

VALIDASI *PAPER TEST* UNTUK UJI FORMALIN DENGAN PEREAKSI SCHIFF'S

VALIDATION OF *PAPER TEST* FOR TEST FORMALIN USING SCHIFF'S REAGENT

Rika Setianingrum, Regina Tutik Padmaningrum*

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

**email: regina_tutikp@uny.ac.id*

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kestabilan *paper test* untuk uji formalin pada ruang terbuka, tertutup dan lama penyimpanan, *method detection limit* (MDL), presisi dan akurasi. Pereaksi yang digunakan untuk uji formalin adalah pereaksi Schiff's. *Paper test* yang telah direndam dalam pereaksi kemudian dicelupkan dalam larutan sampel. Intensitas warna diukur dengan alat *chromameter*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimal yang dihasilkan adalah 554 nm. *Paper test* pada ruang tertutup lebih stabil daripada ruang terbuka. *Paper test* dalam keadaan tertutup kurang stabil selama penyimpanan 3 minggu. MDL_L* sebesar 2,084745, MDL_a* sebesar 0,610545, dan MDL_b* sebesar 1,0799425. Presisi dalam penelitian ini dilihat dari nilai standar deviasi relatif yaitu L* sebesar 3,9246%, a* sebesar 26,2197%, dan b* sebesar -21,4017%. Hal ini menunjukkan bahwa presisi *paper test* kurang baik, presisi yang baik adalah nilai RSD < 5%. Akurasi *paper test* dinyatakan dengan nilai perolehan kembali sebesar 141,4362% dan dengan nilai galat sebesar 41,1656%. Hal ini menunjukkan bahwa akurasi *paper test* kurang baik, karena akurasi yang baik adalah jika nilai perolehan kembali sebesar 90-110% dan nilai galat mendekati nol. *Paper test* valid digunakan untuk uji kualitatif, tetapi tidak valid untuk uji kuantitatif.

Kata kunci: *paper test*, *chromameter*, pereaksi Schiff's, analisis formalin

Abstract

The aim of this research was to study stability of paper test for the formalin test in open, closed spaces and storage time, method detection limit (MDL), precision and accuracy. The reagents used for the formalin test is Schiff 's reagent. The sample was fish that had been given formalin. Paper test that has been soaked in the reagent then dipped in a solution of the sample. Color intensity was measured using chromameter. The result of this research showed that

the maximum wavelength obtained was 554 nm. Paper test on a closed space was more stable than open space. *Paper test* in a closed state was less stable during storage of 3 weeks. MDL_L^* was 2.084745, MDL_a^* was 0.610545, and MDL_b^* was 1.0799425. Precision value express as relative standard deviation which L^* was 3.9246%, a^* was 26.2197%, and b^* was -21.4017%. This shows that the precision of the test paper was not good, because a good precision if the value of RSD < 5%. The accuracy of paper test declared by recovery value was 141.4362%, and the error value was 41.1656%. This shows that the accuracy of paper test not accurate because a good accuracy if the recovery value of 90-110% and error value of zero. Valid paper test is used for the qualitative test, but is invalid for quantitative test.

Keywords: paper test, chromameter, Schiff's reagent, formalin analysis

PENDAHULUAN

Banyaknya bahan tambahan pangan (BTP) dalam bentuk lebih murni dan tersedia secara komersial dengan harga yang relatif murah akan mendorong meningkatnya konsumsi bahan tersebut bagi setiap konsumen. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 722/Menkes/Per/IX/1988 menyebutkan bahwa tambahan bahan makanan yang dilarang digunakan dalam makanan salah satu adalah pengawet [1]. Formalin merupakan bahan beracun dan berbahaya bagi kesehatan manusia. Jika kandungan dalam tubuh tinggi, akan bereaksi secara kimia dengan

hampir semua zat di dalam sel sehingga menekan fungsi sel dan menyebabkan kematian sel yang tinggi dalam tubuh. Formalin bila menguap di udara, berupa gas yang tidak berwarna, dengan bau tajam menyesakkan sehingga merangsang hidung, tenggorokan, dan mata [2]. Formalin berbahaya karena dapat menyebabkan kanker, keracunan, dan aborsi spontan [2]. Masyarakat masih mempunyai tingkat pengetahuan yang rendah mengenai bahan pengawet, hal tersebut merupakan faktor utama penyebab penyalahgunaan formalin pada makanan [3].

