



e-ISSN : 2747-1942

Jurnal Indah Sains dan Klinis Volume 2 No. 2 (2021): 22-28

Jurnal Indah Sains dan Klinis

Journal of Indah Science and Clinic

<http://stikesindah.ac.id/jurnal/index.php/jisk>



Penetapan Kadar Zink Ikan Lele (*Clarias batrachus*) dari Pasar Sei Sikambing secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Muhammad Gunawan¹⁾, Rahmad Hidayat²⁾

¹⁾Program Studi Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah, Medan, Indonesia; ²⁾Fakultas Farmasi, Universitas Tjut Nyak Dhien, Medan, Indonesia; Corresponding author:

Muhammadgunawan905@gmail.com

Received: 25 Juli 2021; Revised: 31 Juli 2021; Accepted: 1 Agustus 2021

DOI: <https://doi.org/10.52622/jisk.v2i2.22>

Abstract

Clarias batrachus is one of the commercially cultivated freshwater fish species in Indonesia, especially in North Sumatra. Nutritional content of protein, fat, minerals, carbohydrates, and water. Minerals play an important role in metabolic processes that ensure the maintenance of body functions at the cellular, tissue and organ levels. The research was aimed at determining the zinc content of raw, steamed, grilled, and fried catfish by using visible light spectrophotometry method after destruction and adding alkaline dithizone solution. *Clarias batrachus* samples were taken purposively from the traditional market of Sei Sikambing Medan. Method validation includes accuracy, precision, and sensitivity. The results show that it is accurate with accuracy, precision, limit of detection and quantitation of 99.95% each; 1.06%; 0.620 g/ml; 2.066 g/ml. ANOVA test showed no significant difference in zinc content of raw, steamed, grilled, and fried catfish.

Keywords: *Catfish, spectrophotometry visible, dithizone*

Abstrak

Clarias batrachus merupakan salah satu jenis ikan tawar budidaya komersial masyarakat Indonesia, utamanya di Sumatera Utara. Kandungan nutrisinya protein, lemak, mineral, karbohidrat, dan air. Mineral berperan penting dalam proses metabolisme yang menjamin terpeliharanya fungsi tubuh tingkat sel, jaringan dan organ. Penelitian ditujukan pada penetapan kadar zink ikan lele mentah, kukus, bakar, dan goreng dengan metode spektrofotometri sinar tampak setelah destruksi dan ditambahkan larutan ditizon dalam basa. Sampel *Clarias batrachus* diambil purposif dari pasar tradisional Sei Sikambing-Medan. Validasi metode meliputi akurasi, presisi, dan sensitivitas. Hasil menunjukkan akurat dengan akurasi, presisi, batas deteksi dan kuantitasi masing-masing sebesar 99,95%; 1,06%; 0,620 µg/ml; 2,066 µg/ml. Uji ANAVA menunjukkan perbedaan tidak signifikan dari kadar zink ikan lele mentah, kukus, bakar, dan goreng.

Kata Kunci: *Ikan lele, spektrofotometri visibel, ditizon.*

1. PENDAHULUAN

Ikan Lele, *Clarias batrachus* salah satu jenis ikan hidup di air tawar yang telah dibudidayakan dan dikomersialkan masyarakat Indonesia, terutama Sumatera Utara (1). Budidaya sangat pesat perkembangannya, karena bisa dilakukan pada lahan dan sumber air terbatas. Budidaya maupun pemasaran relative mudah dengan modal usaha relative kecil (2). Lele tidak hidup di air payau atau air asin. Habitat ada di rawa-rawa, persawahan, sungai, telaga, waduk. *Nocturnal* sifat ikan Lele, artinya tetap gerak mencari makan malam hari, diam dan di kegelapan siang hari. Ikan Lele diberi nama sesuai

daerahnya, misalnya: Kalang (Padang), Maut (Gayo, Aceh), Pintet (Kalimantan Selatan), Keling (Makasar), Cepi (Bugis), Lele (Jawa Tengah), Dumbo (Afrika), Plamond (Thailand), Keli (Malaysia), Guramagura (Srilangka), Ca tre trang (Jepang) (1).

