

## BAB V

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Larutan formaldehid atau formalin sering disalahgunakan sebagai bahan pengawet dalam makanan. Oleh sebab itu, saat ini dibutuhkan suatu cara untuk mendeteksi formalin yang cepat dan mudah serta akurat.

Dalam penelitian ini dibuat strip indikator sebagai penjerap pereaksi spesifik untuk formalin. Sehingga strip indikator ini dapat mendeteksi formalin ketika diujikan pada sampel makanan yang mengandung formalin.

#### 5.1. Pembuatan Polimer Komposit

Lembaran indikator strip dibuat menggunakan metode inversi fasa menggunakan NMP sebagai pelarut dan air sebagai koagulan. Lembaran indikator strip dibuat dengan empat perbandingan komposisi PMMA-PSf-PEG-Asam Kromatropat pada konsentrasi 15% (b/b).

Inversi fasa adalah perubahan bentuk polimer dari fasa cair menjadi fasa padatan. Proses pepadatan diawali dengan transisi dari fase satu cairan menjadi fase dua cairan, dimana salah satu dari fase cairan tersebut (fase polimer berkonsentrasi tinggi) akan menjadi padat sehingga terbentuk matriks padatan (Wenten, 2000). Tahapan proses secara umum dalam inversi fasa antara lain yaitu pembuatan larutan cetak yang sifatnya homogen, pencetakan larutan di atas pelat kaca, penguapan sebagian pelarut, dan koagulasi di dalam non pelarut.

Dalam pembuatan lembaran indikator strip sangat dibutuhkan pelarut yang dapat melarutkan polimer yang digunakan karena pelarut yang digunakan dapat berpengaruh pada bentuk lembaran indikator strip yang diperoleh. Pada pembuatan lembaran indikator strip, polimer dan pelarut yang digunakan harus memiliki parameter kelarutan ( $\delta$ ) dengan nilai yang berdekatan. Berdasarkan parameter kelarutannya pelarut yang digunakan yaitu NMP memiliki nilai  $\delta$  sebesar  $22,9 \text{ (Mpa)}^{1/2}$ . Sedangkan polimer PMMA memiliki  $\delta$  sebesar  $22,64 \text{ (Mpa)}^{1/2}$ , dan polimer PSf memiliki  $\delta$  sebesar  $22,49 \text{ (Mpa)}^{1/2}$ . Karena nilai  $\delta$  dari pelarut NMP dengan polimer PMMA dan PSf yang digunakan tidak jauh berbeda, maka pembuatan lembaran indikator strip dengan komposit PMMA-PSf-PEG-Asam Kromatropat dengan pelarut NMP dapat dilakukan (Teraoka, 2002).

Polimer yang telah dicampurkan dengan pelarut dikocok menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan skala 5 agar seluruh larutan tercampur homogen selama 24 jam. Setelah 24 jam terbentuk larutan polimer yang homogen berwarna bening kecoklatan, kemudian larutan dicetak pada temperatur dan tekanan ruang di atas pelat kaca yang telah dilapisi bagian sisinya menggunakan lakban hitam sebagai pembatas, untuk membuat lapisan polimer tipis digunakan batang pengaduk. Setelah dicetak, didiamkan selama 15 menit pada suhu kamar, dimana tahap ini merupakan tahap penguapan sebagian pelarut di udara sebelum pencelupan ke dalam bak koagulan yang berisi non pelarut.

Pada tahapan ini pelarut mengalami penguapan di bagian permukaan dan menghasilkan gaya dorong sehingga terjadi difusi pelarut dari bagian bawah menuju bagian atas larutan cetak. Lamanya waktu penguapan sebagian pelarut di

udara akan berpengaruh terhadap ukuran pori dari lembaran indikator strip yang dihasilkan (Paramita, 2008).

