

Validasi Metode Analisis Formalin dan Aplikasinya Pada Ikan Asin Validation of Formalin Analysis Method and It's Application in Salted Fish

Dedy Suseno^{1a}

¹Halal Research Center Universitas YARSI, Jl. Letjend Soeprapto Kav.13 No. 1 Cempaka Putih, Jakarta Pusat, DKI Jakarta 10510

^aKorespondensi: Dedy Suseno, E-mail: dedy.suseno@yarsi.ac.id

(Diterima oleh Dewan Redaksi : 05- 03 - 2021)

(Dipublikasikan oleh Dewan redaksi : 30 - 10 - 2021)

ABSTRACT

Method validation aims to ensure that the method used is correct so it will produce accurate data. Based on the regulation of the Health Minister of the Republic Indonesia No. 033 of 2012, formaldehyde is a prohibited substance as a food additive. The existence of this regulation does not make salted fish free from formaldehyde because there are still producers who add formaldehyde to the manufacturing process. The validation process of the formaldehyde analysis method using Nash reagents and chromatropic acid is done using samples of bakang salted fish, teri cue, teri medan, and rebon that have MUI halal logo. This method is used to analyze the formaldehyde content in salted fish samples that don't have MUI halal logo. The research aims to validate the method analysis of formaldehyde by spectrophotometry using chromatropic acid reagents and Nash and analyze the content of formaldehyde in salted fish that don't have the MUI halal logo sold on traditional markets A and B. The result shows that R^2 , LoD, and the largest recovery value in chromatropic acid and Nash reagents are 0.9985, 0.0926 ppm, 54.21% and 0.9999, 0.0247 ppm, 42.72%. The biggest formaldehyde concentration in salted fish sold at markets A and B are 0.4671 ppm and 0.815 ppm.

Keywords: Nash, chromatropic acid, halal logo

ABSTRAK

Validasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa metode yang digunakan sudah tepat sehingga akan menghasilkan data yang akurat. Berdasarkan peraturan menteri kesehatan RI No. 033 tahun 2012, formalin merupakan zat yang dilarang sebagai bahan tambahan makanan. Adanya peraturan ini tidak menjadikan ikan asin bebas dari formalin karena masih ada oknum produsen yang menambahkan formalin pada proses pembuatannya. Proses validasi metode analisis formalin menggunakan pereaksi Nash dan asam kromatofat dilakukan dengan menggunakan sampel ikan asin bakang, teri cue, teri medan dan rebon yang memiliki logo halal MUI. Metode ini selanjutnya digunakan untuk menganalisis kandungan formalin dalam sampel ikan asin yang tidak memiliki logo halal MUI. Penelitian bertujuan memvalidasi metode analisis formalin secara spektrofotometri menggunakan pereaksi asam kromatofat dan Nash serta menganalisis kandungan formalin pada ikan asin yang tidak memiliki logo halal MUI yang di jual pada pasar tradisional A dan B. Hasil penelitian menunjukkan nilai R^2 , LoD, dan recovery terbesar pada pereaksi asam kromatofat dan Nash berturut-turut yaitu 0,9985, 0,0926 ppm, 54,21% dan 0,9999, 0,0247 ppm, 42,72%. Konsentrasi formalin terbesar pada ikan asin yang dijual di pasar A dan B yaitu 0,4671 ppm dan 0,815 ppm.

Kata kunci: Nash, asam kromatofat, logo halal

PENDAHULUAN

Validasi merupakan aksi konfirmasi bahwa metode analisis yang digunakan sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Menurut *United States Pharmacopeia* (USP), validasi dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis adalah akurat, spesifik, *reproduksibel* dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis (Rohman 2019). Menurut ISO 17025:2005, suatu metode analisis perlu divalidasi jika (1) metode tersebut tidak baku, (2) metode yang dikembangkan oleh laboratorium, (3) metode standar yang digunakan di luar ruang lingkungannya, (4) perubahan sekecil apapun dari metode standar, (5) gabungan dua atau lebih metode standar, dan (6) gabungan antara metode standar dan metode bukan standar.

Proses validasi suatu metode menjadi penting sebelum melakukan suatu analisis karena dengan melakukannya diharapkan menghasilkan data yang baik dan akurat. Menurut *United States Pharmacopeia* (USP) setidaknya ada 8 parameter yang harus dievaluasi untuk melakukan validasi metode analisis. Delapan parameter tersebut yaitu presisi, akurasi, batas deteksi, batas kuantifikasi, spesifisitas, linearitas dan rentang, kekasaran dan ketahanan (Rohman 2019). Persyaratan nilai parameter-parameter tersebut dapat dibuktikan berdasarkan percobaan yang dilakukan dalam laboratorium.

