

Pengaruh Lama Penyimpanan Ikan Sarden Kemasan Kaleng terhadap Kadar Pb dan Cu

Refilda*¹, Shulhan Zhalil Aliju¹, Indrawati¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas Padang, 25161, Indonesia

e-mail: *refilda_59@yahoo.com
refilda@sci.unand.ac.id

Diterima: 12 September 2020/ Disetujui: 27 November 2020/ Dipublikasi online: 14 Januari 2021

DOI: <https://doi.org/10.22437/chp.v5i2.10468>

ABSTRAK

Ikan sarden (Sardinella sp.) dalam kaleng sangat praktis karena bisa disimpan dalam waktu yang cukup lama serta kontaminasi bakteri dan mikroorganisme dari luar dapat dikurangi. Akan tetapi kontak langsung ikan sarden dengan kemasan kaleng dalam waktu yang lama dapat menyebabkan kontaminasi logam berat. Oleh karena itu konsentrasi logam Pb dan Cu ikan sarden (Sardinella sp.) kaleng ditentukan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Sampel ikan sarden didestruksi menggunakan campuran HNO₃ pekat dan H₂O₂ 15% (3:1). Sampel adalah ikan sarden dengan lama penyimpanan 36 bulan (A), 18 bulan (B) dan 6 bulan (C) setelah produksi. Hasil analisis logam Pb pada sampel A, B, dan C berturut-turut yaitu 0,807; 0,512; dan 0,387 mg/L. Konsentrasi logam Pb yang diperoleh pada semua sampel melebihi nilai ambang batas yang ditetapkan oleh BPOM yaitu 0,3 mg/L. Konsentrasi logam Cu pada sampel A, B, dan C berturut-turut yaitu 2,718; 1,996; dan 1,240 mg/L. Konsentrasi logam Cu pada semua sampel masih berada di bawah batas yang ditetapkan oleh BPOM yaitu 5 mg/L. Uji t-test menunjukkan terdapat perbedaan yang signifikan dari konsentrasi logam Pb dan Cu untuk ketiga jenis sampel. Dapat disimpulkan bahwa lama penyimpanan berpengaruh terhadap konsentrasi logam Pb dan Cu dalam ikan sarden (Sardinella sp.) kemasan kaleng.

Kata kunci: Destruksi basah, ikan sarden, logam berat, SSA

ABSTRACT

Canned sardines (Sardinella sp.) are very practical because they can be stored for a long time and can reduce contamination of bacteria and microorganisms from outside. However, direct contact with canned packaging for a long time can cause heavy metal contamination. Therefore, concentrations of Pb and Cu from canned sardines were determined by Atomic Absorption Spectrometer. Samples were digested using a mixture of concentrated HNO₃ and 15% H₂O₂ (3:1). The samples were sardines with a storage time of 36 months (A), 18 months (B) and 6 months (C) after production. The concentration of Pb in samples A, B, and C were 0.807; 0.512; and 0.387 mg/L. Pb concentration in all samples exceeded the threshold value set by BPOM, at 0.3 mg/L. The concentration of Cu in samples A, B, and C were 2.718; 1.996; and 1.240 mg/L respectively. The concentration of Cu in all samples was still below the limit set by BPOM at 5 mg/L. The t-test showed that there were significant differences in the concentration of Pb and Cu metals for the three types of samples. It can be concluded that storage time affects the concentration of Pb and Cu metals in canned sardines (Sardinella sp.).

Keyword: Wet destruction, sardines, heavy metal, AAS

PENDAHULUAN

Ikan sarden (*Sardinella sp.*) merupakan ikan olahan yang dikemas dalam kaleng banyak diproduksi di dalam dan luar negeri. Kelebihan pengemasan ikan dalam kaleng adalah praktis bagi para konsumen dalam memasaknya, dapat disimpan lebih lama dan dapat meminimalisir kontaminasi dari luar seperti bakteri dan mikroorganisme lainnya. Kaleng dapat menjaga bahan pangan terhadap perubahan konsentrasi air yang tidak diinginkan. Pada umumnya proses pengalengan ikan terdiri atas beberapa tahap, yaitu persiapan wadah dan bahan, pengisian bahan baku (*filling*), pengisian medium, penghampaan udara (*exhausting*), penutupan wadah, sterilisasi (*processing*), pendinginan, pemberian label dan penyimpanan. Penggunaan kemasan kaleng perlu diwaspadai karena pada makanan kaleng dapat terjadi kontaminasi logam berat dari pengemasnya (Rahayu, 1992). Kontaminasi logam ini dapat terjadi selama proses pengolahan dan kondisi selama penyimpanan. Kontak langsung antara bahan makanan dengan alat atau wadah selama proses pembuatan dan pengemasan dapat menyebabkan masuknya logam ke dalam makanan. Pada logam timbal (Pb) digunakan sebagai logam campuran dalam pematian tutup makanan kemasan kaleng, sedangkan logam tembaga (Cu) merupakan salah satu komponen terbanyak yang digunakan untuk bahan baku pembuatan badan kaleng. Kedua logam Pb dan Cu dapat larut ke dalam makanan yang bersifat asam (Azis, 2007).

