**Lampiran 1.** Sampel yang diuji

****

Sampel Tradisional

****

Sampel Modern

**Lampiran 2.** Bagan alir penelitian

Pengujian Formalin Secara Kualitatif Pada Sampel Ikan Teri

Ikan Teri

Diblender hingga halus

Hasil blender ikan teri

Ditimbang sebanyak 10 gr

Sisa

10 gr serbuk ikan teri

Ditambahkan 50 ml aquadest

Diasamkan dengan menggunakan 1 ml H3PO4 85%

Di destilasi

Filtrat

Residu

Dipipet 1 ml lalu dilakukan uji kualitatif

Reaksi kalium permanganat

Reaksi Schiff

Reaksi Schryver

Warna ungu tua kemudian menghilang kemudian

Warna merah keunguan

Warna merah

**Lampiran 2.** (lanjutan)

Penetapan Kadar Baku Pembanding

Pembakuan Natrium Hidroksida 1 N

Ditimbang 300 mg kalium bifthalat

Larutkan dalamair bebas CO2 sebanyak 30 ml

Ditambah 3 tetes indikator pp, titrasi dengan NaOH 1 N

Pembakuan Asam Klorida 1 N

Ditimbang 150 mg natrium karbonat anhidrat

Larutkan dalam air sebanyak 15 ml

Ditambah 3 tetes indikator merah metil, titrasi dengan HCl 1 N

Merah Muda Pucat Tidak Hilang dan Hitung N

Penetapan Kadar Formalin Baku Pembanding

Ditimbang 1,5 g formalin 37%

Ditambahkan 12,5 ml H2O2 6% dan 25 ml NaOH 1N, panaskan sampai buih berhenti

Ditambah 3 tetes indikator pp, titrasi dengan HCl 1 N

Merah Muda,hitung N dan Kadar

**Lampiran 2.** (lanjutan)

Penetapan Kadar Formalin

Pembuatan Larutan Induk Baku I (LIB I)

Konsentrasi 1000 µg/mL

Larutkan dengan aquadest di dalam albu tentukur 1L

Formalin ditimbang sebanyak ± 3,0672 g

ukur panjang gelombang, *opreting time*

Tambahkan 10 ml perraksi Schiff

Konsentrasi 2 µg/mL

Masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL larutkan dengan aquadest sampai batas

Larutan LIB II dipeipet 5 ml

Konsentrasi 40 µg/mL

Masukkan ke dalam labu tentukur 250 mL larutkan dengan aquadest sampai batas

Larutan LIB I dipeipet 10 ml

larutan LIB II dipipet lalu masukkan kedalam labu tentukur 100 mL dengan konsentrasi 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 µg/mL tambahkan 10 mL pereaksi Schiff

