

ANALISIS LIPIDA

Analisis Pangan

Pendahuluan

- Beberapa karakteristik lipida yang sering dilakukan saat analisis bahan pangan:
 1. Kandungan lipida
 2. Jenis lipida yang terkandung
 3. sifat fisikokimia lipida
 4. bentuk kompleks atau turunan lipida

Tujuan dilakukannya analisis lipida :

1. kandungan nutrisi (omega 3, asam lemak tak jenuh, kolesterol, vitamin larut lemak).
2. Pengaruh terhadap kestabilan oksidatif suatu produk pangan (tergantung komposisi asam lemak atau enzim seperti lipoksigenase, lipase dll).
3. Pengaruh terhadap karakteristik fisik produk pangan (sifat leleh pada produk coklat, margarine, dll.)

-
4. Berkaitan dengan kualitas beberapa produk pangan (ikan laut, minyak goreng, minyak makan, dll)
 5. Ada beberapa perubahan pada komponen lipida saat proses pengolahan yang mempengaruhi kualitas lipida tersebut (penggorengan)

Komponen Lipida dalam Pangan

- Triasilgliserol
- Diasilgliserol
- Monoasilgliserol
- Asam lemak bebas
- Wax
- Fosfolipid
- Sterol
- Karotenoid
- Glikolipid

Persiapan analisis

- Tergantung oleh :
 1. Jenis pangan – daging, susu, margarin
 2. Karakteristik alami lipida yang terkandung – volatilitas, bentuk fisik
 3. Jenis metode analisis yang akan digunakan – ekstraksi solven, teknik instrumen

Ekstraksi Pelarut (Solvent)

- Lipida – larut dalam pelarut organik namun tidak larut dalam air
- Persiapan sampel:
 - Sampel kering – pelarut tidak mudah masuk ke dalam bahan yang mengandung air
 - Pengecilan ukuran sampel – dalam bentuk bubuk
 - Hidrolisis asam – untuk melepaskan ikatan lipida sehingga mudah dilarutkan
 - Pemilihan pelarut – pilih pelarut yang cocok

Sifat pelarut yang cocok untuk ekstraksi lipida

- Memiliki tingkat kelarutan yang tinggi untuk lipida
- Tidak meninggalkan residu
- mudah dievaporasikan
- titik didihnya rendah
- tidak mudah terbakar/meledak
- tidak beracun
- memiliki tegangan permukaan yang rendah
- komponen tunggal
- Murah
- non higroskopik

■ Ethyl ether

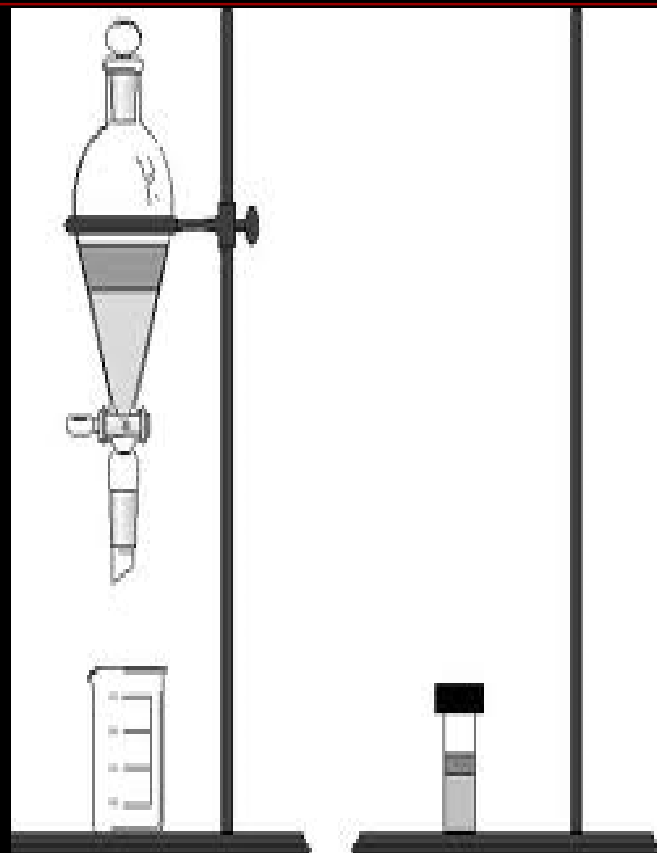
- sangat mudah terbakar,
- Bahaya ledakan
- memicu terbentuknya senyawa peroksida
- Mahal

■ Petroleum ether

- Lebih selektif untuk beberapa komponen hidrofobik
- Non higroskopik
- tidak mudah terbakar dibandingkan etil eter
- Murah

Ekstraksi Pelarut sistem Batch

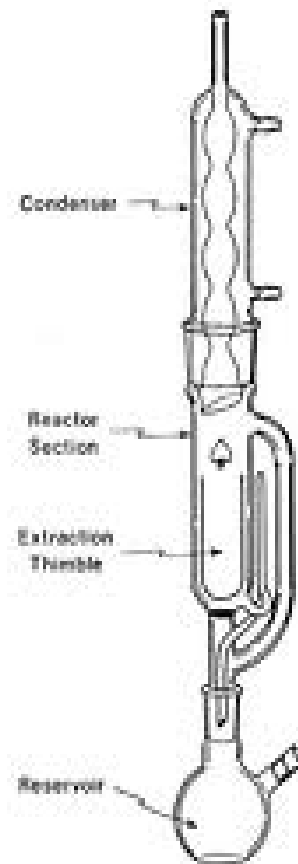
- Mencampur sampel dengan pelarut organik dalam suatu tabung/wadah pemisah
- dikocok dengan kuat dan biarkan larutan terpisah (secara dekantasi atau menggunakan sentrifus)
- Larutan yang mengandung lipida dievaporasi dengan menggunakan rotary evaporator hingga diperoleh lipida yang terbebas pelarut
- dilakukan dengan minimal 2 kali ulangan

