

PENETAPAN KADAR NITRAT PADA IKAN KALENG SARDEN SECARA SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

DETERMINATION OF NITRATE LEVELS IN CANNED SARDEN FISH BY VISIBLE SPECTROPHOTOMETRY

¹Yettrie Simarmata, ¹Siti Nurbaya, ²Vivi Purwandari

¹Program Studi D3 ANAFARMA, Universitas Sari Mutiara Indonesia

²Program Studi S1 Kimia, Universitas Sari Mutiara Indonesia

Korespondensi penulis: Universitas Sari Mutiara Indonesia

Email: yettrie.simarmata@gmail.com

Abstrak. Ikan kaleng merupakan makanan yang identik dengan pengawet dan pewarnaan makanan. Dalam proses pembuatannya, produsen sering kali menggunakan pengawet alami untuk menurunkan biaya produksi. Penelitian ini merupakan penelitian yang bersifat deskriptif. Lokasi penelitian adalah di PT.Mutifa. Bertujuan untuk menentukan berapa kadar nitrat pada ikan kaleng sarden merek yang dijual di swalayan kota stabat apakah memenuhi persyaratan SNI atau tidak. Dari hasil penelitian kadar nitrat dengan Merk Adi peroleh 0,00694% dan sarden dengan Merk B 0,0453% dengan panjang gelombang maksimum 435 nm. Menurut peraturan yang ditetapkan oleh pemerintah sesuai SNI Nomor 01-35481994 kadar nitrat tidak boleh lebih dari 0,2 %. Dari semua sampel ikan kaleng sarden yang diteliti ditemukan kadar nitrat tetapi sedikit dan tidak melebihi persyaratan SNI.

Kata Kunci: Ikan kaleng sarden, Nitrat, Penetapan Kadar

***Abstract.** Canned fish is a food that is synonymous with preservatives and food coloring. In the manufacturing process, manufacturers often use natural preservatives to lower production costs. This research is descriptive research. The research location is at PT. Mutifa. Aims to determine how much nitrate levels in branded canned sardines are sold at supermarkets in the city of Stabat whether they meet the requirements of SNI or not. From the results of the study, the levels of nitrate with Brand A were 0.00694% and sardines with Brand B were 0.0453% with a maximum wavelength of 435 nm. According to regulations set by the government according to SNI Number 01-35481994 nitrate levels should not be more than 0.2%. From all samples of canned sardines studied, it was found that nitrate levels were low and did not exceed SNI requirements.*

Keywords: Canned Sardines, Nitrate, Assay

PENDAHULUAN

Salah satu kebutuhan dasar manusia yang penting adalah pangan di samping papan, sandang, pendidikan, dan kesehatan. Masalah pangan selalu lebih mendesak, apalagi bila ditambah dengan masalah lain yaitu cepatnya laju kenaikan penduduk. Dalam menghadapi masalah pangan, perlu adanya suatu system pangan yang mantap. Secara garis besar, system pangan dapat dibagi menjadi tiga sub sistem yaitu sub sistem produksi, subsistem pengadaan dan subsistem konsumsi. Dalam produksi misalnya makanan kaleng, selama pengadaan, dan konsumsi, bahan pangan banyak mengalami perubahan-perubahan baik yang diharapkan maupun yang tidak diharapkan. Perubahan tersebut sebagian besar terjadi akibat adanya reaksi kimia di dalam bahan pangan maupun akibat pengaruh lingkungan. Demikian juga akan kurangnya nilai gizi dari berbagai bahan pangan dapat disebabkan oleh reaksi kimia atau pengaruh fisik dari luar. Kerusakan dan kehilangan bahan pangan dapat diatasi atau dikurangi dengan cara pemberian bahan kimia atau pengawet misalnya nitrat, nitrit, dan sebagainya. Penggunaan tersebut banyak sekali melibatkan reaksi-reaksi kimia, demikian juga pengaruh residu terhadap kesehatan manusia[1]. Nitrat adalah Zat yang digunakan sebagai pengawet makanan dan rasa gurih dalam daging dan ikan. Umumnya zat ini terdapat di dalam makanankaleng, biasa digunakan untuk mempertahankan warna ikan menjadi lebih cerah, mempercepat proses curing, antimikroba yang pengaruh bakteri ostatik[2]. Bahan makanan yang tercemar oleh nitrit ataupun bahan makanan yang diawetkan menggunakan nitrat dapat menyebabkan