Setelah didiamkan pada suhu kamar selama 15 menit, pelat kaca dicelupkan ke dalam bak koagulan yang berisis non pelarut, proses ini disebut dengan pengendapan atau koagulasi dimana lembaran indikator terbentuk karena pertukaran pelarut dengan non pelarut. Besar kecilnya ukuran pori yang terdapat pada permukaan lembaran indikator strip sangat dipengaruhi oleh kecepatan penetrasi koagulan non pelarut masuk ke dalam lembaran indikator strip dan pelepasan pelarut meninggalkan lembaran indikator strip saat proses koagulasi terjadi. Apabila kecepatan koagulan masuk ke dalam lembaran indikator strip melebihi kecepatan pelarut meninggalkan lembaran indikator strip maka didapat ukuran pori yang lebih besar dan sebaliknya apabila kecepatan koagulan masuk ke dalam lembaran indikator strip lebih rendah dari kecepatan pelarut meninggalkan lembaran indikator strip maka akan didapatkan ukuran pori yang lebih kecil (Ahmad, 2008).

Dalam pembuatan lembaran indikator strip kadang-kadang diperlukan penambahan bahan aditif dengan maksud dan tujuan berbeda seperti untuk meningkatkan viskositas larutan polimer, meningkatkan kestabilan, dan meningkatkan jumlah pori yang terbentuk (Ahmad, 2008). Salah satu bahan aditif yang digunakan adalah PEG dimana PEG dapat memperbesar ukuran pori dan tetap menjaga ketahanan lembaran indikator strip. Awalnya PEG akan mengisi matriks dari lembaran indikator strip yang terbentuk, selanjutnya pada proses

koagulasi PEG dengan pelarut akan larut ke dalam non pelarut sehingga meninggalkan rongga atau pori (Rosnelly, 2012).

Lembaran indikator strip 1 (PMMA-PSf-PEG-Asam Kromotropat dengan komposisi (2:6:6:1) yang dihasilkan berwarna putih, sedikit rapuh, dan pada permukaan lembaran indikator terdapat lubang-lubang kecil namun masih dapat dipotong, sedangkan lembaran indikator strip 2 (PMMA-PSf-PEG-Asam Kromotropat dengan komposisi (2:6:9:1) yang dihasilkan berwarna putih, sangat rapuh, sehingga tidak mungkin di bentuk sebagai lembaran indikator penyangga. Dibandingkan dengan lembaran indikator strip tanpa penambahan PEG, lembaran indikator strip yang dihasilkan berwarna putih, tidak rapuh, dan pada permukaan lembaran indikator tidak terdapat lubang sehingga dapat dipotong

#### Lampiran 1

Kerusakan yang terjadi pada lembaran indikator strip 1 dan lembaran indikator strip 2 yaitu karena penambahan PEG yang terlalu banyak. Penambahan bahan aditif yang terlalu banyak akan mempengaruhi ukuran pori serta jumlah pori di dalam lembaran indikator strip, dimana semakin banyak bahan aditif yang ditambahkan maka semakin banyak jumlah pori yang dihasilkan dan ukuran pori semakin membesar karena jumlah bahan aditif dapat mempengaruhi jumlah dan ukuran pori lembaran indikator strip yang dihasilkan (Ahmad, 2008).

Lembaran indikator strip yang mengandung PEG pada bagian permukaannya memberikan jumlah pori yang lebih banyak namun diameter pori kecil dengan rentang 16-30 $\mu$ m. Sedangkan lembaran indikator strip yang tidak mengandung PEG pada bagian permukaannya memberikan jumlah pori sedikit

namun diameter pori besar dengan rentang 2,78-52,21 $\mu$ m. Dan pada bagian penampangnya lembaran indikator strip yang ditambahkan PEG lebih rapuh dibandingkan dengan lembaran indikator strip yang tidak ditambahkan PEG. Maka, penambahan PEG selain untuk memperbanyak jumlah pori dan memperbesar ukuran pori, PEG pun dapat meningkatkan kerapuhan pada lembaran indikator strip. Jumlah pori yang lebih banyak ditujukan untuk meningkatkan sisi aktif dari lembaran indikator, sehingga diharapkan kecepatan uji lebih baik.

Lembaran indikator strip 3 (PMMA-PSf-PEG-Asam Kromatropat dengan komposisi (2:6:1:1) yang dihasilkan berwarna putih, tidak rapuh, dan pada permukaan lembaran indikator strip tidak terdapat lubang sehingga dapat dipotong, sedangkan lembaran indikator strip 4 (PMMA-PSf-PEG-Asam Kromatropat dengan komposisi (2:6:3:1) yang dihasilkan sama seperti lembaran indikator strip 3 **Lampiran 2**

Lembaran indikator strip 3 dan lembaran indikator strip 4 yang dihasilkan lebih baik. Hal ini dikarenakan jumlah PEG yang digunakan lebih sedikit sehingga tidak menimbulkan lubang-lubang pada permukaan lembaran indikator strip.



