

ANALISIS FORMALIN DALAM SAMPEL IKAN TONGKOL MENGGUNAKAN FLUORAL-P SEBAGAI PENGOMPLEKS SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Juli Manda Sari¹⁾, Indang Dewata²⁾, Edi Nasra³⁾

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang Jln. Prof Hamka Air Tawar Barat Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420
mandasarijuli@gmail.com, i_dewata@yahoo.com, hardi_rais@yahoo.com

Abstract. Had been observed the research on the analysis of formaldehyde in samples of mackarel tuna using fluoral-p as complexing UV-Vis spectrophotometry. This study aims to obtain optimum conditions and validation of analytical methods and analyze the levels of formaldehyde in the mackarel tuna using fluoral-p as a complexing agent. The method used in this research that UV-Vis spectrophotometry, where formaldehyde is reacted with fluoral-p form compounds 3,5-diacetyl-1,4-dihidrolutidin (DDL) yellow and measured at a wavelength of 412 nm using a UV-Vis spectrophotometer. Phase optimization done of the effect of pH, complexing time and stability of the complex. While the validation phase methods of analysis undertaken include the manufacture calibration curve and linearity, LOD and LOQ, precision test and test accuracy. The results showed that the complex solution of formalin and fluoral-p optimum at pH 4 with a complexing for 75 minutes. Validation of the methods result in the regression equation $Y = 0.022x + 0.013$ with a correlation coefficient (r) = 0.0989, LOD value of 0.2 ppm and 0.6 ppm LOQ values, and average% recovery was 101.7%. Formaldehyde levels were obtained in samples mackarel tuna originating from the Pasar Lubuk Buaya and SPAR Supermarkets identified containing formaldehyde levels exceed a safe threshold is 6 ppm and 20 ppm.

Keyword : Formaldehyde, Fluoral-p, mackarel tuna, UV-Vis spectrophotometry

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang analisis formalin dalam sampel ikan tongkol menggunakan fluoral-p sebagai pengompleks secara spektrofotometri UV-Vis. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum dan validasi metode analisis serta menganalisis kadar formalin dalam ikan tongkol menggunakan fluoral-p sebagai pengompleks. Metode yang digunakan dalam penelitian ini yaitu spektrofotometri UV-Vis, dimana formalin direaksikan dengan fluoral-p membentuk senyawa 3,5-diasetil-1,4-dihidrolutidin (DDL) yang berwarna kuning dan diukur pada panjang gelombang 412 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Tahap optimasi yang dilakukan yaitu pengaruh variasi pH, waktu pengompleksan dan kestabilan kompleks. Sedangkan tahap validasi metode analisis yang dilakukan diantaranya pembuatan kurva kalibrasi dan linearitas, LOD dan LOQ, uji presisi dan uji akurasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa larutan kompleks formalin dan fluoral-p optimum pada pH 4 dengan waktu pengompleksan selama 75 menit. Validasi metode menghasilkan persamaan regresi $Y=0.022x+0.013$ dengan koefisien korelasi (r) = 0.0989, nilai LOD 0.2 ppm dan nilai LOQ 0.6 ppm, serta rata-rata %recovery adalah 101,7%. Kadar formalin yang diperoleh dalam sampel ikan tongkol yang berasal dari Pasar Lubuk Buaya dan Swalayan SPAR teridentifikasi mengandung formalin dengan kadar melebihi ambang batas aman yaitu 6 ppm dan 20 ppm.

Kata kunci : Formalin, Fluoral-p, Ikan tongkol Spektrofotometri UV-Vis

PENGANTAR

Ikan merupakan bahan pangan yang memiliki kandungan zat gizi yang tinggi. Kandungan gizi pada ikan diantaranya yaitu protein, lemak, vitamin-vitamin, mineral, karbohidrat, serta mengandung kadar air yang tinggi. Ikan juga mengandung sumber asam lemak tak jenuh, taurin dan asam lemak omega-3, terutama untuk jenis ikan seperti tuna, tongkol, kembung, dan lemuru. Ikan tongkol merupakan salah satu jenis ikan pelagis besar yang memiliki kandungan protein yang tinggi dan kandungan asam lemak omega-3. Kandungan ini dapat mencegah penyumbatan pembuluh darah (*arteriosclerosis*) dan sangat baik bila dikonsumsi oleh penderita penyakit jantung (Winarno dkk., 2003).