Beberapa makanan ditemukan mengandung formalin. Hasil penelitian Nyi Mekar Saptarini, dkk (2011), dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak menunjukkan bahwa 44,44 % sampel tahu di pasar tradisional Purwakarta positif mengandung formalin dengan kadar 5,59–12,86 ppm [4]. Oleh karena itu peneliti mencoba membuat *paper test* formalin dengan pereaksi Schiff's yang belum ditemukan di pasaran.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kestabilan *paper test* untuk uji formalin pada ruang terbuka, tertutup dan lama penyimpanan, *method detection limit* (MDL), presisi dan akurasi.

METODE PENELITIAN

Subjek pada penelitian ini adalah analisis formalin dengan pereaksi Schiff's. Objek dalam penelitian ini adalah validitas *paper test* yaitu kestabilan, *method detection limit* (MDL), akurasi dan presisi serta penentuan panjang gelombang maksimal. Kestabilan dipelajari dengan

melihat pengaruh cara dan waktu penyimpanan.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer UV-Vis dan *chromameter*. Penelitian ini diawali dengan pembuatan larutan induk, pembuatan larutan standar formalin, penentuan panjang gelombang maksimal, pembuatan kurva kalibrasi, pembuatan *paper test*, uji kestabilan *paper test* terhadap cara penyimpanan dan lama penyimpanan, *method detection limit* (MDL), presisi dan akurasi. Pembuatan *paper test* dilakukan dengan memotong kertas kromatografi Whatman Cat No. 3001 653 dengan ukuran (1×2,5) cm. Selanjutnya kertas dicelupkan dalam pereaksi Schiff's selama 20 menit, kemudian dikeringkan dengan *drying oven* pada suhu 50°C [5]. Sampel yang digunakan adalah daging ikan lele. Sampel terlebih dahulu direndam formalin 1000 ppm selama 10 jam. Daging ikan selanjutnya dihaluskan dengan blender, kemudian ditimbang 250 gram, lalu direndam dalam 500 mL akuades. Campuran dimasukkan ke dalam botol lalu dikocok dan dibiarkan

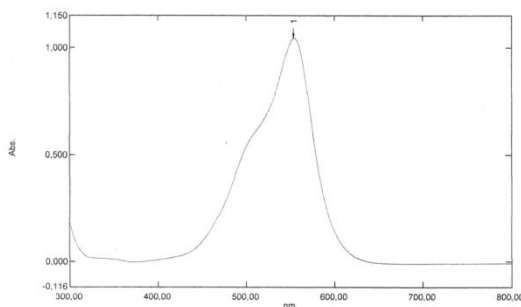
beberapa saat. Campuran disaring menggunakan kertas saring dan corong. Filtrate ditampung dalam botol dan ditutup rapat. Konsentrasi formalin dalam sampel diukur dengan *paper test* dan spektrofotometer UV-Vis.

HASIL DAN DISKUSI

Penentuan Panjang Gelombang Maksimal

Penentuan panjang gelombang maksimal dengan pereaksi Schiff's dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 300-700 nm.

Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 1.

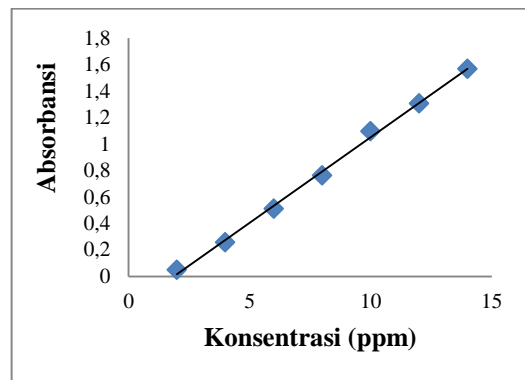


Gambar 1. Kurva Hubungan antara Panjang Gelombang vs Absorbansi

Nilai absorbansi tertinggi pada kurva menunjukkan panjang gelombang maksimal 554 nm dengan absorbansi 1,044 untuk larutan berwarna ungu.

Penentuan Kurva Kalibrasi

Pada pengujian kurva kalibrasi konsentrasi yang digunakan antara 2-10 ppm. Kurva kalibrasi larutan standar formalin dengan pereaksi Schiff's dapat dilihat pada Gambar 2.

