



Universitas

Esa Unggul

Esa Unggul

Universitas

Esa U

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 1**

**Pengantar Analisis Pangan dan Gizi**

**DISUSUN OLEH**

**Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

Universitas

Esa Unggul

ersita

a U

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI**

**UNIVERSITAS ESA UNGGUL**

**2021**

Universitas

Universita



Universitas  
**Esa Unggul**

Universitas  
**Esa U**

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT atas segala rezeki dan nikmatnya Modul Analisis Zat Gizi ini dapat tersusun untuk mendukung pembelajaran di kelas. Modul ini dimulai dengan kegunaan dari analisis dan aplikasinya di berbagai tempat. Selanjutnya mulai dikenalkan konsep tentang aspek apa saja yang dapat dianalisis hingga mulai membahas analisis untuk zat gizi makro, mikro sampai pada analisis antioksidan dan sensori (organoleptik). Tentu saja pemahanan ini perlu didukung dengan praktikum yang disajikan pada modul praktik. Modul ini tidak terlepas dari kekurangan. Semua kritik dan saran dapat disampaikan melalui email ke [dudung.angkasa@esaunggul.ac.id](mailto:dudung.angkasa@esaunggul.ac.id).

Jakarta, 14 Maret 2021

Universitas  
**Esa Unggul**

Penulis

## FUNGSI ANALISIS PANGAN DAN GIZI

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan mahasiswa mampu :

1. Pembaca dapat menjelaskan fungsi analisis pangan dan gizi dalam memenuhi peraturan
2. Pembaca dapat menjelaskan fungsi analisis pangan dan gizi dalam memenuhi *food safety*
3. Pembaca dapat menjelaskan fungsi analisis pangan dan gizi dalam memenuhi *quality control*
4. Pembaca dapat menjelaskan fungsi analisis pangan dan gizi dalam penelitian dan pengembangan (*Research and Development*) produk

### B. Uraian dan Contoh

Analisis pangan merupakan disiplin ilmu yang berkaitan dengan pengembangan (*development*), penerapan dan penelitian tentang prosedur analitik untuk mengetahui karakteristik pangan dan zat gizinya. Karakteristik pangan yang beragam seperti kandungan/komposisi zat gizinya (misal: tinggi Ca, Fe), struktur (misal: berongga/porous, berserat/fibrous), sifat fisik (misal: titik didih, leleh, viskositas) dan kimia (misal: pH) serta sifat sensori (misal: renyah, kenyal, cerah, rasa karamel) dihasilkan dari melakukan analisis pangan dan gizi. Dengan mengetahui karakteristik pangan, dapat memudahkan orang yang berkecimpung dalam bidang ini baik sebagai produsen, konsumen, pemerintah atau pun peneliti untuk membuat produk yang aman, ekonomis tetapi kaya gizi, diterima konsumen, dan tidak melanggar peraturan.

Pangan dianalisis oleh *scientist* yang bekerja di sektor industri pangan termasuk manufaktur pangan, supplier bahan, laboratorium analitik, laboratorium pemerintah, laboratorium penelitian suatu universitas. Tujuan analisis pangan dan gizi diantaranya a) mematuhi peraturan dan rekomendasi pemerintah, b) keamanan pangan, c) *quality control*, d) pengembangan dan

penelitian pangan (*food research and development*) produk (Greenfield & Southgate, 2003).

## 1. Peraturan dan Rekomendasi Pemerintah

Pelaksanaan analisis pangan dan gizi dapat digunakan pemerintah untuk menjalankan peraturan dan rekomendasi agar tersedia pangan berkualitas, ada jaminan industri pangan untuk menghasilkan produk yang baik dan aman, ada label pangan yang dapat dipelajari pembeli dalam menentukan diet mereka, jaminan kompetisi sehat antar perusahaan pangan, dan agar tidak ada penipuan/kecurangan. Diantara Badan atau Asosiasi yang bertanggung jawab atau berperan dalam mengawasi dan mengevaluasi komposisi dan kualitas pangan serta keluhan konsumen ialah Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM), Badan Ketahanan Pangan (BKP), dan Yayasan Lembaga Konsumen Indonesia (YLKI).

Analisis pangan dan gizi berguna dalam menetapkan suatu standar pangan baik yang bersifat wajib maupun yang bersifat sukarela. Standar yang wajib berkaitan dengan komposisi, kualitas, inspeksi, dan pe-label-an produk tertentu. Misalnya, disebut baso sapi jika minimal 50% bahan ialah daging sapi, selai kacang (*peanut butter*) harus mengandung lemak (*fat*) kurang dari 55%, es krim harus mengandung 10% lemak susu, keju cheddar harus mengandung lemak lebih dari 50% tetapi kadar air kurang dari 39%.

Standar yang bersifat sukarela diantaranya ialah *grading* misal karkas dapat diklasifikasi berdasar umur dan jenis kelamin menjadi *veal*, *yearling*, *young*, *young prime*, *prime*, dan *low/steer/ox* atau dapat juga berdasarkan potongan daging menjadi golongan I (has dalam, has luar dan lamosir), golongan II (tanjung, kelapa, penutup, pendasar, gandik, kijen, sampil besar dan sampil kecil) dan golongan III (sengkel, daging iga, samcan, sandung, lamur). Kadang yang bersifat sukarela ini menjadi potensi bagi produsen untuk meningkatkan harga jual produk.

Label pangan yang berisi informasi total kalori produk, total lemak, lemak jenuh, kolesterol, vitamin dan mineral tertentu serta informasi spesifik lainnya merupakan hasil dari analisis pangan dan gizi. Label ini akan berguna bagi konsumen dalam merencanakan konsumsi pangan yang



bergizi dan seimbang, menghindari kelebihan konsumsi produk yang beresiko merugikan kesehatan dan dapat menuntun konsumen untuk konsumsi produk yang dapat bermanfaat bagi kesehatan.

## 2. Keamanan Pangan

Fungsi utama dari melakukan analisis pangan dan gizi ialah menjamin keamanan (safety) baik produsen maupun konsumen. Produsen bisa langsung bangkrut jika menjual produk yang merugikan atau beracun. Pangan dikatakan tidak aman jika mengandung cemaran berupa mengandung bahan haram terutama untuk konsumen muslim (misal: babi, darah, bangkai, alkohol), mikroorganisme patogen (misal: *Listeria*, *Salmonella*), bahan kimia berbahaya (misal: pestisida, herbisida), dan cemaran fisik (misal: pecahan gelas, kayu, logam, serangga).

Diantara penggunaan analisis pangan dan gizi ialah menentukan cemaran melamin pada gandum. Melamin merupakan senyawa yang terkandung dalam pupuk kimia dan dari segi struktur mengandung unsur N (nitrogen) yang tinggi. Masalahnya ialah dalam menentukan kadar protein, biasanya berdasarkan kandungan unsur N karena unsur ini yang membedakan dari zat gizi makro lainnya (karbohidrat, lemak, air). Seseorang yang bekerja di bidang keamanan pangan mesti dapat menentukan metode yang tepat untuk memastikan gandum terbebas dari melamin

## 3. *Quality control*

Analisis pangan dan gizi dapat dipergunakan oleh perusahaan sebagai cara evaluasi kualitas produk (*quality control*). Perusahaan tentu menjamin produknya masuk dalam kategori kualitas lebih tinggi, harga lebih murah dan lebih disukai dibandingkan saingannya. Untuk itu perlu dilakukan analisa pangan sebelum, selama dan setelah produksi pangan/produk. Perusahaan tentu ingin produknya memiliki karakteristik yang standar, bayangkan saja jika anda konsumsi teh botol, hari ini warna kuning kecoklatan dan wangi, esok kehijauan dan tak beraroma tetapi pada kesempatan lain warnanya menjadi hitam dan berbau?. Apalagi perusahaan yang membuat suatu produk yang terdiri dari bahan mentah campuran. Bahan tersebut tentu

berbeda bentuk, penanganan, pengemasan dan penyimpanannya. Suatu produk yang berubah karakteristiknya selama pengemasan dapat mempengaruhi jumlah maupun kualitas produk yang dihasilkan

#### 4. Pengembangan dan Penelitian Pangan

Untuk menanggapi perubahan kesukaan konsumen atau kebutuhan pangan bergizi dan sehat, terkadang perusahaan pangan atau universitas perlu melakukan eksperimen pengembangan atau penemuan suatu produk. Contoh dari eksperimen pengembangan produk ialah penambahan pisang ambon dalam mempengaruhi karakteristik (aroma, padatan terlarut, kandungan serat, dan mineral) susu kedelai (Humayrah et al., 2006). Pembuatan keju nabati berbahan dasar kacang tunggak (Barokah et al., 2018) atau pembuatan minuman fermentasi dari bahan *indigenious* (Triana et al., 2019).

### C. Latihan

- a. Bakso disebut bakso daging jika daging menjadi setengah penyusun total adonan. Ketentuan ini memenuhi fungsi analisis pangan dan gizi yaitu..
- b. “Melamin merupakan senyawa yang terkandung dalam pupuk kimia dan dari segi struktur mengandung unsur N (nitrogen) yang tinggi. Masalahnya ialah dalam menentukan kadar protein, biasanya berdasarkan kandungan unsur N”. Untuk mengatasi hal tersebut, fungsi analisis pangan dan gizi yang tepat ialah..
- c. “Perusahaan tentu ingin produknya memiliki karakteristik yang standar, bayangkan saja jika anda konsumsi teh botol, hari ini warna kuning kecoklatan dan wangi, esok kehijauan dan tak beraroma tetapi pada kesempatan lain warnanya menjadi hitam dan berbau?” untuk pernyataan ini fungsi analisis gizi yang diharapkan ialah..
- d. “keju nabati berbahan dasar kacang tunggak atau pembuatan minuman fermentasi dari bahan *indigenous*” merupakan peran analisis pangan dan gizi berupa..

**D. Kunci Jawaban**

- a. Memenuhi peraturan dan perundang-undangan pemerintah
- b. Sebagai alat untuk menjamin *food safety*
- c. Sebagai *quality control*
- d. Pengembangan produk





## E. Daftar Pustaka

Barokah, Y., Angkasa, D., & Melani, V. (2018). Evaluasi Sifat Fisika Kimia dan Nilai Gizi Keju

Berbahan Dasar Kacang Tunggak dengan Bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dan

*Streptococcus thermophilus* sebagai keju Nabati Rendah Lemak. *Jurnal Gizi*, 7(2).

Greenfield, H., & Southgate, D. A. (2003). *Food composition data: Production, management, and use*. Food & Agriculture Org.

Humayrah, W., Yulianasari, A. I., Rahmawati, S., Karlina, L., & Angkasa, D. (2006). *Peningkatan*

*Mutu Susu Kedelai dengan Fortifikasi Kalium yang Berasal dari Pisang (Ultra Soy*

*Banana)*. IPB Universtity. <https://azrefs.org/perguruan-tinggi.html?page=6>

Triana, R., Angkasa, D., & Fadhillah, R. (2019). Nilai Gizi dan Sifat Organoleptik Yoghurt dari

Rasio Tepung Tulang Ikan Nila (*Oreochromis sp*) dan Kacang Hitam (*Phaseolus*

*vulgaris* 'Black turtle). *Jurnal Gizi*, 8(1).

## KARAKTERISTIK PANGAN YANG DIANALISIS

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan mahasiswa mampu :

- a. Pembaca dapat menjelaskan karakteristik struktur, fisik-kimia dalam analisis pangan
- b. Pembaca dapat menjelaskan karakteristik komposisi gizi dalam analisis pangan
- c. Pembaca dapat menjelaskan karakteristik sensori dalam analisis pangan

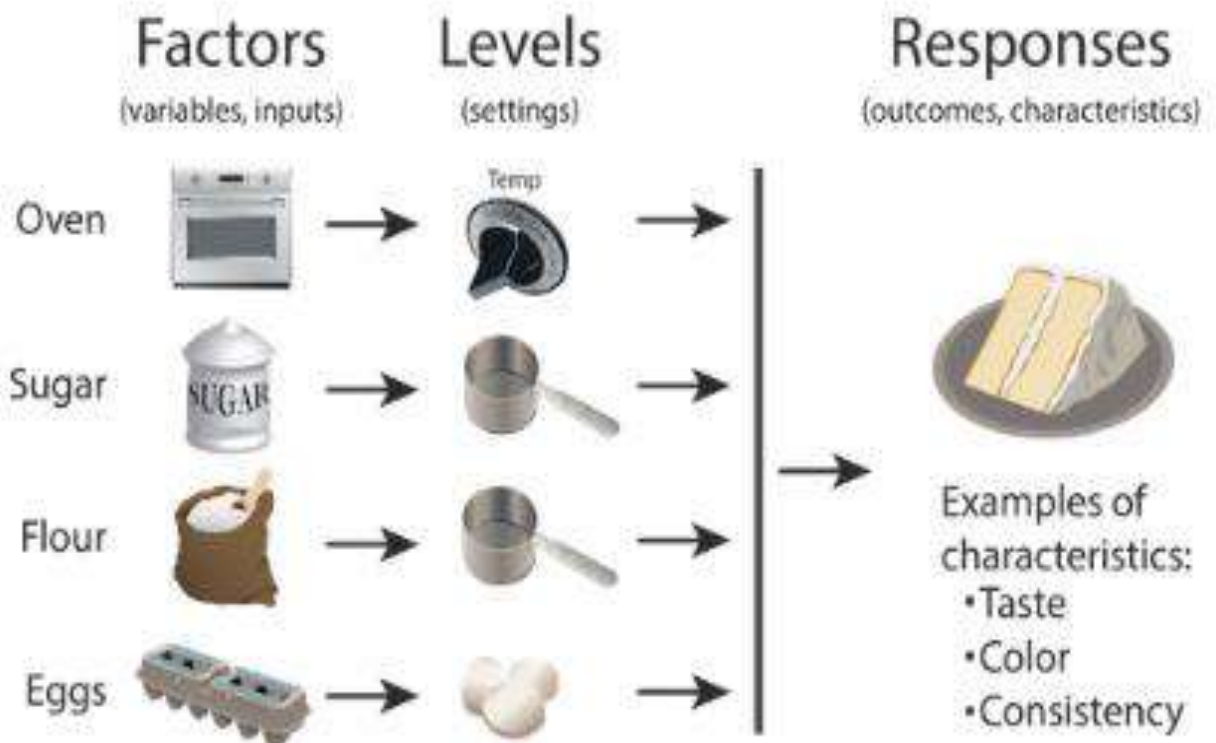
### B. Uraian dan Contoh

Pengembangan produk pangan dapat dilakukan dengan dianalisis dari aspek struktur, fisiko-kimia, komposisi gizi, dan sensori. Misalnya studi Kurniaty dkk menghasilkan produk *fish stick* yang dirancang untuk anak sekolah (Kurniaty et al., 2018). *Fish stick* yang dibuat dinilai dari perbedaan komposisi gizi dan sifat sensorinya dari perlakuan tepung ikan teri, isolate protein kedelai dan kacang bogor. Hasilnya ditemukan formulai dengan klaim tinggi protein dan sumber kalsium.

Ikan teri dan isolate protein kedelai dan kacang bogor sama-sama berkontribusi pada kandungan protein Fish Stick karena mereka merupakan sumber protein. Jadi jika kita 'menambahkan' suatu pangan kaya zat gizi X maka produk yang dibuat tentu akan bertambah zat gizi X. Tetapi jangan lupa pangan juga memberikan efek terhadap aspek lainnya. Misalnya saja hasil karya penulis dkk dalam membuat bakpao dengan substitusi tepung singkong termodifikasi (*Modified Cassava Flour* atau dikenal sebagai MOCAF), jika dibandingkan dengan bakpao resep standar (100% tepung terigu) dengan bakpao dengan substitusi MOCAF 30% (tepung terigu 70%), maka ukuran/volume bakpao menjadi semakin kecil/bantet. Tepung MOCAF sendiri sebagai sumber karbohidrat dan rendah protein (dibandingkan tepung terigu) dapat menghasilkan bakpao yang lebih rendah proteinnya tetapi dengan kadar karbohidrat yang serupa (Dewi et al., 2010).

Perlakuan/modifikasi dalam pengembangan produk secara umum dapat dilakukan pada bahan, proses dan paska produksi. Penelitian yang memodifikasi bahan yang pernah penulis dan kawan-kawan kerjakan diantaranya ialah pembuatan susu kedelai dengan pisang ambon (Humayrah et al., 2006), bakpao dengan tepung MOCAF (Dewi et al., 2010), keju dari kacang tunggak (Barokah et al., 2018), yoghurt dari kacang hitam dan tulang ikan (Triana et al., 2019), dan cemilan dari ikan teri dan kacang bogor (Kurniaty et al., 2018). Modifikasi proses dapat dilakukan misalnya dengan bahan yang sama tetapi dengan waktu pemanggangan yang berbeda pada pembuatan kue, waktu inkubasi yang berbeda pada pembuatan susu fermentasi, yoghurt dan sebagainya. Paska produksi biasanya berkaitan dengan cara penyimpanan dilihat dari tempat penyimpanan seperti suhu ruang, suhu lemari pendingin dan *freezer*. Selain itu berkaitan dengan pengemasan dan sebagainya. Biasanya penelitian menggabungkan modifikasi bahan dan proses untuk mendapatkan produk yang lebih baik.

Berikut ilustrasi mudah dalam pengembangan produk. Kita melihat kata faktor, *level* (taraf) dan *response*. *Response* ialah aspek yang akan dinilai seperti nilai gizi, sifat fisik dan sensori (rasa, aroma, warna) dan sebagainya. Faktor merupakan perlakuan bisa dari bahan maupun proses. Pada Gambar 1 terlihat perlakuan dengan suhu oven, lalu yang dimaksud dengan level ialah perbedaan suhu ovennya misalnya pada suhu 100 C, 120 C dan 150 C sehingga perlakuan oven ini dilakukan dengan 3 level. Begitu juga dengan gula, gula sebagai faktor/perlakuan dan taraf/levelnya bisa bermacam seperti 10 gram, 20 gram, 30 gram dan 40 gram sehingga perlakuan gula ini disebut memiliki 4 taraf/level. Terkait faktor dan level akan lebih dijelaskan pada modul rancangan penelitian produk pangan. Modul ini akan membahas mengenai response apa saja yang biasanya diteliti terutama untuk level sarjana.



Sumber: <https://www.moresteam.com/toolbox/design-of-experiments.cfm>

Gambar 1.1 Contoh perlakuan dan karakteristik pangan yang dianalisis

### 1. Karakteristik Stuktur dan Fisika-Kimia Pangan

Dua produk yang sama komposisinya dapat berbeda kualitasnya jika memiliki struktur (bentuk) yang berbeda. Misalnya, es krim yang baru saja diambil dari kulkas akan diterima dengan baik karena memiliki penampilan dan rasa yang enak. Ada perubahan penerimaan es krim jika es krim tersebut dibiarkan meleleh lalu dimasukkan kulkas kemudian disajikan. Komposisi gizinya tidak berubah tetapi karena kristal es dan lemak mencair maka penerimaan menjadi berbeda. Ini diantara contoh yang menunjukkan bahwa struktur pangan akan mempengaruhi kualitas produk. Contoh lainnya, terjadinya perubahan struktur dari putih telur mentah menjadi matang. Putih telur yang cair akan berubah menjadi padat seperti gel pada suhu tertentu. Komposisi zat gizi telur tersebut tidak banyak berubah tetapi karena ada denaturasi protein dan terjadinya gelasi maka penerimaan telur menjadi meningkat.



Struktur pangan dapat dinilai dari beberapa level yaitu struktur molekul, struktur mikroskopik dan makroskopik. Struktur molekul dengan ukuran 1-100 nm akan berkaitan dengan karakteristik fisika-kimia pangan. Kandungan karbohidrat (metode *by different*) suatu pangan dapat memberikan hasil *underestimate* jika terjadi dekomposisi lemak saat penentuan kadar air pangan. Struktur mikroskopik hanya dapat diamati dengan mikroskop. Struktur Kristal es pada es krim, butiran emulsi atau kantung udara pada kerupuk adalah contoh struktur ini. Pada struktur makro, dapat dilihat dengan mata telanjang, misalnya butiran gula dan gelembung udara pada es. Kesemua struktur ini akan berkaitan dengan karakteristik pangan yaitu tekstur, penampakan, kestabilan dan rasa. Terkait sifat fisik dan kimia, seperti sudah disinggung pada contoh pembuatan bakpao dengan tepung mocaf (Dewi et al., 2010) bahwa penggunaan bahan pangan tertentu memberikan dampak pada produk yang terbentuk dari segi fisik. Gambar 2 memperlihatkan dengan jelas perbedaan ukuran pengembangan roti (belum dipublikasikan). Ukuran fisik yang dapat dilihat ialah rendement/hasil jadi pangan, panjang, lebar, volume, berat jenis, pengamatan jaringan pada potongan, kelarutan, daya serap, kekentalan/viskositas pada *yoghurt*, waktu lumer (es krim) dan sebagainya.



Gambar 2. Roti dengan substitusi tepung ampas kelapa dan tepung kedelai



Selain itu ada lagi keasaman (pH), rheologi, sifat optik, kestabilan dan *flavor* pangan adalah diantara karakteristik yang banyak dibahas dalam mempelajari pangan. Karakter ini akan menentukan penerimaan konsumen, sifat sensori, cara produksi, penyimpanan dan konsumsi suatu pangan. Es krim dengan butir halus dibandingkan dengan butir kasar akan memiliki perbedaan penerimaan konsumen, begitu juga cara produksi dan penyimpanannya.

#### *Keasaman produk*

Keasaman produk biasanya diamati pada produk yang menggunakan asam ataupun hasil aktivitas biologi seperti pada produk susu fermentasi dan yoghurt. Keasaman diukur dengan pH meter.

#### *Sifat optik*

Sifat optik ditentukan dengan melihat interaksi pangan dengan radiasi elektromagnetik pada spektrum cahaya tampak. Cahaya yang diserap, disebar, ditransmisi dan dipantulkan dapat membedakan satu pangan dengan pangan lain. Misalnya susu *full cream* memiliki tampilan yang lebih putih dibandingkan susu skim. Hal ini disebabkan molekul lemak pada susu full cream lebih banyak menyebarkan fraksi cahaya.

#### *Sifat reologi (rheological properties)*

Sifat reologi makanan ditentukan oleh cara makanan berubah bentuk atau cara makanan mengalir, sebagai respon terhadap beberapa gaya yang diterapkan. Misalnya, margarin harus dioleskan saat keluar dari lemari pendingin, tetapi tidak boleh terlalu lembut sehingga bisa 'robok' karena beratnya sendiri saat dibiarkan di atas meja.

#### *Food stability*

Stabilitas makanan adalah ukuran kemampuannya untuk menahan perubahan sifat-sifatnya dari waktu ke waktu. Perubahan ini mungkin berasal dari bahan kimia, fisik, atau biologis. Stabilitas kimia mengacu pada perubahan jenis molekul yang ada dalam makanan seiring waktu karena reaksi kimia atau biokimia, misalnya ketengikan lemak atau

pencoklatan non-enzimatis. Stabilitas fisik mengacu pada perubahan distribusi spasial molekul yang ada dalam makanan seiring waktu karena pergerakan molekul dari satu lokasi lain, misalnya tetesan krim dalam susu. Stabilitas biologis mengacu pada perubahan jumlah mikroorganisme yang ada dalam makanan seiring waktu, misalnya pertumbuhan bakteri atau jamur.

### *Flavor*

Rasa suatu makanan ditentukan oleh cara molekul tertentu dalam makanan berinteraksi dengan reseptor di mulut (rasa) dan hidung (bau) manusia. Rasa yang dirasakan dari suatu produk makanan bergantung pada jenis dan konsentrasi unsur rasa di dalamnya, sifat matriks makanan, serta seberapa cepat molekul rasa dapat berpindah dari makanan ke sensor di mulut dan hidung. Secara analitis, rasa suatu makanan sering kali dicirikan dengan mengukur konsentrasi, jenis, dan pelepasan molekul rasa di dalam makanan atau di headspace di atas makanan. Oleh karena itu, makanan harus dirancang dengan hati-hati agar memiliki sifat fisikokimia yang diperlukan dalam rentang kondisi lingkungan yang akan mereka alami selama pemrosesan, penyimpanan, dan konsumsi, misalnya variasi suhu atau tekanan mekanis. Akibatnya, teknik analisis diperlukan untuk menguji makanan guna memastikan bahwa makanan tersebut memiliki sifat fisikokimia yang sesuai.

## **2. Karakteristik Komposisi Pangan dan Gizi**

Komposisi pangan akan berkaitan juga dengan keamanan, kadar gizi, sifat fisika kimia, kualitas produk dan sifat sensorinya. Pangan yang tinggi air akan beresiko mudah rusak, kandungan gizi yang rendah dan kualitas produk yang mudah turun. Sifat sensorinya juga mudah berubah seiring berkurang/menyusutnya kadar air. Hal ini terjadi pada buah-buahan seperti semangka, *strawberry*, atau pun susu. Buah-buahan yang dikeringkan airnya, dapat meningkat konsentrasi total padatan dan zat gizinya, kualitas dan daya simpannya.

Komposisi pangan ini dapat dianalisis dengan beberapa cara tergantung tipe prosedur analitik yang digunakan atau tergantung tujuan analisis. Prosedur dapat dispesifikkan untuk analisis unsur tertentu (misal: C, H, O, N, S, Na, dsb), molekul tertentu (misal: air, sukrosa/gula), tipe molekul (misal: lemak, protein, karbohidrat, serat dan mineral), atau apakah suatu pangan mengandung bahan tertentu (misal: kacang, gandum, susu). Komposisi ini perlu disampaikan dalam label pangan agar konsumen mengetahui kandungan pangan. Misal informasi adanya kandungan kacang (walau sedikit) bermanfaat bagi seorang anak yang alergi kacang.

### **3. Karakteristik Sensori**

Pada akhirnya, kualitas dan keinginan suatu produk makanan ditentukan oleh interaksinya dengan organ sensorik manusia, misalnya penglihatan, rasa, penciuman, perasaan dan pendengaran. Untuk alasan ini sifat sensorik dari makanan baru atau yang lebih baik biasanya diuji oleh manusia untuk memastikan bahwa makanan tersebut memiliki sifat yang dapat diterima dan diinginkan sebelum diluncurkan ke pasar. Meski begitu, persepsi individu tentang atribut sensorik seringkali cukup subjektif, dipengaruhi oleh faktor-faktor seperti tren saat ini, pendidikan gizi, iklim, usia, kesehatan, dan pola sosial, budaya dan agama. Untuk meminimalkan efek dari faktor-faktor tersebut sejumlah prosedur telah dikembangkan untuk memperoleh informasi yang relevan secara statistik.

Misalnya, makanan sering kali diuji pada kelompok besar konsumen yang tidak terlatih secara statistik untuk menentukan reaksi mereka terhadap produk baru atau yang lebih baik sebelum pemasaran skala penuh atau pengembangan lebih lanjut. Alternatifnya, individu yang dipilih dapat dilatih sehingga mereka dapat mendeteksi perbedaan kecil dalam kualitas spesifik produk makanan tertentu, misalnya, rasa mint dari permen karet. Meskipun analisis sensorik sering kali merupakan tes terakhir untuk penerimaan atau penolakan produk makanan tertentu,

ada sejumlah kelemahan: memakan waktu dan mahal untuk dilakukan, pengujian tidak objektif, tidak dapat digunakan pada bahan yang mengandung racun. atau racun, dan tidak dapat digunakan untuk memberikan informasi tentang keamanan, komposisi, atau nilai gizi suatu makanan. Untuk alasan ini, uji analitik objektif, yang dapat dilakukan di laboratorium dengan menggunakan peralatan dan prosedur standar, sering kali lebih disukai untuk menguji properti produk makanan yang terkait dengan atribut sensorik tertentu. Untuk alasan ini, banyak upaya telah dilakukan untuk menghubungkan atribut sensorik (seperti kekenyalan, kelembutan, atau kelengketan) dengan kuantitas yang dapat diukur menggunakan teknik analitis objektif, dengan berbagai tingkat keberhasilan



### C. Latihan

- a. Suatu produk dengan adonan standar menghasilkan 40 buah sedangkan dengan resep modifikasi dihasilkan 45 buah dengan berat lebih ringan. Karakteristik yang terlihat jelas pada kondisi tersebut ialah..
- b. Suatu produk fermentasi dibuat dengan kultur bakteri yang sama, tetapi waktu inkubasi yang berbeda yaitu 30, 45, 60, 90 menit. Apa perlakuan dan berapa taraf perlakuan?
- c. “margarin harus dioleskan saat keluar dari lemari pendingin, tetapi tidak boleh terlalu lembut’. Sifat yang cocok dengan keadaan tersebut?



#### **D. Kunci Jawaban**

- a. Karakteristik fisik
- b. Waktu inkubasi, 4 taraf
- c. Rheologi



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

- Barokah, Y., Angkasa, D., & Melani, V. (2018). Evaluasi Sifat Fisika Kimia dan Nilai Gizi Keju Berbahan Dasar Kacang Tunggak dengan Bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dan *Streptococcus thermophilus* sebagai keju Nabati Rendah Lemak. *Jurnal Gizi*, 7(2).
- Dewi, A. H., W, N. P., Angkasa, D., Wulandari, W., & Permatasari, I. I. (2010). *Cassava Vruitpao sebagai Camilan Sehat Berbasis Pangan Lokal dalam Mendukung Upaya Kampanye Konsumsi Sayur dan Buah*. IPB University.
- Humayrah, W., Yulianasari, A. I., Rahmawati, S., Karlina, L., & Angkasa, D. (2006). *Peningkatan Mutu Susu Kedelai dengan Fortifikasi Kalium yang Berasal dari Pisang (Ultra Soy Banana)*. IPB University. <https://azrefs.org/perguruan-tinggi.html?page=6>
- Kurniaty, W., Angkasa, D., & Fadhillah, R. (2018). Development of a Protein-and Calcium-Rich Snack Food Made From a Local Anchovy (*Stolephorus spp*) Flour, Soy Protein Isolate and Bambara Groundnut (*Vigna subterranea*) Flour. *Nutrition and Food Sciences Research*, 5(4), 23–30.
- Triana, R., Angkasa, D., & Fadhillah, R. (2019). Nilai Gizi dan Sifat Organoleptik Yoghurt dari Rasio Tepung Tulang Ikan Nila (*Oreochromis sp*) dan Kacang Hitam (*Phaseolus vulgaris* 'Black turtle). *Jurnal Gizi*, 8(1).



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 2  
Rancangan dan Eksperimen Pangan**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

# Rancangan dan Eksperimen Pangan

## A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan mahasiswa mampu :

1. Pembaca dapat mengetahui contoh dan rujukan penelitian analisis pangan
2. Pembaca dapat menjelaskan rancangan sederhana dalam eksperimen pangan
3. Pembaca dapat menjelaskan jenis penelitian pangan

## B. Uraian dan Contoh

### 1. Rujukan dan Contoh Penelitian Analisis Pangan

Banyak rujukan penelitian analisis pangan yang tersedia tetapi yang memiliki kualitas yang baik dalam artian dirancang dan berkontribusi pada pengembangan *body of knowledge* tersedia pada jurnal bereputasi. Kembali mengulas yang ada di modul 1, penelitian pangan diperlukan untuk menanggapi perubahan kesukaan konsumen atau kebutuhan pangan bergizi dan sehat, terkadang perusahaan pangan atau universitas perlu melakukan eksperimen pengembangan atau penemuan suatu produk. Contoh dari eksperimen pengembangan produk ialah penambahan pisang ambon dalam mempengaruhi karakteristik (aroma, padatan terlarut, kandungan serat, dan mineral) susu kedelai (Humayrah et al., 2006). Pembuatan keju nabati berbahan dasar kacang tunggak (Barokah et al., 2018) atau pembuatan minuman fermentasi dari bahan *indigenious*(Triana et al., 2019).

### 2. Rancangan Penelitian Eksperimen Pangan

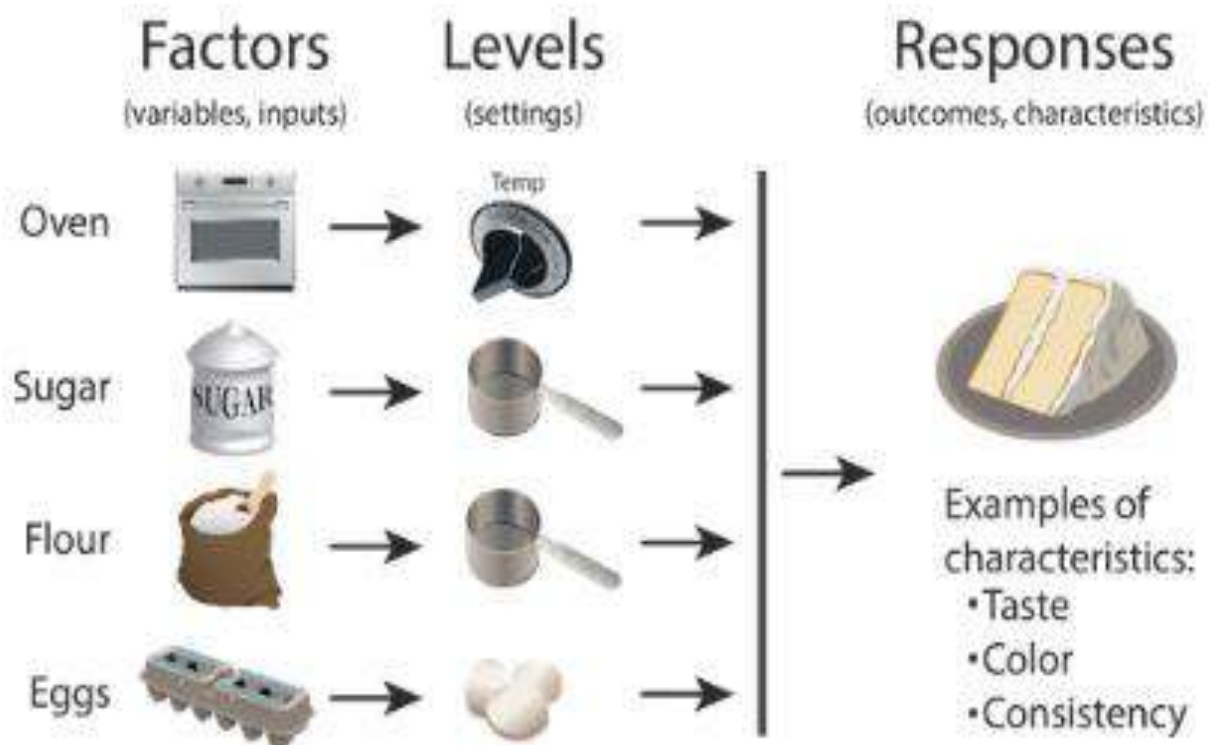
Istilah eksperimen didefinisikan sebagai prosedur sistematis yang dilakukan dalam kondisi terkontrol untuk menemukan efek yang tidak diketahui, untuk menguji atau menetapkan hipotesis, atau untuk menggambarkan efek yang diketahui. Saat menganalisis proses, eksperimen sering digunakan untuk mengevaluasi input proses mana yang memiliki dampak signifikan pada output proses, dan level target dari input tersebut untuk mencapai hasil (output) yang diinginkan. Eksperimen dapat dirancang dengan berbagai cara

untuk mengumpulkan informasi ini. Desain Eksperimen (DOE) juga disebut sebagai Eksperimen Dirancang atau Desain Eksperimental - semua istilah memiliki arti yang sama.