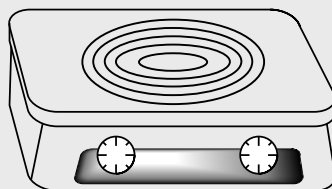
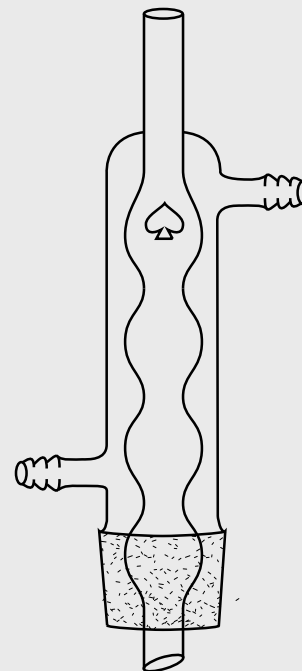
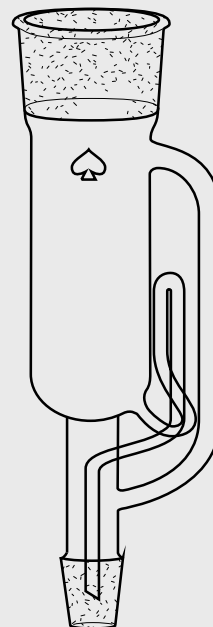
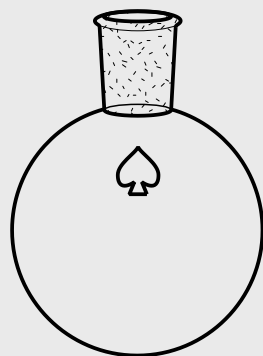
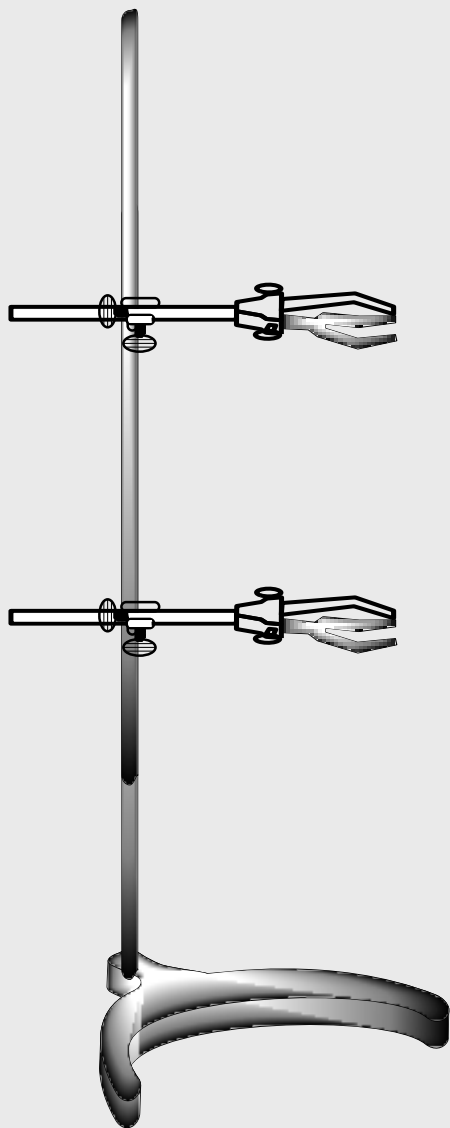


