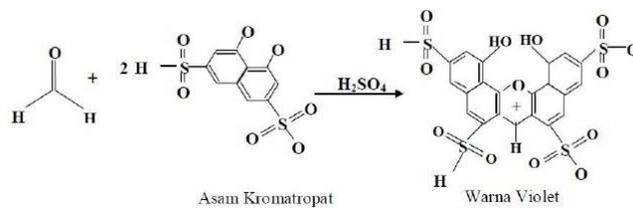


BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

1. Uji Kualitatif

Analisa kualitatif formalin pada ikan asin adalah menggunakan asam kromatofat 0,5% sampel yang berubah warna menjadi ungu.



Gambar 3. Reaksi formalin dengan asam kromatofat 0,5%

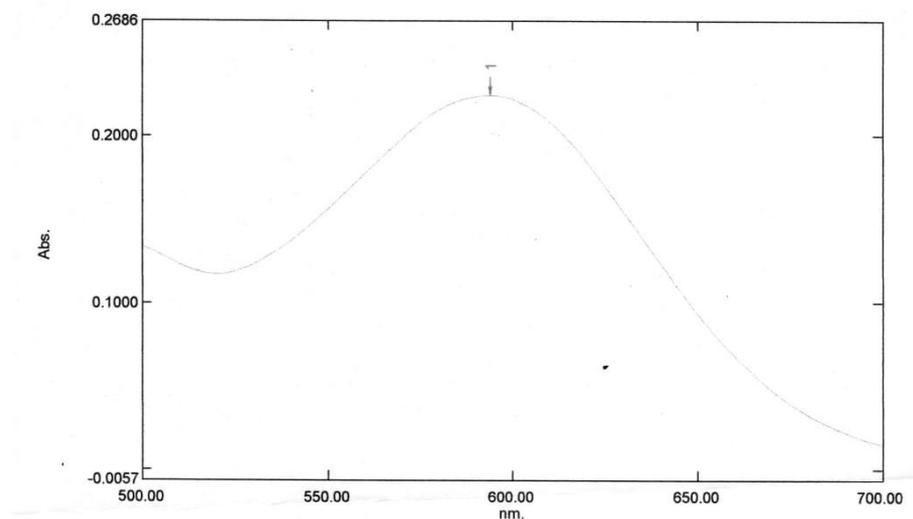
Gambar di atas menunjukkan reaksi formalin dengan asam kromatofat 0,5% menghasilkan warna violet.

Tabel 1. Hasil Uji kualitatif formalin pada ikan asin

Sampel	Replikasi	Hasil Percobaan	Keterangan
A	1	Ungu	Positif
	2	Ungu	Positif
	3	Ungu	Positif
B	1	Ungu	Positif
	2	Ungu	Positif
	3	Ungu	Positif
C	1	Ungu	Positif
	2	Ungu	Positif
	3	Ungu	Positif
D	1	Ungu	Positif
	2	Ungu	Positif
	3	Ungu	Positif
E	1	Ungu	Positif
	2	Ungu	Positif
	3	Ungu	Positif

2. Uji Kuantitatif

2.1. Penentuan panjang gelombang maksimum. Sebelum pembacaan sampel menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis, yang dilakukan adalah menentukan panjang gelombang maksimum. Tujuan penentuan panjang gelombang maksimum agar mengetahui daerah serapan yang dapat dihasilkan berupa nilai absorbansi dari larutan formalin yang dilarutkan dengan aquadestilata dan pereaksi Asam Kromatofat 0,5% yang kemudian diukur serapannya menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 500-700 nm

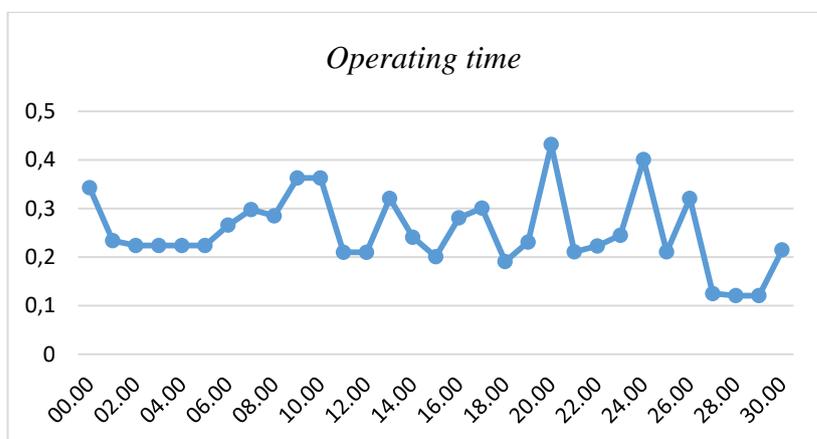


Gambar 4. Penentuan panjang gelombang

Berdasarkan penelitian ini. Panjang gelombang maksimum formalin terletak pada 594.0 nm dengan perolehan absorbansi 0.224. Menurut literatur Hastuti, 2010 panjang gelombang yang dihasilkan tidak jauh beda.