Ikan asin merupakan salah satu hasil olahan ikan laut yang digemari oleh masyarakat. Pembuatan ikan asin dilakukan dengan menambahkan garam pada ikan laut. Hal ini menjadi salah satu cara pengawetan alami agar ikan tidak cepat rusak karena aktivitas mikroba. Dalam proses pembuatan ikan asin, ternyata ada oknum produsen ikan asin yang juga menambahkan formalin. Hal ini dimaksudkan agar ikan asin yang dihasilkan menjadi lebih awet sehingga mengurangi biaya operasional. Formalin merupakan senyawa kimia formaldehida yang berbentuk cair dengan konsentrasi 37%. Salah satu fungsi formalin yang banyak digunakan yaitu sebagai pengawet mayat.

Berdasarkan peraturan menteri kesehatan (Permenkes RI No. 033 tahun 2012), formalin merupakan zat yang dilarang sebagai bahan tambahan makanan karena formalin dapat berdampak buruk bagi kesehatan. Lima FL *et al.* (2015) melaporkan bahwa dampak formaldehida pada konsentrasi 1%, 5%, dan 10% dalam waktu singkat memacu kerusakan oksidatif dan peradangan di otot diafragma dan trakea, serta menyebabkan metaplasia, ulserasi dan peningkatan lendir pada tikus. Namun dari beberapa penelitian dilaporkan masih saja ditemukan kandungan formalin dalam ikan asin (Niswah *et al.* 2016; Sikkana *et al.* 2018; Dwinanda 2020). Hal ini menyebabkan diperlukannya suatu metode yang mampu mendeteksi dan menganalisis formalin dalam sampel ikan asin dengan tepat dan akurat. Selain itu sejauh ini belum banyak dilaporkan data validasi suatu metode analisis formalin menggunakan sampel berupa ikan asin. Oleh sebab itu, ke dua hal tersebut menjadi dasar pemikiran pada penelitian kali ini.

Di dalam surat Al-maidah ayat 168, sesungguhnya ALLAH Subhanahu Wa Ta'ala memerintahkan kita sebagai seorang muslim untuk mengonsumsi makanan yang halal dan thayib. Kata thayib sendiri mengandung arti makanan yang tidak kotor dari segi zatnya, tidak rusak, tidak kedaluarsa atau tercampur najis. Jika ikan asin yang akan dikonsumsi mengandung formalin sudah tentu makanan ini menjadi tidak thayib. Suatu produk yang pada kemasannya memiliki logo halal Majelis Ulama Indonesia (MUI) maka dapat dipastikan produk tersebut halal dan thayib. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode analisis formalin dalam ikan asin menggunakan pereaksi asam kromatofat dan Nash serta menganalisis kandungan formalin pada ikan asin yang tidak memiliki logo halal MUI.

MATERI DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan yaitu sonikator, spektrofotometer UV-Vis, alat-alat gelas, pipet mikro, dan penangas air.

Bahan-bahan yang digunakan yaitu ammonium asetat (Merck), asetil aseton (Merck), asam asetat glacial (Merck), formaldehyde 37% (Merck), H₂SO₄ pekat (Merck), asam kromatofat, sampel ikan asin (ikan rebon, teri medan, pakang dan teri cue) yang di beli di pasar tradisional A dan B kota Bogor dan tak memiliki logo halal MUI, sampel ikan asin (ikan rebon, teri medan, pakang dan teri cue) yang memiliki logo halal MUI dan akuades.

Metode Penelitian

Penelitian ini secara garis besar dilakukan dengan beberapa tahapan yaitu ekstraksi formalin pada sampel ikan asin (Suryadi *et al.* 2010), analisis formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat (Farid 2014) dengan modifikasi, dan analisis formalin menggunakan pereaksi Nash. Sebelum melakukan analisis kuantitatif formalin menggunakan spektrofotometer UV-Vis maka perlu ditentukan terlebih dahulu panjang gelombang maksimum dan pembuatan kurva standar formalin.

Penentuan panjang gelombang maksimum

Penentuan Panjang gelombang maksimum standar formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat dilakukan dengan memipet sebanyak 2 mL standar formalin 0,05 ppm ke dalam tabung reaksi. Larutan ini lalu ditambahkan asam kromatofat 0,4% sebanyak 0,2 mL dan 3 mL asam sulfat pekat. Tabung reaksi ini di vortex lalu dipanaskan selama 15 - 20 menit pada suhu 100°C. Setelah dingin, ukur serapannya hingga didapatkan panjang gelombang maksimum.

