

**Research Article**

**PENGEMBANGAN VALIDASI METODE DAN PENETAPAN KADAR AKRILAMIDA  
PADA UBI JALAR GORENG SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI**

Ayik Rosita P

Jurusan Kimia, Fakultas Farmasi, Universitas Jember, Jember

**ABSTRACT**

A thin-layer chromatography (TLC) Densitometric method for analyzing acrylamide in fried sweet potatoes is not reported before. The research aims to determine the development of acrylamide validation and acrylamide concentration in fried sweet potatoes. The retardation factor for evaluating acrylamide uses silica gel column 254 with range 0.4-0.5 and eluate by methanol: benzene (2:1) was analyzed in a maximum wavelength of 200 nm. Linear response of acrylamide standard was tested within a 120-300 ppm concentration range, and the correlation coefficient (*r*) more remarkable than 0,99, detection limit 17.45 ppm and quantitative limit 52.36 ppm. Sample preparation was performed by ethanol 70%. The precision resulted from 2,67%, and this result was less than 16% (literature). Percentage of recoveries 98,18 %, and in the literature, 98%-102%. The TLC densitometric method is selective, precise, and accurate. Finally, the research showed that fried sweet potatoes contain acrylamide less than 230,32 ng samples, so the selection is very safe to consume.

**Key words :** acrylamide; thin layer chromatography; fried sweet potatoes.

**ABSTRAK**

Penelitian ini dilakukan karena belum adanya laporan tentang metode kromatografi lapis tipis (KLT)-Densitometri untuk analisis akrilamida dalam ubi jalar goreng. Penelitian ini bertujuan untuk pengembangan validasi metode analisis dan penetapan kadar akrilamida dalam ubi jalar goreng secara KLT-Densitometri. Hasil penelitian menggunakan lempeng KLT silika gel 254 menunjukkan bahwa retardation factor berkisar 0,4-0,5 dengan eluen metanol: benzena (2:1) dan dianalisis di panjang gelombang maksimum 200 nm. Linieritas standar akrilamida diuji dalam rentang konsentrasi 120-300 ppm dan koefisien korelasi (*r*) lebih besar dari 0,99, dengan batas deteksi 17,45 ppm dan batas kuantitatif 52,36 ppm. Persiapan sampel dilakukan dengan cara ekstraksi pelarut menggunakan etanol 70%. Presisi memberikan hasil 2,67% dan nilainya lebih kecil dari 16% sesuai literatur. Persen recovery 98,18% dan sesuai dengan literature yaitu 98% -102%. Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa metode KLT Densitometri pada penentuan akrilamida selektif, presisi, dan akurat dimana pada penetapan kadar akrilamida pada ubi jalar goreng mengandung akrilamida sangat sedikit dimana konsentrasinya kurang dari 230,32 ng sehingga sampel ini sangat aman untuk dikonsumsi.

**Kata kunci:** akrilamida, kromatografi lapis tipis, ubi jalar goreng

**Correspondence:** Ayik Rosita P, Jurusan Kimia, Fakultas Farmasi, Universitas Jember, Jember.

**Email :** aixrose\_pee@yahoo.co.id

## PENDAHULUAN

Penyakit kanker saat ini menjadi penyebab kematian keenam di Indonesia berdasarkan data dari survei kesehatan rumah tangga (SKRT) 2002. Jumlah penderita kanker di Indonesia mencapai 6% dari populasi. Angka tersebut hampir sama di negara-negara berkembang lainnya. Namun, kecenderungannya terus meningkat seiring globalisasi, gaya hidup dan kualitas pelayanan kesehatan [1]. Salah satu penyebab timbulnya kanker dalam tubuh manusia adalah keberadaan akrilamida dalam makanan yang dikonsumsi manusia.

Akrilamida termasuk salah satu senyawa kimia berbahaya yang kini diduga memiliki potensi kuat sebagai mesin pemicu kanker. *International Agency for Research on Cancer* (IARC), *U.S. Environmental Protection Agency* (EPA), *Food and Drug Administration* (FDA), serta *The National Toxicology Program* telah mengklasifikasikan akrilamida sebagai senyawa yang mungkin menyebabkan kanker atau berpotensi sebagai karsinogenik pada manusia. Akrilamida dapat diabsorpsi pada saluran gastrointestinal, didistribusikan secara luas oleh cairan tubuh dan dapat menembus membran plasenta. Senyawa ini memiliki sifat neurotoksik (toksik terhadap sel saraf), dan apabila dikonsumsi secara oral maka akan meningkatkan risiko kanker skrotal, tiroid, tumor adrenal pada tikus jantan dan meningkatkan risiko kanker mammae, tiroid, dan tumor uterin pada tikus betina [2,3].

