

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah ubi jalar cilembu yang diperoleh dari pasar Mojosoongo. Sampel dalam penelitian ini adalah ubi jalar cilembu yang berukuran sedang (100-200 gram/buah) dari beberapa pedagang ubi jalar cilembu di pasar Mojosoongo secara acak.

B. Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Februari-Maret 2023 di Laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta.

C. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama dalam penelitian ini yaitu kadar akrilamida dalam ubi jalar cilembu yang dipengaruhi oleh berbagai variasi suhu dalam proses pemanasan oven.

2. Klasifikasi variabel utama

2.1 Variabel bebas. Dalam penelitian ini adalah berbagai variasi suhu dalam pengovenan seperti 100°C, 120°C, 140°C, 160°C dan mentah.

2.2 Variabel kendali. Dalam penelitian adalah peneliti, alat laboratorium dan waktu pengovenan selama 3 jam.

2.3 Variabel terikat. Dalam penelitian ini adalah kadar akrilamida yang terbentuk dari berbagai variasi suhu.

3. Definisi operasional variabel utama

Pertama, ubi jalar cilembu adalah ubi jalar yang memiliki kulit yang berwarna krem dan daging berwarna orange, setelah diolah ubi jalar cilembu memiliki rasa yang sangat manis. Umbi tersebut diperoleh dari pasar mojosongo dengan ukuran sedang (100-200 gram/buah) dengan kondisi baik seperti tidak boleng.

Kedua, Variasi suhu adalah suhu pemanasan yang digunakan untuk mengoven ubi jalar cilembu pada penelitian yaitu 100°C, 120°C, 140°C, 160°C, dan mentah menjadi faktor yang dapat mempengaruhi kadar akrilamida yang terbentuk.

D. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Spektrofotometer UV/Vis Shimadzu tipe UV-1800, kuvet, labu takar 100 mL merk Pyrex, labu takar 50 mL merk Pyrex, neraca analitik Ohaus, kertas saring, erlenmeyer 100 mL merk Pyrex, *waterbath*, pipet volume 5 mL merk IWAKI, pipet ukur 2 mL merk IWAKI, pipet ukur 5 mL merk IWAKI, pipet ukur 10 mL merk IWAKI, pipet tetes, batang pengaduk, magnetik stirrer, beaker glass merk Pyrex, oven, tabung reaksi dan corong kaca merk IWAKI.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel ubi jalar cilembu, aluminium foil, standart akrilamida pro analisis (Sigma-Aldrich), aquadest, diklorometana pro analisis dari (Merck), dan methanol p.a (Merck).

E. Jalannya Penelitian

1. Determinasi ubi jalar cilembu

Tahap awal penelitian ini adalah menentukan kebenaran sampel ubi jalar cilembu yang dibuktikan dengan uji determinasi di kampus Universitas Setia Budi Surakarta.

2. Pembuatan ubi jalar cilembu panggang

Ubi jalar cilembu dipilih yang berukuran sedang (100-200 gram/buah) dengan kondisi yang baik dan dicuci bersih dengan air mengalir. Ubi jalar cilembu dibungkus dengan aluminium foil dan dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 100°C, 120°C, 140°C dan 160°C selama 3 jam. Ubi jalar cilembu yang sudah matang didinginkan, kemudian dikupas dan dihaluskan dengan blender sampai halus dan homogen.

3. Organoleptis

Organoleptis dengan pengujian rasa, bau, tekstur, dan warna pada ubi jalar cilembu mentah dan ubi jalar cilembu yang telah diolah melalui pemanasan oven suhu yaitu 100°C, 120°C, 140°C, dan 160°C.

4. Uji Kualitatif

Uji kualitatif dengan menggunakan KLT (kromatografi lempeng tipis), fase diam silikagel GF 254nm dan fase gerak metanol p.a. Preparasi larutan baku dengan ditimbang 10 mg akrilamida dan dimasukkan kedalam labu takar 25 ml ditambahkan etanol p.a sampai

tanda batas. Preparasi sampel dengan ditimbang 5g sampel dimasukkan kedalam Erlenmeyer, ditambahkan diklorometana sebanyak 25 ml. Kocok selama 30 menit. Kemudian disaring menggunakan kertas saring filtrat dimasukkan kedalam cawan, residu dibilas dengan diklorometana sebanyak 15 mL dan ditampung pada cawan sebelumnya. Larutan diklorometana dikeringkan dengan menggunakan waterbath suhu 70°C sampai kering. Kemudian ditambahkan etanol p.a sedikit demi sedikit, masukkan kedalam labu takar 10 ml dan tambahkan etanol p.a sampai tanda batas. Larutan baku dan sampel ditotolkan sebanyak 2 μ L pada lempeng KLT dengan ukuran 10 cm x 10 cm. Dielusikan dengan fase gerak methanol p.a sampai tanda batas. Hasil kromatogram diamati dibawah sinar UV 254 nm menghasilkan bercak berwarna ungu.

