

**ANALISIS SENYAWA KARSINOGENIK  
NITROSODIETILAMIN (NDEA) PADA IKAN SARDEN  
KEMASAN KALENG DENGAN *EFFERVESCENCE-LIQUID  
PHASE MICROEXTRACTION-HIGH PERFORMANCE LIQUID  
CHROMATOGRAPHY***

**SKRIPSI**



**INDAH LESTARI SETIOWATI**

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA  
DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

**2016**

**ANALISIS SENYAWA KARSINOGENIK  
NITROSODIETILAMIN (NDEA) PADA IKAN SARDEN  
KEMASAN KALENG DENGAN *EFFERVESCENCE-LIQUID*  
*PHASE MICROEXTRACTION-HIGH PERFORMANCE LIQUID*  
*CHROMATOGRAPHY***

**SKRIPSI**

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia  
Pada Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Airlangga

Disetujui Oleh :

Dosen Pembimbing I,



Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si  
NIP. 19560929 198303 2 001

Dosen Pembimbing II,



Yanuardi Raharjo, S.Si, M.Sc  
NIP. 19840103 201212 1 005

## LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Analisis Senyawa Karsinogenik Nitrosodietilamin (NDEA)  
pada Ikan Sarden Kemasan kaleng dengan *Effervescence-  
Liquid Phase Microextraction-High Performance Liquid  
Chromatography*  
Penyusun : Indah Lestari Setiowati  
NIM : 081211533033  
Pembimbing I : Dra. Usreg Sri Handajani., M.Si  
Pembimbing II : Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc  
Tanggal Seminar : 28 Januari 2016

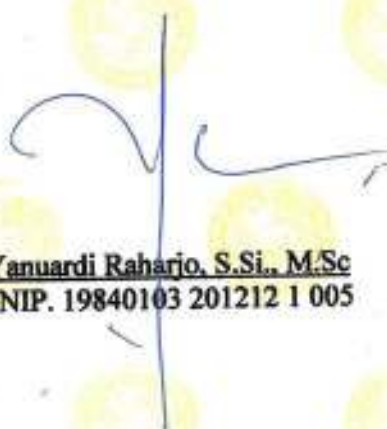
Disetujui oleh :

Pembimbing I,



Dra. Usreg Sri Handajani., M.Si  
NIP. 19560929 198303 2 001

Pembimbing II,



Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc  
NIP. 19840103 201212 1 005

Mengetahui,  
Ketua Program Studi S-1 Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga



Dr. Purkan, M.Si  
NIP. 19721116 199702 1 001

## **PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI**

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

**Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.**



## KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah atas rahmat dan hidayah serta segala petunjuk yang telah diberikan oleh Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “**Analisis Senyawa Karsinogenik Nitrosodietilamin (NDEA) Pada Ikan Sarden Kemasan Kaleng Dengan *Effervescence-Liquid Phase Microextraction-High Performance Liquid Chromatography***” dengan lancar dan tepat pada waktunya.

Dalam penulisan naskah skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Ibu Dra. Usreg Sri Handajani., M.Si dan Bapak Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc selaku dosen pembimbing I dan II yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis hingga selesainya skripsi ini.
2. Dr. Purkan, M.Si selaku ketua Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
3. Ibu Dra. Aning Purwaningsih, M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan pengarahan dan nasehat kepada penulis.
4. Ibu Dr. Miratul Khasanah, M.Si dan Ibu Prof. Dr. Afaf Baktir, MS selaku dosen penguji yang telah memberikan masukan, arahan dan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
5. Seluruh dosen Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga atas ilmu, bimbingan, dan saran yang telah diberikan.
6. Kedua Orang Tua yang telah memberikan motivasi dan nasehat kepada penulis.
7. Kakak Tika dan adik Rizki yang telah memberikan semangat kepada penulis.
8. Ingrid dan Lonna yang selalu memberikan semangat dan dukungannya kepada penulis.
9. Dini dan Nia yang memberi dukungan serta bantuan kepada penulis.
10. Seluruh staf dari Unit Layanan Pengujian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang telah menyediakan segala keperluan untuk penelitian ini.

