

BAB IV

PROSEDUR PENELITIAN

4.1. Uji Pendahuluan Polimer Polistiren Divinilbenzen

4.1.1. Uji daya absorpsi PSDVB

Sebanyak 2,236 g polimer PSDVB direndam dalam 8,5 mL Pereaksi *Schryver* selama 2 jam. Polimer yang telah direndam selanjutnya ditimbang. Dari data yang diperoleh dihitung persen daya serap polimer terhadap larutan Pereaksi *Schryver*. Pada prosedur ini dilakukan secara duplo.

4.1.2. Uji stabilitas PSDVB

Polimer PSDVB di simpan dalam wadah yang kedap udara dan cahaya yaitu dengan menggunakan gelas kimia yang bagian atasnya ditutup dengan plastik wrap dan juga seluruhnya dilapisi alumunium foil, kemudian dibandingkan dengan polimer PSDVB yang disimpan dalam tempat terbuka dan bercahaya.

4.2. Penyiapan Pereaksi *Schryver*

Bahan penyusun Pereaksi *Schryver* yaitu fenilhidrazin hidroklorida sebanyak 0,375 gram dan kalium ferrisianida sebanyak 0,375 gram masing-masing dilarutkan dalam 5 mL etanol, sehingga didapat larutan fenilhidrazin hidroklorida 7,5% dan kalium ferrisianida 7,5%. Selanjutnya HCl pekat 12 N sebanyak 9,375 mL

dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan di ad dengan aquades hingga tanda batas, dan diperoleh HCl 4,5 N. Perbandingan bahan yang digunakan untuk membuat Pereaksi *Schryver* yaitu fenilhidrazin hidroklorida 7,5% : HCl 4,5 N : kalium ferrisianida 7,5% (0,5 : 2 : 1), sehingga dibutuhkan 1,43 mL larutan fenilhidrazin hidroklorida 7,5%, 5,71 mL HCl 4,5 N, dan 2,86 mL kalium ferrisianida 7,5%. Semua bahan dicampur dan diaduk dalam gelas kimia 25 mL sehingga diperoleh 10 mL Pereaksi *Schryver*.

4.3. Penyiapan Polimer Uji dan Pembuatan Carik Deteksi

4.3.1. Penyiapan polimer uji

Sebanyak 3 gram polimer PSDVB diimpregnasi dengan 10 mL Pereaksi *Schryver* yang telah dibuat segar didalam gelas kimia 25 mL. Pada bagian atas gelas ditutup menggunakan plastik warp dan gelas kimia seluruhnya dilapisi oleh alumunium foil serta dimasukkan ke dalam desikator yang berisi silica gel aktif selama 2 jam, dimana sebelumnya desikator terlebih dahulu dilapisi dengan alumunium foil. Setelah proses impregnasi selesai, polimer yang mengandung larutan Pereaksi *Schryver* diuapkan pelarutnya sehingga diperoleh polimer yang mengandung Pereaksi *Schryver* saja.

4.3.2. Pembuatan uji carik

Polimer PSDVB yang hanya mengandung pereaksi selanjutnya ditempelkan pada kertas *glossy* yang sudah ditempelkan *double tape* pada bagian ujung serta sudah dipotong kecil-kecil dengan cara menekan-nekan kertas *glossy* ke polimer

tersebut. Setelah polimer menempel dengan baik pada kertas jadilah alat uji carik yang kemudian disimpan dalam wadah tertutup bebas cahaya dan udara, yaitu dengan menggunakan alat vakum plastik yang dilapisi dengan alumunium foil.

4.4. Penyiapan Larutan Uji dan Sampel

4.4.1. Kontrol positif dan kontrol negatif

Larutan kontrol positif dibuat menggunakan larutan formaldehid 37% pada plat tetes. Selanjutnya, larutan kontrol negatif dibuat dengan menggunakan aquades pada plat tetes. Masing-masing alat uji carik yang telah dibuat, selanjutnya dicelupkan ke dalam larutan formaldehid 37% untuk kontrol positif dan ke dalam aquades untuk kontrol negatif. Hasil positif akan ditunjukkan dengan timbulnya warna *orange* atau merah jika dicelupkan ke formaldehid dan tidak terjadi perubahan warna jika dicelupkan ke aquades pada alat uji carik tersebut.

4.4.2. Sampel

Tofu yang digunakan sebagai sampel terlebih dahulu direndam larutan formaldehid 37% selama 30 menit, kemudian tofu dipindahkan ke dalam gelas kimia untuk dihancurkan dan ditambahkan aquades serta disaring untuk diambil bagian cairannya. Alat uji carik dicelupkan ke cairan sampel tersebut, jika warna carik berubah menjadi warna *orange* atau merah maka carik dapat mendeteksi formalin yang terkandung dalam makanan.