Desain eksperimental dapat digunakan pada untuk mengurangi biaya desain dengan mempercepat proses desain, mengurangi perubahan desain teknik yang terlambat, dan mengurangi material produk dan kerumitan tenaga kerja. Eksperimen yang dirancang juga merupakan alat yang ampuh untuk mencapai penghematan biaya produksi dengan meminimalkan variasi proses dan mengurangi pengerjaan ulang, skrap, dan kebutuhan untuk inspeksi

## 2.1 Komponen Penelitian Eksperimen

Perhatikan diagram proses memanggang kue berikut (Gambar 1). Ada tiga aspek proses yang dianalisis oleh eksperimen yang dirancang:



Sumber: <https://www.moresteam.com/toolbox/design-of-experiments.cfm>

*Faktor, atau input untuk proses.* Faktor dapat diklasifikasikan sebagai variabel terkontrol atau tidak terkontrol. Dalam hal ini, faktor-faktor yang dapat dikontrol adalah bahan untuk kue dan



oven tempat kue tersebut dipanggang. Variabel-variabel yang dapat dikontrol akan disebut di seluruh bahan sebagai faktor. Perhatikan bahwa daftar bahan-bahan dipersingkat untuk contoh ini - mungkin ada banyak bahan lain yang memiliki pengaruh signifikan pada hasil akhirnya (minyak, air, penyedap, dll). Demikian juga, mungkin ada jenis faktor lain, seperti metode atau alat pencampuran, urutan pencampuran, atau bahkan orang yang terlibat. Orang biasanya dianggap sebagai Faktor Kebisingan (lihat glosarium) - faktor tak terkendali yang menyebabkan variabilitas dalam kondisi pengoperasian normal, tetapi kami dapat mengontrolnya selama percobaan menggunakan pemblokiran dan pengacakan.

*Tingkatan, atau setting* dari setiap faktor dalam penelitian. Contohnya termasuk pengaturan suhu oven dan jumlah tertentu dari gula, tepung, dan telur yang dipilih untuk evaluasi.

*Respon, atau keluaran percobaan.* Dalam hal memanggang kue, rasa, konsistensi, dan penampilan kue merupakan hasil yang dapat diukur yang berpotensi dipengaruhi oleh faktor dan levelnya masing-masing. Para pelaku eksperimen sering kali ingin menghindari pengoptimalan proses untuk satu respons dengan mengorbankan respons lain. Untuk alasan ini, hasil penting diukur dan dianalisis untuk menentukan faktor dan pengaturannya yang akan memberikan hasil keseluruhan terbaik untuk karakteristik kritis hingga kualitas - baik variabel terukur maupun atribut yang dapat dinilai.

### 3. Tujuan Rancangan Eksperimen

Eksperimen yang dirancang memiliki banyak kegunaan potensial dalam meningkatkan proses dan produk, termasuk:

*Membandingkan Alternatif.* Dalam kasus contoh pembuatan kue kami, kami mungkin ingin membandingkan hasil dari dua jenis tepung yang berbeda. Jika ternyata tepung dari vendor yang berbeda tidak signifikan, kami dapat memilih vendor dengan biaya terendah. Jika tepung banyak, maka kami akan memilih tepung terbaik. Eksperimen harus memungkinkan kami membuat keputusan yang tepat yang mengevaluasi kualitas dan biaya.

Mengidentifikasi Input Signifikan (Faktor) yang Mempengaruhi Output (Respon) - memisahkan beberapa yang penting dari yang sepele. Kita mungkin mengajukan pertanyaan: "Apa faktor penting selain tepung, telur, gula, dan kue?"

*Mencapai Hasil Proses yang Optimal (Respon).* "Apa saja faktor yang diperlukan, dan apa saja tingkat faktor tersebut, untuk mencapai rasa dan konsistensi yang tepat dari kue coklat Ibu?"

Mengurangi Variabilitas. "Bisakah resepnya diubah sehingga kemungkinan besar hasilnya selalu sama?"

*Meminimalkan, Memaksimalkan, atau Menargetkan Output (Respon).* "Bagaimana kue bisa dibuat lembab mungkin tanpa hancur?"

*Meningkatkan proses atau produk "Kekokohan"* - kesesuaian untuk digunakan dalam berbagai kondisi. "Bisakah faktor dan levelnya (resep) dimodifikasi sehingga kue akan keluar hampir sama tidak peduli jenis oven apa yang digunakan?"

*Menyeimbangkan Pengorbanan/biaya ketika ada beberapa Karakteristik Kritis hingga Kualitas (CTQC) yang memerlukan pengoptimalan.* "Bagaimana Anda menghasilkan kue dengan rasa terbaik dengan resep paling sederhana (jumlah bahan paling sedikit) dan waktu memanggang paling singkat?"

#### 4. Panduan Eksperimen yang baik

Rancangan percobaan menjawab pertanyaan yang diuraikan di atas dengan menetapkan hal-hal berikut:

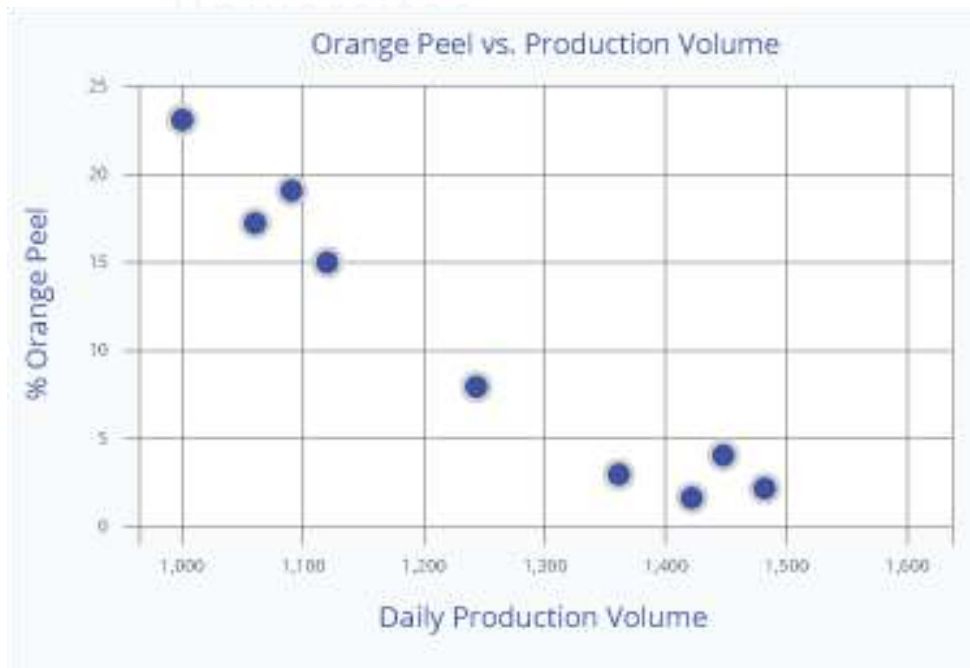
- Faktor-faktor yang akan diuji.
- Tingkat faktor-faktor tersebut.
- Struktur dan tata letak proses atau kondisi eksperimental.

Eksperimen yang dirancang dengan baik sesederhana mungkin - memperoleh informasi yang diperlukan dengan biaya yang efektif dan dapat direproduksi.

Saat merancang eksperimen, perhatikan empat potensi jebakan yang dapat menimbulkan kesulitan eksperimental:

- a) Selain kesalahan pengukuran (dijelaskan di atas), sumber kesalahan lain, atau variasi yang tidak dapat dijelaskan, dapat mengaburkan hasil. Perhatikan bahwa istilah "Error" bukanlah sinonim dengan "mistake" walau terjemahannya keduanya ialah kesalahan. Error mengacu pada semua variasi yang tidak dapat dijelaskan baik dalam eksperimen yang dijalankan atau di antara eksperimen yang dijalankan dan terkait dengan perubahan setelan level. Eksperimen yang dirancang dengan benar dapat mengidentifikasi dan mengukur sumber kesalahan.
- b) Faktor tak terkendali yang menyebabkan variasi dalam kondisi operasi normal disebut sebagai "Faktor Kebisingan". Faktor-faktor ini, seperti beberapa mesin, banyak shift, bahan mentah, kelembaban, dll., Dapat dimasukkan ke dalam eksperimen sehingga variasinya tidak disatukan menjadi kesalahan eksperimen yang tidak dapat dijelaskan. Kekuatan utama dari Eksperimen yang Dirancang adalah kemampuan untuk menentukan faktor dan pengaturan yang meminimalkan efek dari faktor-faktor yang tidak dapat dikendalikan.
- c) Korelasi sering kali disalahartikan sebagai sebab akibat. Dua faktor yang berbeda bersama-sama mungkin sangat berkorelasi tanpa yang satu menyebabkan yang lain - keduanya mungkin disebabkan oleh faktor ketiga. Perhatikan contoh operasi enameling porselen yang membuat bak mandi. Manajer memperhatikan bahwa ada masalah intermiten dengan "kulit jeruk"

- permukaan email yang kasar dan tidak dapat diterima. Manajer juga memperhatikan bahwa kulit jeruk lebih buruk pada hari-hari dengan tingkat produksi yang rendah. Plot kulit jeruk vs. volume produksi di bawah ini (Gambar 2) menggambarkan korelasi:



Jika data dianalisis tanpa pengetahuan tentang operasi tersebut, kesimpulan yang salah dapat dicapai bahwa tingkat produksi yang rendah menyebabkan kulit jeruk. Faktanya, tingkat produksi yang rendah dan kulit jeruk disebabkan oleh ketidakhadiran yang berlebihan - ketika operator bilik penyemprot diganti oleh karyawan yang kurang terampil. Contoh ini menyoroti pentingnya faktor dalam pengetahuan operasional saat merancang eksperimen

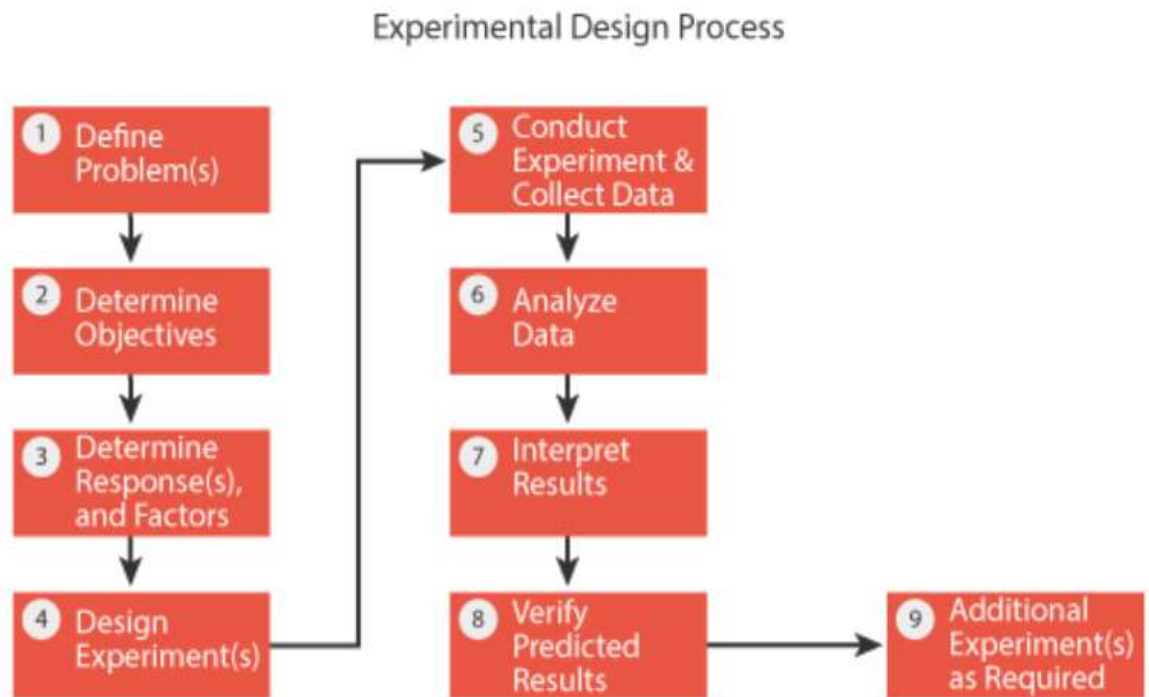
- d) Efek gabungan atau interaksi antara faktor-faktor menuntut pemikiran yang cermat sebelum melakukan percobaan. Misalnya, pertimbangkan percobaan menanam tanaman dengan dua masukan: air dan pupuk. Jumlah air yang meningkat dapat meningkatkan pertumbuhan, tetapi ada titik di mana tambahan air menyebabkan pembusukan akar dan memiliki dampak yang merugikan. Demikian pula halnya dengan pemberian pupuk tambahan yang berdampak menguntungkan hingga terlalu banyak pupuk yang membakar akar. Yang memperparah kerumitan efek utama ini, terdapat juga efek interaktif - terlalu banyak air dapat meniadakan manfaat pupuk dengan cara membilasnya. Faktor dapat menghasilkan efek non-linier yang bukan aditif, tetapi ini hanya dapat dipelajari dengan eksperimen yang lebih kompleks



yang melibatkan lebih dari 2 setelan level. Dua tingkat didefinisikan sebagai linier (dua titik menentukan garis), tiga tingkat didefinisikan sebagai kuadrat (tiga titik menentukan kurva), empat tingkat didefinisikan sebagai kubik, dan seterusnya.

## 5. Proses Eksperimen

Diagram alir di bawah ini (Gambar 3) menggambarkan proses desain eksperimen:



## 6. Eksperimen dengan Satu Faktor

Salah satu jenis eksperimen yang paling umum adalah perbandingan dua metode proses, atau dua metode perawatan. Ada beberapa cara untuk menganalisis percobaan semacam itu tergantung pada informasi yang tersedia dari populasi serta sampelnya. Salah satu metode paling mudah untuk mengevaluasi metode proses baru adalah dengan memplot hasil dan membandingkannya dengan batas kontrol yang ditetapkan.

Kemudian terapkan aturan standar untuk mengevaluasi kondisi di luar kendali untuk melihat apakah prosesnya telah bergeser. Anda mungkin perlu mengumpulkan beberapa subgrup data untuk membuat keputusan, meskipun satu subkelompok bisa berada di luar batas kendali yang ada.



Sebuah alternatif untuk pendekatan peta kendali adalah dengan menggunakan uji-F (rasio-F) untuk membandingkan cara pengobatan alternatif. Ini dilakukan secara otomatis oleh fungsi ANOVA (Analysis of Variance) dari perangkat lunak statistik, tetapi kami akan mengilustrasikan penghitungannya menggunakan contoh berikut: Seorang komuter ingin mencari rute pulang kerja yang lebih cepat. Ada dua alternatif untuk melewati kemacetan lalu lintas. Komuter menghitung waktu perjalanan pulang selama satu setengah bulan, mencatat sepuluh titik data untuk setiap alternatif.

Data ditampilkan di bawah ini bersama dengan mean untuk setiap rute (perawatan), dan varians untuk setiap rute:

	Treatment			Variance	Mean
	A Usual Route	B Alternate	C Alternate		
<b>Time</b> (in minutes)	27.0	26.0	29.5		
	31.0	33.0	25.0		
	28.5	26.5	28.5		
	26.0	27.5	25.5		
	27.5	29.0	24.0		
	29.0	27.5	27.5		
	33.0	26.5	28.0		
	35.0	27.0	26.0		
	28.0	28.0	25.5		
	29.0	32.0	26.5		
<b>Mean (<math>\bar{Y}</math>)</b>	29.4	28.3	26.6	1.99	
<b>Variance (<math>s^2</math>)</b>	7.9	5.7	3.0		5.51

Seperti yang ditunjukkan pada tabel di atas, kedua rute baru pulang (B&C) tampaknya lebih cepat daripada rute A. Untuk menentukan apakah perbedaan sarana pengobatan karena kebetulan acak atau proses yang berbeda secara statistik signifikan, uji F ANOVA adalah dilakukan.

Analisis uji-F adalah dasar untuk evaluasi model dari eksperimen faktor tunggal dan multi-faktor. Analisis ini biasanya dikeluarkan sebagai tabel ANOVA oleh perangkat lunak analisis statistik, seperti yang digambarkan oleh tabel di bawah ini:

## ANOVA Table

	DF	Sum Sq	Mean Sq	F value	p-value	F-Critical
Routes	2	39.8	19.9	3.6085	0.0408	3.3541
Residuals	27	148.9	5.5148	NA	NA	NA
Total	29	188.7	NA	NA	NA	NA

Output terpenting dari tabel adalah rasio-F (3,61). Rasio-F setara dengan Mean Square (variasi) antara kelompok (perlakuan, atau rute pulang dalam contoh kami) sebesar 19,9 dibagi dengan kesalahan Kuadrat Rata-rata dalam kelompok (variasi dalam sampel rute yang diberikan) sebesar 5,51.

Model F-rasio 3,61 menyiratkan model itu signifikan. Nilai-p ('Probabilitas melebihi rasio-F yang diamati dengan asumsi tidak ada perbedaan yang signifikan di antara rata-rata') sebesar 0,0408 menunjukkan bahwa hanya ada probabilitas 4,08% bahwa Model F-ratio sebesar ini bisa terjadi karena adanya noise (random chance). Dengan kata lain, ketiga rute tersebut berbeda secara signifikan dalam hal waktu yang dibutuhkan untuk mencapai rumah dari tempat kerja.

## 7. Eksperimen dengan Beberapa Faktor

Eksperimen multi-faktor dirancang untuk mengevaluasi beberapa faktor yang ditetapkan di berbagai tingkat. Satu pendekatan disebut eksperimen Faktorial Lengkap, di mana setiap faktor diuji pada setiap tingkat dalam setiap kemungkinan kombinasi dengan faktor lain dan tingkatnya. Eksperimen faktorial lengkap yang mempelajari semua interaksi berpasangan dapat bersifat ekonomis dan praktis jika terdapat beberapa faktor dan hanya 2 atau 3 level per faktor. Keuntungannya adalah semua interaksi berpasangan dapat dipelajari. Namun, jumlah run meningkat secara eksponensial saat faktor tambahan ditambahkan. Eksperimen dengan banyak faktor dapat dengan cepat menjadi berat dan mahal untuk dieksekusi, seperti yang ditunjukkan oleh bagan di bawah ini:

<b>Number of Factors</b>	<b>Number of Levels per Factor</b>	<b>Number of Runs Full Factorial</b>
2	2	4
2	3	9
3	2	8
3	3	27
4	2	16
4	3	81
5	2	32
5	3	243
6	2	64
6	3	729
7	2	128
7	3	2187
8	2	256
8	3	6561

Untuk mempelajari jumlah faktor dan interaksi yang lebih tinggi, desain Faktorial pecahan dapat digunakan untuk mengurangi jumlah proses dengan mengevaluasi hanya sebagian dari semua kemungkinan kombinasi faktor. Desain ini sangat hemat biaya, tetapi studi tentang interaksi antar faktor dibatasi, sehingga tata letak eksperimental harus diputuskan sebelum eksperimen dapat dijalankan (selama fase desain eksperimen).



## **Rangkuman**

Eksperimen yang dirancang adalah alat analisis yang canggih dan kuat selama proyek. Eksperimen yang efektif dapat menyaring kebisingan dan menemukan faktor proses yang signifikan. Faktor-faktor tersebut kemudian dapat digunakan untuk mengontrol properti respons dalam suatu proses dan tim kemudian dapat merencanakan proses dengan spesifikasi yang tepat yang dibutuhkan produk atau layanan mereka.

Eksperimen yang dibangun dengan baik tidak hanya dapat menghemat waktu proyek tetapi juga memecahkan masalah kritis yang tetap tak terlihat dalam proses. Secara khusus, interaksi faktor dapat diamati dan dievaluasi. Pada akhirnya, tim akan mempelajari faktor apa yang penting dan faktor apa yang tidak.

### C. Latihan

Jika pernyataan di bawah ini benar, bubuhkan B dan sebaliknya bubuhkan S.

- a. Rancangan penelitian eksperimen juga bertujuan untuk menghemat biaya
- b. Suatu penelitian ingin menilai dampak penambahan Nigella Sativa terhadap aktivitas antioksidan. Penelitian ini hanya melibatkan satu faktor saja.
- c. Trial dalam penelitian eksperimen pun harus dirancang sedemikian rupa
- d. Kue yang dibuat dengan dua jenis tepung dan tiap tepung dirancang dari konsentrasi 0%, 5% dan seterusnya dalam kelipatan 5 hingga 30 %, memiliki 2 faktor.
- e. Kue yang dibuat dengan dua jenis tepung dan tiap tepung dirancang dari konsentrasi 0%, 5% dan seterusnya dalam kelipatan 5 hingga 30 %, memiliki 4 taraf

**D. Kunci Jawaban**

- a. B
- b. B
- c. B
- d. B
- e. S



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

Anonim. 2020. Design of Experiments (DOE). diambil dari:  
<https://www.moresteam.com/toolbox/design-of-experiments.cfm>







Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 3**

**Prinsip Sampling dalam Analisis Pangan-1**

**DISUSUN OLEH**

**Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI**

**UNIVERSITAS ESA UNGGUL**

**2020**

## Sampling Analisis Pangan

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan mahasiswa mampu :

1. Pembaca dapat menjelaskan prinsip sampling analisis pangan
2. Pembaca dapat menguraikan persiapan sampling untuk analisis yang valid
3. Pembaca dapat menjelaskan cara pelaporan hasil uji sampel

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Pengantar

Keberhasilan dalam menganalisis suatu pangan tergantung dari beberapa tahapan yaitu perencanaan, seleksi, persiapan sampel, proses analisis, analisis statistik dan pelaporan data. Diantara bagian awal perencanaan ialah seleksi sampel dan rencana sampling.

##### 1.1 Seleksi sample dan rencana sampling

Seorang analis makanan sering kali harus menentukan karakteristik bahan makanan dalam jumlah besar, seperti isi truk yang tiba di pabrik, produksi selama sehari-hari, atau produk yang disimpan di gudang. Idealnya, analis ingin menganalisis setiap bagian material untuk mendapatkan ukuran yang akurat dari properti yang diminati, tetapi dalam banyak kasus hal ini praktis tidak mungkin. Banyak teknik analisis yang menghancurkan makanan sehingga tidak ada yang tersisa untuk dijual jika semua dianalisis. Masalah lainnya adalah banyak teknik analitik yang memakan waktu, mahal atau padat karya sehingga tidak layak secara ekonomi untuk menganalisis material dalam jumlah besar. Oleh karena itu, merupakan praktik normal untuk memilih sebagian kecil dari keseluruhan materi untuk dianalisis, dan

mengasumsikan bahwa propertinya mewakili keseluruhan materi. Pemilihan fraksi yang tepat dari keseluruhan bahan adalah salah satu tahapan terpenting dari prosedur analisis makanan, dan dapat menyebabkan kesalahan besar jika tidak dilakukan dengan benar.

*Populasi, Sampel dan Sampel Laboratorium.* Lebih mudah untuk mendefinisikan beberapa istilah yang digunakan untuk mendeskripsikan karakteristik material yang propertinya akan dianalisis.

*Populasi.* Keseluruhan material yang propertinya kami coba dapatkan perkiraannya biasanya disebut sebagai populasi.

*Sampel.* Biasanya hanya sebagian kecil dari populasi yang dipilih untuk analisis, yang disebut sebagai sampel. Sampel mungkin terdiri dari satu atau lebih sub-sampel yang dipilih dari berbagai wilayah dalam populasi.

*Sampel Laboratorium.* Sampel mungkin terlalu besar untuk dianalisis dengan mudah menggunakan prosedur laboratorium sehingga hanya sebagian kecil yang benar-benar digunakan dalam analisis laboratorium akhir. Fraksi ini biasanya disebut sebagai sampel laboratorium.

*Tujuan utama pemilihan sampel* adalah untuk memastikan bahwa sifat sampel laboratorium mewakili sifat populasi, jika tidak maka akan diperoleh hasil yang salah. Pemilihan sampel dalam jumlah terbatas untuk analisis sangat bermanfaat karena memungkinkan pengurangan waktu, biaya, dan personel yang diperlukan untuk melaksanakan prosedur analisis, sambil tetap memberikan informasi yang berguna tentang sifat-sifat populasi. Namun demikian, kita harus selalu menyadari bahwa analisis terhadap

sejumlah sampel hanya dapat memberikan perkiraan nilai sebenarnya dari seluruh populasi.

*Rencana Pengambilan Sampel.* Untuk memastikan bahwa nilai taksiran yang diperoleh dari sampel laboratorium merupakan representasi yang baik dari nilai sebenarnya dari suatu populasi maka perlu disusun rencana pengambilan sampel. Rencana pengambilan sampel harus berupa dokumen yang ditulis dengan jelas yang berisi rincian tepat yang digunakan analisis untuk menentukan ukuran sampel, lokasi dari mana sampel harus dipilih, metode yang digunakan untuk mengumpulkan sampel, dan metode yang digunakan untuk mengawetkannya sebelum analisis. Ini juga harus menetapkan dokumentasi yang diperlukan dari prosedur yang dilakukan selama proses pengambilan sampel. Pilihan rencana pengambilan sampel tertentu tergantung pada tujuan analisis, properti yang akan diukur, sifat dari total populasi dan sampel individu, dan jenis teknik analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi sampel. Untuk produk dan jenis rencana pengambilan sampel populasi tertentu telah dikembangkan dan didokumentasikan oleh berbagai organisasi yang mengesahkan metode resmi, misalnya, Association of Official Analytical Chemists (AOAC). Beberapa pertimbangan terpenting saat mengembangkan atau memilih rencana pengambilan sampel yang sesuai dibahas di bawah ini.



### 1.1.1 Tujuan Analisis

Hal pertama yang harus diputuskan saat memilih rencana pengambilan sampel yang sesuai adalah tujuan analisis. Sampel dianalisis untuk sejumlah alasan berbeda dalam industri makanan dan ini memengaruhi jenis rencana pengambilan sampel yang digunakan:

*Sampel resmi.* Sampel dapat dipilih untuk persyaratan resmi atau hukum oleh laboratorium pemerintah. Sampel ini dianalisis untuk memastikan bahwa produsen menyediakan makanan aman yang memenuhi persyaratan legal dan pelabelan. Rencana pengambilan sampel dan protokol analitik yang disetujui secara resmi sering kali diperlukan untuk jenis analisis ini.

*Bahan baku.* Bahan mentah sering kali dianalisis sebelum diterima oleh pabrik, atau sebelum digunakan dalam proses produksi tertentu, untuk memastikan bahwa bahan tersebut memiliki kualitas yang sesuai.

*Sampel kontrol proses.* Makanan sering kali dianalisis selama pemrosesan untuk memastikan bahwa proses tersebut beroperasi dengan cara yang efisien. Jadi, jika masalah berkembang selama pemrosesan, hal itu dapat dengan cepat dideteksi dan prosesnya disesuaikan sehingga

properti sampel tidak terpengaruh secara merugikan. Teknik yang digunakan untuk memantau kendali proses harus mampu memberikan hasil yang presisi dalam waktu singkat.

Produsen dapat menggunakan teknik analisis yang mengukur properti makanan secara online, atau mereka dapat memilih dan mengeluarkan sampel dan mengujinya di laboratorium jaminan kualitas.

*Produk jadi.* Sampel produk akhir biasanya dipilih dan diuji untuk memastikan bahwa makanan tersebut aman, memenuhi persyaratan hukum dan pelabelan, serta memiliki kualitas yang tinggi dan konsisten. Metode yang disetujui secara resmi sering digunakan untuk menentukan label gizi.

*Penelitian dan Pengembangan.* Sampel dianalisis oleh ilmuwan makanan yang terlibat dalam penelitian fundamental atau pengembangan produk. Dalam banyak situasi, tidak perlu menggunakan rencana pengambilan sampel dalam R&D karena hanya sejumlah kecil bahan dengan sifat yang terdefinisi dengan baik yang dianalisis.

### 1.1.2 Fitur yang Diukur

Setelah alasan untuk melakukan analisis ditetapkan, perlu untuk secara jelas menentukan properti tertentu yang akan diukur, misalnya, warna, berat, keberadaan materi asing, kandungan lemak atau jumlah mikroba. Sifat makanan biasanya dapat diklasifikasikan sebagai atribut atau variabel. Atribut adalah sesuatu yang dimiliki atau tidak dimiliki oleh suatu produk, misalnya mengandung atau tidak mengandung kaca, atau rusak atau tidak rusak. Di sisi lain, variabel adalah beberapa properti yang dapat diukur dalam skala kontinu, seperti berat, kadar lemak, atau kadar air suatu bahan. Pengambilan sampel variabel biasanya membutuhkan lebih sedikit sampel daripada pengambilan sampel atribut.

Jenis properti yang diukur juga menentukan keseriusan hasil jika properti sampel laboratorium tidak mewakili populasi. Misalnya, jika properti yang diukur adalah adanya zat berbahaya (seperti bakteri, kaca, atau bahan kimia beracun), maka keseriusan hasil jika kesalahan yang dibuat dalam pengambilan sampel jauh lebih besar daripada jika properti yang diukur adalah kualitas parameter (seperti warna atau tekstur). Akibatnya, rencana pengambilan sampel harus jauh lebih teliti untuk mendeteksi zat yang berpotensi berbahaya daripada untuk menghitung parameter kualitas.

### 1.1.3 Populasi

Sangatlah penting untuk secara jelas mendefinisikan sifat populasi dari mana sampel akan dipilih saat memutuskan jenis rencana pengambilan sampel yang akan digunakan. Beberapa hal penting yang perlu dipertimbangkan tercantum di bawah ini:

Suatu populasi bisa terbatas atau tidak terbatas. Populasi terbatas adalah populasi yang memiliki ukuran tertentu, misalnya, satu truk berisi apel, satu truk tangki penuh susu, atau satu tong penuh minyak. Populasi tak terbatas adalah populasi yang tidak memiliki ukuran pasti, misalnya, ban berjalan yang beroperasi terus menerus, tempat makanan dipilih secara berkala. Analisis populasi terbatas biasanya memberikan informasi tentang sifat-sifat populasi, sedangkan analisis populasi tak terbatas biasanya memberikan informasi tentang sifat-sifat proses. Untuk memfasilitasi pengembangan rencana pengambilan sampel, biasanya lebih mudah untuk membagi populasi "tak terbatas" menjadi sejumlah populasi terbatas, misalnya, semua produk yang diproduksi oleh satu shift pekerja, atau semua sampel yang diproduksi dalam satu hari.



Suatu populasi dapat berupa kontinu atau terkotak-kotak. Populasi kontinu adalah populasi di mana tidak ada pemisahan fisik antara bagian-bagian sampel yang berbeda, misalnya, susu cair atau minyak yang disimpan di kapal tanker. Populasi yang terkotak-kotak adalah populasi yang dibagi menjadi beberapa sub-unit terpisah, misalnya, kotak keripik kentang di dalam truk, atau botol saus tomat yang bergerak di sepanjang sabuk konveyor. Jumlah dan ukuran masing-masing sub-unit menentukan pilihan rencana pengambilan sampel tertentu.

Suatu populasi bisa homogen atau heterogen. Populasi homogen adalah populasi di mana sifat sampel individu sama di setiap lokasi di dalam material (misalnya tangki minyak cair yang diaduk dengan baik), sedangkan populasi heterogen adalah populasi di mana sifat-sifat sampel individu bervariasi dengan lokasi (mis. truk penuh kentang, beberapa di antaranya tidak enak). Jika sifat suatu populasi homogen maka tidak akan ada masalah dalam memilih rencana pengambilan sampel karena setiap sampel individu akan mewakili seluruh populasi. Dalam praktiknya, sebagian besar populasi bersifat heterogen sehingga kita harus memilih dengan hati-hati sejumlah sampel individu dari lokasi yang berbeda dalam suatu populasi untuk mendapatkan indikasi sifat populasi total.

#### 1.1.4 Keadaan Prosedur Uji

Sifat prosedur yang digunakan untuk menganalisis makanan juga dapat menentukan pilihan rencana pengambilan sampel tertentu, misalnya, kecepatan, ketepatan, keakuratan, dan biaya per analisis, atau apakah teknik tersebut merusak atau tidak merusak. Jelas, akan lebih mudah untuk menganalisis properti dari banyak sampel jika teknik analisis yang digunakan mampu melakukan pengukuran yang cepat, berbiaya rendah, tidak rusak, dan akurat.

#### 1.1.5 Pengembangan Rencana Sampling

Setelah mempertimbangkan faktor-faktor di atas, seseorang harus dapat memilih atau mengembangkan rencana pengambilan sampel yang paling sesuai untuk aplikasi tertentu. Rencana pengambilan sampel yang berbeda telah dirancang untuk memperhitungkan perbedaan dalam jenis sampel dan populasi yang ditemukan, informasi yang diperlukan dan teknik analisis yang digunakan. Beberapa fitur yang biasanya ditentukan dalam rencana pengambilan sampel resmi tercantum di bawah ini.

*Ukuran sampel.* Ukuran sampel yang dipilih untuk analisis sangat bergantung pada variasi properti yang diharapkan dalam suatu populasi, keseriusan hasil jika sampel yang buruk tidak terdeteksi, biaya analisis, dan jenis teknik analisis yang digunakan. Dengan adanya informasi ini, teknik statistik sering kali dapat digunakan untuk merancang rencana pengambilan sampel yang menetapkan jumlah minimum sub-sampel yang perlu dianalisis untuk mendapatkan representasi yang akurat dari populasi. Seringkali ukuran sampel terlalu besar, sehingga proses yang dikenal sebagai pengambilan sampel sekuensial digunakan. Di sini sub-sampel yang dipilih dari populasi diperiksa secara berurutan sampai hasilnya cukup pasti dari sudut pandang statistik. Misalnya, sub-sampel dianalisis sampai rasio yang baik dan yang buruk berada dalam beberapa nilai yang ditentukan secara statistik yang memungkinkan seseorang untuk menolak atau menerima populasi dengan percaya diri.

*Lokasi sampel.* Dalam populasi yang homogen tidak masalah dari mana sampel diambil karena semua sub sampel memiliki sifat yang sama. Dalam populasi yang heterogen, lokasi dari mana sub-sampel dipilih sangatlah penting. Dalam pengambilan sampel secara acak, sub-sampel dipilih secara acak dari lokasi mana pun di dalam bahan yang diuji. Pengambilan sampel secara acak lebih disukai karena

menghindari bias manusia dalam memilih sampel dan karena memfasilitasi penerapan statistik. Dalam pengambilan sampel sistematis, sampel diambil secara sistematis dengan lokasi atau waktu, misalnya, setiap kotak ke-10 dalam truk dapat dianalisis, atau sampel dapat dipilih dari sabuk konveyor setiap 1 menit. Jenis pengambilan sampel ini sering kali mudah diterapkan, tetapi penting untuk memastikan bahwa tidak ada korelasi antara laju pengambilan sampel dan properti sub-sampel. Dalam pengambilan sampel penilaian, sub-sampel diambil dari seluruh populasi menggunakan penilaian dan pengalaman analis. Ini bisa menjadi sub-sampel yang paling mudah dijangkau, seperti kotak produk yang terdekat dengan pintu truk. Atau, orang yang memilih sub-sampel mungkin memiliki pengalaman tentang di mana sub-sampel terburuk biasanya ditemukan, misalnya, di dekat pintu gudang di mana kontrol suhu tidak begitu baik. Biasanya tidak mungkin menerapkan analisis statistik yang tepat untuk jenis pengambilan sampel ini, karena sub-sampel yang dipilih biasanya bukan representasi yang baik dari populasi.

*Pengumpulan sampel.* Pemilihan sampel dapat dilakukan secara manual oleh manusia atau dengan perangkat pengambilan sampel mekanis khusus. Pengambilan sampel manual mungkin melibatkan pengambilan sampel dari ban berjalan atau truk, atau menggunakan cangkir atau wadah



khusus untuk mengumpulkan sampel dari tangki atau karung.  
Cara pemilihan sampel biasanya ditentukan dalam rencana pengambilan sampel.