Di antara berbagai bahan makanan, kandungan akrilamida yang paling tinggi terdapat pada bahan makanan yang tinggi kadar karbohidrat. Akrilamida terdapat dalam makanan bukan karena kontaminasi dari luar, tetapi disebabkan pemanasan gula dan asam amino yang terdapat dalam makanan pada suhu tinggi

(diatas 120°C). Pengolahan makanan dengan suhu tinggi dapat menyebabkan senyawa karbohidrat pada bahan makanan tersebut terurai sehingga bereaksi dengan asam amino membentuk akrilamida [2]. Salah satu makanan yang banyak dikonsumsi masyarakat, khususnya kelas bawah adalah ubi jalar yang diolah dengan berbagai cara melalui pemanasan [4].

Ubi jalar merupakan sumber karbohidrat dan sumber kalori yang cukup tinggi. Secara umum di Indonesia terdapat tiga jenis ubi jalar yang dibedakan atas warnanya yaitu putih, kuning, dan ungu. Diantara ketiganya ubi jalar berumbi putih yang memiliki kandungan karbohidrat paling tinggi. Salah satu proses yang paling populer dalam penyajian ubi jalar di Indonesia adalah proses penggorengan. Eden Tareke mengungkapkan bahwa makanan yang digoreng atau dipanggang ternyata mengandung senyawa akrilamida yang lebih tinggi, yakni mencapai hingga 2.500 mikrogram pada suhu antara 190°-220° C, sedangkan batas toleransi bagi tubuh orang dewasa adalah 0,5 mikrogram per hari sehingga saluran pencernaan masih mampu menyerap dan mengeluarkannya dari tubuh melalui urine dalam beberapa jam kemudian. Dampak negatif dari akrilamida dalam makanan sangat banyak oleh karena itu keberadaannya dalam makanan yang banyak dikonsumsi masyarakat, seperti makanan dari ubi jalar perlu dilakukan penelitian.

Beberapa metode analisis yang sering digunakan adalah kromatografi gas, kromatografi gas spektrofotometri massa, kromatografi cair spektrofotometri massa, dan kromatografi cair kinerja tinggi. Analisis tersebut pada umumnya menggunakan peralatan yang modern, sulit didapatkan, dan merupakan metode yang kompleks (2). Salah satu metode lebih sederhana yang juga dapat digunakan

antara lain adalah kromatografi lapis tipis (KLT). Metode kromatografi lapis tipis (KLT) untuk analisis akrilamida sejauh ini belum pernah dilakukan sebelumnya. Penggunaan metode tersebut dikarenakan dapat dimanfaatkan untuk tujuan analisis kualitatif dan kuantitatif, memiliki kepekaan dan ketelitian yang tinggi, pengerjaan yang relatif sederhana dan cepat, serta biaya yang relatif murah. Metode analisis yang dimodifikasi atau metode analisis yang baru, sebelum dapat diusulkan untuk menggantikan metode analisis lama atau digunakan sebagai metode analisis standar, harus dibuktikan kesahihannya (validasi). Tujuan validasi adalah agar metode analisis yang dipakai diketahui kespesifikan, keakuratan, kelinieran, kepresisian, serta kepekaanya [5-11].

## **METODE PENELITIAN**

### **Alat**

Alat – alat yang digunakan adalah labu ukur (10,0 mL; 25,0 mL; 50,0 mL; 100,0 mL; 250,0 mL dan 1000,0 mL), erlenmeyer, timbangan analitik 0,0001 g (Sartorius), pipet volume, bola pipet, batang pengaduk, pipet tetes, mikropipet, vial, bejana camag, lempeng KLT Silica Gel F<sub>254</sub> (Merck), scanner Densitometer (winCAT Camag), perangkat komputer dengan program Wincat, pengering.

### **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah akrilamida (Sigma), ubi jalar goreng, etanol 70 % p.a (Merck), benzene p.a (Merck), metanol p.a (Merck).

