,0 ml. Campuran dihomogenkan kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan aquadest. Serapan yang didapat dicatat dan dihitung kadar formaldehid dalam sampel usus ayam.

3.4.7 Pengujian Adanya Formaldehid dalam Sampel Hati Ayam

3.4.7.1 Analisis Kualitatif Formaldehid dengan Pereaksi Schryver

Sampel hati ayam H<sub>1</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>3</sub>, H<sub>4</sub>, H<sub>5</sub>, dan H<sub>6</sub> dipotong-potong sampai berukuran ± 1 cm x 0,5 cm x 0,5 cm. Potongan sampel ditimbang sebanyak ± 5 gram, dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup. Kemudian ditambahkan 50 mL aquadest, dihomogenkan. Filtrat diambil sebanyak 5 tetes, diteteskan ke plat tetes. Selanjutnya ditambahkan 4 tetes campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) dan 1 tetes larutan kalium ferrisianida persentase terpilih. Perubahan warna yang terjadi diamati. Jika menunjukkan hasil positif, yaitu dari tidak berwarna menjadi pink muda sampai merah, pengujian dilanjutkan pada analisis kuantitatif.

3.4.7.2 Analisis Kuantitatif Formaldehid dengan Pereaksi Schryver

a. Penyiapan Sampel untuk Analisis Kuantitatif Formaldehid dalam Sampel Hati Ayam

Sampel hati ayam yang menunjukkan hasil positif pada analisis kualitatif formaldehid dipotong-potong sampai berukuran ± 1 cm x 0,5 cm x 0,5 cm.

Potongan sampel ditimbang sebanyak ± 5 gram, dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup dan ditambahkan 50 mL aquadest. Selanjutnya dikocok 1 menit setiap 5 menit selama 1 jam, lalu disaring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL. Kemudian ditambahkan 10 ml aquadest pada residu, dikocok dan

disaring kembali. Hal ini dilakukan secara berulang sebanyak 4 kali hingga volume mencapai batas labu. Filtrat yang didapatkan disentrifugasi untuk selanjutnya dianalisis secara kuantitatif.

b. Pengukuran Kadar Formaldehid secara Spektrofotometri dengan Menggunakan Pereaksi Schryver dalam Sampel Hati Ayam

Filtrat yang diperoleh dari sampel positif secara kualitatif dipipet 5,0 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida persentase terpilih sebanyak 4,0 ml dengan asam klorida normalitas terpilih (3 : 5) dan larutan kalium ferrisianida persentase terpilih sebanyak 1,0 ml. Campuran dihomogenkan kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Untuk larutan blanko digunakan aquadest. Serapan yang didapat dicatat dan dihitung kadar formaldehid dalam sampel hati ayam.

## **BAB 4**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penetapan Kadar Larutan Baku Formaldehid**

Larutan formaldehid standar perlu ditetapkan kadarnya sebelum digunakan karena kadar sebenarnya harus diketahui untuk digunakan dalam perhitungan pembuatan larutan induk agar diperoleh konsentrasi larutan yang diinginkan. Penetapan kadar larutan baku formaldehid dilakukan secara titrasi volumetri sesuai Farmakope Indonesia edisi III, yaitu secara titrasi tidak langsung menggunakan asam klorida 1N (Lampiran 1) dengan penambahan natrium hidroksida (Lampiran 2). Prinsip reaksi ini yaitu oksidasi formaldehid menjadi asam formiat oleh hidrogen peroksida. Selanjutnya, asam formiat akan bereaksi dengan natrium hidroksida berlebih menghasilkan natrium formiat. Kemudian kelebihan natrium hidroksida dititrasi dengan asam klorida.

Data penetapan kadar larutan baku formaldehid dapat dilihat pada Tabel 4.2. Hasil yang diperoleh dari penetapan kadar larutan baku formaldehid sebesar 38,03%. Kadar ini memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia edisi III yaitu, 34,0% - 38,0%.

#### **4.2 Pembuatan Larutan Induk dan Larutan Standar Larutan Formaldehid**

Kadar larutan larutan formaldehid baku yang diperoleh dari tahap sebelumnya digunakan untuk perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar. Konsentrasi larutan induk dan larutan standar formaldehid yang didapat sebesar 1126,44 mg/L dan 112,644 mg/L. Data perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehid dapat dilihat pada Lampiran 3.

#### **4.3 Optimasi Pereaksi Schryver**

Optimasi dilakukan secara bertahap dimana salah satu faktor yang mempengaruhi kondisi analisis divariasikan dan faktor lainnya dibiarkan konstan. Kemudian saat faktor pertama memberikan hasil yang optimum, proses optimasi

dapat dilanjutkan ke tahap berikutnya, yaitu mencari hasil optimum pada faktor kedua (Kateman & Buydens, 1993). Dalam penelitian ini, hanya dilakukan optimasi pada konsentrasi komponen pereaksi Schryver. Optimasi dilakukan dengan cara mengubah-ubah konsentrasi masing-masing komponen dari komposisi pereaksi Schryver sehingga dapat diketahui pengaruh dari masing-masing komponen (Gandjar, 2007). Pengamatan dan perubahan konsentrasi pada masing-masing komponen dilakukan secara bertahap.

Dalam penelitian ini, optimasi dilakukan dalam 2 siklus optimasi dimana variasi konsentrasi yang diujikan pada optimasi siklus kedua memiliki rentang konsentrasi yang lebih sempit dibandingkan siklus pertama. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan konsentrasi yang lebih tepat dari masing-masing komponen pada kondisi yang optimum. Campuran awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah 4 bagian campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5), dan 1 bagian larutan kalium ferrisianida 1% (Suryadi, Hayun, & Harsono, 2008).

#### 4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

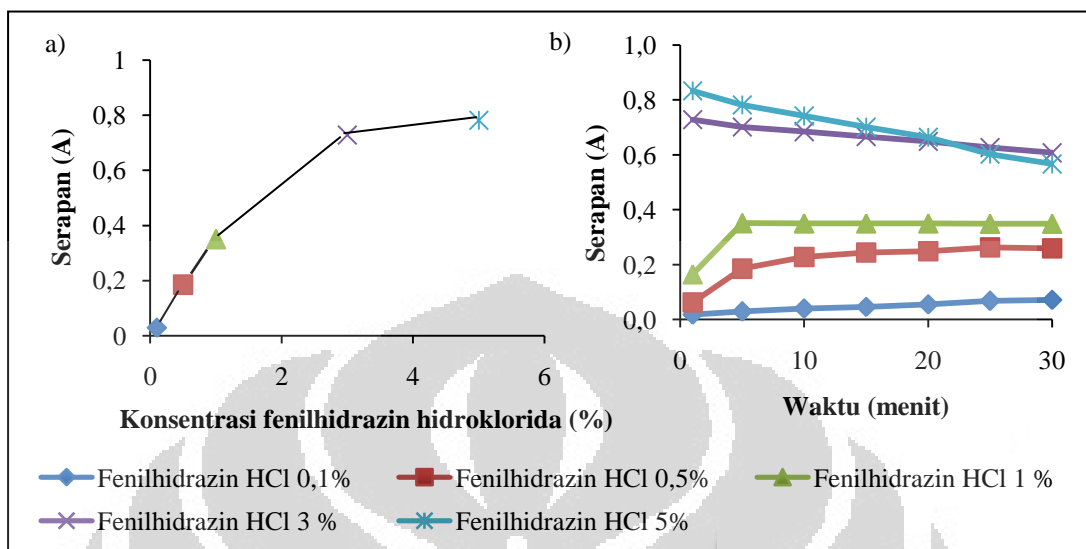
Sebelum melakukan optimasi dan validasi, terlebih dahulu ditentukan panjang gelombang maksimum untuk analisis formaldehid secara spektrofotometri. Untuk memperoleh panjang gelombang maksimum dilakukan pengukuran pada 5,0 ml larutan formaldehid konsentrasi 15 mg/L yang terlebih dahulu direaksikan dengan 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 1% dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida 1% (Suryadi, Hayun, & Harsono, 2008). Dalam penelitian ini, diperoleh serapan maksimum pada panjang gelombang sesuai literatur, yaitu 518 nm (Schryver, 1910). Spektrum serapan dapat dilihat pada Gambar 4.7.

#### 4.3.2 Optimasi Siklus Pertama

##### 4.3.2.1 Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Fenilhidrazin Hidroklorida

Variasi konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida yang diuji adalah 0,1%, 0,5%, 1%, 3% dan 5% dalam air. Pengamatan pengaruh fenilhidrazin hidroklorida dilakukan dengan cara mereaksikan 5,0 ml larutan formaldehid 13 mg/L, 4,0 ml

campuran masing-masing konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida 1%.



**Gambar 4.1** Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 518 nm.

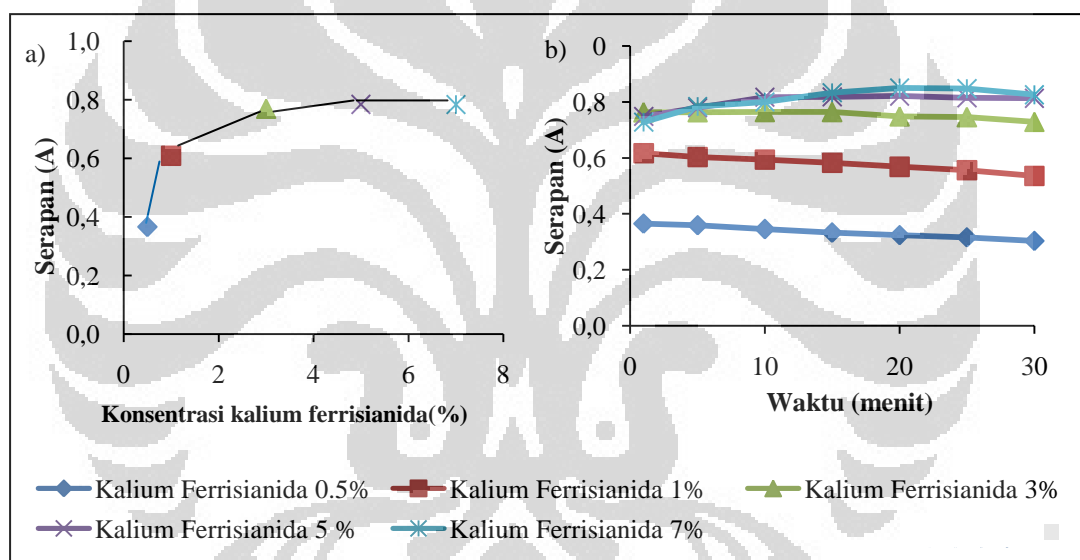
Pada Gambar 4.1 terlihat adanya pengaruh dari konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap intensitas warna dan stabilitas kompleks yang terbentuk. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida mengakibatkan peningkatan serapan pada panjang gelombang maksimum. Berdasarkan literatur, meningkatnya konsentrasi salah satu reaktan akan meningkatkan jumlah tabrakan efektif antar molekul sehingga akan mendorong reaksi berjalan kearah kanan dan meningkatkan jumlah produk yang dihasilkan (Hogness, Warren, & Johnson, 1954). Oleh karena itu, dengan meningkatnya konsentrasi pada fenilhidrazin hidroklorida, kompleks warna yang terbentuk akan semakin banyak sehingga intensitas serapannya naik.

Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida pada spektrum serapan dan penampakkannya secara visual dapat dilihat pada Gambar 4.8 dan 4.9. Pada pengamatan menit ke-10 terlihat dengan stabilitas yang cukup baik, peningkatan intensitas serapan yang diberikan oleh formaldehid-pereaksi Schryver dengan

fenilhidrazin hidroklorida 3% cukup signifikan. Dengan mempertimbangkan intensitas dan stabilitas warna yang terbentuk serta efisiensi bahan, konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida yang digunakan pada langkah selanjutnya adalah 3%. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

#### 4.3.2.2 Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Kalium Ferrisianida

Variasi konsentrasi kalium ferrisianida yang diuji adalah 0,5%, 1%, 3%, 5% dan 7%. Pengamatan dilakukan dengan cara mereaksikan 5,0 ml larutan formaldehid 13 mg/L, 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan asam klorida 4,5 (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida dengan masing-masing konsentrasi.



**Gambar 4.2** Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 518 nm.

Pada Gambar 4.2 terlihat adanya pengaruh dari konsentrasi kalium ferrisianida terhadap intensitas warna dan stabilitas kompleks yang terbentuk. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi kalium ferrisianida mengakibatkan peningkatan intensitas warna yang ditunjukkan dengan meningkatnya serapan pada panjang gelombang maksimum. Hal ini

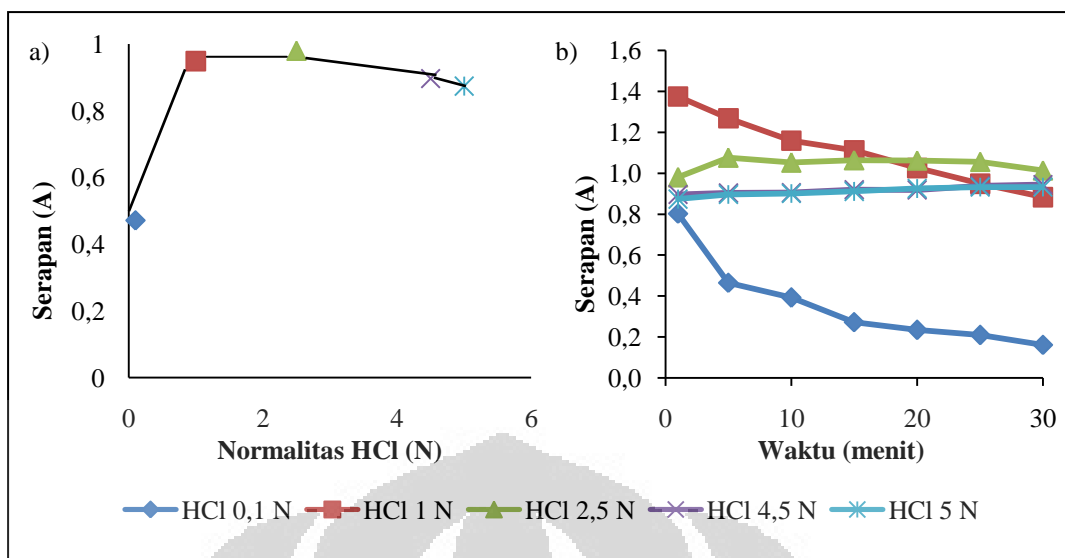


mungkin disebabkan pada konsentrasi kalium ferrisianida yang tinggi, jumlah senyawa yang teroksidasi meningkat. Oleh karena itu, seperti halnya pada pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida, pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida juga meningkatkan jumlah kompleks yang terbentuk. Sedangkan pada pengamatan stabilitas serapan terhadap waktu, kenaikan konsentrasi kalium ferrisianida tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan. Hal ini sesuai dengan literatur, yaitu kalium ferrisianida dalam jumlah banyak tidak menghancurkan warna (Schryver, 1910).

Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida pada spektrum serapan dan penampakannya secara visual dapat dilihat pada Gambar 4.10 dan 4.11. Pada pengamatan menit ke-10 terlihat peningkatan intensitas serapan yang diberikan oleh formaldehid–pereaksi Schryver dengan kalium ferrisianida 3% cukup signifikan. Oleh karena itu, dengan mempertimbangkan intensitas dan stabilitas warna yang terbentuk, konsentrasi kalium ferrisianida yang digunakan pada langkah selanjutnya adalah 3%. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.4.

#### 4.3.2.3 Pengamatan Pengaruh Kepekatan Asam Klorida

Variasi normalitas asam klorida yang diuji adalah 0,1 N, 1 N, 2,5 N, 4,5 N dan 5 N. Pengamatan dilakukan dengan cara mereaksikan 5,0 ml larutan formaldehid 14 mg/L, 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan masing-masing asam klorida yang normalitasnya telah divariasikan (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida 3%.



**Gambar 4.3** Pengaruh kepekatan asam klorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 14 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 518 nm.

Pada Gambar 4.3 terlihat adanya pengaruh dari kepekatan asam klorida terhadap intensitas warna dan stabilitas kompleks yang terbentuk. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa peningkatan normalitas asam klorida mengakibatkan penurunan intensitas serapan pada panjang gelombang maksimum disertai dengan peningkatan stabilitas terhadap waktu. Hal ini mungkin disebabkan karena suasana asam berperan sebagai katalis pada reaksi pembentukan senyawa hidrazon dari formaldehid dan fenilhidrazin (Walter, 1996). Namun, asam tidak boleh terlalu pekat karena dapat memprotonasi gugus hidrazin. Jika terprotonasi, gugus hidrazin tidak dapat bereaksi dengan formaldehid (Loudon, 1995) dan tidak membentuk kompleks sehingga intensitas yang diberikan relatif rendah.

Selain itu, asam klorida dibutuhkan untuk stabilitas serapan yang diberikan oleh pereaksi Schryver karena kompleks warna yang terbentuk dapat mengalami disosiasi hidrolitik pada pengenceran. Oleh karena itu, saat digunakan asam klorida pekat dalam analisis, pengujian akan bersifat kuantitatif (Schryver, 1910). Sesuai dengan literatur, hasil pengamatan menunjukkan bahwa suasana asam

dibutuhkan untuk stabilitas kompleks warna yang terbentuk dimana semakin besar normalitas asam klorida yang digunakan, warna yang terbentuk semakin stabil. Hal ini terlihat dari stabilitas serapan terhadap waktu yang semakin baik.

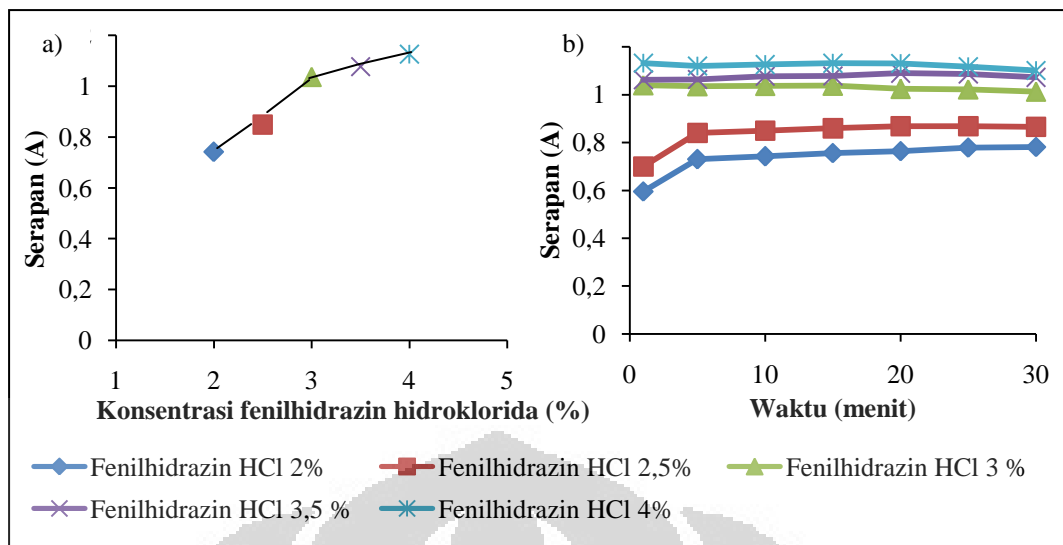
Pengaruh kepekatan asam klorida pada spektrum serapan dan penampakkannya secara visual dapat dilihat pada Gambar 4.12 dan 4.13. Pada konsentrasi asam klorida 2,5 N, intensitas serapan yang diberikan tinggi namun stabilitasnya terhadap waktu relatif kurang stabil. Sedangkan asam klorida 4,5 N stabilitasnya relatif baik, namun intensitas yang diberikan masih relatif rendah. Berdasarkan hal ini, dicurigai konsentrasi asam klorida yang optimum terdapat diantara 2,5 N dan 4,5 N. Normalitas asam klorida yang digunakan pada optimasi selanjutnya adalah 4,5 N. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.5.

#### 4.3.3 Optimasi Siklus Kedua

Optimasi siklus kedua dilakukan untuk meningkatkan ketajaman hasil dari proses optimasi. Dengan memperkecil nilai varian pada konsentrasi yang diuji pada siklus kedua akan menghasilkan kesimpulan yang lebih tepat. Campuran awal yang digunakan pada optimasi siklus kedua ini merupakan hasil dari optimasi siklus pertama, yaitu 4 bagian campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1 bagian larutan kalium ferrisianida 3 %.

##### 4.3.3.1 Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Fenilhidrazin Hidroklorida

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari optimasi siklus pertama, yaitu konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida yang optimum adalah 3%. Variasi konsentrasi yang diuji pada optimasi siklus kedua ini adalah 2%, 2,5 %, 3 %, 3,5 % dan 4 % dalam air. Seperti pada proses sebelumnya, pengamatan dilakukan dengan cara mereaksikan 5,0 ml larutan formaldehid 19 mg/L, 4,0 ml campuran larutan masing-masing konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida 3 %.



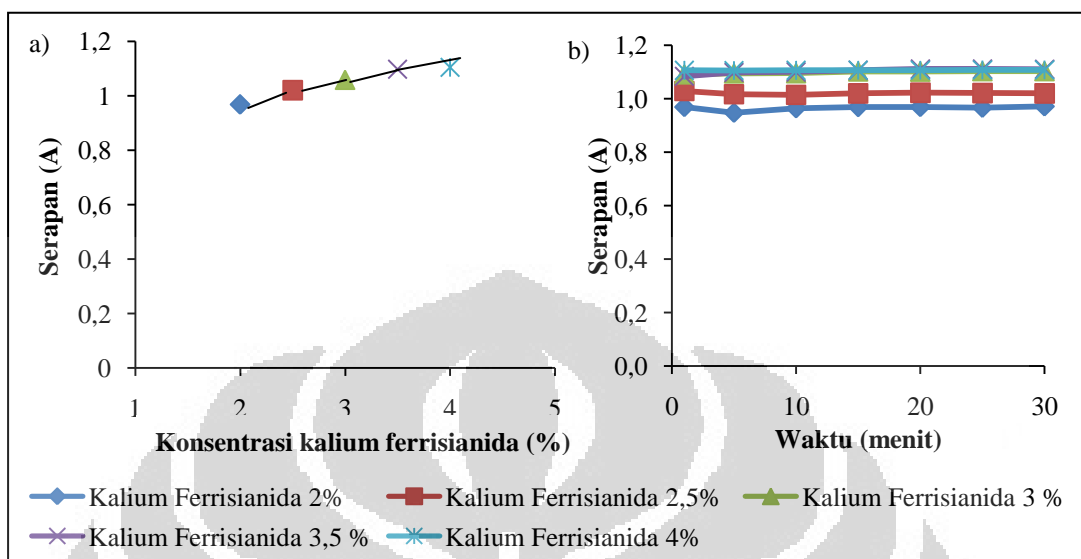
**Gambar 4.4** Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 518 nm.

Pada Gambar 4.4 terlihat adanya pengaruh dari konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap intensitas warna dan stabilitas kompleks yang terbentuk. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa pada konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida 3% memberikan stabilitas serapan yang cukup baik disertai peningkatan intensitas yang cukup signifikan. Oleh karena itu, dengan mempertimbangkan intensitas dan stabilitas warna yang terbentuk serta efisiensi bahan, konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida yang digunakan pada langkah selanjutnya adalah 3%. Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida pada spektrum serapan dapat dilihat pada Gambar 4.14. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.6.

#### 4.3.3.2 Pengamatan Pengaruh Konsentrasi Kalium Ferrisianida

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari optimasi siklus pertama, yaitu konsentrasi kalium ferrisianida yang optimum adalah 3%. Variasi konsentrasi yang diuji pada optimasi siklus kedua ini adalah 2%, 2,5%, 3%, 3,5% dan 4% dalam air. Seperti pada proses sebelumnya, pengamatan dilakukan dengan cara mereaksikan 5,0 ml larutan formaldehid 19 mg/L, 4,0 ml campuran larutan

fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan asam klorida 4,5 N (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida dengan masing-masing konsentrasi.



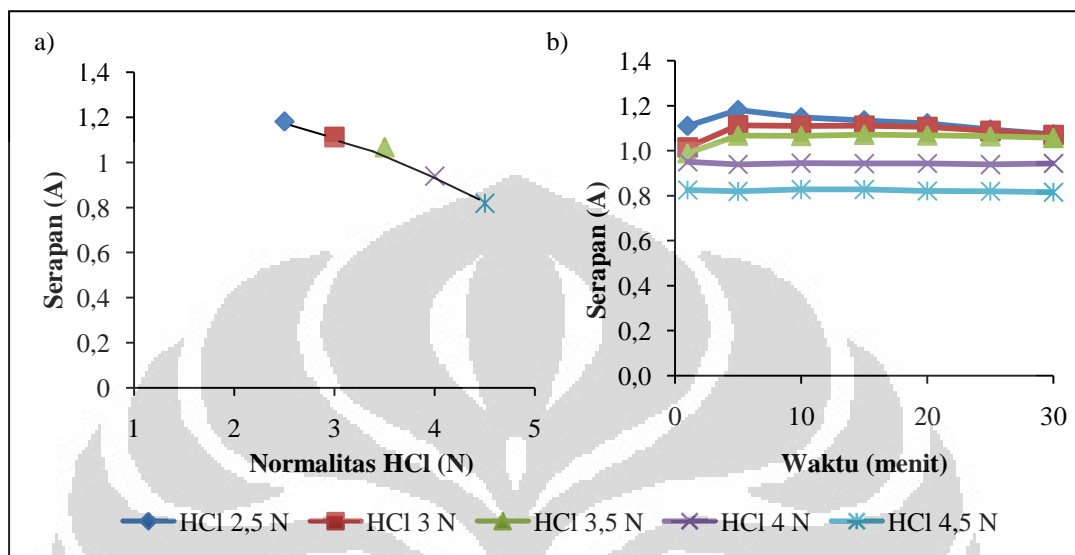
**Gambar 4.5** Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 518 nm.

Pada Gambar 4.5. terlihat adanya pengaruh dari konsentrasi kalium ferrisianida terhadap intensitas warna dan stabilitas kompleks yang terbentuk. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa pada konsentrasi kalium ferrisianida 3% memberikan peningkatan intensitas yang cukup signifikan. Oleh karena itu, dengan mempertimbangkan intensitas warna yang terbentuk dan efisiensi bahan, konsentrasi kalium ferrisianida yang digunakan pada langkah selanjutnya adalah 3%. Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida pada spektrum serapan dapat dilihat pada Gambar 4.15. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.7.

#### 4.3.3.3 Pengamatan Pengaruh Kepekatan Asam Klorida

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari optimasi siklus pertama, normalitas asam klorida yang optimum diperkirakan berada diantara 2,5 N dan 4,5 N. Maka variasi normalitas asam klorida yang diuji pada optimasi siklus kedua ini adalah 2,5 N, 3 N, 3,5 N, 4 N dan 4,5 N. Seperti pada proses sebelumnya, pengamatan

dilakukan dengan cara mereaksikan 5,0 ml larutan formaldehid 15 mg/L, 4,0 ml campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan masing-masing asam klorida yang normalitasnya telah divariasikan (3 : 5) dan 1,0 ml larutan kalium ferrisianida 3 %.



**Gambar 4.6** Pengaruh kepekatan asam klorida terhadap (a) intensitas warna pada menit ke-10 dan (b) stabilitas warna yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 15 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 518 nm.

Pada Gambar 4.6 terlihat adanya pengaruh dari kepekatan asam klorida terhadap intensitas warna dan stabilitas kompleks yang terbentuk. Pada normalitas asam klorida 3,5 N intensitas warna yang diberikan relatif tinggi dan telah menunjukkan stabilitas serapan yang baik diatas 5 menit. Oleh karena itu, dengan mempertimbangkan intensitas warna yang terbentuk, stabilitas serapan dan efisiensi bahan, normalitas asam klorida yang dianggap paling optimum dan digunakan untuk analisis selanjutnya adalah 3,5 N. Pengaruh kepekatan asam klorida pada spektrum serapan dapat dilihat pada Gambar 4.16. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.8.

