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

SKRIPSI

Diajukan kepada Tim Penguji Skripsi Jurusan Kimia
sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains

JULI MANDA SARI

1201537/2012

PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2016

HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI

Analisis Kadar Formalin dalam Sampel Ikan Tongkol Menggunakan *Fluoral-p* Sebagai Pengompleks Secara Spektrofotometri UV-Vis

Nama	: JULI MANDA SARI
NIM	: 1201537
Program Studi	: Kimia
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2016

Disetujui oleh

Pembimbing I	Pembimbing II
Dr. Indang Dewata, M.Si	**Edi Nasra, S.Si., M.Si**
NIP.19651118199991021 003	NIP.198110221200312 1 001

HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan didepan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul	: Analisis Kadar Formalin dalam Sampel Ikan Tongkol Menggunakan *Fluoral-p* Sebagai Pengompleks Secara Spektrofotometri UV-Vis
Nama	: JULI MANDA SARI
NIM	: 1201537
Program Studi	: Kimia
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2016

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
1. Ketua	: Dr. Indang Dewata, M.Si	
2. Sekretaris	: Edi Nasra, S.Si., M.Si	
3. Anggota	: Budhi Oktavia, Ph.D	
4. Anggota	: Dra. Sri Benti Etika, M.Si	
5. Anggota	: Umar Kalmar Nizar, M.Si., Ph.D	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama	:	Juli Manda Sari
TM/NIM	:	2012/1201537
Tempat/Tgl Lahir	:	Talang Pantai/18 Juni 1994
Program Studi	:	Kimia
Jurusan	:	Kimia
Fakultas	:	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Alamat	:	Jln.Durian RT 002 Desa Talang Pantai, Kec. Bungo Dani, Kab. Bungo
No. HP/Telp	:	082384117312
Judul Skripsi	:	Analisis Formalin dalam Sampel Ikan Tongkol Menggunakan *Fluoral-p* Sebagai Pengompleks Secara Spektrofotometri UV-Vis

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, Agustus 2016

Yang Membuat Pernyataan

Juli Manda Sari
1201537

ABSTRAK

Juli Manda Sari, 2016 : Analisis Formalin dalam Sampel Ikan Tongkol Menggunakan *Fluoral-p* sebagai Pengompleks Secara Spektrofotometri Uv-Vis

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 mengahasilkan persamaan regresi Y=0.022x+0.013 dengan koefisen 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, Spektrofotometri UV-Vis, Ikan tongkol

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang senantiasa memberi kekuatan dan kesabaran dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **"Analisis Formalin dalam Sampel Ikan Tongkol Menggunakan *Fluoral-p* sebagai Pengompleks Secara Spektrofotometri Uv-Vis".** Shalawat dan salam untuk Nabi akhir zaman, Nabi Muhammad SAW, sosok yang mulia, suri teladan dalam segala sisi kehidupan.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka untuk memperoleh Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. H.Indang Dewata, M.Si selaku pembimbing I dan penasehat akademik.
2. Bapak Edi Nasra, S.Si, M.Si selaku pembimbing II.
3. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D, Ibu Drs. Sri Benti Etika, M.Si, Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si selaku dosen penguji.
4. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Harry Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.

6. Bapak Alizar Ulianas, M.Si, Ph.D yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyelasaian skripsi ini.
7. Staf Akademik Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
8. Kedua Orang Tua penulis, kakak dan adik tercinta yang telah memberikan doa dan semangat kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian.
9. Teman-teman kimia khususnya angkatan 2012 yang telah memberikan masukan dan motivasi kepada penulis dalam pelaksanaan penelitian maupun penyelesaian skripsi ini.

Semoga bantuan dan bimbingan yang telah diberikan menjadi amal shaleh bagi Bapak/Ibu dan teman-teman serta mendapat balasan yang berlipat ganda dari Allah SWT. Untuk kesempurnaan skripsi ini, penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis haturkan terima kasih.

Padang, Agustus 2016

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

ABSTRAK ..... **i**
KATA PENGANTAR ..... **ii**
DAFTAR ISI ..... **iv**
DAFTAR TABEL ..... **vi**
DAFTAR GAMBAR ..... **vi**
DAFTAR LAMPIRAN ..... **viii**
BAB I PENDAHULUAN **1**
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Identifikasi Masalah 4
1.4 Rumusan Masalah 5
1.5 Tujuan Penelitian 5
1.6 Manfaat Penelitian 5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA **7**
2.1 Deskripsi dan Klasifikasi Ikan Tongkol *(Euthynnus affinis)* 7
2.2 Formalin 10
2.3 *Fluoral-p* 12
2.4 Validasi Metode Analisis 19
BAB III METODE PENELITIAN **23**
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian 23
3.2 Tahapan Penelitian Secara Umum 23
3.3 Alat dan Bahan 23
3.4 Teknik Pengambilan Sampel 24
3.5 Prosedur Penelitian 24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN **30**
4.1 Penentuan panjang gelombang maksimum 30
4.2 Optimasi pengompleksan Formalin dengan *Fluoral-p* 32
4.3 Validasi Metode Analisis Formalin Dengan Menggunakan Pereaksi *Fluoral-p* Secara Spektrofotometri UV-Vis 34
4.4 Analisa kadar formalin dalam sampel ikan tongkol menggunakan *Fluoral-p* secara Spektrofotometer UV-Vis. 38