### **Optimasi Metode Preparasi Sampel**

Pertama : Sampel ubi jalar goreng berumbi putih goreng dihomogenkan dengan blender, kemudian ditimbang 10 gram dan diekstraksi 30 ml heksana lalu

diultrasonik dan disaring. Ampas hasil penyaringan dilarutkan 10 ml etanol 70 % dan diultrasonifikasi. Larutan sampel disaring dan filtrat ditambah etanol 70 % pada labu ukur 10 ml hingga tanda batas.

Kedua : Sampel ubi jalar goreng berumbi putih dihomogenkan dengan blender, kemudian ditimbang 10 gram dan diekstraksi 10 ml etanol 70 % dan diultrasonifikasi. Larutan sampel disaring kemudian filtrat ditambah etanol 70 % pada labu ukur 10 ml hingga tanda batas.

## **Optimasi Kondisi Analisis**

### **Optimasi Eluen/Fase Gerak**

Dilakukan pemilihan eluen dengan komposisi sebagai berikut: Benzena : Metanol = 2 : 1, Metanol : Benzena = 3 : 1, Benzena: Metanol = 1 : 2, Metanol : Benzena = 2 : 1 (16). Penilaian eluen yang paling optimum berdasarkan parameter efisiensi kromatogram yaitu nilai *theoretical plate* (Lempeng teori) yang paling besar, nilai H (*Tinggi pelat*) terkecil.

### **Optimasi Panjang Gelombang ( $\lambda$ )**

Optimasi panjang gelombang dilakukan dengan scanning noda analit pada *Camag TLC Scanner 3* (*Densitoscanner*) dan *software* program *winCATS*. Penilaian panjang gelombang optimum dengan melihat spektrum analit yang terbaca pada panjang gelombang maksimal pada area panjang gelombang 200-700 nm.

### **Optimasi Konsentrasi Analit**

Dilakukan pemilihan beberapa konsentrasi analit berdasarkan hasil optimasi. Penilaian konsentrasi analit yang paling optimum berdasarkan parameter efisiensi kromatogram yaitu nilai *theoretical plate* (Lempeng teori)  $\geq$ , nilai H (tinggi pelat) terkecil.

## Validasi Metode Analisis

### Spesifisitas

Preparasi standart : Dibuat larutan standart akrilamida dengan cara menimbang sebanyak 25 mg dilarutkan dalam labu 25 mL dengan etanol 70 % sehingga didapatkan konsentrasi 1000 ppm. Larutan tersebut kemudian diambil 1 mL dan dilarutkan dalam labu 10 mL dengan etanol 70 %, sehingga didapatkan standart 100 ppm. Larutan kemudian ditotolkan sebanyak 2  $\mu$ L pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>.

Preparasi Sampel : Sampel ubi jalar berumbi putih goreng ditimbang sejumlah 20 gram kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % sebanyak 10 ml. Larutan sampel disaring kemudian filtrat ditambah dengan etanol 70 % pada labu ukur 10 ml hingga tanda batas. Larutan sampel disaring kembali untuk kemudian dipindahkan pada vial dan ditotolkan sebanyak 2  $\mu$ L pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>.

Preparasi Eluen : Mencampur 6 ml methanol p.a dengan 3 ml benzene p.a kemudian campuran eluen dimasukkan ke dalam chamber hingga chamber jenuh. Analisis dengan KLT-Densitometer: Larutan standar akrilamida ditotolkan pada lempeng KLT kemudian dieluasi dengan menggunakan eluen Metanol : Benzena (2 : 1). Lempeng KLT kemudian dimasukkan dalam chamber yang telah jenuh. Setelah eluen mencapai batas elusi, lempeng diangkat dan dikeringkan. Lempeng noda yang dihasilkan di *scanning* pada  $\lambda$  maksimum dengan densitometer, kemudian dihitung harga resolusi puncak akrilamida yang telah terderivatisasi terhadap puncak yang lain (*unknown*), dan dicek identitas serta kemurniannya [5,7,11,13]

