

Sintesis dan Validasi Indikator Strip Formalin

¹Wisnu Madyana, ²Arlina Prima Putri, ³Sukanta

^{1,2,3}Prodi Farmasi, Fakultas MIPA, Unisba, Jl. Tamansari No. 1 Bandung 40116
e-mail: 1wisnu_madyana@rocketmail.com, 2arlinaprimaputri@gmail.com

Abstrak. *Formalin merupakan senyawa kimia bersifat racun jika terkonsumsi dan terakumulasi di dalam tubuh, dimana akan terjadi reaksi kimia di dalam sel yang menekan fungsi sel sehingga mengakibatkan keracunan atau timbulnya sel kanker. Formalin atau larutan formaldehid sering disalahgunakan sebagai bahan pengawet makanan. Oleh sebab itu, dibutuhkan cara untuk identifikasi formalin dengan mudah, cepat dan stabil. Tujuan penelitian ini adalah menghasilkan metode baru untuk identifikasi formalin menggunakan komposit polimer berbasis poli(metilmetakrilat) (PMMA) dan Polisulfonat (PSf) sebagai penyangga dengan menggunakan NMP (pelarut) dan akuades (non-pelarut) dengan metode inversi fasa, kemudian lembaran indikator strip diaktivasi dengan menggunakan katalis asam kuat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses aktivasi indikator dengan katalis asam kuat memberikan hasil yang spontan serta memiliki batas deteksi 1%. Dari 13 sampel makanan yang diujikan 5 diantaranya terdeteksi mengandung formalin. Selain itu, stabilitas indikator strip masih dapat mendeteksi formalin selama 50 hari dan memiliki spesifisitas terhadap senyawa pengawet lain.*

Kata Kunci : *Indikator strip, formalin, PMMA, PSf*

A. Pendahuluan

Industri pangan di Indonesia telah berkembang dengan pesat, seiring banyak investor asing yang menanam modal pada bidang industri di Indonesia. Hal ini tentu saja dapat meningkatkan sektor perindustrian di Indonesia terutama industri kecil dan rumah tangga yang memproduksi berbagai macam produk dan jenis makanan (Anggahini, 2008).

Seiring dengan perkembangan tersebut, sering ditemui adanya tindakan penyalahgunaan bahan tambahan makanan untuk meningkatkan nilai dagang dan nilai produksi. Salah satu penyalahgunaan pada produk makanan adalah penggunaan pengawet sintetis misalnya formalin (Winarno, 1994: 21).

Formalin secara umum diketahui oleh masyarakat awam sebagai pengawet mayat dan desinfektan. Konsumsi formalin dapat mengakibatkan terjadi efek jangka pendek muntah, pusing, iritasi lambung, diare bahkan dapat memicu terjadinya sel kanker. (Wibowo, 2012 dan Cahyadi, 2009:259).

Analisis formalin pada produk pangan atau makanan dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif dengan metode yang akurat, dilakukan di laboratorium dengan menggunakan pereaksi kimia atau dengan metode instrumentasi yang memerlukan tenaga ahli, sehingga masyarakat tidak dapat melakukan deteksi formalin dengan mudah. Salah satunya dibuat indikator strip formalin (Cahyadi, 2009: 268).

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana pengaruh pemakaian asam kuat terhadap pembuatan indikator strip berbasis komposit poli (metil metakrilat) - polisulfonat yang optimal untuk identifikasi formalin serta melihat sejauh mana stabilitas indikator strip berbasis komposit poli (metil metakrilat)-polisulfonat.

Sehingga dari masalah tersebut, dihasilkan tujuan penelitian berupa optimasi penggunaan asam kuat pada analisis kualitatif formalin pada indikator strip berbasis komposit poli (metilmetakrilat)-polisulfonat sehingga didapatkan validasi metode analisis yang lebih baik dan didapatkan indikator strip yang stabil, cepat dan mudah.