BAB V PENUTUP 43
5.1 Kesimpulan 43
5.2 Saran 44
DAFTAR PUSTAKA 45
LAMPIRAN 48

DAFTAR TABEL

Tabel **Halaman**

1. Komposisi Kimia Ikan Tongkol 8
2. Ciri-ciri ikan segar dan ikan busuk 9
3. Data warna berdasarkan panjang gelombang..... 16
4. Pembuatan Buffer Posfat 0,1 M pH 6 - 8..... 25
5. Data nilai LOD dan LOQ..... 36
6. Hasil uji akurasi pada sampel simulasi 37
7. hasil uji presisi formalin dengan *fluoral-p* 38

DAFTAR GAMBAR

Gambar **Halaman**

1. Ikan Tongkol *(Euthynnus affinis)*..... 7
2. Reaksi antara ammonia dan 2,4 pentanadion menghasilkan *fluoral-p* 13
3. Reaksi antara formalin dan *fluoral-p* menghasilkan 3,5-diasetil-1,4-dihidrolutidin (DDL)..... 13
4. Absorbsi radiasi oleh suatu sampel..... 14
5. Skema Instrumen Spektrofotometer UV-Vis..... 16
6. Pendispersi Cahaya Spektrofotometer UV-Vis..... 17
7. Panjang gelombang maksimum formalin dengan *fluoral-p*..... 30
8. Kurva hubungan variasi pH terhadap nilai absorbansi 32
9. Kurva hubungan waktu kompleks terhadap nilai absorbansi..... 33
10. Kurva kalibrasi formalin berupa hubungan konsentrasi formalin (ppm) terhadap nilai absorbansi..... 35
11. Grafik hasil analisis formalin dalam ikan tongkol yang di jual di pasar Lubuk Buaya dan Swalayan SPAR 40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran **Halaman**

1. Skema kerja secara umum 48
2. Pembuatan Larutan 49
3. Penentuan panjang gelombang maksimum 51
4. Optimasi Pengkompleksan Formalin dengan pereaksi *Fluoral-p* 52
5. Valxzidasi metode analisis formalin dengan *Fluoral-p* secara Spektrofotometri UV-Vis 53
6. Preparasi sampel 55
7. Analisa kandungan formalin dalam sampel ikan tongkol dengan *Fluoral-p* secara Spektrofotometri UV-Vis 56
8. Larutan kompleks formalin dengan *fluoral-p* 57
9. Sampel Ikan tongkol 58
10. Pembuatan larutan 60
11. Optimasi pengaruh variasi pH 64
12. Optimasi pengaruh waktu pengompleksan dan kestabilan kompleks 65
13. Pembuatan kurva kalibrasi dan linearitas 66
14. Penentuan nilai LOD dan nilai LOQ 67
15. Penentuan uji kecermatan (Akurasi) 68
16. Penentuan uji keterulangan (Presisi) 69
17. Analisis Kadar Formalin dalam sampel ikan tongkol 70
18. Mekanisme reaksi antara formalin dengan *fluoral-p* 71

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

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). Ikan tongkol juga merupakan ikan yang bernilai ekonomis tinggi, rasanya yang gurih dan harganya dapat terjangkau diberbagai kalangan masyarakat.

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.

Kesegaran ikan merupakan hal yang sangat penting dalam menentukan jaminan mutu suatu produk perikanan. Mutu kesegaran dapat mencakup rupa atau kenampakan, rasa, bau, dan juga tekstur (Winarno dkk, 2003). Tingkat kesegaran ikan selanjutnya akan sangat menentukan peruntukan ikan tersebut dalam proses pengolahan dan sekaligus menentukan nilai jual ikan (Surti dan Ari, 2004).

Penanganan yang benar dan sesuai standar nasional Indonesia (SNI) pada proses pengawetan ikan segar dapat dilakukan dengan cara pendinginan menggunakan es balok. Proses pendinginan ini bertujuan untuk mengatasi pembusukan ikan dan mempertahankan kesegaran ikan dalam beberapa hari. Hal ini dikarenakan proses pembusukan ikan akan lebih cepat terjadi pada suhu tinggi sehingga proses pembusukan dapat dihambat dengan suhu rendah. Namun pengawetan dengan menggunakan es balok dinilai sebagian besar orang kurang efesien dan ekonomis, karena daya ketahanan ikan hanya bertahan beberapa hari saja dan juga harga es balok yang cukup mahal.