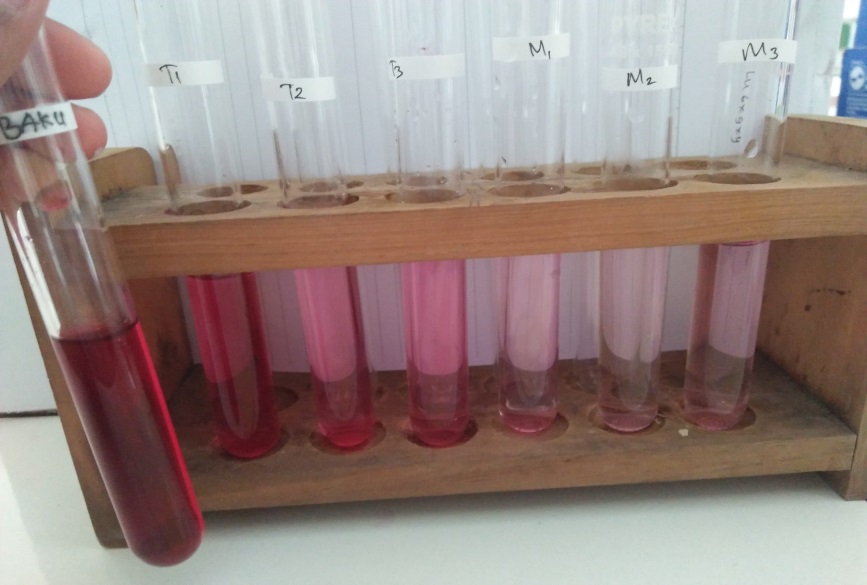
**Lampiran 3.** Uji Kualitatif



Pengujian sampel dengan pereaksi KMnO4



Pengujian sampel dengan pereaksi Shryver



Pengujian sampel dengan pereaksi Schiff

**Lampiran 4.** Penetapan Kadar Formalin

Pembakuan Natrium Hidroksida 1 N



Pembakuan Asam Klorida 1 N

**Lampiran 4.** (lanjutan)

Pembakuan Larutan Formalin

**Lampiran 5.** Perhitungan pembakuan NaOH 1 N

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| No. | Berat K-Biftalat (mg) | Volume NaOH (ml) |
| 1 | 318 | 1,7 |
| 2 | 321 | 1,6 |
| 3 | 319 | 1,7 |

Normalitas larutan NaOH yang diperoleh rata-rata ketiga pembakuan adalah sebesar 0,9391 N

Normalitas NaOH =

Perhitungan:

1. Mek NaOH = Mek Kalium Biftalat

V x N =

1,7 x N =

N =

= 0,9160 N

1. Mek NaOH = Mek Kalium Biftalat

V x N =

1,6 x N =

N =

= 0,9824 N

1. Mek NaOH = Mek Kalium Biftalat

V x N =

1,7 x N =

N =

= 0,9189 N

Normalitas rata-rata =

=

= 0,9391 N

**Lampiran 6.** Perhitungan pembakuan HCl 1 N

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| No. | Berat Na2CO3(mg) | Volume HCl (ml) |
| 1 | 151 | 3,1 |
| 2 | 152 | 3,0 |
| 3 | 153 | 2,9 |

Normalitas larutan NaOH yang diperoleh rata-rata ketiga pembakuan adalah sebesar 0,9569 N

Normalitas NaOH =

Perhitungan:

1. Mek HCl = Mek Na2CO3

V x N =

3,1 x N =

N =

= 0,9192 N

1. Mek HCl = Mek Na2CO3

V x N =

1,6 x N =

N =

= 0,9561 N

1. Mek HCl = Mek Na2CO3

V x N =

1,7 x N =

N =

= 0,9956 N

Normalitas rata-rata =

=

= 0,9569N

**Lampiran 7.** Perhitungan pembakuan larutan formalin

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| No. | Berat Formalin (mg) | Volume NaOH  0,9391 N | Volume HCl  0,9569 N | Kadar Formalin  (%) |
| 1 | 1520 | 26,0 | 7,0 | 35,00 |
| 2 | 1510 | 26.1 | 7,1 | 35,23 |
| 3 | 1512 | 25,9 | 6,9 | 35,19 |

Kadar formalin yang diperoleh rata-rata ketiga kadar adalah sebesar 35,14 %

% formalin = x 100%

Perhitungan:

1. % Formalin = x 100%

= x 100%

= x 100%

= 35,00 %

1. % Formalin = x 100%

= x 100%

= x 100%

= 35,23 %

1. % Formalin = x 100%

= x 100%

= x 100%

= 35,19 %

**Lampiran 8.** Perhitungan Pembuatan Larutan Induk

Kadar yang diperoleh dari hasil titrasi adalah 35,14%, untuk membuat konsentrasi larutan induk formalin adalah