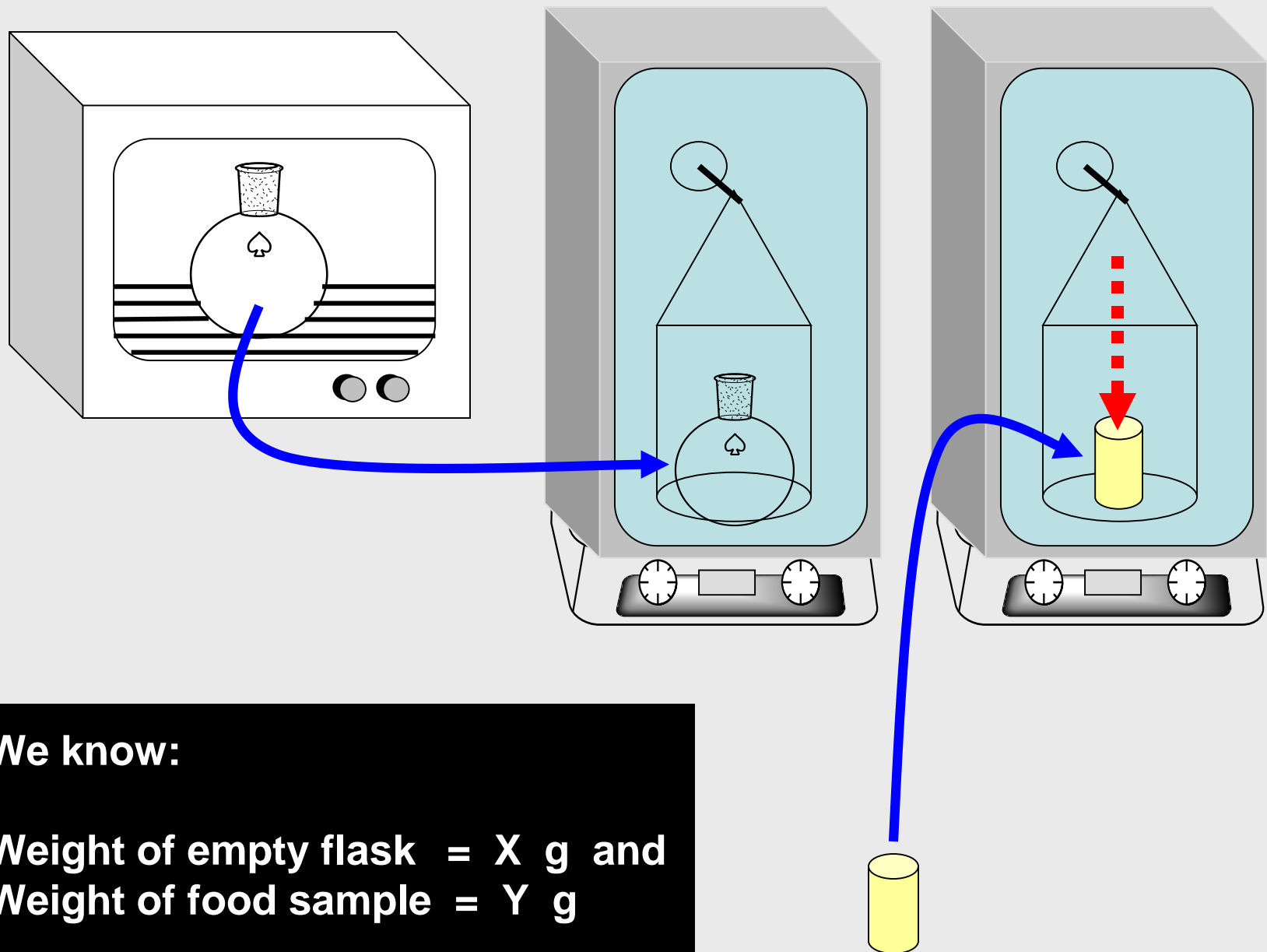
Ekstraksi Pelarut Semi-kontinyu

- bertujuan untuk meningkatkan efisiensi proses ekstraksi lipida pada suatu produk pangan
- Metode yang sering digunakan : **Ekstraksi Soxhlet**
- Pelarut mengekstrak lipida dan ditampung dalam suatu labu bulat
- Pelarut akan dilewatkan lagi melalui sampel untuk mengekstrak kandungan lipida yang masih tersisa