Peranan mineral sebagai kofaktor sangat penting dalam proses metabolisme. Sistem metabolisme berjalan dengan baik akan menjamin terpeliharanya fungsi tubuh tingkat sel, jaringan dan organ (3). Sistem kerja enzim diatur oleh kesetimbangan mineral cairan tubuh. Kesetimbangan asam-basa tubuh membantu transfer dan memelihara sensitivitas respon rangsangan otot dan saraf (4).

Seng, Zink (Zn) merupakan mineral essential. Zn selalu berada dalam keadaan divalen dalam system biologi. Zn mudah terkompleks dengan asam amino, peptida, protein, dan nukleotida (5). Zn pertama kali ditemukan oleh ilmuwan sebagai nutrisi penting bagi pertumbuhan organisme hidup pada tahun 1869 (3). Todd pertama kali menemukan Zn sebagai mikro esensial bagi pertumbuhan tikus. Pentingnya Zn untuk kesehatan manusia dalam membangun sistem imun (6).

Cara penetapan kadar zink, antara lain: kompleksometri, dan spektrofotometri sinar tampak setelah penambahan pereaksi ditizon dalam basa (7). Penetapan kadar secara spektrofotometri sinar tampak mempunyai keunggulan karena lebih peka dan dapat dilakukan dengan kadar kecil (7-9).

Berdasarkan hal tersebut, penulis melakukan penentuan kadar zink ikan lele. Penetapan kadar dilakukan secara spektrofotometri sinar tampak (SST) dengan penambahan ditizon dalam basa, diukur absorbansi pada rentang 500-560 nm. Keabsahan metode dilakukan pengujian validasi dengan parameter akurasi, presisi, dan sensitivitas.

2. METODE PENELITIAN

Metode penelitian eksperimental dengan variabel bebas ikan lele mentah, kukus, bakar, dan goreng. Variabel bebasnya respon absorbansi setiap konsentrasi. Kadar zink ditentukan dengan SST setelah terbentuk kompleks zin-ditizon.

Alat dan Bahan

Peralatan meliputi: neraca analitis (Sartorius), buret, *blender* (Miyako), *hot plate*, Spektrofotometer Uv-Vis 1700 (Shimadzu). Bahan-bahan yang digunakan meliputi: ikan lele, akuabides, bahan kimia pa (*Merck*), antara lain: amonium hidroksida, indikator universal, natrium hidroksida, dinatrium edetat, amonium klorida, asam klorida, natrium klorida, zink klorida, asam asetat glasial, amonium asetat, kalsium karbonat, zink sulfat, hitam eriokrom T, ditizon, kalkon campur, dan alkohol.

Penyiapan sampel

Sampel ikan lele dari Pasar Tradisional Sei Sikambing Sunggal, Sumatera Utara tanpa membandingkan dengan sampel serupa di pasar lain, sampel yang digunakan adalah ikan lele (*Clarias batrachus*) mentah, dikukus, dibakar, dan digoreng. Destruksi basah dilakukan terhadap 100 g sampel halus ikan lele sesuai perlakuan masing-masing. Filtrat dimasukkan ke Erlenmeyer, ditambah 80 ml asam nitrat 5 N, dididihkan di atas *hot plate* hingga selama 30 menit sampai larutan jernih.

Analisis Kualitatif Zink

Larutan sampel destruksi disaring, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml. Residu pada *Whatman* no.42 dibilas tiga kali dengan akuabides sampai filtrat tidak bereaksi positif terhadap ditizon dalam basa. Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 5 ml larutan sampel destruksi, diatur pH-nya 8 dengan penambahan natrium hidroksida 8N, kemudian ditambahkan 2 ml ditizon, dikocok kuat, terbentuk warna merah.

Pembuatan Larutan Kerja

Ditimbang 210,298 mg zink klorida setara 100 mg zink dilarutkan dalam asam klorida 0,1N dalam labu tentukur 100 ml dan diadkan dengan akuabides sampai garis batas. Pengenceran lima ml larutan tersebut menjadi 100 µg/ml dalam labu tentukur 50 ml dengan penambahan akuabides sampai garis batas (7). Larutan 100 µg/ml dipipet seri dari 3,0 - 7,0 ml, masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, ditambah 5,0 ml natrium hidroksida 2N, dicek pH harus 8 dan ditambahkan 2 ml larutan ditizon, diadkan dengan akuabides sampai garis batas, sehingga seri konsentrasi menjadi 6,0 - 14,0 µg/ml (10).