C = x 106 µg

C = 35,14 x 104 µg/ml

V1. C1 = V2. C2

V1. 35,14 x 104 µg/ml = 1000 ml x 1000 µg/ml

V1 = 1000 ml x 1000 µg/ml

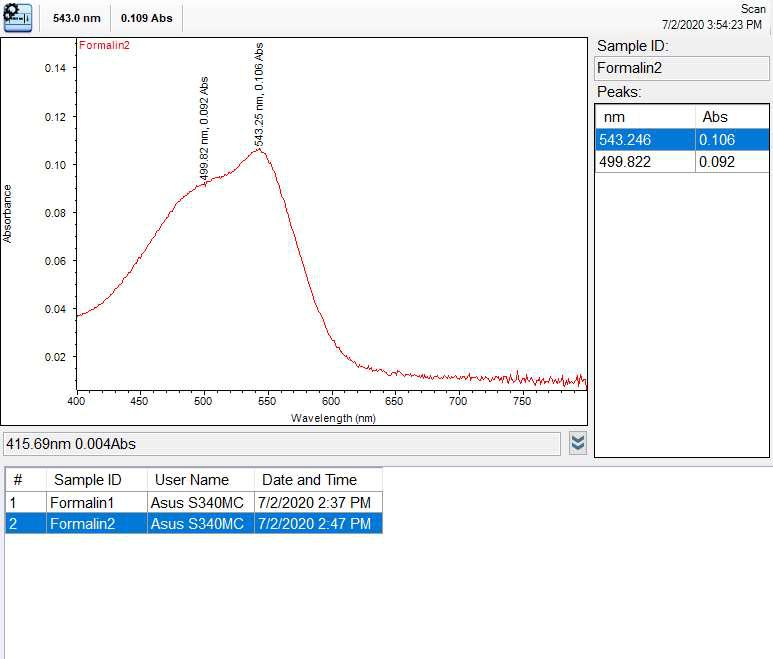
35,14 x 104 µg/ml

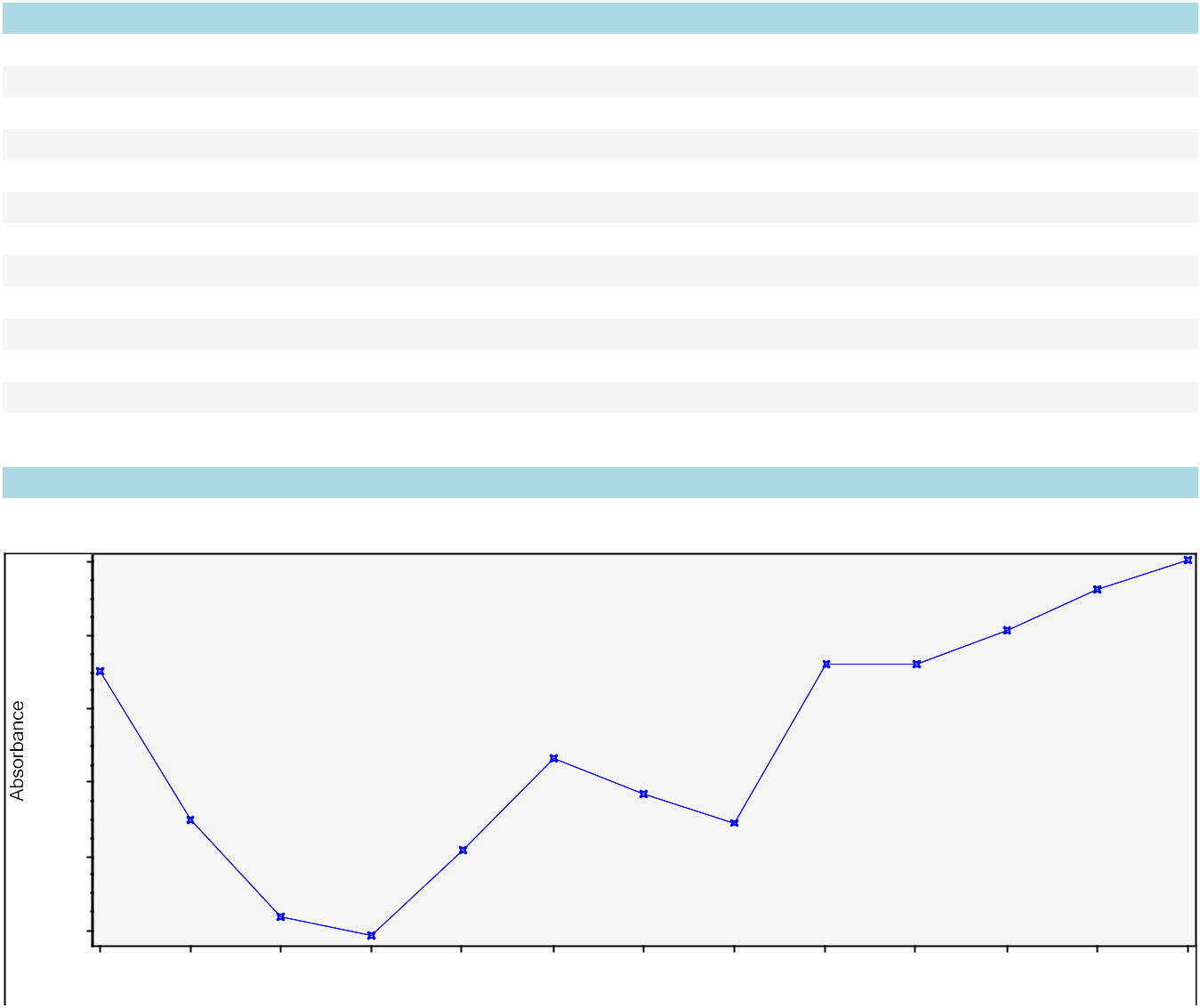
V1= 2,84 ml

Berat formalin yang ditimbang = V1 x berat jenis formalin

= 2,84 ml x 1,08 g/ml

= 3,0672 g

**Lampiran 9.** Panjang Gelombang Formaldehid

**Lampiran 10.** Data Pengukuran *operating time* larutan dengan pereaksi Schiff

60