#### 4.4 Pengujian untuk Analisis Kualitatif

Setelah diperoleh kombinasi pereaksi yang optimum, dilakukan pengamatan untuk analisis kualitatif formaldehid.

Tabel 4.1 Komposisi optimum pereaksi Schryver.

<b>Komposisi Pereaksi Schryver</b>	
4 bagian	1 bagian
Campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% : Asam klorida 3,5 N (3: 5)	Larutan kalium ferrisianida 3%

Komposisi pereaksi yang digunakan dalam pengujian kualitatif menggunakan perbandingan yang sama seperti pada pengujian kuantitatif, yaitu 5:4:1. Berdasarkan perbandingan tersebut maka komposisi menjadi 5 tetes larutan uji, 4 tetes campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3 % dengan asam klorida 3,5 N (3 : 5) dan 1 tetes larutan kalium ferrisianida 3 %.

##### 4.4.1 Pengamatan Batas Deteksi Visual Pereaksi Schryver terhadap Formaldehid

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui sensitivitas reaksi warna pada formula yang telah dioptimasi untuk uji kualitatif. Pengamatan didasarkan pada perubahan yang masih dapat terlihat oleh mata. Pengujian bertujuan untuk dapat mengetahui konsentrasi terkecil yang masih dapat memberi perubahan warna yang masih dapat terdeteksi secara visual. Hasil pengamatan batas deteksi secara visual dapat dilihat pada Gambar 4.17. Dari gambar terlihat bahwa konsentrasi terkecil yang masih dapat memberi perubahan warna yaitu 0,2 mg/L.

## 4.5 Validasi Metode Analisis Formaldehid dengan Pereaksi Schryver secara Spektrofotometri

### 4.5.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan menghubungkan serapan yang dihasilkan oleh sedikitnya lima konsentrasi analit berbeda. Pada penelitian ini, pembuatan kurva kalibrasi formaldehid dilakukan dengan menghubungkan enam titik pada beberapa konsentrasi yaitu 1,3657; 2,7314; 6,8286; 10,9257; 13,6572; dan 20,4858 mg/L. Persamaan kurva kalibrasi merupakan hubungan antara sumbu x dan y. 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  $y = 0,06849x + 0,04719$  dengan koefisien korelasi  $r = 0,9995$ . Harga koefisien korelasi ( $r$ ) yang mendekati nilai 1 menyatakan hubungan yang linier antara konsentrasi dengan serapan yang dihasilkan. Data dapat dilihat pada Gambar 4.18 dan Tabel 4.9.

### 4.5.2 Penentuan LOD dan LOQ

Batas deteksi atau *Limit of detection* (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko. Sedangkan batas kuantitasi atau *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 (Harmita, 2004). Berdasarkan perhitungan secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi, diperoleh batas deteksi larutan formaldehid sebesar 0,0464 mg/L dan batas kuantitasi larutan formaldehid sebesar 0,1546 mg/L. Data dapat dilihat pada Tabel 4.10.

### 4.5.3 Uji Keterulangan Pembentukan Warna Hasil Reaksi Antara Formaldehid dengan Pereaksi Schryver

Uji presisi dilakukan dengan cara mengukur keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara larutan formaldehid dengan pereaksi Schryver.



Kriteria seksama atau presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (koefisien variasi atau KV) sebesar 2% atau kurang. Nilai koefisien variasi yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu 0,538%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi kriteria seksama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.11.

#### 4.5.4 Uji Perolehan Kembali pada Sampel Usus Ayam

Uji perolehan kembali (UPK) merupakan cara untuk menentukan kecermatan hasil analisis suatu metode. Uji perolehan kembali ini ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Pada penelitian ini dilakukan uji perolehan kembali dengan metode simulasi (*spiked-placebo recovery*), dimana sejumlah analit ditambahkan dengan konsentrasi tertentu pada sampel usus ayam yang tidak mengandung formaldehid (*placebo*) lalu dianalisis. Persen perolehan kembali dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Jumlah larutan formaldehid yang ditambahkan ke dalam sampel usus ayam disesuaikan dengan konsentrasi yang digunakan dalam kurva kalibrasi.

Pada penelitian ini dipilih konsentrasi 3 mg/L untuk konsentrasi rendah, 7 mg/L untuk konsentrasi sedang dan 14 mg/L untuk konsentrasi tinggi. Pada konsentrasi rendah diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 100,08%; pada konsentrasi sedang diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 98,64%; Pada konsentrasi tinggi diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 100,05%. Dengan demikian, hasil uji perolehan kembali larutan formaldehid pada sampel usus ayam memenuhi kriteria, dimana nilai persen perolehan kembali yang baik berada dalam rentang 90-107%. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.12.

#### 4.5.5 Uji Perolehan Kembali pada Sampel Hati Ayam

Seperti pada sampel usus ayam, uji perolehan kembali pada sampel hati ayam dilakukan dengan metode simulasi (*spiked-placebo recovery*). Jumlah larutan formaldehid yang ditambahkan ke dalam sampel hati ayam disesuaikan dengan konsentrasi yang digunakan dalam kurva kalibrasi. Dalam penelitian ini dipilih konsentrasi 3 mg/L untuk konsentrasi rendah, 7 mg/L untuk konsentrasi

sedang dan 14 mg/L untuk konsentrasi tinggi. Pada konsentrasi rendah diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 104,34%; konsentrasi sedang diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 99,86%; konsentrasi tinggi diperoleh persentase rata-rata perolehan kembali sebesar 101,28%. Dengan demikian, hasil uji perolehan kembali larutan formaldehid pada sampel hati ayam memenuhi kriteria, dimana nilai persen perolehan kembali yang baik berada dalam rentang 90-107%. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.13.

#### **4.6 Pengujian Adanya Formaldehid dalam Sampel Usus Ayam**

Pada penelitian ini diuji 6 sampel usus ayam dari pedagang yang berbeda diambil dari 2 lokasi, yaitu 3 sampel dari Pasar Minggu, Jakarta Selatan dan 3 sampel lainnya berasal dari Pasar Kramat Jati, Jakarta Timur. Usus ayam yang diambil sebagai sampel berupa usus ayam bersih yang menunjukkan ciri-ciri warna kuning pucat, penampakan baik dan tidak dihinggapi lalat.

##### **4.6.1 Analisis Kualitatif dengan Pereaksi Schryver**

Pengujian dilakukan secara kualitatif terlebih dahulu. Pengujian dilakukan dengan cara memeriksa sejumlah sampel yang diambil dari usus ayam yang akan diuji. Potongan usus ayam yang digunakan sebesar  $\pm 1 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm}$  sebanyak  $\pm 5$  gram. Kemudian ditambahkan aquadest sebanyak  $\pm 50$  ml, dan dihomogenkan. Filtrat diambil sebanyak 5 tetes, diteteskan ke plat tetes. Selanjutnya ditambahkan 4 tetes campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan asam klorida 3,5 N (3 : 5) dan 1 tetes larutan kalium ferrisianida 3%, dilakukan triplo.

Pada pengujian sampel  $U_1$ ,  $U_2$ ,  $U_3$ ,  $U_4$ ,  $U_5$ , dan  $U_6$  hanya terdapat 1 sampel ( $U_3$ ) yang menunjukkan hasil positif, yaitu dari tidak berwarna menjadi pink muda pada salah satu sampel yang diambil dari Pasar Minggu. Sedangkan pada 5 sampel lainnya menunjukkan hasil yang negatif (Gambar 4.19). Pada sampel  $U_3$  yang menunjukkan hasil positif pengujian dilanjutkan pada analisis kuantitatif.

## 4.6.2 Analisis Kuantitatif dengan Pereaksi Schryver

### 4.6.2.1 Penyiapan Sampel untuk Analisis Kuantitatif Larutan Formaldehid dalam Sampel Usus Ayam

Sebelum dilakukan analisis kuantitatif, usus ayam terlebih dahulu dipotong kecil sampai berukuran  $\pm 1 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm}$ . Selanjutnya, dilakukan penyarian untuk mendapatkan formaldehid dalam sampel. Penyarian dilakukan secara bertahap dengan menggunakan aquadest berdasarkan sifat formaldehid yang sangat mudah larut dalam air. Sebanyak 5 gram potongan sampel usus ayam yang telah ditimbang kemudian dimasukkan dalam erlenmeyer bertutup dan ditambahkan aquadest sebanyak  $\pm 50 \text{ mL}$ . Erlenmeyer dikocok 1 menit setiap 5 menit selama 1 jam, kemudian dimasukkan ke dalam lemari es selama 30 menit untuk memisahkan pengotor lemak yang mengganggu. Lalu disaring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL. Proses penyarian kembali dilakukan dengan menambahkan 10 ml aquadest pada residu, dikocok dan disaring kembali. Penyarian ini dilakukan secara berulang sebanyak 4 kali hingga volume mencapai batas labu, dihomogenkan. Kemudian filtrat disentrifugasi dengan kecepatan 3500 rpm selama 10 menit untuk selanjutnya diukur serapannya.

### 4.6.2.2 Pengukuran Kadar Larutan Formaldehid secara Spektrofotometri dengan Menggunakan Pereaksi Schryver dalam Sampel Usus Ayam

Pemeriksaan sampel  $U_3$ , dilakukan secara spektrofotometri menggunakan pereaksi Schryver pada panjang gelombang 518 nm. Spektrum yang dihasilkan oleh sampel dapat dilihat pada Gambar 4.20. Hal ini menunjukkan bahwa sampel usus ayam yang diperoleh dari Pasar Minggu mengandung larutan formaldehid dengan kadar rata-rata sebesar 99,8481  $\mu\text{g/g}$ . Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.14 dan perhitungan pada Lampiran 4.

Hasil analisis menunjukkan bahwa 5 sampel usus ayam tidak mengandung formaldehid. Hasil ini mungkin dapat disebabkan sampel yang diambil telah dicuci terlebih dahulu oleh pedagang sehingga kadar formaldehid pada usus ayam menjadi

sangat rendah hingga tidak terdeteksi dengan metode dan cara penyarian yang digunakan.

Hasil positif yang didapatkan pada analisis formaldehid dalam usus ayam ini membuktikan bahwa penyalahgunaan larutan formaldehid sebagai pengawet makanan telah semakin meluas. Formaldehid juga ditambahkan dalam produk usus ayam. Oleh karena itu, dibutuhkan pengawasan yang lebih ketat dan antisipasi dari pemerintah terhadap adanya formaldehid dalam usus ayam yang beredar.

#### **4.7 Pengujian Adanya Formaldehid dalam Sampel Hati Ayam**

Sama seperti sampel usus ayam, pada penelitian ini diuji 6 sampel hati ayam dari pedagang yang berbeda diambil dari dua lokasi, yaitu 3 sampel dari Pasar Minggu, Jakarta Selatan dan 3 sampel lainnya berasal dari Pasar Kramat Jati, Jakarta Timur. Hati ayam yang diambil sebagai sampel berupa hati ayam mentah tanpa ampela, jantung, dan empedu yang menunjukkan ciri-ciri warna merah kecoklatan, penampakan baik dan tidak dihinggapi lalat.

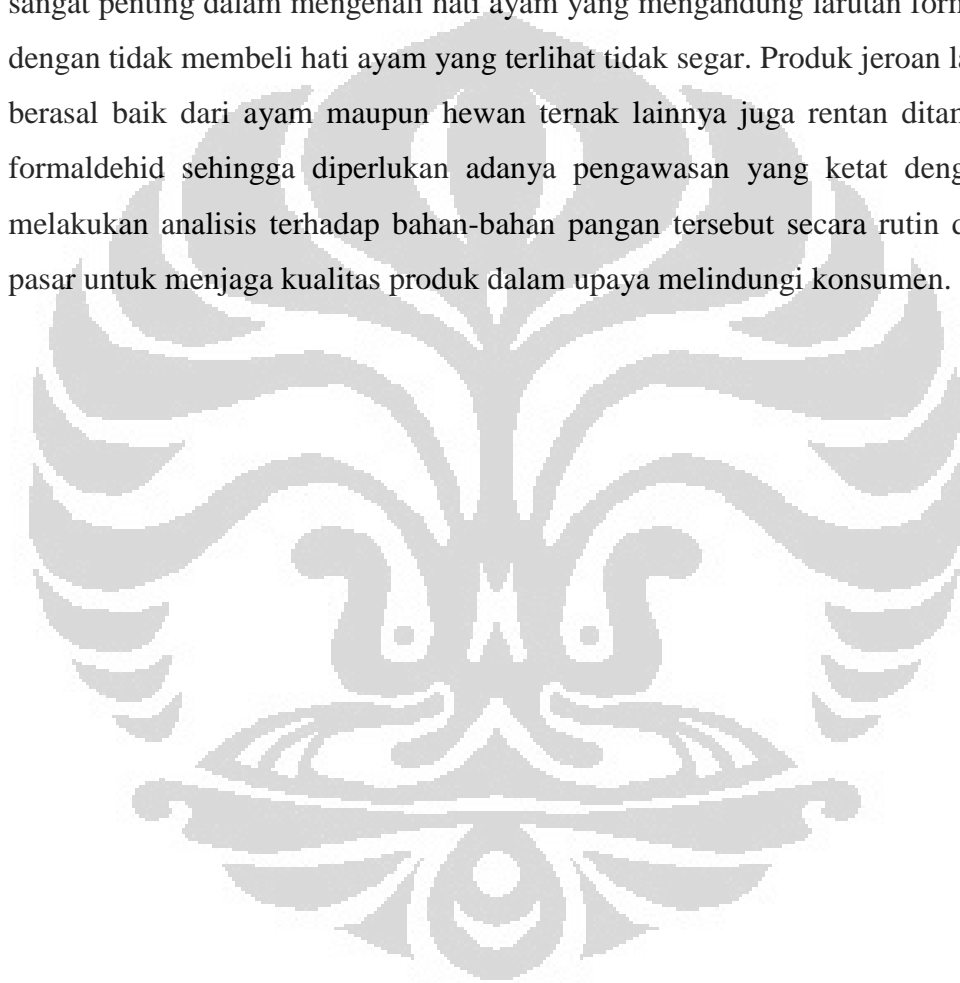
##### **4.7.1 Analisis Kualitatif dengan Pereaksi Schryver**

Seperti halnya pada sampel usus ayam, pemeriksaan pada sampel hati ayam didahului pengujian secara kualitatif. Pengujian ini dilakukan dengan cara memeriksa sejumlah sampel yang diambil dari hati ayam yang akan diuji. Potongan hati ayam yang digunakan sebesar  $\pm 1 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm} \times 0,5 \text{ cm}$  sebanyak  $\pm 5$  gram. Kemudian ditambahkan aquadest sebanyak  $\pm 50$  ml dan dihomogenkan. Selanjutnya filtrat diambil sebanyak 5 tetes, diteteskan ke plat tetes dan ditambahkan 4 tetes campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan asam klorida 3,5 N (3 : 5) dan 1 tetes larutan kalium ferrisianida 3%, dilakukan triplo.