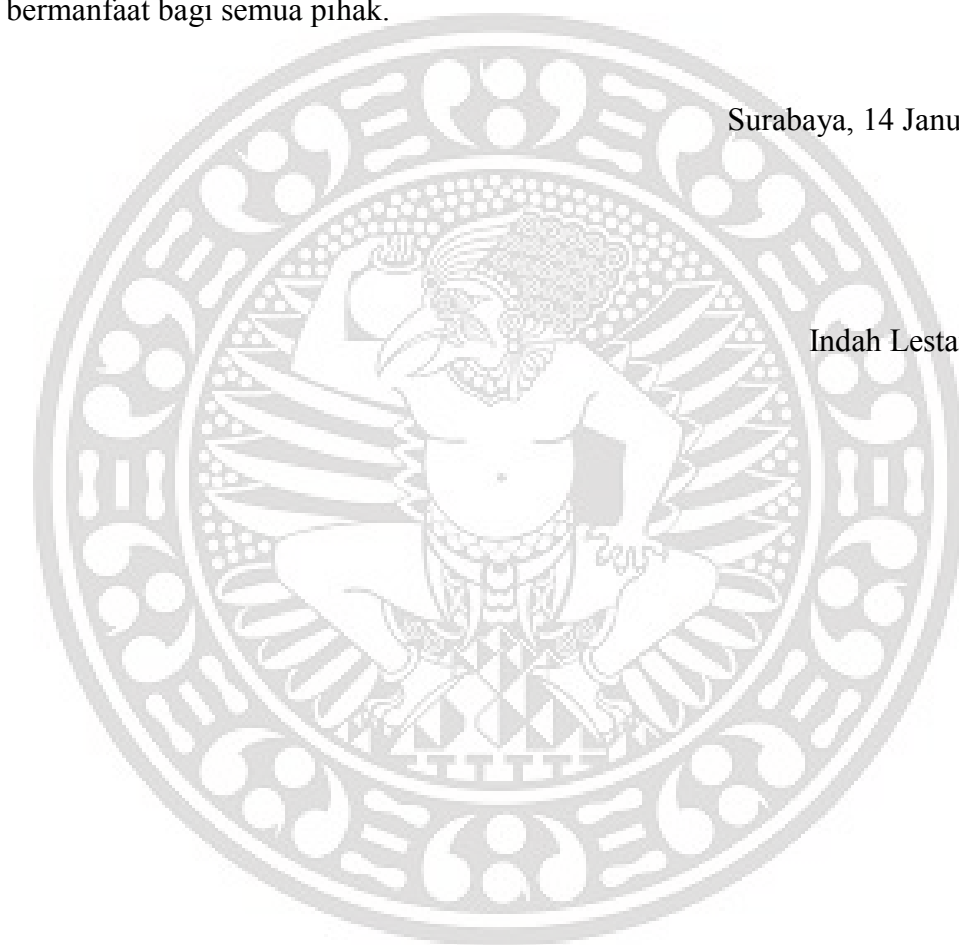
11. Teman-teman kimia angkatan 2012 tercinta yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.

12. Semua pihak yang telah membantu dalam penulisan naskah skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini, oleh karena itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun untuk kesempurnaan penulisan skripsi ini agar bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, 14 Januari 2016

Indah Lestari S.



Setiowati I. L., 2016, Analisis Senyawa Karsinogenik Nitrosodietilamin (NDEA) pada Ikan Sarden Kemasan kaleng dengan *Effervescence-Liquid Phase Microextraction-High Performance Liquid Chromatography*. Skripsi Ini Dibawah Bimbingan Dra. Usreg Sri Handajani., M.Si dan Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.

---

---

## ABSTRAK

Penelitian ini mempelajari penggunaan metode *Effervescence*-LPME untuk analisis senyawa nitrosodietilamin (NDEA) dalam ikan sarden kemasan kaleng menggunakan instrumentasi kromatografi cair dengan menggunakan detektor UV-Vis (HPLC-UV-Vis). Tablet effervescence yang digunakan terbuat dari asam sitrat 7,78 gram dan natrium bikarbonat 10,22 gram serta pelarut organik yang digunakan untuk ekstraksi. Metode *Effervescence*-LPME menggunakan n-heksana sebagai pengekstrak, volume larutan ekstrak sebanyak 20 mL dan penambahan NaCl konsentrasi 0,3 ppm sebagai *ionic strength*. Dengan menggunakan parameter analitik tersebut dihasilkan kurva kalibrasi linier untuk larutan standar NDEA konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm dengan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,993, limit deteksi 0,86 ppm, akurasi hingga sebesar 99,5%, koefisien variasi antara 0,47-4,88 dan faktor pemekatannya sebesar 402 kali. Dari hasil analisis dinyatakan bahwa, metode ini berhasil diterapkan dalam penentuan NDEA yang merupakan senyawa karsinogen yang terdapat dalam ikan sarden kemasan kaleng. Hasil analisis NDEA dalam ikan sarden A, B dan C masing-masing adalah 0,28 ppm, 0,56 ppm dan 1,57 ppm.