## 5.2. Aktivasi Lembaran Indikator Strip

Tabel V.1 Aktivasi lembaran indikator strip berbagai konsentrasi

Konsentrasi	Waktu impregnasi	Perubahan lembaran	Warna larutan	Hasil	Stabilitas selama 7 hari
Asam kromatropat dalam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 98%	1 jam	Lembaran rusak	Kuning bening pekat	Tidak dilakukan	Tidak dilakukan
Asam kromatropat dalam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 60%	1 jam	Lembaran tidak rusak	Putih keruh	Positif	Lembaran strip berubah menjadi kehitaman
Asam kromatropat dalam H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 49%	1 jam	Lembaran tidak rusak	Kuning bening	Positif	Lembaran strip tidak berubah warna

Aktivasi lembaran indikator strip dilakukan dengan menggunakan metode impregnasi pelarut selama satu jam. Lembaran indikator strip 3 diimpregnasi dengan pereaksi asam kromatropat yang dilarutkan dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% selama satu jam, warna larutan yang dihasilkan kuning bening pekat dan lembaran indikator strip yang dihasilkan menjadi rusak serta hancur hal ini dikarenakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan terlalu pekat. Sehingga lembaran indikator strip tidak dapat diujikan ke dalam larutan formaldehid 37% **Lampiran 3**

Impregnasi selanjutnya dengan pereaksi asam kromatropat yang dilarutkan dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 60% selama satu jam, warna larutan yang dihasilkan putih keruh dan lembaran indikator strip yang dihasilkan tidak berubah berwarna putih dan tidak rusak. Sehingga lembaran indikator strip dapat diujikan ke dalam larutan formaldehid 37% dan menunjukkan hasil yang positif ditandai dengan adanya perubahan warna spesifik pada lembaran indikator strip yaitu warna ungu, tetapi selama penyimpanan 7 hari warna lembaran indikator strip sudah berubah menjadi kehitaman **Lampiran 3**

Kerusakan pada lembaran indikator strip yang diimpregnasi dengan pereaksi asam kromatropat dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% dan peresaksi asam kromatropat

dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  60% dikarenakan sifat  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Dimana kondisi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang pekat dapat menyerap air dari sampel sehingga kondisi eksoterm akan terjadi lebih cepat dan berakibat pada rusaknya lembaran indikator strip.

Impregnasi selanjutnya dengan pereaksi asam kromatropat yang dilarutkan dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  49% selama satu jam, warna larutan yang dihasilkan kuning bening dan lembaran indikator strip yang dihasilkan tidak berubah warna dan tidak rusak. Sehingga lembaran indikator strip dapat diujikan ke dalam larutan formaldehid 37% dan menunjukkan hasil yang positif ditandai dengan adanya perubahan warna spesifik pada lembaran indikator strip yaitu warna ungu, dan selama penyimpanan 7 hari warna lembaran indikator strip tidak mengalami perubahan **Lampiran 3**

Warna ungu yang dihasilkan pada lembaran indikator strip 3 cukup jelas dan spesifik, hal ini dikarenakan adanya pengaruh bahan aditif yaitu PEG. Penambahan bahan aditif untuk meningkatkan sisi aktif permukaan lembaran indikator dan dapat mempengaruhi struktur morfologi serta kinerja lembaran indikator. Bahan aditif yang digunakan adalah PEG dimana PEG dapat meningkatkan sisi aktif lembaran indikator dengan memperbanyak jumlah pori sehingga lebih banyak tempat untuk formalin bereaksi dengan asam kromatropat dan menghasilkan warna yang lebih jelas dan spesifik.