Penentuan Panjang gelombang maksimum standar formalin menggunakan pereaksi Nash dilakukan dengan memipet sebanyak 2 mL standar formalin 0,05 ppm ke dalam tabung reaksi. Tambahkan sebanyak 3 mL pereaksi Nash kedalam tabung reaksi tersebut kemudian di vorteks. Setelah tercampur, larutan ini dipanaskan selama 30 menit pada suhu 40±2°C. Setelah dingin, pengukuran panjang gelombang maksimum dapat dilakukan.

Pembuatan kurva standar formalin

Pembuatan kurva standar formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat yang pertama dilakukan adalah membuat konsentrasi formalin 0, 0,05, 0,1, 0,5, 0,75, 1, 1,5, dan 2 ppm. Pipet sebanyak 2 mL dari masing-masing konsentrasi formalin lalu tambahkan asam kromatofat 0,4% sebanyak 0,2 mL dan 3 mL asam sulfat pekat ke dalam masing-masing tabung reaksi. Tabung reaksi ini lalu dipanaskan selama 15 - 20 menit pada suhu 100°C. Setelah selesai dipanaskan, diamkan larutan selama 10 menit pada suhu ruang lalu semua tabung siap diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan dilakukan sebanyak 7 kali ulangan.

Pembuatan kurva standar formalin menggunakan pereaksi Nash yang pertama dilakukan adalah membuat konsentrasi formalin 0, 0,05, 0,1, 0,5, 0,75, 1, 1,5 dan 2 ppm. Sebanyak 2 mL dari masing-masing konsentrasi formalin dipipet lalu dicukupkan volumenya dengan menggunakan pereaksi Nash sampai 5 mL ke dalam tabung reaksi. Setiap tabung reaksi lalu dipanaskan selama 30 menit pada suhu 40±2°C kemudian dibiarkan dingin pada suhu ruang selama 10 menit. Setelah dingin, semua tabung siap diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan dilakukan sebanyak 7 kali ulangan.

Ekstraksi formalin dalam sampel

Formalin dalam sampel diekstraksi dengan cara mencampurkan 5 gram sampel ikan asin yang tidak memiliki logo halal MUI dengan 50 mL aquades. Panaskan campuran ini pada suhu 40 °C selama 60 menit. Pengadukan dilakukan selama 1 menit dengan jeda waktu 5 menit. Setelah dingin sampel lalu disaring dan ditera sampai 100 mL dengan aquades. Larutan ini siap untuk dianalisis kadar formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat dan Nash. Sebagai blanko, sampel ikan asin yang tidak memiliki logo halal MUI diganti dengan sampel ikan asin yang memiliki logo halal MUI.

Uji kadar formalin dalam sampel

Analisis formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat dilakukan dengan

mengambil sebanyak 2 mL larutan sampel lalu ditambahkan 0,2 mL asam kromatofat dan 3 mL H₂SO₄ pekat. Larutan ini lalu di vortex agar homogen dan didiamkan beberapa menit sampai dingin. Setelah dingin, larutan ditempatkan dalam penangas air bersuhu 100°C selama 15 sampai 20 menit. Setelah selesai dipanaskan, dinginkan larutan selama 10 menit pada suhu ruang kemudian ukur serapannya. Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali ulangan pada masing-masing sampel.

Analisis formalin menggunakan pereaksi Nash dilakukan dengan mengambil sebanyak 2 mL larutan sampel lalu ditambahkan pereaksi Nash sebanyak 3 mL. Larutan ini kemudian dipanaskan selama 30 menit pada suhu 40±2°C. Setelah selesai dipanaskan, dinginkan larutan selama 10 menit pada suhu ruang kemudian ukur serapannya. Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali ulangan pada masing-masing sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan panjang gelombang maksimum

Panjang gelombang maksimum perlu ditentukan terlebih dahulu sebelum melakukan validasi metode analisis formalin secara spektrofotometri. Penentuan dan analisis kadar formalin harus dilakukan pada panjang gelombang maksimum dikarenakan (1) serapan maksimum didapatkan pada panjang gelombang maksimum dimana perubahan serapan karena konsentrasi juga maksimum sehingga menghasilkan kepekaan dan keakuratan yang lebih tinggi, (2) kurva kalibrasi yang linier diperoleh pada panjang gelombang maksimum karena data serapannya yang relatif konstan, (3) kesalahan pembacaan panjang gelombang dapat diabaikan karena bentuk serapan umumnya landai (Suryadi *et al.* 2010).