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 keakhilan khusus. 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.

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. Berdasarkan penelitian BPOM RI (2010) penggunaan formalin pada ikan dan hasil laut menempati peringkat teratas, yakni 66% dari total 786 sampel. Sementara, mi basah menempati posisi kedua dengan 57%. Tahu dan bakso berada di urutan berikutnya yakni 16% dan 15%.

Metode analisis formalin dapat dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif formalin biasanya didasarkan pada reaksi warna seperti tes Fehling, tes Tollens, tes asam kromatoprat, pereaksi schryver, tes kit, dan lainnya. Analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa metode, yaitu dengan titrasi volumetrik, spektrofotometri, kromatografi gas, dan kromatografi cair kinerja tinggi. Pada penelitian ini dipilih metode analisis kuantitatif yang sederhana, cepat, ekonomis dan memiliki sensitivitas dan selektifitas yang baik, yaitu metode spektrofotometri UV-Vis.

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 *fuoral-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.

1.2 Identifikasi Masalah

Formalin merupakan bahan pengawet yang sangat sering ditemukan didalam bahan pangan yang mengandung kadar air tinggi seperti ikan tongkol. Ikan tongkol *(Euthynnus affinis)* memiliki kandungan protein yang tinggi dan juga kaya akan kandungan asam lemak omega-3 serta harga yang ekonomis sehingga bisa di jangkau oleh berbagai kalangan masyarakat. Jika formalin masuk ke dalam tubuh maka akan bersifat karsinogenik dan mutagenik yang dapat memicu tumbuhnya sel kanker dan cacatnya gen dalam tubuh.

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Penentuan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks *3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutidine (DDL).*
2. Metode yang digunakan dalam penelitian ini yaitu secara Spektrofotometri UV-Vis menggunakan pereaksi *fluoral-p*.
3. Sampel yang dianalisis yaitu ikan tongkol yang dijual di swalayan SPAR Plaza Andalas dan Pasar Tradisional Lubuk Buaya, Kota Padang.

1.4 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi pH, waktu kompleks, dan kestabilan kompleks formalin dengan *fuoral-p*?
2. Bagaimana validasi metode analisis formalin menggunakan *fuoral-p* sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-Vis?
3. Bagaimana analisis formalin dalam sampel ikan tongkol yang dijual di swalayan SPAR Plaza Andalas dan Pasar Tradisional Lubuk Buaya, Kota Padang?

1.5 Tujuan Penelitian

Tujuan Penelitian ini adalah:

1. Untuk mendapatkan kondisi optimum pembentukan kompleks formalin dengan *fluoral-p* secara Spektrofotometri UV-Vis.
2. Untuk mendapatkan validasi metode analisis formalin menggunakan *fluoral-p* sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-Vis.
3. Untuk mengetahui analisis Formalin dalam sampel ikan tongkol yang dijual di swalayan SPAR Plaza Andalas dan Pasar Tradisional Lubuk Buaya, Kota Padang.

1.6 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mendapatkan hasil optimasi dan validasi analisis formalin yang dikompleks dengan pereaksi *fluoral-p* secara Spektrofotometri UV-Vis

2. Mengetahui kadar formalin dalam sampel ikan tongkol yang dijual di swalayan SPAR Plaza Andalas dan Pasar Tradisional Lubuk Buaya, Kota Padang.
3. Sebagai sumber referensi untuk penelitian tentang analisis kandungan Formalin dalam sampel ikan tongkol.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Deskripsi dan Klasifikasi Ikan Tongkol *(Euthynnus affinis)*

Ikan tongkol *(Euthynnus affinis)* merupakan golongan dari ikan tuna kecil, badannya berukuran panjang, tidak bersisik kecuali pada garis rusuk. Sirip punggung pertama berjari-jari keras 15, sedang yang kedua berjari-jari lemah 13, diikuti 8-10 jari-jari sirip tambahan *(finilet).* Ukuran asli ikan tongkol cukup besar, bisa mencapai 1 meter dengan berat 13,6 kg. Rata-rata ikan ini berukuran sepanjang 50-60cm. Ikan Tongkol memiliki kulit yang licin berwarna abu-abu, dagingnya tebal, dan warna dagingnya merah tua (Bahar, 2004). Berikut gambar ikan tongkol dapat dilihat pada gambar 1.