### 5.3. Pengujian Lembaran Indikator Strip

#### 5.3.1. Kontrol positif

Sampel kontrol positif dibuat dengan cara mencampurkan 1mL larutan formaldehid 37% dengan 1mL akuades ke dalam tabung reaksi, kemudian dipanaskan selama 15 menit, lembaran indikator strip 3 yang sudah di aktivasi

selama satu jam dicelupkan ke dalam larutan formaldehid. Dari hasil pengujian menunjukkan hasil yang positif, ditandai dengan adanya perubahan warna pada lembaran indikator dari warna putih menjadi warna ungu muda **Lampiran 4**

#### 5.3.2. Kontrol negatif

Sampel kontrol negatif dibuat dengan cara memasukkan akuades ke dalam tabung reaksi sebanyak 1mL. kemudian dipanaskan selama 15 menit, lembaran indikator strip 3 yang sudah di aktivasi selama satu jam dicelupkan ke dalam akuades. Dari hasil pengujian menunjukkan hasil yang negatif, ditandai dengan tidak adanya perubahan warna pada lembaran indikator **Lampiran 4**

#### 5.3.3. Pemanding

Lembaran indikator strip 3 dibandingkan dengan pemanding *easy kit* untuk mengkonfirmasi hasil yang diberikan oleh kontrol positif dan kontrol negatif. Dari hasil pengujian menunjukkan hasil yang positif, ditandai dengan adanya perubahan warna pada lembaran indikator **Lampiran 4**

#### 5.3.4. Sampel uji

Sampel uji yang digunakan adalah mie simulasi. Sampel uji dibagi menjadi dua bagian yang pertama di rendam dengan larutan formaldehid 37% sebanyak 5mL selama satu hari sedangkan yang kedua tidak di rendam dengan larutan formaldehid 37%. Sampel uji dibuat dengan cara menggerus mie simulasi menggunakan mortar lalu dilarutkan dengan akuades sebanyak 5mL dan di aduk hingga homogen, kemudian disaring dan diambil filtratnya, kemudian filtrat yang didapat dipanaskan selama 15 menit. Lembaran indikator strip 3 yang sudah di aktivasi selama satu jam dicelupkan ke dalam filtrat yang di hasilkan. Dari hasil

pengujian menunjukkan hasil yang positif untuk mie yang di rendam dengan larutan formaldehid 37% yang ditandai dengan adanya perubahan warna pada lembaran indikator menjadi warna ungu dan hasil negatif untuk mie yang tidak di rendam dengan larutan formaldehid 37% yang ditandai dengan tidak adanya perubahan warna pada lembaran indikator **Lampiran 4**

#### 5.4. Validasi Metode Analisis

##### 5.4.1. Uji sensitivitas

**Tabel V.2** Pengenceran larutan formaldehid 37%

Konsentrasi	Hasil	
	Positif (+)	Negatif (-)
37%	√	
35%	√	
30%	√	
25%	√	
20%	√	
15%	√	
10%	√	
9%	√	
7%	√	
5%	√	
3%	√	
1%		√

Keterangan : ( + ) menunjukkan lembaran indikator strip dapat mendeteksi formalin.

( - ) menunjukkan lembaran indikator strip dapat mendeteksi formalin.

Lembaran indikator strip 3 yang sudah di aktivasi selama satu jam diujikan ke dalam larutan baku formaldehid dengan konsentrasi 37%. Dari hasil pengujian menunjukkan bahwa lembaran indikator strip sudah dapat mendeteksi larutan formaldehid dengan konsentrasi 37% **Lampiran 5**

Untuk melihat batas deteksi dari lembaran indikator strip 3, maka dilakukan pengenceran bertahap larutan baku formaldehid. Hasil pengujian menunjukkan pada konsentrasi 3% lembaran indikator strip dapat mendeteksi. Sehingga batas deteksi dari lembaran indikator strip adalah 3% **Lampiran 6**

#### 5.4.2. Uji ketegaran

Tabel V.3 Pengujian terhadap jenis bahan pengawet lain

Bahan Pengawet	Hasil		
	Positif (+)	Negatif (-)	Warna
Natrium Benzoat		√	Putih
Tawas		√	Putih

Lembaran indikator strip 3 diujikan terhadap berbagai pengawet lain untuk mengetahui apakah pereaksi yang terkandung di dalam lembaran indikator strip dapat bereaksi dengan senyawa selain formalin. Pengawet yang digunakan adalah tawas dan natrium benzoat. Larutan tawas dan natrium benzoat dibuat dengan cara melarutkan masing-masing 1 gram dalam 2mL akuades. Dari hasil pengujian menunjukkan hasil yang negatif, ditandai dengan tidak adanya perubahan warna ungu pada lembaran indikator strip sehingga lembaran indikator strip spesifik untuk pengujian formalin **Lampiran 5**