FIGURE 1 Soxhlet Reactor, Normal Mode

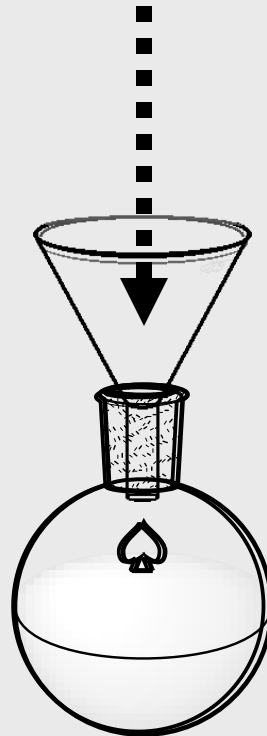


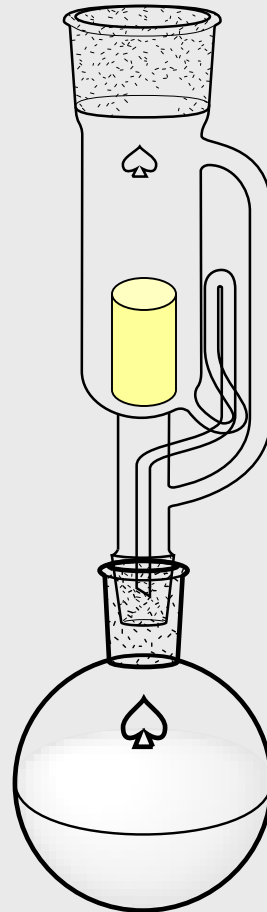


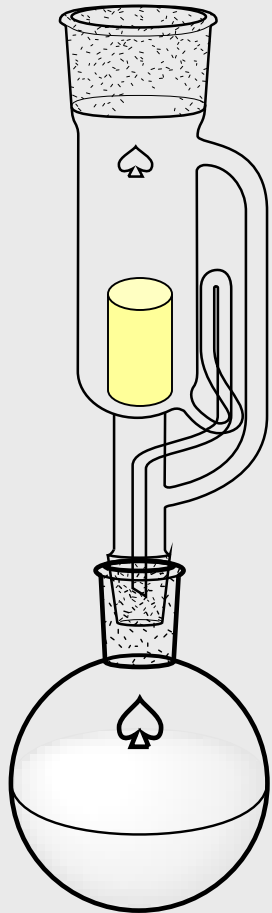


Fat Solvent

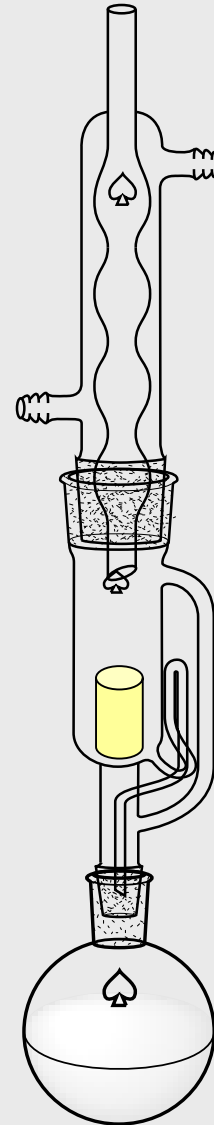
- peroxide free Diethyl Eter
- Hexane





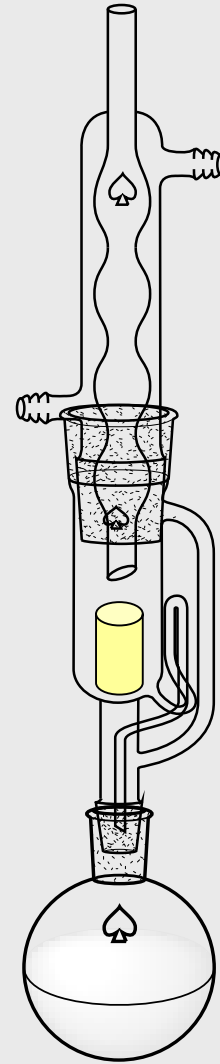
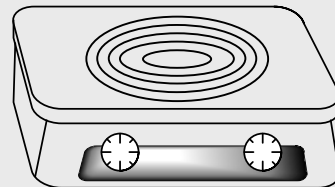
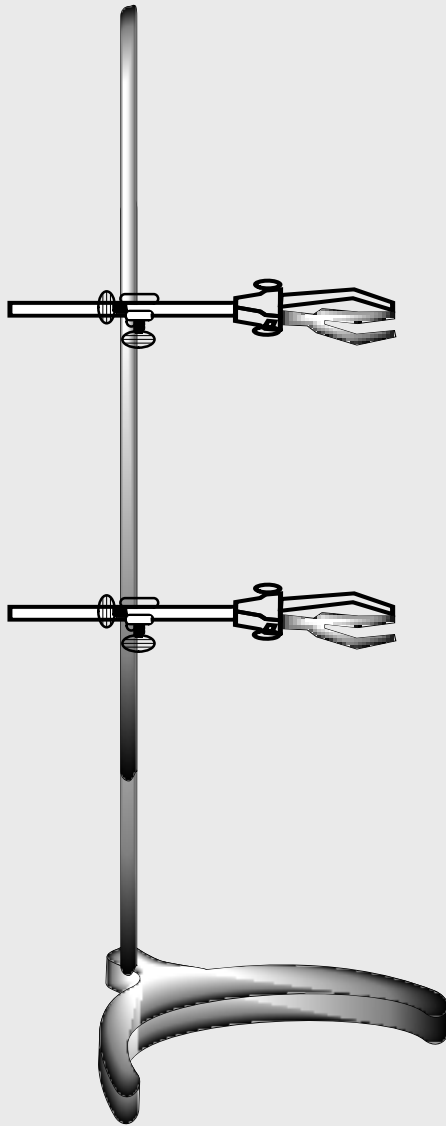