Pada pemeriksaan sampel H<sub>1</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>3</sub>, H<sub>4</sub>, H<sub>5</sub>, dan H<sub>6</sub> dengan pereaksi Schryver menunjukkan warna larutan yang sama dengan hasil (-) pada seluruh sampel (Gambar 4.19). Hal ini menunjukkan bahwa keenam sampel hati ayam tidak mengandung larutan formaldehid sehingga tidak perlu dilakukan analisis kuantitatif.

Hasil analisis menunjukkan bahwa tidak ada penggunaan larutan formaldehid sebagai pengawet dalam hati ayam. Kemungkinan penggunaan ini kecil karena penambahan larutan formaldehid pada hati ayam sedikit mengubah warna dari hati ayam sehingga perbedaannya dapat dikenali. Pada hati ayam yang ditambahkan larutan formaldehid, warna penampakannya agak berubah dari merah segar menjadi agak kecoklatan sehingga tampak kurang segar.

Dengan demikian, ketelitian sebelum membeli menjadi suatu hal yang sangat penting dalam mengenali hati ayam yang mengandung larutan formaldehid dengan tidak membeli hati ayam yang terlihat tidak segar. Produk jeroan lain yang berasal baik dari ayam maupun hewan ternak lainnya juga rentan ditambahkan formaldehid sehingga diperlukan adanya pengawasan yang ketat dengan cara melakukan analisis terhadap bahan-bahan pangan tersebut secara rutin di pasar-pasar untuk menjaga kualitas produk dalam upaya melindungi konsumen.



## **BAB 5**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

- a. Hasil optimasi menunjukkan bahwa formula pereaksi Schryver yang terdiri dari 4 bagian campuran larutan fenilhidrazin hidroklorida 3% dengan asam klorida 3,5 N (3 : 5) dan 1 bagian larutan kalium ferrisianida 3% merupakan komposisi optimum untuk analisis formaldehid didasarkan atas intensitas serapan yang tinggi dan stabilitasnya yang baik.
- b. Identifikasi formaldehid dalam 6 sampel usus ayam yang diambil dari Pasar Minggu dan Pasar Kramat Jati, diperoleh 1 sampel positif yang berasal dari Pasar Minggu dengan kadar 99,8481  $\mu\text{g}/\text{gram}$ . Sedangkan pada uji identifikasi formaldehid dalam 6 sampel hati ayam yang diambil dari Pasar Minggu dan Pasar Kramat Jati tidak didapatkan hasil positif.

#### **5.2 Saran**

- a. Perlu dilakukan pencarian metode penyarian yang lebih baik sehingga dapat mendeteksi formaldehid hingga kadar yang sangat kecil dalam sampel secara akurat.
- b. Perlu adanya analisis formaldehid dalam produk makanan jeroan yang berasal dari ayam ataupun hewan ternak lainnya secara rutin ke pasar-pasar, terutama pasar tradisional.

## DAFTAR ACUAN

- Akoso, Dr. Tri Budi. (1998). *Kesehatan Unggas, Panduan Bagi Petugas Teknis, Penyuluh Dan Peternak*. Jakarta.: Penerbit Kanisius; 19-25.
- Allport, Noel. L. (1951). *Colorimetric Analysis*. New York: Chapman & Hall, Ltd ; 397-399.
- Anwar, Faisal dan Ali Khomsan. (2009). *Makan Tepat Badan Sehat*. Jakarta: Penerbit Hikmah; 145.
- Basset, J, R.C. Denney, G.H. Jeffery, J. Mendham. (1994). *Vogel's Textbook Of Quantitative Inorganic Analysis*. New York: EGC; 242-243, 251-255.
- Bianchi, F, M careri, M. Musci, A. Mangia. (2007). Fish and food safety: determination of formaldehyde in 12 fish species by SPME extraction and GC-MS analysis. *Food Chem.*, 100, 1049-1053.
- Boyd, John., Milan A. Logan. (1945). *The Estimation of free Formaldehyde By Diffusion*. Department of Biological Chemistry, University of Cincinnati College of medicine; 571–583.
- Day, RA. AL Underwood. (2001). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi VI.. Jakarta: Penerbit Erlangga; 394-404,412-416.
- Dellman,.H. (1971). *Veterinary histology*. Philadelphia: Lea & Febinger; 41.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1979). *Farmakope Indonesia ed III*. Jakarta; 259, 676.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *Farmakope Indonesia ed IV*. Jakarta; 254, 649, 1016, 1051-1063.
- EFSA. (2006). Use of formaldehyde as a preservative during the manufacture and preparation of food additives. *The European Food Safety Authority Journal*, 415; 1-10. <http://www.efsa.europa.eu/en/scdocs/doc/415.pdf>.
- Fadilah, Roni, dan. Agustin Polana. (2004). *Aneka Penyakit pada Ayam dan Cara Mengatasinya*. Tangerang: PT.Agromedia Pustaka; 4-6.
- Gandjar, Ibnu Ghalib dan Abdul Rohman. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 220- 265; 456- 481.
- Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Penggunaannya*. *Majalah Ilmu Kefarmasian* 1 (3); 117-135.

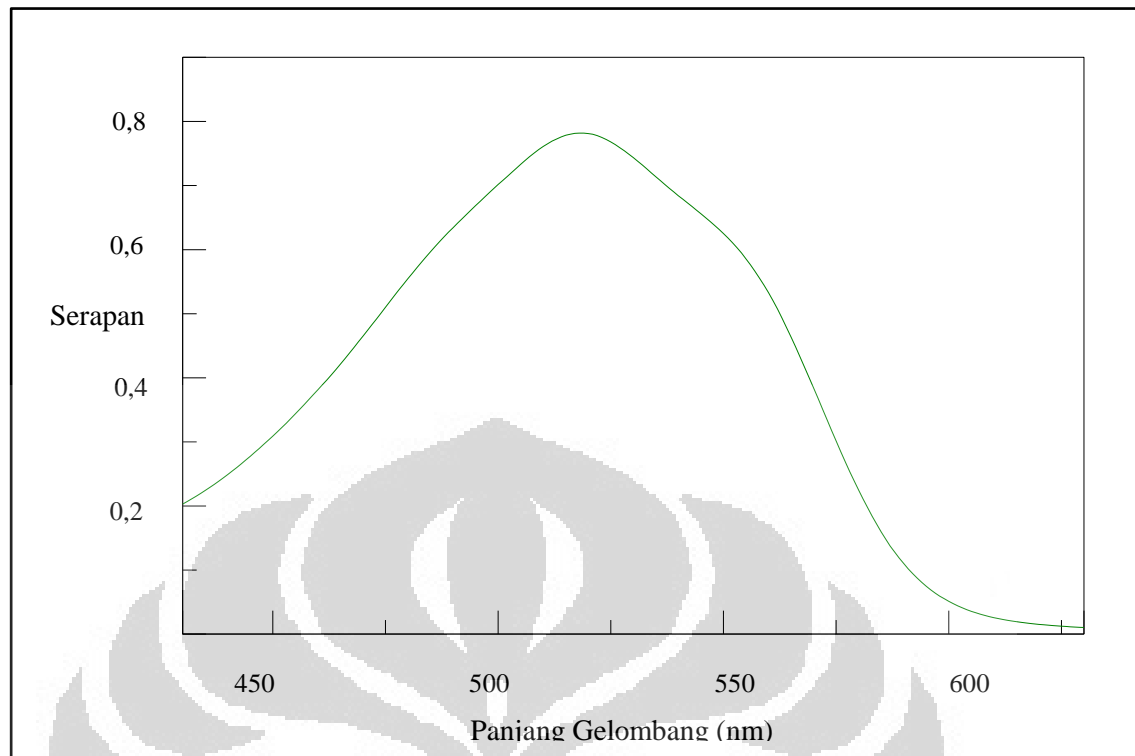
- Harmita. (2006a). *Analisis Kuantitatif Bahan Baku dan Sediaan Farmasi*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia; 157-166, 222-224, 226.
- Harmita. (2006b). *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia; 144 – 162.
- Health and Safety Executive. (1994). *Methods for The Determination of Hazardous Substances-Formaldehyde in Air*. 20 Maret 2011. <http://hse.gov.uk/pubns/mdhs/pdfs/mdhs78.pdf>; 2-3.
- Hogness, T. R.& Warren G. Johnson. (1954). *Qualitative Analysis and Chemical Equilibrium 4th edition*. New York: Holt, Rinehart & Winston; 101-443.
- IARC. (2006). *IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans: Formaldehyde, 2-Butoxyethanol and 1-tert-Butoxypropan-2-ol. Vol.88*. Lyon: WHO.
- Kateman, G & L. Buydens. (1993). *Quality control in Analytical Chemistry 2<sup>nd</sup> edition volume 60*. New York: Wiley Interscience Publication; 251-259.
- Loudon, Marc. (1995). *Organic Chemistry 3rd edition*. New York: Benjamin/Cummings Publishing Company; 905.
- Mursito, Bambang. (2004). *Analisis Spektrofotometri Uv-Vis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 58-60.
- Nash, T. (1953). Colorimetric estimation of formaldehyde by means of Hantzsch reaction. *Biochem. J.*, 55 (3); 417-418.
- Nugroho, Sigit. (2010). *Waspada beli usus ayam di pasar*. [www.wartakota.co.id](http://www.wartakota.co.id). 25 desember 2010. 12.52 WIB
- O'Neil, et al.,. (2001). *The Merck Index 13 th ed*, New York: Merck & co.,; 850-852, 928, 1308.
- Patnaik, Praydot. (1992). *A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances*. New York: Van Nostrand Reinhold; 94.
- Priyatno, Martono Adi. (2003). *Mendirikan Usaha Pemetongan Ayam*. Bogor: Panebar Swadaya; 55-58.
- Reynold, James E.F (ed). (1982). *Martindale the Extra Pharmacopoeia 28 th ed*, London : The Pharmaceutical Press; 563-564.



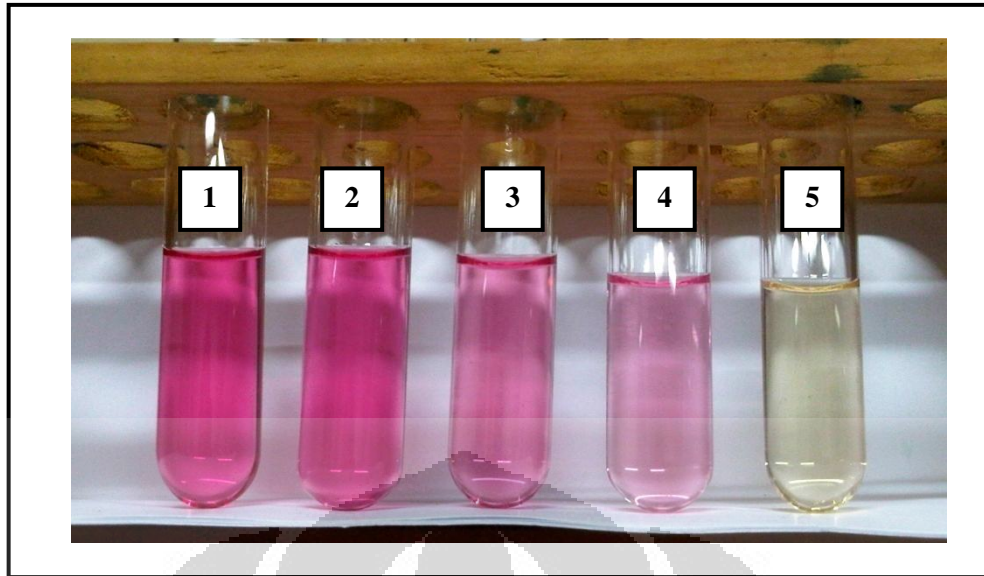
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1991). *Dasar-dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty Yogyakarta; 39-42.
- Schryver, S.B. (1910). The photochemical formation of formaldehyde in green plants. *Proc. Roy. Soc. London, Series B* 82 (554); 227.
- Soebijoto, Hertanto. (2010) *Petugas Temukan 20 Kg Usus Berformalin*. [www.kompas.com](http://www.kompas.com). 27 November 2010. 11.31 WIB
- Suprijatna, Edjeng, Umiyati Atmomarsono, Ruhyat Kartasudjana. (2008). *Ilmu Dasar Ternak Unggas*. Bogor :Panebar Swadaya.
- Suryadi, Herman, Hayun, dan Harsono, F.D. (2008). *Selection of Formalin Method of Analysis Based on Colour Reaction and Spectrophotometry UV-Vis*. Proseeding Kongres Ilmiah ISFI; 1-10.
- Suryadi, H., Mansur, U., & Christine, N. (2008). *Optimasi pereaksi Schryver untuk identifikasi formalin dalam sampel permen*. Kongres Ilmiah XVI Ikatan Sarjana Farmasi Indonesia. Yogyakarta.
- The United States Pharmacopoeial Convention. (1999). *United states pharmacopoeia 24*. United States Pharmacopoeia Convention Inc., Rockville.
- Walter, Wolfgang. (1996). *Handbook of Organic Chemistry*. New York: Prentice Hall Europe; 197-198.
- Winarno, F.G dan Tuti Selistiyowati. (1994). *Bahan Tambahan Untuk Makanan dan Kontaminan*. Jakarta: Pustaka Sinar harapan; 101-105.
- Windholtz, Martha & Susan Budavari. (1983). *The Merck Index 11 th ed*, New York: Merck & co, Inc.,; 4148.
- World Health Organization Environmental Health Criteria. (1989). *Formaldehyde*. Geneva: International programme on chemical safety; 18, 22, 29, 147, 150.
- Young, E.G., & Conway, C.F. (1941). On the estimation of allantoin by the Rimini-Schryver reaction. *J. Biol. Chem.*; 55, 849.