Rusaknya kemasan kaleng selama proses pemasaran dan sisa udara dalam kaleng akan mempercepat reaksi oksidasi besi sehingga konsentrasi logam dalam makanan kaleng akan semakin tinggi (Tehebijuluw *et al*, 2013). Beberapa logam berat sangat beracun, biasanya merupakan logam transisi seperti Pb dan Cu yang menunjukkan efek toksik berbahaya bagi kesehatan manusia, dan bahkan dapat menyebabkan kematian. Masuknya logam berat ke dalam tubuh manusia bisa juga melalui bahan makanan atau minuman yang telah terkontaminasi oleh logam berat. Untuk menjaga kemasan kaleng supaya tidak terjadinya korosi atau reaksi pada bagian dalam kaleng dapat dilakukan dengan melapisi bagian dalam kaleng dengan enamel. Logam timah sebagai bahan pelapis kemasan kaleng yang memiliki daya tahan terhadap korosi lebih lambat dibandingkan dengan besi. Makanan atau minuman yang mengandung bahan atau senyawa kimia seperti logam berat dalam jumlah konsentrasi yang tinggi apabila masuk ke dalam tubuh manusia dapat menyebabkan gangguan pada sistem saraf, pertumbuhan terhambat, gangguan reproduksi, peka terhadap penyakit infeksi, kelumpuhan, kematian dan dapat juga menurunkan

tingkat kecerdasan anak (Darmono, 2001). Beberapa logam yang biasa ditemukan dalam makanan kaleng adalah timbal, timah, tembaga dan besi. Sedangkan nilai ambang batas pada ikan atau makanan menurut BPOM Depkes RI tahun 1989 dari logam timbal 0,3 mg/L, timah 40 mg/L, tembaga 5 mg/L dan besi 0,50 mg/L. Mengonsumsi makanan kaleng sebaiknya memperhatikan batas cemaran logam karena logam akan mudah terakumulasi di dalam tubuh dan dapat mengganggu kesehatan tubuh manusia (SNI 7387, 2009).

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh lama penyimpanan ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng terhadap konsentrasi logam Pb dan Cu. Preparasi sampel ikan sarden dilakukan dengan metode destruksi basah dan konsentrasi logam Pb dan Cu diukur menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Uji t dilakukan untuk mengetahui pengaruh lama penyimpanan terhadap konsentrasi logam Pb dan Cu.

METODOLOGI PENELITIAN

Peralatan dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, oven (Memmert, UN 75 (74 ltr)), desikator, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA: Varian AA240FS *Fast Sequential*) dan alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yakni: Asam nitrat (HNO_3) pekat, hidrogen peroksida (H_2O_2) 15%, air destilasi, aluminium foil, kertas saring whatman 42 dan ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng merek yang sama dengan saus tomat dengan lama penyimpanan 36 bulan (A), 18 bulan (B) dan 6 bulan (C) setelah produksi.

Pembuatan Reagen

Pembuatan HNO_3 0,1 N

Larutan HNO_3 65% sebanyak 0,17 mL dimasukkan ke dalam gelas ukur ditambahkan air destilasi dan diaduk sampai larutan homogen, setelah itu dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL diencerkan sampai tanda batas dengan air destilasi dan diaduk sampai larutan homogen.

Pembuatan Larutan Standar Pb 100 mg/L

Larutan standar Pb 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam labu 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan HNO_3 0,1 N.

Pembuatan Larutan Standar Cu 100 mg/L

Larutan standar Cu 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam labu 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan HNO₃ 0,1 N.

Preparasi Sampel Ikan Sarden

Sampel ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng sampel A, B dan C diperoleh di pasar kota Padang. Ikan diblender lalu di keringkan anginkan selama satu minggu, setelah kering sampel digerus dengan lumpang dan alu.

