

**PENETAPAN KADAR AKRILAMIDA PADA KERIPIK SINGKONG
YANG BERASAL DARI PASAR SWALAYAN DAN PASAR
TRADISIONAL DI KOTA MEDAN SECARA KROMATOGRAFI CAIR
KINERJA TINGGI (KCKT)**

SKRIPSI

**OLEH :
WINA HALIM
NIM 060804018**



**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
MEDAN
2010**

**PENETAPAN KADAR AKRILAMIDA PADA KERIPIK SINGKONG
YANG BERASAL DARI PASAR SWALAYAN DAN PASAR
TRADISIONAL DI KOTA MEDAN SECARA KROMATOGRAFI CAIR
KINERJA TINGGI (KCKT)**

SKRIPSI

**Diajukan untuk melengkapi salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Farmasi
Universitas Sumatera Utara**

**OLEH :
WINA HALIM
NIM 060804018**



**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
MEDAN
2010**

PENGESAHAN SKRIPSI

**PENETAPAN KADAR AKRILAMIDA PADA KERIPIK SINGKONG
YANG BERASAL DARI PASAR SWALAYAN DAN PASAR
TRADISIONAL DI KOTA MEDAN SECARA KROMATOGRAFI CAIR
KINERJA TINGGI (KCKT)**

**OLEH :
WINA HALIM
NIM 060804018**

Dipertahankan di Hadapan Panitia Penguji
Fakultas Farmasi
Universitas Sumatera Utara
Pada Tanggal: 2010

Pembimbing I,

Dra. Salbiah, M.Si., Apt.
NIP 194810031987012001

Pembimbing II,

Prof. Dr. rer .nat. Effendy De Lux Putra, SU., Apt.
NIP 195306191983031001

Panitia Penguji,

Drs. Fathur Rahman Harun, M.Si., Apt.
NIP 195201041980031002

Dra. Salbiah, M.Si., Apt.
NIP 194810031987012001

Drs. Muchlisyam, M.Si., Apt.
NIP 195006221980021001

Dra. Nurmadjuzita, M.Si., Apt.
NIP 194809041974122001

Medan, November 2010
Fakultas Farmasi
Universitas Sumatera Utara
Dekan,

Prof. Dr. Sumadio Hadisahputra, Apt.

NIP 195311281983031002

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Kuasa yang telah melimpahkan rahmat dan anugerah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi ini yang berjudul “Penetapan Kadar Akrilamida pada Keripik Singkong yang Berasal dari Pasar Swalayan dan Pasar Tradisional di Kota Medan secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)”. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara.

Ucapan terima kasih dan penghargaan yang tulus tiada terhingga kepada kedua orang tua tercinta, juga kepada kakak dan adik-adik penulis atas doa, kasih sayang, dorongan dan semangat baik moril maupun materil kepada penulis selama masa perkuliahan hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dra. Salbiah, M.Si., Apt. dan Bapak Prof. Dr. rer.nat. Effendy De Lux Putra, SU., Apt. yang telah membimbing penulis dengan penuh kesabaran, tulus dan ikhlas selama penelitian hingga selesainya penulisan skripsi ini.

Penulis juga menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Sumadio Hadisahputra, Apt., sebagai Dekan Fakultas Farmasi yang telah memberikan bantuan dan fasilitas selama masa pendidikan.
2. Ibu Dra. Fat Aminah, M.Sc., Apt., selaku penasehat akademik serta seluruh Staf Pengajar Fakultas Farmasi USU yang telah banyak membimbing dan mendidik penulis selama masa perkuliahan hingga selesai.
3. Bapak Drs. Fathur Rahman Harun, M.Si., Apt., Bapak Drs. Muchlisyam, M.Si., Apt., Ibu Dra. Nurmadjuzita, M.Si., Apt., selaku dosen penguji yang telah memberikan saran, arahan, kritik, dan masukan kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.
4. Bapak Drs. Fathur Rahman Harun, M.Si., Apt., selaku Kepala Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif dan Bapak Prof. Dr. rer. nat. Effendy De Lux

Putra, SU., Apt., selaku Kepala Laboratorium Penelitian yang telah memberikan fasilitas dan bantuan selama penelitian.

