

Praktikum Analisa Pangan

*Analisa Lemak dan Minyak
by
Mochamad Nurcholiz, STP.MP*

Analisa Lemak-Minyak



- ✦ Metode Soxhlet
- ✦ Bilangan Peroksida
- ✦ Asam Lemak Bebas (ALB)
- ✦ Bilangan TBA

Lipida

Lipids : food components that are insoluble in water, but soluble in oorganic fat solvents.

Fungsi lipida :

- ✦ Kuliner → memperbaiki karakteristik sensoris
- ✦ Fisiologi → medium penggorengan
- ✦ Nutrisi → 1 g lemak setara dengan 9 kkal

Keterbatasan definisi lipida :

- ✦ Sterol, Squalene, karotenoid → kriteria kelarutan mirip lemak, tapi tidak mempunyai asam lemak.
- ✦ Ganglioside : larut air, larut dalam alkohol-air, tetapi tidak larut dalam pelarut organik

Sumber Lipida

- ✦ Hewan : lard, shortening, egg, etc
- ✦ Tanaman : vegetable oil, flowers, nuts
- ✦ Kadar lemak
- ✦ Lard, shortening → hampir 100% lipida
- ✦ Butter, margarine → 81%
- ✦ Salad dressing → 40-70%
- ✦ Nuts → 45-70%

1. METODE SOXHLET

✦ Prinsip Analisis :

- Ekstraksi lemak dengan pelarut lemak seperti petroleum eter, petroleum benzena, dietil eter, aseton, methanol, dll.
- Berat lemak diperoleh dengan cara memisahkan lemak dengan pelarutnya (menguapkan pelarut dengan pemanasan).

✦ Tujuan :

- Mengetahui prinsip dasar analisis lemak dengan menggunakan metode soxhlet
- Membandingkan kadar lemak dari berbagai produk daging dan kacang-kacangan

Bahan dan Alat

✦ Bahan :

Dietil eter atau pelarut lemak lainnya, Sosis ayam, Daging ayam, Nugget ayam, Bakso ayam, Kacang rebus, Kacang goreng, Kacang oven, Kacang mentah.

✦ Alat :

Alat ekstraksi soxhlet lengkap dengan kondenser dan labu lemak, Alat pemanas listrik atau penangas uap, Oven, Timbangan analitik, Desikator, Kapas wool, Kertas saring

Lipids Solvents

- ✦ Chloroform : generally used, but fails in quantitative extraction of glyco- and proteolipids.
- ✦ Hexane, Petroleum ether → extract nonpolar triglycerides.
- ✦ Alcohol → can be used to extract polar lipids (glycolipids)
- ✦ Petroleum ether → selective toward true lipids
- ✦ Ethyl ether → better solvent for fat, dissolve oxidized lipids.

Lipid Solvents

- ✦ Dried ether tend to form peroxides.
- ✦ Combination or alternate extraction with ethyl and Petroleum ether → used often in lipida extraction from dairy products
- ✦ Direct lipids extraction with non polar solvents → inefficient.
- ✦ Such food must be prepared for lipid extraction by acid hydrolisis or other methods.

Prosedur Kerja

- ◆ Sediakan labu lemak yang ukurannya sesuai, keringkan dalam oven, dinginkan dalam desikator dan timbang.
- ◆ Timbang 5 gram sampel dalam bentuk tepung langsung dalam saringan timbel, yang sesuai ukurannya, kemudian tutup dengan kapas wool yang bebas lemak
- ◆ Letakkan timbel atau kertas saring yang berisi sampel tersebut dalam alat ekstraksi soxhlet, kemudian pasang alat kondensor di atasnya dan labu lemak di bawahnya.
- ◆ Tuang pelarut dietil eter atau petroleum eter ke dalam labu lemak secukupnya, sesuai dengan ukuran soxhlet yang digunakan.

Prosedur Kerja

- ◆ Lakukan refluks selama minimum 5 jam sampai pelarut yang turun kembali ke labu lemak berwarna jernih.
- ◆ Distilasi pelarut yang ada di dalam labu lemak, tampung pelarutnya. Selanjutnya labu lemak yang berisi lemak hasil ekstraksi dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C.
- ◆ Setelah dikeringkan sampai berat tetap dan dinginkan dalam desikator, timbang labu beserta lemaknya tersebut. Berat lemak dapat dihitung.

$$\% \text{ lemak} = \frac{\text{Berat lemak (g)}}{\text{Berat sampel}} \times 100$$

Pertanyaan metode soxhlet

- ✦ Bagaimana cara analisis kadar lemak dari sampel cair seperti susu dan santan?
- ✦ Apa yang terjadi jika penghilangan sisa pelarut setelah ekstraksi dengan soxhlet dilakukan dengan pemanasan dalam oven yang terlalu lama?
- ✦ Mengapa ekstraksi soxhlet dihentikan jika pelarut sudah berwarna jernih?
- ✦ Apakah komponen-komponen larut lemak seperti karotenoid, sterol, terukur sebagai lemak dengan metode soxhlet?