Panjang gelombang maksimum pada reaksi formalin dengan asam kromatofat pada penelitian ini yaitu pada 571 nm. Hal ini sedikit berbeda dengan hasil Ichiya'uddin (2014), Farid (2014) dan Fagnani *et al.* (2003) yang melaporkan hasil serapan

maksimumnya di 569 nm, 562 nm dan 575 nm. Sedangkan panjang gelombang maksimum pada reaksi formalin dengan pereaksi Nash pada penelitian ini yaitu pada 412,5 nm. Suryadi *et al.* (2010) dan (Nash (1953) dalam Suryadi *et al.* 2010) melaporkan panjang serapan maksimum pada reaksi formalin dengan pereaksi Nash yaitu 409,5 nm dan 412 nm.

Validasi metode analisis formalin

Validasi metode dilakukan bila metode yang digunakan dalam suatu pengujian merupakan metode baru namun jika metode yang digunakan sudah umum seperti pada AOAC maka hanya diperlukan verifikasi saja. Metode kuantitatif untuk pengujian validasi mengandung beberapa parameter yang ditentukan yaitu: selektivitas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD), presisi, linearitas, akurasi, *recovery* atau perolehan kembali, ketidakpastian pengukuran, dan stabilitas (Riyanto 2014). Menurut USP (*United States Pharmacopeia*) validasi metode meliputi 8 parameter yaitu presisi, akurasi, batas deteksi, batas kuantitasi atau *Limit of Quantification* (LoQ), Spesifisitas, linearitas dan rentang, kekasaran, ketahanan (Rohman 2019).

Nilai LoD menunjukkan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi, sedangkan nilai LoQ menunjukkan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan (Rohman 2019). Hasil penelitian pada Tabel 1 menunjukkan nilai LoD pada penentuan kadar formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat dan Nash sebesar 0,0926 ppm dan 0,0247 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa alat spektrofotometer UV-Vis masih dapat membaca atau mengukur konsentrasi formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat sebesar 0,0926 ppm dan menggunakan pereaksi Nash sebesar 0,0247 ppm.

Berdasarkan hasil penelitian didapatkan nilai LoQ pada penentuan kadar formalin menggunakan pereaksi asam

kromatofat dan Nash berturut-turut yaitu 0,3088 ppm dan 0,0822 ppm. Hal ini menyatakan bahwa untuk memperoleh hasil yang mempunyai akurasi lebih baik disarankan untuk melakukan pengukuran konsentrasi formalin diatas 0,3088 ppm untuk pereaksi asam kromatofat dan 0,0822 ppm untuk pereaksi Nash. Hal ini disebabkan karena pengukuran dibawah nilai LoQ dapat menghasilkan data yang tidak akurat.

Berdasarkan perbandingan dua metode untuk analisis formalin, metode pereaksi Nash lebih baik bila dibandingkan dengan pereaksi asam kromatofat, karena pada pereaksi Nash mampu bereaksi dengan formalin dan terbaca oleh spektrofotometer pada konsentrasi yang lebih kecil dari pereaksi asam kromatofat.

Penelitian Suryadi *et al.* (2010) bahkan melaporkan nilai LoD dan LoQ pada analisis

formalin menggunakan pereaksi Nash lebih kecil dari penelitian kali ini yaitu 0,0102 ppm dan 0,0341 ppm. Perbedaan nilai sensitifitas alat spektrofotometer UV-Vis yang digunakan dapat menyebabkan perbedaan nilai LoD dan LoQ tersebut.

Linearitas mengandung arti bahwa metode yang digunakan menghasilkan data yang berbanding lurus antara respon dengan konsentrasi analit. Ketelitian pengerjaan analisis suatu metode juga dapat digambarkan dengan linearitas. Teliti atau tidaknya pengerjaan suatu analisis dapat ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi lebih besar dari 0,997 pada kurva standar (Riyanto 2014). Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai koefisien determinasi pada metode asam kromatofat maupun Nash nilainya sudah diatas 0,997.

Tabel 1. Perbandingan Nilai R², LoD dan LoQ

No	Hasil	Pereaksi	
		asam kromatofat	Nash
1	Persamaan garis	$y = 0,2104x + 0,0101$	$y = 0,1493x - 0,0009$
2	R ²	0,9985	0,9999
3	LoD (ppm)	0,0926	0,0247
4	LoQ (ppm)	0,3088	0,0822

Presisi adalah ukuran kedekatan hasil analisis diperoleh dari serangkaian pengukuran ulangan dari ukuran yang sama. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan atau ketertiruan (Ryanto 2014). Presisi suatu metode akan memenuhi syarat, salah satunya jika nilai simpangan baku relative (%RSD) yang diperoleh dari percobaan lebih kecil dari CV Horwitz.