Dengan manfaat dapat membantu masyarakat dalam identifikasi senyawa formalin dalam makanan yang dikonsumsi.

B. Landasan Teori

Bahan tambahan makanan merupakan senyawa atau campuran berbagai senyawa yang sengaja ditambahkan ke dalam makanan dan terlibat dalam proses pengolahan, pengemasan atau penyimpanan, untuk tujuan tertentu dan bukan merupakan bahan utama. Tujuan penambahan bahan tambahan makanan secara umum agar menghasilkan atau diharapkan menghasilkan (langsung atau tidak langsung) suatu makanan yang lebih baik atau secara nyata mempengaruhi sifat khas makanan tersebut. (Winarno, 1994:21 ; dan Cahyadi, 2009:2).

Formalin merupakan senyawa kimia yang sudah sejak lama digunakan untuk mempersiapkan serta membuat vaksin dengan mensterilkan bakteri atau menginaktifkan bakteri maupun virus tanpa merusak antigenitasnya. Selain itu, formalin digunakan juga sebagai desinfektan (Marliana, 2008).

Formalin merupakan larutan senyawa formaldehid yang merupakan suatu bahan kimia dengan berat molekul 30,03 g/mol, bahan ini tidak berwarna, larut dalam air dan etanol dan bercampur dengan kloroform dan eter. Sehingga penyalahgunaan formalin dalam bahan tambahan pangan tidak dapat terlihat oleh kasat mata (Depkes RI, 1995:1157).

Larutan ini tidak berwarna dengan bau yang menusuk atau tajam. Formalin merupakan bahan beracun dan berbahaya bagi kesehatan manusia. Jika kandungannya dalam tubuh tinggi, maka formalin akan langsung berikatan gugus asam amino yang terdapat dalam DNA manusia yang mengakibatkan formalin menjadi senyawa karsinogenik. Seiring dengan banyaknya penyalahgunaan formalin sebagai pengawet pangan. Dibuat indikator strip formalin yang merupakan pengembangan dari kit tester dalam media kertas. Proses katalis merupakan suatu proses yang dapat mempercepat terjadinya reaksi kimia untuk identifikasi formalin (Cahyadi, 2009:259).

Indikator strip dibuat dengan sistem komposit yang merupakan gabungan dari material yang memiliki 2 fase komponen atau lebih. (Hadiyawarman, dkk., 2008).

Poli(metil-metakrilat) atau (PMMA) merupakan jenis polimer termoplastik yang transparan, memiliki kekuatan tumbukan yang baik serta ketahanan suhu dan radiasi ultraviolet yang cukup baik. Membran PMMA memiliki keteraturan ruang (*stereoregularity*) yang buruk sehingga membran PMMA bersifat amorf (Pinem, 2011).

Polisulfon (PSf) adalah suatu produk polimer yang dihasilkan dari reaksi di-p-dikloro-difenilsulfonat dengan garam disodium dari bisfenol-A. Polisulfonat memiliki berat molekul yang besar atau kompleks yaitu 30.000 g/mol. Polisulfon bersifat hidrofobik karena mempunyai gugus aromatik pada struktur kimianya dan memiliki kelarutan yang rendah (Teraoka, 2002: 102).

Inversi fasa adalah proses transformasi polimer dari fasa cair ke fasa padat. Proses pemadatan (solidifikasi) ini diawali dengan perubahan satu fasa cair menjadi dua fasa cair yang saling campur, peristiwa ini disebut pemisahan cair-cair (*liquid-liquid demixing*). Salah satu fasa cair tersebut adalah fasa yang kaya polimer, fasa ini akan memadat selama proses inversi fasa sehingga membentuk matriks padat (membran) (Pinem, 2011).

Validasi metode analisis dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis akurat, spesifik, reproduksibel, dan tahan pada kisaran analit yang dianalisis (Ganjar, et al., 2001). Langkah-langkah yang dilakukan dalam validasi metode analisis adalah uji

kontrol positif dan negatif, uji sampel, uji batas deteksi, uji stabilitas penyimpanan, uji ketegaran (*robustness*).