Penentuan Serapan Maksimum dan Pembuatan Kurva Kalibrasi

Salah satu larutan kerja diukur pada rentang 400 - 800 nm untuk menentukan serapan maksimum (7). Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur seri konsentrasi larutan kerja 6,0 - 14,0 µg/ml pada panjang gelombang maksimum (11).

Validasi Metode Analisis

Akurasi metode dilakukan dengan uji perolehan kembali analit yang ditambahkan. Metode penambahan bahan baku dilakukan karena sampel berupa sediaan yang sulit diketahui komposisi yang sebenarnya, dilakukan dengan membuat konsentrasi 80%, 100%, dan 120% dengan tiga replikasi (12). Kemudian ditentukan kadar zink sebelum dan sesudah ditambahkan baku zink klorida. Akurasi dan presisi dihitung masing-masing sebagai persen *recovery* dan RSD menggunakan rumus (10,11):

$$\text{Persen } recovery = \frac{\text{Bobot zink setelah - sebelum ditambah baku}}{\text{Bobot zink baku ditambahkan}} \times 100\%$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{\text{Standar deviasi}}{\text{Persen } recovery \text{ rata-rata}} \times 100\%$$

Batas deteksi ditentukan sesuai metode analisis. Analisis tanpa instrumen, ditentukan dengan mengukur analit sampel melalui pengenceran berseri. Analisis dengan instrumen, ditentukan dari simpangan baku beberapa respon blanko. Kemudian dilanjutkan dengan persamaan *liniar* $Y = bX + a$ (10–13). Simpangan baku blanko diindikasikan dengan simpangan baku residual $(S_y/x)^2$. Kalkulasi batas deteksi dan kuantitasi dengan rumus (12):

$$SY/X = \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{(n-2)}}; \quad LOD = \frac{3 \times SY/X}{\text{slope}}; \quad LOQ = \frac{10 \times SY/X}{\text{slope}}$$

Pengukuran Absorbansi Sampel

Hasil destruksi ditambah natrium hidroksida tetes per tetes sampai mencapai pH 8 dan ditambahkan 2 ml ditizon, diadkan dengan akuabides sampai garis batas. Didiamkan sampai waktu kerja, lalu diukur serapan maksimumnya. Diulangi pengerjaan sampai 6 kali dan dihitung konsentrasi zink sampel menggunakan persamaan garis regresi. Selanjutnya dihitung kadar zink dengan rumus (8):

$$\frac{\text{Kons. perolehan zink } (\mu\text{g/ml}) \times \text{Vol. larutan sampel (ml)}}{100 \text{ gr}}$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Kualitatif Zink di dalam Sampel

Analisis kualitatif dilakukan untuk memastikan sampel yang akan diuji mengandung zink. Analisa kualitatif zink sampel dilakukan dengan pereaksi ditizon 0,1% dalam basa terbentuk warna merah. Hasil analisa menunjukkan seluruh sampel positif mengandung zink.