5. Pembuatan larutan induk akrilamida 100 ppm.

Akrilamida ditimbang sebanyak 10 mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan ditambah aquadest sampai tanda batas, lalu dikocok sampai homogen. (Butue *et al.*, 2019).

6. Pembuatan larutan kurva baku

Larutan induk akrilamida 100 ppm kemudian dibuat larutan seri pengenceran konsentrasi 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm; 5 ppm; dan 6 ppm dengan cara dipipet berturut-turut 0,5 mL; 1,0 mL; 1,5 mL; 2,0 mL; 2,5 mL; dan 3,0 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditambah aquadest sampai tanda batas, lalu dikocok sampai homogen (Butue *et al.*, 2019).

7. Penentuan panjang gelombang maksimal

Larutan induk akrilamida 100 ppm dipipet 2,5 mL, dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan homogenkan. Kemudian diukur panjang gelombang maksimal dengan rentang panjang gelombang 190-390 nm (Butue *et al.*, 2019).

8. Penentuan *Operating Time*.

Larutan induk akrilamida 100 ppm dipipet 2,5 mL, dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan kocok. Baca absorbansi pada panjang gelombang maksimal, pembacaan dilakukan setiap 5 menit selama 30 menit.

9. Penentuan kurva baku

Masing-masing larutan seri pengenceran dibaca absorbansi pada panjang gelombang maksimal dan operating time. Hasil absorbansi dimasukkan dalam rumus linearitas sehingga dihasilkan persamaan $y=a+bx$.

10. Pembuatan larutan sampel.

Sampel ditimbang sebanyak 5 gram dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, ditambahkan diklorometan sebanyak 30 mL. Larutan diaduk menggunakan magnetik stirel dengan kecepatan 500 rpm selama 30 menit sampai homogen. Sampel disaring dengan kertas saring, sehingga menghasilkan filtrat dan residu. Residu yang tersisa dibilas dengan menggunakan diklorometan sebanyak 10 mL dan disaring, pembilasan dilakukan sebanyak 2 kali. Filtrat ditampung dalam cawan penguap kemudian diuapkan diatas waterbath dengan suhu 70°C (menguapkan diklorometana) sampai kering. Cawan sampel ditambahkan aquadest, kemudian saring dengan kertas saring. Filtrat dimasukkan kedalam labu takar 50 ml dan ditambahkan aquadests ampai tanda batas (Butue *et al.*, 2019).

11. Uji Kuantitatif.

Larutan sampel yang sudah dibuat dari preparasi sampel dibaca absorbansi (Abs) dengan spektrofometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Nilai absorbansi sampel dimasukkan ke dalam persamaan linearitas menghasilkan konsentrasi sampel, kemudian dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar akrilamida} = \frac{\text{konsentrasi sampel} \left(\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \right) \times \text{faktor pembuatan}}{\text{Berat penimbangan (mg)}} \times 100\%$$

12. Validasi Metode

12.1. Presisi. Larutan konsentrasi 5 ppm dari larutan induk akrilamida 100 ppm dengan pelarut aquadest. Larutan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimal dan dilakukan pengulangan sebanyak 10 kali.

12.2. Akurasi. Larutan konsentrasi 4 ppm; 5 ppm; dan 6 ppm dari larutan induk akrilamida 100 ppm, baca absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimal

12.3. Linearitas. Uji linieritas pada standart akrilamida dengan membuat baku seri : 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm; 5 ppm; dan 6 ppm, baca absorbansi baku seri menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimal, kemudian dimasukkan kedalam persamaan $y=a+bx$.