Kata kunci : *Effervescence*-LPME, Senyawa Nitrosodietilamin (NDEA)

Setiowati I. L., 2016, *Analysis of Nitrosodiethylamines Carcinogenic Compound to Sardines With Effervescence-Liquid Phase Microextraction-High Performance Liquid Chromatography*. This thesis is under advisement of Dra. Usreg Sri Handajani., M.Si and Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Universitas Airlangga.

---

---

## ABSTRACT

This research studied the use of Effervescent-LPME method for analysis nitrosodietilamin (NDEA) in sardines using liquid chromatography with UV-Vis detector (HPLC-UV-Vis). Tablet effervescence used is made from citric acid and sodium bicarbonate 7.78 gram, 10.22 grams with organic solvent used for extraction. Effervescence-LPME method using n-hexane as the extractor, the extract solution volume is 20 mL and addition NaCl with concentration 0.3 ppm as ionic strength. By using the analytical parameters produced linear calibration curves for standard solutions NDEA concentrations of 2, 4, 6, 8 and 10 ppm with a correlation coefficient (r) is 0.993, a limit detection is 0.86 ppm, accuracy is up to 99.5%, the coefficient variations between 0.47 to 4.88 and enrichment factor of 402. From the results of the analysis revealed that the method was successfully applied in the determination of NDEA which are carcinogenic compounds that was found in sardines. The analysis results of NDEA in sardines A, B and C are 0.28 ppm, 0.56 ppm and 1.57 ppm.

Keyword: *Effervescence*-LPME, Nitrosodiethylamine (NDEA)



## PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan dibawah ini, saya:

Nama : Indah Lestari Setiowati

NIM : 081211533033

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa saya tidak melakukan kegiatan plagiat dalam penulisan skripsi saya yang berjudul:

Analisis Senyawa Karsinogenik Nitrosodietilamin (NDEA) pada Ikan Sarden Kemasan kaleng dengan *Effervescence-Liquid Phase Microextraction-High Performance Liquid Chromatography*

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya akan menerima sanksi yang telah diterapkan.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 2 Februari 2016



Indah Lestari Setiowati  
NIM. 081211533033

## DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL.....	i
LEMBAR PERNYATAAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang Permasalahan.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	6
2.1 Nitrosamin.....	7
2.2 Ekstraksi.....	8
2.3 <i>Effervescence-liquid Phase Microextraction</i> .....	10
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	11
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	11
3.2. Bahan dan Alat Penelitian.....	11
3.2.1 Bahan penelitian.....	11
3.2.2 Alat-alat penelitian.....	11
3.3 Prosedur Penelitian.....	12
3.3.1 Diagram alir penelitian.....	12
3.3.2 Pembuatan tablet <i>effervescence</i> .....	13
3.3.3 <i>Effervescence-LPME</i> .....	13
3.3.4 Pembuatan larutan induk NDPA 10.000 ppm.....	14
3.3.5 Pembuatan larutan kerja 100 ppm.....	14
3.3.6 Pembuatan larutan standar NDPA 2 ppm, 4ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm.....	14
3.3.7 Pembuatan kurva standar tanpa proses ekstraksi.....	15
3.3.8 Optimasi parameter analitik.....	15
3.3.8.1 Optimasi jenis pelarut organik.....	15
3.3.8.2 Optimasi volume larutan ekstrak.....	16
3.3.8.3 Optimasi penambahan garam ( <i>ionic strenght</i> )..	16
3.3.9 Pembuatan kurva standar melalui ekstraksi dengan teknik <i>Effervescence-LPME</i> yang telah di optimasi.....	17
3.4 Penentuan Validitas.....	17
3.4.1 Penentuan limit deteksi.....	17
3.4.2 Penentuan akurasi.....	18

