

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Permasalahan

Metode ekstraksi suatu senyawa yang terkandung dalam bahan makanan telah berkembang pesat. Metode ekstraksi yang digunakan diharapkan bersifat sensitif, akurat, cepat, dan membutuhkan biaya seminimal mungkin. Ekstraksi merupakan pemisahan 2 zat atau lebih berdasarkan pada perbedaan kelarutan suatu analit dalam 2 pelarut yang tidak saling campur. Metode ekstraksi biasanya menggunakan pelarut dalam jumlah yang banyak. Mikroekstraksi merupakan salah satu metode yang dikembangkan dari ekstraksi. Pada prinsipnya mikroekstraksi sama dengan metode ekstraksi. Pada mikroekstraksi dibutuhkan volume pelarut yang sangat sedikit, yaitu pada kisaran mikroliter. Salah satu metode mikroekstraksi adalah *liquid phase microextraction* (LPME). Metode ini menggunakan membran yang digunakan untuk melindungi larutan aseptor dalam jumlah mikro (Jonsson dan Mathiasson, 2001). Metode ini memiliki beberapa kelebihan yaitu mudah dilakukan, biaya operasional murah, dan memiliki selektivitas yang tinggi.

Metode *cone shaped membrane-liquid phase microextraction* (CSM-LPME) merupakan pengembangan dari metode LPME. Metode ini menggunakan membran nilon yang berbentuk kerucut berisi larutan aseptor, sehingga memungkinkan ekstraksi hanya pada permukaan pelarut ke dalam pori-pori membran. Metode ini menghasilkan larutan yang dapat langsung disuntikkan ke *gas chromatography*

(GC) atau *high performance liquid chromatography* (HPLC) untuk dianalisis lebih lanjut (Sanagi *et.al.*,2007).

Metode CSM-LPME dapat digunakan untuk menganalisis senyawa golongan nitrosamin karena memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi. Nitrosamin dalam makanan dihasilkan dari reaksi antara amina primer, sekunder atau amina tersier dengan agen nitrosating (Tricker dan Preussmann, 1991). Pembentukan nitrosamin dipengaruhi oleh beberapa faktor termasuk penambahan nitrit dan / atau nitrat sebagai pengawet (Cassens, 1995 ; Cassens, 1997). Senyawa nitrosamin sangat berbahaya bagi kesehatan manusia khususnya dapat menyebabkan kanker nasofaring. Senyawa N-nitrosodietilamin (NDEA) merupakan sebagian golongan senyawa nitrosamin yang memberikan dampak negatif bagi tubuh (Drabik-Markiewicz *et al.*, 2010). Karsinoma nasofaring (KNF) merupakan tumor yang unik karena etiologi dan distribusi endemiknya. Secara global, diperkirakan terdapat 65.000 kasus baru dan 38.000 kematian yang disebabkan oleh penyakit KNF pada tahun 2000 (Khrisna *et al.*, 2004).

Senyawa nitrosamin dapat ditemukan dalam makanan yang diawetkan seperti daging kornet, sosis kaleng, dan ikan asin. Telur asin juga merupakan salah satu makanan yang diawetkan dan menurut penelitian yang dilakukan oleh Arisa (2014) telur asin dapat mengandung senyawa turunan nitrosamin yaitu N-nitrosodipropilamin (NDPA) bila dalam proses pembuatannya ditambahkan garam sendawa. Pada telur asin, yang sering digunakan adalah telur bebek. Pengasinan bertujuan untuk menambah cita rasa dan pengawetan. Metode pengasinan telur yang sering digunakan adalah dengan perendaman dengan air

garam atau dengan campuran batu bata halus dan garam NaCl. Dalam pembuatannya, selain diberi garam NaCl, juga biasanya ditambahi dengan sendawa (garam nitrat). Nitrat tersebut dapat tereduksi menjadi nitrit. Senyawa nitrit dapat bereaksi dengan amina sekunder yang terkandung dalam telur asin sehingga menghasilkan senyawa nitrosamin.

Analisis senyawa nitrosamin yang pernah dilakukan diantaranya menggunakan metode *solid phase microextraction-direct extraction device-gas chromatography-mass spectrometry* (SPME-DED-GC-MS) (Ventanas et al., 2006) dan *Headspace-solid phase microextraction- gas chromatography- thermal energy analyzer detection* (HS-SPME-GC-TEA) (Andrade et al., 2005). Namun pada metode preparasi sampel tersebut terdapat beberapa kekurangan, misalnya pada metode SPME serat/fiber mudah rusak dan tidak dapat digunakan pada larutan yang mempunyai kandungan garam yang tinggi (Ulrich, 2000). Efisiensi hasil analisis nitrosamin menggunakan metode HS-SPME-GC-TEA dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti tipe lapisan serat, waktu ekstraksi, kekuatan ion dari larutan dan suhu.

Kelebihan yang dimiliki oleh CSM-LPME diharapkan dapat digunakan sebagai metode ekstraksi sampel NDEA dengan limit deteksi, akurasi, dan presisi yang tinggi. Untuk analisis selanjutnya digunakan *gas chromatography flame ionization detector* (GC-FID).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut.

1. Apakah metode CSM-LPME dapat digunakan untuk ekstraksi NDEA dan diaplikasikan dalam sampel telur asin?
2. Bagaimana parameter analitik yang optimum pada metode CSM-LPME yang meliputi volume sampel, jenis pelarut organik, dan waktu ekstraksi?
3. Bagaimana validitas metode CSM-LPME-GC-FID meliputi limit deteksi, *recovery*, koefisien variasi, dan *enrichment factor*?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. untuk mengetahui apakah metode CSM-LPME dapat digunakan untuk ekstraksi NDEA dan diaplikasikan dalam sampel telur asin
2. untuk menentukan parameter analitik yang optimum pada metode CSM-LPME yang meliputi volume sampel, jenis pelarut organik, dan waktu ekstraksi
3. untuk menentukan validitas metode CSM-LPME-GC-FID yang meliputi limit deteksi, *recovery*, koefisien variasi dan *enrichment factor*.

1.4 Manfaat Penelitian

Metode CSM-LPME-GC-FID diharapkan sebagai salah satu metode preparasi sampel yang memiliki limit deteksi, *recovery*, dan koefisien variasi yang baik untuk penentuan kadar NDEA pada makanan