### Linieritas

Preparasi standar : Dibuat larutan akrilamida dengan cara menimbang sebanyak 25 mg kemudian dilarutkan dalam labu 50 mL dengan etanol 70 % sehingga didapatkan konsentrasi 500 ppm sebagai standar induk I. Larutan tersebut kemudian diambil 3 ml, 4 ml dan 4,5 ml masing- masing dilarutkan dalam labu 10 mL dengan etanol 70 % , sehingga didapatkan konsentrasi standart berturut – turut sebesar 150 ppm, 200 ppm, 225 ppm. Larutan standar induk II dibuat dengan cara menimbang 30 mg standar kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % pada labu ukur 50 ml sehingga didapatkan konsentrasi 600 ppm. Larutan tersebut kemudian diambil 2 ml, 3 ml, 4 ml, dan 5 ml masing- masing dilarutkan dalam labu 10 mL dengan etanol 70 % , sehingga didapatkan konsentrasi standart berturut – turut sebesar 120 ppm, 180 ppm, 240 ppm dan 300 ppm. Larutan tersebut kemudian ditotolkan 2  $\mu$ L pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>.

Preparasi Eluen : Mencampur 10 ml methanol p.a dengan 5 ml benzene p.a kemudian campuran eluen dimasukkan ke dalam chamber hingga chamber jenuh. Analisis dengan KLT-Densitometer : Larutan standar akrilamida ditotolkan pada lempeng KLT kemudian dieluasi dengan Metanol : Benzena (2:1). Lempeng KLT kemudian dimasukkan dalam chamber yang telah jenuh. Setelah eluen mencapai batas elusi, lempeng diangkat dan dikeringkan. Noda yang dihasilkan di *scanning* pada  $\lambda$  maksimum dengan densitometer, kemudian dihitung nilai koefisien korelasinya (r). Setelah itu, dihitung nilai parameter linieritas dan rentang dari data hasil *scanning* dengan program validasi.

### **Batas deteksi (*Limit Of Detection/LOD*) dan batas kuantitasi (*Limit Of Quantitation/LOQ*)**

Proses analisis sama dengan linieritas yang dilanjutkan dengan perhitungan nilai parameter batas deteksi dan batas kuantitasi dari data hasil *scanning*. Menghitung nilai parameter batas deteksi dan batas kuantitasi dari data hasil *scanning* dengan program validasi [3].

### **Keseksamaan (*Precision*)**

Proses preparasi standar: sama dengan linieritas. Preparasi Sampel Simulasi: dibuat sampel ubi jalar berumbi putih goreng yang dikondisikan tidak mengandung akrilamida yaitu dengan cara digoreng selama 5 menit pada suhu kurang dari 120°C. Kemudian dibuat sampel simulasi sebanyak 1 konsentrasi yaitu 100 % dari konsentrasi analit terpilih yaitu 100 ppm. Sampel simulasi dibuat sebanyak 100 gram kemudian ditambahkan 100 mg standar. Campuran digerus dalam mortar hingga tercampur sempurna. Ditimbang 10 gram sampel simulasi (replikasi 6 kali masing-masing konsentrasi). Masing-masing sampel simulasi dilarutkan dengan 10 ml etanol 70% dan diultrasonifikasi selama 20 menit. Larutan tersebut kemudian disaring. Filtrat dilarutkan dengan etanol 70% pada labu ukur 10 ml. Larutan lalu dimasukkan dalam vial dengan proses penyaringan kembali sebelumnya dan ditotolkan sebanyak 2 µL pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>. Preparasi sampel yang sama diulangi selama 3 hari.

Preparasi Eluen : sama dengan linieritas.

Analisis dengan KLT-Densitometer : Proses analisis dengan KLT-Densitometri sama dengan linieritas yang dilanjutkan dengan perhitungan nilai parameter presisi dari data hasil *scanning* dengan program validasi [3].

### **Akurasi**

Preparasi standart : sama dengan linieritas.

### **Metode Sampling**

Langkah awal dalam proses pengambilan sampel adalah survei. Pengambilan sampel dilakukan secara acak pada pedagang ubi jalar berumbi putih goreng di lingkungan kampus Universitas Jember (18). Pedagang kaki lima yang terpilih diambil ubi jalar gorengnya sebagai sampel untuk dianalisis. Preparasi sampel : Preparasi sampel simulasi dengan pembuatan ubi jalar blangko dibuat dengan mengiris tipis ubi jalar yang telah dikupas, kemudian digoreng pada suhu dibawah 120°C selama 5 menit. Setelah dilakukan preparasi sampel kemudian dibuat sampel simulasi sebanyak 3 konsentrasi yaitu 80%, 100%, dan 120% dari konsentrasi analit terpilih yaitu 100 ppm yang masing-masing sampel simulasi dibuat sebanyak 40 gram, kemudian ditambahkan 40 mg standar akrilamida. Campuran digerus dalam mortir hingga tercampur sempurna. Sampel simulasi 80% dengan menimbang 10 gram sampel simulasi (replikasi 3 kali).