Penentuan Kadar Air dalam Sampel Ikan Sarden

Masing-masing sampel ikan yang telah digerus dimasukkan ke dalam cawan penguap yang sudah ditimbang terlebih dahulu beratnya 5 gram. Setelah itu sampel dioven pada suhu 105°C selama 3 jam dan didinginkan di dalam desikator, kemudian ditimbang. Sampel dikeringkan lagi sampai didapatkan massa yang konstan.

Destruksi Sampel Ikan Sarden

Destruksi sampel ini dilakukan untuk perombakan senyawa logam organik menjadi logam-logam anorganik dengan menggunakan asam sebagai pelarut dan juga pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis.

Masing-masing dari sampel A, B dan C kering ditimbang 5 gram dan dimasukkan ke dalam labu kjeldahl. Ditambahkan 30 mL HNO₃ pekat dan 10 mL H₂O₂ 15% secara berurutan, didestruksi sampai warna coklat pada larutan hilang dan menjadi larutan jernih. Pindahkan larutan hasil destruksi ke labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan HNO₃ 0.1 N sampai dengan tanda batas. Saring dan masukkan ke dalam botol vial untuk dianalisis dengan SSA.

Penentuan Konsentrasi Logam Pb dan Cu dalam Sampel Ikan Sarden

Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Pb dan Cu

Larutan standar Pb disiapkan dengan konsentrasi 0,00, 0,50, 1,00, 1,50, 2,00 dan 2,50 mg/L dari larutan standar Pb 100 mg/L dengan pengenceran bertingkat, kemudian diukur serapannya dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Untuk pembuatan kurva standar Cu, larutan standar Cu dengan konsentrasi 0,00, 0,30, 0,60, 0,90, 1,20 dan 1,50

mg/L disiapkan dari larutan standar Cu 100 mg/L menggunakan pengenceran bertingkat dan diukur serapannya dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 324,7 nm.

Penentuan Konsentrasi Logam Pb dan Cu dalam Sampel Ikan Sarden

Sampel hasil destruksi basah ditentukan serapannya dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom. Untuk konsentrasi logam Pb dan Cu dapat dihitung berdasarkan persamaan regresi dari kurva kalibrasi standar.

Analisis Data

Uji T-test

Uji t-test merupakan uji statistik yang menguji kebenaran dari suatu data yang diperoleh. Untuk uji t-test digunakan t-test: *Two-sample Assuming Equal Variances* yaitu untuk menguji perbedaan rata-rata dua variabel dari sampel yang berbeda dengan mengasumsikan kedua sampel tersebut dimana mempunyai varian yang sama persis. Uji t-test dilakukan untuk mengetahui hasil data analisis bisa dipercaya atau tidak dipercaya berdasarkan keakuratan dari data yang diperoleh dan uji t-test juga digunakan untuk membandingkan uji t-hitung dengan t-tabel (Brannen, 1997).

LoD (*Limit of Detection*) dan LoQ (*Limit of Quantification*)

Penentuan LoD dan LoQ menggunakan hasil regresi dari larutan standar Pb dan Cu menggunakan *Microsoft Excel 2013* dan hasil yang didapatkan berupa data-data pada tabel setelah itu data pada tabel dimasukkan ke dalam rumus LoD dan LoQ.

LoD dan LoQ dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{LoD} = \frac{3 \times \text{SD}_{\frac{x}{y}}}{\text{slope}}$$

(1)

$$\text{LoQ} = \frac{10 \times \text{SD}_{\frac{x}{y}}}{\text{slope}}$$

(2)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kadar Air dalam Sampel Ikan Sarden (*Sardinella sp.*) Kemasan Kaleng

Hasil penentuan kadar air dalam sampel ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng dapat dilihat pada Tabel 1. Penentuan kadar air dalam sampel ikan sarden kemasan kaleng dengan pemanasan dalam oven atau *thermogravimetry* yaitu menguapkan air yang ada dalam sampel dengan cara pemanasan dalam oven pada suhu 105°C (Martono, 2009).