**C. Latihan**

**Perhatikan pernyataan berikut, bubuhkanlah B untuk pernyataan yang benar, sebaliknya bubuhkan S.**

- a. Sampel dan sample lab merupakan satu kesatuan
- b. Populasi finite tidak memiliki kerangka sample
- c. Dalam analisis produk pangan di pasaran, lokasi sampel yang mewakili populasi sangat perlu diperhatikan
- d. Prosedur uji dipilih sesuai tujuan analisis dan tentunya biasa dan alat
- e. Prosedur uji yang sudah merusak sampel sebelum dianalisis dapat memberikan hasil yang tidak akurat

**D. Kunci Jawaban**

- a. B
- b. S
- c. B
- d. B
- e. B



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

Julian McClements. analysis of food product. retrieved from:  
<http://people.umass.edu/~mcclemen/51Introduction.html>. Diakses November  
2017







Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 4**

**Prinsip Sampling dalam Analisis Pangan-2**

**DISUSUN OLEH**

**Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI**

**UNIVERSITAS ESA UNGGUL**

**2020**

## Sampling Analisis Pangan

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan mahasiswa mampu :

1. Pembaca dapat menjelaskan prinsip sampling analisis pangan
2. Pembaca dapat menguraikan persiapan sampling untuk analisis yang valid
3. Pembaca dapat menjelaskan cara pelaporan hasil uji sampel

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Persiapan Sample Laboratorium

Setelah kita memilih sampel yang mewakili sifat seluruh populasi, kita harus menyiapkannya untuk dianalisis di laboratorium. Penyiapan sampel untuk dianalisis harus dilakukan dengan sangat hati-hati agar dapat menghasilkan pengukuran yang akurat dan tepat.

##### 1.1 Homogenisasi Sampel

Bahan makanan dalam sampel yang dipilih dari populasi biasanya heterogen, yaitu sifatnya bervariasi dari satu lokasi ke lokasi lain. Heterogenitas sampel dapat disebabkan oleh variasi dalam properti unit yang berbeda dalam sampel (variasi antar unit) dan / atau dapat disebabkan oleh variasi dalam unit individu dalam sampel (variasi intra unit). Satuan dalam sampel dapat berupa apel, kentang, botol kecap, wadah susu, dll. Contoh variasi antar satuan adalah sekotak jeruk, ada yang berkualitas baik dan ada yang berkualitas buruk. Contoh variasi intra-unit adalah jeruk individu, yang kulitnya memiliki sifat berbeda dari dagingnya. Untuk alasan ini biasanya perlu membuat sampel homogen sebelum dianalisis, jika tidak maka akan sulit untuk memilih sampel laboratorium yang representatif dari

sampel. Sejumlah perangkat mekanis telah dikembangkan untuk homogenisasi makanan, dan jenis yang digunakan bergantung pada sifat makanan yang dianalisis (misalnya padat, semi padat, cair). Homogenisasi dapat dicapai dengan menggunakan perangkat mekanis (misalnya, penggiling, pencampur, pengiris, blender), metode enzimatik (misalnya, protease, selulase, lipase) atau metode kimia (misalnya, asam kuat, basa kuat, deterjen).

### 1.2 Pengurangan Ukuran Sampel

Setelah sampel dibuat homogen, sebagian kecil yang lebih mudah dikelola dipilih untuk analisis. Ini biasanya disebut sebagai sampel laboratorium, dan idealnya memiliki sifat yang mewakili populasi tempat sampel awalnya dipilih. Rencana pengambilan sampel sering kali menentukan metode pengurangan ukuran sampel untuk mendapatkan hasil yang andal dan berulang.

### 1.3 Pencegahan Perubahan pada Sampel

Setelah kami memilih sampel kami, kami harus memastikan bahwa sampel tersebut tidak mengalami perubahan yang signifikan pada propertinya dari saat pengambilan sampel hingga saat analisis aktual dilakukan, misalnya, perubahan enzimatik, kimiawi, mikroba, atau fisik. Ada beberapa cara untuk mencegah perubahan ini.

*Inaktivasi Enzimatis.* Banyak makanan mengandung enzim aktif, mereka dapat menyebabkan perubahan sifat makanan sebelum dianalisis, misalnya protease, selulase, lipase, dll. Jika tindakan salah satu enzim ini mengubah karakteristik senyawa yang dianalisis maka akan menyebabkan data yang salah dan karena itu harus dinonaktifkan atau dihilangkan. Pembekuan, pengeringan, perlakuan panas dan pengawet kimia (atau kombinasi) sering digunakan untuk mengontrol aktivitas enzim, dengan metode yang digunakan tergantung pada jenis makanan yang dianalisis dan tujuan analisis.

*Perlindungan Lipid.* Lipid tak jenuh dapat diubah oleh berbagai reaksi oksidasi. Paparan cahaya, suhu tinggi, oksigen atau pro-oksidan dapat meningkatkan laju reaksi ini. Akibatnya, biasanya perlu untuk menyimpan sampel yang memiliki kandungan lemak tak jenuh yang tinggi di bawah nitrogen atau beberapa gas lembam lainnya, di ruangan gelap atau botol tertutup dan dalam suhu yang didinginkan. Asalkan tidak mengganggu analisis, antioksidan dapat ditambahkan untuk memperlambat oksidasi.

*Pertumbuhan dan Kontaminasi Mikroba.* Mikroorganisme hadir secara alami di banyak makanan dan jika tidak dikontrol, mereka dapat



mengubah komposisi sampel yang akan dianalisis. Pembekuan, pengeringan, perlakuan panas, dan pengawet kimia (atau kombinasi) sering digunakan untuk mengontrol pertumbuhan mikroba dalam makanan.

*Perubahan fisik.* Sejumlah perubahan fisik dapat terjadi dalam sampel, misalnya air mungkin hilang karena penguapan atau diperoleh karena kondensasi; lemak atau es bisa meleleh atau mengkristal; sifat struktural mungkin terganggu. Perubahan fisik dapat diminimalkan dengan mengontrol suhu sampel, dan gaya yang dialaminya.

#### 1.4 Identifikasi Sampel

Sampel laboratorium harus selalu diberi label dengan hati-hati sehingga jika ada masalah yang berkembang, asalnya dapat dengan mudah diidentifikasi. Informasi yang digunakan untuk mengidentifikasi sampel meliputi: a) Deskripsi sampel, b) Waktu pengambilan sampel, c) Lokasi pengambilan sampel, d) Orang yang mengambil sampel, dan, e) Metode yang digunakan untuk memilih sampel. Analis harus selalu menyimpan buku catatan yang mendetail dengan jelas yang mendokumentasikan pemilihan sampel dan prosedur persiapan yang dilakukan serta mencatat hasil dari setiap prosedur analitis yang dilakukan pada setiap sampel. Setiap sampel harus ditandai dengan kode pada labelnya yang dapat dihubungkan dengan buku catatan. Jadi, jika ada masalah yang muncul, itu dapat dengan mudah diidentifikasi.

## 2. Analisis Data dan Pelaporannya

Analisis makanan biasanya melibatkan pembuatan sejumlah pengukuran berulang pada sampel yang sama untuk memberikan keyakinan bahwa analisis telah dilakukan dengan benar dan untuk mendapatkan estimasi terbaik dari nilai yang diukur dan indikasi statistik keandalan nilai. Berbagai teknik statistik tersedia yang memungkinkan kami memperoleh informasi tentang sampel laboratorium dari berbagai pengukuran.

### 2.1 Ukuran Kecenderungan Data

Parameter yang paling umum digunakan untuk merepresentasikan properti keseluruhan dari sejumlah pengukuran adalah mean:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

(1)

Di sini  $n$  adalah jumlah total pengukuran,  $x_i$  adalah nilai yang diukur secara individual dan merupakan nilai rata-rata.

Mean adalah estimasi eksperimental terbaik dari nilai yang dapat diperoleh dari pengukuran. Ini tidak harus sesuai dengan nilai sebenarnya dari parameter yang coba diukur. Mungkin ada beberapa bentuk kesalahan sistematis dalam metode analisis kami yang berarti bahwa nilai yang diukur tidak sama dengan nilai sebenarnya (lihat di bawah). Akurasi mengacu pada seberapa dekat nilai yang diukur

sesuai dengan nilai sebenarnya. Masalah dalam menentukan akurasi adalah nilai sebenarnya dari parameter yang diukur seringkali tidak diketahui. Namun demikian, kadang-kadang dimungkinkan untuk membeli atau menyiapkan standar yang memiliki sifat yang diketahui dan menganalisis standar ini menggunakan teknik analisis yang sama seperti yang digunakan untuk sampel makanan yang tidak diketahui. Kesalahan absolut  $E_{abs}$ , yang merupakan selisih antara nilai sebenarnya ( $x_{true}$ ) dan nilai terukur ( $x_i$ ), kemudian dapat ditentukan:  $E_{abs} = (x_i - x_{true})$ . Untuk alasan ini, instrumen analitik harus dipelihara dengan hati-hati dan sering dikalibrasi untuk memastikan bahwa mereka beroperasi dengan benar.

## 2.2 Ukuran Sebaran Data

Penyebaran data adalah ukuran seberapa dekat pengukuran berulang satu sama lain. Deviasi standar adalah ukuran penyebaran pengukuran eksperimental yang paling umum digunakan. Ini ditentukan dengan mengasumsikan bahwa pengukuran eksperimental bervariasi secara acak tentang mean, sehingga dapat direpresentasikan oleh distribusi normal. Deviasi standar SD dari serangkaian pengukuran eksperimental diberikan oleh persamaan berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

(2)

Nilai terukur dalam rentang yang ditentukan:

Mean $\pm$ SD berarti 68% nilai dalam rentang (x - SD) hingga (x + SD)

Mean $\pm$ 2SD berarti 95% nilai dalam rentang (x - 2SD) hingga (x + 2SD)

Mean $\pm$ 3SD berarti > 99% nilai dalam rentang (x - 3SD) hingga (x + 3SD)

Parameter lain yang biasa digunakan untuk memberikan indikasi penyebaran relatif data di sekitar mean adalah koefisien variasi, CV = [SD / mean] . 100%.

### 2.3 Sumber Error

Ada tiga sumber kesalahan umum dalam teknik analisis apa pun:

*Kesalahan Pribadi (Blunder)*. Hal ini terjadi jika uji analitik tidak dilakukan dengan benar: pereaksi atau peralatan kimia yang salah mungkin telah digunakan; beberapa sampel mungkin telah tumpah; volume atau massa mungkin salah terekam; dll. Sebagian karena alasan inilah pengukuran analitik harus diulang



beberapa kali dengan menggunakan sampel laboratorium yang baru disiapkan. Blunder biasanya mudah diidentifikasi dan dapat dihilangkan dengan melakukan metode analitik lagi secara lebih hati-hati.

*Kesalahan Acak.* Ini menghasilkan data yang bervariasi dengan cara yang tidak dapat direproduksi dari satu pengukuran ke pengukuran berikutnya, misalnya, kebisingan instrumen. Jenis kesalahan ini menentukan deviasi standar suatu pengukuran. Mungkin ada sejumlah sumber kesalahan acak yang berbeda dan ini bersifat akumulatif

*Kesalahan Sistematis.* Kesalahan sistematis menghasilkan hasil yang secara konsisten menyimpang dari jawaban sebenarnya dalam beberapa cara sistematis, misalnya, pengukuran mungkin selalu terlalu tinggi 10%. Jenis kesalahan ini akan terjadi jika volume pipet berbeda dari nilai yang ditentukan. Misalnya, pipet 100 cm<sup>3</sup> secara nominal dapat selalu menghasilkan 101 cm<sup>3</sup>, bukan nilai yang benar.

Untuk membuat pengukuran yang akurat dan tepat, penting saat merancang dan menyiapkan prosedur analitis untuk mengidentifikasi berbagai sumber kesalahan dan meminimalkan efeknya. Seringkali, satu langkah tertentu akan menjadi sumber kesalahan terbesar, dan peningkatan akurasi atau presisi terbaik dapat dicapai dengan meminimalkan kesalahan dalam langkah ini.

## 2.4 Sebaran Error dalam Data

Sebagian besar prosedur analitis melibatkan sejumlah langkah (mis., Penimbangan, pengukuran volume, pembacaan dial), dan akan ada kesalahan yang terkait dengan setiap langkah. Kesalahan individu ini terakumulasi untuk menentukan kesalahan keseluruhan dalam hasil akhir. Untuk kesalahan acak ada sejumlah aturan sederhana yang dapat diikuti untuk menghitung kesalahan pada hasil akhir:

Penjumlahan ( $Z = X + Y$ ) dan Pengurangan ( $Z = X - Y$ ): (3)

Perkalian ( $Z = XY$ ) dan Pembagian ( $Z = X / Y$ ): (4)

Di sini,  $\Delta X$  adalah simpangan baku dari nilai rata-rata  $X$ ,  $\Delta Y$  adalah simpangan baku dari nilai rata-rata  $Y$ , dan  $\Delta Z$  adalah simpangan baku dari nilai rata-rata  $Z$ . Aturan sederhana ini harus dipelajari dan digunakan saat menghitung kesalahan keseluruhan dalam hasil akhir.

Sebagai contoh, mari kita asumsikan bahwa kita ingin menentukan kandungan lemak suatu makanan dan sebelumnya kita telah mengukur massa lemak yang diekstraksi dari makanan (ME) dan massa awal makanan (MI):

$$ME = 3,1 \pm 0,3 \text{ g}$$

$$MI = 10,5 \pm 0,7 \text{ g}$$

$$\% \text{ Kandungan Lemak} = 100 \cdot ME / MI$$

Untuk menghitung mean dan deviasi standar dari kandungan lemak kita perlu menggunakan aturan perkalian ( $Z = X / Y$ ) yang diberikan oleh Persamaan 4. Awalnya, kita menetapkan nilai ke berbagai parameter dalam propagasi persamaan kesalahan yang sesuai:

$$X = 3,1; \Delta X = 0,3$$

$$Y = 10,5; \Delta Y = 0,7$$

$$\% \text{ Kandungan Lemak} = Z = 100 \cdot X / Y = 100 \cdot 3,1 / 10,5 = 29,5\%$$

$$\Delta Z = Z \cdot [(\Delta X / X)^2 + (\Delta Y / Y)^2] = 29,5\% \cdot [(0,3 / 3,1)^2 + (0,7 / 10,5)^2] = 3,5\%$$

Makanya, kandungan lemak makanannya adalah  $29,5 \pm 3,5\%$ . Pada kenyataannya, mungkin perlu melakukan sejumlah langkah berbeda dalam perhitungan, beberapa melibatkan penjumlahan / pengurangan dan beberapa yang melibatkan perkalian / pembagian. Saat melakukan perhitungan perkalian / pembagian, perlu dipastikan bahwa semua perhitungan penjumlahan / pengurangan yang sesuai telah diselesaikan terlebih dahulu.

## 2.5 Angka Penting dan Pembulatan

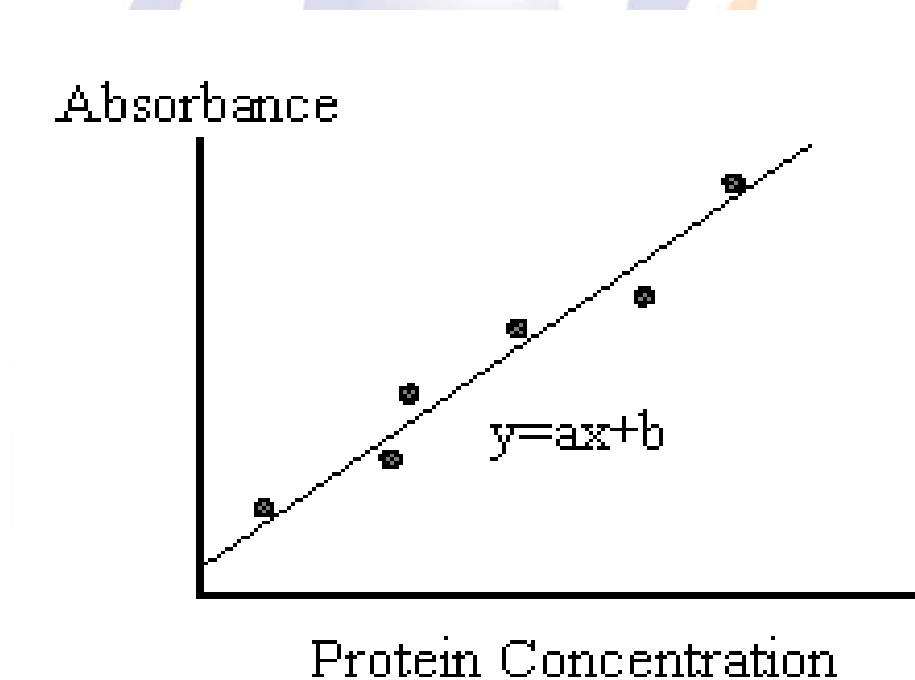
Jumlah angka penting yang digunakan dalam melaporkan hasil akhir ditentukan oleh deviasi standar pengukuran. Hasil akhir dilaporkan ke jumlah angka penting yang benar jika berisi semua angka yang diketahui benar, ditambah angka terakhir yang diketahui tidak pasti. Misalnya, nilai yang dilaporkan 12,13, berarti 12,1 diketahui benar tetapi 3 pada akhirnya tidak pasti, bisa jadi itu adalah 2 atau 4.

Untuk perkalian ( $Z = X \cdot Y$ ) dan pembagian ( $Z = X / Y$ ), angka penting pada hasil akhir ( $Z$ ) harus sama dengan angka penting dalam bilangan yang dihitung ( $X$  atau  $Y$ ) itu. memiliki angka signifikan terendah. Misalnya, 12,312 (5 angka penting)  $\times$  31,1 (3 angka penting) = 383 (3 angka penting). Untuk penjumlahan ( $Z = X + Y$ ) dan pengurangan ( $Z = X - Y$ ), angka signifikan pada hasil akhir ( $Z$ ) ditentukan oleh bilangan yang dihitung ( $X$  atau  $Y$ ) yang memiliki angka signifikan terakhir di kolom desimal tertinggi. Misalnya, 123,4567 (angka signifikan terakhir di kolom desimal "0,0001") + 0,31 (angka signifikan terakhir di kolom desimal "0,01") = 123,77 (angka signifikan terakhir di kolom desimal "0,01"). Atau, 1310 (angka signifikan terakhir di kolom desimal "10") + 12,1 (angka signifikan terakhir di kolom desimal "0,1") = 1320 (angka signifikan terakhir di kolom desimal "10").

Saat membulatkan angka: selalu membulatkan angka apa pun dengan digit terakhir kurang dari 5 ke bawah, dan 5 atau lebih ke atas, mis. 23,453 menjadi 23,45; 23,455 menjadi 23,46; 23,458 menjadi 23,46. Biasanya diinginkan untuk membawa digit ekstra sepanjang perhitungan dan kemudian membulatkan hasil akhir.

## 2.6 Kurva Standar dan Analisis Regresi

Saat melakukan prosedur analitis tertentu, perlu menyiapkan kurva standar yang digunakan untuk menentukan beberapa properti dari bahan yang tidak diketahui. Serangkaian percobaan kalibrasi dilakukan menggunakan sampel dengan properti yang diketahui dan kurva standar diplot dari data ini. Sebagai contoh, serangkaian larutan protein dengan konsentrasi protein yang diketahui dapat dibuat dan absorbansi radiasi elektromagnetiknya pada 280 nm dapat diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-visible. Untuk larutan protein encer ada hubungan linier antara absorbansi dan konsentrasi protein:



Garis paling cocok ditarik sepanjang tanggal menggunakan analisis regresi, yang memiliki gradien  $a$  dan perpotongan  $y$  dari  $b$ . Konsentrasi protein dalam sampel yang tidak diketahui kemudian dapat ditentukan dengan mengukur absorbansi:  $x = (y - b) / a$ , di mana dalam contoh ini  $x$



adalah konsentrasi protein dan  $y$  adalah absorbansi. Seberapa cocok garis lurus dengan data eksperimen dinyatakan oleh koefisien korelasi  $r^2$ , yang memiliki nilai antara 0 dan 1. Semakin dekat nilainya ke 1, semakin baik kesesuaian antara garis lurus dan nilai eksperimen:  $r^2 = 1$  sangat cocok. Kebanyakan kalkulator dan program spreadsheet modern memiliki rutinitas yang dapat digunakan untuk secara otomatis menentukan koefisien regresi, kemiringan, dan intersep sekumpulan data.

## 2.7 Penolakan Data

Saat menjalankan prosedur analitis eksperimental, kadang-kadang akan diamati bahwa salah satu nilai yang diukur sangat berbeda dari semua nilai lainnya, misalnya, sebagai akibat dari kesalahan dalam prosedur analitis. Terkadang, nilai ini dapat dianggap tidak benar, dan dapat ditolak. Ada aturan tertentu berdasarkan statistik yang memungkinkan kita untuk memutuskan apakah suatu poin tertentu dapat ditolak atau tidak. Tes yang disebut Q-test biasanya digunakan untuk memutuskan apakah suatu nilai eksperimen dapat ditolak atau tidak.

Di sini XBAD adalah nilai yang dipertanyakan, XNEXT adalah nilai lemari berikutnya setelah XBAD, XHIGH adalah nilai tertinggi dari kumpulan data dan XLOW adalah nilai terendah dari kumpulan data. Jika Q-value lebih tinggi dari nilai yang diberikan dalam tabel Q-test untuk jumlah sampel yang dianalisis maka dapat ditolak:

<b>Number of Observations</b>	<b>Q-value for Data Rejection (90% confidence level)</b>
<b>3</b>	0.94
<b>4</b>	0.76
<b>5</b>	0.64
<b>6</b>	0.56
<b>7</b>	0.51
<b>8</b>	0.47

<b>9</b>	0.44
<b>10</b>	0.41

Misalnya, jika lima pengukuran dilakukan dan satu pengukuran sangat berbeda dari yang lain (misalnya, 20,22,25,50,21), memiliki nilai-Q 0,84, maka dapat dengan aman ditolak (karena memang demikian). lebih tinggi dari nilai 0,64 yang diberikan dalam tabel Q-test untuk lima observasi).

### C. Latihan

Perhatikan pernyataan berikut, bubuhkanlah B untuk pernyataan yang benar, sebaliknya bubuhkan S.

- a. Menyimpan sample dalam wadah tertutup dan suhu terkontrol merupakan salah satu upaya mengurangi aktivitas enzim
- b. Pemberian identifikasi sample sangat penting untuk menghindari kesalahan analisis
- c. Data hasil lab perlu dicek sebaran datanya untuk menentukan penolakan atau pun penerimaan data
- d. Kesalahan random akan memperbesar standar deviasi data
- e. Kesalahan sistematis akan mengurangi akurasi data

**D. Kunci Jawaban**

- a. B
- b. B
- c. B
- d. B
- e. B



Universitas  
**Esa Unggul**



## E. Daftar Pustaka

Julian McClements. analysis of food product. retrieved from:  
<http://people.umass.edu/~mcclemen/51Introduction.html>. Diakses November 2017

Nielsen, S.S. (1998). Food Analysis, 2nd Edition. Aspen Publication, Gaithersberg, Maryland.

Procter, A. and Meullenet, J.F. (1998). Sampling and Sample Preparation. In: Food Analysis, 2nd Edition. Aspen Publication, Gaithersberg, Maryland



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 5  
Analisis Kadar Air**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Kadar Air

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan sifat fisiko-kimia air
2. Pembaca mampu menguraikan prosedur analisa kadar air
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedur analisa kadar air

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Sifat Fisiko-Kimia Air

Air merupakan senyawa yang penting bagi kehidupan. Air diperlukan untuk kelangsungan proses biokimiawi organisme hidup. Pengukuran kadar air dalam suatu bahan sangat diperlukan dalam berbagai bidang (Canene, A, K et al 2004).

Bahan pangan adalah suatu sistem biologi dan kimia aktif yang kompleks, memerlukan pengawasan ketat dalam pembuatan, distribusi, dan kondisipenyimpanannya agar dapat menjaga keamanan, nilai sensori, dan gizinya. Kadar air berperan penting dalam menentukan daya awet bahan pangan. Sifat fisik, fisiko-kimia, perubahan kimia, kerusakan enzimatik, dan kerusakan mikrobiologis pangan. Pengurangan air melalui proses pengurangan dapat mengawetkan bahan pangan terhadap kerusakan.

Kadar air adalah perbedaan antara berat bahan sebelum dan sesudah dilakukan pengeringan. Setiap bahan bila diletakan dalam udara terbuka kadar airnya akan mencapai keseimbangan dengan kelembaban udara disekitarnya. Kadar air bahan ini disebut dengan kadar air seimbang.

Kadar air menggambarkan sebagai kandungan air yang terdapat dalam bahan pangan (dalam persen) tetapi tidak menggambarkan aktivitas biologisnya. Dikenal juga istilah lain yaitu kelembaban relative (RH) yang menggambarkan kandungan air diudara (dalam persen). Kelembaban udara relatif dalam suatu sampel didapat dari  $ERH = Aw \times 100\%$ . Selain itu aktivitas air menggambarkan derajat aktifitas air dalam bahan pangan, yang

menunjukkan hubungan air dengan mikroorganisme/aktivitas enzim dan mempunyai nilai antara 0-1 (tanpa satuan),  $A_w = 1$  (air murni).

Menurut derajat keterikatan air dalam bahan makanan atau *bound water* dibagi menjadi 4 tipe, antara lain :

1. Tipe I adalah tipe molekul air yang terikat pada molekul-molekul air melalui suatu ikatan hidrogen yang berenergi besar. Molekul air membentuk hidrat dengan molekul-molekul lain yang mengandung atom-atom O dan N seperti karbohidrat, protein atau garam. Air tipe ini tidak dapat membeku pada proses pembekuan, tetapi sebagian air ini dapat dihilangkan dengan cara pengeringan biasa. Air tipe ini terikat kuat dan sering kali disebut air terikat dalam arti sebenarnya. Air tipe I tidak memfasilitasi berbagai reaksi kimia dalam pangan, sehingga reaksi berjalan lambat dan tidak terukur dan tidak dapat dimanfaatkan untuk pertumbuhan mikroba.
2. Tipe II adalah tipe molekul-molekul air membentuk ikatan hidrogen dengan molekul air lain, terdapat dalam mikro kapiler dan sifatnya agak berbeda dari air murni. Air jenis ini lebih sukar dihilangkan dan penghilangan air tipe II akan mengakibatkan penurunan  $a_w$  (water activity). Bila sebagian air tipe II dihilangkan, pertumbuhan mikroba dan reaksi-reaksi kimia yang bersifat merusak bahan makanan seperti reaksi browning, hidrolisis, atau oksidasi lemak akan dikurangi. Jika air tipe II dihilangkan seluruhnya, kadar air bahan akan berkisar antara 3-7%, dan kestabilan optimum bahan makanan akan tercapai, kecuali pada produk-produk yang dapat mengalami oksidasi akibat adanya kandungan lemak tidak jenuh.

3. Tipe III adalah tipe air yang secara fisik terikat dalam jaringan matriks bahan seperti membrane, kapiler, serat dan lain-lain. Air tipe ini sering disebut dengan air bebas, mudah diuapkan, dapat dimanfaatkan untuk pertumbuhan mikroba dan kofaktor berbagai reaksi kimiawi. Bila diuapkan, kandungan air bahan berkisar antara 12-25% dengan Aw (water activity) sekitar 0.8.
4. Tipe IV adalah tipe air yang tidak terikat dalam jaringan suatu bahan atau air murni, dengan sifat-sifat air biasa

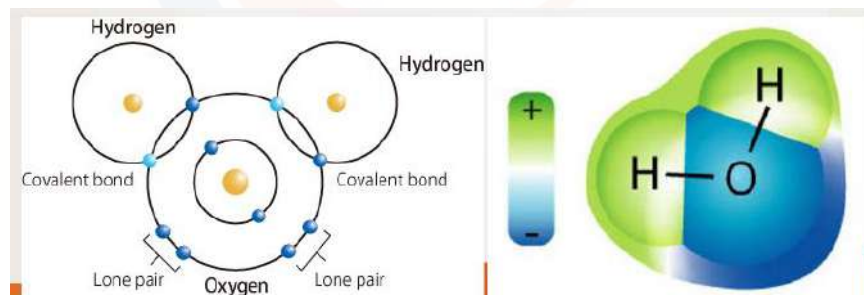
Air dalam suatu bahan pangan dapat pula diklasifikasikan menjadi 3 yaitu :

1. Air bebas, air ini terdapat dalam ruang-rung antar sel dan inter-granula dan pori-pori yang terdapat pada bahan.
2. Air yang terikat secara lemah, air teradsorpsi pada permukaan koloid makromolekuler seperti protein, pectin, pati, selulosa. Selain itu air juga terdispersi antara koloid tersebut, dan merupakan pelarut zat-zat yang ada dalam sel. Air yang ada dalam bentuk ini masih tetap mempunyai sifat air bebas dan dapat dikristalkan pada proses pembekuan. Ikatan antara air bebas dengan koloid tersebut merupakan ikatan hydrogen.
3. Air dalam terikat kuat, air ini membentuk hidrat. Ikatannya bersifat ionic sehingga relative sukar dihilangkan atau diuapkan. Air ini tidak membeku meskipun pada 0 derajat (Sudarmadji 2003)

Satu molekul air ( $H_2O$ ) terdiri dari 2 atom Hidrogen, terikat melalui ikatan kovalen. Ikatan kovalen: Ikatan sangat kuat dengan nilai energi ikatan 110,2 kkal/mol (ikatan hidrogen 10 kkal/mol). Ikatan kovalen hanya dapat diputuskan oleh energi besar pula (energi listrik/zat kimia (logam kalium)). Adanya ikatan kovalen menyebabkan terjadinya perbedaan muatan antara

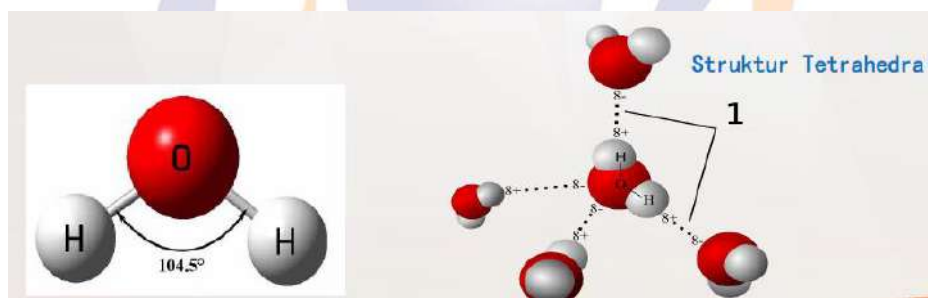


atom H dan O dalam molekul air, [atom O cenderung bermuatan negatif,atom H cenderung bermuatan positif.



Gambar 1 Ilustrasi Molekul Air

Distribusi muatan yang tidak merata menyebabkan struktur geometri setiap molekulair tidak linier, tapi membentuk sudut 104,5o (dipolar) Karena bersifat dipolar, maka air dapat menarik/ditarik oleh senyawa lain yang bermuatan positif atau negatif. Satu molekul air dapat mengikat 4 molekul air lainnya dan membentuk Struktur Tetra hedral (liquid).



Gambar 2. Ilustrasi geometri air

Sifat fisika adalah perubahan yang dialami suatu benda tanpa membentuk zat baru. Sifat ini dapat diamati tanpa mengubah zat-zat penyusun materi tersebut.

- Tidak berwarna, tidak berasa, dan tidak berbau
- Memiliki 3 fasa yang berbeda : cair, gas, dan padat pada temperatur normal di bumi. Air di bumi selalu berinteraksi, berubah, dan bergerak.
- Dapat menyerap sejumlah kalor karena memiliki kalor jenis yang tinggi.

- Mempunyai tegangan permukaan yang sangat tinggi. Tegangan permukaan tersebut berguna untuk gaya kapilaritas air.
- Air adalah pelarut yang baik karena kepolarannya, konstanta dielektrik yang tinggi dan ukurannya yang kecil, terutama untuk senyawa ionik dan garam yang polar.
- Air mempunyai titik didih yang tinggi. Jika tidak mempunyai sifat ini maka pada suhu yang normal tidak ada laut, danau, sungai, tumbuhan, atau binatang di bumi ini.

Air mempunyai massa jenis yang lebih kecil dalam keadaan beku bila dibandingkan dengan keadaan cair, karena sifat ini maka ini di bagian dalam lautan meskipun suhunya turun tetap berbentuk cair yang memungkinkan makhluk hidup tetap hidup. Sifat kimia air dapat dilihat pada poin berikut:

- Atom-atom hydrogen tertarik pada satu sisi atom oksigen, menghasilkan molekul air yang mempunyai muatan positif pada atom hydrogen dan muatan negative pada atom oksigen. Karena muatan yang berlawanan tersebut didalam molekul air saling Tarik menarik dan membuatnya menjadi lengket. Sisi positif dari suatu molekul air tertarik pada sisi negative dari molekul yang lain.
- Molekul air yang berbentuk seperti huruf V disebabkan karena struktur geometrinya yang tetrahedral (109.5 derajat) dan keberadaan pasangan electron bebas pada atom oksigen.
- Bersifat polar karena adanya perbedaan muatan
- Sebagai pelarut yang baik karena kepolarannya
- Bersifat netral (pH = 7) dalam keadaan murni

## 2. Prosedur Analisis Kadar Air

Kadar air dalam bahan pangan dapat ditentukan dengan berbagai cara antara lain: metode pengeringan (thermogravimetri), destilasi (thermovolumetri), Karl Fischer, dan fisis

### 2.1 Thermogravimetri

Pada analisis kadar air bahan pangan cara langsung, penentuan kadar airnya didasarkan pada penimbangan berat bahan. Selisih berat bahan segar dan berat keringnya merupakan kadar air yang dicari yang terkandung dalam bahan yang diperiksa. Pada metode ini pengeringan bahan dilakukan dengan menggunakan pemanasan bahan. Kehilangan berat akibat proses pengeringan dianggap sebagai berat kandungan air yang terdapat dalam bahan yang menguap selama pemanasan. Pada metode ini terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi ketelitian penentuan kadar air bahan, yaitu: yang berhubungan dengan penanganan bahan, kondisi oven dan perlakuan bahan setelah pengeringan. Faktor-faktor yang berhubungan dengan penanganan bahan yang mempengaruhi analisis kadar air meliputi; jenis bahan, ukuran bahan, dan partikel bahan. Faktor-faktor yang berhubungan dengan kondisi oven yang dapat mempengaruhi analisis kadar air meliputi: suhu oven, gradien suhu oven, kecepatan aliran dan kelembaban udara oven. Faktor-faktor yang berhubungan dengan perlakuan bahan setelah pengeringan yang dapat mempengaruhi analisis kadar air meliputi: sifat higroskopis bahan, kelembaban udara ruang analisis, dan kelembaban udara ruang penimbangan.

Untuk dapat mengurangi pengaruh faktor-faktor tersebut di atas maka perlu dilakukan beberapa langkah awal sebagai persiapan sebagai berikut:

### 2.1.1 Persiapan Bahan

Untuk bahan yang mengandung banyak air seperti buah-buahan, sayuran (tomat, timun, labu air) hingga bentuk selai, saus atau kecap, diperlukan sebanyak 10 – 20 g bahan. Selanjutnya bahan diuapkan sampai mengental baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Untuk bahan semi basah seperti produk *cake*, bolu dan roti diperlukan sebanyak 5 – 10 g bahan. Terhadap bahan jenis ini juga dilakukan penguapan terlebih dahulu, lalu dihancurkan hingga kehalusan 20 mesh, baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Untuk bahan kering seperti tepung dan susu bubuk diperlukan sebanyak 2 – 5 g bahan. Bahan jenis ini dapat langsung dikeringkan dalam oven. Namun untuk bahan kering seperti biji-bijian atau kacang-kacangan harus dihancurkan terlebih dahulu hingga kehalusan 20 – 40 mesh, baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Penentuan banyaknya bahan yang digunakan dalam analisis ini diperlukan untuk mendapatkan residu (bahan kering) berkisar 1 – 2 g. untuk menghindari kesalahan dalam penimbangan (Nielsen, 2017)



### 2.1.2 Persiapan Wadah Pengering dan Oven

Untuk wadah pengering dapat digunakan cawan yang terbuat dari bahan porselen, nikel, baja tahan karat atau aluminium. Diameter cawan berkisar 5 – 9 cm. dengan kedalaman cawan 2 – 3 cm. Tutup cawan disesuaikan ukuran cawan (Gambar 1.1).