Sampel kemudian dilarutkan dengan etanol 70% dan kemudian diultrasonifikasi selama 20 menit. Larutan campuran kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dilarutkan dengan etanol 70% pada labu ukur 10 ml. Sebanyak 2 ml larutan tersebut kemudian diambil dan dilarutkan dengan etanol 70% pada labu ukur 25 ml hingga tanda batas. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam vial dengan proses penyaringan kembali sebelumnya.

Sampel Simulasi 100 % dengan menimbang 10 gram sampel simulasi (replikasi 3 kali). Sampel kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % dan kemudian diultrasonifikasi selama 20 menit. Larutan campuran

kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % pada labu ukur 10 ml. Sebanyak 1 ml larutan tersebut kemudian diambil dan dilarutkan dengan etanol 70 % pada labu ukur 10 ml hingga tanda batas. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam vial dengan proses penyaringan kembali sebelumnya. Sampel Simulasi 120 % dengan menimbang 10 gram sampel simulasi (replikasi 3 kali). Sampel kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % dan kemudian diultrasonifikasi selama 20 menit. Larutan campuran kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % pada labu ukur 10 ml. Sebanyak 3 ml larutan tersebut kemudian diambil dan dilarutkan dengan etanol 70 % pada labu ukur 25 ml hingga tanda batas. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam vial dengan proses penyaringan kembali sebelumnya. Sampel simulasi dengan 3 konsentrasi yang telah dibuat kemudian ditotolkan sebanyak 2  $\mu$ L pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>.

Preparasi Eluen : sama dengan linieritas.. Analisis dengan KLT-Densitometer: Larutan standar akrilamida dan sampel yang telah terderivatisasi ditotolkan pada lempeng KLT kemudian dieluasi dengan Metanol : Benzena (2:1). Setelah eluen mencapai batas elusi, lempeng diangkat dan dikeringkan serta menghitung nilai parameter akurasi dari data hasil *scanning* dengan program validasi [3].

#### **Penetapan Kadar Akrilamida dalam Sampel Ubi Jalar Berdaging Umbi Putih Goreng**

Preparasi standart : Larutan standar akrilamida dengan cara menimbang sebanyak 30 mg standart akrilamida dan dilarutkan dalam labu 50 mL dengan etanol 70 % Larutan tersebut kemudian diambil 3 mL, 4 mL, 5 mL, dan 6 mL larutkan dalam labu 10 mL dengan etanol 70 %, sehingga didapatkan standart 180 ppm,

240 ppm, 300 ppm, 360 ppm. Larutan tersebut kemudian ditotolkan sebanyak 2  $\mu$ L pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>.

Preparasi sampel : Sampel ubi jalar berdaging umbi putih goreng terpilih pada masing-masing jalan ditimbang sebanyak 10 gram (replikasi 2 kali). Sampel kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % dan kemudian diultrasonifikasi selama 20 menit. Larutan campuran kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dilarutkan dengan etanol 70 % pada labu ukur 10 ml. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam vial dengan proses penyaringan sebelumnya ditotolkan sebanyak 2  $\mu$ L pada lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>.

Preparasi Eluen: Mencampur 10 ml methanol p.a dengan 5 ml benzene p.a. kemudian campur eluen dimasukkan ke dalam chamber hingga chamber jenuh. Analisis dengan KLT-Densitometer : Larutan standar akrilamida dan sampel yang telah terderivatisasi ditotolkan pada lempeng KLT kemudian dieluasi dengan Metanol : Benzena (2:1). Setelah eluen mencapai batas elusi, lempeng diangkat dan dikeringkan serta menghitung nilai kadar % b/b Akrilamida pada sampel ubi jalar putih goreng.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Hasil**

#### **Spektrum Serapan**

Akrilamida memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 200 nm dengan pelarut etanol 70%.