Pertanyaan metode soxhlet

- ✦ Apakah semua jenis lipid terdeteksi sebagai lemak pada analisis lemak dengan metode soxhlet?
- ✦ Pelarut apa yang dapat Saudara gunakan untuk mengganti dietil eter atau petroleum eter? Apa kelebihan dan kekurangan dari masing2 pelarut tersebut?
- ✦ Tindakan yang akan Saudara lakukan jika lemak dalam bahan pangan membentuk kompleks dengan komponen pangan lain sehingga sulit terekstrak oleh pelarut lemak?

2. BILANGAN PEROKSIDA

✦ Prinsip :

Pengukuran sejumlah iod yang dibebaskan dari kalium iodida (KI). Iod dilepaskan dari KI akibat reaksi oksidasi oleh peroksida yang ada dalam sampel di dalam medium asam asetat-kloroform

✦ Alat :

Neraca analitik, Erlenmeyer 250 ml, Buret, Stirer/shaker
Pipet

$$\text{Bilangan peroksida (mek/kg)} = \frac{\text{ml Na-tiosulfat X Normalitas X1000}}{\text{Berat contoh (g)}}$$

BAHAN

- ✦ Pelarut, terdiri dari 60% asam asetat glasial dan 40% kloroform.
- ✦ Kalium iodida jenuh.
- ✦ Larutan pati 1%
- ✦ Natrium tiosulfat 0,1 N
- ✦ Akuades
- ✦ Minyak goreng curah
- ✦ Minyak goreng dalam kemasan
- ✦ Minyak goreng bekas
- ✦ Minyak zaitun
- ✦ Minyak sayur
- ✦ Minyak ikan
- ✦ Minyak kelapa
- ✦ Susu dalam kemasan
- ✦ Santan cair dalam kemasan

ALAT

- ✦ Neraca analitik
- ✦ Buret
- ✦ Erlenmeyer 250 ml
- ✦ Stirer/shaker
- ✦ Pipet

Prosedur kerja

- ✦ Timbang 5 g contoh minyak ke dalam erlenmeyer 250 ml.
- ✦ Tambahkan 30 ml pelarut, kocok sampai semua minyak larut.
- ✦ Tambahkan 0,5 ml larutan KI jenuh, kocok selama 2 menit.
- ✦ Tambahkan 30 ml akuades.
- ✦ Lakukan titrasi dengan Na-tiosulfat 0,1 N atau 0,01 N.
- ✦ Titrasi berakhir sampai warna biru mulai menghilang.
- ✦ Dengan cara yang sama buat blanko.
- ✦ Angka peroksida dinyatakan sebagai miliekuivalen peroksida dari setiap 1000 g sampel.

Pertanyaan

- ✦ Apa arti satuan bilangan peroksida miliekuivalen/kg sampel?
- ✦ Apa fungsi Na-tiosulfat dalam analisis bilangan peroksida?
- ✦ Mengapa indikator yang digunakan adalah pati?
- ✦ Apakah minyak yang sudah rusak selalu menunjukkan bilangan peroksida yang tinggi?
- ✦ Bagaimana peroksida terbentuk?
- ✦ Apa perbedaan bilangan peroksida dengan bilangan TBA?
- ✦ Bagaimana prinsip analisis bilangan peroksida dengan metode spektrofotometri?
- ✦ Bagaimana pengaruh senyawa-senyawa lain dalam sampel yang juga bersifat oksidator?

3. ASAM LEMAK BEBAS

✦ Definisi :

Jumlah asam lemak bebas dalam sampel dan merupakan parameter mutu minyak/lemak atau produk pangan yang mengandung lemak/minyak.

✦ Prinsip :

Titrasi asam-basa dalam medium etanol. Indikator yang digunakan untuk menunjukkan titik akhir titrasi adalah fenolftalein.

Bahan dan Alat

Bahan :

- Etanol 96%
- Larutan NaOH 0,1 N
- Indikator fenolftalein (PP)
- Minyak goreng bekas
- Susu cair dalam kemasan
- Santan cair dalam kemasan

Bahan :

- Minyak zaitun
- Minyak sayur
- Minyak ikan
- Minyak kelapa
- Minyak jagung
- Minyak goreng curah
- Minyak goreng kemasan

Peralatan :

Neraca analitik, Erlenmeyer 250 ml, Buret

Prosedur Kerja

- ✦ Timbang sampel sebanyak $28,2 \pm 0,2$ g. Masukkan dalam erlenmeyer.
- ✦ Tambahkan 50 ml alkohol dan 2 ml larutan indikator PP.
- ✦ Lakukan titrasi dengan larutan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah jambu yang permanen selama 30 detik.