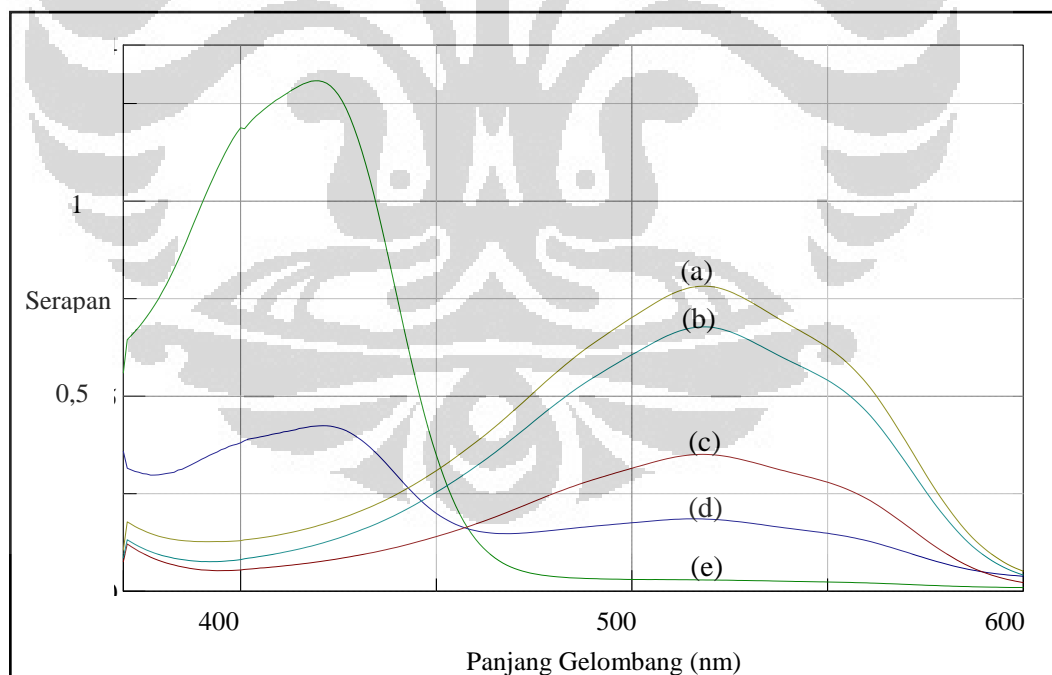
# GAMBAR



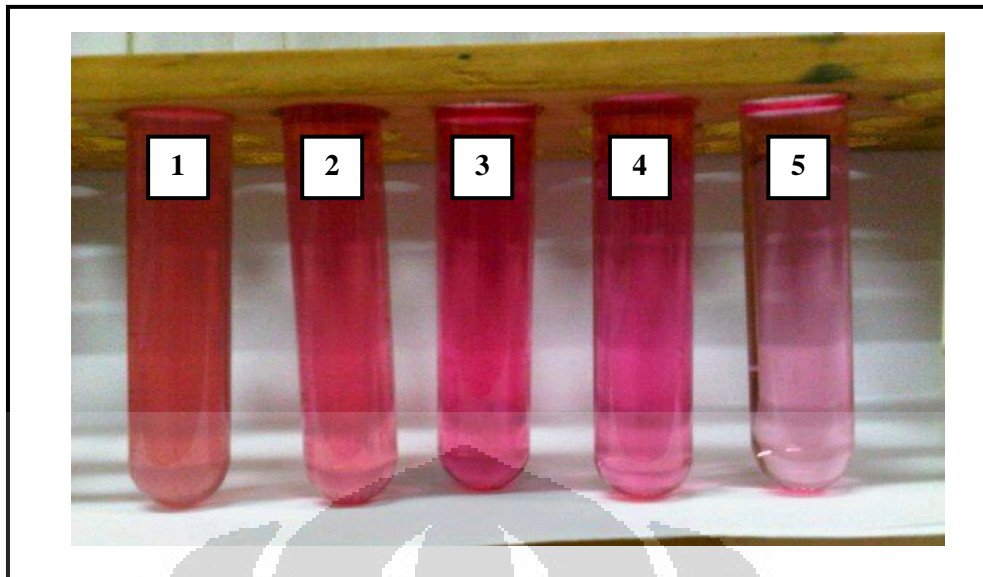
**Gambar 4.7** Spektrum serapan hasil reaksi antara larutan formaldehid konsentrasi 15 mg/L dengan pereaksi Schryver.



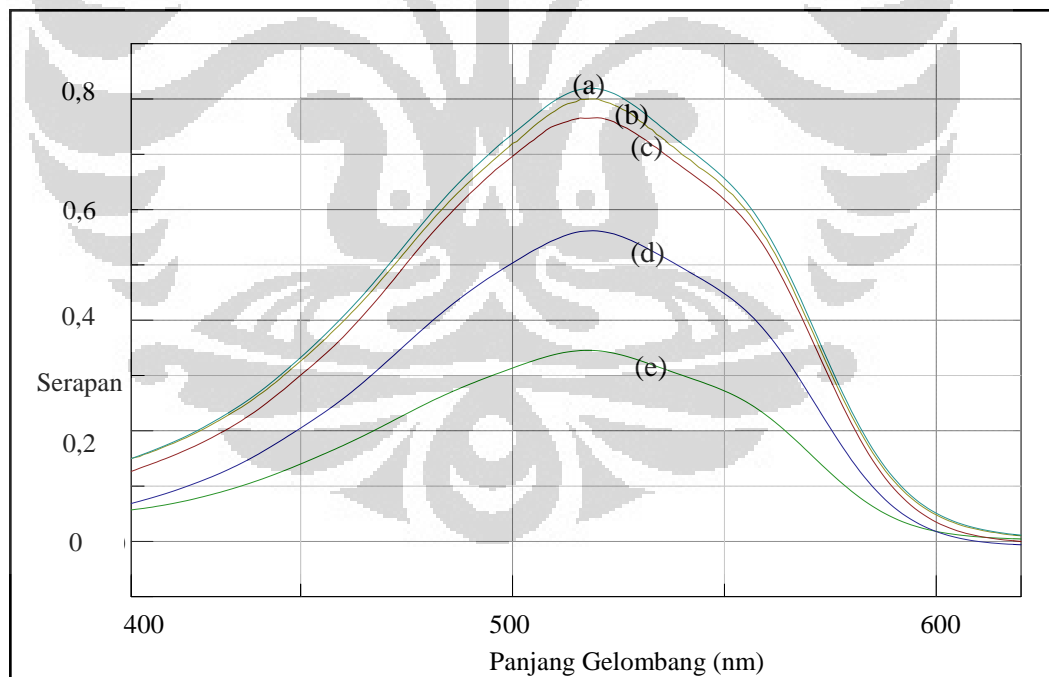
**Gambar 4.8** Reaksi warna yang dihasilkan dari formaldehid 13 mg/L dan pereaksi Schryver yang menggunakan fenilhidrazin hidroklorida konsentrasi (1) 5% (2) 3 % (3) 1% (4) 0,5 % (5) 0,1 % dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.



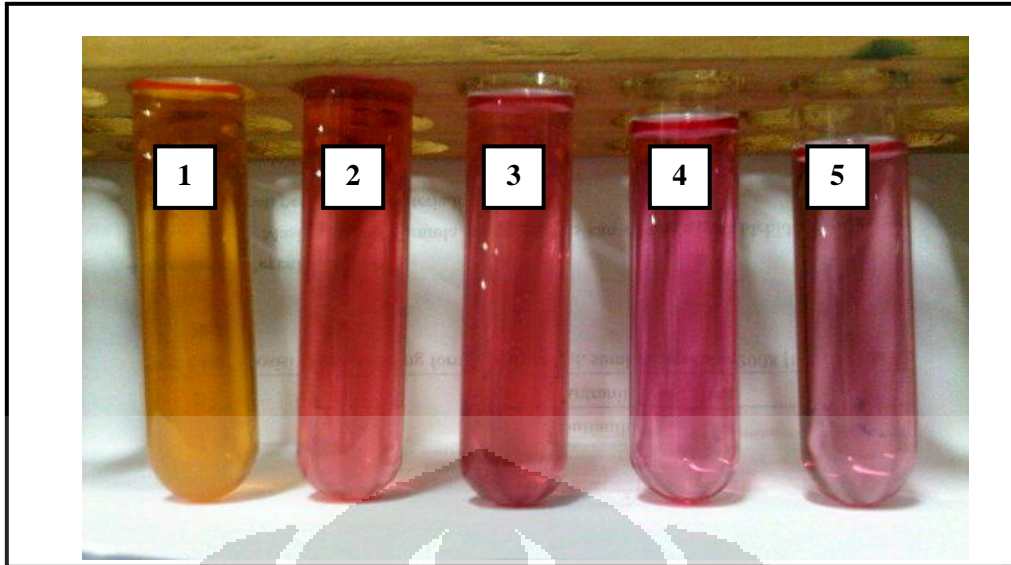
**Gambar 4.9** Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada 10 menit pertama; konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida (a) 5%; (b) 3%; (c) 1%; (d) 0,5%; (e) 0,1%.



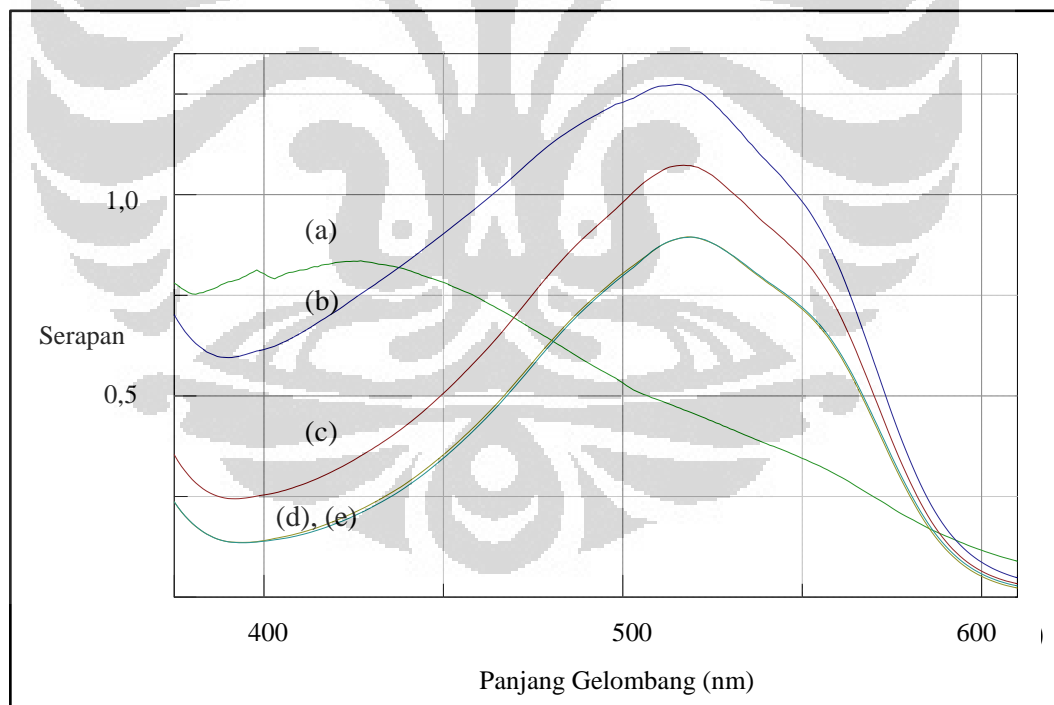
**Gambar 4.10** Reaksi warna yang dihasilkan dari formaldehid 13 mg/L dan pereaksi Schryver yang menggunakan kalium ferrisianida konsentrasi (1) 7% (2) 5% (3) 3% (4) 1% (5) 0,5% dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.



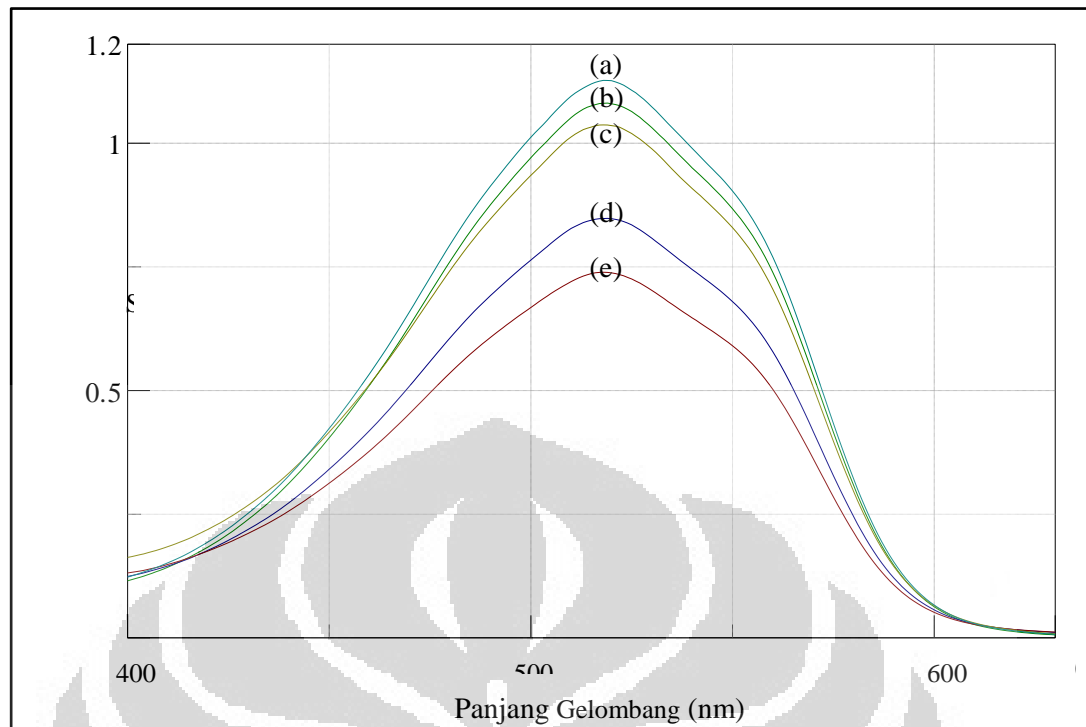
**Gambar 4.11** Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 13 mg/L pada 10 menit pertama dalam optimasi siklus pertama; konsentrasi kalium ferrisianida (a) 7%; (b) 5%; (c) 3%; (d) 1%; (e) 0,5%.