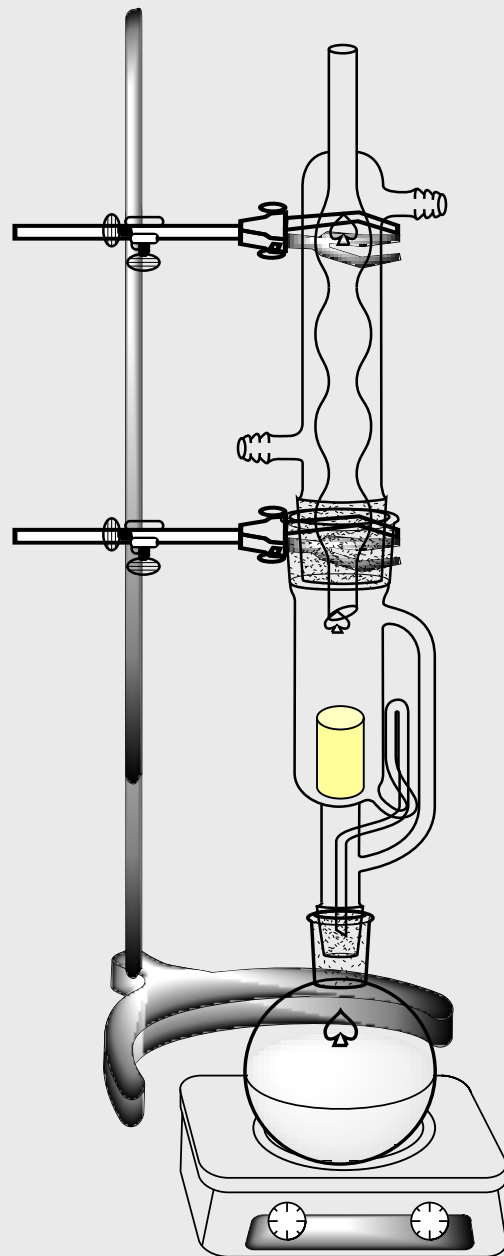
Dedi Fardiaz



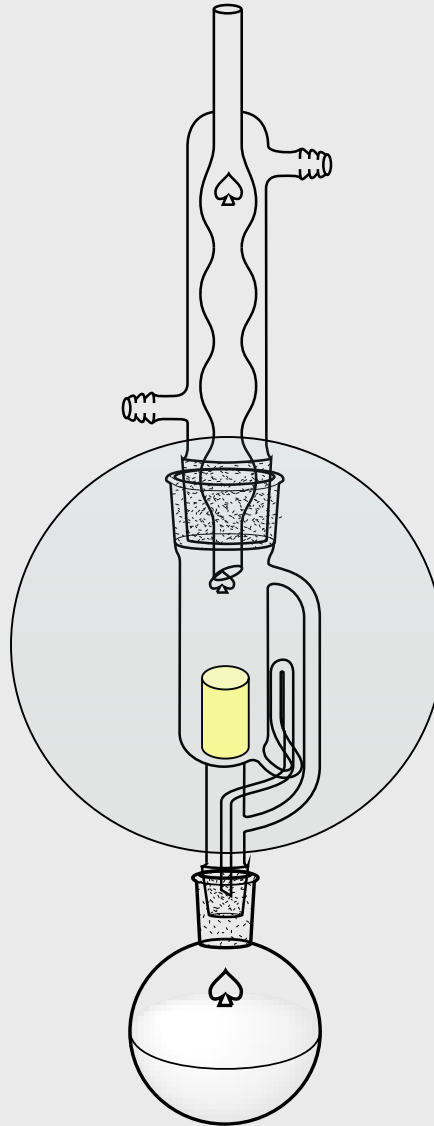
Department of FS&T,
2009

18

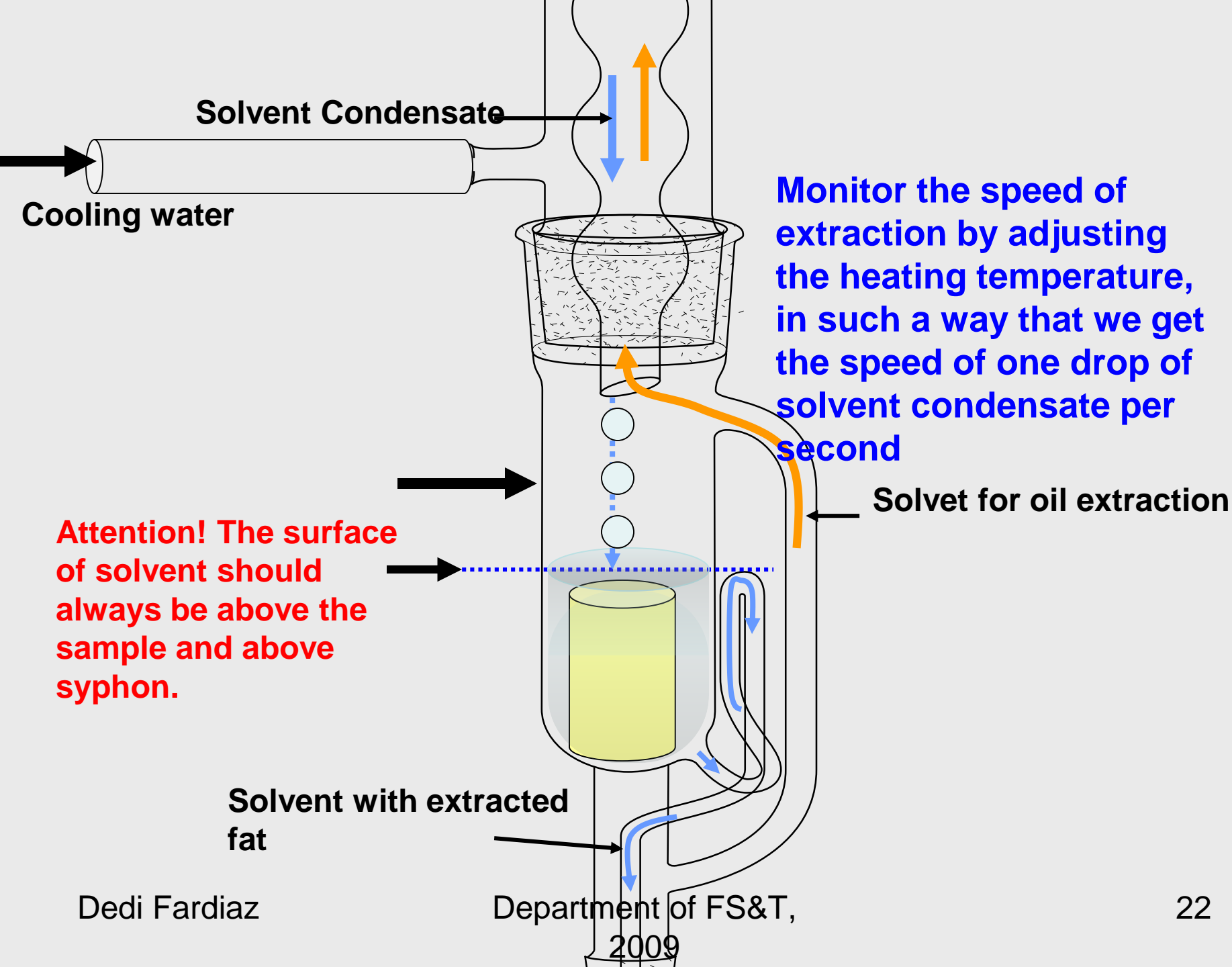


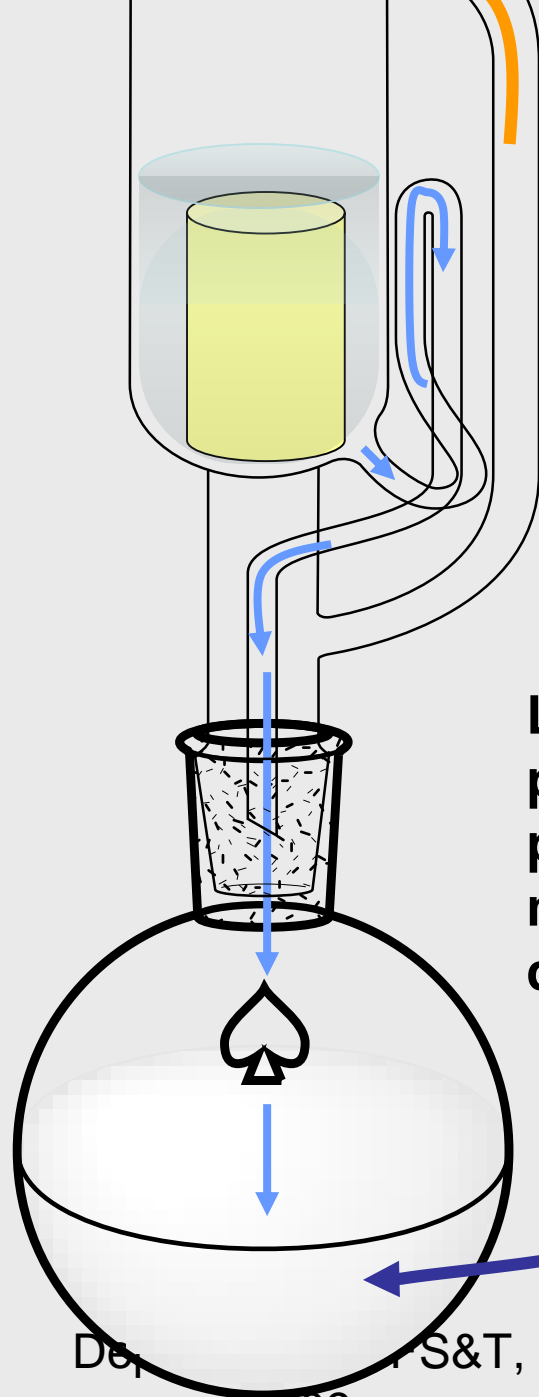


Attention!