Pertanyaan

- ✦ Mengapa dalam analisis kadar asam lemak bebas digunakan pelarut etanol?
- ✦ Apakah semua asam lemak bebas larut dalam etanol?
- ✦ Apakah semua asam lemak bebas terekstrak oleh etanol pada analisis asam lemak bebas dengan metode titrasi?
- ✦ Apakah basa selain NaOH dapat digunakan pada penetapan kadar asam lemak bebas?
- ✦ Mengapa kadar asam lemak bebas didasarkan pada berat molekul asam lemak yang dominan?

Pertanyaan

- ✦ Bagaimana cara Saudara mengetahui asam lemak dominan dalam suatu jenis minyak atau lemak?
- ✦ Apakah semua produk yang mempunyai bilangan peroksida tinggi selalu mempunyai kadar asam lemak bebas tinggi?
- ✦ Bagaimana pengaruh panjang rantai asam lemak terhadap kemampuan asam lemak untuk melepaskan atom H atau sebagai asam?

4. BILANGAN TBA

✦ Bilangan TBA :

Indikator oksidasi sekunder yang terjadi pada minyak/lemak atau produk pangan berminyak/berlemak.

✦ Prinsip Analisis :

Pereaksi 2-asam tiobarbiturat (2-TBA/thiobarbituric acid) bereaksi dengan malonaldehida membentuk warna merah sehingga bisa dikuantifikasi dengan spektrofotometer.

✦ Perhitungan :

Bilangan TBA dinyatakan sebagai mg malonaldehida per kg sampel. Bilangan TBA = $7,8 \times D$

BAHAN

- ✦ HCl 4 M
- ✦ Pereaksi TBA (0,2883 g/100 ml asam asetat glasial 90%). Pelarutan dapat dieprcepat dengan pemanasan dalam penangas air.
- ✦ Minyak goreng curah
- ✦ Minyak goreng dalam kemasan
- ✦ Minyak goreng bekas
- ✦ Susu cair dalam kemasan
- ✦ Santan cair dalam kemasan
- ✦ Minyak zaitun
- ✦ Minyak sayur
- ✦ Minyak ikan
- ✦ Minyak kelapa
- ✦ Minyak jagung

ALAT

- ✦ Alat distilasi
- ✦ Waring blender untuk sampel berlemak
- ✦ Batu didih
- ✦ Anti foaming agent
- ✦ Tabung reaksi bertutup

Prosedur Kerja


- ✦ Timbang sampel sebanyak 10 g dalam labu destilasi. Tambahkan 98,5 ml akuades dan 1,5 ml HCl 4 M sampai pH menjadi 1,5.
- ✦ Tambahkan batu didih dan anti foaming agent secukupnya.
- ✦ Pasang labu destilasi pada alat desilasi.
- ✦ Destilasi dijalankan dengan pemanasan tinggi sampai terbentuk distilat sebanyak 50 ml.
- ✦ Aduk rata destilat yang diperoleh.

Prosedur Kerja

- ✦ Pipet sebanyak 5 ml destilat ke dalam tabung reaksi tertutup. Tambahkan 5 ml pereaksi TBA, kemudian panaskan dalam air mendidih selama 35 menit.
- ✦ Dinginkan tabung reaksi dengan air mengalir selama 10 menit.
- ✦ Lakukan pengukuran absorbansi (D) pada panjang gelombang 528 nm dengan menggunakan blanko sebagai titik nol.
- ✦ Blanko ditetapkan dengan menggunakan akuades 5 ml ditambah 5 ml pereaksi TBA kemudian dipanaskan selama 35 menit (seperti penetapan sampel).

Pertanyaan

- ✦ Apa arti oksidasi primer dan sekunder lemak?
- ✦ Mengapa bilangan TBA dapat dijadikan indikator oksidasi sekunder lemak?
- ✦ Apakah semua produk oksidasi sekunder lemak dapat bereaksi dengan TBA?
- ✦ Apakah semua produk yang mempunyai bilangan peroksida tinggi selalu mempunyai bilangan TBA tinggi?
- ✦ Apakah parameter bilangan peroksida atau bilangan TBA yang berkaitan dengan bau tengik minyak atau lemak?
- ✦ Sebutkan metode lain untuk analisis produk oksidasi sekunder lemak!



TERIMA KASIH

cholis_federer@yahoo.co.id