55

50

45

40

35

30

25

20

15

10

5

0

Time

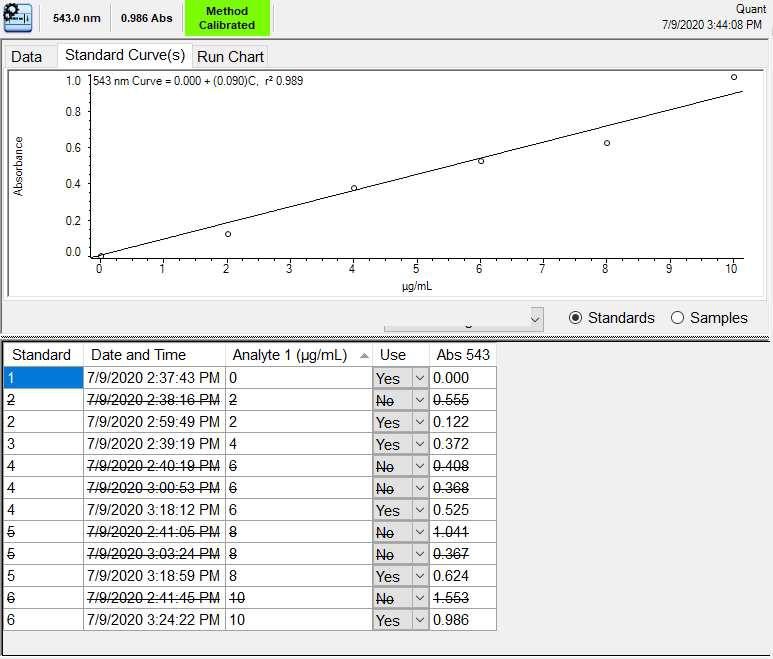
|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| No. | Menit Ke- | Absorbansi |
| 1. | 5 | 0,107 |
| 2. | 10 | 0,105 |
| 3. | 15 | 0,104 |
| 4. | 20 | 0,104 |
| 5. | 25 | 0,106 |
| 6. | 30 | 0,106 |
| 7. | 35 | 0,105 |
| 8. | 40 | 0,108 |
| 9. | 45 | 0,108 |
| 10. | 50 | 0,108 |
| 11. | 55 | 0,109 |
| 12. | 60 | 0,109 |

Keterangan :