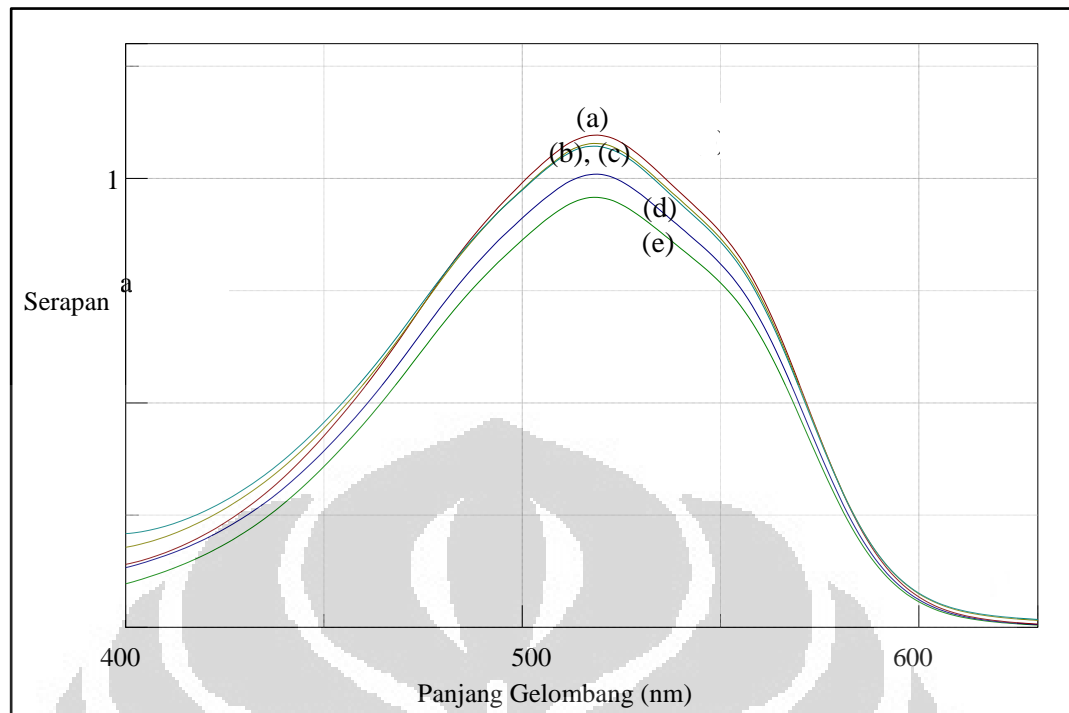
**Gambar 4.12** Reaksi warna yang dihasilkan dari formaldehid 14 mg/L dan pereaksi Schryver yang menggunakan asam klorida normalitas (1) 0,1 N (2) 1 N (3) 2,5 N (4) 4,5 N (5) 5N dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar.



**Gambar 4.13** Pengaruh normalitas asam klorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan larutan formaldehid 14 mg/L pada waktu 10 menit pertama dalam optimasi siklus pertama; Normalitas asam klorida (a) 0,1 N; (b) 1 N; (c) 2,5 N; (d) 4,5 N; (e) 5 N.

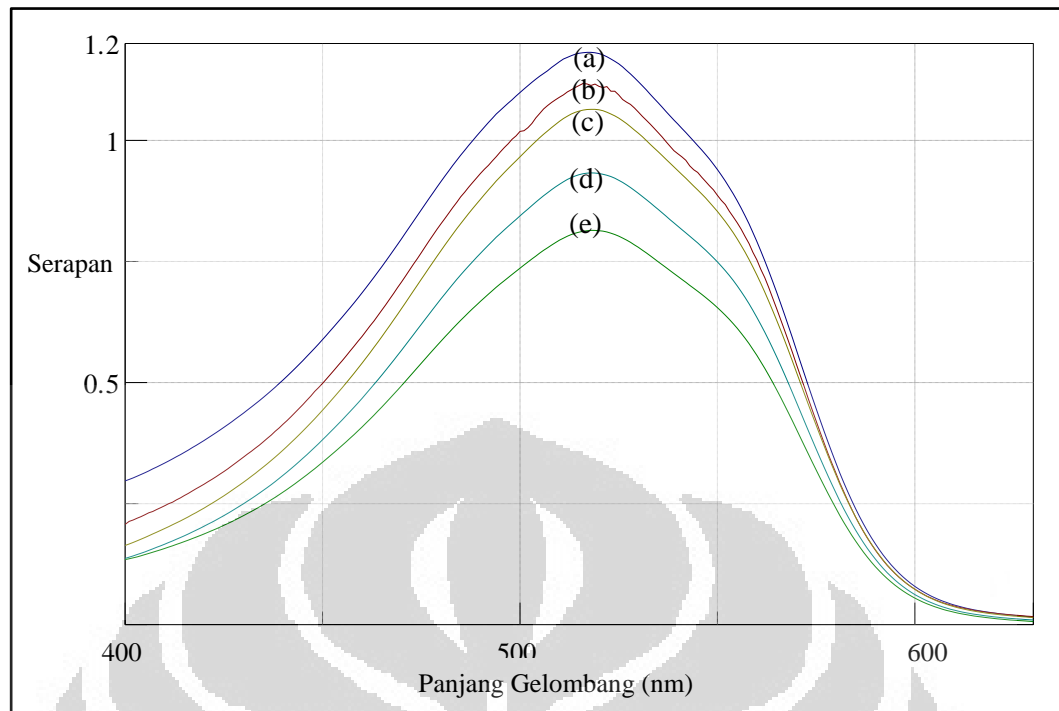


**Gambar 4.14** Pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada 10 menit pertama; konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida (a) 4%; (b) 3,5%; (c) 3%; (d) 2,5%; (e) 2 %.

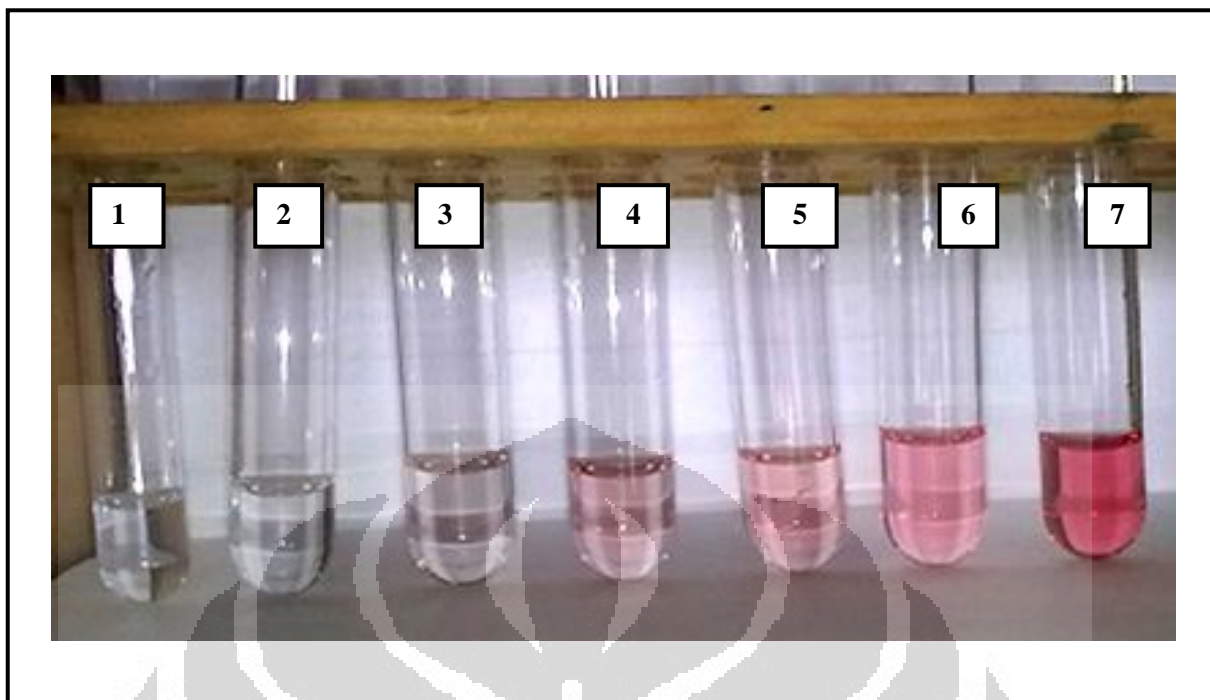


**Gambar 4.15** Pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 19 mg/L pada 10 menit pertama dalam optimasi siklus kedua; konsentrasi kalium ferrisianida (a) 4 %; (b) 3,5 %; (c) 3 %; (d) 2,5 %; (e) 2 %.

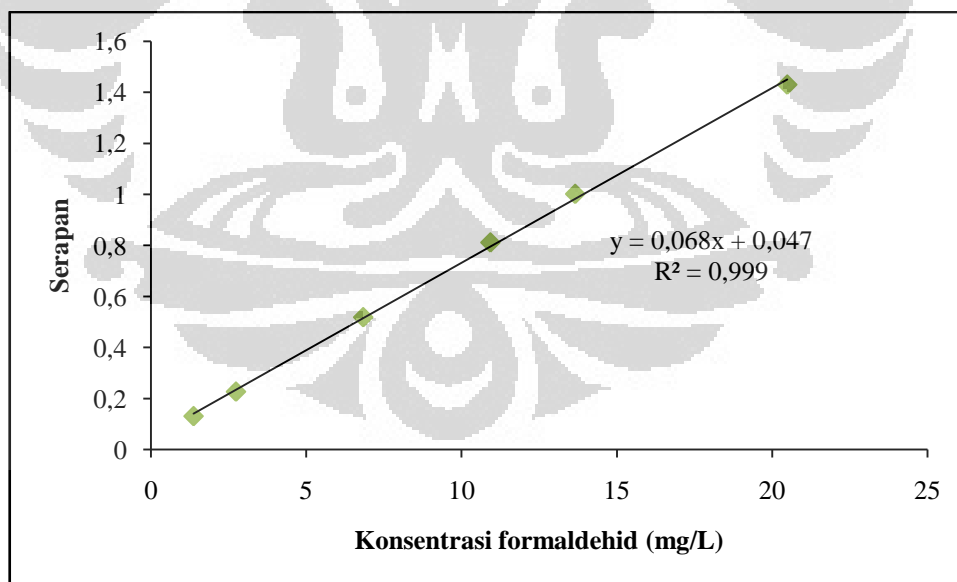




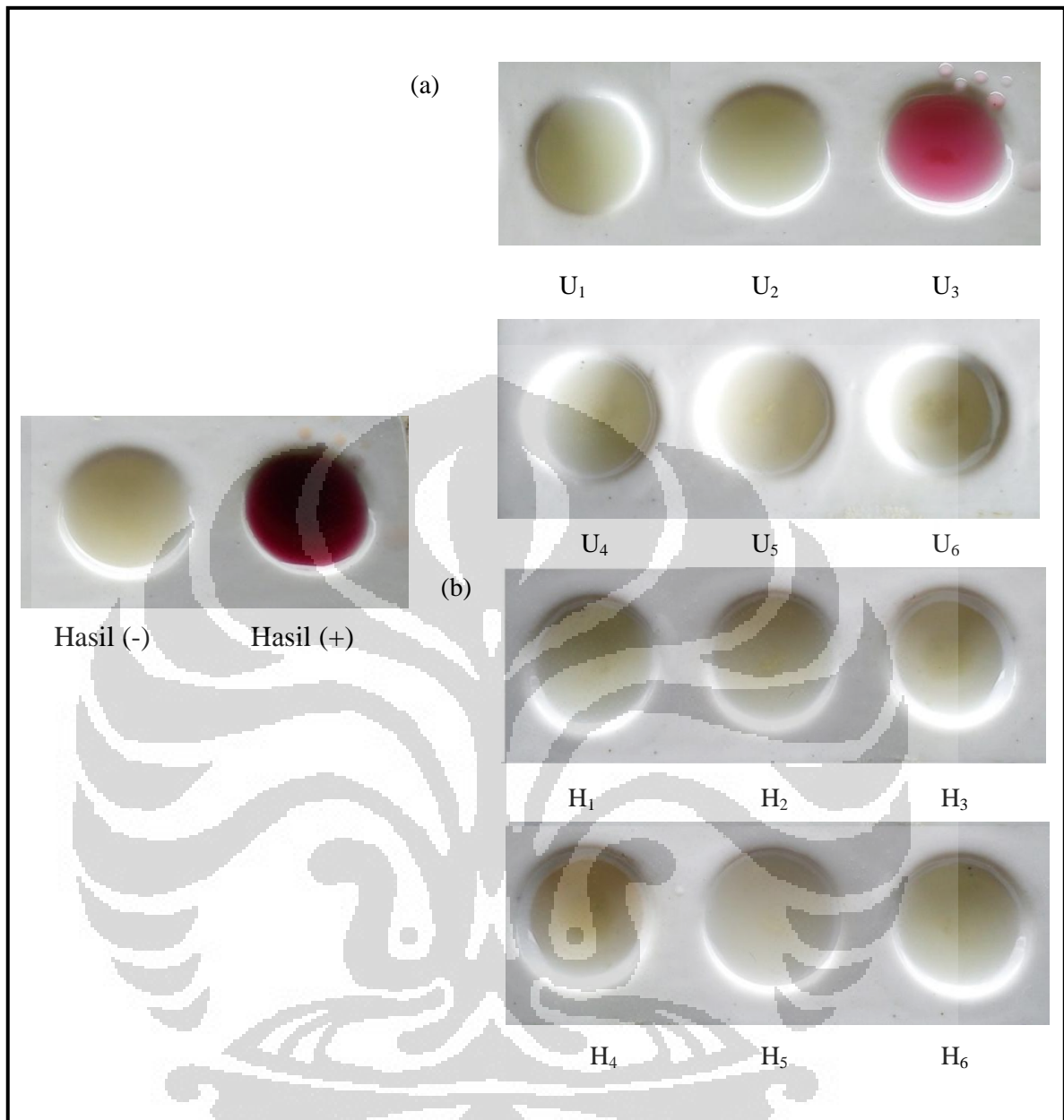
**Gambar 4.16** Pengaruh normalitas asam klorida terhadap spektrum serapan yang terbentuk dari kompleks pereaksi Schryver dengan formaldehid 15 mg/L pada waktu 10 menit pertama dalam optimasi siklus kedua; Normalitas asam klorida (a) 2,5 N; (b) 3 N ;(c) 3,5 N; (d) 4 N; (e) 4,5 N.



