

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Histamin merupakan senyawa amina nabati yang disebut juga bioamina. Produk histamin pada keadaan normal terdapat secara alami dan berasal dari zat histidin melalui proses dekarboksilasi secara enzimatis (Tjay dan Rahardja, 2007). Histamin dapat menyebabkan dilatasi pembuluh darah kapiler dengan akibat rasa panas dan kemerahan pada tubuh. Selain itu histamin juga dapat menstimulasi rasa nyeri dan gatal yang disebabkan oleh rangsangan histamin terhadap reseptor H1 di ujung syaraf sensorik. Reaksi ekstrem yang disebabkan histamin adalah syok anafilaktik yang dapat menyebabkan kematian karena konstriksi saluran pernafasan dan hipotensi ekstrem (Dewoto, 2009). Histamin banyak terdapat pada produk perikanan seperti ikan tuna, cakalang, tongkol, marlin, dan *mackarel*.

Menurut *Food and Drug Administration* (FDA) Amerika Serikat (2002), keracunan histamin akan menimbulkan bahaya jika seseorang mengkonsumsi ikan dengan kadar histamin sebanyak 50 mg/100 gram berat ikan. Ambang batas aman konsumsi histamin adalah sebesar 5 mg/100 gram. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) nomor 01-4110.1-2006, kadar maksimal histamin yang terdapat pada ikan tuna adalah 100 mg/kg. Oleh karena itu pengembangan metode analisis histamin pada daging ikan untuk uji kualitas produk perikanan sangat penting dilakukan.

Food and Drug Administration (FDA) juga telah melaporkan bahwa telah terjadi 13 kasus penolakan ikan tuna asal Indonesia tahun 2007 dan 7 kasus penolakan ikan tuna selama tahun 2008, akibat kadar histamin yang melebihi ambang batas (FDA, 2009). Berdasarkan data dari Dinas Perikanan dan Kelautan pada tahun 2012 terjadi kasus penolakan ekspor ikan ke Amerika karena kasus yang sama mengakibatkan kerugian mencapai 100.000 dollar Amerika. Penolakan serupa juga terjadi di Spanyol pada 2012 dengan kerugian mencapai 4.000.000 dollar Amerika.

Dari penelitian yang telah dilakukan oleh Gao *et al.* (2011) dilaporkan bahwa untuk analisis kandungan histamin dalam ikan diantaranya adalah menggunakan *High Performance Liquid Chromatograph* (HPLC) untuk menentukan gugus amina primer dan sekunder dengan derivatisasi menggunakan 1,3,5,7-tetramethyl-8-(N-hydroxysuccinimidyl butyric ester)-difluoroboradiza-s-indacene. Analisis amina primer dan sekunder juga dilakukan dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) oleh Tao *et al.* (2010). Penelitian yang lain adalah *flow injection analysis* (Akbari *et al.*, 2010), voltametri dengan elektroda karbon dan lignin (Degefu *et al.*, 2014). Namun metode KLT kurang sensitif dibandingkan metode HPLC, namun perbedaan sensitivitasnya tidak terlalu signifikan. Metode KLT memiliki *recovery* yang baik, presisi dan sensitivitas lebih tinggi. Selain itu, preparasi sampel sangat sederhana dan cepat serta derivatisasi tidak diperlukan sebelum KLT.

Dari keempat penelitian tersebut harus dilakukan di laboratorium sehingga masyarakat luas tidak bisa menggunakan metode tersebut secara mudah dan cepat.

Oleh karena itu, dibutuhkan metode analisis untuk mendeteksi adanya histamin yang terdapat dalam produk perikanan secara spesifik, mudah, murah, dan akurat sehingga masyarakat luas dapat menguji produk perikanan dengan mudah setelah didapatkan kondisi optimum pereaksi. Metode spektrofotometri merupakan metode analisis yang sederhana, tepat, selektif, dan sensitif yang telah dikembangkan untuk penentuan kadar histamin dengan membentuk produk berwarna melalui pembentukan senyawa kompleks. Metode ini tidak memerlukan *pretreatment* amina atau prosedur ekstraksi namun memiliki akurasi dan presisi yang baik.