#### **Kondisi percobaan**

Kondisi percobaan Kolom Lempeng KLT Silika Gel F<sub>254</sub>, eluen / fase gerak Metanol : Benzena (2 : 1), konsentrasi uji 100 ppm. Hasil Optimasi dapat dilihat pada Tabel 1.



**Tabel 1.** Perbandingan parameter efisiensi kromatogram pada komposisi eluen yang berbeda

Eluen	Parameter		
	R	N	H
Benzena : Metanol = 2 : 1	0,45	27	0,0166
Metanol : Benzena = 3 : 1	0,52	39,33	0,0130
Benzena : Metanol = 1 : 2	0,77	57,76	0,0098
Metanol: Benzena = 2 : 1	0,70	80,656	0,0088

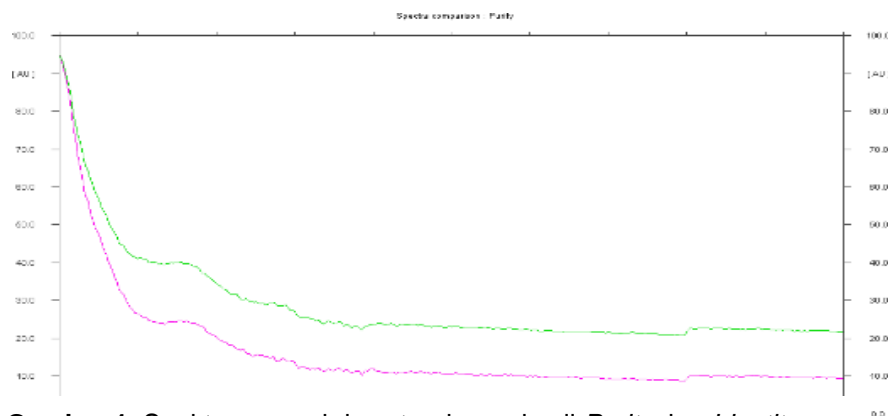
### Spesifitas

Berdasarkan hasil penelitian yang menunjukkan bahwa spektra standar dan sampel pada panjang

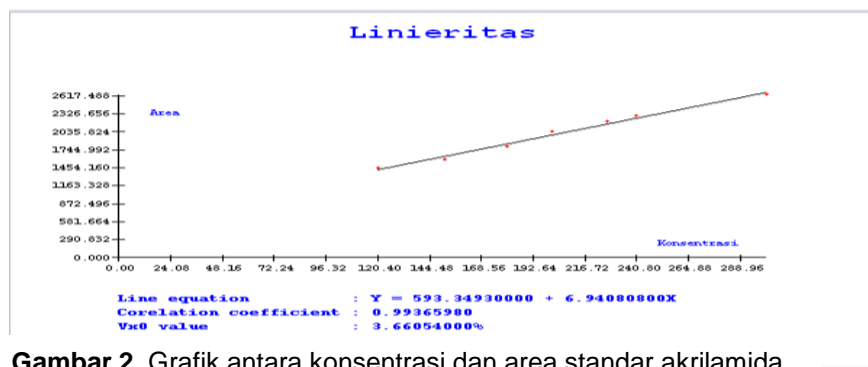
gelombang 200-700 memiliki spektra yang hampir sama. Hal ini artinya bahwa di dalam sampel terdapat senyawa akrilamida. Pencocokan spektra sampel dan standart akrilamida dapat diketahui bahwa perhitungan korelasi spektra dari data densitometri lebih dari 0,990. Selain itu, dari data juga dapat diketahui bahwa di dalam sampel terdapat akrilamida. Hasil spesifitas pada uji *purity* dan *identitiy* dapat dilihat pada Gambar 1.

### Linieritas

Hasil linieritas dapat dilihat pada gambar 2  
Persamaan garis :  $Y = 6,94 X + 593,35$ ; Koefisien korelasi ( $r$ ) : 0,99.



**Gambar 1.** Spektra sampel dan standar pada uji *Purity* dan *Identity*



**Gambar 2.** Grafik antara konsentrasi dan area standar akrilamida

### Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) pada penelitian ini adalah 17.45 ppm dan batas kuantitasi sebesar 52.36 ppm. Hasil LOD dan LOQ dapat dilihat pada tabel 2.