4.4.3. Larutan uji formaldehid

Larutan uji formalin dibuat dengan mengencerkan larutan formaldehid 37% menjadi beberapa konsentrasi yaitu 0,125; 0,250; 0,300; 0,500 ppm yang kemudian digunakan untuk merendam tofu selama 30 menit. Larutan uji formalin dapat digunakan juga sebagai batas deteksi dari alat uji carik tersebut. Tofu yang telah direndam dengan larutan uji kemudian dihancurkan dan ditambahkan aquadest serta disaring. Bagian cairan diambil untuk selanjutnya diuji menggunakan alat uji carik yang dicelupkan ke masing-masing konsentrasi dan hasil positif akan ditunjukkan dengan adanya perubahan warna pada carik tersebut menjadi warna *orange* atau merah.

4.5. Uji *Life-time* Carik Uji

Pengujian *life-time* alat uji carik ini dilakukan untuk mengetahui daya tahan penyimpanan reagen di dalam polimer sebelum digunakan. Stabilitas Pereaksi *Schryver* dalam polimer PSDVB diamati melalui perubahan warna yang terjadi pada alat uji carik, dimana carik disimpan di dalam ruangan kedap udara dan cahaya. Pengujian ini dilakukan dengan mencelupkan alat uji carik ke larutan formaldehid 37% dilihat perubahan warnanya. Uji *life-time* dilakukan selama satu minggu atau lebih hingga carik tidak mampu memberikan perubahan warna dan data yang didapat selanjutnya didokumentasikan dengan kamera.

4.6. Pengujian Konfirmasi Menggunakan KCKT

4.6.1. Pembuatan larutan standar formaldehid

Larutan formaldehid 37% diencerkan secara bertingkat dalam aquades menggunakan labu ukur 10 ml dimulai dari 100000 ppm, 10000 ppm, 1000 ppm, 100 ppm, 10 ppm. Larutan formaldehid 10 ppm dibuat menjadi berbagai pengenceran yaitu 0,750; 0,625; 0,500; 0,375; 0,250; 0,125 ppm sebagai larutan standar.

4.6.2. Uji Kesuaian Sistem

Larutan standar formaldehid 10 ppm ditambahkan 1 tetes larutan 2,4 dinitrofenilhidrazin (DNPH) (Ayuningtyas, 2012). Kemudian campuran larutan tersebut disaring dengan menggunakan membrane PTFE 0,45 μm . Larutan siap diinjek ke dalam KCKT sebanyak 7 kali. Uji kesesuaian sistem dikatakan memenuhi syarat jika nilai SBR < 2,0%.

4.6.3. Validasi

a. Linieritas

Larutan standar formaldehid 0,750; 0,625; 0,500; 0,375; 0,250; 0,125 ppm sebanyak 1 mL masing-masing dimasukkan ke dalam vial dan ditambahkan 0,5 mL larutan 2,4-DNPH. Masing-masing campuran larutan tersebut disaring menggunakan membrane PTFE 0,45 μm , kemudian larutan diinjek kedalam KCKT. Pengujian linieritas memiliki syarat dimana nilai $r \geq 1$ dan koefisien variansi < 5%.

b. Akurasi

Pengujian akurasi menggunakan cara *Spiked method*, pengujian dibagi 3 uji yaitu 80%, 100% dan 120%. Pada uji 80% dibuat dengan mencampurkan 0,375 mL larutan standar formaldehid 10 ppm dan 1 mL sampel dalam labu ukur 10 mL, kemudian di ad dengan aquabides hingga tanda batas. Untuk uji 100% dibuat dengan mencampurkan 0,5 mL larutan standar formaldehid 10 ppm dan 1 mL sampel larutan tofu dalam labu ukur 10 mL, kemudian di ad dengan aquabides hingga tanda batas. Sedangkan untuk uji 120% dibuat dengan mencampurkan 0,625 mL larutan standar formaldehid 10 ppm dan 1 mL sampel dalam labu ukur 10 mL, kemudian di ad dengan aquabides hingga tanda batas. Masing-masing uji diambil sebanyak 1 mL dan ditambahkan 0,5 mL 2,4-DNPH dan disaring dengan membrane PTFE 0,45 μm , kemudian diinjek ke dalam KCKT sebanyak 3 kali. Pengujian akurasi memiliki persyaratan dimana rentang persen rekoverynya yaitu 80-120%.

c. Presisi

Larutan standar formaldehid 0,5 ppm sebanyak 1 mL didalam vial ditambahkan 0,5 mL 2,4-DNPH kemudian disaring dengan membrane PTFE 0,45 μm . Campuran larutan tersebut siap diinjeksikan ke dalam KCKT sebanyak 6 kali penginjekkan. Pengujian presisi memiliki persyaratan dimana nilai RSD < 2,0%.