Tabel 1. Kadar Air dalam Sampel Ikan Sarden (*Sardinella sp.*) Kemasan Kaleng

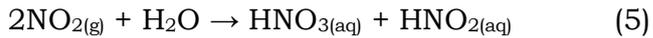
No	Nama Sampel	Kadar Air dalam Sampel (%)
1.	Sarden (<i>Sardinella sp.</i>) 36 Bulan setelah produksi (A)	11,19
2.	Sarden (<i>Sardinella sp.</i>) 18 Bulan setelah produksi (B)	18,38
3.	Sarden (<i>Sardinella sp.</i>) 36 Bulan setelah produksi (C)	10,25

Berdasarkan data yang diperoleh kadar air sampel ikan sarden (*Sardinella sp.*) A, B dan C berturut-turut adalah 11,19%, 18,38% dan 10,25%. Sampel ikan sarden (*Sardinella sp.*) B memiliki kadar air paling tinggi. Tingginya kadar air dalam makanan kaleng dapat disebabkan kesalahan pengemasan secara hermetis (Ahmad, 2014). Jika terdapatnya kadar air yang tinggi akan mempercepat pertumbuhan mikroba pada sampel ikan dalam kemasan kaleng (Anggraeini *et al.*, 2013). Tingginya kadar air pada ikan kaleng juga mempengaruhi masa kadaluarsa dari produk tersebut karena produk dalam kemasan tidak dapat menerima sensori dari masa kadaluarsa sehingga mempengaruhi masa umur penyimpanan produk kaleng (Winarno *et al.*, 1980).

Hasil Destruksi Sampel

Penggunaan HNO₃ untuk destruksi sampel ikan sarden berfungsi sebagai oksidator kuat atau sebagai pengoksidasi yang baik, sedangkan H₂O₂ dapat meningkatkan kemampuan oksidasi serta meningkatkan kinerja disolusi dari HNO₃. Proses destruksi ini berlangsung dengan pemanasan yang bertujuan untuk dekomposisi bahan organik yang ada dalam sampel. Gas berwarna coklat yang dihasilkan akan keluar dan destruksi telah sempurna kalau larutan sampel sudah jernih tanpa adanya sisa gas coklat lagi. Berikut hasil reaksi yang terjadi antara logam Pb dan HNO₃ serta setelah penambahan H₂O₂:

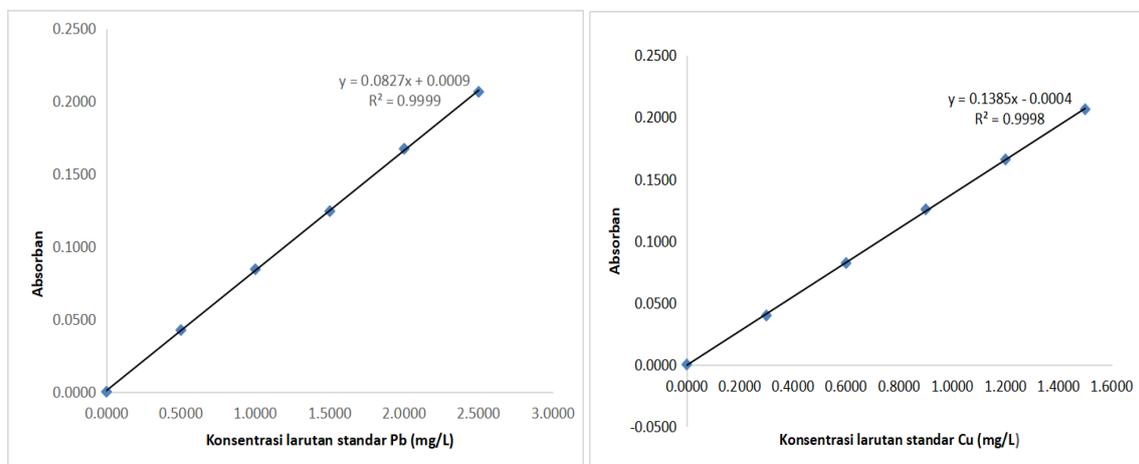




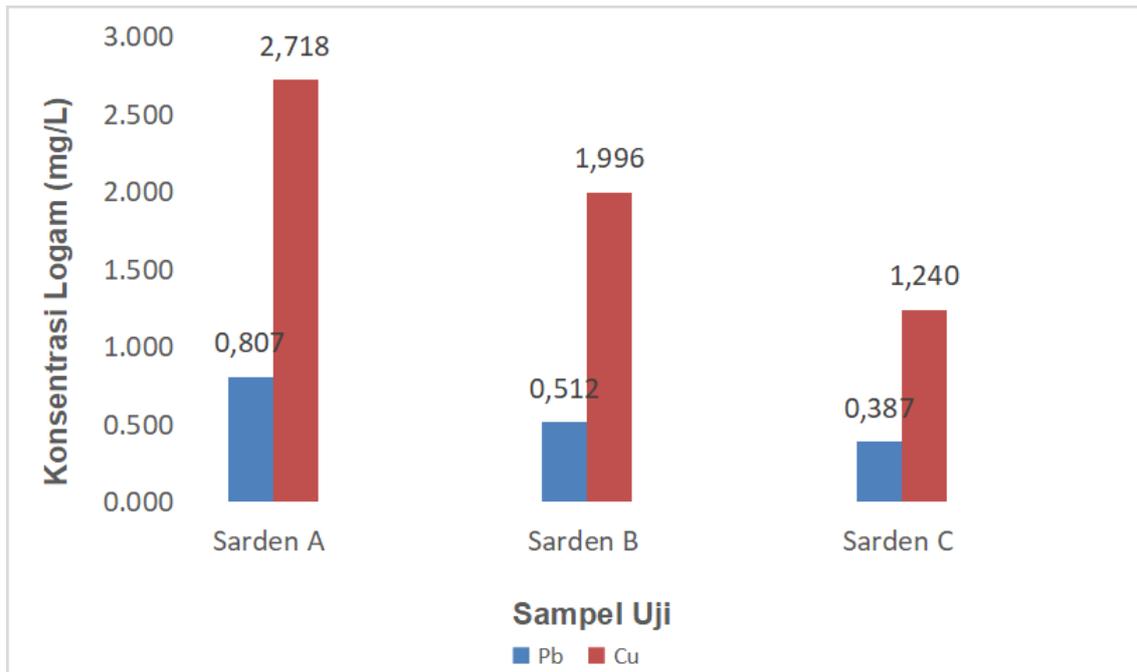
Pada proses reaksi ini gas NO_2 bereaksi dengan H_2O setelah penambahan H_2O_2 , dimana H_2O_2 terurai menjadi H_2O dan O_2 . Pada HNO_3 dan H_2O_2 terjadi reaksi yaitu HNO_3 untuk mendestruksi zat organik yang masih tersisa, sedangkan H_2O_2 akan terurai dengan adanya pemanasan menjadi gas NO_2 dan NO . Proses destruksi tersebut akan terus berlangsung sampai semua bahan-bahan organik yang terdapat pada sampel terdekomposisi sempurna (Harmita, 2004).

Konsentrasi Logam Pb dan Cu dalam Sampel

Konsentrasi logam Pb dan Cu dalam sampel ikan sarden kemasan kaleng dihitung berdasarkan persamaan regresi yang terdapat pada Gambar 1. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi larutan standar Pb dan Cu.



Gambar. 2 Konsentrasi Logam Pb dan Cu pada Sampel Ikan Sarden (*Sardinella sp.*) A, B dan C

Berdasarkan hasil yang diperoleh, konsentrasi logam Cu lebih besar dibandingkan dengan konsentrasi logam Pb. Konsentrasi logam Cu yang terdapat dalam ikan sarden sampel A, B dan C berturut-turut adalah 2,718 mg/L, 1,996 mg/L dan 1,240 mg/L, sedangkan konsentrasi logam Pb sampel ikan sarden A, B dan C adalah berturut-turut 0,807 mg/L, 0,512 mg/L dan 0,387 mg/L. Konsentrasi logam Cu dan Pb tertinggi diperoleh pada sampel A, kemudian diikuti oleh sampel B dan sampel C. Hal ini disebabkan karena lamanya ikan sarden (*Sardinella sp.*) berada dalam kemasan kaleng, sehingga asam yang terdapat dalam saus tomat akan melarutkan logam Pb dan Cu yang ada pada kemasan kaleng. Ion hidrogen dari asam askorbat yang terkandung dalam saus tomat pada ikan sarden dapat mengoksidasi lapisan dalam kemasan kaleng sehingga mempengaruhi tingginya konsentrasi logam Pb dan Cu.

Logam yang terlarut akan meresap ke dalam ikan sarden kemasan kaleng. Batas maksimum cemaran logam dalam makanan kemasan kaleng berdasarkan SK Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 untuk Pb 0,3 mg/L dan Cu 5 mg/L. Konsentrasi logam Cu dari semua sampel masih di bawah batas maksimum yang ditetapkan BPOM, sedangkan logam Pb pada semua sampel berada di atas maksimum (Kristianingrum, 2012).