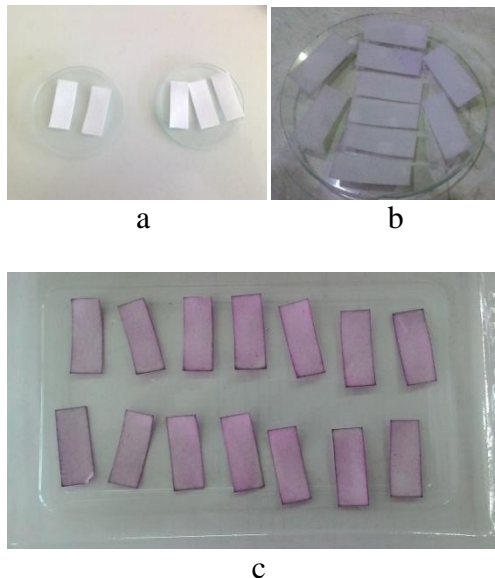


Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Formalin

Persamaan garis yang diperoleh dari Gambar 2 adalah $Y = 0,129196X - 0,24157$ dengan nilai koefisien determinan (R^2) sebesar 0,99739 atau koefisien korelasi (r) sebesar 0,99869. Menurut Morton [6] nilai koefisien korelasi (r) mempunyai kriteria kuat jika $0,8 \leq r < 1,0$, sehingga korelasi antara absorbansi dan konsentrasi pada kurva mempunyai kriteria yang kuat.

Pengaruh Cara Penyimpanan Terhadap Kestabilan Warna *Paper Test* Blangko

Kestabilan warna *paper test* dipengaruhi oleh cara penyimpanan yaitu dalam keadaan terbuka dan tertutup. Hasil pengamatan yang diperoleh secara visual dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. a. Warna Awal *Paper Test*; b. Warna *Paper Test* pada Penyimpanan Tertutup 1 minggu; c. Warna *Paper Test* pada Penyimpanan Terbuka 1 minggu

Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa penyimpanan dalam keadaan tertutup lebih stabil dibandingkan dalam keadaan terbuka, karena dapat mempertahankan warna putihnya, sedangkan dalam keadaan terbuka sudah mengalami perubahan warna menjadi warna ungu. Hal

tersebut kemungkinan disebabkan terjadinya reaksi antara pereaksi Schiff's dengan senyawa di udara seperti O_2 , H_2O , CO_2 , dan lain-lain. Dua warna yang terlihat sama secara visual belum tentu menyatakan bahwa *paper test* benar-benar stabil, maka diperlukan pengamatan dengan menggunakan alat *chromameter*.

Alat pengukur *chromameter* digunakan untuk mengukur warna yang hasilnya diformulasikan dalam nilai L^* , a^* , dan b^* . Nilai L^* mengindikasikan pencahayaan yang menunjukkan adanya warna putih jika menghasilkan nilai > 0 . Nilai a^* menunjukkan warna merah jika hasil yang diperoleh positif (+) atau lebih besar dari nol, dan akan menunjukkan warna yang hijau jika hasil yang diperoleh negatif (-) atau kurang dari nol. Nilai b^* akan menunjukkan warna kuning jika hasil yang diperoleh semakin positif (+) atau lebih besar dari nol, dan akan menunjukkan warna yang biru jika hasil yang diperoleh negatif (-) atau kurang dari nol [7].

Hasil pengukuran dengan *chromameter* selama penyimpanan 24

jam secara terbuka dan tertutup terhadap kertas blangko (kertas yang dicelupkan pereaksi Schiff's) dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Pengukuran L^* , a^* , dan b^* dengan *Chromameter* pada Penyimpanan 24 jam

No	Paper Test	24 jam		
		L^*	a^*	b^*
1.	Tertutup	83,07	0,64	-1,705
2.	Terbuka	80,67	2,12	-3,265
	Δ	2,4	-1,48	1,56

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Tabel 1 penyimpanan 24 jam dalam keadaan tertutup menghasilkan nilai L^* lebih besar sehingga lebih putih dibandingkan dengan penyimpanan dalam keadaan terbuka. Nilai a^* pada penyimpanan terbuka lebih besar dibandingkan pada penyimpanan tertutup. Hal tersebut menunjukkan bahwa intensitas warna merah dalam keadaan terbuka lebih besar. Nilai b^* pada penyimpanan terbuka lebih besar dibandingkan pada penyimpanan tertutup. Hal tersebut menunjukkan bahwa intensitas warna biru dalam keadaan terbuka lebih besar.