Dalam proses pendistribusian dan pengolahannya, ikan merupakan suatu bahan pangan yang cepat mengalami proses pembusukan yang disebabkan oleh bakteri dan mikroorganisme. Selain itu, pada dasarnya ikan merupakan

bahan pangan yang mudah rusak (*perishable food*) karena mengandung protein dan air cukup tinggi dan kondisi lingkungan yang memungkinkan sebagai tempat pertumbuhan mikroba pembusuk. Kondisi lingkungan tersebut meliputi suhu, pH, oksigen, kadar air, waktu simpan dan kondisi kebersihan wadah penyimpanan.

Penyalahgunaan formalin sebagai zat pengawet ikan maupun bahan pangan lainnya telah banyak ditemukan penggunaannya di Indonesia. Hal ini dikarenakan harga formalin yang relatif murah, mudah didapat, dan penggunaannya tidak memerlukan keahlian khusus. 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.

Formalin yang beredar dipasaran memiliki kadar formalin 37% hingga 40% didalam air dan biasanya ditambahkan methanol 15% untuk mencegah polimerisasi

formalin. Formalin jika ditambahkan ke dalam ikan maka akan menghambat aktivitas mikroorganisme bahkan dapat membunuh mikroorganisme didalamnya sehingga ikan tidak akan mudah mengalami pembusukan. Selain itu, dapat membuat ikan lebih awet dan memiliki daya simpan yang lebih lama.

Menurut IPCS (*International Programme on Chemical Safety*), lembaga khusus dari tiga organisasi di PBB, yaitu ILO, UNEP, serta WHO, yang mengkhususkan pada keselamatan penggunaan bahan kimiawi, secara umum disebutkan bahwa batas toleransi formalina yang dapat diterima tubuh dalam bentuk air minum adalah 0,1 mg/liter (1 ppm setara 1 mg/liter) atau dalam satu hari asupan yang dibolehkan adalah 0.2 mg. Sementara formalin yang boleh masuk ke tubuh dalam bentuk makanan untuk orang dewasa adalah 1,5 mg hingga 14 mg per hari. *National Institute for Occupational Safety and Health* (NIOSH) menyatakan formalina berbahaya bagi kesehatan pada kadar 20 ppm (Singgih, 2013).

Formalin tidak memiliki gugus kromofor atau ikatan rangkap terkonjugasi sehingga tidak dapat dianalisis menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis secara langsung. Oleh karena itu, diperlukan suatu pereaksi yang dapat membentuk kompleks dengan formalin. Dalam penelitian ini digunakan *fluoral-p* sebagai pengompleks formalin. Formalin dan *fluoral-p* jika bereaksi akan membentuk senyawa 3,5-diasetil-1,4-dihidrolutidin (DDL) yang berwarna kuning.

Berdasarkan permasalahan yang telah diuraikan diatas, maka penulis mengajukan penelitian untuk menganalisis formalin dalam ikan tongkol yang dijual di Swalayan SPAR Plaza Andalas dan Pasar Tradisional Lubuk Buaya, Kota Padang menggunakan *fluoral-p* sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-Vis.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas laboratorium, neraca analitik merek *Denver Instrument*, Spektrofotometer UV-Vis merek *T70 spectrophotometer*, pH meter merek *Metrohm 744*, peralatan lengkap destilasi, pipet takar, pipet tetes, batang pengaduk, kertas saring whatmann, kertas label, wadah sampel, pisau.

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan tongkol, larutan formalin 37%, asam asetat glasial, asetil aseton, ammonium asetat, KH_2PO_4 0,2 M, NaOH 0,2 M, HCl 0,5 M, asam fosfat 10%, dan aquades.

Pembuatan Larutan dan Pereaksi

1. Pembuatan larutan baku formalin 40330,3 ppm

Dipipet 5 mL larutan formalin 37%, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

2. Pembuatan larutan formalin 80,66 ppm

Dipipet 0,2 mL larutan formalin 20165,15 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

3. Pembuatan larutan standar formalin konsentrasi (0,4; 1,6; 3,2; 4,8; 20,2; 28,8; 40,3) ppm

Membuat larutan standar konsentrasi 0,4 ppm dibuat dari larutan formalin 20,2 ppm. Dipipet 0,2 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Pembuatan larutan formalin dengan konsentrasi (1,6; 3,2; 4,8) ppm dibuat dengan memipet masing-masing 0,2 mL, 0,4 mL dan 0,6 mL. dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Kemudian untuk membuat larutan standar formalin dengan konsentrasi (20,2; 28,8; 40,3) ppm dibuat dari larutan formalin 201,65 ppm. Dipipet masing-masing 1 mL, 1,4 mL, dan 2 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

4. Pembuatan *Fluoral-p*

Ditimbang 15,4 gram amonium asetat lalu direaksikan dengan 0,2 mL larutan asetilaseton dan 0,3 mL asam asetat dan kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquades hingga tanda batas (Khanmohammadi, M dkk., 2012).