Gambar 1.1 Cawan Petri

Oven yang digunakan dalam keadaan baik, dilengkapi dengan termostat, sehingga suhunya dapat di kontrol (Gambar 1.2). Selama pengeringan suhu harus dijaga konstan dengan fluktuasi suhu tidak melebihi  $0,5^{\circ}\text{C}$ . Untuk oven vakum disarankan pengaturan penggunaan tekanan:

- a. 100 mmHg untuk buah-buahan, kacang-kacangan, lemak dan minyak.
- b. 50 mmHg untuk gula dan produk-produk dari gula.
- c. 25 mmHg untuk biji-bijian, telur dan produk-produk dari telur.



### 2.1.3 Persiapan Penanganan Residu Bahan Kering

Bahan pada wadah pengering yang telah dikeringkan dalam oven perlu dijaga agar tetap kering. Karenanya cawan berisi bahan yang akan dikeluarkan dari oven, ditutup dengan penutup cawan yang sama-sama dikeringkan dalam oven. Cawan berisi bahan kering dari oven langsung dimasukkan dalam desikator yang kering dan berisi bahan pengikat air seperti fosfor pentoksida kering, kalsium klorida atau butiran halus silika gel (Gambar 1.2). Ruang timbangan analitis juga diusahakan dalam keadaan kering dan penimbangan dilakukan dengan segera. Sebaiknya analisis kadar air bahan dilakukan pada saat lingkungan kelembaban udara kering atau tidak lembab (Nielsen, 2017).



Gambar 1.2 . Desikator

### 2.1.4 Analisis Kadar Air Dengan Metode Oven Udara

#### a. Prinsip

Bahan dikeringkan dalam oven udara pada suhu 100 – 102°C sampai diperoleh berat konstan dari residu bahan kering yang dihasilkan. Kehilangan berat selama pengeringan merupakan jumlah air yang terdapat dalam bahan pangan yang dianalisis.

#### b. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode ini adalah oven udara, cawan dengan tutupnya yang terbuat dari bahan porselen, nikel, baja tahan karat atau aluminium. Desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis

#### c. Perhitungan

Kadar air dalam bahan baik berdasarkan basis basah atau basis kering dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ kadar air (basis kering)} = \frac{b - (c - a)}{(c - a)} \times 100\%$$

$$\% \text{ kadar air (basis basah)} = \frac{b - (c - a)}{b} \times 100\%$$

Keterangan:

a = berat konstan cawan kering beserta tutupnya sebelum digunakan.

b = berat bahan awal (segar) yang digunakan sebelum diuapkan dan dikeringkan.

c = berat konstan cawan berisi bahan kering beserta tutup cawan.

### 2.1.5 Analisis Kadar Air dengan Metode Oven Vakum

#### a. Prinsip

Bahan dikeringkan dalam oven vakum dengan tekanan 25 – 100 mmHg bergantung jenis bahan (sesuai yang disebutkan dalam persiapan oven pengering di atas), sehingga air dapat menguap pada suhu lebih rendah dari 100°C misalnya pada suhu 60 – 70°C. Penggunaan suhu yang lebih rendah dari metode oven udara dapat mempermudah analisis terhadap bahan yang mudah terurai pada suhu tinggi.

b. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode oven vakum adalah seperangkat alat oven vakum seperti yang terlihat pada Gambar 1.3, cawan logam dengan tutupnya, desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis.



Gambar 1.3 Oven Vakum

c. Perhitungan

Kadar air dalam bahan baik berdasarkan basis basah atau basis kering dapat dihitung dengan persamaan yang digunakan pada penentuan kadar air dengan metode oven udara.

## 2.2 Analisis Kadar Air dengan Metode Destilasi

Salah satu metode penentuan kadar air secara langsung adalah metode destilasi. Biasanya metode ini digunakan untuk bahan-bahan mengandung lemak dan komponen-komponen lain selain air yang mudah menguap pada perlakuan suhu tinggi.

Pada metode destilasi ini, proses destilasi bahan dilakukan dengan menggunakan pelarut yang bersifat *immiscible* yaitu jenis pelarut yang tidak dapat bercampur dengan air. Selama proses destilasi, pelarut tersebut bersama air dalam bahan akan menguap pada suhu lebih rendah dari suhu didih air. Uap yang terbentuk mengalami kondensasi yang ditampung dalam labu penampung destilat.

Dalam labu penampung destilat, pelarut dan air terpisah sesuai berat jenisnya. Bila berat jenis pelarut yang digunakan lebih ringan dari berat jenis air maka air akan berada di bagian bawah labu dan sebaliknya air berada di bagian atas labu. Bila air berada di bagian bawah labu maka akan memudahkan pembacaan satu meniskus dan lebih akurat. Tetapi bila air berada di bagian atas labu destilat maka akan lebih sulit dalam pembacaan dua meniskus pada labu dan mengurangi ketelitian data.

Jenis-jenis pelarut yang dapat digunakan pada metode destilasi ini adalah toluene dengan berat jenis 0,866 dan titik didih 110,8°C, pelarut jenis xilen seperti o-dimetil benzene, m-dimetil benzene, p-dimetil benzene dengan berat jenis berturut-turut 0,861, 0,867 dan 0,861 serta memiliki titik didih berturut-turut 144°C, 138,8°C dan 138,5°C. Pelarut lain yang juga dapat digunakan yang memiliki berat



jenis lebih besar dari air adalah tetrakloretilen dengan berat jenis 1,600 dan titik didih 143,3°C.

Penggunaan pelarut pada metode destilasi ini, dapat menurunkan suhu penguapan air bahan dan pelarut. Sebagai contoh pada penggunaan pelarut toluene dengan perbandingan 20 : 80 untuk air dan toluene maka, air dan pelarut akan menguap pada suhu 85°C. Selain itu, penggunaan pelarut yang memiliki berat jenis yang lebih besar dari air seperti tetrakloretilen dapat mengapungkan bahan sehingga tidak terbakar. Berbeda dengan pelarut dengan berat jenis lebih ringan, penggunaan pelarut tetrakloretilen tidak ada risiko terbakar.

Penentuan kadar air pada metode destilasi merupakan jumlah volume air hasil destilasi bahan yang dapat langsung diketahui dengan membaca meniskus labu penampung destilat, dan bukan karena kehilangan berat.

#### **a. Prinsip**

Prinsip yang digunakan pada metode destilasi azeotropik adalah penguapan air dari bahan bersama pelarut yang bersifat *immiscible* pada suatu perbandingan yang tetap. Uap air bahan dan uap pelarut dikondensasi dan ditampung dalam labu destilat. Jumlah air hasil destilasi bahan dapat langsung ditentukan dengan membaca meniskus pada labu destilat.

#### **b. Pereaksi dan Peralatan yang Digunakan**

Pereaksi yang digunakan pada metode destilasi adalah pelarut toluene, pelarut jenis xilen, atau tetrakloretilen. Sementara,



peralatan yang digunakan adalah seperangkat peralatan destilasi dengan labu penampung destilat Sterling-Bidwel yang di bagian luarnya berskala, pemanas berjaket (*hot plate*), kondensor tipe *cold finger*, labu didih, kawat (*thin glass rod*) atau bulu ayam, oven untuk mengeringkan peralatan gelas dan timbangan analitis untuk menimbang bahan yang akan dianalisis

### c. Perhitungan

Kadar air dengan prosedur destilasi dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Air} = \frac{V_s}{W_s} \times \text{FD} \times 100\%$$

Keterangan:

$W_s$  = berat sampel (g)

$V_s$  = volume air yang didestilasi dari sampel (ml)

FD = faktor destilasi

Faktor destilasi dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Faktor destilasi (FD)} = \frac{W}{V}$$

Keterangan:

$W$  = berat air yang akan didestilasi (g)

$V$  = berat air yang terdestilasi (ml)

FD = Faktor destilasi (g/ml)

## 2.3 Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer

Cara lain untuk menentukan kadar air bahan pangan secara langsung adalah dengan cara kimia yaitu dengan metode Karl Fischer. Metode ini merupakan metode yang sering digunakan dalam analisis kadar air bahan pangan yang mengandung sedikit air. Biasanya metode ini digunakan untuk bahan-bahan seperti pada produk minyak/lemak, gula, madu, dan bahan kering.

### 2.3.1 Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer I (Osborne dan Voogt, 1978)

#### a. Prinsip

Air dalam sampel kering dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer yang terdiri dari sulfur dioksida, piridin, iodium, dan metanol anhidrat. Pereaksi distandarisasi dengan air kristal dan sodium asetat hidrat. Titik akhir titrasi ditentukan secara elektrometrik yang menggunakan teknik penghentian titik akhir (*dead stop*).

#### b. Pereaksi dan Peralatan

Pereaksi yang digunakan antara lain:

- 1) Metanol anhidrat yang mengandung 1% piridin. Pengeringan methanol dilakukan dengan cara distilasi bersama sejumlah kecil magnesium dan beberapa kristal iodin.
- 2) Natrium asetat  $3H_2O$ .
- 3) Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin

kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *bubble* dalam 102 – 105 g SO<sub>2</sub>. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil, tetapi perlu distandarisasi setiap kali analisis dilakukan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi. Biasanya pereaksi Karl Fischer sudah tersedia secara komersial (dapat dibeli di toko-toko bahan kimia).

- 4) Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl<sub>3</sub> dalam jumlah yang sama).

Peralatan yang digunakan antara lain:

- 1) Buret yang seluruhnya terbuat dari gelas: *automatik filling type* terhindar dari kemungkinan terkontaminasi oleh air.
- 2) Peralatan elektrometrik dan galvanometer yang sesuai untuk teknik penghentian titik akhir *dead stop*.
- 3) Bejana titrasi. Berbagai macam bejana disediakan dengan agitasi melalui injeksi gas inert kering atau dengan *magnetic stirrer*. Seluruh air harus dikeluarkan dengan menjaga tekanan gas inert sedikit positif (nitrogen atau CO<sub>2</sub>).

### c. Standarisasi Pereaksi Karl Fischer

Kandungan air  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ditentukan dengan teliti dengan mengeringkan dalam oven yang bersuhu  $120^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Sebanyak 0,4 g  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu berdasar bulat yang telah dikeringkan sebelumnya. Ke dalam labu ditambahkan 40 ml metanol dengan cepat dan labu ditutup. Dilakukan pengadukan sampai larut sempurna. Sebanyak 10 ml larutan dititrasikan dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir dan volume titran yang terpakai dicatat. Sebanyak 10 ml methanol (sebagai blangko) dititrasikan dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir dan volume titran yang terpakai dicatat (metanol direfluks dulu selama 15 menit). Standarisasi dilakukan setiap kali pereaksi Karl-Fischer akan digunakan.

#### 1). Perhitungan

Kadar air pada sampel dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{KA} = \frac{0.4 \times F \times (V_1 - V_2)}{W_1}$$

Keterangan:

KA = kadar air (%).

W1 = berat sampel (g).

V1 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi sampel (ml).

V2 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi blangko (ml).

F = faktor standarisasi pereaksi Karl Fischer (ml (mg) air per ml pereaksi).

Faktor standarisasi Karl Fischer (F) dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$F = \frac{W \times M \times 2.5}{V_s - V_b}$$

Keterangan:

M = persen kadar air sodium asetat (%).

W = berat sodium asetat trihidrat (g).

V<sub>s</sub> = volume titran untuk standarisasi (ml).

V<sub>b</sub> = volume titran untuk blangko (ml).

### 2.3.2 Penetapan Kadar Air Metode Karl Fischer II (AOAC, 1984)

#### a. Prinsip

Air dalam sampel produk-produk coklat dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer yang terdiri dari sulfur dioksida, piridin, iodium dan methanol anhidrat. Pereaksi distandarisasi dengan air kristal dan sodium asetat hidrat. Titik akhir titrasi ditentukan secara elektrometrik yang menggunakan teknik penghentian titik akhir (*dead stop*).

#### b. Pereaksi dan Peralatan

Peralatan yang digunakan antara lain peralatan titrasi Karl Fischer (manual atau otomatis dengan menggunakan stirer) dan syringe (1 ml dengan jarum dan tutup, lebih disukai tipe 0 – 40 unit insulin) dan 10 ml tanpa jarum.



Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *buble* dalam 102 – 105 g SO<sub>2</sub>. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil tetapi perlu distandarisasi setiap kali penetapan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi. Sebanyak 50 ml formamida teknis. Biasanya pereaksi ini sudah tersedia secara komersial dapat dibeli di toko-toko bahan kimia. Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl<sub>3</sub> dalam jumlah yang sama).

#### c. Standarisasi

Sebanyak 125 mg H<sub>2</sub>O ditimbang dengan menggunakan syringe 1ml. Kemudian dimasukkan ke dalam 30 – 50 ml pelarut pratitrasi (untuk menjaga penguapan, jarum syringe ditutup dengan penutupnya kecuali waktu mengeluarkan H<sub>2</sub>O). Campuran dititrasi dengan menggunakan pereaksi Karl Fischer sampai mendekati titik akhir kemudian ditambahkan 0,1 ml lagi sampai titik akhir bertahan selama 1 menit (biasanya > 50  $\mu$ amp). Dihitung berat H<sub>2</sub>O/ml pereaksi (ulangan tidak boleh lebih atau kurang dari 0,1 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi dari ulangan 1).

#### d. Perhitungan

Kadar air dengan metode ini misalnya pada produk coklat dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$KA = \frac{V_1 \times F \times 100}{W_1}$$

Keterangan:

KA = kadar air (%).

W1 = berat sampel (g).

V1 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi sampel (ml).

F = faktor standarisasi pereaksi Karl Fischer (ml air per ml pereaksi).

### 3. Kelebihan dan Kekurangan Analisis Kadar Air

#### 3.1 Oven

Metode oven biasa memiliki kelebihan yaitu suhu dan kecepatan proses pengeringan dapat diatur sesuai keinginan, tidak terpengaruh cuaca, sanitasi dan hygiene dapat dikendalikan. Selain kelebihan metode ini juga memiliki kekurangan yaitu memerlukan keterampilan dan peralatan khusus, serta biaya lebih tinggi dibanding pengeringan alami. Bahan lain di samping air juga ikut menguap dan ikut hilang bersama dengan uap misalnya alcohol, asam asetat, minyak atsiri, dan lain-lain. Dapat terjadi reaksi selama pemanasan yang menghasilkan air atau zat mudah menguap lain. Contoh gula mengalami dekomposisi atau karamelisasi, lemak mengalami oksidasi dan sebagainya. Bahan yang mengandung bahan yang dapat mengikat air secara kuat sulit melepaskan airnya meskipun sudah dipanaskan. (Astuti, 2007).

Menurut Astuti (2007) adapun faktor-faktor yang mempengaruhi pengeringan ada dua golongan, yaitu faktor yang berhubungan dengan udara pengeringan yang termasuk golongan ini adalah suhu (semakin tinggi suhu udara maka pengeringan akan semakin cepat), kecepatan aliran udara pengering (semakin cepat udara semakin cepat pengeringan), arah aliran udara (semakin kecil sudut arah udara terhadap posisi bahan, maka bahan semakin cepat kering). Faktor yang berhubungan dengan sifat bahan yang termasuk golongan ini adalah ukuran bahan (semakin kecil ukuran benda, pengeringan akan makin cepat), kadar air (semakin sedikit air yang dikandung, pengeringan akan semakin cepat).

### **3.2 Destilasi**

Kelebihan destilasi uap-air yaitu alatnya sederhana tetapi bisa menghasilkan minyak atsiri dalam jumlah yang cukup banyak sehingga efisien dalam penggunaan, minyak yang dihasilkan tidak mudah menguap karena pembawanya adalah air yang tidak mudah menguap pada suhu kamar. Sedangkan kelemahannya metode ini tidak cocok untuk minyak atsiri yang rusak oleh panas uap air, serta membutuhkan waktu destilasi yang lebih panjang untuk hasil yang lebih banyak.

C. **Latihan**

1. Apa prinsip analisis kadar air dengan metode oven udara
2. Tuliskan perhitungan kadar air basis basah dan kering dalam metode oven udara
3. Peralatan apa saja yang digunakan dalam metode oven vakum
4. Jelaskan pereaksi yang digunakan dalam karl fischer II

#### D. Kunci Jawaban

1. Bahan dikeringkan dalam oven udara pada suhu 100 – 102°C sampai diperoleh berat konstan dari residu bahan kering yang dihasilkan. Kehilangan berat selama pengeringan merupakan jumlah air yang terdapat dalam bahan pangan yang dianalisis.

2. Perhitungan

$$\% \text{ kadar air (basis kering)} = \frac{b - (c - a)}{(c - a)} \times 100\%$$

$$\% \text{ kadar air (basis basah)} = \frac{b - (c - a)}{b} \times 100\%$$

3. cawan logam dengan tutupnya, desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis.

4. Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 40°C dan *buble* dalam 102 – 105 g SO<sub>2</sub>. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil tetapi perlu distandarisasi setiap kali penetapan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi. Sebanyak 50 ml formamida teknis. Biasanya pereaksi ini sudah tersedia secara komersial dapat dibeli di toko-toko bahan kimia. Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl<sub>3</sub> dalam jumlah yang sama).



E. Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.



Universitas  
**Esa Unggul**



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 5  
Analisis Kadar Air**

**DISUSUN OLEH**

**Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Kadar Air

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan sifat fisiko-kimia air
2. Pembaca mampu menguraikan prosedur analisa kadar air
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedur analisa kadar air

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Sifat Fisiko-Kimia Air

Air merupakan senyawa yang penting bagi kehidupan. Air diperlukan untuk kelangsungan proses biokimiawi organisme hidup. Pengukuran kadar air dalam suatu bahan sangat diperlukan dalam berbagai bidang (Canene, A, K et al 2004).

Bahan pangan adalah suatu sistem biologi dan kimia aktif yang kompleks, memerlukan pengawasan ketat dalam pembuatan, distribusi, dan kondisipenyimpanannya agar dapat menjaga keamanan, nilai sensori, dan gizinya. Kadar air berperan penting dalam menentukan daya awet bahan pangan. Sifat fisik, fisiko-kimia, perubahan kimia, kerusakan enzimatik, dan kerusakan mikrobiologis pangan. Pengurangan air melalui proses pengurangan dapat mengawetkan bahan pangan terhadap kerusakan.

Kadar air adalah perbedaan antara berat bahan sebelum dan sesudah dilakukan pengeringan. Setiap bahan bila diletakan dalam udara terbuka kadar airnya akan mencapai keseimbangan dengan kelembaban udara disekitarnya. Kadar air bahan ini disebut dengan kadar air seimbang.

Kadar air menggambarkan sebagai kandungan air yang terdapat dalam bahan pangan (dalam persen) tetapi tidak menggambarkan aktivitas biologisnya. Dikenal juga istilah lain yaitu kelembaban relative (RH) yang menggambarkan kandungan air diudara (dalam persen). Kelembaban udara relatif dalam suatu sampel didapat dari  $ERH = Aw \times 100\%$ . Selain itu aktivitas air menggambarkan derajat aktifitas air dalam bahan pangan, yang

menunjukkan hubungan air dengan mikroorganisme/aktivitas enzim dan mempunyai nilai antara 0-1 (tanpa satuan),  $A_w = 1$  (air murni).

Menurut derajat keterikatan air dalam bahan makanan atau *bound water* dibagi menjadi 4 tipe, antara lain :

1. Tipe I adalah tipe molekul air yang terikat pada molekul-molekul air melalui suatu ikatan hidrogen yang berenergi besar. Molekul air membentuk hidrat dengan molekul-molekul lain yang mengandung atom-atom O dan N seperti karbohidrat, protein atau garam. Air tipe ini tidak dapat membeku pada proses pembekuan, tetapi sebagian air ini dapat dihilangkan dengan cara pengeringan biasa. Air tipe ini terikat kuat dan sering kali disebut air terikat dalam arti sebenarnya. Air tipe I tidak memfasilitasi berbagai reaksi kimia dalam pangan, sehingga reaksi berjalan lambat dan tidak terukur dan tidak dapat dimanfaatkan untuk pertumbuhan mikroba.
2. Tipe II adalah tipe molekul-molekul air membentuk ikatan hidrogen dengan molekul air lain, terdapat dalam mikro kapiler dan sifatnya agak berbeda dari air murni. Air jenis ini lebih sukar dihilangkan dan penghilangan air tipe II akan mengakibatkan penurunan  $a_w$  (water activity). Bila sebagian air tipe II dihilangkan, pertumbuhan mikroba dan reaksi-reaksi kimia yang bersifat merusak bahan makanan seperti reaksi browning, hidrolisis, atau oksidasi lemak akan dikurangi. Jika air tipe II dihilangkan seluruhnya, kadar air bahan akan berkisar antara 3-7%, dan kestabilan optimum bahan makanan akan tercapai, kecuali pada produk-produk yang dapat mengalami oksidasi akibat adanya kandungan lemak tidak jenuh.

3. Tipe III adalah tipe air yang secara fisik terikat dalam jaringan matriks bahan seperti membrane, kapiler, serat dan lain-lain. Air tipe ini sering disebut dengan air bebas, mudah diuapkan, dapat dimanfaatkan untuk pertumbuhan mikroba dan kofaktor berbagai reaksi kimiawi. Bila diuapkan, kandungan air bahan berkisar antara 12-25% dengan Aw (water activity) sekitar 0.8.

4. Tipe IV adalah tipe air yang tidak terikat dalam jaringan suatu bahan atau air murni, dengan sifat-sifat air biasa

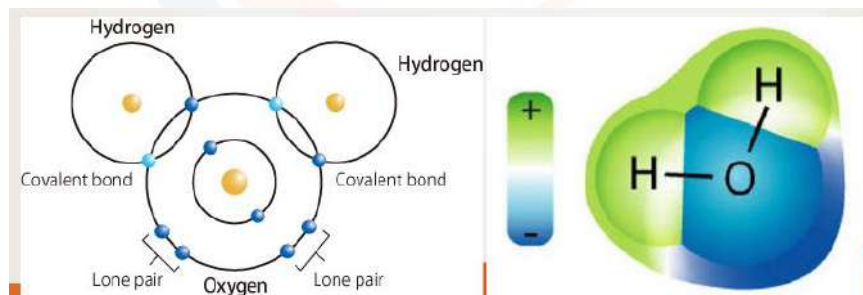
Air dalam suatu bahan pangan dapat pula diklasifikasikan menjadi 3 yaitu :

1. Air bebas, air ini terdapat dalam ruang-rung antar sel dan inter-granula dan pori-pori yang terdapat pada bahan.
2. Air yang terikat secara lemah, air teradsorpsi pada permukaan koloid makromolekuler seperti protein, pectin, pati, selulosa. Selain itu air juga terdispersi antara koloid tersebut, dan merupakan pelarut zat-zat yang ada dalam sel. Air yang ada dalam bentuk ini masih tetap mempunyai sifat air bebas dan dapat dikristalkan pada proses pembekuan. Ikatan antara air bebas dengan koloid tersebut merupakan ikatan hydrogen.
3. Air dalam terikat kuat, air ini membentuk hidrat. Ikatannya bersifat ionic sehingga relative sukar dihilangkan atau diuapkan. Air ini tidak membeku meskipun pada 0 derajat (Sudarmadji 2003)

Satu molekul air ( $H_2O$ ) terdiri dari 2 atom Hidrogen, terikat melalui ikatan kovalen. Ikatan kovalen: Ikatan sangat kuat dengan nilai energi ikatan 110,2 kkal/mol (ikatan hidrogen 10 kkal/mol). Ikatan kovalen hanya dapat diputuskan oleh energi besar pula (energi listrik/zat kimia (logam kalium)). Adanya ikatan kovalen menyebabkan terjadinya perbedaan muatan antara

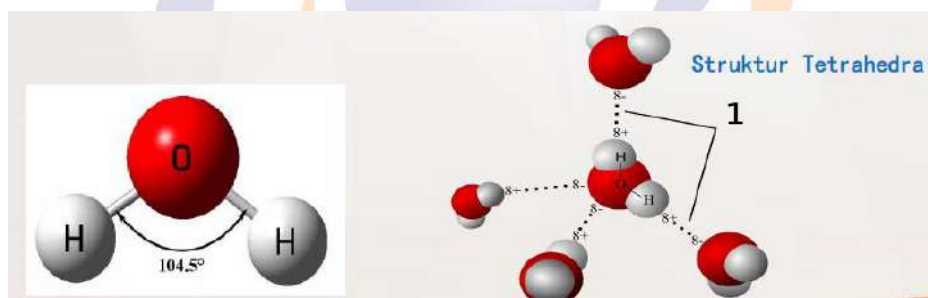


atom H dan O dalam molekul air, [atom O cenderung bermuatan negatif,atom H cenderung bermuatan positif.



Gambar 1 Ilustrasi Molekul Air

Distribusi muatan yang tidak merata menyebabkan struktur geometri setiap molekulair tidak linier, tapi membentuk sudut 104,5o (dipolar) Karena bersifat dipolar, maka air dapat menarik/ditarik oleh senyawa lain yang bermuatan positif atau negatif. Satu molekul air dapat mengikat 4 molekul air lainnya dan membentuk Struktur Tetra hedral (liquid).



Gambar 2. Ilustrasi geometri air

Sifat fisika adalah perubahan yang dialami suatu benda tanpa membentuk zat baru. Sifat ini dapat diamati tanpa mengubah zat-zat penyusun materi tersebut.

- Tidak berwarna, tidak berasa, dan tidak berbau
- Memiliki 3 fasa yang berbeda : cair, gas, dan padat pada temperatur normal di bumi. Air di bumi selalu berinteraksi, berubah, dan bergerak.
- Dapat menyerap sejumlah kalor karena memiliki kalor jenis yang tinggi.

- Mempunyai tegangan permukaan yang sangat tinggi. Tegangan permukaan tersebut berguna untuk gaya kapilaritas air.
- Air adalah pelarut yang baik karena kepolarannya, konstanta dielektrik yang tinggi dan ukurannya yang kecil, terutama untuk senyawa ionik dan garam yang polar.
- Air mempunyai titik didih yang tinggi. Jika tidak mempunyai sifat ini maka pada suhu yang normal tidak ada laut, danau, sungai, tumbuhan, atau binatang di bumi ini.

Air mempunyai massa jenis yang lebih kecil dalam keadaan beku bila dibandingkan dengan keadaan cair, karena sifat ini maka ini di bagian dalam lautan meskipun suhunya turun tetap berbentuk cair yang memungkinkan makhluk hidup tetap hidup. Sifat kimia air dapat dilihat pada poin berikut:

- Atom-atom hydrogen tertarik pada satu sisi atom oksigen, menghasilkan molekul air yang mempunyai muatan positif pada atom hydrogen dan muatan negative pada atom oksigen. Karena muatan yang berlawanan tersebut didalam molekul air saling Tarik menarik dan membuatnya menjadi lengket. Sisi positif dari suatu molekul air tertarik pada sisi negative dari molekul yang lain.
- Molekul air yang berbentuk seperti huruf V disebabkan karena struktur geometrinya yang tetrahedral (109.5 derajat) dan keberadaan pasangan electron bebas pada atom oksigen.
- Bersifat polar karena adanya perbedaan muatan
- Sebagai pelarut yang baik karena kepolarannya
- Bersifat netral (pH = 7) dalam keadaan murni

## 2. Prosedur Analisis Kadar Air

Kadar air dalam bahan pangan dapat ditentukan dengan berbagai cara antara lain: metode pengeringan (thermogravimetri), destilasi (thermovolumetri), Karl Fischer, dan fisis

### 2.1 Thermogravimetri

Pada analisis kadar air bahan pangan cara langsung, penentuan kadar airnya didasarkan pada penimbangan berat bahan. Selisih berat bahan segar dan berat keringnya merupakan kadar air yang dicari yang terkandung dalam bahan yang diperiksa. Pada metode ini pengeringan bahan dilakukan dengan menggunakan pemanasan bahan. Kehilangan berat akibat proses pengeringan dianggap sebagai berat kandungan air yang terdapat dalam bahan yang menguap selama pemanasan. Pada metode ini terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi ketelitian penentuan kadar air bahan, yaitu: yang berhubungan dengan penanganan bahan, kondisi oven dan perlakuan bahan setelah pengeringan. Faktor-faktor yang berhubungan dengan penanganan bahan yang mempengaruhi analisis kadar air meliputi; jenis bahan, ukuran bahan, dan partikel bahan. Faktor-faktor yang berhubungan dengan kondisi oven yang dapat mempengaruhi analisis kadar air meliputi: suhu oven, gradien suhu oven, kecepatan aliran dan kelembaban udara oven. Faktor-faktor yang berhubungan dengan perlakuan bahan setelah pengeringan yang dapat mempengaruhi analisis kadar air meliputi: sifat higroskopis bahan, kelembaban udara ruang analisis, dan kelembaban udara ruang penimbangan.

Untuk dapat mengurangi pengaruh faktor-faktor tersebut di atas maka perlu dilakukan beberapa langkah awal sebagai persiapan sebagai berikut:

### 2.1.1 Persiapan Bahan

Untuk bahan yang mengandung banyak air seperti buah-buahan, sayuran (tomat, timun, labu air) hingga bentuk selai, saus atau kecap, diperlukan sebanyak 10 – 20 g bahan. Selanjutnya bahan diuapkan sampai mengental baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Untuk bahan semi basah seperti produk *cake*, bolu dan roti diperlukan sebanyak 5 – 10 g bahan. Terhadap bahan jenis ini juga dilakukan penguapan terlebih dahulu, lalu dihancurkan hingga kehalusan 20 mesh, baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Untuk bahan kering seperti tepung dan susu bubuk diperlukan sebanyak 2 – 5 g bahan. Bahan jenis ini dapat langsung dikeringkan dalam oven. Namun untuk bahan kering seperti biji-bijian atau kacang-kacangan harus dihancurkan terlebih dahulu hingga kehalusan 20 – 40 mesh, baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Penentuan banyaknya bahan yang digunakan dalam analisis ini diperlukan untuk mendapatkan residu (bahan kering) berkisar 1 – 2 g. untuk menghindari kesalahan dalam penimbangan (Nielsen, 2017)



### 2.1.2 Persiapan Wadah Pengering dan Oven

Untuk wadah pengering dapat digunakan cawan yang terbuat dari bahan porselen, nikel, baja tahan karat atau aluminium. Diameter cawan berkisar 5 – 9 cm. dengan kedalaman cawan 2 – 3 cm. Tutup cawan disesuaikan ukuran cawan (Gambar 1.1).



Gambar 1.1 Cawan Petri

Oven yang digunakan dalam keadaan baik, dilengkapi dengan termostat, sehingga suhunya dapat di kontrol (Gambar 1.2). Selama pengeringan suhu harus dijaga konstan dengan fluktuasi suhu tidak melebihi  $0,5^{\circ}\text{C}$ . Untuk oven vakum disarankan pengaturan penggunaan tekanan:

- a. 100 mmHg untuk buah-buahan, kacang-kacangan, lemak dan minyak.
- b. 50 mmHg untuk gula dan produk-produk dari gula.
- c. 25 mmHg untuk biji-bijian, telur dan produk-produk dari telur.



### 2.1.3 Persiapan Penanganan Residu Bahan Kering

Bahan pada wadah pengering yang telah dikeringkan dalam oven perlu dijaga agar tetap kering. Karenanya cawan berisi bahan yang akan dikeluarkan dari oven, ditutup dengan penutup cawan yang sama-sama dikeringkan dalam oven. Cawan berisi bahan kering dari oven langsung dimasukkan dalam desikator yang kering dan berisi bahan pengikat air seperti fosfor pentoksida kering, kalsium klorida atau butiran halus silika gel (Gambar 1.2). Ruang timbangan analitis juga diusahakan dalam keadaan kering dan penimbangan dilakukan dengan segera. Sebaiknya analisis kadar air bahan dilakukan pada saat lingkungan kelembaban udara kering atau tidak lembab (Nielsen, 2017).



Gambar 1.2 . Desikator

### 2.1.4 Analisis Kadar Air Dengan Metode Oven Udara

#### a. Prinsip

Bahan dikeringkan dalam oven udara pada suhu 100 – 102°C sampai diperoleh berat konstan dari residu bahan kering yang dihasilkan. Kehilangan berat selama pengeringan merupakan jumlah air yang terdapat dalam bahan pangan yang dianalisis.

#### b. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode ini adalah oven udara, cawan dengan tutupnya yang terbuat dari bahan porselen, nikel, baja tahan karat atau aluminium. Desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis

#### c. Perhitungan

Kadar air dalam bahan baik berdasarkan basis basah atau basis kering dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ kadar air (basis kering)} = \frac{b - (c - a)}{(c - a)} \times 100\%$$

$$\% \text{ kadar air (basis basah)} = \frac{b - (c - a)}{b} \times 100\%$$

Keterangan:

a = berat konstan cawan kering beserta tutupnya sebelum digunakan.

b = berat bahan awal (segar) yang digunakan sebelum diuapkan dan dikeringkan.

c = berat konstan cawan berisi bahan kering beserta tutup cawan.

### 2.1.5 Analisis Kadar Air dengan Metode Oven Vakum

#### a. Prinsip

Bahan dikeringkan dalam oven vakum dengan tekanan 25 – 100 mmHg bergantung jenis bahan (sesuai yang disebutkan dalam persiapan oven pengering di atas), sehingga air dapat menguap pada suhu lebih rendah dari 100°C misalnya pada suhu 60 – 70°C. Penggunaan suhu yang lebih rendah dari metode oven udara dapat mempermudah analisis terhadap bahan yang mudah terurai pada suhu tinggi.

b. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode oven vakum adalah seperangkat alat oven vakum seperti yang terlihat pada Gambar 1.3, cawan logam dengan tutupnya, desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis.



Gambar 1.3 Oven Vakum

c. Perhitungan

Kadar air dalam bahan baik berdasarkan basis basah atau basis kering dapat dihitung dengan persamaan yang digunakan pada penentuan kadar air dengan metode oven udara.

## 2.2 Analisis Kadar Air dengan Metode Destilasi

Salah satu metode penentuan kadar air secara langsung adalah metode destilasi. Biasanya metode ini digunakan untuk bahan-bahan mengandung lemak dan komponen-komponen lain selain air yang mudah menguap pada perlakuan suhu tinggi.

Pada metode destilasi ini, proses destilasi bahan dilakukan dengan menggunakan pelarut yang bersifat *immiscible* yaitu jenis pelarut yang tidak dapat bercampur dengan air. Selama proses destilasi, pelarut tersebut bersama air dalam bahan akan menguap pada suhu lebih rendah dari suhu didih air. Uap yang terbentuk mengalami kondensasi yang ditampung dalam labu penampung destilat.

Dalam labu penampung destilat, pelarut dan air terpisah sesuai berat jenisnya. Bila berat jenis pelarut yang digunakan lebih ringan dari berat jenis air maka air akan berada di bagian bawah labu dan sebaliknya air berada di bagian atas labu. Bila air berada di bagian bawah labu maka akan memudahkan pembacaan satu meniskus dan lebih akurat. Tetapi bila air berada di bagian atas labu destilat maka akan lebih sulit dalam pembacaan dua meniskus pada labu dan mengurangi ketelitian data.

Jenis-jenis pelarut yang dapat digunakan pada metode destilasi ini adalah toluene dengan berat jenis 0,866 dan titik didih 110,8°C, pelarut jenis xilen seperti o-dimetil benzene, m-dimetil benzene, p-dimetil benzene dengan berat jenis berturut-turut 0,861, 0,867 dan 0,861 serta memiliki titik didih berturut-turut 144°C, 138,8°C dan 138,5°C. Pelarut lain yang juga dapat digunakan yang memiliki berat



jenis lebih besar dari air adalah tetrakloretilen dengan berat jenis 1,600 dan titik didih 143,3°C.