Pengaruh waktu penyimpanan terhadap warna *paper test* blangko

secara tertutup dipelajari dengan melihat perubahan warna dan diukur dengan *chromameter*. Hasil pengukuran dengan *chromameter* dapat dilihat pada Tabel 2.

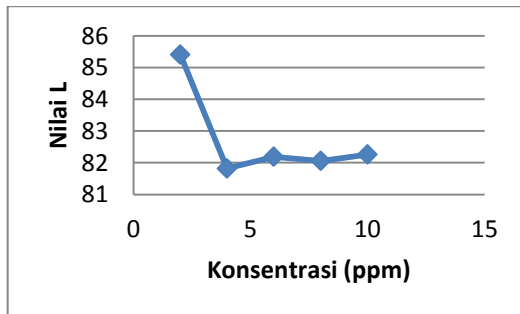
Tabel 2. Hasil Pengukuran L^* , a^* , dan b^* dengan *Chromameter* pada penyimpanan variasi waktu dalam Keadaan Tertutup

No.	Waktu Penyimpanan	Tertutup		
		L^*	a^*	b^*
1.	24 jam	83,07	0,64	-1,705
2.	1 minggu	80,63	2,225	-2,03
3.	2 minggu	79,785	2,775	-5,13
4.	3 minggu	78,865	3,71	-5,675

Berdasarkan Tabel 2 dapat dilihat bahwa nilai L^* mengalami penurunan setelah penyimpanan 3 minggu. Hasil tersebut menunjukkan bahwa intensitas warna putih mengalami penurunan. Nilai a^* dan b^* mengalami peningkatan setelah penyimpanan 3 minggu. Hasil tersebut menunjukkan bahwa intensitas warna merah dan biru pada *paper test* mengalami kenaikan. Penurunan nilai L^* dan meningkatnya nilai a^* , b^* menunjukkan bahwa *paper test* blangko kurang stabil.

Pengaruh Konsentrasi Larutan Formalin Terhadap Perubahan Warna Paper Test

Pada penyimpanan secara tertutup, perubahan warna yang dihasilkan dapat dilihat secara jelas dengan melihat perubahan nilai L^* pada kurva hubungan antara konsentrasi larutan formalin dengan nilai L^* seperti Gambar 4.



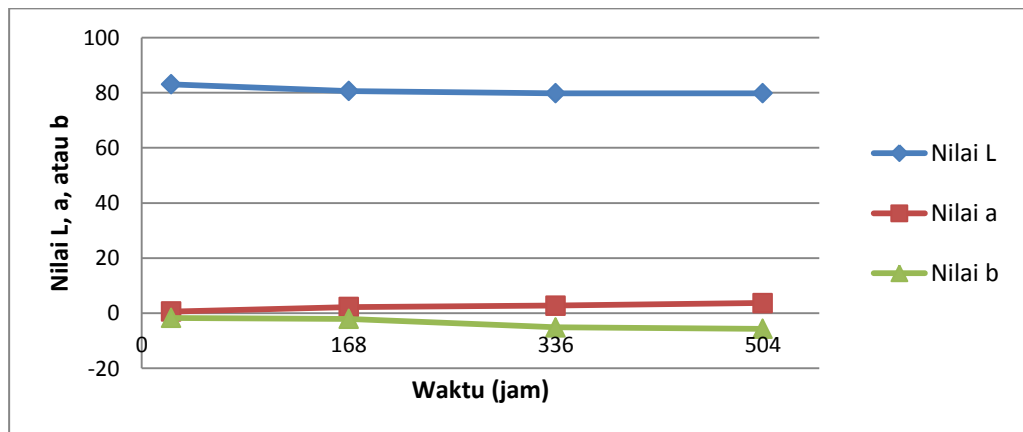
Gambar 4. Kurva Hubungan antara Konsentrasi vs nilai L^* pada penyimpanan secara tertutup 24 jam