Selain membandingkan nilai %RSD dengan nilai CV Horwitz, presisi dapat pula dilihat dari nilai %RSD berdasarkan konsentrasi analit yang dianalisis (standar baku) dengan nilai %RSD yang didapat dari hasil penelitian (Ryanto 2014). Semakin kecil konsentrasi analit yang diuji maka nilai %RSD nya pun semakin besar dan begitu pula sebaliknya. Hal ini dapat dicontohkan

bila konsentrasi analit yang diukur $\leq 0,10\%$ maka %RSD nya $\leq 20\%$ dan bila konsentrasi analit yang diukur $\geq 10\%$ maka %RSD nya $\leq 2\%$. Pada penelitian ini presisi dilakukan dengan membandingkan nilai %RSD dengan CV Horwitz.

Data Tabel 2 menunjukkan bahwa pada pereaksi Nash semua nilai %RSD lebih kecil dari nilai CV Horwitz. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran konsentrasi formalin pada rentang 0,05 ppm sampai 2 ppm sudah presisi dan akurat. Berbeda dengan pereaksi asam kromatofat, nilai %RSD lebih besar dari CV Horwitz pada analisis konsentrasi formalin 0,05 ppm dan 0,1 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran konsentrasi formalin pada konsentrasi 0,05 ppm dan 0,1 ppm tidak presisi. Hal ini bisa dijelaskan karena berdasarkan perhitungan nilai LoQ nya yaitu 0,3088 ppm, sehingga

pengukuran konsentrasi formalin di bawah nilai LoQ nya akan tidak presisi dan akurat.

Tabel 2 Perbandingan Nilai %RSD dan CV Horwitz

Konsentrasi formalin (ppm)	Pereaksi Asam Kromatofat		Pereaksi Nash	
	% RSD	CV Horwitz	% RSD	CV Horwitz
0,05	30,24	18,60	15,31	16,60
0,10	20,24	15,89	11,10	14,96
0,50	7,96	11,81	8,37	11,95
0,75	7,44	11,13	6,82	11,20
1,00	9,75	10,66	7,03	10,72
1,50	4,47	10,11	6,17	10,08
2,00	6,99	9,67	5,43	9,66

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Tiga pendekatan yang biasa digunakan ketika melakukan uji akurasi yaitu (1) menggunakan SRM (*Standard Reference Material*), (2) melakukan spiking terhadap placebo dan (3) melakukan metode penambahan standar (Rohman 2019). Pada penelitian ini, akurasi dilakukan dengan pendekatan spiking terhadap placebo. Placebo yang digunakan yaitu sampel ikan asin yang telah memiliki logo halal MUI. Nilai perolehan kembali dilakukan dengan menambahkan konsentrasi formalin hingga 2 ppm ke dalam sampel ikan asin yang telah memiliki logo halal MUI.

Tabel 3. Perbandingan Nilai Perolehan Kembali

Sampel	Nilai Perolehan Kembali (%)	
	Asam Kromatofat	Nash
Ikan pakang	7,38	42,72
Teri medan	54,21	40,38
Rebon	21,74	36,25
Teri cue	22,98	40,71

Data pada Tabel 3 menunjukkan bahwa nilai perolehan kembali paling besar yaitu 54,21% pada pereaksi asam kromatofat dan 42,72% pada pereaksi Nash. Hal ini tentunya jauh dari kata baik jika dibandingkan dengan keberterimaan nilai perolehan kembali dari

yang disarankan. Rohman (2019) menyatakan bahwa kisaran perolehan kembali untuk konsentrasi analit yang diukur sebesar 1 ppm yaitu 80 sampai 110%. Rendahnya nilai perolehan kembali yang didapatkan dapat disebabkan karena kurang optimalnya metode yang digunakan dalam mengekstrak formalin dalam sampel. Salah satu hal yang mempengaruhi nilai perolehan kembali (%) yaitu jenis matriks sampel. Sebagai perbandingan, dengan menggunakan metode yang sama penelitian Suryadi *et al.* (2010) melaporkan bahwa nilai perolehan kembali analisis formalin menggunakan pereaksi Nash pada ikan dan udang segar berkisar 84,40% sampai 102,29%.