#### 5.4.3. Uji stabilitas

Lembaran indikator strip 3 yang sudah diaktivasi dengan pereaksi asam kromatropat yang dilarutkan dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 60% dan pereaksi asam kromatropat yang dilarutkan dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 49% disimpan di dalam wadah tertutup selama 37 hari. Pengamatan dilakukan pada hari ke 1 hingga hari ke 37 dan lembaran indikator strip masih dapat mendeteksi larutan formaldehid 37% sampai hari ke 37 setelah penyimpanan ditandai dengan adanya perubahan warna pada lembaran

indikator strip menjadi warna ungu, oleh karena itu lembaran indikator strip yang dihasilkan cukup stabil. **Lampiran 6**

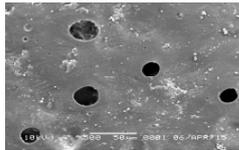
Pada penelitian sebelumnya lembaran indikator strip tanpa adanya penambahan PEG pada saat uji stabilitas, lembaran indikator strip dapat mendeteksi larutan formaldehid 37% selama 7 hari setelah penyimpanan (Maftuhah, 2014). Hal ini membuktikan bahwa lembaran indikator strip yang mengandung PEG lebih stabil.

#### 5.4.4. Uji proporsi

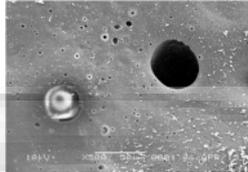
Proporsi adalah suatu pecahan, rasio atau persentase yang menunjukkan suatu bagian populasi atau sampel mempunyai sifat yang luas. Pengujian proporsi dibagi menjadi dua yaitu pengujian proporsi satu populasi dan pengujian proporsi dua populasi. Dalam penelitian ini digunakan pengujian proporsi dua populasi karena mengharuskan menguji hipotesis nol bahwa dua proporsi adalah sama. Dua proporsi tersebut adalah perbedaan konsentrasi  $H_2SO_4$  60% dan  $H_2SO_4$  49%. Dari hasil perhitungan yang diperoleh nilai signifikan (0,076) lebih besar dari nilai  $\alpha$  (0,05) sehingga  $H_0$  berada di daerah penerimaan. Dapat ditarik kesimpulan bahwa proporsi  $H_2SO_4$  60% dan  $H_2SO_4$  49% tidak ada perbedaan **Lampiran 7**



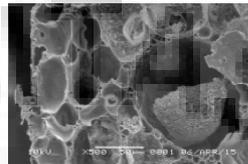
### 5.5. Karakterisasi Penyangga



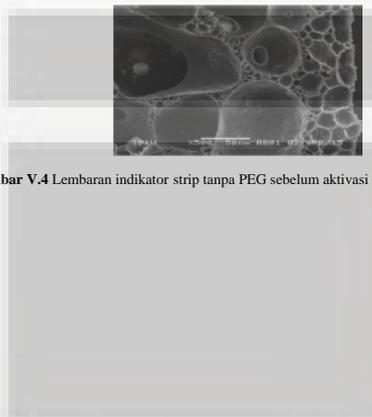
**Gambar V.1** Lembaran indikator strip mengandung PEG sebelum aktivasi bagian permukaan



**Gambar V.2** Lembaran indikator strip tanpa PEG sebelum aktivasi bagian permukaan



**Gambar V.3** Lembaran indikator strip mengandung PEG sebelum aktivasi bagian penampang



**Gambar V.4** Lembaran indikator strip tanpa PEG sebelum aktivasi bagian penampang

Karakterisasi penyangga dilakukan untuk melihat bentuk morfologi pada lembaran indikator strip yang mengandung PEG dengan lembaran indikator strip tanpa PEG sebelum aktivasi menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) di Laboratorium Pusat Survei Geologi. Lembaran indikator strip yang mengandung PEG memberikan bentuk pori pada bagian permukaan yang kecil dengan jumlah yang banyak dan dari bagian penampang terlihat bentuk pori yang lebih rapat, berbeda dengan lembaran indikator strip tanpa PEG bentuk pori pada bagian permukaan lebih besar dan pada bagian penampang lembaran indikator strip lebih padat dan tidak rapat.