Panjang Gelombang Maksimum

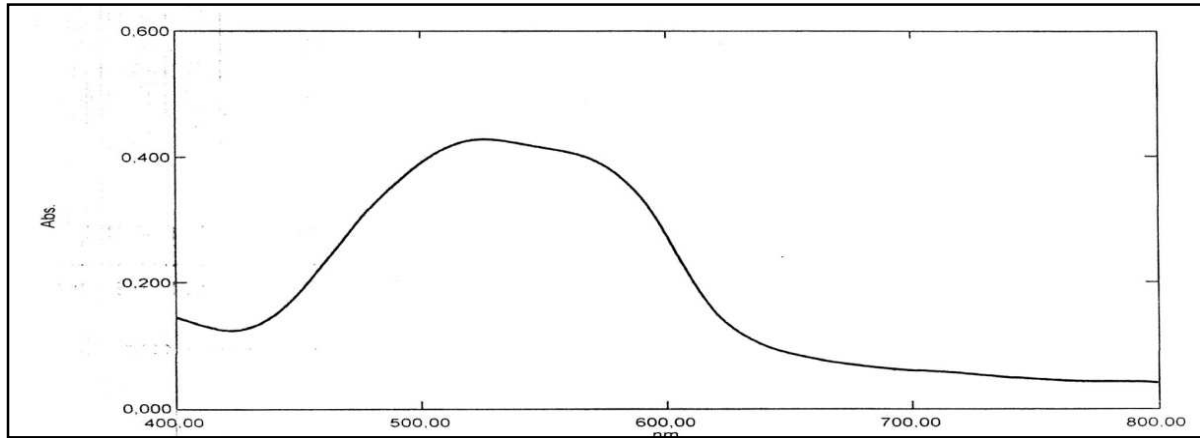
Pengukuran serapan maksimum kompleks zink-ditizon dilakukan dengan SST pada konsentrasi larutan baku 10 µg/ml dengan rentang 400-800 nm. Gambar 1 menunjukkan serapan maksimum kompleks zink-ditizon, serapan maksimum diperoleh pada 526,50 nm, yaitu untuk larutan yang mempunyai warna komplementer merah anggur mempunyai panjang gelombang maksimum pada rentang 500-560 nm (8). Maka hasil yang diperoleh sudah baik, sehingga deteksi absorbansi sampel dilakukan pada panjang gelombang 526,50 nm.

Penentuan Waktu Kerja

Waktu yang dibutuhkan reaksi pembentukan kompleks-ditizon memberikan serapan stabil disebut waktu kerja. Waktu kerja didetek melalui respon serapan kompleks zink-ditizon 10 µg/ml pada 526,50 nm selama 60 menit. Tabel 1 dan Gambar 2 menampilkan absorbansi selama 60 menit dan stabil pada menit ke-32 hingga 38. Maka pekerjaan selanjutnya dapat dilakukan pada menit ke-32 sampai 38.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

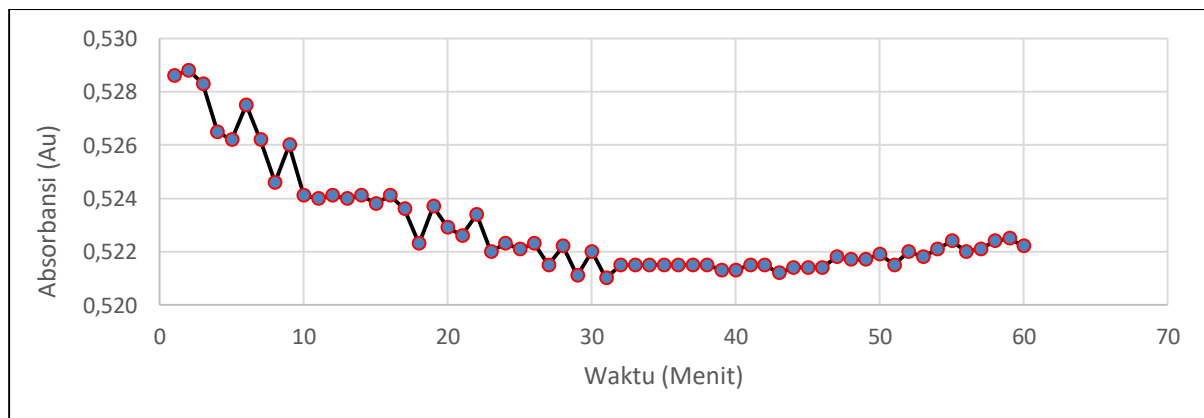
Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur serapan kompleks zink-ditizon pada konsentrasi 6,0 - 14,0 µg/ml pada 526,50 nm dalam waktu kerja menit ke-32 sampai 38.