Gambar 1. Ikan Tongkol *(Euthynnus affinis)*

Sumber : Chaerudin 2008

Menurut Saanin (1984), klasifikasi Ikan tongkol adalah sebagai berikut:

Kingdom : Animalia

Phylum : Chordata

Sub Phylum : Vertebrata

Class : Pisces

Sub Class : Teleostei

Ordo : Percomorphi

Family : Scombridae

Genus : Euthynnus

Species : *Euthynnus affinis*

Struktur daging ikan tongkol terdiri ats daging yang berwarna merah dan berwarna putih. Perbedaan warna daging disebabkan karena adanya pigmen daging yang disebut mioglobin. Daging warna merah hanya terdapat di bagian samping dari tubuh ikan dibawah kulit, sedangkan daging warna putih hampir disemua bagian tubuh ikan (Basuma T, 2009).

Komposisi kimia utama daging ikan adalah air, protein dan lemak yaitu berkisar 98 % dari total berat daging. Komposisi ini berpengaruh besar terhadap nilai nutrisi, sifat fungsi, kualitas sensori dan stabilitas penyimpanan daging. Komposisi kimia lainnya seperti karbohidrat, vitamin dan mineral berkisar 2 % yang berperan pada proses biokimia di dalam jaringan ikan mati (Sikorski, 1994). Kompisisi kimia ikan tongkol selengkapnya dapat dilihat pada tabel 1 dibawah ini.

Tabel 1. Komposisi Kimia Ikan Tongkol (Suzuki (1981)

Komposisi	**Kandungan (%)**
Air	71,00-76,76
Protein	21,60-26,30
Lemak	1,30-2,10
Mineral	1,20-1,50

Berdasarkan berbagai penelitian, ikan tongkol merupakan sumber omega-3 yang tinggi dan sangat baik bila dikonsumsi penyakit jantung. Protein ikan mempunyai daya cerna yang sangat tinggi yatu 95%. Selain sumber protein yang

baik bagi tubuh ikan juga merupakan sumber mineral yang tidak kalah baik yaitu mikronutrien seperti Iodium dan Zinc (Somali, 1997).

Penanganan ikan yang baik akan mempertahankan kesegaran ikan. Ikan yang masih segar berarti belum mengalami perubahan-perubahan biokimiawi, mikrobiologi, maupun fisikawi yang dapat menyebabkan kerusakan berat pada daging ikan (Irawan, 1995). Adapun ciri-ciri ikan segar dan ikan busuk dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Ciri-ciri ikan segar dan ikan busuk (Dwiari dkk (2008)

No.	**Parameter**	**Ikan segar bermutu tinggi**	**Ikan segar bermutu rendah**
1.	Mata	Cerah, bola mata menonjol,kornea bening,	Bola mata cekung, pupil putih susu, kornea gelap
2.	Insang	Warna merah cemerlang, tanpa lendir	Warna kusam, dan berlendir
3.	Warna	Lapisan lendir jernih, transparan, mengkilat cerah, belum ada perubahan warna	Lender berwarna kekuningan sampai coklat tebal, warna cerah hilang, pemutihan nyata
4.	Bau	Segar seperti bau air laut	Asam busuk
5.	Daging	Kenyal, bila ditekan bekasnya segera kembali	warna merah, terutama disekitar tulang punggung
6.	Sisik	Menempel kuat pada kulit	Mudah terkelupas
7.	Dinding perut	Elastis	Menggelembung/pecah/isi perut keluar
8.	Ikan utuh	Tenggelam dalam air	Terapung

2.2 Formalin

1. Pengertian Formalin

Formalin adalah anggota paling sederhana dari senyawa aldehid dengan rumus molekul CH_2O yang sangat reaktif dan mudah mengikat air. Formalin merupakan larutan formalin dalam air dengan kadar 37 % dan biasanya ditambahkan metanol hingga 15 % yang digunakan sebagai stabilator (Singgih H, 2013).

1) Sifat Fisika-Kimia Formalin

Rumus Molekul : CH_2O

Rumus Struktur :

Nama kimia : *Formaldehyde*

Nama lain :Formalin, formalith, formol, *Formic Aldehyde, Methaldehyde, Morbicid, Oxamethane, Paraform, Methanal, Methylene Oxide, Oxymethylene*

Massa molar : 30,03 g/mol

Kelarutan : Larut dalam air, alkohol,dan aseton

Massa jenis : 1,08-1,09 g/cm^3

Tekanan Uap : 4378 hPa pada suhu 20^{o}C

Titik didih : 96-98^{o}C

pH : 2,8 – 4,0

2. Kegunaan Formalin

Formalin biasa digunakan sebagai bahan pengawet dalam dunia kedokteran, misalnya sebagai pengawet mayat atau hewan untuk keperluan penelitian. Formalin banyak digunakan sebagai desinfektan untuk pembersih lantai, kapal, gudang, dan pakaian, dan sebagai germisida dan fungisida pada tanaman dan sayuran, serta sebagai pembasmi lalat dan serangga lainnya. Formalin sangat mudah diserap melalui saluran pernapasan dan pencernaan (Noorhamdani dkk, 2011).