5. Pembuatan Buffer posfat

Pembuatan Buffer posfat dibuat dari campuran NaOH 0,2 M dengan KH_2PO_4 0,2 M. Ditimbang 1,6 gram kristal NaOH dan dilarutkan dalam 200 ml aquades didalam gelas kimia. Untuk membuat KH_2PO_4 0,2 M, ditimbang 8,16 gram KH_2PO_4 dan dilarutkan dengan aquades 300 ml. Perbandingan volume antara KH_2PO_4 0,2 M dengan NaOH 0,2 M untuk mendapatkan buffer posfat dengan pH 1 sampai 8 dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Pembuatan Buffer Posfat 0,1 M pH 6 - 8

pH	Volume KH_2PO_4 0,2 M (mL)	Volume NaOH 0,2 M (mL)
6	50,0	5,6
7	50,0	29,5
8	50,0	46,9

Pembuatan buffer posfat pada pH 6 – 8 dapat digunakan perbandingan volume pada Tabel 4, kemudian diukur dengan menggunakan pH meter. Pembuatan buffer posfat dengan dibawah 6 maka dapat ditambahkan HCl 0,5 M dan kemudian diukur dengan menggunakan pH meter (Shevla, 1970)

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan cara memipet 1 mL larutan formalin 4,8 ppm kedalam tabung reaksi dan ditambahkan 2 mL *Fluoral-p*. Ukur serapan larutan kompleks DDL pada panjang gelombang 300 – 700 nm dengan spektrofotometer UV-Vis.

$$LOD = 3 \frac{SY/X}{Slope}$$

$$LOQ = 10 \frac{SY/X}{Slope}$$

Keterangan : LOD = Batas Deteksi
LOQ = Batas Kuantisasi
SY/X = Simpangan Baku Residual

Optimasi Pengkompleksan Formalin dengan pereaksi *Fluoral-p*

1. Pengaruh variasi pH

Dipipet 0,6 mL larutan formalin 80,66 ppm kedalam labu ukur 10 mL, kemudian diencerkan dengan buffer posfat pH 1 sampai 8 sampai tanda batas dan dihomogenkan (Kadar formalin 4,8 ppm). Pipet 1 mL masing-masing larutan formalin 4,8 ppm (pH 4-8) kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2 mL *Fluoral-p* dan dikocok. Ukur Serapannya pada panjang gelombang 412 nm dengan Spektrofotometer UV-Vis. Serapan yang paling tinggi adalah pada pH optimum dimana terjadinya reaksi pengkompleksan antara formalin dengan *fluoral-p*. Lakukan pengujian sebanyak 3 kali pengulangan (*triplo*).

2. Penentuan waktu pengkompleksan dan waktu kestabilan kompleks

Dipipet 1 mL larutan formalin 4,8 ppm pada pH=4 dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan tambahkan 2 mL *fluoral-p* lalu dikocok. Diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 412 nm, dengan variasi lama waktu dari 0-95 menit dengan rentang 10 menit sekali. Lakukan pengujian sebanyak 3 kali pengulangan (*triplo*). Waktu kestabilan kompleks diperoleh dari nilai absorbansi yang tetap selama kurun waktu tertentu.

Validasi Metode Analisis Formalin Dengan Menggunakan Pereaksi *Fluoral-p* Secara Spektrofotometri UV-Vis

1. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Dipipet masing-masing 1 mL larutan formalin (0,4; 1,6; 3,2; 4,8; 20,2; 28,8; 40,3) ppm pada pH=4 dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan 2 mL *fluoral-p* lalu kocok dan diadkan selama 75 menit. Masukkan ke dalam kuvet dan ukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 412. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan absorbansi atau serapan, kemudian tentukan persamaan linier nya.

2. Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

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

$$SY/X = \sqrt{\frac{\sum(\bar{Y} - Y_i)^2}{n - 2}}$$

3. Uji Keterulangan (Presisi)

Keterulangan dapat dilakukan dengan mencampurkan 1 mL larutan formalin 4,8 ppm pada pH=4 dengan 2 mL *fluoral-p* kedalam tabung reaksi, dikocok dan diadkan selama 75 menit.. Ukur serapannya pada panjang gelombang 412 nm dan lakukan pengulangan sebanyak 8 kali. Tentukan %RSD nya.