Nilai L^* pada konsentrasi 2 ppm ke konsentrasi 4 ppm mengalami

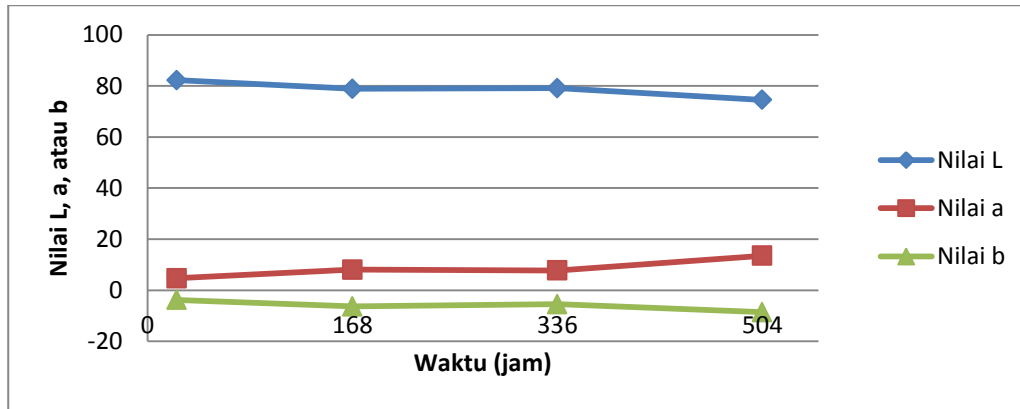
penurunan sebesar 3,64. Hal tersebut menunjukkan bahwa intensitas warna putih yang dihasilkan mengalami penurunan atau berkurang. Pada konsentrasi 6 ppm ke konsentrasi 10 ppm mengalami perubahan nilai L^* yang tidak signifikan. Hal tersebut dikarenakan pereaksi Schiff's memberi perubahan warna yang signifikan pada formalin yang mempunyai konsentrasi kurang dari atau sama dengan 6 ppm.

Pengaruh Lama Penyimpanan Terhadap Kestabilan Warna Paper Test

Kestabilan paper test dapat dilihat dengan membuat kurva hubungan antara waktu dengan nilai L^* , a^* , atau b^* seperti Gambar 5 dan 6.



Gambar 5. Kurva Hubungan antara Waktu vs nilai L^* , a^* , atau b^* pada Larutan Blangko (0 ppm)



Gambar 12. Kurva Hubungan antara Waktu vs nilai L^* , a^* , atau b^* pada Formalin 10 ppm

Berdasarkan kedua kurva tersebut yaitu kurva blangko (0 ppm) dan 10 ppm dapat diketahui bahwa *paper test* memiliki kestabilan yang kurang baik. Hal tersebut dapat ditunjukkan dengan adanya perubahan nilai-nilai pada kurva, dimana nilai L^* yang menunjukkan intensitas warna putih mengalami penurunan. Nilai a^* yang menunjukkan warna merah mengalami kenaikan harga. Nilai b^* yang menunjukkan warna biru mengalami kenaikan harga. Nilai a^* dan b^* menunjukkan intensitas warna yang semakin pekat karena mengalami kenaikan harga.

Penentuan Kadar Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian adalah ikan lele. Penentuan kadar formalin dalam sampel diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis yang dianggap sebagai hasil teori dan *paper test* yang diukur intensitas warnanya dengan menggunakan *chromameter*. Kadar sampel dapat ditentukan dengan menggunakan rumus:

Kadar formalin (ppm)=

$$\frac{X \times \text{Volume pengenceran (mL)}}{\text{Massa sampel (gram)}} \times fp$$

Berdasarkan perhitungan, kadar formalin dalam sampel yang diukur dengan spektrofotometer UV-Vis sebesar 94,251 ppm, sedangkan kadar

formalin yang dapat diserap oleh *paper test* sebesar 133,305 ppm.

Method Detection Limit (MDL)

Penentuan *Method Detection Limit* (MDL) bertujuan untuk mengetahui kemampuan terendah deteksi oleh suatu metode dengan peralatan dan personil yang ada yang berbeda terhadap blangko. Nilai MDL yang dihasilkan yaitu MDL_L* sebesar 2,084745, MDL_a* sebesar 0,610545, dan MDL_b* sebesar 1,0799425, yang diperoleh dari hasil perhitungan dengan menggunakan rumus:

$$MDL = t_{n-1} \times SD$$

Keterangan:

MDL = *method detection limit*

t_{n-1} = nilai t tabel untuk derajat bebas n-1 dengan tingkat kepercayaan 99%

SD = simpangan deviasi

Presisi dan Akurasi

Nilai presisi dinyatakan dengan *Relative Standard Deviation* (RSD) yaitu RSD_L* sebesar 3,9246%, RSD_a* sebesar 26,2197%, dan RSD_b* sebesar 21,4017%. Hasil tersebut diperoleh dari

perhitungan dengan menggunakan rumus:

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

Keterangan:

X_i = kadar formalin sampel

\bar{X} = kadar formalin sampel rata-rata

n = jumlah sampel

SB = simpangan baku [8]

Presisi yang diperoleh kurang baik, karena presisi yang baik adalah nilai RSD < 5%.