Gambar 1 Kurva Serapan Larutan Kompleks Baku Zink-Ditizon 10 µg/ml

Tabel 1. Data Pengukuran Waktu Kerja Larutan Kompleks Baku Zink-Ditizon

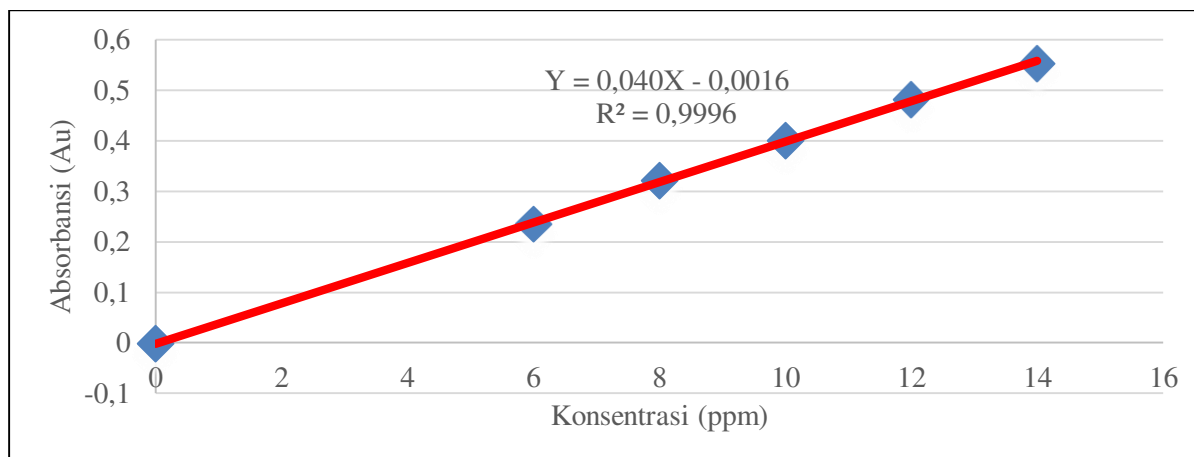
Waktu (menit)	Absorbansi	Waktu (menit)	Absorbansi	Waktu (menit)	Absorbansi
1	0,5286	21	0,5226	41	0,5215
2	0,5288	22	0,5234	42	0,5215
3	0,5283	23	0,5220	43	0,5212
4	0,5265	24	0,5223	44	0,5214
5	0,5262	25	0,5221	45	0,5214
6	0,5275	26	0,5223	46	0,5214
7	0,5262	27	0,5215	47	0,5218
8	0,5246	28	0,5222	48	0,5217
9	0,5260	29	0,5211	49	0,5217
10	0,5241	30	0,5220	50	0,5219
11	0,5240	31	0,5210	51	0,5215
12	0,5241	32	0,5215	52	0,5220
13	0,5240	33	0,5215	53	0,5218
14	0,5241	34	0,5215	54	0,5221
15	0,5238	35	0,5215	55	0,5224
16	0,5241	36	0,5215	56	0,5220
17	0,5236	37	0,5215	57	0,5221
18	0,5223	38	0,5215	58	0,5224
19	0,5237	39	0,5213	59	0,5225
20	0,5229	40	0,5213	60	0,5222



Gambar 2. Kurva Penentuan Waktu Kerja Larutan Kompleks Baku Zink-Ditizon

Tabel 2. Data Absorbansi dan Konsentrasi Kurva Kalibrasi Kompleks Zink-Ditizon

No.	Konsentrasi	Absorbansi
1	0,000	-0,0020
2	6,000	0,2350
3	8,000	0,3210
4	10,000	0,4010
5	12,000	0,4830
6	14,000	0,5530



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Larutan Kompleks Baku Zink-Ditizon

Persamaan $Y = 0,040X - 0,0016$ dengan $r = 0,9996$ (Tabel 2 dan Gambar 3) menunjukkan linearitas konsentrasi dengan absorbansi. Hubungan tersebut berarti peningkatan konsentrasi akan meningkatkan serapan (8,10,11).

Validasi Metode Analisis

Validasi metode meliputi akurasi, presisi dan sensitivitas (10). Uji akurasi dilakukan untuk mengetahui metode cukup akurat. Uji dilakukan dengan penambahan baku pembanding. Uji dilakukan pada konsentrasi analit 80%, 100%, dan 120% dengan tiga replikasi. Uji presisi ditentukan dengan menghitung persen RSD (8).