Penggunaan pelarut pada metode destilasi ini, dapat menurunkan suhu penguapan air bahan dan pelarut. Sebagai contoh pada penggunaan pelarut toluene dengan perbandingan 20 : 80 untuk air dan toluene maka, air dan pelarut akan menguap pada suhu 85°C. Selain itu, penggunaan pelarut yang memiliki berat jenis yang lebih besar dari air seperti tetrakloretilen dapat mengapungkan bahan sehingga tidak terbakar. Berbeda dengan pelarut dengan berat jenis lebih ringan, penggunaan pelarut tetrakloretilen tidak ada risiko terbakar.

Penentuan kadar air pada metode destilasi merupakan jumlah volume air hasil destilasi bahan yang dapat langsung diketahui dengan membaca meniskus labu penampung destilat, dan bukan karena kehilangan berat.

#### **a. Prinsip**

Prinsip yang digunakan pada metode destilasi azeotropik adalah penguapan air dari bahan bersama pelarut yang bersifat *immiscible* pada suatu perbandingan yang tetap. Uap air bahan dan uap pelarut dikondensasi dan ditampung dalam labu destilat. Jumlah air hasil destilasi bahan dapat langsung ditentukan dengan membaca meniskus pada labu destilat.

#### **b. Pereaksi dan Peralatan yang Digunakan**

Pereaksi yang digunakan pada metode destilasi adalah pelarut toluene, pelarut jenis xilen, atau tetrakloretilen. Sementara,



peralatan yang digunakan adalah seperangkat peralatan destilasi dengan labu penampung destilat Sterling-Bidwel yang di bagian luarnya berskala, pemanas berjaket (*hot plate*), kondensor tipe *cold finger*, labu didih, kawat (*thin glass rod*) atau bulu ayam, oven untuk mengeringkan peralatan gelas dan timbangan analitis untuk menimbang bahan yang akan dianalisis

### c. Perhitungan

Kadar air dengan prosedur destilasi dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Air} = \frac{V_s}{W_s} \times \text{FD} \times 100\%$$

Keterangan:

$W_s$  = berat sampel (g)

$V_s$  = volume air yang didestilasi dari sampel (ml)

FD = faktor destilasi

Faktor destilasi dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Faktor destilasi (FD)} = \frac{W}{V}$$

Keterangan:

$W$  = berat air yang akan didestilasi (g)

$V$  = berat air yang terdestilasi (ml)

FD = Faktor destilasi (g/ml)

## 2.3 Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer

Cara lain untuk menentukan kadar air bahan pangan secara langsung adalah dengan cara kimia yaitu dengan metode Karl Fischer. Metode ini merupakan metode yang sering digunakan dalam analisis kadar air bahan pangan yang mengandung sedikit air. Biasanya metode ini digunakan untuk bahan-bahan seperti pada produk minyak/lemak, gula, madu, dan bahan kering.

### 2.3.1 Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer I (Osborne dan Voogt, 1978)

#### a. Prinsip

Air dalam sampel kering dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer yang terdiri dari sulfur dioksida, piridin, iodium, dan metanol anhidrat. Pereaksi distandarisasi dengan air kristal dan sodium asetat hidrat. Titik akhir titrasi ditentukan secara elektrometrik yang menggunakan teknik penghentian titik akhir (*dead stop*).

#### b. Pereaksi dan Peralatan

Pereaksi yang digunakan antara lain:

- 1) Metanol anhidrat yang mengandung 1% piridin. Pengeringan methanol dilakukan dengan cara distilasi bersama sejumlah kecil magnesium dan beberapa kristal iodin.
- 2) Natrium asetat  $3H_2O$ .
- 3) Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin

kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *bubble* dalam 102 – 105 g SO<sub>2</sub>. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil, tetapi perlu distandarisasi setiap kali analisis dilakukan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi. Biasanya pereaksi Karl Fischer sudah tersedia secara komersial (dapat dibeli di toko-toko bahan kimia).

- 4) Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl<sub>3</sub> dalam jumlah yang sama).

Peralatan yang digunakan antara lain:

- 1) Buret yang seluruhnya terbuat dari gelas: *automatic filling type* terhindar dari kemungkinan terkontaminasi oleh air.
- 2) Peralatan elektrometrik dan galvanometer yang sesuai untuk teknik penghentian titik akhir *dead stop*.
- 3) Bejana titrasi. Berbagai macam bejana disediakan dengan agitasi melalui injeksi gas inert kering atau dengan *magnetic stirrer*. Seluruh air harus dikeluarkan dengan menjaga tekanan gas inert sedikit positif (nitrogen atau CO<sub>2</sub>).

### c. Standarisasi Pereaksi Karl Fischer

Kandungan air  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ditentukan dengan teliti dengan mengeringkan dalam oven yang bersuhu  $120^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Sebanyak 0,4 g  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu berdasar bulat yang telah dikeringkan sebelumnya. Ke dalam labu ditambahkan 40 ml metanol dengan cepat dan labu ditutup. Dilakukan pengadukan sampai larut sempurna. Sebanyak 10 ml larutan dititrasasi dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir dan volume titran yang terpakai dicatat. Sebanyak 10 ml methanol (sebagai blangko) dititrasasi dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir dan volume titran yang terpakai dicatat (metanol direfluks dulu selama 15 menit). Standarisasi dilakukan setiap kali pereaksi Karl-Fisher akan digunakan.

#### 1). Perhitungan

Kadar air pada sampel dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{KA} = \frac{0.4 \times F \times (V_1 - V_2)}{W_1}$$

Keterangan:

KA = kadar air (%).

W1 = berat sampel (g).

V1 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi sampel (ml).

V2 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi blangko (ml).

F = faktor standarisasi pereaksi Karl Fischer (ml (mg) air per ml pereaksi).

Faktor standarisasi Karl Fischer (F) dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$F = \frac{W \times M \times 2.5}{V_s - V_b}$$

Keterangan:

M = persen kadar air sodium asetat (%).

W = berat sodium asetat trihidrat (g).

V<sub>s</sub> = volume titran untuk standarisasi (ml).

V<sub>b</sub> = volume titran untuk blangko (ml).

### 2.3.2 Penetapan Kadar Air Metode Karl Fischer II (AOAC, 1984)

#### a. Prinsip

Air dalam sampel produk-produk coklat dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer yang terdiri dari sulfur dioksida, piridin, iodium dan methanol anhidrat. Pereaksi distandarisasi dengan air kristal dan sodium asetat hidrat. Titik akhir titrasi ditentukan secara elektrometrik yang menggunakan teknik penghentian titik akhir (*dead stop*).

#### b. Pereaksi dan Peralatan

Peralatan yang digunakan antara lain peralatan titrasi Karl Fischer (manual atau otomatis dengan menggunakan stirer) dan syringe (1 ml dengan jarum dan tutup, lebih disukai tipe 0 – 40 unit insulin) dan 10 ml tanpa jarum.



Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *buble* dalam 102 – 105 g SO<sub>2</sub>. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil tetapi perlu distandarisasi setiap kali penetapan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi. Sebanyak 50 ml formamida teknis. Biasanya pereaksi ini sudah tersedia secara komersial dapat dibeli di toko-toko bahan kimia. Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl<sub>3</sub> dalam jumlah yang sama).

#### c. Standarisasi

Sebanyak 125 mg H<sub>2</sub>O ditimbang dengan menggunakan syringe 1ml. Kemudian dimasukkan ke dalam 30 – 50 ml pelarut pratitrasi (untuk menjaga penguapan, jarum syringe ditutup dengan penutupnya kecuali waktu mengeluarkan H<sub>2</sub>O). Campuran dititrasi dengan menggunakan pereaksi Karl Fischer sampai mendekati titik akhir kemudian ditambahkan 0,1 ml lagi sampai titik akhir bertahan selama 1 menit (biasanya > 50  $\mu$ amp). Dihitung berat H<sub>2</sub>O/ml pereaksi (ulangan tidak boleh lebih atau kurang dari 0,1 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi dari ulangan 1).

#### d. Perhitungan

Kadar air dengan metode ini misalnya pada produk coklat dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$KA = \frac{V_1 \times F \times 100}{W_1}$$

Keterangan:

KA = kadar air (%).

W1 = berat sampel (g).

V1 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi sampel (ml).

F = faktor standarisasi pereaksi Karl Fischer (ml air per ml pereaksi).

### 3. Kelebihan dan Kekurangan Analisis Kadar Air

#### 3.1 Oven

Metode oven biasa memiliki kelebihan yaitu suhu dan kecepatan proses pengeringan dapat diatur sesuai keinginan, tidak terpengaruh cuaca, sanitasi dan hygiene dapat dikendalikan. Selain kelebihan metode ini juga memiliki kekurangan yaitu memerlukan keterampilan dan peralatan khusus, serta biaya lebih tinggi dibanding pengeringan alami. Bahan lain di samping air juga ikut menguap dan ikut hilang bersama dengan uap misalnya alcohol, asam asetat, minyak atsiri, dan lain-lain. Dapat terjadi reaksi selama pemanasan yang menghasilkan air atau zat mudah menguap lain. Contoh gula mengalami dekomposisi atau karamelisasi, lemak mengalami oksidasi dan sebagainya. Bahan yang mengandung bahan yang dapat mengikat air secara kuat sulit melepaskan airnya meskipun sudah dipanaskan. (Astuti, 2007).

Menurut Astuti (2007) adapun faktor-faktor yang mempengaruhi pengeringan ada dua golongan, yaitu faktor yang berhubungan dengan udara pengeringan yang termasuk golongan ini adalah suhu (semakin tinggi suhu udara maka pengeringan akan semakin cepat), kecepatan aliran udara pengering (semakin cepat udara semakin cepat pengeringan), arah aliran udara (semakin kecil sudut arah udara terhadap posisi bahan, maka bahan semakin cepat kering). Faktor yang berhubungan dengan sifat bahan yang termasuk golongan ini adalah ukuran bahan (semakin kecil ukuran benda, pengeringan akan makin cepat), kadar air (semakin sedikit air yang dikandung, pengeringan akan semakin cepat).

### **3.2 Destilasi**

Kelebihan destilasi uap-air yaitu alatnya sederhana tetapi bisa menghasilkan minyak atsiri dalam jumlah yang cukup banyak sehingga efisien dalam penggunaan, minyak yang dihasilkan tidak mudah menguap karena pembawanya adalah air yang tidak mudah menguap pada suhu kamar. Sedangkan kelemahannya metode ini tidak cocok untuk minyak atsiri yang rusak oleh panas uap air, serta membutuhkan waktu destilasi yang lebih panjang untuk hasil yang lebih banyak.

C. **Latihan**

1. Apa prinsip analisis kadar air dengan metode oven udara
2. Tuliskan perhitungan kadar air basis basah dan kering dalam metode oven udara
3. Peralatan apa saja yang digunakan dalam metode oven vakum
4. Jelaskan pereaksi yang digunakan dalam karl fischer II

#### D. Kunci Jawaban

1. Bahan dikeringkan dalam oven udara pada suhu 100 – 102°C sampai diperoleh berat konstan dari residu bahan kering yang dihasilkan. Kehilangan berat selama pengeringan merupakan jumlah air yang terdapat dalam bahan pangan yang dianalisis.
2. Perhitungan

$$\% \text{ kadar air (basis kering)} = \frac{b - (c - a)}{(c - a)} \times 100\%$$

$$\% \text{ kadar air (basis basah)} = \frac{b - (c - a)}{b} \times 100\%$$

3. cawan logam dengan tutupnya, desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis.
4. Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *buble* dalam 102 – 105 g SO<sub>2</sub>. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil tetapi perlu distandarisasi setiap kali penetapan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H<sub>2</sub>O/ml pereaksi. Sebanyak 50 ml formamida teknis. Biasanya pereaksi ini sudah tersedia secara komersial dapat dibeli di toko-toko bahan kimia. Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl<sub>3</sub> dalam jumlah yang sama).



E. Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.



Universitas  
**Esa Unggul**



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 7  
Analisis Kadar Karbohidrat**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD  
Afrida Sukmawati  
Tika Puspitasari**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Kadar Karbohidrat

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan karakteristik dan fungsi analisis karbohidrat
2. Pembaca mampu menguraikan prosedur analisisnya
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Karakteristik Karbohidrat

Karbohidrat merupakan senyawa organik yang paling melimpah dan memiliki kelas senyawa yang bervariasi di alam. Fungsi utamanya ialah sebagai sumber energi. Secara kimia, karbohidrat disusun oleh 3 jenis atom: Karbon (C), Hidrogen (H), dan Oksigen (O) dengan rumus kimia umum  $C_n(H_2O)_n$ , misalnya glukosa yang merupakan molekul karbohidrat paling sederhana dengan rumus  $C_6H_{12}O_6$ .

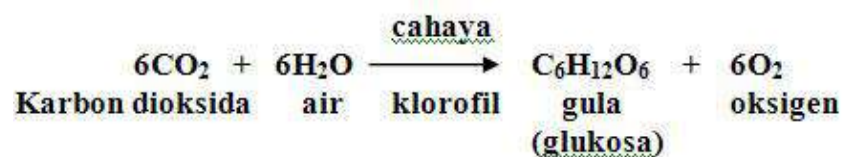
Senyawa ini dalam jaringan pangan dan jaringan makhluk hidup merupakan cadangan makanan atau energi. Karbohidrat disimpan dalam bentuk glikogen, hanya dijumpai pada otot dan hati, sedangkan karbohidrat dalam bentuk laktosa hanya dijumpai di dalam susu. Pada tumbuh-tumbuhan, karbohidrat dibentuk dari hasil reaksi  $CO_2$  dan  $H_2O$  melalui proses fotosintesis di dalam sel-sel tumbuh-tumbuhan yang mengandung zat hijau daun (klorofil). Karbohidrat berkontribusi dalam mempengaruhi tekstur pangan (kerenyahan, kelenturan dan kelembutan) dan proses fisiologi kesehatan manusia melalui penyehatan saluran pencernaan. Sifat, jenis karbohidrat dan struktur sumber pangan yang akan dianalisis perlu diketahui terlebih dahulu dalam memilih metode uji karbohidrat yang tepat.

#### a. Definisi Karbohidrat

Secara kimia, karbohidrat disusun oleh 3 jenis atom: Karbon (C), Hidrogen (H), dan Oksigen (O) dengan rumus kimia umum ialah  $C_n(H_2O)_n$ . Senyawa paling sederhana dari karbohidrat ialah glukosa dengan enam karbon dan rumus  $C_6H_{12}O_6$ . Selain karbohidrat dengan 6 karbon (heksosa), ada juga karbohidrat dengan 5 karbon atau yang dikenal sebagai pentosa. Heksosa

(misal: Galaktosa, Glukosa, Mannosa, fruktosa) lebih banyak tersedia di alam sedangkan pentose (misal: deoxyribose, C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>) sebagian besar ditemukan sebagai penyusun coenzim-enzim (ATP, FAD, dan NAD) serta asam nukleat (DNA dan RNA). Karbohidrat dalam jaringan tanaman merupakan cadangan makanan seperti pati atau amilum dalam umbi singkong dan bulir padi. Dalam jaringan tubuh manusia senyawa ini merupakan sumber energi yang disimpan dalam bentuk glikogen. Karbohidrat dalam tubuh manusia dan hewan dibentuk dari karbohidrat yang dimakan dan dapat juga dibentuk dari beberapa asam amino, gliserol lemak (Sirajuddin dan Najamuddin, 2011).

Berdasarkan ketersediaan di alam, karbohidrat bentuk glikogen, hanya dijumpai pada otot dan hati dan karbohidrat bentuk laktosa hanya dijumpai di dalam susu. Pada tumbuh-tumbuhan, karbohidrat dibentuk dari hasil reaksi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O melalui proses fotosintesis di dalam sel-sel tumbuh-tumbuhan yang mengandung zat hijau daun (klorofil). Matahari merupakan sumber dari seluruh kehidupan, tanpa matahari tanda-tanda dari kehidupan tidak akan dijumpai.



Gambar 1. Reaksi Kimia Fotosintesis

Pada proses fotosintesis, klorofil pada tumbuh-tumbuhan akan menyerap dan menggunakan energi matahari untuk membentuk karbohidrat dengan bahan utama CO<sub>2</sub> dari udara dan air (H<sub>2</sub>O) yang berasal dari tanah. Energi kimia yang terbentuk akan disimpan di dalam daun, batang, umbi, buah dan biji-bijian. Jadi, karbohidrat adalah hasil sintesis CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O dengan bantuan sinar matahari dan zat hijau daun (klorofil) melalui fotosintesis.

Fungsi utama karbohidrat ialah sumber energi. Setiap gramnya menghasilkan 4 kalori. Idealnya karbohidrat dikonsumsi sekitar 55-65% dari total kalori dan diutamakan karbohidrat kompleks. Daerah miskin bisa konsumsi karbohidrat mencapai 90% sedangkan pada negara maju hanya sekitar 40-60%. Karbohidrat banyak ditemukan pada bahan makanan yang



dikenal sebagai makanan pokok seperti sereal (beras, gandum, jagung, kentang dan sebagainya), serta pada biji-bijian yang tersebar luas di alam.

### **b. Sifat dan fungsi Karbohidrat**

Karbohidrat bertanggung jawab dalam membentuk karakteristik pangan berupa kerenyahan (*crispness*) seperti renyahnya irisan kol, kelenturan (*gummy*) seperti kulit mangga matang atau pun kelembutan (*softness*) seperti pada es krim. Selain itu karbohidrat juga terhadap sifat bulky, kekentalan, kestabilan emulsi dan busa, browning, membentuk flavor dan memberikan rasa kenyang. Terkait sifat fisik dan kimianya, secara umum karbohidrat dapat dilihat dari tingkat kemanisan, higroskopis dan kelarutan antara lain:

#### **1. Tingkat Kemanisan**

Monosakarida, oligosakarida, dan gula alkohol memiliki rasa manis. Sebagian oligosakarida berasa pahit (*gentiobiosa*). Sukrosa memiliki rasa manis paling nyaman, meski berkonsentrasi tinggi. Sering dipakai pada produk pangan (nilai kemanisan 1).

#### **2. Higroskopis**

Menunjukkan kemampuan gula mengikat air (adanya gugus polihidroksil membentuk ikatan hidrogen dengan air). Sifat higroskopis dipengaruhi jenis gula, suhu, dan RH lingkungan. Sifat higroskopis gula berperan sebagai pengawet pangan (penggulaan). Penggulaan umum pada bahan makanan seperti jeli, manisan, selai dan permen

#### **3. Kelarutan**

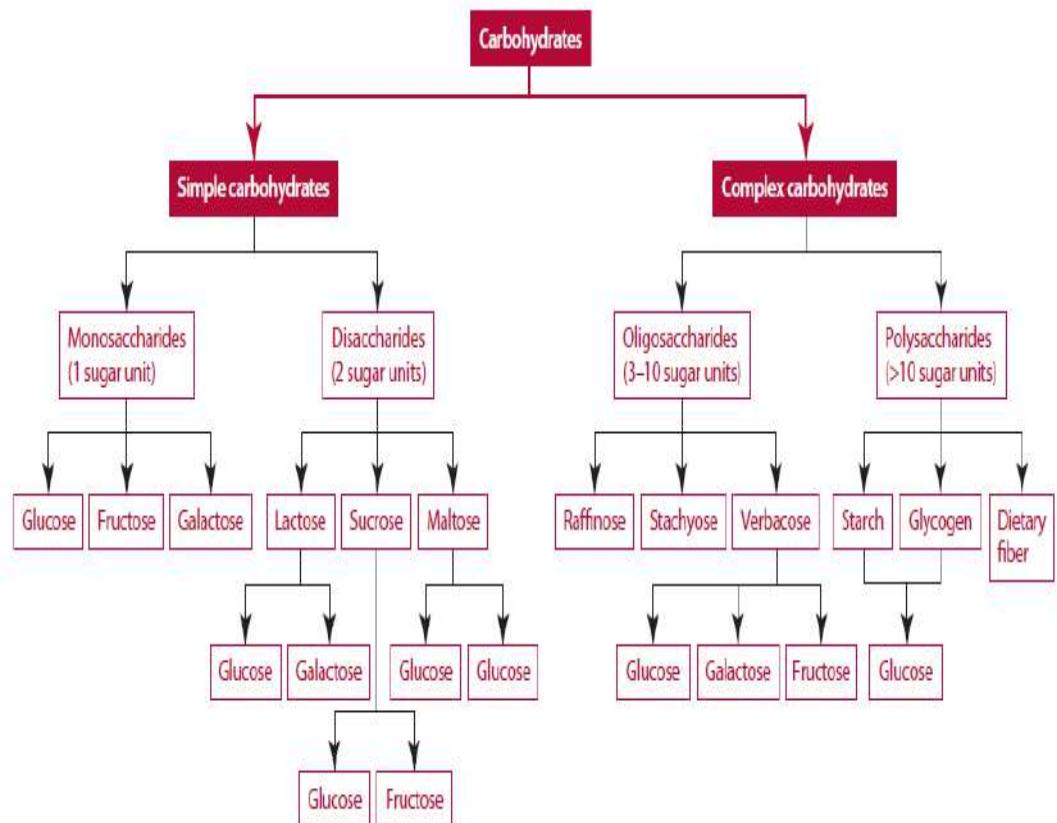
Adanya gugus polihidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air menyebabkan gula sederhana juga larut air. Kelarutannya tergantung jenis gula dan suhu. Kelarutan gula per 100 ml air pada suhu 50 0C: fruktosa (86,9 g), sukrosa (72,2 g), glukosa (65,0 g), maltosa (58,3 g) dan laktosa (29,8 g).

### **c. Sumber dan Klasifikasi Karbohidrat Pangan**

Pada bagian ini akan dibahas klasifikasi karbohidrat pangan lalu dari tiap klasifikasi akan diberikan contoh sumber pangannya. Karbohidrat dapat dikelompokkan menurut jumlah unit monosakarida, ukuran dari



rantai karbon, lokasi gugus karbonil ( $-C=O$ ), stereokimia dan daya cernanya. Menurut Almatsier (2009), berdasarkan jumlah unit monosakarida dalam rantai, karbohidrat digolongkan menjadi 4 golongan utama seperti pada Gambar berikut:

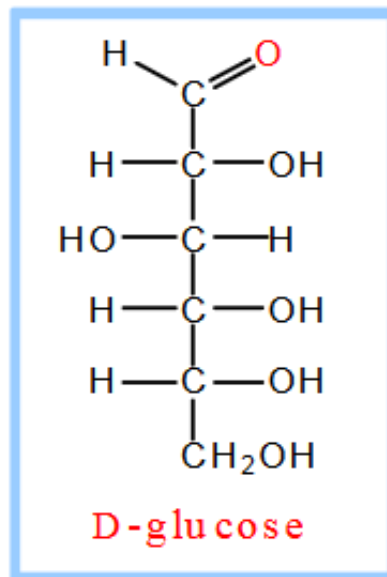


Gambar 2. Jenis-Jenis Karbohidrat

a. Monosakarida ( $C_6H_{12}O_6$ ) termasuk gula sederhana (simple sugar/carbohydrate) yang terdiri dari molekul tunggal. Dapat dibagi lagi menurut jumlah atom karbon yang dimiliki: Triosa (3-karbon), Tetrosa (4-karbon), Pentosa (5-karbon), Heksosa (6-karbon). Monosakarida yang penting adalah gula yang mempunyai 6-karbon (Heksosa), contohnya: glukosa, fruktosa dan galaktosa.

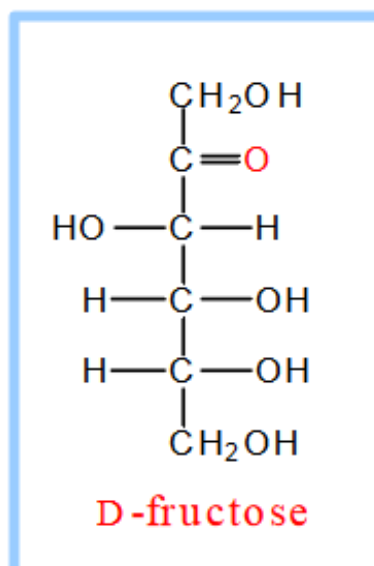
- Glukosa : Gula yang terpenting bagi metabolisme tubuh, dikenal sebagai gula fisiologis, dan gula dextrosa. Bentuk jadi ditemui di alam pada buah-buahan, jagung manis, sejumlah akar, madu. Dihasilkan sebagai produk pencernaan pati. Pati

→Dextrin→Maltosa→2 molekul gula glukosa dengan bantuan enzim. Normal, didapat didalam sirkulasi darah.



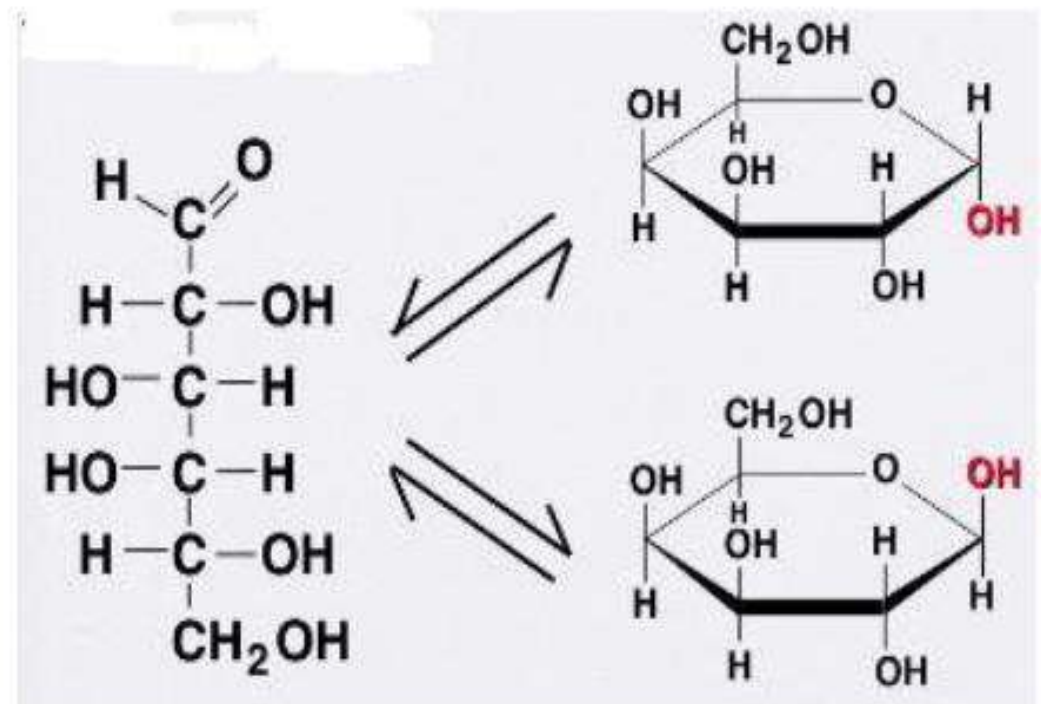
Gambar 3. D-glukosa

- Fruktosa: merupakan gula yang manis dari semua gula, dikenal dengan nama levulosa. Sumbernya adalah hasil hidrolisa dari gula sukrosa, perubahannya menjadi glukosa terjadi di dalam hati kemudian bentuk glukosa ini dapat dioksidasi sempurna menjadi energi.



Gambar 4. D-Fruktosa

- Galaktosa : Gula ini tidak ditemui bebas dialam tetapi merupakan hasil hidrolisa dari gula susu (laktosa).



Gambar 5. D-galaktosa

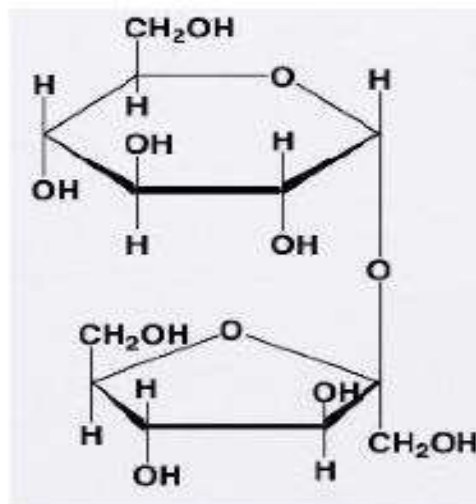
- Manosa: jarang terdapat didalam makanan. Digurun pasir, terdapat di dalam manna yang mereka olah untuk membuat roti.
- Pentosa: merupakan bagian sel-sel semua bahan makanan alami. Jumlahnya sangat kecil, sehingga tidak penting sebagai sumber energi. Ribose dan deoksiribosa merupakan bagian asam nukleat dalam inti sel. Karena dapat disintesis semua hewan, ribose dan deoksiribosa tidak merupakan zat gizi esensial.

#### b. Disakarida dan Oligosakarida

Oligosakarida Senyawa yang termasuk oligosakarida mempunyai molekul yang terdiri atas beberapa molekul monosakarida. Dua molekul monosakarida yang berikatan satu dengan yang lain, membentuk satu molekul disakarida. Oligosakarida yang lain adalah trisakarida, yaitu yang terdiri atas tiga molekul monosakarida dan tetrasakarida yang terbentuk dari empat molekul monosakarida. Oligosakarida yang paling banyak terdapat di alam ialah disakarida.

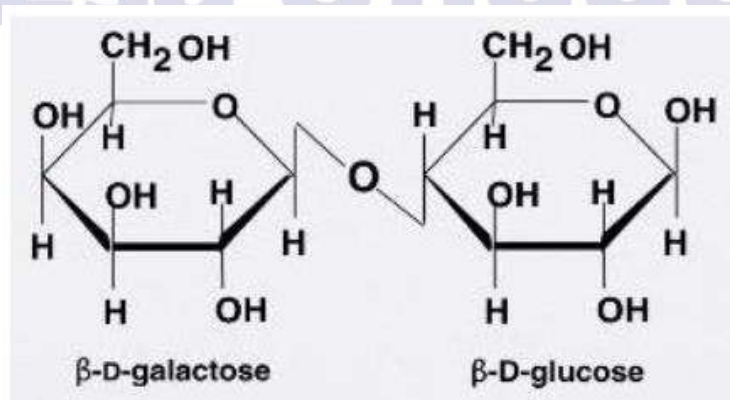
Ada empat jenis disakarida, yaitu :

- i. Sukrosa: dinamakan juga gula tebu atau gula bit. Bila dicernakan dan dihidrolisis, sukrosa pecah menjadi satu unit glukosa dan satu unit fruktosa. Sumber sukrosa adalah buah, sayuran dan madu.



Gambar 6. Sukrosa

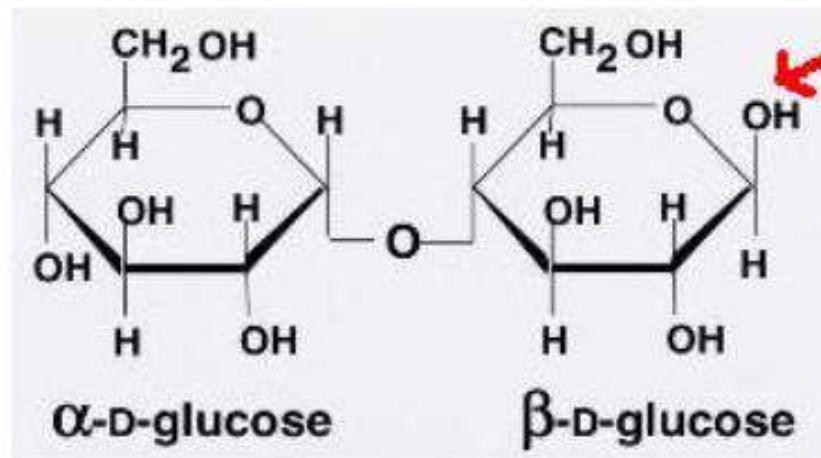
- ii. Maltosa (gula malt): tidak terdapat bebas di alam. Bila dicernakan atau dihidrolisis, maltose pecah menjadi dua unit glukosa.



Gambar 7.  $\beta$ -maltosa



- iii. Laktosa (gula susu) : hanya terdapat dalam susu dan terdiri dari atas satu unit glukosa dan satu unit galaktosa. Sumber laktosa adalah susu sapi dan ASI.



Gambar 8.  $\beta$ -laktosa

- iv. Trehalosa : terdiri atas dua mol glukosa dan dikenal sebagai gula jamur. Sumber trehalosa adalah jamur dan serangga.

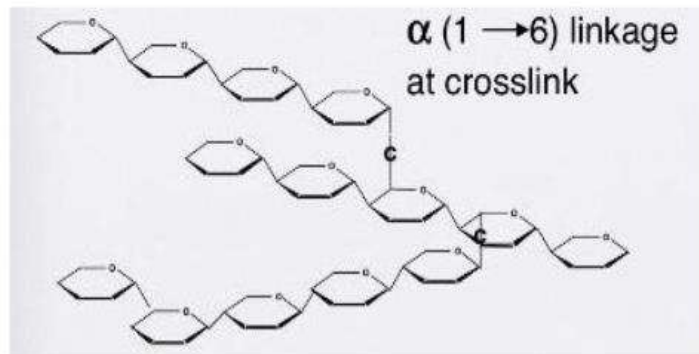
c. Polisakarida

Karbohidrat yang kompleks terdiri atas beberapa molekul/satuan gula sederhana (monosakarida). Beberapa dapat dicerna yaitu pati dan dekstrin, sedang yang lain tidak (selulosa dan hemiselulosa seperti agar dan pektin), tidak larut dalam air. Polisakarida terdiri atas:

- (1) Pati: Disimpan dalam bentuk karbohidrat tanaman, didapatkan terutama didalam biji-bijian, akar-akaran, umbi-umbian, buah yang belum matang.
- (2) Dekstrin: Merupakan hasil antara pencernaan pati untuk dibentuk menjadi maltosa.
- (3) Glikogen:
  - Disebut juga "animal starch", disimpan dalam hati, dan jaringan otot.

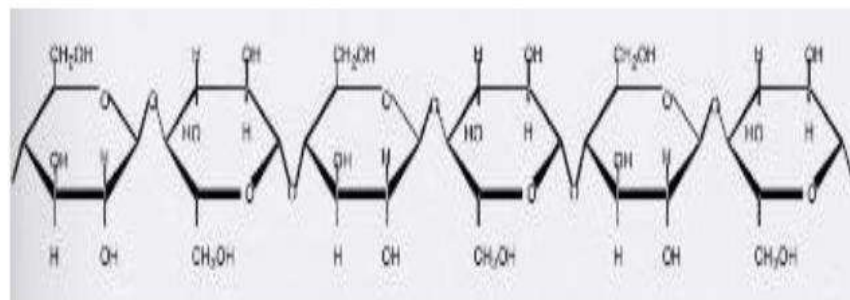


- Dipergunakan untuk mensuplai energi bagi jaringan tubuh pada saat latihan & bekerja keras. Glikogen hati → diubah menjadi glukosa untuk disirkulasikan ke berbagai bagian tubuh.



Gambar 9. Struktur Glikogen

- (4) Selulosa : Polisakarida yang tidak dapat dicerna tahan terhadap kerja enzim pencernaan dan menyumbang muatan/massa yang besar terhadap makanan.



Gambar 10. Struktur Selulosa

- (5) Pektin:

- Tidak dapat dicerna, polisakarida koloid, didapatkan terutama dalam buah-buahan, memberi ketebalan kulit buah.
- Berfungsi sebagai laksatif/pencahar.
- Berfungsi sebagai pengental, pengikat dan pembentuk gel makanan.

- (6) Inulin: Penting bagi pengobatan dan dipakai dalam test/uji fungsi ginjal (Almatsier, 2009).

## 2. Prosedur Analisis Karbohidrat

### 2.1 Analisis Kualitatif

Uji kualitatif karbohidrat yaitu uji untuk mengetahui atau mengidentifikasi ada atau tidaknya karbohidrat dalam suatu bahan tanpa persiapan yang terlalu sulit. Beberapa analisis kualitatif karbohidrat yang sering dilakukan adalah uji Molish, uji Seliwanof, uji Antrone, dan uji Fenol (Andarwulan, Kusnandar, dan Herawati, 2011)

#### a) Uji Molisch

Uji ini untuk semua jenis karbohidrat. Monosakarida, disakarida, dan polisakarida akan memberikan hasil positif. Uji positif jika timbul cincin merah ungu yang merupakan kondensasi antara furfural atau hidroksimetil furfural dengan  $\alpha$ -naftol dalam pereaksi molish.