methemoglobinemia simptomatik pada anak-anak. Sisanya berasal dari air minum ($\pm 21\%$) dan dari ikan atau produk olahan ikan (6%) yang sering memakai natrium nitrat (NaNO_3) sebagai pengawet maupun pewarna makanan.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat – alat yang digunakan adalah Spektrofotometri Ultraviolet – Visible, neraca analitis, labu tentukur, gelas beaker, corong, pipet volum, pipet tetes, bola aspirator, gelas ukur, kertas saring whatman, blender.

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Brusin Sulfat, Kalium Nitrat, Asam Sulfanilat, H_2SO_4 pekat, akuades, sampel dengan Merk A dan Merk B.

Prosedur Penelitian

1. Uji Kuantitatif Nitrat

Metode : Brusin

Prinsip Analisa : Nitrat bereaksi dengan brusin dalam suasana asam menghasilkan brusin nitrat yang berwarna kuning, warna yang terbentuk diukur dengan spektrofotometri visible.

2. Pembuatan kurva kalibrasi

Buat deretan /seri standart dengan konsentrasi yang berbeda sebagai berikut 0,0 ppm, 1,0 ppm, 3,0 ppm, 5,0 ppm, 7,0 ppm, 9,0 ppm.

Cara Pembuatan:

Larutan standart nitrat NO_3 100 ppm di pipet kedalam masing – masing labu erlenmeyer:

- 0,0 ml masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml
- 1 ml masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml
- 3 ml masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml
- 5 ml masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml
- 7 ml masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml
- 9 ml masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml

Tambahkan larutan brusin 0,5 ml aduk dengan baik. Tambahkan 10 ml H_2SO_4 pekat (secara tetes demi tetes sambil di aduk). Dinginkan dengan membiarkan beberapa menit. Pindahkan masing – masing seri standart ini kedalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif. Tetapkan volumenya 100 ml dengan penambahan aquades hingga garis tanda. Aduk dengan baik kemudian warnanya di ukur serapannya pada spektrofotometer visible. Catat hasil absorbansinya (Absorban standart).

3. Perlakuan Sampel

Ambil 25 gr sampel blender bersama sausya. Masukan kedalam labu erlenmeyer 100 ml dan tambahkan 50 ml aquades. Saring menggunakan kertas saring. Tambahkan 0,5 ml larutan brusin aduk dengan baik. Tambahkan 10 ml H_2SO_4 pekat. Dinginkan dengan membiarkan beberapa menit. Pindahkan kedalam labu ukur 100 ml, lakukan kuantitatif. Tetapkan volumenya hingga 100 ml, dengan penambahan aquades hingga garis tanda. Aduk dengan baik, kemudian warnanya diukur serapannya pada spektrofotometer visible. Catat hasil absorbansinya (Absorban sampel).

4. Pembuatan Larutan Induk baku Kalium Nitrat

Timbang seksama 500 mg kalium nitrat baku, dimasukkan dalam labu tentukur 100 ml ditambahkan aquades kocok sampai larut, tambahkan aquades sampai garis tanda maka diperoleh Larutan Induk Baku I (LIB I)

$$\frac{500 \text{ mg}}{100 \text{ ml}} = \frac{(500 \text{ mg} \times 1000 \text{ } \mu\text{g/ml})}{100 \text{ ml}} = 5000 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

Pipet 10 ml Larutan Induk Baku I Kalium Nitrat dimasukkan kedalam labu tentukur 100 ml tambahkan akuades dicukupkan sampai garis tanda, sehingga diperoleh Larutan Induk Baku II (LIB II) dengan konsentrasi:

$$\frac{10 \text{ ml} \times 5000 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 500 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