Uji sensitivitas dapat didefinisikan sebagai nilai analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Sensitivitas merupakan batas uji yang secara spesifik menyatakan apakah analit diatas atau dibawah nilai tertentu (Gandjar, dkk., 2007: 458).

Uji penyimpanan suatu produk sangat berpengaruh pada stabilitas produk. Untuk memperoleh hasil analisis yang reproduibel dan reliabel, maka sampel, reagen dan baku yang digunakan harus stabil pada waktu tertentu. Stabilitas semua larutan dan reagen sangat penting, baik yang berkaitan dengan suhu atau yang berkaitan dengan waktu (Gandjar, dkk., 2007: 471).

Uji ketegaran merupakan kapasitas metode untuk tetap tidak terpengaruh oleh adanya variasi parameter metode yang kecil. Ketegaran dievaluasi dengan melakukan variasi parameter-parameter metode seperti: persentasi pelarut organik, pH, kekuatan ionik, suhu, dan sebagainya. Suatu praktek yang baik untuk mengevaluasi ketegaran suatu metode adalah dengan variasi parameter-parameter penting dalam suatu metode secara sistematis, kemudian mengukur suatu pengaruh pada pemisahan (Gandjar, dkk., 2007: 470-471).

Uji karakterisasi penyangga dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopic* (SEM), dimana prinsip kerja *Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang gambar permukaan sampel dipindai dengan menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola pemindai pixel. Microscope ini menggunakan hamburan elektron dalam membentuk bayangan Elektron berinteraksi dengan atom-atom yang membentuk sampel menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat-sifat lain seperti konduktivitas listrik (Hunt dan James, 1993:306).

C. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan formaldehid 37%, akuades, pereaksi spesifik formalin, polimer poli(metilmetakrilat), polimer polisulfonat, N-metil-2-pirolidon (NMP), asam kuat, easy kit formalin, sampel ikan asin, ikan basah, tahu, mie basah, natrium klorida, pemutih baju, natrium benzoat, kloramfenikol, pestisida, asam askorbat (vitamin C), tawas.

Selain itu, alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca, gelas ukur, gelas kimia, batang pengaduk, pengaduk magnetik, mortar, pipet tetes, pinset, pipet ukur, tabung reaksi, rak tabung reaksi, labu erlenmeyer, cawan petri, spatula, sendok tanduk, corong botol, botol pereaksi, labu ukur, lakban hitam, *double tip*, vial, tabung eppendorf, SEM (*Scanning Electron Microscope*).

Pembuatan lembaran strip berbasis komposit poli (metil-metakrilat) - polisulfonat sebagai penyangga dengan konsentrasi yang terbaik (Maftuhah, 2014:28) menggunakan metode inversi fasa. Selanjutnya dilakukan pengembangan pereaksi kimia spesifik untuk analisis formalin serta dilakukan pengujian kondisi optimum katalis asam kuat. Tahap akhir adalah pengujian indikator strip yang dihasilkan terhadap sampel dan validasi metode analisis indikator strip serta karakterisasi penyangga.

D. Hasil Penelitian

Pembuatan lembaran indikator strip dengan campuran komposit polimer PMMA-PSf dengan pelarut NMP, dilihat dari segi pemilihan bahan yang memiliki nilai elastisitas Modulus Young's yang berdekatan. Konsentrasi yang dipilih yaitu konsentrasi terbaik yang dihasilkan oleh campuran polimer pada saat membentuk masa cetak yang baik terhadap indikator strip yang baik (Teraoka, 2002: 107).

Setelah pembuatan lembaran indikator strip, dilakukan proses aktivasi lembaran indikator strip. Tujuan dari proses aktivasi adalah mengaktifkan pereaksi spesifik untuk analisis formalin yang terdapat didalam lembaran indikator strip.