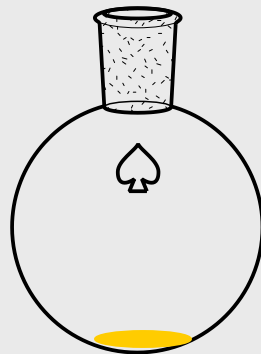
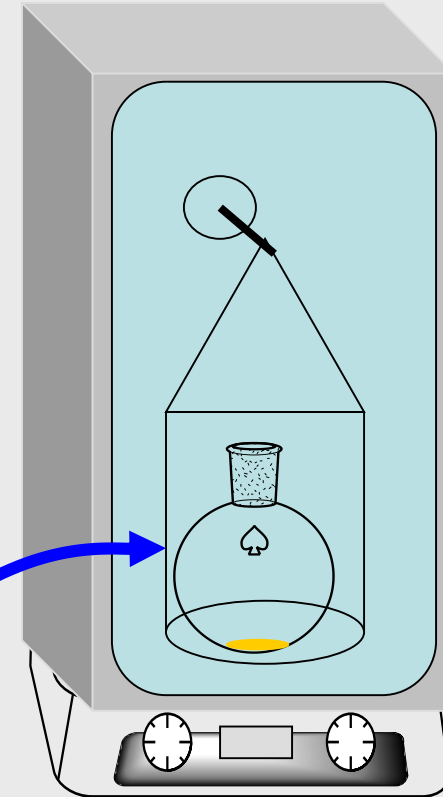
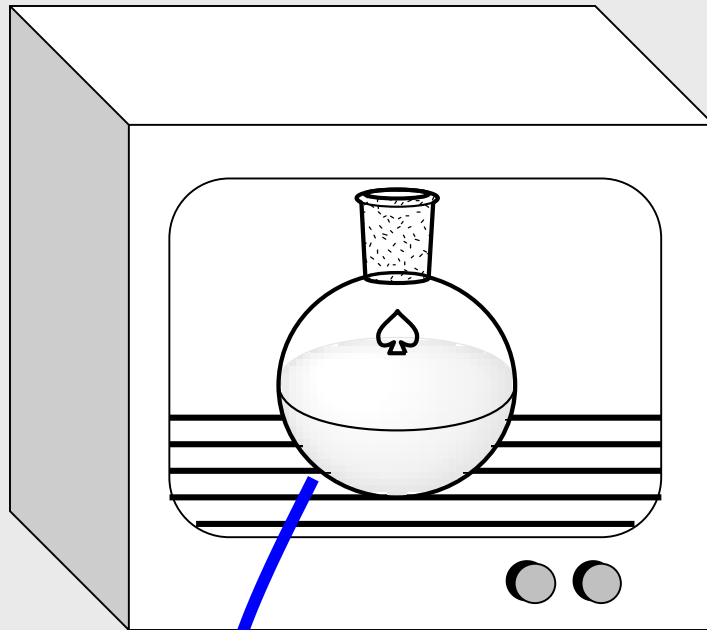


**Efectivity and
efficiency of
extraction occur
in this zone**





Lemak terekstrak dalam pelarut. Selanjutnya pelarut diuapkan untuk mendapatkan lemaknya dan ditimbang