5. Prosedur Kerja Larutan Uji

Dipipet 0,8 ml dari Larutan Induk Baku II Kalium Nitrat (500 $\mu\text{g/ml}$), dimasukkan dalam labu tentukur 100 ml tambahkan dengan akuades sampai garis tanda, maka diperoleh konsentrasi larutan Kalium nitrat Baku dengan konsentrasi

$$\frac{0,8 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 4 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

Diukur absorbansi pada panjang gelombang 400nm-800nm, dicatat absorbansinya sehingga diperoleh absorbansi maksimum sebagai panjang gelombang maksimumnya.

6. Penentuan waktu Kerja (*Operating Time*)

Dipipet 0,8 ml larutan induk baku II (500 $\mu\text{g/ml}$) dimasukkan kedalam labu tentukur 100 ml dan tambahkan akuades, dicukupkan sampai garis tanda maka diperoleh konsentrasi 4 $\mu\text{g/ml}$, diukur absorbansi pada panjang gelombang 435 nm dengan interval waktu 2 menit selama 20 menit.

7. Prosedur Kerja Kromatografi Lapis Tipis

Dipipet larutan induk baku II sebanyak 0,4 ml, 0,6 ml, 0,8 ml, 1,0 ml, 1,2 ml. Masing – masing dimasukkan kedalam labu tentukur 100 ml, ditambahkan akuades dicukupkan hingga garis tanda, kocok homogen diperoleh konsentrasi:

$$\frac{0,4 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 2 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

$$\frac{0,6 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 3 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

$$\frac{0,8 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 4 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

$$\frac{1,0 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 5 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

$$\frac{1,2 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml}}{100 \text{ ml}} = 6 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

Dibiarkan sesuai dengan waktu kerja yang diperoleh, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 435 nm yang diperoleh.

8. Penentuan Kadar Nitrat di dalam Sampel

Ditimbang 25 gr ikan kalengsarden, di blender bersama sausya. Dilarut kandalam labu tentukur 100 ml ditambahkan aquades 50 ml, disaring kemudian tambahkan brusin 0,5 ml aduk dengan baik, setelah itu ditambahkan H_2SO_4 pekat kemudian diamkan beberapa menit. Di pipet 10 ml, dimasukan dalam labu tentukur 100 ml, ditambahkan aquades sampai garis tanda. Diperoleh konsentrasi $500 \mu\text{g/ml}$. Di pipet 0,8 ml, dimasukan kedalam labu tentukur 100 ml, ditambahkan aquades sampai garis tanda kemudian dibiarkan dengan waktu kerja yang diperoleh. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang 435 nm. Dihitung konsentrasinya menggunakan persamaan garis regresi

9. Perhitungan kadar

Dari data yang diperoleh maka dihitung kadar berdasarkan:

Persamaan garis

$$Y = aX + b$$

$$a = \frac{\sum xy - (\sum x)(\sum y)/n}{\sum x^2 - \sum(x)^2/n}$$

$$b = Y - a.X$$

Untuk membuktikan adanya hitungan antara X dan serapan Y pada garis regresi $Y = aX + b$. digunakan koefisien kolerasi (r)

$$r = \frac{\sum XY - \sum(X)\sum(Y)/n}{\sqrt{[\sum X^2 - (\sum X)^2/n][\sum Y^2 - (\sum Y)^2/n]}}$$

Persyaratan koefisien kolerasia dalah pada rentang = $1 < r < 1$

Kadar dapat dihitung dengan rumus:

$$\% \text{ kadar} = \frac{\text{Absorbansisampel}}{\text{Absorbansistandart}} \times \text{konsentrasi standart}$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Nitrat

