



**PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE KLT-DENSITOMETRI
UNTUK PENETAPAN KADAR AKRILAMIDA PADA UBI JALAR
BERUMBI PUTIH GORENG**

SKRIPSI

Diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan Program Studi Farmasi (SI) dan mencapai gelar sarjana Farmasi

Oleh

Ari Hendarti

NIM 052210101055

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

2009

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Sang Pencipta Allah SWT dengan tuntunan serta limpahan kasih-Nya mengajarku arti dan kekuatan hidup;
2. Ayahanda Poerwadi dan Ibunda Sumihari tercinta yang senantiasa menjadi semangat dan inspirasiku untuk tetap berjuang, kuhaturkan terima kasih yang tak terhingga atas segala pengorbanan, kasih sayang dan doa yang telah diberikan dengan ikhlas dan tanpa henti dalam hidupku;
3. Bapak dan ibu Guru di SDN Kedung Maling II, SMPN 1 Kota Mojokerto, SMAN I Sooko Kabupaten Mojokerto, Fakultas Farmasi Universitas Jember, atas kesabarannya dalam membimbing dan menyalurkan ilmunya;
4. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember semoga skripsi ini menambah manfaat dan dapat menambah referensi ilmu pengetahuan khususnya bidang kimia farmasi.

MOTTO

Barang siapa yang bertaqwa kepada Allah niscaya Allah akan mengadakan baginya jalan keluar dan memberikan rezeki dari arah yang tiada disangkanya
(QS. Ath Thalaq: 2-3)

Syukuri apa yang ada, hidup adalah anugerah, tetap jalani hidup ini, melakukan yang terbaik, Tuhan pastikan menunjukkan kebesaran dan kuasa-Nya bagi hamba-Nya yang sabar dan tak kenal putus asa
(D' Massiv)

Jika keras terhadap diri sendiri, dunia akan lunak padamu, Bila lunak terhadap diri sendiri, dunia akan keras terhadapmu
(Andrie Wongso)

Tak ada kesuksesan yang lebih bermakna selain sukses berkat kerja keras serta tawakkal dan tak ada hadiah termanis untuk sebuah kesuksesan selain senyum bahagia orang tua
(Ari Hendarti)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Ari Hendarti

NIM : 052210101055

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul: *Pengembangan Dan Validasi Metode Klt-Densitometri Untuk Penetapan Kadar Akrilamida Pada Ubi Jalar Berumbi Putih Goreng* adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada instansi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember,

Yang menyatakan,

Ari Hendarti

NIM : 052210101055

SKRIPSI

**PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE KLT-DENSITOMETRI
UNTUK PENETAPAN KADAR AKRILAMIDA PADA UBI JALAR
BERUMBI PUTIH GORENG**

Oleh

Ari Hendarti

NIM 052210101055

Pembimbing :

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Agus Abdul Gani., MSi

Dosen Pembimbing Anggota : Ayik Rosita S. Farm., Apt

PENGESAHAN

Skripsi berjudul *Pengembangan dan Validasi Metode Klt-Densitometri untuk Penetapan Kadar Akrilamida pada Ubi Jalar Berumbi Putih Goreng* telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada:

hari : Selasa

tanggal: 25 Agustus 2009

tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua,

Sekretaris,

Drs. Agus Abdul Gani., MSi

Ayik Rosita, S. Farm., Apt.

NIP 131 412 918

NIP 198102012006042001

Anggota I,

Anggota II,

Drs. Nuriman MSc., PhD

Nia Kristiningrum, S. Farm., Apt

NIP 132 046 354

NIP 198204062006042001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember,

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, MSc., PhD.