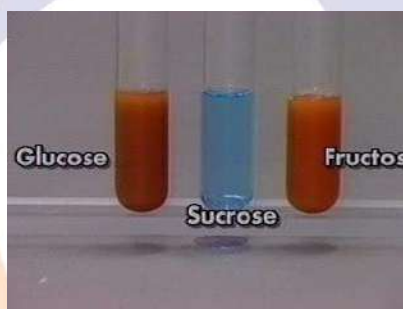
Prinsip reaksi ini adalah dehidrasi senyawa karbohidrat oleh asam sulfat pekat. Dehidrasi heksosa menghasilkan senyawa hidroksi metil furfural, sedangkan dehidrasi pentosa menghasilkan senyawa fulfural. Uji positif jika timbul cincin merah ungu yang merupakan kondensasi antara furfural atau hidroksimetil furfural dengan  $\alpha$ -naftol dalam pereaksi molish. Uji molisch adalah uji kimia kualitatif untuk mengetahui adanya karbohidrat. Uji ini untuk semua jenis karbohidrat. Mono-, di-, dan polisakarida akan memberikan hasil positif.



Gambar 11. Hasil Uji Moolish

#### b) Uji Benedict

Uji Benedict adalah uji kimia untuk mengetahui kandungan gula (karbohidrat) pereduksi (yang memiliki gugus aldehid atau keton bebas). Gula pereduksi meliputi semua jenis monosakarida dan beberapa disakarida seperti laktosa, glukosa dan maltosa. Uji benedict berdasarkan reduksi  $\text{Cu}^{2+}$  menjadi  $\text{Cu}^+$  oleh gugus aldehid atau keton bebas dalam suasana alkalis, biasanya ditambahkan zat pengompleks seperti sitrat atau tatriat untuk mencegah terjadinya pengendapan  $\text{CuCO}_3$ . Uji positif ditandai dengan terbentuknya endapan merah bata, kadang disertai dengan larutan yang berwarna hijau, merah, atau orange. Gula yang mempunyai gugus aldehid atau keton bebas akan mereduksi ion  $\text{Cu}^{2+}$  dalam suasana alkalis menjadi  $\text{Cu}^+$  yang mengendap sebagai  $\text{Cu}_2\text{O}$  berwarna merah bata.



Gambar 12. Hasil Uji Benedict

#### c) Uji Seliwanoff

Uji Seliwanoff bertujuan untuk mengetahui adanya ketosa (karbohidrat yang mengandung gugus keton). Pada pereaksi seliwanoff, terjadi perubahan oleh HCl panas menjadi asam levulinat dan 4-hidroksil-metil-furfural. Jika dipanaskan karbohidrat yang mengandung gugus keton akan menghasilkan warna merah pada larutannya. Disakarida sukrosa yang mudah dihidrolisa menjadi glukosa dan fruktosa memberi reaksi positif dengan uji Seliwanoff. Glukosa dan karbohidrat lain dalam jumlah banyak dapat juga memberi warna yang sama.

Dehidrasi fruktosa oleh HCl pekat menghasilkan hidrosimetilfurfural dan dengan penambahan resorsinol akan mengalami kondensasi membentuk senyawa kompleks berwarna merah oranye.



Gambar 13. Hasil Uji Seliwanoff

d) Uji Barfoed

Uji ini untuk membedakan monosakarida dan disakarida dengan jalan mengontrol kondisi-kondisi percobaan, seperti pH dan waktu pemanasan. Pada analisa ini, karbohidrat direduksi pada suasana asam. Disakarida juga akan memberikan hasil positif bila dididihkan cukup lama hingga terjadi hidrolisis. Ion  $\text{Cu}^{2+}$  (dari pereaksi Barfoed) dalam suasana asam akan direduksi lebih cepat oleh gula reduksi monosakarida daripada disakarida dan menghasilkan endapan  $\text{Cu}_2\text{O}$  berwarna merah bata.

e) Uji Osazon

Untuk membedakan bermacam-macam karbohidrat dari gambar kristalnya. Prinsip ujinya ialah suatu aldosa atau ketosa dengan fenil hidrazin akan membentuk Kristal osazon. Kristal osazon yang terbentuk khas sesuai dengan jenisnya.

f) Uji Tollens

Uji ini untuk positif terhadap karbohidrat pentosa yang membedakannya dengan heksosa. Aldehida dapat mereduksi pereaksi Tollens sehingga membebaskan unsur perak ( $\text{Ag}$ ). Pereaksi tollens, pengoksidasi ringan yang digunakan dalam uji ini, adalah larutan basa dari perak nitrat. Larutannya jernih dan tidak berwarna. Untuk mencegah pengendapan ion perak sebagai oksida pada suhu tinggi, maka ditambahkan beberapa tetes larutan amonia. Amonia membentuk kompleks larut air dengan ion perak. Prinsip ujinya ialah aldehid dioksidasi menjadi anion karboksilat, ion  $\text{Ag}^+$  dalam reagensia Tollens direduksi menjadi logam  $\text{Ag}$ . Uji positif ditandai dengan terbentuknya cermin perak pada dinding dalam tabung reaksi.



g) Hidrolisa Sukrosa

Mengidentifikasi hasil hidrolisis sukrosa. Prinsip ujinya ialah sukrosa dalam HCl dalam keadaan panas akan terhidrolisis, lalu menghasilkan fruktosa dan glukosa. Hal ini menyebabkan uji Benedict dan Seliwanoff yang sebelumnya hidrolisis menghasilkan hasil negative menjadi positif. Uji Barfoed menjadi positif pula dan menunjukkan bahwa hidrolisis sukrosa menghasilkan monosakarida.

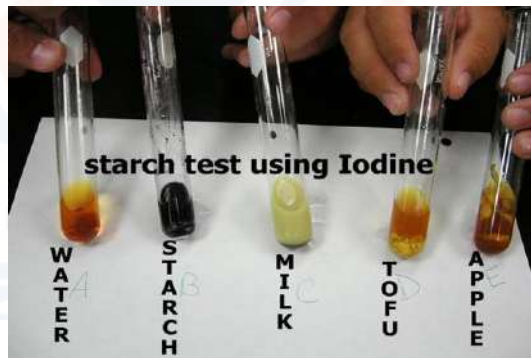
h) Uji Bial

Uji bial untuk menguji adanya gula pentose. Pemanasan pentose dengan HCl pekat akan menghasilkan furfural yang berkondensasi dengan orcinol dan ion feri. Hasil pemanasan akan menghasilkan warna biru hijau yang menunjukkan adanya gula pentosa. Prinsip ujinya ialah dehidrasi pentosa oleh HCl pekat menghasilkan furfural dengan penambahan orsinol (3.5-dihidroksi toluena) akan berkondensasi membentuk senyawa kompleks berwarna biru.

i) Uji Iodium

Uji iod bertujuan untuk mengidentifikasi polisakarida. Uji iod juga dapat membedakan amilum dengan nitrogen. Reaksi antara polisakarida dengan iodin membentuk rantai poliodida. Polisakarida umumnya membentuk rantai heliks (melingkar), sehingga dapat berikatan dengan iodin, sedangkan karbohidrat berantai pendek seperti disakarida dan monosakarida tidak membentuk struktur heliks sehingga tidak dapat berikatan dengan iodin. Prinsip ujinya polisakarida dengan penambahan iodium akan membentuk kompleks adsorpsi berwarna yang spesifik. Amilum atau pati dengan iodium menghasilkan warna biru, dekstrin menghasilkan warna merah anggur, sedangkan glikogen dan sebagian pati yang terhidrolisis bereaksi dengan iodium membentuk warna coklat.





Gambar 14. Hasil Uji Iodium

#### j) Hidrolisa Pati

Mengidentifikasi hasil hidrolisis amilum (pati). Prinsip ujinya ialah pati dalam suasana asam bila dipanaskan akan terhidrolisis menjadi senyawa-senyawa yang lebih sederhana. Hasil hidrolisis dapat diuji dengan iodium dan menghasilkan warna biru sampai tidak berwarna. Hasil akhir hidrolisis ditegaskan dengan uji Benedict.

## 2.2 Analisis Kuantitatif

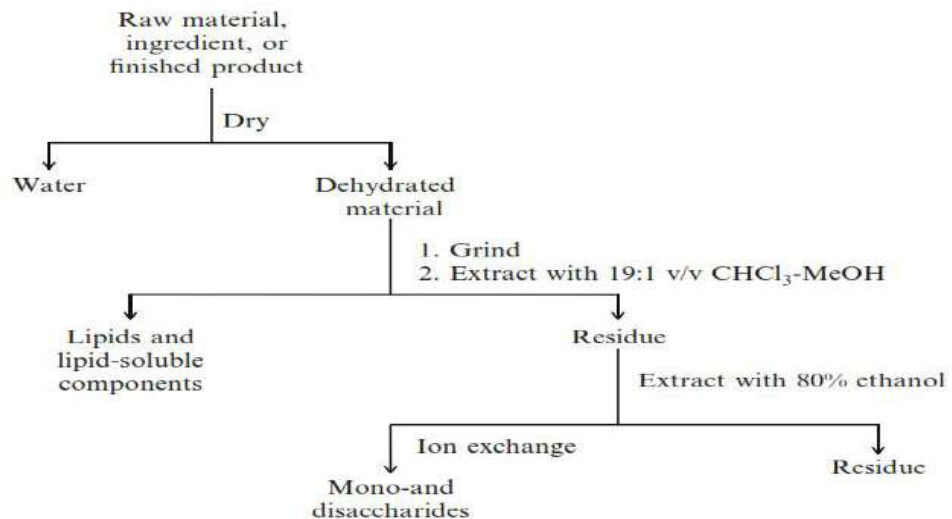
### a) Persiapan Analisa Karbohidrat

Pemisahan karbohidrat dari komponen lain seperti lemak dan protein dari matriks pangan yang kompleks merupakan tahapan penting dalam analisis karbohidrat. Adanya komponen lain dapat mempengaruhi presisi dan akurasi hasil analisis. Setelah diisolasi, karbohidrat dapat dianalisis secara langsung atau diberi perlakuan tambahan seperti ekstraksi dan hidrolisis untuk memudahkan analisisnya terutama pada analisis kuantitatif.

Pemisahan karbohidrat dari komponen lain dapat dilakukan dengan cara 1) ekstraksi atau pembersihan (*clean up*) dengan menggunakan kolom filter atau carbon; dan 2) perlakuan kimia. Misal ekstraksi gula pada minuman dapat dilakukan dengan ekstraksi LLE (*Liquid-Liquid Extraction*) atau SPE (*Solid Phase Extraction*) untuk memisahkan dari matriks bahan makanan. SPE digunakan dalam ekstraksi wine (anggur), beer atau madu. Perlakuan kimia dilakukan dengan cara hidrolisis, yaitu memisahkan karbohidrat kompleks agar menjadi monomernya sehingga lebih mudah dianalisis. Dalam kondisi panas dan asam kuat, ikatan

glikosidik antara monosakarida dapat diputuskan. Asam kuat yang sering digunakan ialah *trifluoroacetic acid*, HCL, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Kondisi perlakuan seperti konsentrasi asam, suhu dan waktu perlu dioptimasi untuk mencapai hidrolisis sempurna. Pada kondisi tertentu, kondisi ini jangan terlalu ekstrem karena dapat mendegradasi sampel.

Walau begitu secara umum, persiapan sampel harus mempertimbangkan bahan, kandungan zat (dari hasil penelitian atau daftar komposisi bahan makanan) bahan yang akan dianalisis, jenis karbohidrat yang akan dianalisis karena karbohidrat memiliki rentang *solubility* (kelarutan) yang luas. Secara umum, untuk semua bahan kecuali bahan cair, tahap pertama yang dilakukan ialah *drying* untuk menentukan kandungan air pangan. Selanjutnya, bahan dihaluskan menjadi bentuk halus. Jika mengandung lipid, maka diekstraks terlebih dahulu dengan chloroform : methanol dengan rasio 19:1 (v/v). Kemudian, disaring dan diekstrak dengan etanol 80% sehingga dapat terpisah menjadi a) mono dan disakarida; serta b). sisa/residu. Alur persiapan sampel dapat dilihat pada gambar berikut. Untuk sampel lain dapat berbeda detailnya, seperti analisis karbohidrat pada cereal maka ekstraksi lipid dilakukan dengan petroleum ether (hexane) dan dilanjutkan dengan etanol 50%.



Gambar 1. Persiapan Sampel Analisa Karbohidrat

## b) Prosedur analisis

Analisis kuantitatif karbohidrat dilakukan untuk menunjukkan seberapa besar kandungan karbohidrat dalam suatu bahan. Uji ini dapat diketahui dengan cara kimiawi, cara fisik, cara enzimatik atau biokimiawi dan cara kromatografi. Analisis kuantitatif karbohidrat yang dilakukan untuk menentukan kadar pati antara lain dengan menggunakan metode *Luff Schoorl*, *Munson Walker*, *Lane Eynon*, dan *Nelson Somogyi*.

### 1. Analisis gula reduksi (metode Luff Schoorl)

Penentuan gula pereduksi dengan metode Luff Schoorl, yaitu dengan menentukan kuprioksida dalam larutan sebelum dilarutkan dengan gula reduksi (titrasi blanko) dan sudah direaksikan dengan sampel gula reduksi (titrasi sampel). Prinsipnya dengan dengan titrasi menggunakan Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ). Selisih titrasi blanko dengan titrasi sampel ekuivalen dengan jumlah gula reduksi yang ada dalam bahan atau larutan. Setelah diketahui selisih banyaknya titrasi blanko dan titrasi sampel, kemudian dibandingkan dengan tabel yang tersedia.

### 2. Analisis total gula (Metode Anthrone)

Gula dapat bereaksi dengan sejumlah pereaksi menghasilkan warna spesifik. Intensitas warna dipengaruhi oleh konsentrasi gula. Intensitas warna yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer. Pereaksi Anthrone (9,10-dihidro-9-oksoantrasena) 0,1% dalam asam sulfat pekat. Pereaksi Anthrone bereaksi dengan karbohidrat dalam asam sulfat pekat menghasilkan warna biru kehijauan. Intensitas absorbansnya diukur pada  $\lambda=630\text{nm}$ . Metode ini digunakan untuk analisis total gula bahan padat atau cair.

Prinsip dasar dari metode anthrone adalah senyawa anthrone akan bereaksi secara spesifik dengan karbohidrat dalam asam sulfat pekat menghasilkan warna biru kehijauan yang khas. Senyawa anthrone (9,10dihydro-9-oxanthracene) merupakan hasil reduksi anthraquinone.





Gambar 2. Hasil Analisis Total Gula Metode Anthrone

### 3. Analisis total gula (Metode Fenol)

Metode ini digunakan untuk menetapkan total gula semua bahan pangan. Sebelumnya contoh harus disiapkan seperti pada persiapan contoh untuk analisis gula. Prinsip analisis ini ialah gula sederhana, oligosakarida, polisakarida, dan turunannya dapat bereaksi dengan fenol dalam asam sulfat pekat menghasilkan warna oranye kekuningan yang stabil.

### 4. Analisis gula reduksi (Metode Lane-Eynon)

Gula pereduksi dalam bahan pangan dapat ditentukan konsentrasinya berdasarkan pada kemampuannya untuk mereduksi pereaksi lain. Analisis gula pereduksi dengan metode Lane-Eynon dilakukan secara volumetri dengan titrasi/titrimetri. Metode ini digunakan untuk penentuan gula pereduksi dalam bahan padat atau cair seperti laktosa, glukosa, fruktosa, maltosa.

Prinsip metode Lane-Eynon didasarkan pada reaksi reduksi pereaksi Fehling oleh gula-gula pereduksi. Penetapan gula pereduksi dengan melakukan pengukuran volume larutan gula pereduksi standar yang dibutuhkan untuk mereduksi pereaksi tembaga (II) basa menjadi tembaga (II) oksida ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ). Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan metilen blue yang warnanya akan hilang karena kelebihan gula

pereduksi di atas jumlah yang dibutuhkan untuk mereduksi semua tembaga

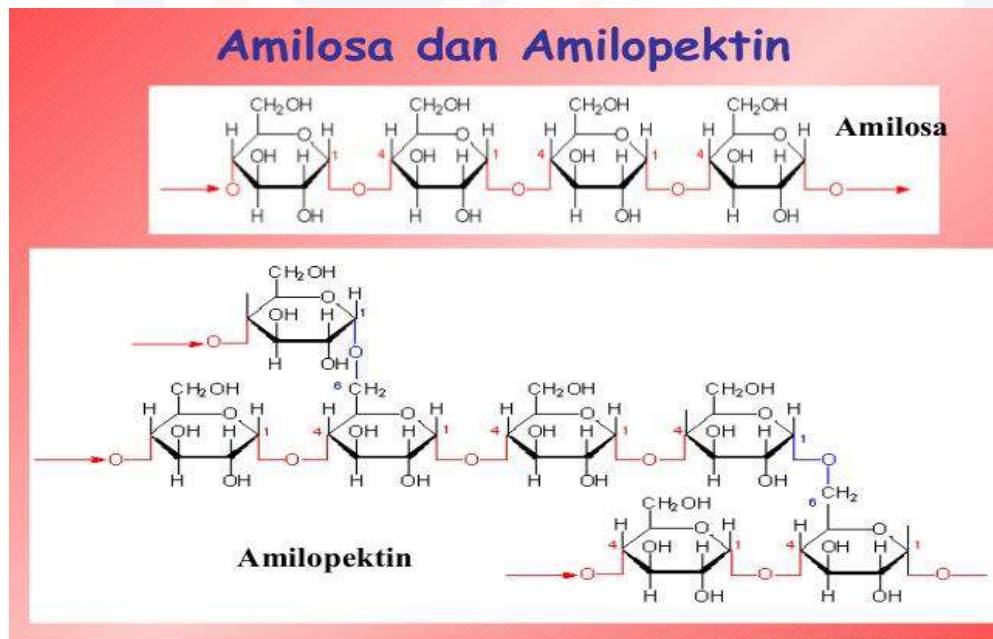
#### 5. Analisis Gula Reduksi (Nelson-Somogyi)

Metode ini digunakan untuk mengetahui kadar gula reduksi dalam sampel. Prinsip metode Nelson-Somogyi didasarkan pada reaksi reduksi pereaksi tembaga sulfat oleh gula-gula pereduksi. Gula pereduksi mereduksi pereaksi tembaga (II) basa menjadi tembaga (I) oksida ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ).

#### 6. Analisis Total Pati, Amilosa, Amilopektin

Kandungan pati dalam bahan pangan dapat ditentukan secara volumetrik/titrimetri atau kolorimetri. Penentuan total pati adalah dengan cara menghidrolisis pati secara sempurna menjadi glukosa. Hidrolisis pati menjadi gula dapat terjadi saat ada perlakuan asam yaitu memecah ikatan glikosidik yang menghubungkan antar glukosa. Dapat juga terjadi secara enzimatis (enzim  $\alpha$ -amilase dan glukamilase) yang memecah molekul-molekul amilosa dan amilopektin menjadi gula sederhana. Kandungan glukosa dapat ditentukan menggunakan metode penetapan gula seperti metode Anthrone, metode fenol, metode Lane-Eynon, metode Nelson-Somogyi. Prinsip metode ini ialah kandungan pati ditentukan menggunakan faktor pengali (0,9). Sehingga kandungan pati adalah kandungan glukosa x 0,9. Dapat ditentukan untuk analisis kadar pati pada contoh padat atau cair.





Gambar 3. Ikatan Reaksi Amilosa dan Amilopektin

#### 7. Analisis Karbohidrat Yang Tidak Dapat Dicerna

Analisis Karbohidrat yang tidak dapat dicerna yaitu meliputi analisis serat kasar (crude fiber) dan analisis serat makanan (dietary fiber). Serat kasar ditentukan dari residu setelah contoh diperlakukan dengan asam dan basa kuat. Serat makanan ditentukan berdasarkan kadar Acid Detergent Fiber (ADF) dan Neutral Detergen Fiber (NDF). ADF itu sendiri terdiri dari sebagian besar selulosa dan lignin, dan sebagian kecil hemiselulosa dan substansi pektat sehingga umumnya dianggap sebagai selulosa dan lignin. NDF terdiri dari selulosa, hemiselulosa, dan lignin.

Prinsip penetapan lignin yaitu dengan metode klason. Sedangkan penetapan substansi pekat dengan metode spektrofotometer. Kadar hemiselulosa diperoleh dengan menghitung selisih kadar NDF dengan kadar ADF. Kadar selulosa diperoleh dengan menghitung selisih kadar ADF dan kadar Lignin. Total serat makanan dihitung dengan menjumlahkan kadar NDF dengan kadar substansi pekat. Serat kasar yaitu residu dari bahan makanan yang telah diperlakukan dengan asam dan alkali mendidih. Terdiri dari selulosa, sedikit lignin dan pentose.

### 3. Kelebihan dan Kekurangan Prosedur

Uji kualitatif berguna untuk mengetahui ada atau tidaknya karbohidrat dalam suatu bahan pangan, dapat mengetahui kadar gula pereduksi yang ada pada sampel dan khususnya uji Barfoed dapat digunakan untuk membedakan sampel yang mengandung monosakarida atau disakarida. Tetapi, uji Barfoed bersifat asam lemah, direduksi oleh monosakarida. Pemanasan yang semakin lama menghidrolisis disakarida sehingga warnanya lebih terlihat. Kelebihan metode pada analisis kuantitatif karbohidrat ini dapat mengukur dua molekul gula pereduksi dan menentukan kandungan glukosa yang akan diuji. Kelemahan banyak menggunakan reagen sehingga biaya lebih mahal.

### C. Latihan

1. Apa perbedaan karbohidrat heksosa dan pentose?
2. Sifat higroskopis gula berperan sebagai?
3. Jelaskan prinsip yang digunakan pada analisis uji karbohidrat secara kualitatif ? minimal 2 contoh
4. Apa saja hal yang harus dipertimbangkan untuk persiapan sampel analisis karbohidrat?
5. Jelaskan penghitungan kadar hemiselulosa yang termasuk jenis karbohidrat tidak tercerna!

#### D. Kunci Jawaban

1. Heksosa memiliki 6 karbon sedangkan pentosa memiliki 5 karbon. Heksosa lebih banyak tersedia di alam sedangkan pentose (misal: deoxyribose,  $C_5H_{10}O_4$ ) sebagian besar ditemukan sebagai penyusun coenzim-enzim (ATP, FAD, dan NAD) serta asam nukleat (DNA dan RNA).  $CO_2$  dari udara dan air ( $H_2O$ ) yang berasal dari tanah
2. Pengawet pangan (penggulaan)
3. Prinsip uji Molish adalah dehidrasi senyawa karbohidrat oleh asam sulfat pekat. Dehidrasi heksosa menghasilkan senyawa hidroksi metil furfural, sedangkan dehidrasi pentosa menghasilkan senyawa fulfural. Uji positif jika timbul cincin merah ungu yang merupakan kondensasi antara furfural atau hidroksimetil furfural dengan  $\alpha$ -naftol dalam pereaksi molish. Berbeda dengan uji Benedict yang akan mereduksi gula yang mempunyai gugus aldehyd atau keton bebas yaitu reduksi  $Cu^{2+}$  dalam suasana alkalis menjadi  $Cu^+$  yang mengendap sebagai  $Cu_2O$  berwarna merah bata.
4. Persiapan sampel harus mempertimbangkan bahan, kandungan zat (dari hasil penelitian atau daftar komposisi bahan makanan) bahan yang akan dianalisis, jenis karbohidrat yang akan dianalisis karena karbohidrat memiliki rentang *solubility* (kelarutan) yang luas.
5. Kadar hemiselulosa diperoleh dengan menghitung selisih kadar NDF dengan kadar ADF yaitu berdasarkan kadar *Acid Detergent Fiber* (ADF) dan *Neutral Detergen Fiber* (NDF). ADF itu sendiri terdiri dari sebagian besar selulosa dan lignin, dan sebagian kecil hemiselulosa dan substansi pektat sehingga umumnya dianggap sebagai selulosa dan lignin. NDF terdiri dari selulosa, hemiselulosa, dan lignin.

## DAFTAR PUSTAKA

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.

Almatsier, S. (2009). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.

Desyanti, N. L. (2013). *Metode Analisis Kualitatif dan kuantitatif Karbohidrat*.

Sirajuddin, S., & Najamuddin, U. (2011). *Penuntun Praktikum Biokimia*. Makassar:

Fakultas Kesehatan Masyarakat Universitas Hasanuddin .

Winarno, F. (1986). *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia.

Andarwulan, N., F. Kusnandar, dan D. Herawati. (2011). *Analisis Pangan*.

Jakarta: PT Dian Rakyat





Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 8  
Analisis Kadar Lemak-1**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

# Analisis Kadar Lemak

## A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menguraikan prinsip, prosedur analisa kadar lipid kualitatif
2. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

## B. Uraian dan Contoh

### 1. Prinsip, Prosedur Analisis Kadar Lemak

Untuk suatu keperluan seperti label pangan, identifikasi jenis lemak dan sebagainya, maka analisis diperlukan dalam suatu ukuran angka dengan ketelitian tertentu. Analisis semacam ini disebut analisis kuantitatif, jadi bukan sekedar ada atau tidak ada seperti yang dijawab oleh analisis kualitatif. Diantara prosedur analisis ialah Goldfish, Soxhlet, Weibull, Gerber, Mojonnier dan sebagainya.

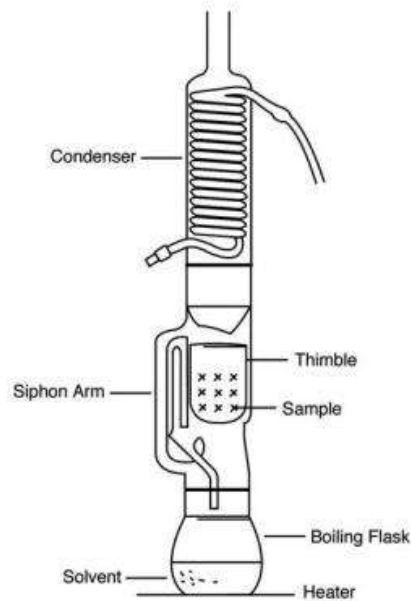
#### 1.1 Soxhlet

Prinsip metode ini ialah ekstrasi lemak bebas dengan pelarut non polar. Metode ini banyak digunakan untuk analisis lemak pada sereal dan daging. Prinsipnya mirip seperti destilasi, dimana sample 'direbus' pada suatu pelarut. Pelarut akan mengekstrak lemak dan terkumpul pada wadah pelarut. Kalkulasi kadar lemak dapat dilakukan dengan menimbang kehilangan berat pada sample atau dari analisis lemak yang terbang bersama pelarut seperti rumus berikut:

$$\% \text{ lemak pada basis kering} = (\text{g lemak sampe in sample} / \text{g of dried sample}) \times 100$$

Pengaliran pelarut akibat efek 'rebus/menggolak' ini maka metode ini disebut sebagai *semi-continuous solvent extraction*. Metode ini memerlukan waktu yang lebih lama tentunya dibandingkan *continuous solvent extraction*.

Sample yang diperlukan pada metode ini perlu diperhatikan kadar airnya. Sample yang mengandung kadar air lebih dari 10%, dikeringkan terlebih dahulu hingga beratnya konstan pada suhu 95-100 C dan tekanan  $\leq 100$  mm Hg selama 5 jam.



Gambar 1 Soxhlet

### 1.2 Weibull

Prinsip : Ekstrak lemak dengan pelarut non polar setelah contoh dihidrolisis dalam suasana asam untuk membebaskan lemak yang terikat.

## 2. Sifat Fisiko-Kimia

Lipid mempunyai sifat fisika sebagai berikut (Poedjadi, 2009):

- Tidak larut dalam air, tetapi larut dalam satu atau lebih dari satu pelarut organik misalnya eter, aseton, kloroform, benzena, yang sering juga disebut "pelarut lemak".
- Ada hubungan dengan asam-asam lemak atau esternya.
- Mempunyai kemungkinan digunakan oleh makhluk hidup

Adapun sifat kimia lipid sebagai berikut menurut (Poedjadi, 2009):

- Mengandung unsur-unsur karbon (C), hidrogen (H), dan oksigen (O). Kadang-kadang juga mengandung nitrogen (N) dan fosfor (P).
- Bila dihidrolisis akan menghasilkan asam lemak
- Berperan pada metabolisme tumbuhan dan hewan

### 3. Sumber dan Klasifikasi Lipid

Sumber utama lipid/lemak adalah minyak tumbuh-tumbuhan seperti minyak kelapa, kelapa sawit, kacang tanah, kacang kedelai, jagung, metega, margarin, dan lemak hewan (lemak daging dan ayam). Sumber lemak lain adalah kacang-kacangan, biji-bijian, daging dan ayam, krim, susu, keju, kuning telur, serta makanan yang dimasak dengan lemak atau minyak (Almatsier, 2004).

Lipid diklasifikasikan dari berbagai aspek menurut Poedjiadi (2009):

- 1) Berdasarkan struktur kimianya
  - a) Lemak netral (trigliserida)
  - b) Fosfolipida
  - c) Lesitin dan
  - d) Sphyngomyeline.
- 2) Berdasarkan sumbernya (Bahan makanannya)
  - a) Lemak nabati (berasal dari tumbuhan)
  - b) Lemak hewani (berasal dari hewan).
- 3) Berdasarkan konsistensinya
  - a) Lemak padat (lemak atau gajih)
  - b) Lemak cair (minyak).
- 4) Berdasarkan wujudnya
  - a) Lemak tak terlihat (invisible fat) misalnya lemak dalam susu, kuning telur, daging dan dalam biji-bijian atau kacang-kacangan.
  - b) Lemak terlihat (visible fat) misalnya lemak hewani, mentega, margarin dan shortening (mentega putih).

## 3.2 Persiapan Analisis

Sesuai dengan definisi, lipid adalah senyawa yang larut dalam pelarut organik dan tidak larut dalam air. Oleh karena itu, ketidaklarutan dalam air adalah pertimbangan utama dalam pemisahan lipid dari protein, air dan karbohidrat pangan.

Misalnya, Glikolipid (senyawa kombinasi karbohidrat/gly dan lipid) larut dalam alkohol dan memiliki kelarutan rendah dalam heksana sebaliknya, triasilgliserol larut dalam heksana dan petroleum eter, yang merupakan pelarut non-polar.

Rentang sifat hidrofobik relatif dari berbagai lipida membuat pemilihan pelarut tunggal dan universal tidak mungkin dilakukan untuk ekstraksi lipid makanan. Beberapa lipid pangan adalah komponen dari senyawa lipoprotein dan liposakarida; Oleh karena itu, ekstraksi dikatakan berhasil jika ikatan antara lipid dan protein atau karbohidrat dapat dipecah dan terlarutkan dalam pelarut organik ekstraktan

### 3.2.1 Persiapan sampel

Kadar lemak total pangan biasanya ditentukan dengan metode pelarut organik atau dengan hidrolisis basa dan asam yang dilanjutkan dengan perlengkapan ekstraksi Mojonnier. Untuk produk campuran (olahan), hidrolisis dengan asam adalah metode yang paling sering dipakai. Hidrolisis asam akan membantu untuk memisahkan matriks pangan sehingga mudah dilanjutkan dengan metode ekstraksi sederhana.

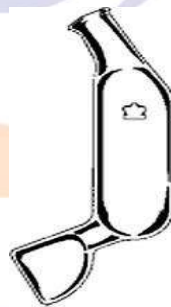
Ekstraksi juga dapat dilakukan langsung tanpa hidrolisis tetapi keakuratannya tergantung dari kelarutan lipid dalam pelarut (solvent). Hasil ekstraksi dari satu pelarut dapat berbeda dengan pelarut lainnya yang berbeda tingkat polaritasnya. Ada pula metode yang tidak menggunakan pelarut tetapi menggunakan beberapa instrumentasi



dengan mempertimbangkan sifat fisik dan kimia lipid. Untuk label pangan, biasanya digunakan metode kromatografi gas.

Kesahihan analisis lemak pangan tergantung dari persiapan sampel. Persiapan ini juga tergantung dari jenis dan keadaan alami (nature of lipids) lipid pangan. Metode ekstraksi untuk lipid dalam bentuk cair, seperti susu umumnya berbeda dengan lemak pada kedelai yang berbentuk padat. Untuk menganalisis lipid dalam makanan secara efektif, pengetahuan tentang struktur, kimia, klasifikasi dan keadaan lipid beserta senyawa lainnya sangat diperlukan.

Untuk hasil terbaik, persiapan sampel harus dilakukan di bawah atmosfer inert nitrogen dan suhu rendah untuk meminimalkan reaksi kimia seperti oksidasi lipid. Beberapa langkah persiapan yang sering dilakukan sebelum analisis lipid. Persiapan dapat membantu ekstraksi dengan cara menghilangkan air, pengurangan ukuran partikel, atau pemisahan lipid dari protein terikat dan / atau karbohidrat dengan hidrolisis.



**Gambar 2. Ekstraksi mojonnier**

### **3.2.2. Pengeringan Sampel**

Lipid tidak dapat diekstraksi secara efektif dengan etil eter dari makanan lembab karena pelarut tidak dapat dengan mudah menembus jaringan makanan yang lembab karena sifat hidrofobik pelarut yang digunakan atau sifat hidroskopis pelarut. Eter, yang bersifat higroskopik, menjadi jenuh dengan air dan tidak efisien untuk ekstraksi lipid.

Pengeringan sampel pada suhu tinggi tidak dianjurkan karena beberapa lipida akan terikat pada protein dan karbohidrat, dan lipida yang terikat tersebut tidak mudah diekstraksi dengan pelarut organik. Pengeringan oven vakum pada suhu rendah atau lyophilization meningkatkan luas permukaan sampel untuk ekstraksi lipid yang lebih baik.

Pengeringan (*predrying*) membuat sampel lebih mudah digiling untuk ekstraksi yang lebih baik, menghancurkan emulsi air-lemak untuk membuat lemak larut dengan mudah dalam pelarut organik, dan membantu membebaskan lemak dari jaringan makanan



Universitas  
**Esa Unggul**

### 3.3.3. Pengurangan ukuran partikel

Efisiensi ekstraksi lipid dari makanan kering bergantung pada ukuran partikel maka penggilingan yang memadai sangat penting. Metode klasik untuk menentukan lemak pada biji minyak (oilseeds) adalah dengan melakukan ekstraksi benih yang telah digiling dengan pelarut tertentu pada suhu rendah untuk meminimalkan oksidasi lipid.

Untuk ekstraksi yang lebih baik, sampel dan pelarut dicampur dalam perangkat comminuting berkecepatan tinggi seperti blender. Sulit untuk mengekstrak lipid dari kedelai utuh karena porositas kulit kacang kedelai sangat rendah dan sensitif terhadap zat pe-dehidrasi (*dehydrating agents*).

Ekstraksi lipid dari kedelai mudah dilakukan jika kedelai sudah pecah secara mekanis dengan cara menggiling. Ekstraksi lemak dari produk jadi bisa menjadi tantangan, berdasarkan bahannya (misalnya, energy bar yang berisi kacang-kacangan, karamel, protein, granola, minyak kedelai). Produk semacam itu akan sangat mudah digiling setelah pembekuan dengan nitrogen cair

### 3.3.4 Hidrolisis Asam

Sebagian besar lipid dalam pangan seperti susu, roti, tepung, dan produk hewani terikat pada protein dan karbohidrat. Ekstraksi langsung dengan pelarut non-polar akan tidak efisien. Makanan semacam itu harus dihidrolisis dengan asam. Hidrolisis asam dapat memutuskan ikatan kovalen dan ionik lipid yang terikat menjadi bentuk lipid yang mudah diekstrak. Hidrolisis dapat dilakukan dengan reflux selama 1 jam dengan HCL 3 N.