5. Sahabat-sahabat terbaikku, Steffi, Jeny, Ie, Niki, Irma, Ririn, dan Uul, terima kasih atas segala perhatian dan kebersamaannya selama ini.
6. Teman-teman seperjuangan, Deni, Ibeth, Dina, Gokman, Roni, Jon, Jandri, Mery, Cyanita, Siti, Hendra, Azhar dan teman-teman Farmasi 2006, kakak dan abang senior Farmasi, adik-adik junior Farmasi serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah banyak membantu selama masa perkuliahan hingga selesainya penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan skripsi ini masih memiliki banyak kekurangan, oleh karena itu sangat diharapkan kritikan dan saran yang dapat menyempurnakan skripsi ini.

Medan, November 2010

Penulis,

(Wina Halim)

Penetapan Kadar Akrilamida pada Keripik Singkong yang berasal dari Pasar Swalayan dan Pasar Tradisional di Kota Medan secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Abstrak

Akrilamida merupakan suatu senyawa toksik yang ditemukan dalam beragam jenis makanan yang kaya karbohidrat yang dimasak pada suhu yang tinggi dan waktu yang lama. Salah satu jenis makanan ringan yang mengandung karbohidrat dan banyak digemari oleh masyarakat di Indonesia adalah keripik singkong. Oleh karena itu, tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar akrilamida dalam keripik singkong yang terdapat di kota Medan.

Untuk mengkaji hal ini, maka dilakukan penelitian dengan mengambil beberapa sampel keripik singkong yang berasal dari pasar swalayan dan pasar tradisional untuk mewakili keripik singkong yang berada di kota Medan. Kadar akrilamida dianalisa dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) fase balik menggunakan kolom Shim-Pack VP_ODS (4,6 x 250 nm), perbandingan fase gerak asetonitril dan asam fosfat 21,7 mM (5:95), laju alir 1 ml/menit dan detektor uv pada panjang gelombang 230 nm.

Validasi metode menunjukkan bahwa prosedur penelitian yang dilakukan memiliki akurasi dan presisi yang baik yakni dengan persen perolehan kembali 115,78% (RSD = 1,41%). Sedangkan batas deteksi dan batas kuantitasi berturut-turut adalah 0,21 mcg/ml dan 0,69 mcg/ml.

Dari hasil penelitian, disimpulkan bahwa kadar akrilamida dalam keripik singkong yang berasal dari pasar tradisional yaitu sebesar 1900-5500 mcg/kg sampel dan jauh lebih besar dari kadar akrilamida dalam keripik singkong yang berasal dari pasar swalayan yaitu sebesar 850-1300 mcg/kg sampel.

Kata kunci : akrilamida, keripik singkong, KCKT fase balik, validasi.

Determination of Acrylamide Concentration on Cassava Chips from Supermarkets and Traditional Markets by High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Abstract

Acrylamide was a toxic compound found in various types of foods rich of carbohydrates which were cooked at high temperatures and long periods. Cassava chips are one of the snacks containing high concentration carbohydrates which Indonesian people liked. Therefore, the purpose of this research was to determine the acrylamide content of cassava chips existed in Medan.

To examine this, a research was done by taking several samples of cassava chips from supermarkets and traditional markets to represent all cassava chips in the city of Medan. Level of Acrylamide was then analyzed by High Performance Liquid Chromatography (HPLC) reversed phase column, Shim-Pack VP_ODS (4.6 x 250 nm), the ratio of mobile phase acetonitrile and 21.7 mM phosphoric acid (5:95), flow rate 1 ml/min and UV detector at 230 nm.

Method of validation showed that the research procedure had a good accuracy and precision, which gave percent recovery of 115.78% (RSD = 1.41%). The limit of detection and limit of quantitation frequently were 0.21 mcg/ml and 0.69 mcg/ml, respectively.

Based on this research, it was concluded that the level of acrylamide in cassava chips derived from the traditional market equal to 1900-5500 mcg/kg sample and was significantly higher than the level of acrylamide in cassava chips from the supermarket 850-1300 for mcg/kg sample.

Key words: acrylamide, cassava chips, reversed phase HPLC, validation.