$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \%$$

4. Uji kecermatan (Akurasi)

Ditimbang 3 gram daging ikan tongkol halus kemudian ditambahkan 1 mL larutan formalin dengan konsentrasi 40,3 ppm, lalu dimasukkan ke dalam labu destilasi dan tambahkan 100 mL aquades lalu dihomogenkan. Larutan di destilasi pada suhu $\pm 98^\circ\text{C}$ hingga seluruh larutan terdestilasi. Larutan destilat dipipet 1 mL dan dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian ditambah 2 mL *Fluoral-p*, dikocok dan didiamkan selama 75 menit. Larutan tersebut diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 412 nm. Persen perolehan kembali/*recovery* (%R) dihitung dengan membandingkan konsentrasi yang diperoleh dengan konsentrasi sebenarnya. Nilai %*recovery* (%R) dapat dihitung melalui persamaan berikut :

$$\% R = \frac{C_f - C_a}{C} \times 100 \%$$

Keterangan : C_f = konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

C_a = konsentrasi sampel sebenarnya

C = konsentrasi analit yang ditambahkan

Preparasi sampel

Ditimbang 3 gram daging ikan tongkol dihaluskan dan dimasukkan kedalam labu destilasi. Ditambahkan 100 mL air dan 10 mL asam fosfat 10% kemudian dilakukan kedalam labu ukur 100 mL yang telah berisi air (ujung pendingin dicelup) dan dilakukan destilasi. Larutan didestilasi pada suhu $\pm 98^\circ\text{C}$ dan tampung 80 mL destilat dengan Erlenmeyer 100 mL.

Analisa kandungan formalin dalam sampel ikan tongkol menggunakan *fluoral-p* secara Spektrofotometer UV-Vis.

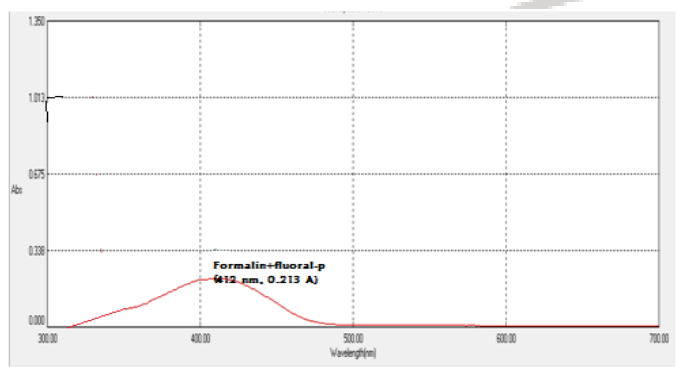
Dipipet 1 mL larutan sampel dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambah 2 mL *fluoral-p* dikocok dan didiamkan 75 menit. Larutan tersebut diukur serapannya pada panjang gelombang 412 nm dengan Spektrofotometer UV-Vis. Untuk menghitung konsentrasi/kadar formalin yang terkandung di dalam sampel ikan tongkol di gunakan rumus:

$$\% \text{ Kadar Formalin} = \frac{\text{Csampel} \times V\text{destilat} \times fp}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

HASIL dan PEMBAHASAN

Penentuan panjang gelombang maksimum

Sebelum melakukan optimasi dan validasi, penelitian didahului dengan proses penentuan panjang gelombang maksimum atau serapan optimum untuk analisis formalin secara spektrofotometri UV-Vis. Berikut kurva serapan optimum formalin dengan *fluoral-p*.



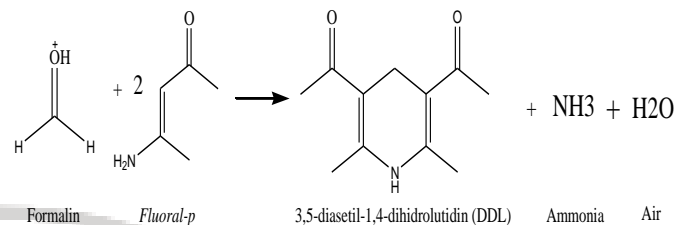
Gambar 1. Panjang Gelombang Maksimum Formalin dengan *fluoral-p*

Penentuan panjang gelombang maksimum diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 300-700 nm. Dalam penelitian ini, diperoleh panjang gelombang maksimumnya pada panjang gelombang 412 nm. Panjang gelombang 412 nm merupakan daerah warna komplementer hijau kekuningan. Untuk warna komplementer kuning berada pada panjang gelombang 435-480 nm. Jadi panjang gelombang yang diperoleh dalam penelitian ini mengalami pergeseran biru atau efek hipokrom yaitu pergeseran serapan maksimum ke panjang gelombang yang lebih pendek. Hal ini bisa saja dipengaruhi oleh pelarut atau adanya konyugasi yang dihilangkan (Mon, I& S, Syukri)

Pemilihan panjang gelombang maksimum formalin dilakukan agar dapat mengetahui daerah formalin bekerja memberikan serapan warna yang dapat diabsorpsi oleh spektrofotometer UV-Vis, sehingga dapat dihasilkan nilai berupa absorbansi. Berdasarkan Gambar 7 diatas, dapat dilihat bahwa formalin merupakan larutan yang tidak berwarna sehingga tidak dapat terukur pada daerah sinar tampak. Syarat senyawa yang dapat diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis adalah senyawa organik yang dapat memberikan serapan yaitu senyawa yang memiliki gugus kromofor. Gugus kromofor adalah gugus fungsional tidak jenuh yang memberikan serapan pada daerah sinar tampak.