**Tabel 2.** Koefisien Korelasi konsentrasi dan area standart akrilamida pada percobaan LOD dan LOQ

Konsentrasi	Area
10.04	218.15
25.16	524.96
30.20	656.20
35.28	696.58
40.32	980.23
50.6	1099.46
Regresi Linier	Area = -3.63323200+
Koefisien Korelasi >	10.7377900 konsentrasi
0.99554740	

### Keseksaman (*Precision*)

Hasil presisi menunjukkan bahwa nilai rata-rata RSD adalah 2,67 %. Hasil presisi dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Data presisi tiga hari percobaan dengan replikasi 6 kali

Hari	Rata-rata penimbangan	Konsentrasi rata-rata (ppm)	RSD (%) (n=6)
1	10.15	112.96	2.364
2	10.041	106.19	2.658
3	10.041	126.02	2.983
		115.056	2.668
		RSD = 8.86 %	

### Akurasi

Pada penelitian ini hasil akurasi menunjukkan bahwa persen *Recovery* yang diperoleh adalah sebesar 98.19 % yang dapat dilihat pada tabel 3.

**Tabel 3.** Hasil akurasi rata-rata

### Penetapan Kadar Akrilamida Dalam Ubi Jalar Goreng

Penelitian ini diperoleh hasil penetapan kadar yang menunjukkan bahwa sampel ubi jalar goreng tidak mengandung akrilamida. Hal ini dikarenakan konsentrasi hasil pengukuran diluar *range* konsentrasi standar yakni dibawah 230.32 ng.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, menunjukkan bahwa spektra standart dan sampel pada panjang gelombang 200-700 memiliki spektra yang hampir sama. Hal ini berarti bahwa didalam sampel terdapat senyawa akrilamida. Pencocokan spektra sampel dan standart akrilamida dapat diketahui bahwa perhitungan korelasi spektra dari data densitometri lebih dari 0,990 dan selain itu dari data dapat diketahui bahwa di dalam sampel terdapat akrilamida. Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas dinilai berdasarkan nilai koefisien korelasinya. Nilai koefisien korelasi yang dihasilkan dari metode telah



memenuhi persyaratan untuk linieritas, yaitu nilai regresi linier ( $r$ )  $>0,99$ .

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dilakukan untuk mengetahui batas konsentrasi analit yang masih terdeteksi oleh alat dan konsentrasi analit yang dapat terkuantitasi oleh alat. Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis linier dari kurva kalibrasi sedangkan batas deteksi pada penelitian ini yaitu 17.45 ppm dan batas kuantitasi yaitu 52.36 ppm. Pada presisi yang merupakan derajat kesesuaian diantara masing-masing hasil uji dan ditentukan dengan menghitung nilai relative standart deviasi (RSD). Hasil presisi menunjukkan bahwa nilai rata-rata RSD adalah 2,67 %. Disimpulkan bahwa metode ini telah memenuhi syarat kepresisian dengan nilai relatif standart deviasi kurang dari 16 %. Pada penelitian kadar analit satu per sejuta (ppm) persyaratan relatif standart deviasinya adalah 16 % (13). Hasil akurasi menunjukkan bahwa persen *Recovery* yang dihasilkan pada percobaan adalah sebesar 98.19 % yang berada pada range persyaratan persen *Recovery* yaitu 98 % sampai 102% [14].

Berdasarkan hasil pengujian parameter kelinieran, kepekaan, kepresisian dan keakuratan diketahui bahwa metode analisis akrilamida dalam ubi jalar goreng berdaging umbi putih secara KLT-Densitometri menghasilkan data yang valid (terpercaya). Penetapan kadar akrilamida pada ubi jalar goreng sangat sedikit dengan konsentrasi kurang dari 230,32 ng. *World Health Organization* (WHO) menyatakan bahwa pada populasi umum, rata-rata asupan akrilamida melalui makanan berada pada rentang 0,3-0,8  $\mu\text{g/kg BB/hari}$  [5,7]. Kadar yang terdapat pada 10 gram sampel ubi jalar berdaging umbi putih goreng berada pada angka dibawah 230,32 ng. Hal ini

menunjukkan bahwa kadar akrilamida pada sampel ubi jalar berdaging umbi putih goreng diperoleh hasil penelitian berada dibawah konsentrasi asupan akrilamida yang dapat diterima dari proses penggorengan baik sehingga tidak menimbulkan senyawa kontaminan akrilamida. Namun, kadar akrilamida sampel yang berada di bawah LOD dan LOQ memberikan hasil yang kurang maksimal/rendah pada penentuan batas deteksi dan kuantitasi dikarenakan perlu adanya derivatisasi akrilamida.