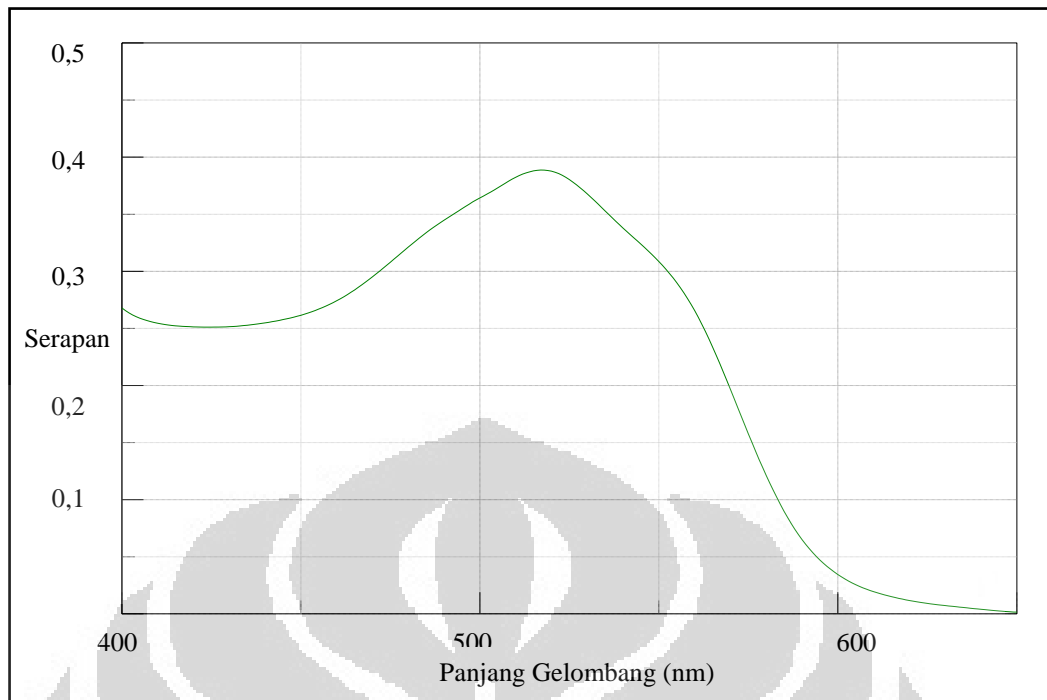
**Gambar 4.17** Hasil uji sensitivitas pereaksi Schryver terhadap (1) aquadest sebagai kontrol negatif; larutan formaldehid dengan konsentrasi (2) 0,1 mg/L; (3) 0,2 mg/L; (4) 0,5 mg/L; (5) 1 mg/L; (6) 2 mg/L; dan (7) 5 mg/L.



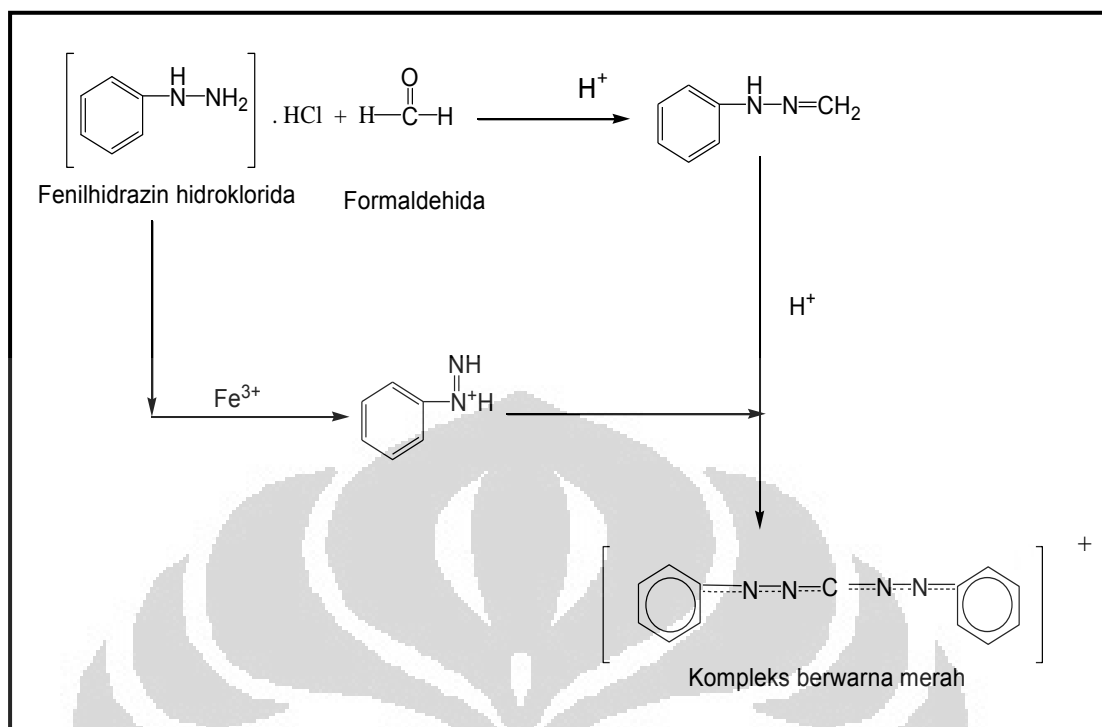
**Gambar 4.18** Kurva kalibrasi senyawa kompleks hasil reaksi antara larutan formaldehid dengan pereaksi Schryver pada panjang gelombang 518 nm. Dengan persamaan garis  $y = 0,04719 + 0,06849 x$  dan  $r = 0,9995$ .



**Gambar 4.19** Pengujian (a) sampel usus ayam dan (b) hati ayam dari Pasar Minggu dan Pasar Kramat Jati secara kualitatif menggunakan pereaksi Schryver.



**Gambar 4.20** Spektrum serapan sampel usus ayam yang mengandung larutan formaldehid dengan pereaksi Schryver.



[Sumber: Suryadi, Hayun, & Harsono, 2008]

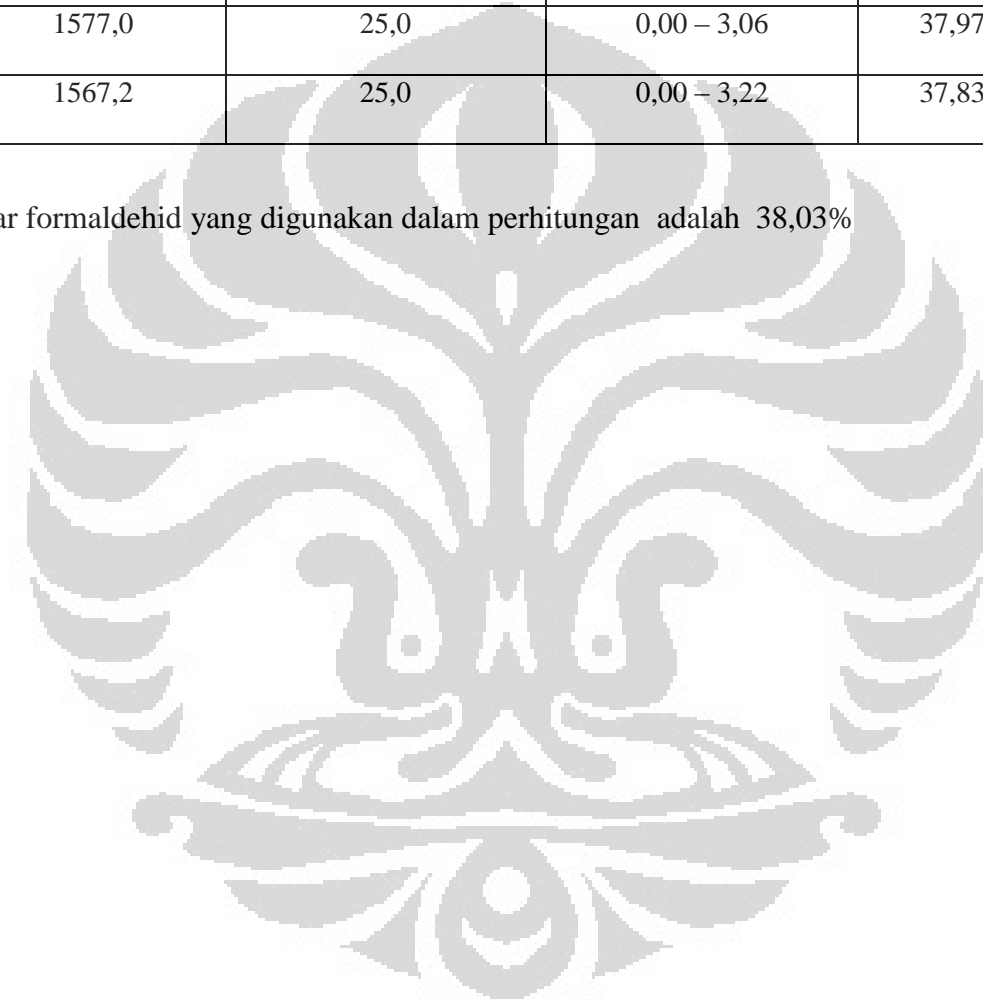
**Gambar 4.21** Reaksi antara formaldehid dengan pereaksi Schryver (telah diolah kembali).



**Tabel 4.2** Data penetapan kadar formaldehid standar secara titrasi asam basa

<b>Berat formaldehid (mg)</b>	<b>Volume NaOH 1 N (ml)</b>	<b>Volume HCl 1 N (ml)</b>	<b>Kadar (%)</b>
1723,2	25,0	0,00 – 1,14	38,03 %
1577,0	25,0	0,00 – 3,06	37,97 %
1567,2	25,0	0,00 – 3,22	37,83 %

Kadar formaldehid yang digunakan dalam perhitungan adalah 38,03%



**Tabel 4.3** Data pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar

Konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida (% b/v)	Waktu (menit)	Serapan (A) pada $\lambda = 518 \text{ nm}$
Larutan fenilhidrazin hidroklorida 0,1%	1	0,017978
	5	0,028896
	10	0,040067
	15	0,045808
	20	0,055217
	25	0,067177
	30	0,071123

Larutan fenilhidrazin hidroklorida 0,5%	1	0,062028
	5	0,185029
	10	0,227869
	15	0,243801
	20	0,248450
	25	0,262767
	30	0,259060

Larutan fenilhidrazin hidroklorida 1%	1	0,164340
	5	0,350649
	10	0,350042
	15	0,350153
	20	0,349976
	25	0,349036
	30	0,348646



Larutan fenilhidrazin hidroklorida 3%	1	0,728094
	5	0,701097
	10	0,684146
	15	0,665908
	20	0,648791
	25	0,626870
	30	0,607230

Larutan fenilhidrazin hidroklorida 5%	1	0,833185
	5	0,781821
	10	0,741320
	15	0,700574
	20	0,663704
	25	0,602249
	30	0,566410

**Tabel 4.4** Data pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 13 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar

Konsentrasi kalium ferrisianida (% b/v)	Waktu (menit)	Serapan (A) pada $\lambda = 518 \text{ nm}$
Larutan kalium ferrisianida 0,5%	1	0,365522
	5	0,359729
	10	0,345040
	15	0,332617
	20	0,324141
	25	0,315937
	30	0,303495

Larutan kalium ferrisianida 1%	1	0,617292
	5	0,603210
	10	0,594160
	15	0,582432
	20	0,568438
	25	0,556356
	30	0,535674

Larutan kalium ferrisianida 3%	1	0,763070
	5	0,763233
	10	0,764291
	15	0,764138
	20	0,749010
	25	0,746053
	30	0,729245

Larutan kalium ferrisianida 5%	1	0,749045
	5	0,779766
	10	0,817505
	15	0,818443
	20	0,821399
	25	0,814947
	30	0,813352

Larutan kalium ferrisianida 7%	1	0,727911
	5	0,783982
	10	0,820248
	15	0,833311
	20	0,850557
	25	0,847843
	30	0,826007

**Tabel 4.5** Data pengaruh kepekatan asam klorida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 14 mg/L dalam optimasi siklus pertama pada suhu kamar

Normalitas HCl	Waktu (menit)	Serapan (A) pada $\lambda = 518 \text{ nm}$
HCl 0,1 N	1	0,802910
	5	0,464190
	10	0,391899
	15	0,272266
	20	0,234001
	25	0,208857
	30	0,161485
HCl 1N	1	1,375200
	5	1,268110
	10	1,158870
	15	1,111830
	20	1,025410
	25	0,948497
	30	0,882964
HCl 2,5 N	1	0,980137
	5	1,075810
	10	1,052000
	15	1,063320
	20	1,061920
	25	1,056020
	30	1,013910