Etanol dan hexametafospat padat dapat ditambahkan untuk membantu memisahkan lipid dari komponen lain sebelum diekstrak dengan pelarut. Misal untuk hidrolisis telur membutuhkan 10 ml HCL dan pemanasan dalam water bath pada suhu 65 C selama 15-25 menit atau sampai larutan terlihat jelas

### 3.3.5 Pemilihan Pelarut

Pelarut ideal untuk ekstraksi lemak harus memiliki kemampuan larut yang tinggi untuk lipid dan tidak melarutkan protein asam amino dan karbohidrat. Pelarut juga harus dapat menguapkan tanpa meninggalkan sisa, memiliki titik didih yang rendah, tidak mudah terbakar dan tidak beracun baik dalam fase cairan ataupun asap. Pelarut ideal dapat dengan mudah menembus partikel sampel (bahan uji), dalam bentuk komponen tunggal, tidak mahal dan non-hygroskopis. Sulit untuk menemukan pelarut lemak yang ideal untuk memenuhi semua kriteria ideal tersebut.

Ethyl ether dan petroleum ether adalah pelarut yang paling umum digunakan, tetapi pentane dan hexane juga sering digunakan khususnya untuk mengekstraksi minyak kedelai. Ethyl ether memiliki titik didih 34.6 derajat selsius dan merupakan pelarut yang lebih baik untuk lemak daripada petroleum ether. Pelarut ini secara umum lebih mahal dibandingkan dengan pelarut lainnya, memiliki daya ledak dan terbakar yang lebih besar, bersifat higroskopis dan mudah membentuk peroxide.

Petroleum ether merupakan sebuah fraksi dengan titik didih rendah dari petroleum (minyak bumi). Fraksi ini terbentuk dari gabungan hexane dan pentane. Titik didihnya sekitar 35-38 derajat selsius dan lebih hidropobis daripada ethyl ether. Pelarut ini lebih handal untuk lipid yang lebih hidropobic, lebih murah, sedikit higroskopis, dan sedikit mudah terbakar daripada ethyl ether.

Sifat terperinci dari petroleum untuk ekstraksi lemak dideskripsikan dalam AOAC metode 945.16. Gabungan dari dua atau tiga pelarut sering digunakan. Pelarut harus dimurnikan dan bebas peroxide. Rasio pelarut:terlarut harus ditemukan terlebih dahulu untuk mendapatkan ekstraksi lipid terbaik dari makanan

#### 4. Metode Analisis Kadar Lemak

Penentuan adanya lipida atau lemak dalam suatu bahan dapat dilakukan dengan berbagai macam analisa. Salah satunya adalah dengan menggunakan analisa kualitatif untuk menentukan adanya lipid atau tidak yaitu:

i. Metode uji bilangan asam

Prinsip : asam lemak bebas yang terdapat dalam lemak/minyak dinetralkan oleh KOH. Angka asam adalah banyak mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gr minyak/lemak.

ii. Metode uji penyabunan

Prinsip : penyabunan adalah hidrolisa suatu ester. Penyabunan lemak dilakukan dengan menambahkan larutan KOH alkohol berlebihan. Kelebihan KOH dapat diketahui melalui titrasi dengan standar asam (HCL). Angka penyabunan adalah banyaknya mg KOH yang dibutuhkan untuk menyabun 1 gr lemak/minyak.

iii. Metode uji kelarutan

Prinsip : Uji ini terdiri atas analisis kelarutan lipid maupun derivat lipid terhadap berbagai macam pelarut. Dalam uji ini, kelarutan lipid ditentukan oleh sifat kepolaran pelarut. Apabila lipid dilarutkan ke dalam pelarut polar maka hasilnya lipid tersebut tidak akan larut. Hal tersebut karena lipid memiliki sifat nonpolar sehingga hanya akan larut pada pelarut yang sama-sama nonpolar.

iv. Metode uji akrolein

Prinsip : Uji akrolein Dalam uji ini terjadi dehidrasi gliserol dalam bentuk bebas atau dalam lemak/minyak menghasilkan aldehyd akrilat atau akrolein. Menurut Scy Tech Encyclopedia (2008), uji akrolein digunakan untuk menguji keberadaan gliserin atau lemak.



Ketika lemak dipanaskan setelah ditambahkan agen pendehidrasi ( $\text{KHSO}_4$ ) yang akan menarik air, maka bagian gliserol akan terdehidrasi ke dalam bentuk aldehid tidak jenuh atau dikenal sebagai akrolein ( $\text{CH}_2=\text{CHCHO}$ ) yang memiliki bau seperti lemak terbakar dan ditandai dengan asap putih.

v. Metode uji iodium

Prinsip : adisi iodium ke dalam ikatan rangkap minyak/lemak, kelebihan iodium ditentukan secara iodimetri. Angka iodium adalah banyaknya mg iodium yang diikat oleh 100 g minyak/lemak.

## 5. Kelebihan dan Kekurangan Metode Kualitatif

Uji kualitatif adalah sebuah nilai yang dikandung oleh sesuatu / sebuah benda, dimana penilaian yang dilakukan akan didasarkan pada mutu dan kualitas yang terkandung didalamnya.

- i. Kelebihan
  - Mempunyai landasan teori yang sesuai fakta
  - Penelitian lebih berjalan subyektif
  - Adanya pemahaman khusus dalam menganalisa
- ii. Kekurangan
  - Bersifat sirkuler
  - Ukuran penelitian kecil
  - Tidak efektif jika ingin meneliti secara keseluruhan atau besar-besaran

### C. Latihan

1. Banyaknya kalium hidroksida yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas merupakan prinsip metode?
2. Jelaskan prinsip metode saponifikasi untuk analisis lemak!
3. Uji ini digunakan untuk mengetahui keberadaan gliserin!
4. Banyaknya yodium yang diikat oleh minyak/lemak menggambarkan prinsip uji?
5. Jika suatu sampel dilarutkan pada pelarut polar ternyata banyak fraksi yang tidak larut, kemungkinan sample tersebut mengandung lemak. Prinsip ini terdapat pada uji?

#### D. Kunci Jawaban

1. Uji bilangan asam
2. Hidrolisis suatu ester oleh logam tertentu seperti senyawa KOH.
3. Uji akrolein
4. Uji iodium
5. Uji kelarutan

## E. Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.

Almatsier. (2004). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama

[BSN]. Badan Standardisasi Nasional . 2009. SNI 01-2891-1992 Tentang Cara Uji Makanan dan Minuman Jakarta: BSN

Lehninger. (2004). *Dasar-Dasar Biokimia*. Maggy T, penerjemah; Jakarta: Erlangga. Terjemahan dari: Principle of Biochemistry



Universitas  
**Esa Unggul**





Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 9  
Analisis Kadar Lemak-2**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD  
Miftahussaadah, SGz.  
Widya Musliha, SGz.**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Lemak Kuantitatif

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan tinjauan persiapan sampel analisis lemak
2. Pembaca mampu menguraikan prosedur analisa lemak kuantitatif
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Persiapan Awal dalam Analisa Lipid

##### 1.1 Pertimbangan Umum

Sesuai dengan definisi, lipid adalah senyawa yang larut dalam pelarut organik dan tidak larut dalam air. Oleh karena itu, ketidaklarutan dalam air adalah pertimbangan utama dalam pemisahan lipid dari protein, air dan karbohidrat pangan. Misalnya, Glikolipid (senyawa kombinasi karbohidrat/gly dan lipid) larut dalam alkohol dan memiliki kelarutan rendah dalam heksana sebaliknya, triasilgliserol larut dalam heksana dan petroleum eter, yang merupakan pelarut non-polar. Rentang sifat hidrofobik relatif dari berbagai lipida membuat pemilihan pelarut tunggal dan universal tidak mungkin dilakukan untuk ekstraksi lipid makanan. Beberapa lipid pangan adalah komponen dari senyawa lipoprotein dan liposakarida; Oleh karena itu, ekstraksi dikatakan berhasil jika ikatan antara lipid dan protein atau karbohidrat dapat dipecah dan terlarutkan dalam pelarut organik ekstraktan.

## 1.2 Persiapan sampel

Kadar lemak total pangan biasanya ditentukan dengan metode pelarut organik atau dengan hidrolisis basa dan asam yang dilanjutkan dengan perlengkapan ekstraksi Mojonnier. Untuk produk campuran (olahan), hidrolisis dengan asam adalah metode yang paling sering dipakai. Hidrolisis asam akan membantu untuk memisahkan matriks pangan sehingga mudah dilanjutkan dengan metode ekstraksi sederhana. Ekstraksi juga dapat dilakukan langsung tanpa hidrolisis tetapi keakuratannya tergantung dari kelarutan lipid dalam pelarut (solvent). Hasil ekstraksi dari satu pelarut dapat berbeda dengan pelarut lainnya yang berbeda tingkat polaritasnya. Ada pula metode yang tidak menggunakan pelarut tetapi menggunakan beberapa instrumentasi dengan mempertimbangkan sifat fisik dan kimia lipid. Untuk label pangan, biasanya digunakan metode kromatografi gas.

Kesahihan analisis lemak pangan tergantung dari persiapan sampel. Persiapan ini juga tergantung dari jenis dan keadaan alami (*nature of lipids*) lipid pangan. Metode ekstraksi untuk lipid dalam bentuk cair, seperti susu umumnya berbeda dengan lemak pada kedelai yang berbentuk padat. Untuk menganalisis lipid dalam makanan secara efektif, pengetahuan tentang struktur, kimia, klasifikasi dan keadaan lipid beserta senyawa lainnya sangat diperlukan. Untuk hasil terbaik, persiapan sampel harus dilakukan di bawah atmosfer inert nitrogen dan suhu rendah untuk meminimalkan reaksi kimia seperti oksidasi lipid. Beberapa langkah persiapan yang sering dilakukan sebelum analisis lipid. Persiapan dapat membantu ekstraksi dengan cara menghilangkan

air, pengurangan ukuran partikel, atau pemisahan lipid dari protein terikat dan / atau karbohidrat dengan hidrolisis.



Gambar 2. Ekstraksi mojonier

### 1.3 Pengeringan Sampel

Lipid tidak dapat diekstraksi secara efektif dengan etil eter dari makanan lembab karena pelarut tidak dapat dengan mudah menembus jaringan makanan yang lembab karena sifat hidrofobik pelarut yang digunakan atau sifat hidroskopis pelarut. Eter, yang bersifat higroskopik, menjadi jenuh dengan air dan tidak efisien untuk ekstraksi lipid. Pengeringan sampel pada suhu tinggi tidak dianjurkan karena beberapa lipida akan terikat pada protein dan karbohidrat, dan lipida yang terikat tersebut tidak mudah diekstraksi dengan pelarut organik. Pengeringan oven vakum pada suhu rendah atau lyophilization meningkatkan luas permukaan sampel untuk ekstraksi lipid yang lebih baik. Pengeringan (predrying) membuat sampel lebih mudah digiling untuk ekstraksi yang lebih baik, menghancurkan emulsi air-lemak untuk membuat lemak larut dengan mudah dalam pelarut organik, dan membantu membebaskan lemak dari jaringan makanan.



#### 1.4 Pengurangan ukuran partikel

Efisiensi ekstraksi lipid dari makanan kering bergantung pada ukuran partikel maka penggilingan yang memadai sangat penting. Metode klasik untuk menentukan lemak pada biji minyak (oilseeds) adalah dengan melakukan ekstraksi benih yang telah digiling dengan pelarut tertentu pada suhu rendah untuk meminimalkan oksidasi lipid. Untuk ekstraksi yang lebih baik, sampel dan pelarut dicampur dalam perangkat comminuting berkecepatan tinggi seperti blender. Sulit untuk mengekstrak lipid dari kedelai utuh karena porositas kulit kacang kedelai sangat rendah dan sensitif terhadap zat pe-dehidrasi (dehydrating agents). Ekstraksi lipid dari kedelai mudah dilakukan jika kedelai sudah pecah secara mekanis dengan cara menggiling. Ekstraksi lemak dari produk jadi bisa menjadi tantangan, berdasarkan bahannya (misalnya, energy bar yang berisi kacang-kacangan, karamel, protein, granola, minyak kedelail). Produk semacam itu akan sangat mudah digiling setelah pembekuan dengan nitrogen cair.

### 1.5 Hidrolisis asam

Sebagian besar lipid dalam pangan seperti susu, roti, tepung, dan produk hewani terikat pada protein dan karbohidrat. Ekstraksi langsung dengan pelarut non-polar akan tidak efisien. Makanan semacam itu harus dihidrolisis dengan asam. Hidrolisis asam dapat memutuskan ikatan kovalen dan ionik lipid yang terikat menjadi bentuk lipid yang mudah diekstrak. Hidrolisis dapat dilakukan dengan reflux selama 1 jam dengan HCL 3 N. Etanol dan hexametafospat padat dapat ditambahkan untuk membantu memisahkan lipid dari komponen lain sebelum diekstrak dengan pelarut. Misal untuk hidrolisis telur membutuhkan 10 ml HCL dan pemanasan dalam water bath pada suhu 65 C selama 15-25 menit atau sampai larutan terlihat jelas.

## 1.6 Pemilihan Pelarut

Pelarut ideal untuk ekstraksi lemak harus memiliki kemampuan larut yang tinggi untuk lipid dan tidak melarutkan protein asam amino dan karbohidrat. Pelarut juga harus dapat menguapkan tanpa meninggalkan sisa, memiliki titik didih yang rendah, tidak mudah terbakar dan tidak beracun baik dalam fase cairan ataupun asap. Pelarut ideal dapat dengan mudah menembus partikel sampel (bahan uji), dalam bentuk komponen tunggal, tidak mahal dan non-hygroskopis. Sulit untuk menemukan pelarut lemak yang ideal untuk memenuhi semua kriteria ideal tersebut.

Ethyl ether dan petroleum ether adalah pelarut yang paling umum digunakan, tetapi pentane dan hexane juga sering digunakan khususnya untuk mengekstraksi minyak kedelai. Ethyl ether memiliki titik didih 34.6 derajat selsius dan merupakan pelarut yang lebih baik untuk lemak daripada petroleum ether. Pelarut ini secara umum lebih mahal dibandingkan dengan pelarut lainnya, memiliki daya ledak dan terbakar yang lebih besar, bersifat higroskopis dan mudah membentuk peroxide.

Petroleum ether merupakan sebuah fraksi dengan titik didih rendah dari petroleum (minyak bumi). Fraksi ini terbentuk dari gabungan hexane dan pentane. Titik didihnya sekitar 35-38 derajat selsius dan lebih hidropobis daripada ethyl ether. Pelarut ini lebih handal untuk lipid yang lebih hidropobic, lebih murah, sedikit higroskopis, dan sedikit mudah terbakar daripada ethyl ether. Sifat terperinci dari petroleum untuk ekstraksi lemak dideskripsikan dalam AOAC metode

945.16. Gabungan dari dua atau tiga pelarut sering digunakan. Pelarut harus dimurnikan dan bebas peroxide. Rasio pelarut:terlarut harus ditemukan terlebih dahulu untuk mendapatkan ekstraksi lipid terbaik dari makanan.



Universitas  
**Esa Unggul**

## 2. Prosedur Analisis Lemak Kuantitatif

Untuk suatu keperluan seperti label pangan, identifikasi jenis lemak dan sebagainya, maka analisis diperlukan dalam suatu ukuran angka dengan ketelitian tertentu. Analisis semacam ini disebut analisis kuantitatif, jadi bukan sekedar ada atau tidak ada seperti yang dijawab oleh analisis kualitatif. Diantara prosedur analisis ialah Goldfish, Soxhlet, Weibull, Gerber, Mojonnier dan sebagainya.

### 2.1 Soxhlet

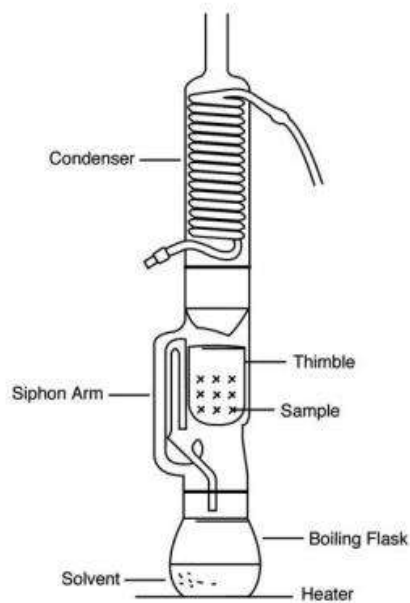
Prinsip metode ini ialah ekstraksi lemak bebas dengan pelarut non polar. Metode ini banyak digunakan untuk analisis lemak pada sereal dan daging. Prinsipnya mirip seperti destilasi, dimana sample 'direbus' pada suatu pelarut. Pelarut akan mengekstrak lemak dan terkumpul pada wadah pelarut. Kalkulasi kadar lemak dapat dilakukan dengan menimbang kehilangan berat pada sample atau dari analisis lemak yang terbuang bersama pelarut seperti rumus berikut:

$$\% \text{ lemak pada basis kering} = (\text{g lemak sampe in sample/g of dried sample}) \times 100$$

Pengaliran pelarut akibat efek 'rebus/menggolak' ini maka metode ini disebut sebagai *semi-continuous solvent extraction*. Metode ini memerlukan waktu yang lebih lama tentunya dibandingkan *continuous solvent extraction*.

Sample yang diperlukan pada metode ini perlu diperhatikan kadar airnya. Sample yang mengandung kadar air lebih dari 10%, dikeringkan terlebih dahulu hingga beratnya konstan pada suhu 95-100 C dan tekanan < 100 mm Hg selama 5 jam.





Gambar 1 Soxhlet

## 2.2 Weibull

Prinsip : Ekstrak lemak dengan pelarut non polar setelah contoh dihidrolisis dalam suasana asam untuk membebaskan lemak yang terikat.

## 2.3 Lemak untuk contoh margarine dan mentega

Prinsip : Ekstraksi lemak dalam alat reforator dengan pelarut non polar setelah contoh dihidrolis dalam suasana asam untuk membebaskan lemak yang terikat

## 2.4 Metode Gerber

Prinsip : Contoh direaksikan dengan  $H_2SO_4$ , dan amil, alcohol, kemudian kadar lemaknya langsung dibaca dari butirometer standar.

## 2.5 Metode Mojonnier

Prinsip : Lemak dari contoh uji diekstrak dengan eter dan ditetapkan secara gravimetric setelah didiamkan atau didestruksi dengan ammonia

### 3. Kelebihan dan Kekurangan Prosedur Analisis Kualitatif Lemak

Uji kuantitatif adalah sebuah penilaian yang dilakukan berdasarkan jumlah sesuatu, dimana dalam hal ini kualitas bukanlah sebagai faktor utama yang menjadi dasar penilaian.

a. Kelebihan

- 1) Penelitian lebih berjalan sistematis
- 2) Mampu memanfaatkan teori yang ada
- 3) Penelitian lebih berjalan objektif
- 4) Spesifik, jelas dan rinci
- 5) Ukuran penelitian besar, sehingga menjadi nilai tambah tersendiri

b. Kekurangan

- 1) Kekurangan data cenderung berasal dari nilai tertinggi
- 2) Penelitian tidak subyektif
- 3) Orientasi hanya terbatas pada nilai dan jumlah
- 4) Dibatasi oleh peluang untuk menggali responden dan kualitas perangkat pengumpul data orisinal
- 5) Keterlibatan periset umumnya terbatas

## **RANGKUMAN**

Kelebihan dari uji kuantitatif yaitu penelitian lebih berjalan sistematis, mampu memanfaatkan teori yang ada, penelitian lebih berjalan objektif, spesifik, jelas dan rinci, dan ukuran penelitian besar, sehingga menjadi nilai tambah tersendiri. Kekurangannya yaitu data cenderung berasal dari nilai tertinggi, penelitian tidak subyektif orientasi hanya terbatas pada nilai dan jumlah, dibatasi oleh peluang untuk menggali responden dan kualitas perangkat pengumpul data orisinal, dan keterlibatan periset umumnya terbatas.



Universitas  
**Esa Unggul**

## Latihan

1. Dehidrasi gliserol dalam bentuk bebas atau dalam lemak/minyak menghasilkan aldehyd akrilat, terjadi pada metode?
2. Ekstraksi lemak bebas dengan pelarut non polar digunakan pada metode?
3. Ekstrak lemak dengan pelarut non polar setelah contoh dihidrolisis dalam suasana asam untuk membebaskan lemak yang terikat ditemukan pada metode?
4. Sampel direaksikan dengan  $H_2SO_4$ , dan amil, alcohol, kemudian kadar lemaknya langsung dibaca dari butirometer standar, terjadi pada metode?
5. Pada metode ini, contoh/sampel uji diekstrak dengan eter dan ditetapkan secara gravimetric setelah didiamkan atau didestruksi dengan ammonia

### C. Kunci Jawaban

1. Uji akrolein
2. Soxhlet
3. Weibull
4. Gerber
5. Mojonnier



Universitas  
**Esa Unggul**



## Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.

Sudarmadji S, S. (2008). *Analisis Bahan Makanan san Pertanian*. Yogyakarta: Liberty.

Lehninger. (2004). *Dasar-Dasar Biokimia*. Maggy T, penerjemah; Jakarta: Erlangga.

Terjemahan dari: Principle of Biochemistry.

Makfoeld, D., Marseno, D., Hastuti, P., Anggrahini, S., Sastrosuwihnyo, S., Suhardi, et al.

(2002). *Kamus Istilah Pangan dan Nutrisi*. Yogyakarta: Kanisius.

Poedjiadi.(2009). *Dasar-Dasar Biokimia*. Jakarta: UI Press



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 10  
Analisis Kadar Protein**

**DISUSUN OLEH  
Reza Fadhilla, STP, M.Si  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Kadar Protein

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menguraikan prinsip, prosedur analisa kadar protein
2. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Pengantar

Protein merupakan senyawa yang terdapat dalam setiap sel hidup. Setengah dari berat kering dan 20% dari berat total tubuh manusia dewasa adalah protein. Hampir setengahnya terdapat di dalam otot (daging), seper limanya di dalam tulang dan kartilago, seper sepuluhnya dalam kulit dan sisanya dalam jaringan-jaringan lain serta cairan tubuh. Semua enzim yang terdapat di dalam tubuh adalah protein. Berbagai macam hormon merupakan protein atau turunannya. Asam nukleat di dalam sel, yang bertanggung jawab terhadap transmisi informasi genetika dalam reproduksi sel, sering terdapat dalam bentuk berkombinasi dengan protein, yaitu nukleoprotein.

Hanya urine dan cairan empedu yang dalam keadaan normal tidak mengandung protein. Protein yang terkandung dalam makanan yang dikonsumsi akan mengalami proses pencernaan (pemecahan, hidrolisis) oleh enzim-enzim protease di dalam saluran pencernaan (lambung, usus halus) menjadi unit-unit penyusunnya, yaitu asam-asam amino. Asam-asam amino inilah yang selanjutnya diserap oleh usus halus, kemudian dialirkan ke hati dan didistribusikan ke seluruh jaringan tubuh. Dalam jaringan, asam-asam amino tersebut digunakan untuk sintesis protein untuk pembentukan jaringan baru atau mengganti jaringan yang rusak.

Asam-asam amino yang berlebihan dapat digunakan sebagai sumber energi bagi tubuh, atau disimpan dalam bentuk lemak (jaringan adiposa) sebagai cadangan energi. Protein merupakan zat gizi yang sangat penting bagi tubuh karena selain sebagai sumber energi, protein berfungsi sebagai zat pembangun tubuh (sintesis protein tubuh) dan zat pengatur di dalam tubuh

(enzim dan hormon). Sebagai zat pembangun, fungsi utamanya bagi tubuh adalah untuk membentuk jaringan baru (misalnya membentuk janin pada masa kehamilan seorang ibu, atau jaringan baru pada proses pertumbuhan bayi/anak), disamping untuk memelihara jaringan yang telah ada (mengganti bagian-bagian yang aus atau rusak).

### **Klasifikasi Protein**

Belum ada satu pun sistem klasifikasi protein yang secara umum dapat diterima dan memuaskan. Sampai sekarang masih digunakan beberapa sistem klasifikasi yang kadang-kadang bertentangan satu sama lain. Protein dapat digolongkan berdasarkan: (1) struktur molekulnya, (2) kelarutannya dalam pelarut, dan (3) nilai gizinya. Berdasarkan struktur molekulnya, protein dapat dikelompokkan menjadi dua bentuk, yaitu protein fibrosa (fibrous, berserat, berserabut) dan protein globular (bulat seperti bola). Protein fibrosa tidak larut dalam pelarut encer, baik larutan garam, asam, basa maupun alkohol. Protein fibrosa terutama berguna untuk membentuk struktur jaringan, misalnya kolagen pada tulang rawan, myosin, yaitu protein kontraktile utama pada otot, keratin, yaitu protein utama rambut dan kulit, serta fibrin, yaitu protein pada darah yang membeku.

Protein globular larut dalam larutan garam dan asam encer, juga mudah berubah di bawah pengaruh konsentrasi garam, serta pelarut asam dan basa, dibandingkan dengan protein fibrosa. Selain itu, protein ini lebih mudah terdenaturasi, yaitu berubahnya susunan molekulnya yang diikuti dengan perubahan sifat fisik dan fisiologisnya. Klasifikasi protein berdasarkan kelarutannya berkembang pada sekitar tahun 1907 – 1908, tetapi masih digunakan sampai sekarang walaupun garis batas antarkelasnya tidak jelas. Menurut kelarutannya, protein globular dapat digolongkan menjadi beberapa kelas, yaitu albumin, globulin, glutelin, prolamin, histon, dan protamin (Tabel 1.2.).

Protein susu (sapi) terdiri dari kasein (fosfoprotein) sebanyak kurang lebih 78% dari berat totalnya, serta protein serum susu (sekitar 17%) yang terdiri dari beta-lakto-globulin (8,5%), alfa-laktalbumin (5,1%), globulin imun (1,7%) dan serum albumin. Sekitar 5% merupakan senyawa yang mengandung nitrogen, tetapi bukan protein (non-protein nitrogen), seperti peptide dan asam



amino. Protein telur dibedakan atas putih dan kuning telur. Protein putih telur terdiri dari sedikitnya delapan macam protein yang berbeda dengan sifat khusus masing-masing (ovalbumin, kon-albumin, ovomukoid, lisozim, flavoprotein, apoprotein, ovo-inhibitor, dan avidin). Putih telur mengandung sekitar 10 - 11% protein berdasarkan berat basah (sekitar 83% berdasarkan berat kering). Jenis-jenis protein yang terdapat dalam kuning telur, yaitu livetin, fosvitin, dan lipoprotein. Protein kuning telur mengandung sejumlah lipid (fosfolipid, misalnya lesitin) yang berikatan membentuk suatu lipoprotein. Karena adanya lesitin maka kuning telur dapat membentuk emulsi (campuran air dengan minyak), misalnya dalam pembuatan mayonnaise.

Tabel 1.2.  
Klasifikasi protein berdasarkan kelarutannya

Kelas Protein	Sifat Kelarutan dan Sifat Fisik Lainnya	Contoh
Albumin	Larut dalam air dan larutan garam, terkoagulasi oleh panas	Albumin telur, Albumin serum, Laktalbumin (susu)
Globulin	Tidak larut dalam air, terkoagulasi oleh panas, larut dalam pelarut encer, mengendap dalam larutan garam konsentrasi tinggi ( <i>salting out</i> )	Miosinogen (otot), ovalbumin (kuning telur), legumin (kacang-kacangan)
Glutelin	Tidak larut dalam pelarut netral, larut dalam asam, dan basa encer	Glutelin (gandum), orizenin (beras)
Prolamin (Gliadin)	Larut dalam alkohol 70-80 %, tidak larut dalam air, dan alkohol absolute	Gliadin (gandum), zein (jagung), hordain (barley)
Histon	Larut dalam air dan larutan garam, tidak larut dalam amonia encer; Histon yang terkoagulasi oleh panas bersifat larut dalam asam encer	Globin (hemoglobin)
Protamin	Larut dalam etanol 70-80 %, tidak larut dalam air dan etanol absolut, tidak terkoagulasi oleh panas, kaya akan arginin	Salmin (ikan Salmon), kluepin (ikan Herring), scrombin (ikan Mackerel)

Protein daging (sapi) terdiri dari protein struktural (sekitar 70%) dan protein larut air (sekitar 30%). Protein struktural (fibril) mengandung sekitar 32 - 38% miosin, 13 - 17% aktin, 7% tropomiosin dan sekitar 6% protein plasma. Protein ikan terdiri dari serat-serat pendek yang mengandung protein utama, yaitu miosin, aktin, aktomiosin dan tropomiosin. Miosin dan aktin merupakan



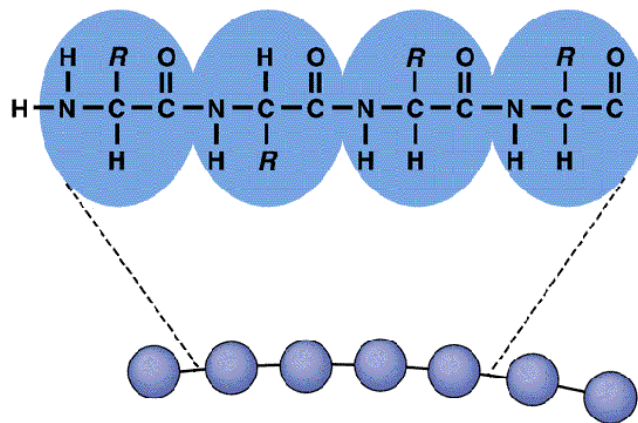
protein struktural. Aktomiosin bersifat labil, mudah berubah selama proses pengolahan atau penyimpanan, misalnya menjadi tidak mudah larut.

### **Struktur Protein**

Protein adalah suatu polipeptida yang tersusun dari banyak asam amino. Protein merupakan molekul yg sangat vital untuk organisme yang terdapt di semua sel. Rantai asam amino dihubungkan dengan kovalen yg spesifik. Struktur dan fungsi protein ditentukan oleh kombinasi, jumlah, dan urutan asam amino. Sifat fisika dan kimiawi asam amino dipengaruhi oleh asam-asam amino penyusunnya. Protein dalam tubuh dikelompokkan berdasarkan tugas dan fungsi dari protein tersebut. Kelompok protein tersebut adalah protein serat, protein globular, dan protein konjugasi.

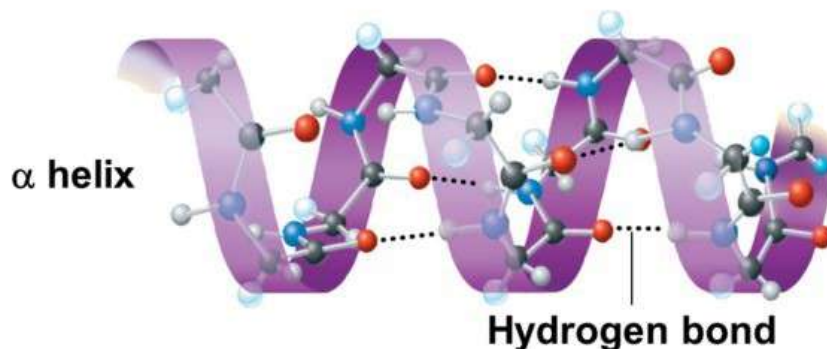
Protein serat disebut juga protein struktural yang bertugas membentuk kulit, otot, pembuluh darah, dan rambut. Protein-protein pembentuk tersebut diantaranya adalah kolagen yang bertugas membentuk jaringan penyambung, elastin yang membentuk urat dan pembuluh darah, dan keratin yang membentuk rambut dan kuku. Protein globular adalah protein larut, yang termasuk dalam kelompok protein ini adalah albumin yang terdapat telur dan serum, globulin terdapat dalam serum, histon terdapat dalam jaringan kelenjar dan bersama dengan asam nukleat, rotamina yang berhubungan dengan asam nukleat. Contoh dari protein globular adalah hemoglobin (bagian dari eritrosit) yang bertanggung jawab atas pengangkutan oksigen dalam aliran darah. Satu satuan hemoglobin mempunyai bobot molekul sekitar 65.000, mengandung empat molekul protein yang disebut globin. Keracunan karbon monoksida terjadi bila molekul CO<sub>2</sub> menggantikan tempat molekul O<sub>2</sub> dalam hemoglobin. Molekul CO terikat erat oleh besi dan dilepaskan tidak semudah molekul oksigen.

## Primary Structure of Protein



Protein konjugasi adalah protein yang berhubungan dengan suatu bagian nonprotein misalnya gula yang mempunyai pelbagai fungsi dalam seluruh tubuh. Contoh yang termasuk dalam kelompok ini adalah nukleoprotein yang bersenyawa dengan asam nukleat, mukoprotein dan glikoprotein yang berhubungan dengan karbohidrat, lipoprotein berhubungan dengan lipida, fosfogliserida atau kolesterol. Struktur protein dibedakan menjadi struktur primer, sekunder, tersier, dan kuartener. Struktur primer adalah rentetan asam amino dalam suatu molekul protein. Bentuk kerangka atau tulang belakang dari suatu protein disebut sebagai struktur sekunder yang merupakan pola lipatan berulang dari rangka protein. Dua pola terbanyak adalah alpha helix dan beta sheet.

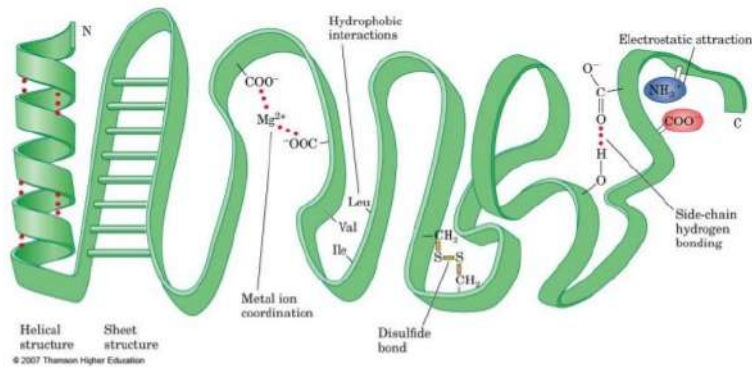
## Secondary structure



Antaraksi lebih lanjut dari struktur sekunder yang membentuk bulatan disebut struktur tersier, dan antaraksi sub-unit protein tertentu yang membentuk protein besar seperti globin dalam hemoglobin disebut struktur kuartener.

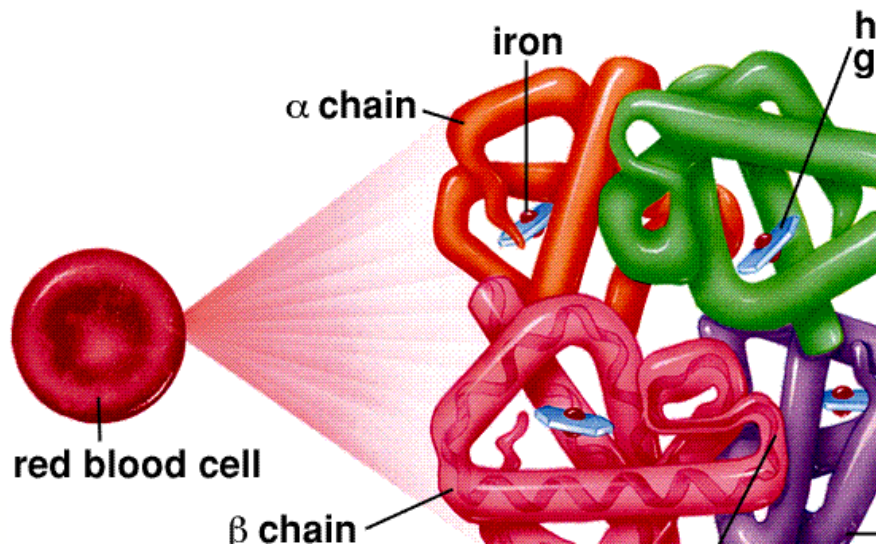
## Tertiary Structure

- Forces that stabilize 3° structure of proteins



Sylvia S. Mader, Inquiry into Life, 8th edition. Copyright © 1997 The McGraw-Hill Companies, Inc. All rights reserved.