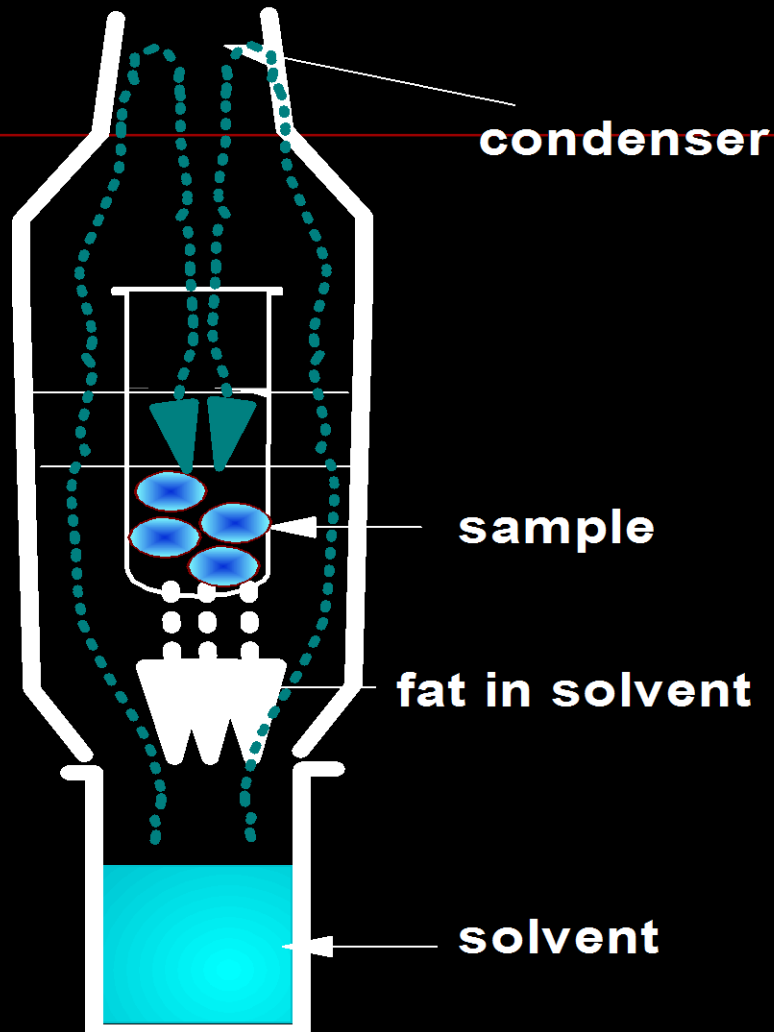


$$\begin{aligned}
 \text{Berat Lemak dan Labu} &= Z \text{ g} \\
 \text{Berat Labu Kosong} &= X \text{ g} \\
 \text{Jadi Berat Lemak} &= Z - X \text{ g} \\
 \text{Kadar Lemak} &= \frac{(Z - X)}{Y \text{ (Berat Sampel)}} \times 100\%
 \end{aligned}$$

Ekstraksi Pelarut Kontinyu

- Biasanya menggunakan metode Goldfisch
- Hampir sama dengan metode soxhlet, berbeda labu ekstraksinya.
 - Pelarut hanya melewati sampel tanpa merendamnya
- Kelemahan: channeling of the solvent can occur
 - contoh : pelarut hanya melewati sampel pada bagian-bagian tertentu saja

GOLDFISCH



Metode ekstraksi cairan Non-solvent

1. Metode Babcock

- Susu dimasukkan ke dalam botol Babcock dalam jumlah tertentu
- Asam sulfat: memecah membran globula lemak sehingga lemak dapat bersatu
- Lipid dipisahkan dari fase cairnya menggunakan sentrifugasi saat suhu masih agak tinggi (55-60°C)
- Leher botol akan menunjukkan jumlah lipida yang terkandung dalam susu.



2. Metode Gerber

- Menggunakan campuran asam sulfat dan isomil alkohol

3. Metode Detergent

- dikembangkan untuk mengatasi masalah keamanan terkait penggunaan asam sulfat
- sampel dicampur dengan kombinasi beberapa surfaktan

Penentuan komposisi lipida:

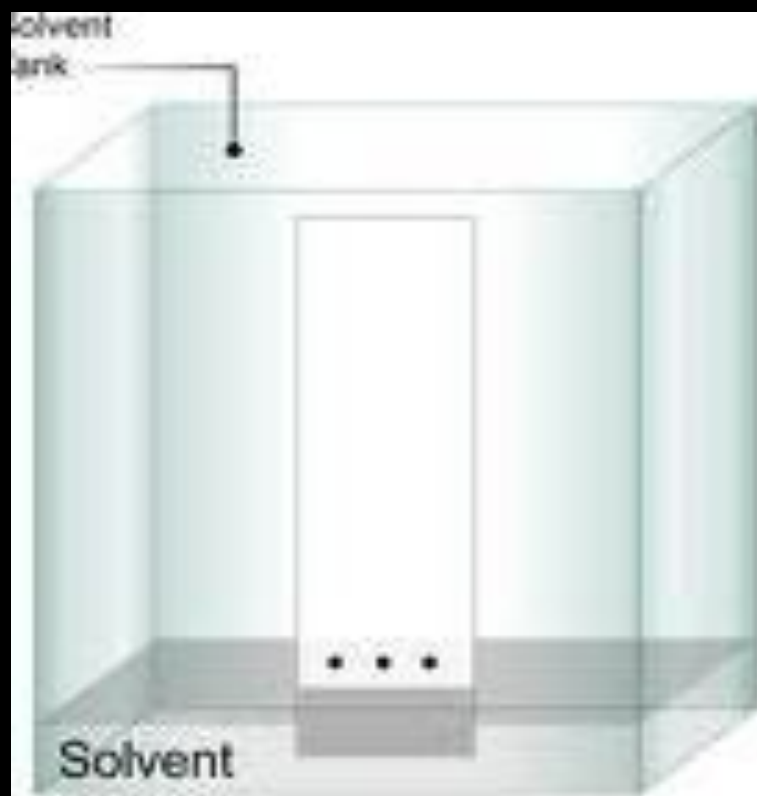
- Alasan penting:
 1. Legal – jumlah kandungan jenuh dan tak jenuh
 2. Kualitas pangan – karakteristik yang diinginkan
 3. Oksidasi lipida – asam lemak tak jenuh mudah teroksidasi
 4. Pengolahan pangan – mengatur kondisi proses hingga diperoleh kondisi optimum

Pemisahan dan analisis dengan kromatografi

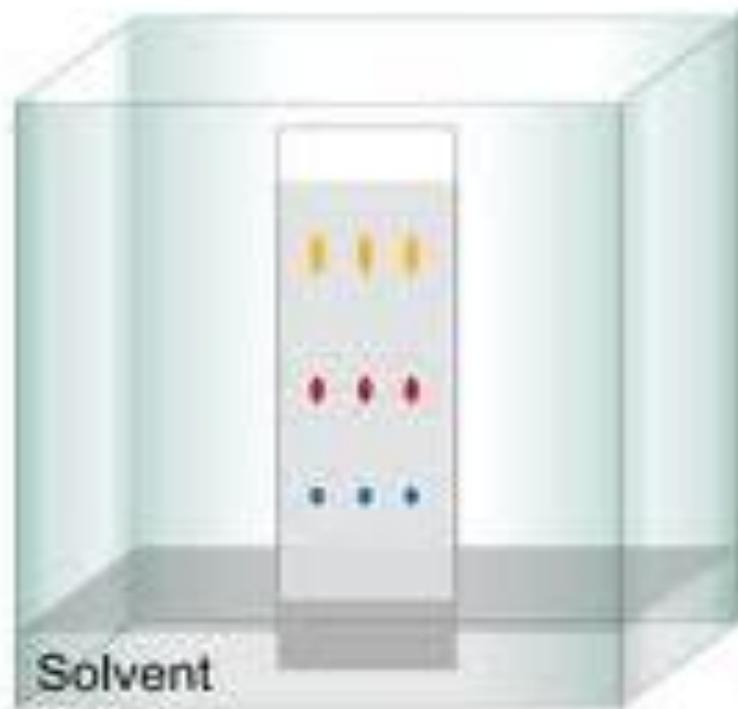
- Prosedur analisis yang cukup bagus untuk memisahkan dan menganalisis karakteristik lipida
- Informasi yang bisa diperoleh:
 - Jumlah asam lemak jenuh/tak jenuh, kolesterol, betakaroten
 - Tingkat kerusakan oksidasi lipida
 - Menentukan keberadaan antioksidan