Didalam industri perikanan, formalin digunakan untuk menghilangkan bakteri yang biasa hidup di sisik ikan. Formalin diketahui sering digunakan dan efektif dalam pengobatan penyakit ikan akibat ektoparasit seperti kulit berlendir. Meskipun demikian, bahan ini juga sangat beracun bagi ikan. Ambang batas amannya sangat rendah sehingga terkadang ikan yang diobati malah mati akibat formalin daripada akibat penyakitnya. Formalin banyak digunakan dalam pengawetan sampel ikan untuk keperluan penelitian dan identifikasi (Yuliarti, 2007).

Didalam industri makanan, formalin digunakan sebagai *Antibacterial Agent* dan zat pengawet dalam pengolahan makanan. Formalin secara luas digunakan dalam pengolahan makanan untuk pemutihan dan juga digunakan sebagai zat pengawet untuk mencegah pembusukan/kerusakan yang disebabkan oleh kontaminasi. mikroorganisme. Formalin juga digunakan sebagai pengawet makanan kering, serta didalam minyak dan lemak (Wang, S dkk, 2007).

3. Toksiksitas Formalin

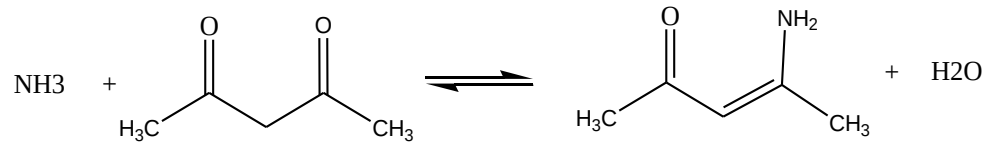
Menurut IPCS (*International Programme on Chemical Safety*), lembaga khusus dari tiga organisasi di PBB, yaitu ILO, UNEP, serta WHO, yang mengkhususkan pada keselamatan penggunaan bahan kimiawi, secara umum disebutkan bahwa batas toleransi formalina yang dapat diterima tubuh dalam bentuk air minum adalah 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).

Keracunan formalin bisa mengakibatkan iritasi lambung dan alergi. Formalin juga bersifat karsinogenik (bersifat kanker) dan mutagenik (menyebabkan perubahan fungsi sel). Dalam kadar yang sangat tinggi formalin bisa menyebabkan kegagalan peredaran darah hingga menyebabkan kematian.

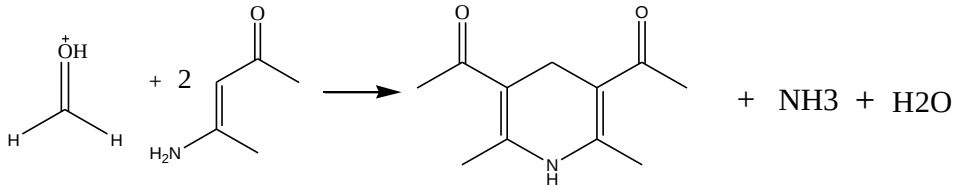
2.3 *Fluoral-p*

Fluoral-p (*4-amino-3-penten-2-one*) dihasilkan dari reaksi antara ammonia dan 2,4 pentanadion seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2. *Fluoral-p* dapat digunakan sebagai pereaksi, karena memiliki koefisien absorpsi yang luas dengan puncak absorpsi yang jelas pada senyawa kompleks yang terbentuk (Descamps dkk, 2011). Formalin dapat membentuk kompleks dengan *Fluoral-p* menghasilkan senyawa kompleks *3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutidine* (DDL) yang

berwarna kuning. Reaksi yang terjadi antara formalin dengan *Fluoral-p* dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 2. Reaksi antara ammonia dan 2,4 pentanadion menghasilkan *fluoral-p* (Sousa, Eliane dkk, 2009)



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

Mekanisme reaksi antara formalin dengan *fluoral-p* dapat dilihat selengkapnya pada Lampiran 18.

2.4 Spektrofotometer UV-Vis

Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul atau zat yang dianalisis. Spektrofotometri UV-Vis adalah suatu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm)dengan memakai instrument Spektrofotometer UV-Vis (Susanti, 2010).