NIP 196902011994031002

ABSTRACT

Pengembangan dan Validasi Metode Klt-Densitometri untuk Penetapan Kadar Akrilamida pada Ubi Jalar Berumbi Putih Goreng (*Development and validation of thin layer chromatography-densitometry method for acrylamide quantitation in white sweet potato fried*); Ari Hendarti ; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Acrylamide, a neurotoxin and suspected carcinogen, is produced by industrial processes and during the heating of foods. A method by thin layer chromatography for the analysis of acrylamide in white sweet potato fried, is reported. Sample preparation was performed by means of solvent extraction using ethanol 70 %. The retardation factor for the elution of acrylamide with methanol p.a : benzene p.a (2:1) and maximum wave length 200 nm from the silica gel plate F-254 was 0,7, and the eluate was analyzed by mercury lamp detector.

Based on calculation and validation of method analysis, a linear response was found for the acrylamide standard tested within the 120-300 ppm and the correlation coefficient (r) greater than 0,99 with detection limit 17.45265 ppm and quantitative limit 52.35794, % recovery 98.19 % (accuracy), and RSD 2.67 % (precision). Acrylamide was not detected in the white sweet potato fried.

Key words ; acrylamide; thin layer chromatography; white sweet potato fried

RINGKASAN

Pengembangan dan Validasi Metode Klt-Densitometri untuk Penetapan Kadar Akrilamida pada Ubi Jalar Berumbi Putih Goreng ; Ari Hendarti; 052210101055; 2009; 51 halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Akrilamida termasuk salah satu senyawa kimia berbahaya yang kini diduga memiliki potensi kuat sebagai mesin pemicu kanker. Akrilamida dapat diabsorpsi pada saluran gastrointestinal, didistribusikan secara luas oleh cairan tubuh dan dapat menembus membran plasenta. Senyawa ini juga neurotoksik (toksik terhadap sel saraf), dan secara oral meningkatkan risiko kanker skrotal, tiroid, tumor adrenal pada tikus jantan dan meningkatkan risiko kanker mammae, tiroid, dan tumor uterin pada tikus betina. 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 berkarbohidrat tinggi dengan suhu tinggi dapat menyebabkan senyawa karbohidrat pada bahan makanan tersebut terurai yang kemudian bereaksi dengan asam amino membentuk akrilamida.

Beberapa metode analisis yang sering digunakan oleh para peneliti pendahulu untuk mengidentifikasi akrilamida diantaranya 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. Salah satu metode lebih sederhana yang juga dapat digunakan antara lain adalah kromatografi lapis tipis (KLT). Adapun tahap penelitian yang dilakukan adalah optimasi metode preparasi sampel, optimasi kondisi analisis, validasi metode analisis, serta penentuan kadar akrilamida dalam sampel ubi jalar berumbi putih goreng yang diambil di kawasan kampus Universitas Jember yaitu Jalan Mastrip, Jalan Riau, dan Jalan Jawa secara KLT-Densitometri.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum untuk penentuan kadar akrilamida dalam ubi jalar berumbi putih goreng secara KLT-Densitometri adalah: memakai pelarut etanol 70 %, eluen menggunakan methanol p.a : benzene p.a

(2 : 1), panjang gelombang 200 nm, konsentrasi uji analit 100 ppm serta menggunakan lempeng silika gel F254. Metode KLT-Densitometri untuk penentuan kadar akrilamida dalam ubi jalar berumbi putih goreng memberikan hasil yang valid yakni meliputi spesifik perhitungan korelasi spektra lebih dari 0,990, linier (koefisien korelasi 0.99365980), akurat (% *Recovery* = 98.19 %), linier (koefisien korelasi = 0.99365980), presisi (RSD = 2.67 %), dan peka (batas deteksi adalah 17.45265 ppm dan batas kuantitasi adalah 52.35794 ppm. Kadar asupan akrilamida melalui makanan berada pada rentang 0,3-0,8 µg/kg BB/hari, sedangkan kadar akrilamida yang terdapat pada sampel ubi jalar berumbi putih goreng di Jalan Mastrip, Jalan Riau, dan Jalan Jawa sangat kecil sehingga tidak dapat terdeteksi oleh metode ini atau diluar range konsentrasi standart yakni dibawah 0,230 µg.