Pereaksi *fluoral-p* terdiri dari campuran ammonium asetat, asetil aseton, dan asam asetat glasial. Formalin direaksikan dengan *fluoral-p* akan membentuk larutan

kompleks 3,5-diasetil-1,4-dihidrolutidin (DDL) yang berwarna kuning. Semakin kuning warna larutan yang didapat maka konsentrasi formalin juga semakin besar. Berikut reaksi antara formalin dengan *fluoral-p* dapat dilihat pada Gambar 2.



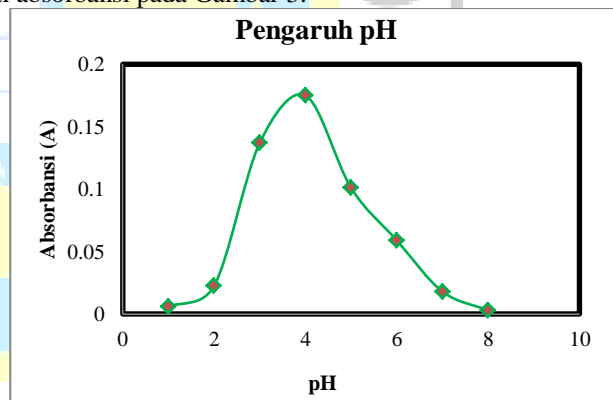
Gambar 2. Reaksi antara formalin dan *fluoral-p* menghasilkan 3,5-diasetil-1,4-dihidrolutidin (DDL) (Carquigny, S dkk, 2012)

Optimasi pengompleksan Formalin dengan *Fluoral-p*

Dalam penelitian ini, dilakukan penentuan kondisi optimum pengompleksan formalin dengan *fluoral-p*. Adapun kondisi optimum yang ditentukan adalah pengaruh variasi pH dan pengaruh waktu pengompleksan serta kestabilan kompleks.

1. Pengaruh variasi pH

Berikut kurva hubungan pengaruh variasi pH terhadap nilai absorbansi pada Gambar 3.



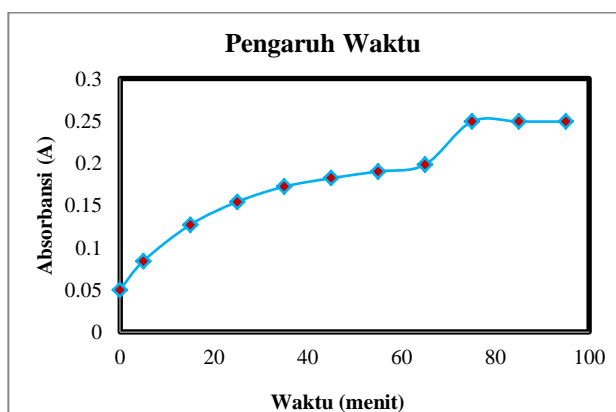
Gambar 3. Kurva hubungan variasi pH terhadap nilai absorbansi

Pada optimasi pengaruh pH terhadap pembentukan kompleks formalin dengan *fluoral-p*, dapat dilihat bahwa dari pH 1 hingga pH 4 absorbansi semakin tinggi, kemudian dari pH 4 hingga pH 8 absorbansi semakin rendah. Hal ini disebabkan karena formalin sendiri merupakan larutan yang bersifat asam dengan kisaran pH antara 2,8 sampai 4, sehingga formalin lebih mudah bereaksi dengan *fluoral-p*. Maka pH 4 merupakan pH optimum karena pada pH ini serapan yang diberikan dari larutan kompleks berada pada absorbansi tertinggi yaitu 0.174. Hal ini menunjukkan bahwa pada pH 4 terbentuk kompleks yang baik antara formalin dan

fluoral-p. Untuk percobaan selanjutnya dilakukan pada pH optimumnya yaitu pH 4.