3.4.3 Uji penentuan korfisien variasi .....	19
3.4.4 Perhitungan <i>enrichment factor</i> .....	19
3.5 Preparasi Sampel dan Penyimpanan Sampel .....	20
3.6 Analisis Sampel .....	20
3.7 Penentuan <i>Recovery</i> pada Analisis Sampel .....	21
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	23
4.1 Optimasi Kondisi Analisis dengan HPLC .....	23
4.1.1 Penentuan eluen .....	23
4.1.2 Penentuan panjang gelombang maksimum .....	24
4.2 Pembuatan Kurva Standar NDEA Tanpa Ekstraksi .....	25
4.3 Optimasi Parameter-Parameter Analitik .....	27
4.3.1 Optimasi jenis pelarut organik .....	27
4.3.2 Optimasi volume larutan ekstrak .....	30
4.3.3 Optimasi penambahan garam ( <i>ionic strength</i> ) .....	32
4.4 Kurva Standar NDEA dengan Parameter Hasil Optimasi .....	34
4.5 Penentuan Validitas .....	36
4.5.1 Penentuan limit deteksi .....	36
4.5.2 Penentuan akurasi .....	37
4.5.3 Penentuan ketelitian (presisi) .....	38
4.5.4 <i>Enrichment factor</i> .....	39
4.6 Sampling, Preparasi dan Penyimpanan Sampel .....	41
4.7 Analisis Sampel .....	42
4.8 Penentuan <i>Recovery</i> pada Analisis Sampel .....	43
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	46
5.1 Kesimpulan .....	46
5.2 Saran .....	46
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	

## DAFTAR GAMBAR

No.	Judul	Halaman
2.1	Struktur kimia nitrosamin .....	6
2.2	Reaksi pembentukan nitrosamin .....	7
2.3	Struktur senyawa nitrosodietilamin.....	8
2.4	Reaksi pembentukan senyawa nitrosodietilamin .....	8
3.1	Skema pembuatan tablet <i>effervescence</i> dan skema kerja <i>Effervescence</i> -LPME .....	14
4.1	Spektra UV-Vis NDEA.....	25
4.2	Kromatogram NDEA .....	25
4.3	Kurva standar NDEA tanpa ekstraksi .....	26
4.4	Grafik luasan area NDEA terhadap jenis pelarut organik.....	29
4.5	Grafik luas area NDEA terhadap volume larutan ekstrak.....	31
4.6	Grafik luas area NDEA terhadap konsentrasi NaCl.....	33
4.7	Kurva standar NDEA menggunakan ekstraksi .....	35
4.8	Kurva pemekatan NDEA dengan ekstraksi <i>Effervescence</i> -LPME .	40

**DAFTAR TABEL**

No.	Judul	Halaman
4.1	Data kurva standar NDEA tanpa ekstraksi.....	26
4.2	Karakteristik kimia dan fisik pelarut organik .....	28
4.3	Data luas area NDEA terhadap tiga jenis pelarut organik .....	29
4.4	Data luas area NDEA terhadap volume larutan ekstrak.....	31
4.5	Data luas area NDEA terhadap konsentrasi NaCl .....	33
4.6	Data pengukuran larutan standar NDEA dengan ekstraksi.....	35
4.7	Data <i>recovery</i> .....	38
4.8	Data koefisien variasi hasil pengukuran larutan standar NDEA.....	39
4.9	Data luas area kromatogram NDEA hasil analisis sampel.....	42
4.10	Data konsentrasi NDEA dalam sampel yang telah ditambah dengan standar NDEA 10 ppm .....	44
4.11	Data <i>Recovery</i> metode .....	45

## DAFTAR LAMPIRAN

- | No. | Judul Lampiran   |
|-----|--|
| 1.  | Pembuatan larutan  |
| 2.  | Pembuatan kurva standar NDEA tanpa ekstraksi   |
| 3.  | Pembuatan grafik optimasi jenis pelarut organik                                      |
| 4.  | Pembuatan grafik optimasi volume larutan ekstrak                                     |
| 5.  | Pembuatan grafik optimasi kekuatan ion   |
| 6.  | Pembuatan kurva standar NDEA dengan menggunakan ekstraksi <i>Effervescence</i> -LPME |
| 7.  | Perhitungan <i>Enrichment factor</i>   |
| 8.  | Perhitungan konsentrasi NDEA dalam sampel menggunakan spiking dan <i>Recovery</i>    |
| 9.  | Kromatogram NDEA   |
| 10. | Kromatogram pelarut organik  |
| 11. | Kromatogram larutan sampel dan spiking   |