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa kadar akrilamida yang terdapat dalam ubi jalar berumbi putih yang digoreng konsentrasinya berada dibawah ambang batas yang aman untuk dikonsumsi.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul *Pengembangan dan Validasi Metode Klt-Densitometri untuk Penetapan Kadar Akrilamida pada Ubi Jalar Berumbi Putih Goreng*. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Skripsi ini tidak mungkin terwujud tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, MSc., PhD selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember beserta staff dan karyawan;
2. Drs. Agus Abdul Gani., MSi selaku dosen pembimbing utama dan Ayik Rosita S. Farm., Apt selaku dosen pembimbing anggota yang dengan penuh kesabaran meluangkan waktu memberikan pengarahan, bimbingan, dan saran dalam penulisan skripsi ini;
3. Drs. Nuriman, MSc., PhD dan Nia Kristiningrum, S.Farm., Apt sebagai dosen penguji yang banyak memberikan kritik, saran dan masukan yang membangun dalam penulisan skripsi ini;
4. Siti Muslichah, S.Si., Apt selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah banyak memberikan saran dan dengan sabar mengarahkan serta memberi masukan selama aktivitas perkuliahan penulis;
5. Ayah dan Ibu tercinta yang akan selalu menjadi semangat serta inspirasi hidupku, atas doa, kasih sayang, pengorbanan, dan motivasi yang diberikan;
6. Nenek, Mas Wiwid, Mbak Dennis, Ifa, keponakanku Vinda, dan seluruh keluarga besar atas doa tulus, perhatian, dan dukungan yang selalu diberikan untukku;
7. Mbak Wayan selaku teknisi Laboratorium Kimia Farmasi dan Ibu Widi selaku teknisi Laboratorium Biologi Farmasi atas bantuannya selama penelitian;

8. Dian Paul Oneechan, Siti, Dita, Reni, Tina, Lia, dan Zora yang selalu menjadi sahabat sekaligus kakak bagiku, atas perhatian, bantuan, dan kebersamaan dalam menjalani kehidupan kampus;
9. Partner Kerjaku di Lab kimia, kemosensor, dan farmaset Dian Puji, Yani, Fifi, D. Pratiwi, Brili, Afif, Lunik, Dini, Mbak Ewi', Rey, Devi, Icus, Sirena, Memey, Ummul, Tri, Wulan, Tya, Aina dan Rachma atas kebersamaan dan motivasi bagiku untuk selalu berjuang;
10. Seluruh kakak-kakakku di Pharmacy Big Family of 2005 dan teman-teman KKT Plerean Kelompok 31, atas persahabatan dan segala suka duka yang kita lalui bersama;
11. Saudara-saudaraku di Kos Ceria Mastrip, Nita, Dwi, Esti, Dina, Rara, Ifa, Dista, Amel, Santi, dan seluruh adek-adek kost, atas pengertian, persahabatan, dan dukungan yang diberikan selama ini;
12. Serta seluruh pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna sehingga saran dan kritik dari semua pihak diterima dengan senang hati demi kesempurnaan penulisan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Amin.

Jember,

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
ABSTRAK	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Batasan Masalah	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan tentang Akrilamida	6
2.2 Tinjauan tentang Ubi Jalar	8
2.2.1 Sejarah Singkat	8
2.2.2 Klasifikasi dan Taksonomi Ilmiah	9
2.2.3 Uraian Tanaman	10

2.2.4	Jenis-jenis Ubi Jalar	10
2.2.5	Komposisi Kimia Ubi Jalar Segar.....	10
2.3	Kromatografi Lapis Tipis	11
2.3.1	Fase Gerak	12
2.3.2	Fase Diam	12
2.3.3	Pengembangan	13
2.3.4	Kromatogram	14
2.3.5	Efisiensi Kromatogram	14
2.3.6	Analisis Kualitatif dan Kuantitatif ..	16
2.3.7	Densitometri	18
2.4	Optimasi Kondisi KLT	18
2.5	Validasi Metode	19
2.5.1	Spesifitas/Selektivitas	19
2.5.2	Linieritas	19
2.5.3	Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	20
2.5.4	Keseksamaan	20
2.5.5	Kecermatan	21
BAB 3. METODE PENELITIAN		
3.1	Tempat dan Waktu Penelitian	23
3.2	Rancangan Penelitian	23
3.2.1	Rancangan Percobaan	23
3.2.2	Alur Penelitian	24
3.3	Alat dan Bahan Penelitian	25
3.3.1	Alat	25
3.3.2	Bahan	25
3.4	Optimasi Metode Preparasi Sampel	25
3.5	Prosedur Penelitian	26
3.5.1	Optimasi Eluen/ Fase Gerak	26
3.5.2	Optimasi Panjang Gelombang	26