HCl 4,5 N	1	0,896762
	5	0,903225
	10	0,904798
	15	0,919787
	20	0,918194
	25	0,938000
	30	0,944322

HCl 5N	1	0,873863
	5	0,896021
	10	0,900954
	15	0,911052
	20	0,925480
	25	0,932277
	30	0,931802

**Tabel 4.6** Data pengaruh konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada suhu kamar

Konsentrasi fenilhidrazin hidroklorida (% b/v)	Waktu (menit)	Serapan (A) pada $\lambda = 518 \text{ nm}$
Larutan fenilhidrazin hidroklorida 2%	1	0,594688
	5	0,729299
	10	0,741394
	15	0,755669
	20	0,763933
	25	0,778409
	30	0,781370
Larutan fenilhidrazin hidroklorida 2,5%	1	0,699039
	5	0,839939
	10	0,848878
	15	0,859177
	20	0,867555
	25	0,867966
	30	0,865076
Larutan fenilhidrazin hidroklorida 3%	1	1,038890
	5	1,034930
	10	1,036280
	15	1,037420
	20	1,023940
	25	1,021520
	30	1,012170

Larutan fenilhidrazin hidroklorida 3,5%	1	1,061980
	5	1,063100
	10	1,076500
	15	1,077880
	20	1,089230
	25	1,086200
	30	1,071970

Larutan fenilhidrazin hidroklorida 4%	1	1,131370
	5	1,119540
	10	1,125730
	15	1,130880
	20	1,129950
	25	1,117130
	30	1,100940

**Tabel 4.7** Data pengaruh konsentrasi kalium ferrisianida terhadap stabilitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 19 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada suhu kamar

Konsentrasi kalium ferrisianida (% b/v)	Waktu (menit)	Serapan (A) pada $\lambda = 518 \text{ nm}$
Larutan kalium ferrisianida 2%	1	0,968459
	5	0,947570
	10	0,963653
	15	0,968149
	20	0,968642
	25	0,965580
	30	0,971358

Larutan kalium ferrisianida 2,5%	1	1,028750
	5	1,016530
	10	1,014130
	15	1,019770
	20	1,022030
	25	1,020710
	30	1,019744

Larutan kalium ferrisianida 3%	1	1,090650
	5	1,094580
	10	1,094830
	15	1,101450
	20	1,101140
	25	1,102530
	30	1,102546



Larutan kalium ferrisianida 3,5%	1	1,083920
	5	1,098240
	10	1,099910
	15	1,105660
	20	1,110550
	25	1,110422
	30	1,110240

Larutan kalium ferrisianida 4%	1	1,105700
	5	1,105188
	10	1,105853
	15	1,106298
	20	1,106646
	25	1,107487
	30	1,107922

**Tabel 4.8** Data pengaruh kepekatan asam klorida terhadap intensitas warna yang dihasilkan dari pereaksi Schryver dan formaldehid 15 mg/L dalam optimasi siklus kedua pada suhu kamar

Normalitas HCl	Waktu (menit)	Serapan (A) pada $\lambda = 518 \text{ nm}$
HCl 2,5 N	1	1,109990
	5	1,181490
	10	1,148460
	15	1,133860
	20	1,120850
	25	1,094290
	30	1,073610
HCl 3 N	1	1,015270
	5	1,113240
	10	1,110080
	15	1,111780
	20	1,105950
	25	1,088160
	30	1,070610
HCl 3,5 N	1	0,989226
	5	1,067600
	10	1,066240
	15	1,070970
	20	1,068270
	25	1,064190
	30	1,057060

HCl 4 N	1	0,951179
	5	0,939582
	10	0,944418
	15	0,942815
	20	0,943891
	25	0,938746
	30	0,943452

HCl 4,5 N	1	0,825540
	5	0,819051
	10	0,827701
	15	0,827652
	20	0,821471
	25	0,819816
	30	0,815449

**Tabel 4.9** Data kurva kalibrasi formaldehid dengan pereaksi Schryver

<b>Konsentrasi formaldehid (mg/L)</b>	<b>Serapan (A)</b>
1,3657	0,130689
2,7314	0,226701
6,8286	0,518400
10,9257	0,811205
13,6572	1,001630
20,4858	1,429890

$$a = 0,04719$$

$$b = 0,06849$$

$$r = 0,9995$$

$$\text{Persamaan regresi linier : } y = 0,04719 + 0,06849 x$$

**Tabel 4.10** Data Perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Konsentrasi (mg/L)	Serapan (A)	$Y_i = a + bx$	$(Y - Y_i)^2$	$X^2$
1,3657	0,130689	0.140726	0,000100741369	1,86513649
2,7314	0,226701	0.234263	0,000057183844	7,46054596
6,8286	0,518400	0.514880	0,0000123904	46,62977796
10,9257	0,811205	0.795491	0,000246929796	119,3709205
13,6572	1,001630	0.982571	0,000363245481	186,5191118
20,4858	1,429890	1.450262	0,000415018384	419,6680016
N = 6			$\Sigma = 0,001195503274$	$\Sigma = 781,5134944$

Persamaan regresi linier :  $y = 0,04719 + 0,06849 x$

$$r = 0,9995$$

S (y/x) = 0,0154629187

b = 0,04719

Batas deteksi (LOD) = 0,04638875611 mg/L  $\approx$  0,0464 mg/L

Batas kuantitasi (LOQ) = 0,154629187 mg/L  $\approx$  0,1546 mg/L

**Tabel 4.11** Data uji keterulangan pembentukan warna senyawa kompleks hasil reaksi antara formaldehid konsentrasi 10,489 mg/L dengan pereaksi Schryver

No.	Konsentrasi formaldehid (mg/L)	Serapan (A)
1.	10,489	0,758154
2.	10,489	0,765591
3.	10,489	0,761648
4.	10,489	0,765191
5.	10,489	0,764291
6.	10,489	0,770429

Serapan rata-rata = 0,764217333

Standar deviasi = 0,004118024599

Koefisien variasi = 0,538 %

**Tabel 4.12** Data uji perolehan kembali formaldehid dengan konsentrasi 3,0; 7,0; dan 14,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel usus ayam

Simulasi	Ulangan	Serapan (A) $\lambda = 518$ nm	Kadar Sebenarnya (mg/L)	Kadar Diperoleh (mg/L)	Perolehan Kembali (%)	Rata- rata UPK (%)	
I	1	0,247762	2,8576	2,9285	102,48	100,08	SD= 0,05 KV=2,0
	2	0,240208	2,8576	2,8182	98,62		
	3	0,241249	2,8576	2,8334	99,15		
II	1	0,527544	7,182	7,013	97,65	98,64	SD= 1,35 KV=1,90
	2	0,526620	7,182	7,000	97,46		
	3	0,543057	7,182	7,240	100,81		
III	1	1,060020	14,782	14,788	100,04	100,05	SD=0,001 KV=0,009
	2	1,060203	14,782	14,791	100,06		
	3	1,060143	14,782	14,789	100,05		

**Tabel 4.13** Data uji perolehan kembali formaldehid dengan konsentrasi 3,0; 7,0; dan 14,0 mg/L yang ditambahkan pada sampel hati ayam

Simulasi	Ulangan	Serapan (A) $\lambda = 518 \text{ nm}$	Kadar Sebenarnya (mg/L)	Kadar Diperoleh (mg/L)	Perolehan Kembali (%)	Rata- rata UPK (%)	
I	1	0,264721	3,0232	3,1761	105,06	104,34	SD= 0,03 KV=1,11
	2	0,264543	3,0232	3,1735	104,97		
	3	0,260474	3,0232	3,1141	103,0		
II	1	0,539907	7,144	7,194	100,71	99,86	SD= 0,11 KV=1,51
	2	0,531482	7,144	7,071	98,98		
	3	0,535934	7,144	7,136	99,88		
III	1	1,035843	14,288	14,435	101,03	101,28	SD=0,03 KV=0,21
	2	1,039884	14,288	14,494	101,44		
	3	1,039130	14,288	14,483	101,37		



**Tabel 4.14** Data analisis kuantitatif formaldehid pada sampel usus ayam

<b>Sampel</b>	<b>Berat (g)</b>	<b>Serapan (A)</b>	<b>Kadar (<math>\mu\text{g/g}</math>)</b>
Usus Ayam	5,1033	0,395397	99,6229
	5,3111	0,411214	100,0734

Rata-rata kadar formaldehid dalam sampel usus ayam = 99,8481  $\mu\text{g/g}$





# 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

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

## Lampiran 2

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

$$\begin{aligned}
 \text{Perhitungan : mek HCl} &= \text{mek Dinatrium Tetraborat} \\
 V \times N &= \frac{\text{mg}}{\text{BE}} \\
 3,90 \times N &= \frac{600,9}{381,372} \\
 N &= 0,8080
 \end{aligned}$$

## Lampiran 3

## Perhitungan pembuatan larutan induk dan larutan standar formaldehid

## a. Konsentrasi larutan induk formaldehid

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi larutan} &= \text{Berat penimbangan} \times \text{Kadar sebenarnya} \times 1000 \\
 \text{induk formaldehid} &= \frac{740,5 \text{ mg} \times 38,03 \times 1000}{100 \times 250,0 \text{ ml}} \\
 &= 1126,44 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

## b. Konsentrasi larutan standar formaldehid

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi larutan} &= \text{Volume pemipetan} \times \text{konsentrasi larutan induk} \\
 \text{Standar formaldehid} &= \frac{10,0 \text{ ml} \times 1126,44}{100,0 \text{ ml}} \\
 &= 112,644 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Lampiran 4. Perhitungan kadar formaldehid dari sampel usus ayam  
yang diperoleh dari Pasar Minggu – Jakarta Selatan

Konsentrasi formaldehid dalam sampel diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi:

$$y = 0,04719 + 0,06849 x$$

y = serapan sampel

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

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

**Percobaan 1**

$$\text{Serapan sampel} = 0,395397$$

$$\text{Berat sampel} = 5,1033 \text{ g}$$

$$x = \frac{(0,395397 - 0,04719)}{0,06849}$$

$$= 5,084067 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar formalin dalam sampel} = 5,084067 \mu\text{g/ml} \times \frac{100 \text{ ml}}{5,1033 \text{ g}}$$

$$= 99,6229199 \mu\text{g/g}$$

**Percobaan 2**

$$\text{Serapan sampel} = 0,411214$$

$$\text{Berat sampel} = 5,3111 \text{ g}$$

$$(0,411214 - 0,04719)$$

$$x = \frac{\quad}{0,06849}$$

$$= 5,314998 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar formaldehid dalam sampel} &= 5,314998 \text{ } \mu\text{g/ml} \times \frac{100 \text{ ml}}{5,3111 \text{ g}} \\ &= 100,0734 \text{ } \mu\text{g/g} \end{aligned}$$

Rata-rata kadar formaldehid dalam sampel usus ayam

$$\begin{aligned} &= \frac{(99,6229 - 100,0734)}{2} \\ &= 99,8481 \text{ } \mu\text{g/g} \end{aligned}$$

## Lampiran 5

## Hasil pemeriksaan bahan baku formaldehid

## 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 bercampur dengan air dan dengan etanol (95 %)	Sesuai
3.	Penetapan kadar (Titrasi asam basa)	Kadar formaldehid, $\text{CH}_2\text{O}$ , tidak kurang dari 34,0 % dan tidak lebih dari 38,0 %	38,03 %


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



## Lampiran 6

## Sertifikat analisis larutan baku formaldehid

TO 9-7863433 P.01

 MERCK

## Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 22.09.2006

---

1.04003.1000 Formaldehyde solution min. 37% GR for analysis  
stabilized with about 10% methanol ACS, Reag. Ph Eur

Batch K35855803

---

	Specification Values		Batch Values	
Assay (acidimetric after oxidation)	37.0 - 38.0	%	37.8	%
Identity	passes test		passes test	
Colour	max 10	Hazen	≤ 10	Hazen
Free acid (as HCOOH)	max 0.025	%	≤ 0.025	%
Density (d 20 °C/ 4 °C)	1.080 - 1.090	g/ml	1.088	g/ml
Chloride (Cl)	max 0.0001	%	≤ 0.0001	%
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	max 0.002	%	≤ 0.002	%
Heavy metals (as Pb)	max 0.0002	%	≤ 0.0002	%
Fe (Iron)	max 0.0001	%	≤ 0.0001	%
Methanol (GC)	9.0 - 11.0	%	10.4	%
Sulfated ash	max 0.002	%	≤ 0.002	%

Test date (DD.MM.YYYY): 09.03.2006  
Expiry date (DD.MM.YYYY): 31.03.2008

Dr. Joachim Ruf  
responsible laboratory manager quality control

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

Merck KGaA 64271 Darmstadt Tel. (06151)72-0  
SA-7 Anfo: 12827972 1375635 - 104003000000000 V. 965

Page 1 of 1

## Lampiran 7

Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.722/MENKES/PER/IX/88

**LAMPIRAN II**

Peraturan Menteri Kesehatan  
Nomor : 1168/Menkes/Per/X/1999  
tentang Perubahan Atas Peraturan  
Menteri Kesehatan No.  
722/Menkes/Per/IX/1988 tentang  
Bahan Tambah Makanan

**BAHAN TAMBAHAN YANG DILARANG PENGGUNAANNYA DALAM MAKANAN:**

1. Asam Borat (Boric Acid) dan senyawanya
2. Asam Salisilat dan garamnya (Salicylic Acid and its salt)
3. Dietilpirokarbonat (Diethylpirocarbonate DEPC)
4. Dulsin (Dulcin)
5. Kalium Klorat (Potassium Chlorate)
6. Kloramfenikol (Chloramphenicol)
7. Minyak Nabati yang dibrominasi (Brominated vegetable oils)
8. Nitrofurazon (Nitrofurazone)
9. Formalin (Formaldehyde)
10. Kalium Bromat (Potassium Bromate)

Menteri Kesehatan

Prof. Dr. F.A. Moeloek