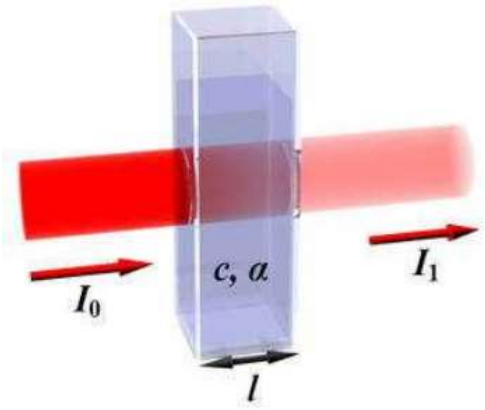
Spektrofotometer terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang

diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blanko ataupun pembanding (Khopkar, 1990).

Pengukuran dengan Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Metoda ini sangat sensitif dan dengan demikian sangat cocok untuk tujuan analisis. Spetrofotometri UV-Vis sangat kuantitatif dan jumlah sinar yang diserap oleh sampel dikemukakandalam hukum Lambert-Beer (Levine, 2009).

Gabungan dari hukum Lambert-Beer telah menurunkan secara empiris hubungan antara intensitas cahaya yang ditransmisikan dengan tebalnya larutan dan hubungan antara intensitas tadi dengan konsentrasi zat. Hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan tebal dan konsentrasi larutan.

Absorbsi sinar oleh larutan mengikuti hukum Lambert-Beer, yaitu :



A = log (Io / It) = a b c

Keterangan :

Io = Intensitas sinar datang,

a = Absorptivitas

b = Panjang sel/kuvet,

c = konsentrasi (g/l)

Gambar 4. Absorbsi radiasi oleh suatu sampel (Antoni, 2010)

Sampel yang sering dianalisis dengan menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis adalah senyawa organik. Senyawa organik yang dapat memberikan serapan yaitu senyawa yang memiliki gugus kromofor dan auksokrom. Gugus kromofor adalah gugus fungsi yang menyerap radiasi elektromagnetik pada daerah ultraviolet dekat dan daerah tampak untuk melihat gugus itu berwarna atau tidak. Hampir semua kromofor mempunyai ikatan tak jenuh. Sedangkan auksokrom merupakan suatu subsituen pada kromofor yang menghasilkan pengeseran merah.Pergeseran merah atau disebut efek batokrom merupakan pergeseran serapan maksimum ke panjang gelombang yang lebih panjang. Hal ini dapat disebabkan oleh perubahan pelarut atau adanya suatu auksokrom.

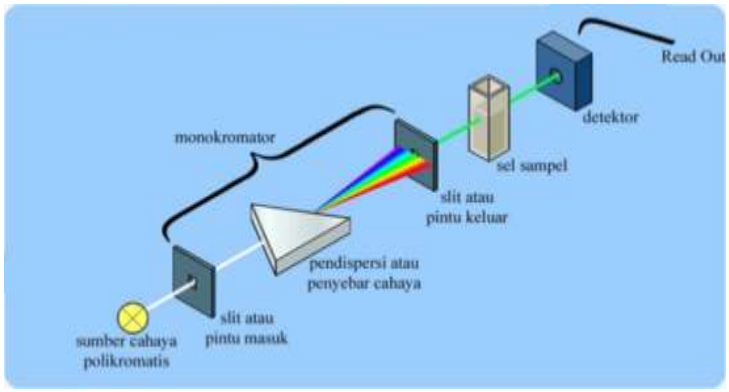
Ruang lingkup Spektrofotometri dapat diperluas dengan menggunakan reaksi warna, yang diiringi dengan peningkatan sensitivitas atau selektivitas. Reaksi warna digunakan untuk memodifikasi spectrum dari molekul pengabsorbansi sehingga dapat didetekdi pada daerah visibel dan terpisah dari senyawa pengganggu (Susanti, 2010).

Prinsip kerja Spektrofotometri (UV-Vis atau IR) yaitu “adanya interaksi antara materi dengan cahaya yang memiliki panjang gelombang tertentu”. Perbedaannya terletak pada panjang gelombang yang digunakan.

Tabel 3. Data warna berdasarkan panjang gelombang

Panjang Gelombang (nm)	Warna-Warna yang Diserap	Warna Komplementer (Warna yang Terlihat)
400-435	Ungu	Hijau Kekuningan
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru Kehijauan	Jingga
490-500	Hijau Kebiruan	Merah
500-560	Hijau	Ungu Kemerahan
560-580	Hijau Kekuningan	Ungu
580-595	Kuning	Biru
595-610	Jingga	Biru Kehijauan
610-800	Merah	Hijau Kebiruan

Spektrofotometer memiliki komponen-komponen pokok meliputi sumber radiasi, monokromator, sel sampel, detektor, dan read out (pembaca) seperti terlihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema Instrumen Spektrofotometer UV-Vis