Proses aktivasi lembaran indikator strip dilakukan dengan menggunakan asam kuat, asam kuat sering sekali digunakan sebagai katalis dalam rangkaian reaksi kimia. Pada dasarnya, konsentrasi asam kuat yang digunakan sebagai katalis harus memiliki konsentrasi yang pekat. Tetapi asam kuat dengan konsentrasi pekat memiliki sifat destruktif atau merusak pada objek apapun termasuk lembaran indikator strip, maka optimasi penggunaan katalis pada penelitian ini yaitu dengan menurunkan konsentrasi asam kuat pekat menjadi larutan asam dengan konsentrasi tidak pekat (asam kuat) (Maftuhah, 2014:30).

Metode aktivasi dilakukan dengan metode impregnasi, impregnasi merupakan proses perendaman suatu benda atau objek lainnya dengan menggunakan suatu senyawa atau bahan tertentu. Proses impregnasi indikator strip dilakukan dengan menggunakan katalis asam kuat yang dilakukan dengan 2 senyawa yaitu larutan asam kuat dan larutan pereaksi dalam asam kuat. Pada saat proses deteksi formalin, kedua katalis ini dapat mendeteksi formalin secara jelas dengan membentuk warna ungu violet. Dari kedua katalis tersebut, larutan pereaksi dalam asam kuat dapat memberikan warna yang lebih jelas dibandingkan dengan lembaran yang diaktivasi dengan asam kuat.

Dari hasil ini, penggunaan katalis larutan pereaksi dalam asam kuat terhadap reaksi formalin tidak hanya membutuhkan agen oksidator saja, tetapi membutuhkan suasana yang eksoterm agar terjadi penyerapan air dalam reaksi kimia. Selain itu, fungsi lain asam kuat adalah memprotonasi atom oksigen yang terdapat didalam gugus karbonil pada formalin. Akibatnya atom oksigen pada gugus karbonil akan terprotonasi karena memiliki muatan parsial negatif (δ^-), sehingga proses aktivasi menggunakan katalis asam kuat dapat menyebabkan reaksi yang spontan, dan terjadi perubahan warna pada saat proses deteksi formalin.

Selain itu, lembaran indikator strip dilakukan uji terhadap kontrol positif terhadap formalin. Hasil menunjukkan terjadinya perubahan warna menjadi ungu violet. Sementara untuk uji kontrol negatif berupa akuades, hasil menunjukkan tidak adanya perubahan warna (tidak bereaksi). Pengujian ini ditujukan untuk melihat pengaruh perubahan warna dari sampel yang memiliki senyawa formalin dan tidak.

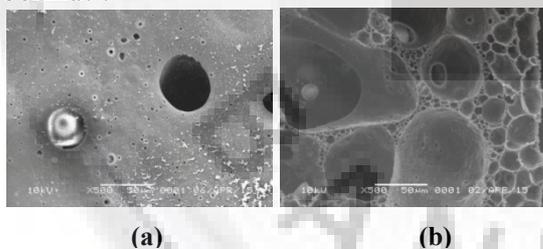
Pada pengujian sampel makanan, dilakukan terhadap sampel makanan yang dicurigai mengandung formalin seperti ikan asin, ikan basah, tahu, mie basah. Pengujian dilakukan dengan pembandingan berupa *Easy kit* formalin yang terdapat dipasaran. *Easy kit* merupakan suatu alat deteksi formalin yang kemampuan analisisnya telah terkonfirmasi. *Easy kit* digunakan sebagai alat pengkonfirmasi hasil analisis formalin dengan menggunakan indikator strip. Hasil menunjukkan bahwa 5 dari 13 sampel menunjukkan keberadaan formalin. Hal ini ditandai dengan tingkat kesesuaian analisis antara *Easy kit* dengan indikator strip yang telah dibuat.

