

# Validasi metode analisis akrilamida dalam sampel dried blood spot secara kromatografi cair kinerja ultra tinggi tandem spektrometri massa = Method validation of acrylamide in dried blood spots in dried blood spot by liquid chromatography tandem mass spectrometry

Zenshiny Starlin, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20494359&lokasi=lokal>

---

## Abstrak

Akrilamida adalah senyawa karsinogen yang dapat secara mudah ditemukan diclingkungan kerja, makanan, kontaminasi udara, dan asap tembakau. Senyawa ini oleh International Agency for Research on Cancer (IARC) ditetapkan sebagai probable human carcinogen (grup 2A). Substansi ini dapat terdistribusi secara cepat keseluruh kompartemen tubuh dan ditemukan pada serum, plasma, urin, jaringan tubuh lainnya, air susu ibu, maupun plasenta. Kadar senyawa ini dalam darah belum diketahui. Penetapan kadar akrilamida dalam darah membutuhkan metode analisis yang sensitif dan selektif. Hal ini dikarenakan komponen darah yang beragam sehingga dapat mengganggu analisis. Pada penelitian ini teknik pengambilan darah yang digunakan yaitu teknik biosampling sampel darah kering. Teknik ini sedang secara luas dikembangkan untuk penentuan kadar senyawa dalam darah. Teknik ini memiliki banyak kelebihan seperti tidak invasif, tidak membutuhkan tenaga ahli, serta mudah penyimpanan dan distibusinya. Penelitian untuk menentukan kadar akrilamida dalam darah menggunakan teknik biosampling sampel darah kering belum dilakukan pada penelitian sebelumnya. Selain itu, pada penelitian sebelumnya menggunakan baku dalam D3 akrilamida yang memiliki harga yang cukup mahal. Oleh karena itu, tujuan penelitian ini memperoleh metode analisis akrilamida dalam sampel darah kering yang optimum dan tervalidasi dengan menggunakan propranolol sebagai baku dalam.

Sampel dipreparasi menggunakan teknik pengendapan protein hasil optimasi. Larutan pengeksraksi yang digunakan metanol dengan volume 500 &#956;L dan direkonstitusi menggunakan fase gerak. Pemisahan senyawa menggunakan kromatografi fase terbalik dengan kolom Acquity UPLC BEH C (1.7 &#956;m, 2.1 mm x 100mm), dielusi dengan laju alir 0.20 mL/min dengan kondisi gradien dengan fase gerak 0.1% asam formiat dalam air dan asetonitril selama 3 menit. Kuantifikasi analisis dilakukan menggunakan sepktrometri massa triple quadruple dengan mode electrospray ionization (ESI) yaitu ESI positif. Pada multiple reaction monitoring (MRM) diatur 71.99 > 55.23 (m/z) untuk akrilamida dan 260.2 > 116.2 (m/z) untuk propranolol. Rentang konsentrasi linier pada konsentrasi 2,5-100 &#956;g/mL.(akurasi presisi) Metode analisis tervalidasi mengikuti US FDAs Bioanalytical Method Validation Guidance.

<hr>

Acrylamide is a carcinogenic compound that easily found in the working environment, food, air contamination, and tobacco smoke. This compound was being classified by International Agency for Research on Cancer (IARC) as a probable human carcinogen (group 2A). These substances can distribute rapidly to all compartments in the body and was found in serum, plasma, urine, other biological tissue, breast milk, and placenta. The acrylamide level in the blood is still unknown. A sensitive and selective method for the determination of the acrylamide level in the blood is needed. This is because of other components in the blood which can disturb acrylamide analysis. In this study, dried blood spots (DBS) are used as the bio-sampling method. Nowadays, this method is widely developing to determine compound

levels in the blood. This method has a lot of advantages such as less invasive, no need a professional assistant to take the blood, and simple for saving and distribution. The study about determining the acrylamide level in the blood using dried blood spots as the bio-sampling method has not been done before. Besides, the other study that has been done using D3-acrylamide as the internal standard which is very expensive. Therefore, the aim of this study is to get an analytical method of acrylamide in dried blood spots that optimized and validated with propranolol as the internal standard. The sample was prepared using a protein precipitation technique that has been optimized. Methanol is used as an extraction solvent with volume 500 mL and reconstituted with the mobile phase. Separation of compounds using reversed phase chromatography with Acquity UPLC BEH C column(1.7 mm, 2.1 mm x 100mm), eluted at flow rate 0.20 mL/min under a gradient of the mobile phase of 0,1% formic acid in water and acetonitrile within 3 minutes. Quantification analysis was using triple quadrupole mass spectrometry with electrospray ionization (ESI) in positive mode. The multiple reaction monitoring (MRM) was set at  $m/z$  71.99 > 55.23 ( $m/z$ ) for acrylamide and 260.2 > 116.2 ( $m/z$ ) for propranolol. The range of concentration was linear within 2,5-100 mg/mL. The analytical method was validated refers to US FDAs Bioanalytical Method Validation.