Uji akurasi dinyatakan dengan nilai perolehan kembali sebesar 141,4362%, dan dengan nilai galat sebesar 41,1656%. Hasil tersebut diperoleh dari perhitungan dengan menggunakan rumus:

$$\%Galat = \frac{C_{teori} - C_{terukur}}{C_{teori}} \times 100\% [9]$$

Akurasi yang dihasilkan kurang baik karena akurasi yang baik mempunyai galat mendekati nol atau kurang dari 10%.

KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimal yang dihasilkan adalah 554 nm. *Paper test* pada ruang tertutup lebih stabil daripada

ruang terbuka. *Paper test* dalam keadaan tertutup kurang stabil selama penyimpanan 3 minggu. MDL_L^* sebesar 2,084745, MDL_a^* sebesar 0,610545, dan MDL_b^* sebesar 1,0799425. Presisi dalam penelitian ini dilihat dari nilai standar deviasi relatif yaitu L^* sebesar 3,9246%, a^* sebesar 26,2197%, dan b^* sebesar -21,4017%. Hal ini menunjukkan bahwa presisi *paper test* kurang baik. Akurasi *paper test* dinyatakan dengan nilai perolehan kembali sebesar 141,4362% dan dengan nilai galat sebesar 41,1656%. Hal ini menunjukkan bahwa akurasi *paper test* kurang baik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini merupakan penelitian payung dari Ibu Regina Tutik Padmaningrum, M.Si, dkk. Oleh karena itu diucapkan banyak terimakasih atas bimbingan dan arahan dalam menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1988). Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomor 722/Menkes/Per/IX/88 tentang Bahan Tambahan Pangan. Jakarta: Depkes RI.
- [2] Wisnu Cahyadi. (2009). *Analisis & Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Bumi Aksara.
- [3] Sri Hastuti. (2010). Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Formaldehid pada Ikan Asin di Madura. *Agrointek* (Vol. 4, No. 2 Agustus 2010). Hlm. 132-137.
- [4] Nyi Mekar Saptarini, Yulia Wardati & Usep Supriatna. (2011). Deteksi Formalin dalam Tahu di Pasar Tradisional Purwakarta. *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi* (Vol. 12, No. 1, April 2011). Hlm. 37-44.
- [5] Randi Dwi Anggriawan, Citra Dewi Anggraini, Susiana, Putri Yurida Sari, Muhamad Firdaus & Abdul Rahem. (2014). PERFORMA (Paper Test Kit Formalin) as the Alternative Selection to Improve the Quality of Food Ingredients. *Food Science and Quality Management* (Vol. 31, 2014). Hlm. 122-126.
- [6] Morton, Richard F., Hebel, Richard j., McCarter & Robert J. (2008). *Panduan Studi Epideomologi & Biostatistika*. Penerjemah: Apriningsih. Jakarta: EGC.


- [7] Konika Minolta. (2012). *Chromameter CR-400/410*. Japan: BCECPE.
- [8] Purwanto A, Supriyanto C, & Samin P. (2007). Validasi Pengujian Cr, Cu, dan Pb dengan Metode Spektrofotometri. *Journal Student Universitas Negeri Yogyakarta*. 2(3).
- [9] Muhammad Aswad, Aisyah Fatmawaty, Nursamsiar & Rahmawanti. (2011). Validasi Metode Spektrofotometri Sinar Tampak untuk Analisis Formalin dalam Tahu. *Majalah Farmasi dan Farmakologi* (Vo. 15, No. 1 – Maret 2011). Hlm. 26-29.

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh Pembimbing I pada tanggal *11 April 2016*



Regina Tutik Padmaningrum, M.Si.
NIP.19650911 199101 2 001

Artikel ini telah direview oleh Penguji Utama pada tanggal *11 April 2016*



Endang Dwi Siswani, MT
NIP. 19541120 198702 2 001