12.4. LOD dan LOQ. Pengujian LOD dan LOQ berdasarkan nilai presisi dan linearitas. Dengan menggunakan rumus :

$$LOD = \frac{3,3 \times SD}{b}$$

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{b}$$

Ket :

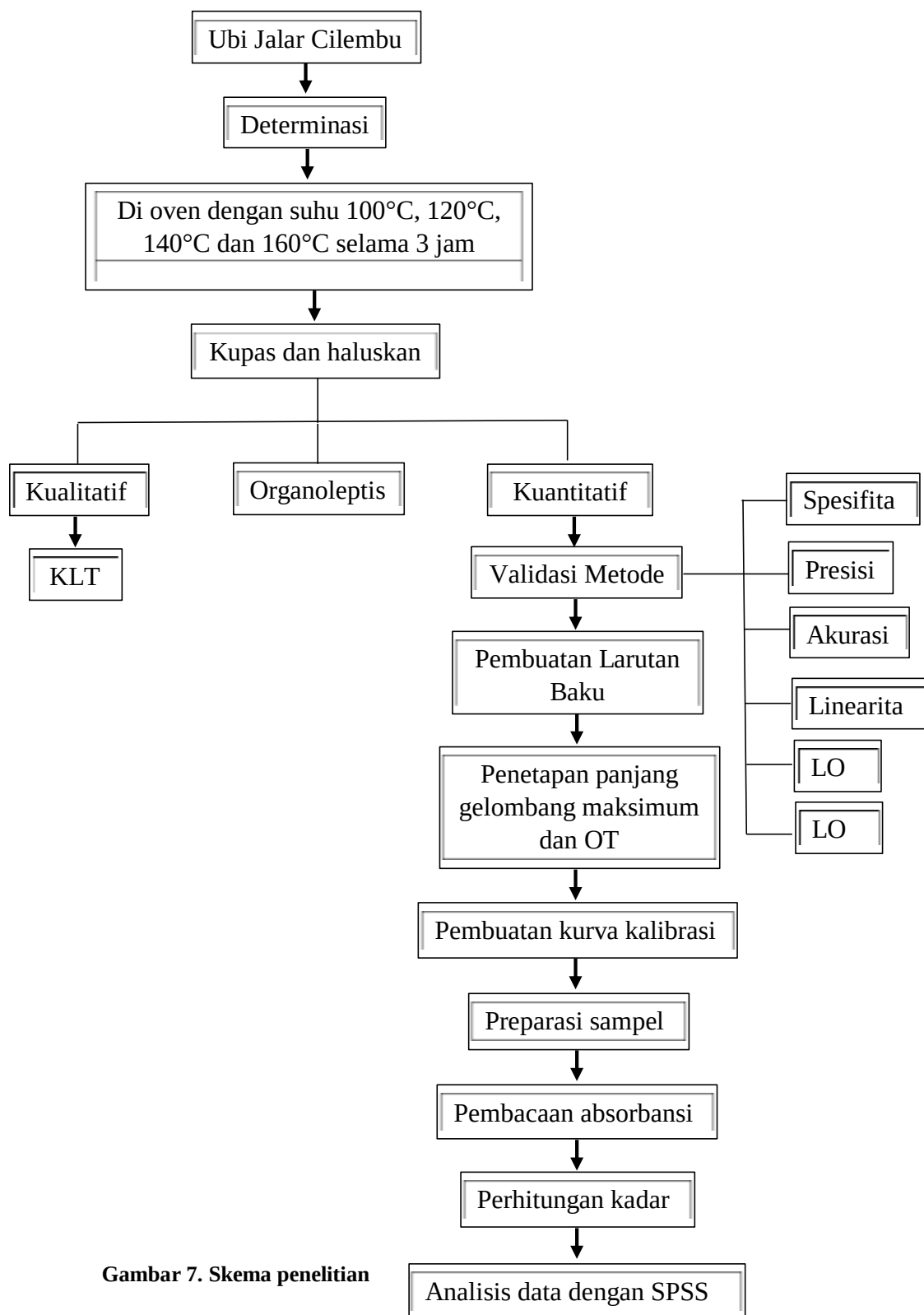
SD : simpangan baku

b : Slope dari ,persamaan liniearitas

13. Analisis Data

Analisis data yang diperoleh dengan statistik perangkat lunak *SPSS 22,00 for windows*, dilakukan uji *Saphiro-Wilk* untuk mengetahui data berdistribusi normal atau tidak dan uji homogenitas *levne* untuk mengetahui data homogen atau tidak. Jika data berdistribusi normal dan homogen ($p > 0,05$) maka lanjut uji *one-way ANOVA*. Jika menunjukan p-value $< 0,05$ maka ada perbedaan, sedangkan jika p-value $> 0,05$ maka tidak ada perbedaan.

F. Skema Penelitian



Gambar 7. Skema penelitian