Menurut Farmakope Indonesia edisi IV, Nitrat mempunyai serapan maksimum dalam akuades pada panjang gelombang 435 nm. Sebelum dilakukan penetapan kadar nitrat dalam sampel terlebih dahulu ditentukan panjang gelombang serapan maksimum dengan pelarut aquades yang di lakukan pada konsentrasi yang memberikan sera pandangan kesalahan fotometrik terkecil yaitu = 0,4343. Konsentrasi tersebut, dapat dihitung berdasarkan nilai absorbtivitas spesifik nitrat. Pengukuran diperoleh panjang gelombang maksimum nitrat 4 μ g/ml dalam akuades 435 dengan serapan 0,42320. Hasil dari data kurva serapan diperoleh panjang gelombang maksimum 435 nm. Panjang gelombang yang di peroleh inisesuai dengan panjang gelombang yang terdapat pada literatur. Menurut Farmakope Indonesia Edisi IV, batas penerimaan penentuan panjang gelombang adalah 2 nm dari panjang gelombang dalam literatur.

Penentuan Waktu Kerja (*Operating Time*)

Waktu kerja dengan mengukur larutan nitrat dengan konsentrasi 4 μ g/ml pada panjang gelombang 435 nm dengan selang waktu 2 menit selama 20 menit adalah pada menitke 12-14 menit. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pengukuran stabil selama 2 menit.

Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Nitrat

Linearitas merupakan ukuran seberapabaikkurvakalibrasi yang menghubungkan antara respon serapan (Y) dengan Konsentrasi (X). Pada penentuan kurva kalibrasi pada rentang konsentrasi 0,0 μ g/ml sampai 6 μ g/ml, hasil yang diperoleh menunjukkan hubungan yang linear antara serapan (absorbansi) dan konsentrasi, dengan koefisien korelasi (0,9999) dari hasil perhitungan didapatkan persamaan regresi $y = 0,10565x + 0,00573$.

Tabel 4.3 Data kurva kalibrasi dari nitrat

No	Konsentrasi (mcg/ml)	Absorbansi (A)
1.	0	0
2	2	0,21914
3	3	0,32387
4	4	0,42320
5	5	0,53299
6	6	0,63557

Hasil Kadar

Tabel 4. Rentang kadar rata-ratanitrat pada ikan kaleng sarden

No	Nama Merk Sample	Kadar Rata-Rata (%)	Kadar Sebenarnya (%)
1	Ikan Kaleng Sarden Merk A	0,00297	0,00694 \pm 0,00297
2	Ikan Kaleng Sarden Merk B	0,00453	0,00453 \pm 0,00453

Hasil kadar nitrat yang diperoleh memenuhi persyaratan yang ditetapkan oleh Standart Nasional Indonesia. Yaitu tidak lebih dari 0,2 %.

KESIMPULAN

Penetapan kadar nitrat pada ikan kaleng sarden dapat digunakan dengan metode spektrofotometri sinar tampak (*visible*) dengan menggunakan pelarut akuades. Dari hasil penelitian kadar nitrat yang diperoleh dari ikan kaleng sarden Merk A 0,00698%, dan ikan kaleng sarden Merk B 0,00453%. Hasil ini menunjukkan bahwa ikan kaleng sarden Merk A dan B memenuhi persyaratan kadar yang ditetapkan oleh Standart Nasional Indonesia, yaitu tidak lebih dari 0,2 %, dan ini menunjukkan bahwa ikan kaleng sarden baik dikonsumsi oleh masyarakat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] F. G. Winarno, 1992, *Kimia Pangan Dan Gizi*, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- [2] Cahyadi, 2008, *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan edisi II*. Bumi Akasara. Jakarta.
- [3] Permenkes. RI. No. 772/Menkes/ Per/IX/1988, *Syarat- Syarat Penggunaan Bahan Tambahan Makanan*
- [4] Rabiatul, 2008, *Pengolahan Dan Kandungan Kimia Ikan Kaleng*. SNI. 01-3548-1994, *Syarat Mutu Ikan Kaleng*.
- [5] Utama Wahyudi H, 2007, *Keracunan Nitrit-Nitrat*, science 22 Komentor.
- [6] Khopkar M. S, 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Penerbit Universitas Indonesia (UI – Press), Jakarta.