DAFTAR ISI

	Halaman
JUDUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Hipotesis	3
1.4 Tujuan.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Akrilamida.....	5
2.1.1 Sifat Fisikokimia.....	5
2.1.2 Kegunaan Umum	5
2.1.3 Farmakokinetika	6
2.1.4 Toksikologi.....	6
2.1.5 Metode Analisis	7
2.2 Mekanisme Terbentuknya Akrilamida dalam Makanan yang Digoreng.....	7
2.3 Teori Kromatografi.....	8
2.3.1 Sejarah.....	8
2.3.2 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	9
2.3.3 Jenis Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.....	9
2.3.4 Komponen Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	10
2.3.4.1 Wadah Fase Gerak	11
2.3.4.2 Pompa	11
2.3.4.3 Injektor.....	12
2.3.4.4 Kolom.....	13

2.3.4.5 Detektor	13
2.3.4.6 Perekam	13
2.3.5 Parameter Kromatografi	14
2.4 Validasi	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	19
3.1 Alat- alat	19
3.2 Bahan-bahan.....	19
3.3 Sampel	20
3.4 Rancangan Penelitian.....	20
3.4.1 Penyiapan Bahan	20
3.4.1.1 Pembuatan Fase Gerak	20
3.4.1.2 Pembuatan Pelarut.....	20
3.4.1.3 Pembuatan Larutan Induk Baku Pembanding Akrilamida	21
3.4.1.3.1 Pembuatan Larutan Induk Baku Pertama (1000 mcg/ml)	21
3.4.1.3.2 Pembuatan Larutan Induk Baku Kedua (100 mcg/ml)	21
3.4.1.3.3 Pembuatan Larutan Induk Baku Ketiga (10 mcg/ml)	21
3.4.1.4 Pembuatan Larutan Sampel	21
3.4.2 Prosedur Analisis	22
3.4.2.1 Penyiapan Alat KCKT.....	22
3.4.2.2 Penentuan Komposisi Fase Gerak.....	22
3.4.2.3 Analisis Kualitatif.....	22
3.4.2.4 Analisis Kuantitatif.....	23
3.4.2.4.1 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Baku Pembanding Akrilamida	23
3.4.2.4.2 Penetapan Kadar Akrilamida dalam Sampel.....	24
3.4.2.5 Analisis Data Penetapan Kadar Secara Statistik	24
3.4.3 Validasi Metode.....	26
3.4.3.1 Akurasi.....	26
3.4.3.2 Presisi.....	26
3.4.3.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Penentuan Kondisi Kromatografi untuk Mendapatkan Hasil Analisis yang Optimum.....	28
4.2 Penyiapan Larutan Sampel.....	34
4.3 Analisis Kualitatif.....	36
4.4 Analisis Kuantitatif.....	38
4.5 Perolehan Kadar Akrilamida dalam Sampel Keripik Singkong.....	39
4.6 Validasi Metode.....	41
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	43
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran	44

DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	47

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 1.	Data Hasil Analisis Akrilamida Baku 10 mcg/ml pada Berbagai Perbandingan Komposisi Fase Gerak dengan Laju Alir 1,0 ml/menit.....	30
Tabel 2.	Hasil Pengukuran Kurva Kalibrasi Akrilamida Baku.....	39
Tabel 3.	Hasil Penetapan Kadar Akrilamida dalam Sampel Keripik Singkong secara Statistik.....	40
Tabel 4.	Data Hasil Pengujian Perolehan Kembali Akrilamida pada Keripik Singkong dengan Penambahan Baku Standar (<i>Standard Addition Method</i>)	41