-
- Fraksi lipida dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (**Thin Layer Chromatography** (TLC))
 - Lembar TLC dilapisi bahan adsorben yang memudahkan pelarut melewatinya.
 - Sampel yang akan dianalisis ditambahkan dalam jumlah yg sedikit (dalam bentuk spot/titik)
 - Pelarut akan naik ke atas berdasarkan prinsip kapilaritas dengan membawa komponen lipida dan memisahkannya berdasarkan afinitas terhadap adsorben

-
- Setelah mencapai batas akhir, lembaran dikeringkan dari pelarut kemudian disemprot dengan menggunakan larutan tertentu sehingga akan terlihat spot-spot
 - Identifikasi komponen lipida dapat dilakukan dengan membandingkan spot dengan standar
 - Spot yang terbentuk tadi dapat dikerok kemudian diekstrak komponen lipidanya untuk dianalisis jenis masing2, bisa menggunakan GC, NMR atau HPLC



Time Zero



After Ten Minutes

Metode analisis Kimia Lipida

1. Bilangan Iod (*Iodine Value* (IV))

- Bilangan iod akan menunjukkan derajat ketidakjenuhan suatu lipida: semakin tinggi nilai bilangan iod, semakin tinggi pula jumlah ikatan ganda $C=C$ (makin tidak jenuh).
- Metode yang biasa digunakan: **Wijs** method.

■ Prosedur utama

- sampel ditimbang dan dilarutkan ke dalam campuran beberapa pelarut. beberapa senyawa ICl akan bereaksi dengan ikatan ganda yang terdapat pada sam lemak tak jenuh, dengan reaksi kimia sebagai berikut :



■ Jumlah ICl yang tertinggal dapat ditentukan dengan:

1. menambahkan potassium iodide ke dalam campuran untuk membebaskan iodida, dan
2. kemudian dilakukan dititrasi dengan larutan sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan tambahan indikator pati untuk menentukan konsentrasi iodin yang dilepaskan

-
- iodin sendiri memiliki warna coklat kemerahan, namun terkadang tidak cukup kuat untuk menentukan titik akhir titrasi.
 - Oleh karena itu, ditambahkan indikator pati untuk membentuk kompleks dengan iodine sehingga menghasilkan warna biru tua.
 - Setelah itu, titrasi campuran dengan larutan sodium thiosulfate hingga warna biru menghilang

Bilangan Peroksida (PV)

- Peroksida (ROOH) merupakan salah satu produk samping hasil dari fase awal oksidasi lipida.
- Lipida dilarutkan ke dalam pelarut organik yang sesuai kemudian ditambahkan larutan KI, reaksi yang terjadi adalah:



-
- Jumlah ROOH yang telah bereaksi dapat dihitung dengan melakukan titrasi dengan larutan sodium thiosulfate dan menambahkan indikator pati
 - Jumlah larutan sodium thiosulfate yang digunakan untuk mentitrasi campuran menunjukkan konsentrasi peroksida dalam sampel

Bilangan Asam

- Bilangan asam merupakan metode untuk mengukur kandungan asam lemak bebas yang terkandung dalam lipida sampel.
- Lipida diekstrak dari sampel kemudian dilarutkan dalam etanol 95% dan ditambahkan indikator fenoftalein.
- Setelah itu, dititrasi dengan larutan NaOH hingga terbentuk warna merah muda.
- Bilangan asam ini didefinisikan sebagai total NaOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak yang terkandung dalam 1 g lipida

Sifat Fisikokimia Lemak dan Minyak

■ *Solid Fat Content*

- SFC suatu jenis lipida akan sangat mempengaruhi sifat sensori dan fisik dari suatu produk pangan berbasis lipida, seperti margarin, dan lemak coklat tiruan.

■ Titik Leleh (*melting point*)

- titik leleh akan menunjukkan suhu suatu lipida mulai meleleh dari bentuk kristalnya.
- *Slip melting point* dan *clear melting point*

Sifat Fisikokimia Lemak dan Minyak

- Titik Kabut (*Cloud Point*)
 - titik kabut menunjukkan suhu dimana kristalisasi lipida mulai terjadi
 - lipida dipanaskan terlebih dahulu kemudian didinginkan dengan kecepatan tertentu hingga larutan menjadi keruh karena terbentuk kristal.
- Titik Asap (*Smoke point*)
 - titik asap menunjukkan suhu suatu lipida mulai membentuk asap saat dipanaskan.

Anasidine Value

- Is a measure of secondary oxidation
- Suitable to determine quality of crude oils and efficiency of the processing procedures
- Not suitable to detect fat oxidation
- Principle: p-anasidine reacts with aldehyde compounds in an oil, producing yellowish reaction products

Thiobarbituric Acid (TBA)

- It measures the concentration of relatively polar secondary reaction products
- The lipid to be analyzed is dissolved in a suitable non-polar solvent which is contained within a flask
- An aqueous solution of TBA reagent is added to the flask and the sample is shaken which causes the polar secondary products to be dissolved in it.