Hasil Uji T-tes

Uji t-tes (*Two-sample Assumsing Equal Vasriences*) dilakukan untuk melihat pengaruh lama penyimpanan terhadap konsentrasi logam Pb dan Cu. Nilai t-hitung untuk kedua logam diperoleh besar dari nilai t-tabel. Hal ini menunjukkan terdapat perbedaan yang nyata dari konsentrasi logam untuk ketiga sampel ikan sarden. Dapat dikatakan bahwa lama penyimpanan ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng dapat mempengaruhi konsentrasi logam Pb dan Cu.

LoD (Limit of Detection) dan LoQ (Limit of Quantification)

Hasil Perhitungan nilai limit deteksi (LoD) untuk logam Pb dan Cu yaitu 0,0651 mg/L, 0,0425 mg/L. Logam Cu pada semua sampel diperoleh nilai konsentrasi di atas limit deteksi maka hasil pengukurannya dapat dipercaya. Pada logam Pb juga diperoleh nilai konsentrasi di atas limit deteksi yang bisa dipercaya atau hasil pengukurannya akurat. Konsentrasi limit kuantitasi (LoQ) berbanding lurus dengan presisi atau ketepatan data analisis. Pada hasil perhitungan diperoleh nilai limit kuantitasi logam Pb dan Cu yaitu 0,2170 mg/L dan 0,1416 mg/L. Nilai konsentrasi logam Pb dan Cu berada di atas limit kuantitasi, hal ini menunjukkan hasil pengukuran yang akurat dan bisa dipercaya pada semua sampel ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng (Riyanto, 2002).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, ikan sarden (*Sardinella sp.*) kemasan kaleng A, B dan C mengandung logam Pb dan Cu. Konsentrasi logam Pb dan Cu dipengaruhi oleh lama penyimpanan ikan sarden dalam kemasan kaleng. Semakin lama penyimpanan ikan dalam kemasan kaleng semakin tinggi konsentrasi logam Pb dan Cu dalam ikan.

DAFTAR PUSTKA

- Ahmad, NA. 2014. Kajian Terhadap Konsentrasi Air Tepung Jagung dan Tepung Karaginan sebagai Bahan Baku Puding Jagung. Universitas Negeri Gorontalo. Gorontalo. 1-10
- Anggraeini, R., S. Sheilica dan Bhatara Ayi Maeta. 2013. Makalah Proses Thermal Hasil Perikanan Sejarah Pengalengan dan Pengalengan Secara Umum. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta. 19(2): 140-147

- Azis, V. 2007. Analisis Kandungan Sn, Zn dan Pb dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Skripsi. Jurusan Ilmu Kimia. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta. 29-30
- Brannen, Julia. 1997. Memadu Metode Penelitian Kualitatif dan Kuantitatif. Pustaka Pelajar. Yogyakarta. 4(1): 137-141
- Darmono. 2001. Lingkungan Hidup dan Pencemaran (Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam). Universitas Indonesia Press. Jakarta. 1-97
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. Majalah Ilmu Kefarmasian. 1(3): 117-135
- Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. Prosiding Seminar Nasional. Jurdik Kimia FMIPA UNY. Yogyakarta. 195-202
- Kusnandar F. 2006. Desain Percobaan dalam Penetapan Umur Simpanan Produk Pangan dengan Metode ASLT (Model Arrhenius dan Konsentrasi Air Kritis). Modul Pelatihan: Pendugaan dan Pengendalian Umur Simpanan Bahan dan Produk Pangan. IPB. Bogor. 5(1): 42-52
- Martono, Y. 2009. Validasi Metode KCKT Isokratik untuk Penetapan Konsentrasi Asam Galat, Kafein dan EGCG pada Berbagai Produk The Celup. Tesis Program Pascasarjana Fakultas Farmasi. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta. 4(1): 39-44
- Rahayu, W.P. 1992. Teknologi Fermentasi Produk Perikanan. Departemen Pusat antar Universitas Pangan dan Gizi Institut Pertanian Bogor. Bogor. 1-140
- Riyanto. 2002. Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Deepublish. Yogyakarta. 21-71
- Standar Nasional Indonesia. 2009. SNI 7387. Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan. Badan Standarisasi Nasional. Jakarta. 2-8
- Tehebijuluw, H, Eirene, GF, dan Samuel. 2013. Penentuan Kandungan Logam Cd dan Cu dalam Produk Ikan Kemasan Kaleng secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Cakra Kimia Indonesia E-Journal of Applied Chemistry*. 1(1): 9-12
- Winarno F. G., S. Fardiaz dan D. Fardiaz. 1980. Pengantar Teknologi Pangan. PT Gramedia. Jakarta. 83-89