Pada saat uji batas deteksi, indikator strip memiliki batas deteksi sebesar 1 %. Batas deteksi merupakan batas terendah pada lembaran indikator strip dalam mendeteksi formalin, proses deteksi formalin perlu didukung dengan perlakuan tambahan yaitu dengan menggunakan proses pemanasan alami dengan air panas. Proses pemanasan dapat meningkatkan proses oksidasi pada asam kuat dalam reaksi kimia.

Pada uji ketegaran (*Robustness*), indikator strip diujikan terhadap pengawet lain yang biasa digunakan dalam pangan. Pengawet yang digunakan yaitu berupa pengawet pangan (seperti natrium benzoat, asam askorbat, NaCl) dan pengawet yang dilarang digunakan dalam produk pangan (seperti Kloramfenikol, tawas, pemutih baju). Dari hasil yang didapat, indikator strip tidak menghasilkan perubahan warna. Artinya proses analisis formalin tidak akan terganggu (tidak terjadi positif palsu) dengan adanya pengawet lain. Sehingga tingkat spesifisitas indikator strip dalam mendeteksi keberadaan formalin dalam sampel sangat selektif.

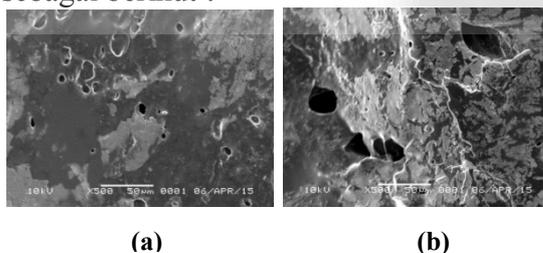
Pada uji stabilitas, Lembaran indikator strip diujikan dalam larutan formaldehid pada interval waktu setelah indikator strip diaktivasi. Lembaran strip diuji sampai 50 hari dalam wadah yang tersimpan rapih. Pengamatan dilakukan setiap hari pada 2 minggu pertama, serta dilakukan 1 minggu 3 kali dari mulai hari ke-14 sampai hari ke-50. Dari hasil pengamatan lembaran indikator strip dapat stabil serta dapat mendeteksi keberadaan formalin hingga 50 hari. Stabilitas produk dapat dijaga dengan bantuan kemasan yang tertutup udara, tidak bereaksi dengan asam kuat, dan tertutup rapat serta rapih (menggunakan alat vakum).

Sementara hasil dari uji karakterisasi penyangga, berfungsi untuk mengetahui struktur pori dari membran komposit polimer. Lembaran strip (PMMA : PSf) dilihat struktur pori pada kondisi sebelum impregnasi, sesudah impregnasi dengan larutan pereaksi dalam asam kuat dan setelah diujikan pada formalin, kemudian dikarakterisasi morfologi dari polimer tersebut menggunakan *Scanning Electron Microscope*. Hasil yang didapatkan pada struktur pori sebelum impregnasi dalam **Gambar E.1** sebagai berikut :



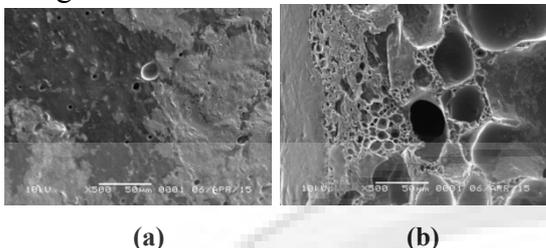
Gambar E.1. Hasil analisis SEM sebelum impregnasi (perbesaran 500x), (a).bagian permukaan, (b). Bagian penampang

Hasil yang didapatkan pada struktur pori setelah impregnasi dalam **Gambar E.2** sebagai berikut :



Gambar E.2. Hasil analisis SEM setelah impegnasi (perbesaran 500x), (a).bagian permukaan, (b). Bagian penampang

Hasil yang didapatkan pada struktur pori setelah impregnasi dalam **Gambar E.3** sebagai berikut :



Gambar E.3. Hasil analisis SEM setelah impegnasi (perbesaran 500x), (a).bagian permukaan, (b). Bagian penampang