## KESIMPULAN

Hasil penelitian menggunakan lempeng KLT silika gel 254 menunjukkan bahwa *retardation factor* berkisar 0,4-0,5 dengan eluen metanol: benzena (2:1) dan dianalisis di panjang gelombang maksimum 200 nm. Linieritas standar akrilamida diuji dalam rentang konsentrasi 120-300 ppm dan koefisien korelasi ( $r$ ) lebih besar dari 0,99, dengan batas deteksi 17,45 ppm dan batas kuantitatif 52,36 ppm. Persiapan sampel dilakukan dengan cara ekstraksi pelarut menggunakan etanol 70%. Presisi memberikan hasil 2,67% dan nilainya lebih kecil dari 16% sesuai literatur. Persen *recovery* 98,18% dan sesuai dengan literature yaitu 98% -102%. Validasi metode KLT Densitometri pada penentuan akrilamida memberikan hasil selektif, presisi, dan akurat. Penetapan kadar akrilamida pada ubi jalar goreng sangat sedikit dengan konsentrasi kurang dari 230,32 ng sehingga aman untuk dikonsumsi.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada DIPA/ Eks Rutin Universitas Jember atas dana penelitian yang diberikan.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Kanker Penyebab Kematian Keenam Terbesar di Indonesia. <http://www.depkes.go.id/index.php?option=news&task=viewarticle&sid=76&Itemid=2>
2. Harahap, Y., Harmita., dan Simanjuntak, Basar. 2005. Optimasi Penetapan Kadar Akrilamida Yang Ditambahkan Ke Dalam Keripik Kentang Simulasi Secara Kromatografi Cair. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 2 (3): 154-163
3. Ifansyah, Yuwono, Isnaneni, Mulja, dan Indrayanto. 1999. Metode Analisis KLT-Densitometri. Surabaya : Unit Layanan Konsultasi, Pengujian dan Kerjasama Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.
4. *The British Food Standard Agency*. FSA publishes Process contaminants Survey in Retail products 2007. <http://www.potatopro.com/pictures/acrylamide>
5. Adnan, Mochammad. 1997, Teknik Kromatografi Untuk Analisis Bahan Makanan. Penerbit Andi. Yogyakarta.
6. Hamilton, R & Hamilton, S.1987. Thin Layer Chromatography. ACOL. London.
7. Mulja, M. dan Suharman.1995. *Analisis Instrumenal*. Airlangga University Press, Surabaya.
8. Satiadarma, Mulja, Tjahjono, dan Kartasmita. 2004. Asas Pengembangan Prosedur Analisis. Edisi Pertama. Airlangga University Press, Surabaya.
9. Sherma Joseph, Fried Bernand, 1999, *Handbook of Thin Layer Chromatography Third Edition*. Lafayette College, Easton, Pennsylvania, U.S.A.
10. Ma Z, Wei T, Feng G, Liu J, dan Zhao Z. *Analysis of 2-acrylamido-2-methyl propane sulfonic acid by thin layer chromatography*. :<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12552900>
11. Holme, D. and Hazel, P. 1993. *Analitical Biochemistry* 2<sup>nd</sup> edition. Longman Scientific and Technical, New York.
12. *International Agency for Research on Cancer* (IARC). International Agency for Research on Cancer (IARC) – Summaries & Evaluations (Acrylamide).<http://www.inchem.org/documents/iarc/vol60/m60-11.html>.
13. *U.S. Food and Drug Administration*. Explatory Data on Acrylamide in Food. U.S. FDA, CFSAN/Office of Plant & Dairy Foods. Tersedia dari :<http://www.inchem.org/documents/iarc/vol60/m60-11.html>
14. Grivas,. Jägerstad, Lingnert, Skog, Törnqvist, dan Åman. Acrylamide in Foods. [http://www.fda.gov/fdac/features/2003/103\\_food.html](http://www.fda.gov/fdac/features/2003/103_food.html).