2.2. Penentuan *operating time*. Setelah mengetahui panjang gelombang maksimum, dilakukan penentuan *operating time* bertujuan untuk menentukan

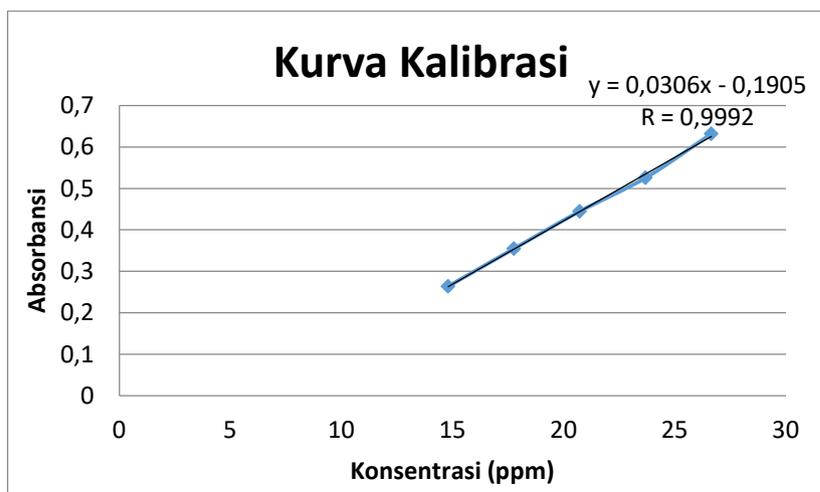
rentang waktu saat suatu larutan menghasilkan serapan yang stabil. *Operating time* dilakukan menggunakan baku formalin dan dibaca absorbansinya selama 30 menit dengan panjang gelombang 594 nm.



Gambar 5. Pembacaan *operating time*

Penentuan *operating time* yang telah dilakukan dapat diketahui pada menit ke 5 menunjukkan kestabilan. Sehingga dalam penelitian ini dilakukan pembacaan absorbansi setelah 5 menit terhitung setelah pemberian pereaksi asam kromatofat.

2.3. Kurva Kalibrasi. Penentuan kurva kalibrasi dilakukan setelah mendapatkan waktu kestabilan zat dan lambda maksimal. Kurva kalibrasi ini dibuat dengan 7 konsentrasi, yaitu 11,84 ppm; 14,8 ppm; 17,76 ppm; 20,72 ppm; 23,68 ppm; 26,64 ppm; 29,6 ppm dari larutan formalin, aquadestilata dan pereaksi asam kromatofat 0,5%. Penambahan pereaksi asam kromatofat akan mengubah larutan menjadi berwarna ungu.



Gambar 6. Kurva Kalibrasi

Persamaan kurva kalibrasi yang merupakan hubungan antara sumbu (x) dan (y). Konsentrasi yang diperoleh dari hasil pengukuran dinyatakan sebagai sumbu (x) sedangkan serapan yang diperoleh dari hasil pengukuran dinyatakan sebagai sumbu (y) dan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi yang diperoleh adalah Hasil pembacaan kurva kalibrasi menunjukkan persamaan $y = 0,0306 + 0,1905 x$ dan nilai $r = 0,9992$. Persamaan tersebut digunakan sebagai perhitungan kadar sampel

2.4. Penetapan kadar sampel dilakukan dengan tiga kali replikasi masing-masing diambil 2 mL sampel dimasukkan dalam 25 mL labu takar untuk direaksikan dengan asam kromatofat 0,5% sebanyak 5 mL dan dipanaskan selama 5 menit, ditambah dengan aquadestilata kemudian dibaca absorbansinya dengan lamda 594 nm. Nilai absorbansi yang didapat dimasukkan kedalam persamaan $y = a + bx$.

3. Analisis Validasi Metode

3.1. Presisi menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji yang diukur melalui penyebaran hasil dari rata – rata secara berulang. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi) berdasarkan penelitian yang dilakukan terhadap replikasi sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). Kemudian dihitung nilai simpangan baku (SD) dan koefisien variasi (KV) masing-masing konsentrasi.

Tabel 2. Perhitungan Presisi

Absorbansi	x	\bar{x}	$(\bar{x} - x)^2$	$\sum(\bar{x} - x)^2$	SD	RSD
0,357	17,8921		0,0002			
0,355	17,8267		0,0027			
0,355	17,8267		0,0027			
0,359	17,9575		0,0062			
0,356	17,8594	17,8790	0,0004	0,002609	0,017026	0,095%
0,359	17,9575		0,0062			
0,355	17,8267		0,0027			
0,358	17,9248		0,0021			
0,357	17,8921		0,0002			
0,355	17,8267		0,0027			

Adapun hasil perhitungan nilai RSD sebesar 0,095 % sesuai dengan syarat uji presisi dengan nilai yang disyaratkan $\leq 2\%$ (Ganjar dan Abdul, 2007).

3.2. Akurasi parameter selanjutnya yakni akurasi yang dinyatakan sebagai % perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi ditentukan dengan dua cara yaitu metode penambahan baku (*standar addition method*) atau metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) seperti yang digunakan pada

penelitian ini. Penambahan pereaksi asam kromatofat digunakan untuk mengikat formalin agar terlepas dari sampel sedangkan asam fosfat untuk mempercepat proses pelepasan formalin dari sampel (Hastuti, 2010).