Dari hasil SEM pada kedua bagian permukaan ini, dapat dilihat perbedaan yang cukup signifikan dari masing-masing perlakuan. Masing-masing perlakuan memiliki karakteristik sifat penyangga dari indikator strip. Pada sebelum impregnasi, indikator strip memiliki jumlah pori yang banyak serta ukuran pori yang sangat besar. Tetapi pada saat setelah diimpregnasi memiliki jumlah pori dan ukuran pori yang sedikit. Hal ini terjadi karena sifat asam kuat yang dapat menghasilkan reaksi eksoterm, membuat indikator strip memiliki sifat permukaan yang lebih kecil dalam hal ukuran serta jumlah pori. Kemudian pada strip setelah impregnasi terdapat bagian sisi berwarna putih, itu merupakan sisi aktif pereaksi dari indikator strip untuk mendeteksi keberadaan formalin.

Penambahan pereaksi dan katalis asam kuat pada bagian padatan strip uji, dapat meningkatkan bagian aktif strip yang akan bereaksi ketika mendeteksi keberadaan formalin. Reaksi warna terjadi pada poros/pori yang terbentuk pada permukaan strip serta banyak terbentuk pada bagian penampang strip indikator. Pertambahan jari-jari poros/pori setelah pengujian strip terhadap formalin menunjukkan bahwa asam kromatropat pada basis strip ikut bereaksi ketika mendeteksi keberadaan formalin.

E. Kesimpulan

Indikator strip yang dihasilkan dengan aktivasi menggunakan katalis asam kuat dengan pengaturan waktu, dapat mendeteksi keberadaan formalin. Sehingga pengaruh asam kuat sebagai katalis dalam identifikasi formalin pada lembaran indikator dapat bereaksi dengan spontan, dimana proses aktivasi dengan menggunakan larutan pereaksi dalam asam kuat dapat menghasilkan hasil deteksi yang baik, cepat serta stabil.

Daftar Pustaka

- Anggrahini, S. (2008). *Keamanan Pangan Kaitannya dengan Penggunaan Bahan Tambah dan Kontaminan*, dokumen dipresentasikan dipidato Pengukuhan Jabatan Guru Besar pada Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 1 April.
- Cahyadi, W. (2009). *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambah Pangan edisi kedua*, PT Bumi Aksara, Jakarta.

- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *Farmakope Indonesia Edisi ke IV*, Jakarta.
- Gandjar, et al. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Hadiyawarman, et al. (2008). *Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan menggunakan Metode Simple Mixing*, Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, Vol.1, No.1. (1 februari 2008).
- Hunt, B.J. dan James, M.I. (1993). *Polymer microscopy, in Polymer Characterisation*, Balckie Academic, London.
- Maftuhah, T. (2014). *Pengembangan Indikator Strip Berbasis Komposit Poli(metilmetakrilat)-Polisulfonat untuk Identifikasi Formalin pada Sampel Makanan* [Skripsi], Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung, Bandung.
- Pinem, A.J. dan Angela, R. (2011). *Sintesis dan Karakteristik Membran Hibrid PMMA/TEOT: Pengaruh Konsentrasi Polimer*, dokumen dipresentasikan di Prossiding Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan” Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia, Yogyakarta, 22 Februari.
- Teraoka, I. (2002). *Polymer Solutions: An Introduction to Physical Properties*. John Wiley & Sons, Inc. ISBNs: 0-471-38929-3 (Hardback); 0-471-22451-0 (Electronic).
- Wibowo, M. (2012). *Pengaruh Formalin Peroral Dosis Bertingkat Selama 12 Minggu Terhadap Gambaran Histopatologis Ginjal Tikus Wistar*, Karya Tulis Ilmiah Mahasiswa Program Strata-1 Kedokteran Umum, Fakultas Kedokteran Universitas Diponegoro, Semarang.
- Winarno, F.G, dan Rahayu, T.S. (1994). *Bahan Tambahan Untuk Makanan dan Kontaminan*, Pustaka