3.5.3 Optimasi Konsentrasi Analit	26
3.6 Validasi Metode Analisis	27
3.6.1 Uji Kespesifikan	27
3.6.2 Uji Kelinieran	28
3.6.3 Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	29
3.6.4 Uji Keseksamaan	30
3.6.5 Akurasi	31
3.7 Metode Sampling	34
3.8 Penetapan Kadar Akrilamida dalam Sampel Ubi	
Jalar Berumbi Putih Goreng.....	34
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	36
4.1 Sampling	36
4.2 Optimasi Metode Preparasi Sampel.....	36
4.3 Optimasi Kondisi Analisis	37
4.3.1 Optimasi Eluen	37
4.3.2 Optimasi Panjang Gelombang	38
4.2.3 Optimasi Konsentrasi Analit	39
4.4 Validasi Metode Analisis	40
4.4.1 Spesifitas	40
4.4.2 Linieritas	43
4.4.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi.....	45
4.4.4 Presisi	46
4.4.5 Akurasi	46
4.4.6 Penetapan Kadar Akrilamida dalam Ubi Jalar Goreng	48
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	50
5.1 Kesimpulan	50
5.2 Saran	51

DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN	56

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi Kimia Ubi Jalar Segar	11
2.2 Sifat-Sifat Dasar Beberapa Adsorben untuk KLT	13
4.1 Jumlah Pedagang Ubi Jalar Berdagang Umbi Putih Goreng	36
4.2 Perbandingan Parameter Efisiensi Kromatogram pada Komposisi Eluen yang Berbeda.....	37
4.3 Perbandingan Nilai Parameter Efisiensi Kromatogram dengan Konsentrasi Analit Berbeda.....	39
4.4 Hasil Scanning Spectrum dari Densitometri	43
4.5 Koefisien Korelasi Konsentrasi dan Area Standart Akrilamida pada Percobaan Linieritas	44
4.6 Koefisien Korelasi Konsentrasi dan Area Standart Akrilamida pada Percobaan <i>LOD</i> Dan <i>LOQ</i>	45
4.7 Data Presisi Tiga Hari Percobaan dengan n=6	46
4.8 Hasil Akurasi Rata-rata	47
4.9 Hasil Penetapan Kadar Akrilamida Pada Ubi Jalar Goreng	48

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1. Struktur Kimia Akrilamida	6
2.2 Ubi Jalar	9
2.3 Densitometri Evaluasi Kromatogram dengan TLC Scanner 3 dan Software.....	18
4.1 Spektra Standart Akrilamida pada Panjang Gelombang 200-700 nm.....	38
4.2 Kromatogram Standart Akrilamida	40
4.3 Kromatogram Sampel Ubi Jalar Berumbi Putih Goreng.....	41
4.4 Spektra sampel dan Standart pada Uji Identity	42
4.5 Spektra sampel dan Standart pada Uji Purity	42
4.4 Grafik antara Konsentrasi dan Area Standart Akrilamida	44

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Data Optimasi Eluen, Panjang Gelombang, dan Konsentrasi Analit.....	56
B. Uji Spesifitas.....	60
C. Uji Linieritas	63
D. Data Hasil Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	65
E. Data Uji Presisi	67
F. Data Uji Akurasi.....	87
G. Data Hasil Uji Penetapan Kadar Akrilamida pada Sampel Ubi Jalar Goreng.	96
H. Noda KLT yang Tampak Setelah Visualisasi Secara Kimia dengan KMNO ₄	97
H. Laber Standart Akrilamida	98