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Rumus Bangun Senyawa Akrilamida.....	5
Gambar 2. Skema Pembentukan Akrilamida Lewat Reaksi Mailard.....	8
Gambar 3. Instrumen Dasar KCKT.....	11
Gambar 4. Kurva Serapan Akrilamida Baku 0,5 mcg/ml secara Spektrofotometri UV	28
Gambar 5. Kromatogram Hasil Penyuntikan Baku Akrilamida dengan Komposisi Fase Gerak Asetonitril : Aquabidest : Asam Fosfat 10% (5:94:1) dengan Laju Alir 1,0 ml/menit.....	30
Gambar 6. Kromatogram Hasil Penyuntikan Baku Akrilamida dengan Komposisi Fase Gerak Asetonitril : Aquabidest : Asam Fosfat 10% (20:79:1) dengan Laju Alir 1,0 ml/menit	31
Gambar 7. Kromatogram Hasil Penyuntikan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Lalang dengan Komposisi Fase Gerak Asetonitril : Aquabidest : Asam Fosfat 10% (20:79:1) dengan Laju Alir 1,0 ml/menit.....	32
Gambar 8. Kromatogram Hasil Spike Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Lalang dengan Baku Akrilamida 10 mcg/ml dan Komposisi Fase Gerak Asetonitril : Aquabidest : Asam Fosfat 10% (20:79:1) dengan Laju Alir 1,0 ml/menit	33
Gambar 9. Kromatogram Hasil Penyuntikan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Lalang dengan Komposisi Asetonitril : Larutan Asam Fosfat 21,7 mM (5:95) dan Laju Alir 1,0 ml/menit	34
Gambar 10. Kromatogram Hasil Penyuntikan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Lalang dengan Komposisi Asetonitril : Larutan Asam Fosfat 21,7 mM (5:95) dan Laju Alir 1,0 ml/menit	36
Gambar 11. Kromatogram Hasil Penyuntikan Baku Akrilamida 10 mcg/ml.....	37
Gambar 12. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel yang telah Di-Spike dengan Larutan Baku Perbandingan	

Akrilamida dengan Kondisi KCKT yang Sama untuk Uji
Kualitatif..... 38

Gambar 13. Kurva Kalibrasi Akrilamida Baku 39

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1. Kromatogram Penyuntikan Akrilamida Baku untuk Mencari Komposisi Fase Gerak yang Optimum untuk Analisis	47
Lampiran 2. Kromatogram Penyuntikan Sampel untuk Orientasi	51
Lampiran 3. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Akrilamida Baku pada Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	54
Lampiran 4. Perhitungan Persamaan Regresi dari Kurva Kalibrasi Akrilamida Baku yang Diperoleh dengan KCKT pada Panjang Gelombang 230 nm.....	61
Lampiran 5. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Qtela	63
Lampiran 6. Analisis Data secara Statistik dari Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Qtela.....	66
Lampiran 7. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Kusuka.....	68
Lampiran 8. Analisis Data secara Statistik dari Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Kusuka	71
Lampiran 9. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Kingkong	73
Lampiran 10. Analisis Data secara Statistik dari Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Kingkong.....	76
Lampiran 11. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Kampung Lalang.....	77
Lampiran 12. Analisis Data secara Statistik dari Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Lalang.....	80
Lampiran 13. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Baru	82
Lampiran 14. Analisis Data secara Statistik dari Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Kampung Baru	85

Lampiran 15. Kromatogram Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Krakatau	86
Lampiran 16. Analisis Data secara Statistik dari Hasil Penyuntikan Larutan Sampel Keripik Singkong yang Berasal dari Krakatau	89
Lampiran 17. Hasil Pengolahan Data Penyuntikan Larutan Sampel Keripik Singkong Menggunakan KCKT	91
Lampiran 18. Contoh Perhitungan untuk Mencari Kadar Akrilamida dalam Sampel.....	92
Lampiran 19. Kromatogram Hasil Perolehan Kembali Akrilamida Baku yang Ditambahkan pada Sampel Keripik Singkong Qtela (Metode Penambahan Baku).....	93
Lampiran 20. Data Perolehan Kembali Akrilamida Baku yang Ditambahkan pada Sampel Keripik Singkong Qtela (Metode Penambahan Baku)	95
Lampiran 21. Contoh Perhitungan Persen Perolehan Kembali	96
Lampiran 22. Perhitungan Penetapan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	97
Lampiran 23. Sertifikat Analisis Akrilamida Baku	98
Lampiran 24. Daftar Nilai Distribusi t	99
Lampiran 25. Gambar Instrumen KCKT dan Syringe 100 μ l.....	100
Lampiran 26. Gambar Perangkat Pendukung Penelitian Lainnya.....	101