Dari data diperoleh waktu pengukuran yang stabil dimulai dari menit ke-40 sampai menit ke-45

**Lampiran 11.** Data Kurva Kalibrasi Reaksi Larutan Formalin dengan pereaksi

Schiff



|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| No. | Analyte 1(µg/mL) | Abs |
| 1. | 0 | 0,000 |
| 2. | 2 | 0,122 |
| 3. | 4 | 0,372 |
| 4. | 6 | 0,525 |
| 5. | 8 | 0,624 |
| 6. | 10 | 0,986 |

**Lampiran 12.** Perhitungan Hasil Kurva Kalibrasi

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Standar | Analyte (μg/mL) | Abs 543 |
| 1 | 0 | 0,000 |
| 2 | 2 | 0,122 |
| 3 | 4 | 0,372 |
| 4 | 6 | 0,525 |
| 5 | 8 | 0,624 |
| 6 | 10 | 0,986 |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| No. | X | Y | XY | X2 | Y2 |
| 1. | 0 | 0,000 | 0,000 | 0 | 0,000 |
| 2. | 2 | 0,122 | 0,244 | 4 | 0,01488 |
| 3. | 4 | 0,372 | 1,488 | 16 | 0,13838 |
| 4. | 6 | 0,525 | 3,150 | 36 | 0,27562 |
| 5. | 8 | 0,624 | 4,992 | 64 | 0,38937 |
| 6. | 10 | 0,986 | 9,860 | 100 | 0,97219 |
|  | 30 | 2,629 | 19,734 | 220 | 1,79046 |
| Rata-rata | 5 |  |  |  | 0,29841 |

Perhitungan persamaan regresi

a = (𝛴XY) – (𝛴X)(𝛴Y)/ n

(𝛴X2) – (𝛴X)2 / n

=

=

=

= 0,09412

b = y – ax

= 0,4381 – (0,09412)(5)

= 0,4381 – 0,4706

= 0,0325

r = (𝛴XY) – (𝛴X)(𝛴Y)/ n

√{(𝛴X2) – (𝛴X)2 / n} { 𝛴Y2) – (𝛴Y)2 / n}

=

√{(220) – (30)2 /6 }{(1,790465)- (2,629)2/6)}

**Lampiran 12.**  (lanjutan)

= 19,734 – 13,145

√(220 – 150 ) (1,790465 – 1,151)

= 6,589

√70 x 0,6394

= 6,589

√44,762

= 6,589

6,690

= 0,984

**Lampiran 13.** Contoh Perhitungan Hasil Kadar Formaldehid

Rumus :

Kadar formaldehid = X x V x FP

BS

Keterangan :

K = Kadar total formalin dalam sampel

X = Kadar formalin setelah pengenceran

V = Volume

Fp = Faktor pengenceran

BS = Berat sampel

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| No. | Sampel | Absorbansi | Kadar formaldehid |
| 1 | Sampel T1 | 0,722 | 7,32 |
| 2 | Sampel T2 | 0,794 | 8,09 |
| 3 | Sampel T3 | 1.456 | 15,12 |
| 4 | Sampel M1 | 0,525 | 5,23 |
| 5 | Sampel M2 | 0,048 | 0,16 |
| 6 | Sampel M3 | 0,032 | 0 |

Persamaan regresi : y = 0,09412 x + 0,0325

Serapan = 0,722

Konsentrasi (x) : 0, 722 = 0,09412 x + 0,0325

X =

X = 7,3257

Kadar formalin = 7,3257 x 1 mL x 10

0,01 g

= 7325,7

= 7,3257 mg **/** g

**Lampiran 14.**  Analisa Data Statistik Formalidehid Dalam Sampel

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| No. | Kadar (X) | (X – X) | (X – X)2 |
| 1. | 7, 32 | 1,34 | 1,79 |
| 2. | 8,09 | 2,11 | 4,45 |
| 3. | 15,12 | 9,14 | 83,26 |
| 4. | 5,23 | -0,75 | 0,56 |
| 5. | 0,16 | -5,82 | 23,87 |
| 6. | 0,00 | -5,98 | 35,76 |
|  | 35,92 |  | 120,56 |
| Rata-rata | 5,98 |  |  |