Analisis formalin pada sampel ikan asin

Salah satu metode analisis formalin secara spektrofotometri yang direkomendasikan oleh NIOSH (National Institute for Occupational Safety and Health) adalah dengan menggunakan pereaksi asam kromatofat (Fagnani *et al.* 2003). Metode ini memiliki kelebihan yaitu mudah untuk diterapkan, namun ada resiko yang dimiliki yaitu adanya penambahan asam sulfat pekat. Asam sulfat ini berperan sebagai oksidator kuat dalam reaksi formalin dengan asam kromatofat. Fagnani *et al.* (2003) menyatakan bahwa penggunaan H_2SO_4 yang berpotensi berbahaya dan korosif dapat dihilangkan dan digantikan oleh campuran HCl dan H_2O_2 .

Metode analisis formalin secara spektrofotometri lainnya yaitu dengan

menggunakan pereaksi Nash. Kelebihan pereaksi Nash yaitu mampu mendeteksi formalin dalam konsentrasi yang kecil pada sampel. Suryadi *et al.* (2010) menyatakan bahwa pereaksi Nash merupakan pereaksi yang warna yang paling baik bila dibandingkan dengan pereaksi asam kromatofat dan pereaksi Schryver dalam menganalisis formalin. Secara umum ada dua metode untuk menganalisis formalin yaitu metode spektrofotometri dan kromatografi. Metode spektrofotometri memiliki kelebihan yaitu mudah, murah dan cepat namun kekurangannya yaitu kurangnya ketepatan, kurangnya sensitifitas dan reaksinya mudah dipengaruhi oleh kompleks matriks sampel (Zang *et al.* 2017).

Sampel pada penelitian ini dibagi menjadi 2 jenis yaitu sampel ikan asin yang memiliki dan tidak memiliki logo Halal MUI. Sampel ikan asin yang telah memiliki logo Halal MUI dipastikan tidak akan mengandung formalin. Hal ini dikarenakan semua bahan yang digunakan untuk memproduksi ikan asin tersebut telah dinyatakan halal dan thayyib karena telah di uji baik secara dokumen maupun uji laboratorium. Penggunaan sampel ikan asin yang telah memiliki logo Halal dimaksudkan sebagai blangko. Hal ini dikarenakan sampel tersebut memberikan nilai absorban walau kecil, baik pada reaksi menggunakan asam kromatofat maupun pereaksi Nash. Hal ini dikhawatirkan menjadi bias terhadap perhitungan konsentrasi formalin pada sampel ikan asin yang tidak memiliki logo halal.

Pada uji formalin menggunakan pereaksi asam kromatofat, setelah larutan

ditambahkan asam sulfat pekat maka akan terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah bata keunguan. Male (2017) menyatakan bahwa jika sampel mengandung formalin maka larutan yang dihasilkan akan berubah warna menjadi merah keunguan. Terbentuknya kompleks warna ungu senyawa 3,4,5,6 - dibenzoxanthylum dikarenakan terjadi reaksi antara asam kromatofat dengan formalin dalam sampel (Farid 2014). Sedangkan pada uji formalin menggunakan pereaksi Nash, larutan akan berubah dari tidak berwarna menjadi ungu jika pada sampel tersebut mengandung formalin. Hal ini dikarenakan telah terbentuk senyawa kompleks 3,5-diasetil-1,4-dihidrolutidin (DDL) (Suryadi *et al.* 2010).

Hasil penelitian pada Tabel 4 menunjukkan bahwa 4 jenis sampel yang tidak memiliki logo halal MUI terdeteksi mengandung formalin dengan konsentrasi yang berbeda-beda, baik yang dibeli pada Pasar A maupun Pasar B. Adanya perbedaan konsentrasi formalin pada setiap sampel dapat dimungkinkan karena pada proses pembuatan ikan asin, setiap oknum produsen tidak mempunyai aturan baku tentang berapa banyak konsentrasi formalin dan air yang ditambahkan. Hal ini tentunya akan berpengaruh terhadap konsentrasi formalin pada produk ikan asin yang dihasilkan. Laporan Astro (2019) cukup menggambarkan bagaimana proses pembuatan ikan asin yang ditambahkan formalin. Namun yang perlu digaris bawahi yaitu adanya kandungan formalin dalam pangan walau sedikit saja maka akan memberikan efek buruk bagi kesehatan.