2. Pengaruh waktu pengompleks dan waktu kestabilan kompleks

Pada pengaruh waktu kompleks, rentang waktu yang digunakan yaitu dari 0 sampai 95 menit. Dengan selisih waktu pengukuran masing-masing 15 menit. Berikut kurva hubungan pengaruh waktu terhadap nilai absorbansi dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva hubungan waktu kompleks terhadap nilai absorbansi

Dari kurva diatas dapat dilihat bahwa semakin lama waktu pengompleksan maka semakin tinggi nilai absorbansinya. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak formalin yang terkompleks seiring bertambahnya waktu. Diperoleh waktu pengompleksan yang optimum yaitu waktu ke-75 menit dengan absorbansi tertinggi yaitu 0.249, yang artinya pada waktu ini terjadi pembentukan kompleks formalin dengan *fluoral-p* yang paling baik sehingga untuk pekerjaan selanjutnya digunakan menit ke-75 ini digunakan sebagai waktu optimum. Pada optimasi waktu kestabilan menunjukkan absorbansi yang stabil 0.249 di mulai pada menit ke-75 sampai menit ke-95 setelah tahap mereaksikan selesai. Hal ini menunjukkan larutan stabil membentuk kompleks setelah menit ke-75.

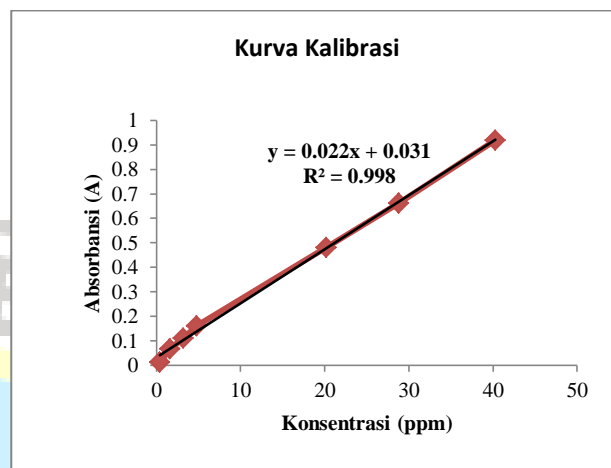
Validasi Metode Analisis Formalin Dengan Menggunakan Peraksi *Fluoral-p* Secara Spektrofotometri UV-Vis

Validasi metode analisis formalin diawali dengan melakukan pembuatan kurva kalibrasi dan penentuan linearitas, penentuan nilai LOD dan LOQ, uji presisi dan uji akurasi.

1. Kurva kalibrasi dan linearitas

Kurva kalibrasi yang dibuat adalah hubungan antara nilai absorbansi dari formalin terhadap konsentrasi formalin. Nilai yang dihasilkan oleh kurva kalibrasi dikatakan baik apabila nilai koefisien korelasi (r) mendekati 1. Artinya peningkatan

nilai absorbansi formalin berbanding lurus (linear) dan signifikan dengan peningkatan konsentrasinya. Berikut kurva hubungan konsentrasi larutan standar formalin terhadap absorbansi dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Kurva kalibrasi formalin berupa hubungan konsentrasi formalin (ppm) terhadap nilai absorbansi

Pada pembuatan kurva kalibrasi dibuat deret standar formalin dari larutan induk formalin konsentrasi 80,66 ppm. Konsentrasi yang digunakan sebagai deret standar formalin yaitu (0,4; 1,6; 3,2; 4,8; 20,2; 28,8; 40,3) ppm dan diukur pada panjang gelombang maksimum 412 nm. Pada penelitian ini, dihasilkan kurva kalibrasi dengan persamaan regresi $Y=0.022x+0.013$ dan nilai koefisien korelasi (r) yang diperoleh yaitu 0.9989. Diperoleh nilai koefisien korelasi (r) yang mendekati 1, sehingga dapat dinyatakan bahwa diperoleh hubungan yang linear antara konsentrasi formalin dan absorbansi yang dihasilkan.

2. Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Setelah didapat kurva kalibrasi yang memenuhi persyaratan analisis, kemudia data yang diperoleh diolah dan dilanjutkan dengan menentukan batas deteksi (LOD dan batas kuantitasi (LOQ). Berikut data nilai LOQ dan LOQ yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Data nilai LOD dan LOQ

$\sum(Y-Y_i)^2$	0.0008157
SY/X	0.0013
LOD (Limit Of Detection)	0.2
LOQ (Limit Of Quantitation)	0.6

Batas deteksi (LOQ) yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu sebesar 0.02 ppm (mg/L). Nilai LOD ini merupakan konsentrasi formalin terendah dalam sampel yang masih dapat

dideteksi atau diukur. Kemudian batas kuantitasi (LOQ) yang diperoleh dalam penelitian yaitu sebesar 0.6 ppm (mg/L). Nilai LOQ ini merupakan nilai kuantitasi terkecil konsentrasi formalin dalam sampel yang masih dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis menggunakan pereaksi *fluoral-p* sebagai pengompleks. Sehingga metode ini memenuhi kriteria cermat dan seksama.