SD =

=

= 4,910

RSD = x 100%

= 4,910 x 100%

5,98

= 0,82 %

Pada interval kepercayaan 99% dengan nilai α = 0,01, dk = 5 diperoleh nilai thitung = 4,0321

Data diterima jika thitung < ttabel

thitung 1= = = = 0,66

thitung 2== == 0,10

thitung 3= = = = 4,54 (data ditolak)

thitung 4= = = = 0,37

thitung 5= = == 2,89

thitung 6= = = = 2,97

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| No. | Kadar (X) | (X – X) | (X – X)2 |

**Lampiran 14.** (lanjutan)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 1. | 7, 32 | 3,16 | 9,98 |
| 2. | 8,09 | 3,93 | 15,44 |
| 3. | 5,23 | 1,07 | 1,14 |
| 4. | 0,16 | -4 | 16 |
| 5. | 0,00 | -4,16 | 17,30 |
|  | 20,8 |  | 59,86 |
| Rata-rata | 4,16 |  |  |

SD =

=

= 3,86

Pada interval kepercayaan 99% dengan nilai α = 0,01, dk = 4 diperoleh nilai thitung = 4,60409

Data diterima jika thitung < ttabel

thitung 1= = = = 1,82

thitung 2== == 2,27

thitung 4= = = = 0,61

thitung 5= = == 2,31

thitung 6= = = = 2,40 (semua data diterima)

Rentang kadar = X ± ((α ⁄2) dk x SD/√n )

= 4,16 ± (4,60409 x 1,73)

= 4,16 ± (2,65)

Data dapat diterima karena memenuhi syarat yaitu t hitung < t tabel

**Lampiran 15.**  Contoh Perhitungan Perolehan Kembali

Diambil data kadar formalin dari sampel dengan kadar rata rata perolehan 5,9894

Uji *recovery* dilakukan dengan 3 rentang spesifik : 80 % ; 100 %; 120 %. Tiap rentang terdiri dari campuran 70 % analit dan 30 % baku. Larutan baku formalin dibuat dengan konsentrasi = 1 mg/mL. Ditimbang pereaksi Schiff 100 mg, dilarutkan dalam labu tentukur sampai 100 ml, maka diperoleh larutan formalin baku dengan konsentrasi = 1 mg/mL

**Rentang spesifik 80%**

Diperhitungkan penimbangan sampel bobot formalin setara dengan 10 mg

Formalin 80% = x 10 mg = 8 mg

Analit ( Formalin dalam sampel ) 70 % = x 8 mg = 5,60 mg

Formalin baku 30 % = x 8 mg = 2,4 mg digenapkan jadi 2,5 mg

Ditimbang sampel setara dengan 5,60 mg

= x bobot sampel (mg)

= x 100 mg = 93,49 mg

**Rentang spesifik 100%**

Diperhitungkan penimbangan sampel bobot formalin setara dengan 10 mg

Formalin 80% = x 10 mg = 10 mg

Analit ( Formalin dalam sampel ) 70 % = x 10 mg = 7,00 mg

Formalin baku 30 % = x 10 mg = 3,0 mg

Ditimbang sampel setara dengan 7,00 mg

= x bobot sampel (mg)

= x 100 mg = 11,6 mg

**Lampiran 15.** (lanjutan)

**Rentang spesifik 120%**

Diperhitungkan penimbangan sampel bobot formalin setara dengan 10 mg

Formalin 80% = x 10 mg = 12 mg

Analit ( Formalin dalam sampel ) 70 % = x 12 mg = 8,4 mg

Formalin baku 30 % = x 10 mg = 3,6 mg dibulatkan jadi 3,5 mg

Ditimbang sampel setara dengan 8,4 mg

= x bobot sampel (mg)