Tabel 4 Nilai Konsentrasi Formalin (ppm) Pada Sampel Ikan Asin

Sampel	Pereaksi Asam Kromatofat		Pereaksi Nash	
	Pasar A	Pasar B	Pasar A	Pasar B
Ikan Bakang	Tidak terdeteksi	0,083	Tidak terdeteksi	Tidak terdeteksi
Teri Medan	Tidak terdeteksi	0,156	Tidak terdeteksi	0,815
Rebon	0,467	0,389	Tidak terdeteksi	0,078
Teri cue	Tidak terdeteksi	0,182	0,091	0,266

Banyak hasil penelitian yang dalam ikan asin. Penelitian Niswah *et al.* (2016) menunjukkan bahwa ada ikan asin

yang di jual di pasar KM 5 Palembang mengandung formalin. Sikkana *et al.* (2018) juga melaporkan bahwa di pasar Palu tidak hanya ikan asin yang ditemukan mengandung formalin namun juga mie, ikan mujair dan tahu. Dwinanda (2020) dalam harian Republika melaporkan bahwa sebanyak 2,5 ton ikan asin mengandung formalin di Pasuruan, Jawa Timur. Hal ini membuktikan bahwa dari tahun ke tahun masih saja ditemukan produsen yang menggunakan formalin sebagai pengawet dalam pembuatan ikan asin.

Kurangnya edukasi terkait dampak buruk formalin bisa menjadi salah satu penyebab masih maraknya ditemukan formalin dalam bahan pangan. Peraturan menteri kesehatan (Permenkes RI No. 033 tahun 2012) menerangkan dengan tegas bahwa formalin merupakan zat yang dilarang sebagai bahan tambahan makanan karena berdampak buruk bagi kesehatan. Selain itu bila ditemukan oknum produsen yang dengan sengaja menambahkan formalin dalam produk pangan maka produsen tersebut bisa dikenai hukuman pidana yang mengacu pada pasal 136 huruf b Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 18 Tahun 2012 tentang pangan.

Undang-Undang No 33 tahun 2014 tentang Jaminan Produk Halal (JPH) telah diberlakukan sejak 17 Oktober 2019. Undang-Undang ini menyatakan bahwa semua produk yang masuk, beredar dan diperdagangkan di Indonesia harus memiliki sertifikat halal. Hal ini tentunya menjadi jaminan bahwa semua produk yang akan dikonsumsi oleh konsumen muslim akan terjamin kehalalannya. Selain berdampak positif bagi konsumen, Undang-Undang JPH ini juga akan memberikan dampak positif bagi produsen. Hal ini dikarenakan dengan jumlah mayoritas penduduk Indonesia yang beragama islam, sudah tentu jumlah konsumsi produk halal (misalnya makanan, minuman, kosmetik dan obat-obatan) akan semakin meningkat. Perlunya sosialisasi yang baik ke konsumen dan produsen terkait Undang-Undang JPH ini perlu ditingkatkan agar kesadaran masyarakat terhadap

konsumsi dan produksi produk halal semakin meningkat. Jika proses sertifikasi produk halal sudah berjalan dengan baik tentu produk ikan asin berformalin tidak akan pernah kita jumpai lagi.

Dampak buruk formalin

Secara umum formalin digunakan sebagai desinfektan, bahan pengawet mayat, pembasmi serangga, pembuatan pupuk urea dan masih banyak lagi (BPOM 2015). Zhang (2017) menyatakan bahwa dalam praktik di dunia pangan, formalin dapat digunakan sebagai pestisida, fungisida, dan pengawet. Pada prinsipnya fungsi formalin tidak ada satu pun yang bisa digunakan dalam industri pangan, walaupun ada maka hal itu adalah suatu pelanggaran. Faktanya di Indonesia ada beberapa oknum produsen yang sengaja menggunakan formalin sebagai bahan tambahan pangan, contohnya saja pada pembuatan ikan asin. Formalin ditambahkan dalam proses pembuatan ikan asin agar menghasilkan produk ikan asin yang tidak mudah rusak dan membuat warna ikan lebih cerah sehingga nampak seperti ikan segar. Astro (2019) melaporkan bahwa ada produsen ikan asin yang menggunakan bahan baku ikan yang sudah tak layak konsumsi dan untuk menghilangkan bau busuk serta mencerahkan warna ikan tersebut agar terlihat segar maka digunakanlah kaporit dan formalin.

Formalin bukanlah bahan tambahan pangan, oleh sebab itu jika digunakan dalam pangan pasti akan memberikan efek buruk bagi yang mengonsumsinya. Dampak formalin bagi Kesehatan dalam jangka pendek akan menyebabkan mulut, tenggorokan dan perut terasa terbakar, sakit menelan, mual, muntah dan diare, sakit perut hebat, sakit kepala, hipotensi, kejang, tidak sadar hingga koma. Sedangkan dampak formalin dalam jangka panjang bisa menyebabkan iritasi pada saluran pernafasan, bahkan diduga bersifat karsinogenik pada manusia (BPOM 2015). Pada tahun 2014, formaldehida dikategorikan sebagai zat karsinogenik oleh International Agency for Research on Cancer (IARC) (Zhang 2017). Hal ini

menggambarkan bahwa efek jangka panjang terakumulasinya formalin dalam tubuh dapat menyebabkan kanker. Hasil penelitian Elshaer dan Mahmoud (2017) melaporkan bahwa efek buruk formalin dapat menyebabkan iritasi mata, gangguan kulit, iritasi saluran pernapasan dan asma pada mahasiswa dan staff yang bekerja di ruang mayat. Hal ini tentu menjadi suatu informasi penting bahwa formalin dapat pula memberikan efek buruk bagi tubuh baik kontak secara fisik (kulit) maupun terhirup.

KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa secara umum metode analisis formalin menggunakan pereaksi Nash lebih baik dari metode yang menggunakan pereaksi asam kromatofat. Hasil validasi metode menggunakan pereaksi Nash menunjukkan nilai R^2 , LoD, LoQ dan recovery terbesar berturut-turut yaitu 0,9999, 0,0247 ppm, 0,0822 ppm dan 42,72%. Sedangkan nilai R^2 , LoD, LoQ dan recovery terbesar pada pereaksi asam kromatofat berturut-turut yaitu 0,9985, 0,0926 ppm, 0,3088 ppm, dan 54,21%. Pada sampel ikan asin yang tidak memiliki logo halal MUI diketahui ada yang mengandung formalin dengan konsentrasi terbesar yaitu 0,4671 ppm dan 0,815 ppm yang dibeli pada pasar A dan pasar B.

DAFTAR PUSTAKA

- Astro J. 2019. <https://youtu.be/WQPAOt1nY7c>. (1) Buser: Awas! ikan asin bumbu Formalin (1/3) YouTube. [26 Februari 2021]
- [BPOM] Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2015. Pengetahuan Bahan Berbahaya. Direktorat Pengawasan Produk dan Bahan Berbahaya BPOM RI, Jakarta
- Dwinanda R. 2020. <https://republika.co.id/berita/q6qaf3414/2.5-ton-ikan-asin-berformalin-disita-dari-pasuruan>. [27 Januari 2021].
- Elshaer NSM, Mahmoud MAE. 2017. Toxic effects of formalin-treated cadaver on medical students, staff members, and workers in the Alexandria Faculty of Medicine. *Alexandria Journal of Medicine*. 53: 337-343.
- Fagnani E, Melios CB, Pezza L, Pezza HR. 2003. Chromotropic acid formaldehyde reaction in strongly acidic media. The role of dissolved oxygen and replacement of concentrated sulphuric acid. *Talanta*. 60: 171-176.
- Farid M. 2014. Pengaruh suhu dan lama perendaman dalam pelarut air terhadap kadar formalin ikan asin belanak (*Mugil cephalus*). [Skripsi]. Program Sarjana, UIN Maulana Malik Ibrahim, Malang
- Ichya'uddin M. 2014. Analisis Kadar Formalin dan Uji Organoleptik Ikan Asin Dibeberapa Pasar Tradisional Di Kabupaten Tuban. [Skripsi]. Program Sarjana, UIN Maulana Malik Ibrahim, Malang
- Lima FL, Murta GL, Bandeira ACB, Nardeli CR, Lima WG, Bezerra FS. 2015. Short-term exposure to formaldehyde promotes oxidative damage and inflammation in the trachea and diaphragm muscle of adult rats. *Annals of Anatomy*. 202: 45-51.
- Niswah C, Pane ER, Resanti M. 2016. Uji kandungan formalin pada ikan asin di pasar KM 5 Palembang. *Jurnal Bioilmi*. 2 (2): 121-128.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 33 tahun 2012 Tentang Bahan Tambahan Pangan, Jakarta
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Penerbit Deepublish, Yogyakarta.
- Rohman A. 2019. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta
- Sikkana R, Sarapun IV, Puspitasari DJ. 2018. Formalin analysis of food ingredients in Palu. *Al-Kimia*. 6(1): 46-51
- Suryadi H, Kurniadi M, Melanie Y. 2010. Analisis Formalin Dalam Sampel Ikan dan Udang Segar Dari Pasar Muara Angke. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. VII (3): 16 - 31.

Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 18 Tahun 2012 Tentang Pangan, Jakarta.

Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 33 Tahun 2014 Tentang Jaminan Produk Halal (JPH), Jakarta

Zang X, Shen X, Wang Y, Cai Y, Huang D. 2017. The Research Progress of Detection Method of Formaldehyde in Food. *Advances in Engineering Research (AER)*. 135: 513-517.