3. Uji Kecermatan (Akurasi)

Uji akurasi bertujuan untuk menentukan kecermatan hasil analisis formalin menggunakan pereaksi *fluoral-p* sebagai pengompleks secara spektrofotometri UV-Vis. Berikut data hasil uji akurasi pada sampel simulasi dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil uji akurasi pada sampel simulasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)	Nilai Recovery (%)	Nilai Recovery rata-rata (%)
40,3	0,979	99,3 %	101,7 %
40,3	0,979	99,3 %	
40,3	0,980	106,5 %	

Dilakukan pengukuran dengan konsentrasi 40,3 ppm yang dimasukkan kedalam 3 gram sampel daging ikan tongkol yang sudah halus. Kemudian diekstraksi dengan metode destilasi uap untuk memisahkan formalin dari daging ikan tongkol hingga dihasilkan destilatnya. Kemudian 1 mL destilat direaksikan 2 ml *fluoral-p* dan didiamkan selama 75 menit hingga warna kompleks kuning yang terbentuk mencapai kestabilan. Setelah itu diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan (*triplo*). Dari hasil penelitian, dengan 3 kali pengulangan diperoleh %Recovery yaitu 99,33%, 99,33%, dan 106,5%. Maka rata-rata %Recovery nya yaitu 101,7%. Menurut Herman S, (2010) syarat uji perolehan kembali/recovery, nilai %R rata-rata berkisar 80-120% sehingga data %R yang diperoleh dalam penelitian telah memenuhi syarat. Maka data penelitian dapat dikatakan memberi hasil uji akurasi yang baik dan metode analisis dapat bekerja cukup akurat dan memberi hasil yang baik untuk pengukuran sampel pasar selanjutnya.

4. Uji keterulangan (Presisi)

Uji presisi dilakukan dengan mengukur keterulangan pembentukan kompleks formalin dengan pereaksi *fluoral-p*. Keterulangan pengukuran dilakukan sebanyak 8 kali pengulangan yang dilakukan pada larutan formalin dengan konsentrasi 4,8 ppm. Berikut data hasil uji presisi dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil uji presisi formalin dengan *fluoral-p*

Pengul	C	Absorbansi	\bar{X}	$(X - \bar{X})^2$
--------	---	------------	-----------	-------------------

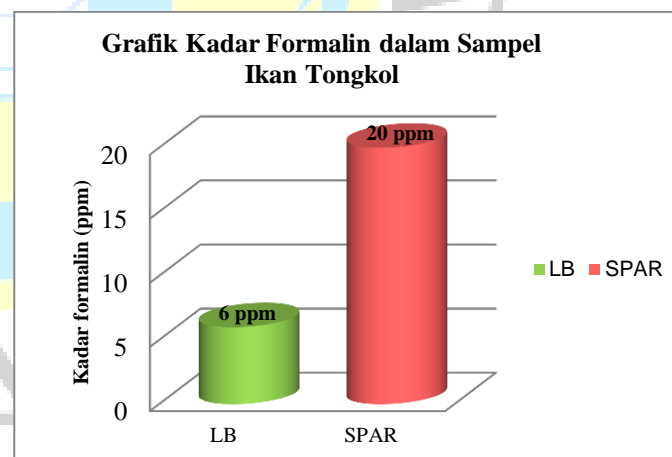
Angka	(ppm)	(X)		
1	4,8	0.138	0.14	0.000004
2	4,8	0.138		0.000004
3	4,8	0.141		0.000001
4	4,8	0.136		0.000016
5	4,8	0.145		0.000025
6	4,8	0.132		0.000064
7	4,8	0.145		0.000025
8	4,8	0.145		0.000025
				$\Sigma = 0.000164$

Hasil penelitian diperoleh %RSD yaitu 1,092 % dengan simpangan baku (SD) 0,00153. Syarat uji presisi yaitu menghasilkan nilai koefisien variasi $\leq 2\%$. Sehingga dapat dikatakan bahwa data presisi yang diperoleh dalam penelitian ini memenuhi syarat yang dianjurkan.

Maka dapat dilihat bahwa semua hasil uji yang diperoleh memenuhi syarat sebagai parameter uji dari validasi metode analisis formalin dalam ikan tongkol. Sehingga metode yang digunakan dapat dikatakan valid dan memberikan hasil yang baik dalam pengukuran sampel selanjutnya.