Tabel 3. Hasil Validasi Metode Penetapan Kadar Zink Ikan Lele

A	Sebelum Penambahan Baku			Setelah Penambahan Baku			H	I
	B	C	D	E	F	G		
80%	0,273	5,623	28,11	0,390	8,004	40,02	12,00	99,21
	0,271	5,582	27,91	0,391	8,024	40,12	12,00	101,75
	0,272	5,602	28,01	0,391	8,024	40,12	12,00	100,90
100%	0,341	7,007	35,03	0,490	10,039	50,19	15,00	101,07
	0,341	7,007	35,03	0,487	9,978	49,89	15,00	99,04
	0,342	7,027	35,13	0,489	10,018	50,09	15,00	99,72
120%	0,411	8,431	42,16	0,586	11,992	59,96	18,00	98,92
	0,411	8,431	42,16	0,588	12,033	60,16	18,00	100,05
	0,412	8,451	42,26	0,587	12,013	60,06	18,00	98,92

Rerata Persen *Recovery* = 99,95 %; Standar deviasi = 1,06

Relatif standar deviasi (% RSD) = $\frac{1,06}{99,95} \times 100\% = 1,06\%$

Keterangan: A = Rentang Spesifik; B = E = absorbansi; C = F= Konsentrasi Zink hasil ($\mu\text{g/ml}$); D = G = berat hasil (mg) ; H = Zink Penambah (mg)

Persen *recovery* zink yang diperoleh 99,95%. Menurut Gandjar (2007), umumnya terpenuhi syarat persen *recovery* sebesar 98% - 102%, maka metode spektrofotometri sinar tampak dengan pereaksi ditizon dalam basa memberikan hasil yang akurat untuk penetapan kadar zink sampel.

Batas deteksi dilakukan untuk deteksi jumlah terkecil senyawa sampel yang masih memberi respon signifikan dibandingkan dengan blanko (10). Batas kuantitasi merupakan batas terkecil kuantitatif dengan kriteria cermat dan akurat (8). Batas deteksi dan kuantitasi masing-masing sebesar 0,620 µg/ml dan 2,066 µg/ml. Konsentrasi zink sampel di atas 2,066 µg/ml, menunjukkan metode yang digunakan dan perlakuannya baik.

Penentuan Kadar Zink Sampel

Penetapan kadar zink dilakukan dengan metode SST. Sampel didestruksi basah berupa ion zink bereaksi dengan NaOH dalam asam. Lalu ditambah pewarna ditizon, warna merah stabil selama lebih kurang 10 menit, mulai menit ke-32 sampai ke-38 pada panjang gelombang 509,20 nm, dan diperoleh absorbansi sampel. Kemudian dihitung konsentrasi zink ampel menggunakan persamaan regresi, selanjutnya dihitung kadar, dilanjutkan analisis dengan $\alpha = 0,01$.

Tabel 4. Kadar Zink Sampel

No.	Ikan Lele	Kadar (µg/100 g)
1	Mentah	513,520 ± 9,624
2	Kukus	512,892 ± 5,109
3	Bakar	514,975 ± 2,839
4	Goreng	511,017 ± 7,774

Tabel 4. menampilkan kadar zink ikan lele bakar lebih tinggi dibandingkan dengan ikan lele mentah, kukus, dan goreng. Berbagai referensi dinyatakan kadar zink ikan lele 503 mcg/ 100 g, tetapi tidak disebut jenis ikan lele tersebut, termasuk dumbo, sangkuriang, lokal, atau phyton. Kadar zink ikan lele hasil penelitian lebih besar dibanding dengan referensi. Hal ini kemungkinan disebabkan perbedaan habitat, pola hidup, alat dan metode yang digunakan analisis.

Analisis Varian dan Uji Beda Nyata Terkecil

Anava dilakukan untuk melihat perbedaan kadar zink ikan lele mentah, kukus, bakar, dan goreng. Jika terdapat beda signifikan, maka dilanjutkan BNT untuk melihat kelompok yang berbeda dan tidak berbeda nyata antar seluruh kelompok perlakuan (Tabel 5).