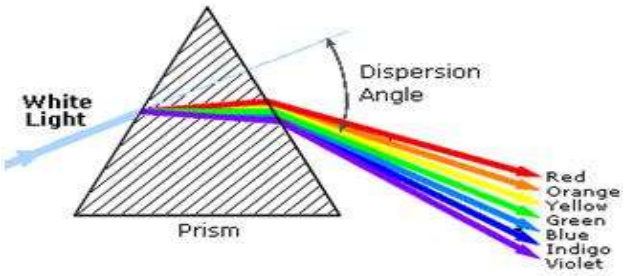
1. Sumber Radiasi

Dua sumber radiasi digunakan dalam spektrofotometer UV-Vis yang dapat mencakup rentang panjang gelombang antara 200 nm hingga 800 nm.Sumber radiasi yang ideal untuk pengukuran serapan harus dapat menghailkan 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 180 nm hingga 350 nm dan sangat umum digunakan dalam spektrofotometer Ultraviolet. Untuk sumber radiasi visible digunakan lampu filament tungsten. Flamen tungsten menghasilkan radiasi kontinu pada daerah panjang gelombang antara 350 nm sampai 900 nm.

2. Monokromator

Monokromator berfungsi sebagai penyeleksi panjang gelombang yaitu mengubah cahaya yang berasal dari sumber sinar polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Jenis monokromator yang saat ini banyak digunakan adalah gratting atau lensa prisma dan filter optik. Jika digunakan grating maka cahaya akan dirubah menjadi spektrum cahaya. Sedangkan filteroptik berupa lensa berwarna sehingga cahaya yang diteruskan sesuai dengan warnanya lensa yang dikenai cahaya. Ada banyak lensa warna dalam satu alat yang digunakan sesuai dengan jenis pemeriksaan. Proses pendispersian cahaya oleh spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada gambar 6.



Gambar 6. Pendispersi Cahaya Spektrofotometer UV-Vis

3. Sel sampel

Sel sampel berfungsi sebagai tempat meletakan sampel.Spektrofotometri UV-VIS menggunakan kuvet sebagai tempat sampel.Kuvet untuk ultraviolet

terbuat dari silica, sementara untuk visible terbuat dari kaca. Cuplikan yang akan diukur ditempatkan dalam sel atau kuvet. Kuvet yang terbuat dari kuarts atau silica lebur dapat digunkan untuk pengukuran di daerah UV-Vis. Kuvet untuk pengukuran bervariasi panjang jalurnya dari 1 cm sampai 10 cm.

4. Detektor

Detektor menyerap tenaga foton yang mengenainya dan mengubah tenaga tersebut agar dapat terukur secara kuantitatif. Kebanyakan detektor menghasilkan sinyal listrik yang dapat mengaktifkan meter atau pencatat. Detektor yang digunakan dalam spektrofotometer ultraviolet dan tampak disebut detektor fotolistrik.

Syarat-syarat sebuah detektor antara lain :

- Kepekaan yang tinggi terhadap radiasi yang diterima
- Memiliki kemampuan memberikan respon terhadap radiasi
- Memberikan respon terhadap radiasi dalam waktu yang serempak
- Memeberikan jaminan terhadap respon kuantitatif dan sinyal elektronik yang berbanding lurus dengan sinyal radiasi
- Sinyal elektronik yang diteruskan dapat diamplifikasikan oleh penguat ke rekorder (pencatat).

5. Read out

Merupakan suatu sistem baca yang menangkap besarnya isyarat listrik yang berasal dari detektor.

3.5 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis merupakan suatu tahapan penting dalam penjaminan mutu analisis kuantitatif. Menurut ISO 17025 (2005), validasi metode ditujukan untuk menjamin bahwa metode analisis yang dipergunakan memenuhi spesifikasi yang dapat diterima dan sesuai dengan tujuan yang diharapkan. Beberapa parameter validasi metode adalah sebagai berikut :

1. Keterulangan (*Precision*)

   Presisi merupakan ukuran keterulangan dari suatu metode analisis yang diukur sebagai simpangan baku relatif (RSD) dari sejumlah sampel. Dokumentasi presisi mencakup simpangan baku (SD), simpangan baku relatif (RSD) atau koefisian variasi (CV).

   Nilai RSD dirumuskan sebagai berikut:

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

   Keterangan :

   % RSD = Persen simpangan baku relatif

   SD = Simpangan baku

   $\bar{X}$ = Rata-rata dari pengukuran

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(X - \bar{X})^2}{(N-1)}}$$

   Keterangan :

   SD = Simpangan baku

   X = Nilai dari masing-masing pengukuran

   $\bar{X}$= Rata-rata dari pengukuran

N = Banyaknya Data

Kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi ≤ 2 %. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium (Harmita, 2004).

2. Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan atau akurasi merupakan ketelitian metode analisis atau ukuran yang menunjukkan kedekatan hasil analisis antara nilai yang terukur dengan nilai yang diterima atau nilai sebenarnya. Akurasi dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi ditentukan dengan menggunakan dua metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) dan metode penambahan baku (*standard addition method*). Kisaran perolehan kembali yang umum digunakan adalah 80 – 110 %. Nilai % *recovery* (%R) dapat dihitung melalui persamaan berikut :

$$\% \mathbf{R} = \frac{\mathbf{C_f - C_a}}{\mathbf{C}} \boldsymbol{X}\ \mathbf{100}\ \%$$

Keterangan :

C_f =konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

C_a = konsentrasi sampel sebenarnya

C = konsentrasi analit yang ditambahkan (Harmita,2004).

3. Linieritas dan rentang

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam suatu sampel. Linieritas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang

menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x). Linieritas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya ditentukan nilai kemiringan (*slope*), *intersep*, dan koefisien korelasinya. Pada keadaan normal, linieritas diperoleh ketika nilai koefisien determinasinya ($r^2 \geq 0{,}997$).

Rentang metode adalah batas konsentrasi terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukan dapat ditetapkan dengan akurasi, presisi, dan linearitas yang dapat diterima (Gandjar & Abdul, 2007; Harmita, 2004)

4. Batas Deteksi (*limit of detection*, LOD) dan Batas Kuantifikasi (*limit of quantification*, LOQ)

Batas deteksi adalah konsentrasi analit terendah yang terdapat dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantisasi merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. Batas deteksi dan batas kuantisasi dapat dihitung secara statistik melalui persamaan garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis lurus y = a + bx (Harmita, 2004).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Pengukuran formalin dilakukan pada panjang gelombang 412 nm dengan pH 4 dan waktu pengompleksan selama 75 menit.
2. Uji linearitas formalin pada konsentrasi (0,4; 1,6; 3,2; 4,8; 16; 20,2; 28,8; 40,3) ppm memberikan nilai koefisen korelasi (r) 0,9990 dengan nilai LOD formalin 0.2 ppm (mg/L) dan nilai LOQ 0.6 ppm (mg/L). Rata-rata persen perolehan kembali atau recovery yang dihasilkan pada konsentrasi 40,3 ppm adalah 101,7%. Dari hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode penetapan kadar formalin pada ikan tongkol menggunakan pereaksi *fluoral-p* sebagai pengompleks dan secara spektrofotometri UV-Vis memiliki nilai validitas yang cukup baik.
3. 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).

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka disarankan pada penelitian selanjutnya dilakukan penentuan kondisi optimum yang lain seperti pengaruh suhu dan konsentrasi menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis menggunakan *fluoral-p*. Bagi masyarakat untuk selalu berhati-hati dan cermat dalam mengkonsumsi bahan pangan yang dikonsumsi sehari-hari.

DAFTAR PUSTAKA

Arifin, Z., dkk. 2005. *Deteksi formalin dalam ayam broiler di pasaran*. Prosiding Seminar Nasional Teknologi Peternakan dan Veteriner, hal.1036-1040

Badan POM RI. 2013. BPOM RI NOMOR 36, *Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pengawet*

Bahar, B. 2004. *Memilih dan Menangani Produk Perikanan*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama

Badan POM RI. 2010. *Laporan Tahunan 2010.* Balai Besar POM Semarang, Semarang: Badan POM

Basuma, Topan. 2009. *Penentuan daerah penangkapan ikan tongkol berdasarkan pendekatan suhu permukaan laut dan hasil tangkapan di perairan Binuangeun*. Banten: IPB

Carquigny, S dkk. 2012. *Development of a Polyaniline/Fluoral-P Chemical Sensor for Gaseous Formaldehyde Detection. IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 12, NO. 5*

Descamps M.N. dkk. 2011. *Real-Time Detection of Formaldehyde by a Sensor*. Procedia Engineering 00 (2011) 1–9.

Dwiari, Sri Rini, 2008. *Teknologi Hasil Pangan*. Jakarta: Pusat Pembukuan, Departemen Pendidikan Nasional.

Gandjar, I.G & Abdul Rohman. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Halaman 220, 240 dan 255

Hamid A.Abdulmumen, dkk. 2012. *Food: Its preservatives, additives and applications IJCBS, 1(2012):36-47*. Nigeria: University of Ilorin

Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian Vol. 1 (119-122)

Hastuti, S. 2010. *Analisis Kualitatif Dan Kuantitatif Formalin Pada Ikan Asin di Madura*. Jurnal Agrointek. 4 (2): 133-137.

Hutabarat, Pujita. 2010. *Analisis Kandungan formalin pada mie basah beserta ciri-ciri fisik mie basah yang positif mengandung formalin dan yang negative mengandung formalin dipasar tradisional medan tahun 2010* [SKRIPSI]. Medan: USU