Alizarin *red S* seringkali digunakan sebagai senyawa pengompleks karena dapat menimbulkan warna. Di antaranya yaitu penelitian yang dilakukan oleh Gahlan *et al.*, (2014) yang mereaksikan Kompleks biner Fe(III), Cu(II), Pd(II), Co(II) dan Ni(II) dengan alizarin S merah, dan Cu(II), Co(II) dan Ni(II) dengan alizarin merah S (ARS) dan sistein (Cys) menggunakan spektrofotometri, metode termal (TGA dan DTA), FT-IR dan Xray difraksi serbuk. Fain *et al.* (2004) juga melakukan penelitian pembentukan kompleks alizarin *red S* terhadap beberapa logam dengan berbagai medium diantaranya yaitu Al(III), Co(II), Cu(II), Ni (II) menghasilkan panjang gelombang maksimum 560 – 600 nm.

Salah satu logam yang dapat membentuk senyawa kompleks organologam adalah nikel. Nikel (II) membentuk sejumlah besar kompleks dengan bilangan koordinasi 4,5, dan 6 yang memiliki semua jenis struktur yang utama, yaitu oktahedral, trigonal bipiramidal, piramidal bujur sangkar, tetrahedral, dan bujur sangkar. Kesetimbangan ini tergantung pada suhu dan konsentrasi. Yang paling umum pada nikel dengan spesies terkoordinasi enam adalah ion akuo hijau

$[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O}_6)]^{2+}$ yang dibentuk pada pelarutan Ni, NiCO_3 atau lainnya, dalam asam dan menghasilkan garam-garam seperti $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Molekul air dalam ion akuo dapat dengan mudah digantikan khususnya oleh amina menghasilkan kompleks seperti *trans*- $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ atau $[\text{Ni en}_3]^{2+}$. Kompleks ini biasanya biru atau ungu karena pergeseran pita serapan bilamana H_2O digantikan oleh medan ligan yang lebih kuat. Berdasarkan tetapan pembentukan kompleks dengan teori dasar *Ligand Field Stabilization Energy* (LFSE) urutan kesetimbangan pembentukan kompleks analog dari ion-ion logam divalensi dari Mn sampai Zn dengan ligan yang mengandung nitrogen sebagai atom donor, mengikuti urutan berikut: $\text{Mn}^{2+} < \text{Fe}^{2+} < \text{Co}^{2+} < \text{Zn}^{2+} < \text{Ni}^{2+} < \text{Cu}^{2+}$. Sehingga Ni^{2+} merupakan logam yang membentuk kompleks cukup stabil dengan ligan yang mengandung atom nitrogen (Cotton, 2009).

Optimasi yang dilakukan pada penelitian ini meliputi optimasi pH, konsentrasi larutan, dan waktu respon. Validasi pada penelitian ini menggunakan kurva adisi standar spektrofotometri yang sekaligus dapat menentukan batas deteksi metode analisis. Uji selektivitas dilakukan dengan menguji pereaksi terhadap zat-zat lain yang terkandung dalam ikan tuna yaitu histidin.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana kondisi optimum konsentrasi pereaksi Ni(II) dan alizarin *red S*, pH, selektivitas, dan waktu reaksi yang dibutuhkan untuk mendeteksi kandungan histamin secara spektrofotometri UV-Vis?
2. Berapakah akurasi, presisi, linieritas, sensitivitas, dan limit deteksi metode untuk menganalisis histamin secara spektrofotometri UV-Vis?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk menentukan kondisi optimum konsentrasi pereaksi Ni(II) dan alizarin *red S*, pH, selektivitas, dan waktu reaksi yang dibutuhkan untuk mendeteksi kandungan histamin secara spektrofotometri UV-Vis.
2. Untuk menentukan akurasi, presisi, linieritas, sensitivitas, dan limit deteksi metode untuk menganalisis histamin secara spektrofotometri UV-Vis.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan metode baru dan pereaksi yang praktis, sensitif dan selektif dalam mendeteksi kandungan histamin dalam produk perikanan yang memudahkan masyarakat untuk mengaplikasikannya. Selain itu dapat membuka peluang untuk fabrikasi pereaksi histamin, sehingga dapat memberikan inspirasi kepada mahasiswa untuk mengembangkan kewirausahaan berbasis pada hasil-hasil riset.