Tabel 5. Data Hasil Uji Analisa Varian

Sk	Jk	Db	Rk	F ₀	F _{tabel}	
					5%	1%
Rerata kelompok	4.738.940,72	3	504,510			
Error	327,86	24	0,018	69.383,92	2,77	4,28
Total	4.739.268,58	27	504,529			

Tabel 6. Uji ANAVA dan BNT

Ikan Lele	Rerata Zink (µg/100 g)	Beda Ikan Lele		
		Kukus	Bakar	Goreng
Mentah	513,520	0,628	1,455	2,503
Kukus	512,892	-	2,083	1,875
Bakar	514,975	2,083	-	3,958
Goreng	511,017	1,875	3,958	-
		BNT 0,05 = 26,05		BNT 0,01 = 29,24

Oleh karena $F_0 = 69.383,92 > F 5\% (5,18) = 2,77$ dan $F 1\% (5,18) = 4,28$, maka terdapat perbedaan signifikan kadar Zink ikan lele mentah, kukus, bakar, dan goreng. Uji BNT menampilkan kadar zink ikan lele mentah tidak berbeda nyata dengan kukus, bakar, dan goreng (Tabel 6)

4. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, kadar zink sampel ikan lele mentah, kukus, bakar, dan goreng masing-masing 513,52 μ g, 512,892 μ g, 514,975 μ g, dan 511,017 μ g per 100g sampel. Secara keseluruhan kadar zink sampel ikan lele mentah, kukus, dan bakar lebih tinggi dibandingkan dengan yang digoreng, tetapi tidak terdapat perbedaan yang nyata. Metode spektrofotometri sinar tampak, menggunakan pereaksi ditizon 0,1%, dalam basa, akurat untuk penetapan kadar zink sampel ikan lele.

5. DAFTAR PUSTAKA

1. Suyanto NSR. Budidaya Ikan Lele. Jakarta: Penebar Swadaya; 2004.
2. Ghufron M, Kordi H. Budidaya Ikan Lele di Kolam Terpal. Yogyakarta: Lily; 2010.
3. Wirandoko IH, Nurbaiti. Gizi Mikro Kedokteran. Jilid II. Yogyakarta: Deepublish; 2019.
4. Almatsier S. Prinsip Dasar Ilmu Gizi. Jakarta: Gramedia; 2002.
5. Sarma LS, Kumar JR, Reddy KJ, Thriveni T, Reddy AV. Studies of Zinc (II) in Pharmaceutical and Biological Samples by Extractive Spectrophotometry: Using Pyridoxal-4-phenyl-3-thiosemicarbazone as Chelating Reagent. *J Braz Chem Soc.* 2006;17(3):463–72. <https://doi.org/10.1590/S0103-50532006000300006>
6. Ernawati F. Peran Beberapa Zat Gizi Mikro dalam Sistem Imunitas. *Gizi Indones.* 2013;36(1).
7. Gunawan M, Gustamayanti U. Penetapan Kadar Zink dalam Ikan Tongkol yang Beredar di Pasar Sei Sikambang Secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *J Indah Sains dan Klin.* 2020;1(1):18–21.
8. Gandjar IG, Rohman A. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 2007.
9. Faisal H, Wati F, Purnomo DS. Uji Kadar Timbal (Pb) pada Ikan Teri dan Cumi Kering yang Beredar di Pasar Sambu Medan secara Spektrofotometri Serapan Atom. *J Indah Sains dan Klin.* 2021;2(1):11–6.
10. Suprianto, Syamsul D, Harfiansyah MD. Aplikasi Metode Penetapan Kadar Rutin Parasetamol PT. Kimia Farma, Tbk secara HPLC pada Sediaan Tablet Generik dan Bermerek di Medan. *J Indah Sains Klin.* 2020;1(1):1–5. <https://doi.org/10.52622/jisk.v1i1.1>.
11. Suprianto S, Hafiz I, Faisal H, Harefa HM. Validasi Metode Penentuan Tablet Allopurinol Menggunakan Spektrofotometri Ultraviolet dalam Larutan Asam. *J Kim Sains dan Apl.* 2019 Mar 31;22(2):29–37. <https://doi.org/10.14710/jksa.22.2.29-37>
12. Suprianto. Pengembangan Metode Penetapan Kadar Campuran Pemanis, Pengawet dan Pewarna Secara Simultan dalam Sirup Esens dengan Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. [Thesis]. Medan: Universitas Sumatera Utara; 2014.
13. Suprianto, De Lux Putra E, Morin Sinaga S. Optimization of Volume Void and Wavelengths at Simultaneous Determination Method Development of Sweeteners, Preservatives and Dyes by UFLC. *Int J ChemTech Res.* 2017;10(1):89–97.