Analisa kadar formalin dalam sampel ikan tongkol menggunakan *Fluoral-p* secara Spektrofotometer UV-Vis.

Kadar formalin dapat dihitung menggunakan persamaan linear yang didapat dari kurva kalibrasi yaitu $y=0.022x+0.031$. Berikut adalah grafik kadar formalin yang terkandung dalam sampel ikan tongkol dari swalayan SPAR dan Pasar Lubuk Buaya yang dapat dilihat pada gambar 6.



Pada sampel ikan tongkol dari pasar Lubuk Buaya diperoleh kadar formalin sebesar 6 ppm. Dan pada sampel ikan tongkol dari swalayan SPAR diperoleh kadar formalin sebesar 20 ppm. Dari data tersebut menunjukkan bahwa kadar formalin yang terkandung dari kedua macam sampel ikan tongkol tersebut melebihi ambang batas aman yang boleh diasup dalam tubuh.

Menurut IPCS (*International Programme on Chemical Safety*), secara umum ambang batas aman di dalam tubuh adalah 1 miligram per liter. Sementara formalin yang boleh

masuk ke tubuh dalam bentuk makanan untuk orang dewasa adalah 1,5 mg hingga 14 mg per hari. Bila formalin masuk ke tubuh melebihi ambang batas tersebut maka dapat mengakibatkan gangguan pada organ dan sistem tubuh manusia (Hastuti, 2010).

Pada pengujian sampel, dilakukan juga analisis formalin dalam ikan tongkol menggunakan metoda yang berbeda dari metoda yang digunakan dalam penelitian ini. Tujuannya yaitu untuk membuktikan apakah sampel ikan tongkol yang dianalisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis menggunakan *fluoral-p* sudah baik dan akurat. Metode yang digunakan yaitu analisis formalin dengan tes kit. Tetapi, pengujian ini hanya dilakukan secara kualitatif dengan melihat terbentuknya perubahan warna menjadi warna ungu kebiruan ketika sampel ditambahkan pereaksi kit.

Pada sampel ikan tongkol yang berasal dari pasar lubuk buaya, hasilnya ketika ditambahkan pereaksi kit, larutan sampel berubah menjadi warna ungu muda. Tetapi pada sampel ikan tongkol yang berasal dari swalayan SPAR ketika ditambahkan pereaksi kit, larutan sampel berubah warna menjadi warna ungu yang lebih pekat. Hal ini membuktikan bahwa kadar formalin yang terkandung dalam sampel ikan tongkol yang berasal dari swalayan SPAR lebih tinggi daripada sampel ikan tongkol yang berasal dari pasar Lubuk Buaya. Hasil analisis formalin dengan metode tes kit sesuai dengan metode yang digunakan dalam penelitian ini. Dimana sampel ikan tongkol yang berasal dari swalayan SPAR memiliki kadar formalin yang lebih tinggi daripada sampel ikan tongkol dari pasar Lubuk Buaya.

KESIMPULAN

Sampel ikan tongkol yang dianalisis mengandung formalin dengan kadar melebihi ambang batas aman yaitu sebesar 6 ppm dan 20 ppm. Sedangkan ambang batas aman yang formalin yang boleh masuk ke tubuh menurut IPCS yaitu 1 ppm (mg/L).

REFERENSI

- Carquigny, S dkk. 2012. *Development of a Polyaniline/Fluoral-P Chemical Sensor for Gaseous Formaldehyde Detection*. IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 12, NO. 5
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian Vol. 1 (119-122)
- Mon, I & S, Syukri. *Analisa Struktur Molekul*. Jurusan Kimia FMIPA UNP
- Khanmohammadi, M dkk. 2012. *Quantitative Determination Of Formaldehyde By Spectrophotometry Utilizing Multivariate Curve Resolution Alternating Least Square*. Bull. Chem. Soc. Ethiop. 2012, 26(2), 299-304.
- Shevla, G, Ph.D., D.Sc., F.R.I.C. 1979. *Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*.

- London: Longman Group Limited
- Singgih, H. 2013. *Jurnal ELTEK: Uji Kandungan Formalin Pada Ikan Asin Menggunakan Sensor Warna Dengan Bantuan FMR (Formalin Main Reagent)*, 11 (1) : 55-70.
- Souse, Eliane dkk. 2009. *A Semi-Continuous Analyzer for the Fluorimetric Determination of Atmospheric Formaldehyde*. J. Braz. Chem. Soc Vol. 20, No. 2, 259-265.
- Winarno, F.G. 2003. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: PT. Gramedia