Tabel 3. Perhitungan Akurasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	% perolehan kembali	% rata-rata	% KV
16,58	0,279	92,54		
16,58	0,281	92,93	92,67 %	
16,58	0,279	92,54		
20,72	0,446	100,39		99,11 %
20,72	0,445	100,23	100,34 %	
20,72	0,446	100,39		
24,86	0,603	104,31		
24,86	0,603	104,31	104,31 %	
24,86	0,603	104,31		

Berdasarkan hasil perhitungan yang didapat antara 99,11%, sehingga pengujian ini memenuhi syarat akurasi yaitu 80%-120%.

3.3. Linieritas merupakan metode analisis untuk untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diketahui nilai r yang diperoleh sebesar 0,9992 dengan nilai a sebesar -0,1905 dan b sebesar 0,0306. Dapat disimpulkan bahwa linieritas yang didapatkan cukup baik. Dalam pengujian linieritas r yang

didapatkan harus mendekati 1, karena apabila kurva kalibrasi tidak linier maka peluang kesalahan dalam analisis cukup besar (Riyanto, 2014)

3.4. Penentuan Batas Deteksi / *Limit of Detection* (LOD) dan Batas Kuantitasi / *Limit of Quantitation* (LOQ)

3.4.1. Batas Deteksi / *Limit of Detection* (LOD) Batas deteksi merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi dengan tingkat keyakinan tinggi. Nilai batas deteksi sebesar **1,3634** ppm diperoleh dari perhitungan dengan menggunakan rumus:

$$\text{LOD} = \frac{SD \times 3,3}{SI}$$

Keterangan :

LOD = *limit of detection*

SD = simpangan baku residual

SI = Slope

3.4.2. Batas Kuantitasi / *Limit of Quantitation* (LOQ)

Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis sebagai kuantitasi terkecil pada analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Nilai batas kuantitasi sebesar 4,1259 ppm diperoleh dari perhitungan menggunakan rumus:

$$\text{LOQ} = \frac{SD \times 10}{SI}$$

Keterangan :

LOQ = *limit of quantitation*

SD = simpangan baku residual

SI = Slope

Tabel 4. Perhitungan LOD dan LOQ

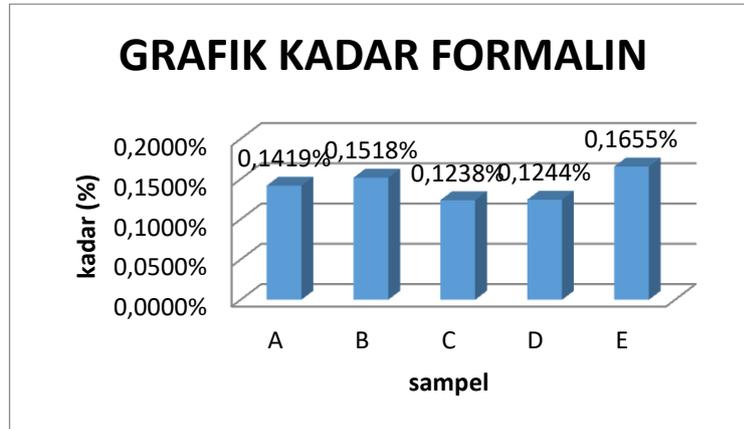
Ppm	Absorbansi (Y)	y1	y-y1	(y-y1) ²	$\Sigma(y-y1)^2$
11,84	0,203	0,1718	0,0312	0,0009734	
14,80	0,264	0,2624	0,0016	0,0000026	
17,76	0,355	0,3529	0,0021	0,0000044	
20,72	0,445	0,4435	0,0015	0,0000023	0,00069814
23,68	0,526	0,5341	-0,0081	0,0000656	
26,64	0,632	0,6247	0,0073	0,0000533	
29,60	0,691	0,7153	-0,0243	0,0005905	
SD	0,0118				
LOD	1,3634				
LOQ	4,1259				

Dari data di atas diperoleh nilai Batas Deteksi /*Limit Of Detection* sebesar 1,3634 dan Batas Kuantitasi /*Limit Of Quantitation* sebesar 4,1259

4. Penetapan Kadar Formalin.

Hasil penetapan kadar dari seluruh sampel yang diperiksa menghasilkan data absorbansi. Kadar formaldehid dihitung dengan persamaan linier yang didapat dari kurva kalibrasi, yaitu $y = 0,0306 + 0,1905x$. Penetapan kadar formalin dilakukan dengan tiga kali replikasi dengan penimbangan yang berbeda-beda.

Penetapan kadar formalin dilakukan dengan destilasi karena senyawa formalin yang diambil bersifat menguap.



Gambar 7. Kadar formalin dalam sampel

Berdasarkan grafik diatas menunjukkan bahwa kadar sampel A diperoleh kadar sebesar 0,1419% , sampel B sebesar 0,1518%, sampel C sebesar 0,1238, sampel D sebesar 0,1244 dan sampel E sebesar 0,1655%..