= x 100 mg = 140,2 mg

Perhitungan rentang 80%

Absorbansi sebelum penambahan larutan baku = 0,498

Persamaan garis regresi : Y = 0,09412 x + 0,0325

Konsentrasi perolehan formalin = = 4,945 μg/mL

Bobot perolehan formalin = 4,945 μg/mL x 100 x = 4945 μg

= = 4,945 mg

Absorbansi setelah penambahan bahan baku = 0,737

Konsentrasi perolehan formalin = = 7,485 μg/mL

Bobot perolehan formalin = 7,485 μg/mL x 100 x = 7485 μg

= = 7,485 mg

% perolehan kembali =

**Lampiran 15.** (lanjutan)

% *recovery* = x 100% =101,6%

Perhitungan rentang 100%:

Absorbansi sebelum penambahan larutan baku = 0,512

Persamaan garis regresi : Y = 0,09412 x + 0,0325

Konsentrasi perolehan formalin = = 5,094 μg/mL

Bobot perolehan formalin = 4,945 μg/mL x 100 x = 5094μg

= = 5,094 mg

Absorbansi setelah penambahan bahan baku = 0,789

Konsentrasi perolehan formalin = = 8,037μg/mL

Bobot perolehan formalin = 8,037 μg/mL x 100 x = 8037μ μg

= = 8,037 mg

%perolehan kembali =

% *recovery* = x 100% = 98,1 %

Perhitungan 120 %

Absorbansi sebelum penambahan larutan baku = 0,445

Persamaan garis regresi Y = 0,09412 x + 0,0325

Konsentrasi perolehan formalin = = 4,382 μg/mL

Bobot perolehan formalin = 4,382 μg/mL x 100 x = 4382 μg

= = 4,382 mg

**Lampiran 15.** (lanjutan)

Absorbansi setelah penambahan bahan baku = 0,768

Konsentrasi perolehan formalin = = 7,814 μg/mL

Bobot perolehan formalin = 7,814 μg/mL x 100 x = 7814μ μg

= = 7,814 mg

% perolehan kembali =

% *recovery* = x 100% = 98,0 %

**Lampiran 16** Analisa data statistik perhitungan perolehan kembali

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| No. | X | Xi - X | (Xi – X)2 |
| 1. | 7,485 | -0,318 | 0,1011 |
| 2. | 7.283 | -0.52 | 0,2704 |
| 3. | 7,357 | -0,446 | 0,2989 |
| 4. | 8,048 | 0,245 | 0,0600 |
| 5. | 8,133 | 0,33 | 0,1089 |
| 6. | 8,101 | 0,298 | 0,0888 |
| 7. | 7,888 | 0,085 | 0,0072 |
| 8. | 7,952 | 0,149 | 0,0222 |
| 9. | 7,984 | 0,181 | 0,0327 |
|  | 70,231 |  | 0,0989 |
| Rata– rata | 7,803 |  |  |

SD =

= = 0,0123

RSD = x 100%

= x 100%

= 0,157 %

**Lampiran 17** Perhitungan LOD dan LOQ Pada Penentuan Kadar Formalin

Secara Spektrofotometri *Visible*

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| No. | Konsentrasi Standar (X) μg/mL | Absorbansi  (Y) | Yi μg/mL | Y-Yi | (Y-Yi)2 |
| 1 | 0 | 0,000 | 0,0000 | 0,0000 | 0.0000 |
| 2 | 2 | 0,122 | 0,22074 | -0,09874 | 0,00974958 |
| 3 | 4 | 0,372 | 0, 40898 | -0,03698 | 0,00136752 |
| 4 | 6 | 0,525 | 0,59722 | -0,07222 | 0,0052157 |
| 5 | 8 | 0,624 | 0,78546 | -0,16146 | 0,0260693 |
| 6 | 10 | 0,986 | 0,9737 | 0,0123 | 0,00015129 |
| Σ(Y-Yi )2 = 0,04255345 | | | | | |

Persamaan garis regresi : Y = 0,09412 X + 0,0325

SY/X = = = 0,326165

LOD = = = 10,39 μg/mL

LOQ = = = 34,65 μg/mL