## Hemoglobin Molecule



Kuartener struktur

### Denaturasi Protein

Protein dapat mengalami denaturasi yang mengakibatkan hilangnya sifat biologis dari protein. Denaturasi adalah rusaknya ikatan hidrogen dan gaya



sekunder lain dalam protein sehingga menyebabkan hilangnya sifat-sifat struktur yang lebih tinggi. Faktor-faktor yang menyebabkan denaturasi antara lain :

1. perubahan temperatur, seperti memasak putih telur akan mengakibatkan albumin itu membuka lipatan dan mengendap; dihasilkan suatu zat padat putih.
2. perubahan pH, bila susu menjadi asam perubahan pH yang disebabkan oleh pembentukan asam laktat akan menyebabkan penggumpalan susu (curdling), atau pengendapan protein yang semula larut.
3. Detergen
4. Radiasi
5. zat pengoksidasi atau pereduksi

Denaturasi dapat reversibel bila kondisi denaturasi yang lembut seperti sedikit perubahan pH. Jika protein ini dikembalikan ke lingkungan alamnya, protein ini dapat memperoleh kembali struktur lebih tingginya yang alamiah dalam suatu proses yang disebut renaturasi. Tetapi umumnya renaturasi ini sangat lambat dan tidak terjadi sama sekali.

### **Biokatalisator Enzim**

Enzim, suatu protein besar, adalah suatu senyawa yang bertindak sebagai katalis dalam reaksi biologi. Enzim merupakan katalis yang lebih efisien daripada kebanyakan katalis laboratorium atau industri. Enzim bekerja menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga akan mempercepat terjadinya reaksi. Enzim bekerja secara spesifik. Satu jenis enzim hanya akan bekerja pada substrat tertentu saja. Contohnya enzim amilase yang ditemukan dalam saluran cerna manusia hanya bekerja pada pati yang akan menghasilkan glukosa, amilase tidak bekerja pada selulosa atau karbohidrat jenis lain. Tetapi terdapat enzim yang bekerja dalam substrat yang lebih luas, misalnya papain, suatu protein globular yang diisolasi dari buah pepaya dapat bekerja dengan cara menghidrolisis banyak ikatan peptida sehingga papain dapat digunakan untuk melunakkan daging.

Penamaan suatu enzim umumnya memakai akhiran –ase. Misalnya suatu polimerase adalah enzyme yang mengkatalisis suatu reaksi polimerisasi.

Enzim diklasifikasikan dalam 6 kategori berdasarkan jenis reaksi yang dikatalisasinya. Keenam kelompok enzim tersebut adalah :

1. Oksidoreduktase adalah enzim yang pada reaksi oksidasi-reduksi. Yang termasuk dalam kelompok enzim ini adalah dehidrogenase yang bekerja pada ikatan rangkap, oksidase, dan reduktase.
2. Transferase adalah enzim yang bekerja pada proses perpindahan suatu gugus pada satu substrat ke yang lainnya. Contoh enzim golongan ini adalah kinase yang bekerja pada gugus fosfat dan transaminase yang bekerja pada gugus amino.
3. Hidrolase adalah enzim yang bekerja pada reaksi hidrolisis amida, ester, dan substrat sejenis. Contohnya adalah protease yang menghidrolisis amida, lipase yang menghidrolisis ester, dan nuklease menghidrolisis phospat.
4. Liase adalah enzim yang bekerja pada reaksi eliminasi dan adisi molekul kecil seperti H<sub>2</sub>O dari dan terhadap substrat. Contohnya adalah dekarboksilase yang menyebabkan eliminasi CO<sub>2</sub> dan dehidrasi yang mengeliminasi H<sub>2</sub>O.
5. Isomerase adalah enzim yang bekerja mengkatalis reaksi isomerisasi. Contohnya adalah epimerase yang mengkatalis reaksi pada pusat kiral.
6. Ligase adalah enzim yang mengkatalis ikatan antar dua molekul dan bersamaan dengan hidrolisis ATP. Contohnya adalah karboksilase yang bekerja pada adisi CO<sub>2</sub> dan sintetase yang bekerja pada pembentukan senyawa baru.

Untuk aktivitas biologis, beberapa enzim memerlukan gugus-gugus prostetik atau kofaktor. Kofaktor merupakan bagian nonprotein dari enzim tersebut yang dapat berupa gugus anorganik seperti Zn<sup>2+</sup>. Gugus prostetik organik disebut sebagai koenzim.

Jika suatu organisme tidak dapat mensintesis suatu kofaktor yang diperlukan, maka kofaktor itu harus terdapat dalam makanan dalam jumlah kecil. Satuan-satuan aktif dari banyak kofaktor adalah vitamin. Enzim bekerja dengan cara menyesuaikan diri dengan di sekitar substrat (molekul yang akan dikerjakan) untuk membentuk kompleks enzim-substrat. Ikatan-ikatan substrat dapat menjadi tegang oleh gaya tarik antara substrat dan enzim. Ikatan tegang



memiliki energi tinggi dan lebih mudah terpecahkan ; oleh karena itu, reaksi yang diinginkan berlangsung lebih mudah dan menghasilkan suatu kompleks enzim-produk.



## 2. Metode Kjeldahl

Metode Kjeldahl merupakan metode yang sederhana untuk penetapan nitrogen total pada asam amino, protein dan senyawa yang mengandung nitrogen. Sampel didestruksi dengan asam sulfat dan dikatalisis dengan katalisator yang sesuai sehingga akan menghasilkan amonium sulfat. Setelah pembebasan dengan alkali kuat, amonia yang terbentuk disuling uap secara kuantitatif ke dalam larutan penyerap dan ditetapkan secara titrasi. Metode ini telah banyak mengalami modifikasi. Metode ini cocok digunakan secara semimikro, sebab hanya memerlukan jumlah sampel dan pereaksi yang sedikit dan waktu analisa yang pendek. Metode ini kurang akurat bila diperlukan pada senyawa yang mengandung atom nitrogen yang terikat secara langsung ke oksigen atau nitrogen. Tetapi untuk zat-zat seperti amina, protein, dan lain – lain hasilnya lumayan.

Cara Kjeldahl digunakan untuk menganalisis kadar protein kasar dalam bahan makanan secara tidak langsung, karena yang dianalisis dengan cara ini adalah kadar nitrogennya. Dengan mengalikan hasil analisis tersebut dengan angka konversi 6,25, diperoleh nilai protein dalam bahan makanan itu. Untuk beras, kedelai, dan gandum angka konversi berturut-turut sebagai berikut: 5,95, 5,71, dan 5,83. Angka 6,25 berasal dari angka konversi serum albumin yang biasanya mengandung 16% nitrogen.

Prinsip cara analisis Kjeldahl adalah sebagai berikut: mula-mula bahan didestruksi dengan asam sulfat pekat menggunakan katalis selenium oksiklorida atau butiran Zn. Amonia yang terjadi ditampung dan dititrasi dengan bantuan indikator. Cara Kjeldahl pada umumnya dapat dibedakan atas dua cara, yaitu cara makro dan semimakro.

- Cara makro Kjeldahl digunakan untuk contoh yang sukar dihomogenisasi dan besar contoh 1-3 g
- Cara semimikro Kjeldahl dirancang untuk contoh ukuran kecil yaitu kurang dari 300 mg dari bahan yang homogen.

Cara analisis tersebut akan berhasil baik dengan asumsi nitrogen dalam bentuk ikatan N-N dan N-O dalam sampel tidak terdapat dalam jumlah yang besar. Kekurangan cara analisis ini ialah bahwa purina, pirimidina, vitamin-vitamin, asam amino besar, kreatina, dan kreatinina ikut teranalisis dan terukur sebagai nitrogen protein. Walaupun demikian, cara ini kini masih digunakan dan dianggap cukup teliti untuk pengukuran kadar protein dalam bahan makanan. Analisa protein cara Kjeldahl pada dasarnya dapat dibagi menjadi tiga tahapan yaitu proses destruksi, proses destilasi dan tahap titrasi.

#### Tahap destruksi

Pada tahapan ini sampel dipanaskan dalam asam sulfat pekat sehingga terjadi destruksi menjadi unsur-unsurnya. Elemen karbon, hidrogen teroksidasi menjadi CO, CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Sedangkan nitrogennya (N) akan berubah menjadi (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Untuk mempercepat proses destruksi sering ditambahkan katalisator berupa campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan HgO (20:1). Gunning menganjurkan menggunakan K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> atau CuSO<sub>4</sub>. Dengan penambahan katalisator tersebut titik didih asam sulfat akan dipertinggi sehingga destruksi berjalan lebih cepat. Selain katalisator yang telah disebutkan tadi, kadang-kadang juga diberikan Selenium. Selenium dapat mempercepat proses oksidasi karena zat tersebut selain menaikkan titik didih juga mudah mengadakan perubahan dari valensi tinggi ke valensi rendah atau sebaliknya.

#### Tahap destilasi

Pada tahap destilasi, ammonium sulfat dipecah menjadi ammonia (NH<sub>3</sub>) dengan penambahan NaOH sampai alkalis dan dipanaskan. Agar supaya selama destilasi tidak terjadi superheating ataupun pemercikan cairan atau timbulnya gelembung gas yang besar maka dapat ditambahkan

logam zink (Zn). Ammonia yang dibebaskan selanjutnya akan ditangkap oleh asam klorida atau asam borat 4 % dalam jumlah yang berlebihan. Agar supaya kontak antara asam dan ammonia lebih baik maka diusahakan ujung tabung destilasi tercelup sedalam mungkin dalam asam. Untuk mengetahui asam dalam keadaan berlebihan maka diberi indikator misalnya BCG + MR atau PP.

Tahap titrasi

Apabila penampung destilat digunakan asam klorida maka sisa asam klorida yang bereaksi dengan ammonia dititrasi dengan NaOH standar (0,1 N). Akhir titrasi ditandai dengan tepat perubahan warna larutan menjadi merah muda dan tidak hilang selama 30 detik bila menggunakan indikator PP.

Kandungan nitrogen kemudian dapat dihitung sebagai berikut:

$$\%N = \frac{\text{ml NaOH blanko} - \text{ml NaOH sampel} \times N. \text{ NaOH} \times 14,008 \times 100\%}{\text{Gram bahan} \times 1000}$$

Apabila penampung destilasi digunakan asam borat maka banyaknya asam borat yang bereaksi dengan ammonia dapat diketahui dengan titrasi menggunakan asam klorida 0,1 N dengan indikator (BCG + MR). Akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan dari biru menjadi merah muda.

Kandungan nitrogen kemudian dapat dihitung sebagai berikut:

$$\%N = \frac{\text{ml NaOH blanko} - \text{ml NaOH sampel} \times N. \text{ HCl} \times 14,008 \times 100\%}{\text{Gram bahan} \times 1000}$$

Setelah diperoleh %N, selanjutnya dihitung kadar proteinnya dengan mengalikan suatu faktor. Besarnya faktor perkalian N menjadi protein ini tergantung pada persentase N yang menyusun protein dalam suatu bahan.

Kadar protein (%) = % N x faktor konversi

Nilai faktor konversi berbeda tergantung sampel:

1.	Sereal	5,7
2.	Roti	5,7
3.	Sirup	6,25
4.	Biji-bijian	6,25
5.	Buah	6,25
6.	Beras	5,95
7.	Susu	6,38
8.	Kelapa	5,20
9.	Kacang Tanah	5,46

Apabila faktor konversi tidak diketahui, faktor 6,25 dapat digunakan . Faktor ini diperoleh dari fakta rata-rata nitrogen dalam protein adalah 16 %.

$$\begin{aligned}\text{Kadar Protein (\%)} &= N \times 100/16 \\ &= N \times 6,25\end{aligned}$$



### C. Latihan

1. Jika suatu produk X mengandung nitrogen sebanyak 2.5%, berapakah perkiraan total proteinnya?
2. Sebuah pangan ekspor memiliki nilai nitrogen sangat berbeda jauh dengan kadar nitrogen pangan tersebut pada umumnya, diduga ada food adulterary pada pangan tersebut. Untuk kasus tersebut, maka hasil perkiraan total proteinnya akan menjadi overestimate (B/S)
3. Pangan A mengandung nitrogen lebih banyak 5% dari pangan C, sedangkan pangan B mengandung nitrogen 3% lebih banyak dari A, maka urutkanlah perkiraan total protein pangan A, B, dan C dari terendah ke terbesar.
4. 'Tidak semua nitrogen yang terdapat pada pangan berasal dari protein', benarkah pernyataan ini? tunjukkan contohnya
5. Metode Kjeldhal dapat memberikan hasil overestimate untuk pangan yang terkontaminasi pupuk tertentu, sebutkan alasannya!



**D. Kunci Jawaban**

1. .
2. .
3. .
4. .
5. .



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.

Almatsier. (2004). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama

[BSN]. Badan Standardisasi Nasional . 2009. SNI 01-2891-1992 Tentang Cara Uji Makanan dan Minuman Jakarta: BSN

Lehninger. (2004). *Dasar-Dasar Biokimia*. Maggy T, penerjemah; Jakarta: Erlangga. Terjemahan dari: Principle of Biochemistry



Universitas  
**Esa Unggul**



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 11  
Analisis Kadar Vitamin**

**DISUSUN OLEH  
Reza Fadhilla, STP, M.Si  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Kadar Vitamin

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan karakteristik vitamin
2. Pembaca mampu menguraikan prinsip prosedur analisisnya
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Karakteristik Vitamin

Vitamin merupakan mikronutrien organik esensial, karena vitamin yang dibutuhkan pada diet manusia hanya dalam jumlah miligram atau mikrogram perhari. Vitamin diperlukan hanya dalam jumlah sedikit karena vitamin bekerja sebagai katalisator yang memungkinkan transformasi kimia makronutrien yang biasa disebut metabolisme.

Vitamin adalah komponen tambahan makanan yang berperan sangat penting dalam gizi manusia. Banyak vitamin tidak stabil pada kondisi pemrosesan tertentu dan penyimpanan, karena itu kandungan vitamin dalam makanan yang diproses dapat sangat menurun. Vitamin biasanya dikelompokkan ke dalam dua golongan utama, yaitu vitamin yang larut dalam air dan vitamin yang larut dalam lemak. Adanya vitamin dalam berbagai golongan makanan berkaitan dengan kelarutannya dalam air atau lemak.

Ikan merupakan sumber vitamin A dan vitamin B. Daging ikan mengandung vitamin C dalam jumlah sangat sedikit. Kandungan vitamin dari golongan makanan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan vitamin pada beberapa golongan makanan.

Golongan makanan	Vitamin A (%)	Vitamin B1 (Tiamin) (%)	Vitamin B2 (Riboflavin) (%)	Vitamin B3 (Niasin) (%)	Vitamin C (%)
Daging unggas, ikan	22,9	29,4	24,6	46	1,1
Telur	6,8	2,5	5,9	0,1	0
Produk susu	11,8	9,9	43,1	1,7	4,7
Lemak dan minyak	8,6	0	0	0	0
Buah	7,3	4,3	2	2,5	35
Kentang	5,7	6,7	1,9	7,6	20,9
Sayur	36,4	8	5,6	6,8	38,3
Kacang dan polong	-	5,5	1,8	7	-
Tepung (produk sereal)	0,4	33,6	14,2	22,7	0
Gula dan pemanis	0	-	0,1	-	0

Sumber : Deman (1989)

Beberapa vitamin berfungsi sebagai bagian dari koenzim, yang tanpa vitamin itu enzim tersebut tidak efektif sebagai biokatalis. Seringkali, koenzim seperti itu adalah bentuk vitamin yang difosforilasi dan berperan dalam metabolisme lemak, protein, dan karbohidrat. Beberapa vitamin terdapat dalam makanan sebagai provitamin atau senyawa yang bukan vitamin. Provitamin adalah senyawa yang tidak termasuk vitamin tetapi dapat diubah menjadi vitamin. Seperti  $\beta$ -karoten bisa diubah menjadi vitamin A pada dinding usus, 7-dehidrokolesterol dapat diubah menjadi vitamin D3 oleh sinar ultraviolet. Iradiasi pada tanaman dapat mengubah ergosterol menjadi vitamin D2. Asam amino triptofan bisa diubah menjadi niasin (60 mg triptofan menghasilkan 1 mg niasin).

Kekurangan vitamin telah lama dikenal mengakibatkan penyakit defisiensi yang serius. Sekarang diketahui juga bahwa kelebihan dosis vitamin tertentu, terutama vitamin yang larut dalam lemak, dapat mengakibatkan keracunan



yang serius. Karena alasan ini, penambahan vitamin ke dalam makanan harus dikendalikan secara hati-hati.

## 2. Vitamin larut lemak

Vitamin larut dalam lemak merupakan molekul hidrofobik, yang semuanya adalah turunan isoprena. Molekul-molekul ini tidak disintesis tubuh dalam jumlah yang memadai sehingga harus disuplai dari makanan. Asupan vitamin-vitamin yang larut dalam lemak memerlukan absorpsi lemak yang normal agar vitamin tersebut dapat diangkut dalam darah, yaitu oleh lipoprotein atau protein pengikat yang spesifik. Vitamin larut lemak terdiri dari vitamin A, Vitamin D, Vitamin E, dan vitamin K (Ottaway 1993).

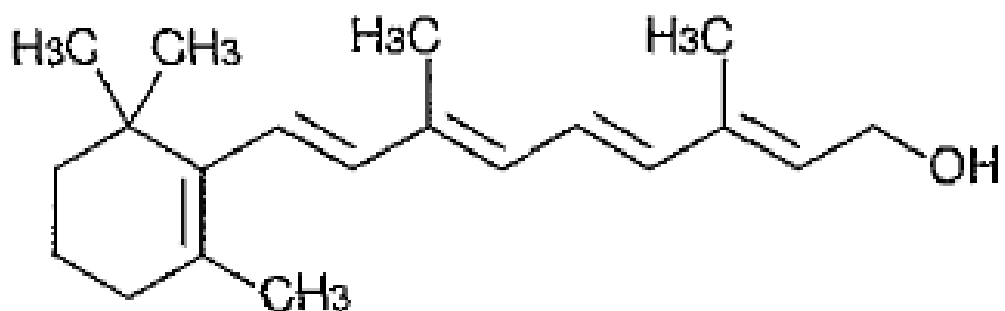
Fungsi biokimiawi khusus atau fungsi koenzim vitamin yang larut di dalam lemak tidak jelas sampai bertahun-tahun, tetapi telah banyak kemajuan yang dicapai dalam penelitian-penelitian. Satu sifat penting dari vitamin yang larut pada lemak adalah bahwa golongan ini dapat disimpan di dalam tubuh dalam jumlah besar, sehingga kekurangan totalnya di dalam diet mungkin tidak terlihat secara fisiologik selama berbulan-bulan (Lehninger 1990).

### a. Vitamin A (Retinal)

Vitamin A pertama kali dikenal sebagai faktor nutrisi esensial oleh Elmer McCollum pada tahun 1915 dan kemudian diisolasi dari minyak hati ikan. Terdapat dua bentuk alamiah, yaitu vitamin A1 atau retinal yang diperoleh dari hati ikan air laut dan vitamin A2 dari hati ikan air tawar. Vitamin A sendiri tidak terdapat di dalam tumbuhan tetapi banyak tanaman yang mengandung senyawa isoprenoid, dikenal sebagai karotenoid yang memperlihatkan bagaimana vitamin A dibentuk dalam penguraian  $\beta$ -karoten (Lehninger 1990).

Vitamin A adalah komponen organik, biasanya tidak disintesis oleh jaringan tubuh. Vitamin A merupakan salah satu vitamin yang larut dalam lemak. Mineral Zn mempengaruhi absorpsi dan penggunaan vitamin A dalam darah. Defisiensi Zn menurunkan pengeluaran vitamin A dari hati, sehingga vitamin A pun akan defisien (Baker et al. 2001). Dalam kondisi normal lebih dari 90% vitamin A disimpan dalam hati ikan, kebanyakan dalam bentuk retinil palmitat. Hal ini menyebabkan hati ikan berpotensi sebagai sumber vitamin A (Sommer dan West 1996).

Rumus struktur vitamin A menunjukkan sifat ketidakjenuhan vitamin A. Isomer, 13-cis, dikenal sebagai neo-vitamin A. Jumlah neo-vitamin A dalam sediaan vitamin A alam dapat sampai sekitar sepertiga dari keseluruhan. Jumlah ini jauh lebih kecil dalam vitamin A sintetik. Vitamin A tidak larut dalam air tetapi larut dalam lemak, minyak, dan pelarut lemak (Deman 1989). Struktur dari Vitamin A dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Rumus struktur vitamin A

Ada beberapa provitamin A, provitamin A ini termasuk pigmen karotenoid.

Yang paling penting ialah  $\alpha$ -karoten. Senyawa ini adalah  $\alpha$ -apo-8'-karotenal

dan ester asam  $\alpha$ -apo-8'-karotenoat (Deman 1989). Vitamin A atau retinol dikenal juga sebagai vitamin A1. Bentuk lain yaitu vitamin A2 yang ditemukan dalam minyak hati ikan dan berupa 3-dehidroretinol. Vitamin A hanya terdapat dalam hewan dan tidak terdapat dalam tumbuhan. Bentuk A1 terdapat dalam semua hewan dan ikan. Bentuk A2 dalam ikan air tawar dan tidak dalam hewan darat.

Nilai biologik bentuk A2 hanya sekitar 40 % dari nilai biologik bentuk A1. Sumber provitamin A yang baik dalam produk sayuran terdapat pada wortel, ubi, tomat, dan brokoli. Dalam susu dan produk susu, kandungan vitamin A, dan karoten bergantung pada musim. Kandungan tertinggi dari vitamin A ditemukan dalam minyak hati ikan tertentu, seperti ikan gadus morrhua atau gadus macrocephalus dan ikan tongkol (*Opuntia tuna*). Sumber-sumber lain yang penting, ialah hati mamalia, kuning telur, dan susu, serta produk susu (Deman 1989).

Penyerapan karotenoid dan vitamin A dimulai setelah makhluk hidup mengkonsumsi pakan. Vitamin A yang sudah terbentuk dan karotenoid dilepaskan oleh kerja pepsin dalam lambung dan oleh berbagai enzim proteolitik dalam saluran usus bagian atas. Karotenoid dan turunan vitamin A mengumpul ke dalam globula-globula lipida yang kemudian terdispersi dalam usus bagian atas oleh asam-asam empedu yang terkonjugasi. Ester-ester santofil dan vitamin A dalam emulsi lipida ini selanjutnya dihidrolisis oleh berbagai enzim esterase dalam cairan pankreas, menghasilkan karotenoid dan vitamin A yang bebas.

Bersamaan dengan itu trigliserida, fosfolipida, dan ester-ester kolesterol juga dihidrolisis. Partikel-partikel teremulsi yang dihasilkan pertama-tama berdifusi ke dalam lapisan glikoprotein di sekitar mikrofili dari sel-sel epitel

usus dan kemudian diserap. Berbagai faktor yang mempengaruhi efisiensi penyerapan vitamin A adalah terdapatnya lemak, protein, dan antioksidan dalam makanan serta terdapatnya cairan empedu dan komponen normal dari enzim pankreas dalam lumen usus.

Fungsi vitamin A dalam pertumbuhan dan pembedaan (diferensiasi) sedikit diketahui. Dua hipotesis utama adalah bahwa vitamin A ikut serta dalam sintesis glikoprotein khusus yang mengontrol pembedaan sel dan bahwa vitamin A yang terikat pada Protein Pengikat Retinol Seluler (PPRS) secara langsung ikut serta dalam mengontrol ekspresi gen. Vitamin A pada makhluk hidup berfungsi penting untuk pemeliharaan sel kornea dan epitel dari penglihatan, membantu pertumbuhan dan reproduksi, dan berperan dalam pembentukan serta pengaturan hormon (Bender 2003).

Kekurangan vitamin A menyebabkan berbagai tanda khas pada manusia dan hewan percobaan, tanpa tanda-tanda yang bersifat umum. Kekurangan vitamin A termasuk kulit kering, mata kering, membran mukosa yang mengering, pertumbuhan dan perkembangan yang terhambat, dan buta malam yang merupakan tanda-tanda yang biasa dipergunakan bagi diagnosis kekurangan vitamin A pada manusia (Lehninger 1990).

Kadar vitamin A yang paling tinggi dimiliki oleh ikan yang berukuran besar, sedangkan ikan yang berukuran sedang dan kecil mengandung vitamin A yang hampir sama. Makin besar ukuran ikan, makin tinggi pula kadar vitamin A nya. Jumlah harian vitamin A yang diperbolehkan bagi orang dewasa ditetapkan 1000  $\mu$ g (3300 SI) "setara retinol" untuk laki-laki dan 800  $\mu$ g (2664 SI) untuk wanita. Vitamin A memiliki banyak peran yang berbeda dalam tubuh, termasuk penglihatan, meningkatkan pertumbuhan, jaringan, dan sintesis RNA (Butterfield et al. 2002).



### 3. Vitamin larut air

Vitamin yang termasuk dalam kelompok vitamin larut air, yaitu tiamin, riboflavin, niasin, vitamin B<sub>6</sub>, vitamin B<sub>12</sub>, asam folat, asam pantotenat, biotin, dan vitamin C. Vitamin larut air terjadi secara alami di lebih dari satu proses aktif biologi. Vitamin larut dalam air, biasanya lebih labil dibandingkan dengan vitamin yang larut dalam lemak. Kebanyakan dari kelompok vitamin ini, dengan pengecualian untuk vitamin B<sub>12</sub>, mempunyai penyebaran yang luas baik itu pada makanan hewan dan juga pada makanan tumbuhan, walaupun jumlahnya sangat kecil. Kebanyakan vitamin yang larut di dalam air berfungsi sebagai komponen berbagai koenzim atau gugus prostetik enzim yang penting dalam metabolisme sel (Lehninger 1990).

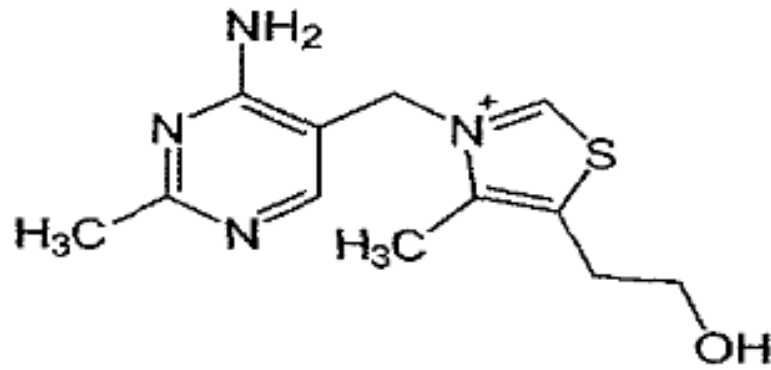
#### a. Vitamin B<sub>1</sub> (Tiamin)

Tiamin adalah prekursor dari tiamin pirofosfat yang merupakan suatu koenzim esensial untuk dekarboksilasi asam  $\alpha$ -keto dan untuk transketolase. Tiamin termasuk salah satu dari vitamin yang kurang kestabilannya. Berbagai operasi pemrosesan makanan dapat sangat mereduksi tiamin. Panas, oksigen, belerang dioksida, dan pH netral atau basa dapat mengakibatkan kerusakan vitamin. Cahaya tidak berpengaruh terhadap kerusakan vitamin B<sub>1</sub>. Pada pH netral atau basa, vitamin rusak dengan pendidihan atau bahkan dengan penyimpanan pada suhu kamar. Bahkan sedikit kebasan air yang dipakai untuk pemrosesan dapat mempunyai efek penling.

Tiamin bertindak sebagai koenzim dalam metabolisme karbohidrat dan terdapat dalam semua jaringan makhluk hidup. Vitamin ini bekerja dalam



bentuk tiamin difosfat pada dekarboksilase asam  $\alpha$ -keto dan disebut kokarboksilase. Tiamin tersedia dalam bentuk klorida atau nitratnya. Struktur dari tiamin dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Rumus struktur tiamin

Molekul tiamin mengandung dua atom nitrogen bersifat basa satu pada gugus amino primer, sedangkan yang lainnya dalam gugus amonium kuaterner. Senyawa ini membentuk garam dengan asam anorganik dan asam organik. Vitamin ini mengandung gugus alkohol primer yang biasanya terdapat dalam vitamin alam dalam bentuk ester dengan asam orto-, di-, atau trifosfat. Larutan dalam air, senyawa dapat berada dalam bentuk yang berbeda, tergantung pada pH. Bentuk tiol dipilih dalam medium basa. Bentuk ini dapat bereaksi dengan senyawa yang mengandung gugus sulfhidril membentuk jembatan disulfida.

Usus halus mengabsorpsi tiamin melalui dua mekanisme. Pada konsentrasi tinggi diabsorpsi melalui difusi pasif dan pada konsentrasi rendah melalui transpor aktif (proses aktif). Mekanisme transpor aktif belum seluruhnya terungkap. Tiamin mengalami fosforilasi pada esternya segera setelah masuk ke dalam sel-sel usus. Tidak adanya  $\text{Na}^+$  atau hambatan ATPase

pada saluran, menghambat pengambilan tiamin oleh usus. Penemuan ini memberikan dugaan bahwa masuknya tiamin ke dalam sel mukosa berkaitan dengan mekanisme pembawa perantara yang bergantung pada pasangan fosforilasi-defosforilasi atau pada beberapa mekanisme energetik-metabolik yang mungkin diaktifkan oleh ion  $\text{Na}^+$ .

Tiamin terdapat sedikit dalam makanan yang berasal dari tumbuhan dan hewan. Sumber tiamin yang baik, ialah butir sereal utuh, daging organ hewan seperti hati, jantung dan ginjal, daging babi yang tidak berlemak, telur, kacang, dan kentang. Meskipun kandungan tiamin biasanya diukur dalam mg per 100 g makanan. Kebutuhan harian tiamin makhluk hidup berkaitan dengan kadar karbohidrat makanan. Beberapa spesies ikan mengandung enzim yang dapat merusak tiamin. Belerang dioksida dapat merusak tiamin dengan cepat. Karena alasan ini, belerang dioksida tidak diizinkan sebagai penambah dalam makanan yang mengandung tiamin dalam jumlah yang cukup.

Tiamin ditemukan terutama dalam biji-bijian dan bekatul, serta sejumlah kecil dalam daging dan kacang-kacangan. Sayuran hijau, ikan, buah-buahan, dan susu juga mengandung tiamin. Jumlah harian tiamin yang diperbolehkan bagi orang dewasa sebesar 1,2 mg per hari, sedangkan untuk wanita dewasa sebesar 1,0 mg per hari. Vitamin B1 atau tiamin penting di dalam nutrisi kebanyakan vertebrata (hewan bertulang belakang) dan beberapa spesies mikroba. Kadar karbohidrat dalam makanan merupakan faktor yang menentukan bagi kebutuhan tiamin dari hewan. Hewan yang diberikan makanan yang kaya akan karbohidrat mempunyai kandungan tiamin yang lebih tinggi.

Kekurangan tiamin pada hewan mempengaruhi sistem kardiovaskuler, otot, saraf, dan gastrointestinal. Gangguan jantung, kelemahan otot, neuropati perifer dan sentral, dan kurang berfungsinya gastrointestinal telah ditemui baik pada hewan dan manusia yang kandungan tiamin dalam makanannya sedikit. Kekurangan tiamin pada diet manusia menyebabkan penyakit beri-beri, yaitu suatu penyakit yang ditandai dengan tidak terkendalinya saraf, paralisis, dan kehilangan berat (Lehninger 1990).

#### 4. High Performance Liquid Chromatografi (HPLC)

High Performance Liquid Chromatography (HPLC) adalah kromatografi yang dikembangkan menggunakan cairan sebagai fase gerak baik cairan polar maupun non polar, dan bekerja pada tekanan tinggi. Dalam kromatografi partisi cair baik fase stasioner maupun fase mobile berupa cairan. Pelarut yang digunakan harus tidak dapat bercampur. Pelarut yang lebih polar biasanya digunakan sebagai fase stasioner, oleh karena itu sistem ini dinamakan kromatografi fase normal (normal phase chromatography). Bila fase stasioner yang dipakai senyawa non polar, sedangkan fase mobilnya polar atau terbalik dengan sistem fase normal maka sistemnya disebut kromatografi fase terbalik (reverse phase chromatography). Komponen utama alat yang dipakai dalam HPLC antara lain (1) reservoir zat pelarut untuk fase mobil; (2) pompa; (3) injektor; (4) kolom; (5) detektor dan (6) rekorder.

Komposisi vitamin dapat ditentukan menggunakan HPLC. Penggunaan HPLC yang digabungkan dengan detektor fluorimetrik memungkinkan sebagai metode khusus dan sensitif yang dapat dikembangkan untuk

penentuan beberapa vitamin dalam bahan makanan, diantara banyak metode yang dianjurkan, vitamin merupakan yang paling sering diuji dalam bentuk bebas, meliputi hidrolisis dari bentuk fosforilase.

#### a. Reservoir Pelarut

Zat pelarut yang dipakai polaritasnya dapat bervariasi tergantung dari senyawa yang dianalisis. Yang harus diperhatikan adalah tempat pelarut tersebut harus memungkinkan untuk proses menghilangkan gas atau udara yang ada dalam pelarut tersebut. Cara yang dipakai dapat bermacam-macam, misalnya dengan pemanasan, perlakuan vakum, atau dengan mengalirkan gas yang bersifat inert seperti helium.

Menghilangkan gas atau udara dalam pelarut yang dipakai sebagai fase gerak penting, karena pada waktu dialirkan dengan pompa, aliran fase gerak dapat terbentuk gelembung gas, sehingga dapat menyebabkan aliran menjadi diskontinyu dan dapat mengganggu kromatogram yang dihasilkan.

#### b. Pompa

Pompa diperlukan untuk mengalirkan pelarut sebagai fase gerak dengan kecepatan dan tekanan yang tetap. Tekanan yang diperlukan tergantung dari ukuran kolom dan viskositas dari pelarut. Pada kolom yang umum dipakai, yaitu berdiameter 5 mm dengan kecepatan aliran 1-2 ml/menit dan tekanan yang diperlukan mencapai 400 bar. Sistem pompa pada HPLC telah diprogram untuk dapat melakukan elusi dengan satu atau dua lebih macam pelarut. Ada dua teknik elusi yang digunakan dalam HPLC, yaitu:



(1) teknik isokratik, merupakan teknik ilusi dengan komposisi fase gerak yang tidak berubah selama analisis berlangsung sehingga polaritas fase geraknya tetap.

(2) teknik elusi gradien, merupakan teknik pemisahan dengan komposisi fase gerak yang berubah secara periodik, umumnya digunakan untuk contoh yang mengandung komponen dengan polaritas berbeda-beda.

#### c. Injektor

Pada waktu sampel disuntikkan ke dalam kolom, diharapkan agar aliran pelarut tidak mengganggu masuknya keseluruhan sampel ke dalam kolom. Sampel dapat langsung disuntikkan ke dalam kolom atau digunakan katup injeksi, dimana sampel diinjeksikan ke dalam holding loop. Aliran pelarut dari pompa kemudian dialirkan melalui loop yang seterusnya akan mendesak sampel masuk ke ujung kolom.

#### d. Kolom

Kolom merupakan jantung atau inti dari keseluruhan peralatan kromatografi. Keberhasilan atau kegagalan analisis tergantung pada pilihan kolom dan kondisi kerja, karena pemisahan komponen analit terjadi pada kolom. Berdasarkan jenis fase diam dan fase geraknya, kolom terbagi menjadi dua, yaitu fase normal dan fase terbalik. Fase normal jika fase diamnya lebih polar dari fase geraknya, sebaliknya fase terbalik jika fase geraknya lebih polar dari fase diamnya.

#### e. Detektor



Cairan fase gerak yang keluar dari kolom langsung dialirkan ke detektor untuk dideteksi komponen-komponennya. Pendeteksiaan ini berguna untuk menentukan komponen-komponen dalam sampel baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Beberapa persyaratan detektor, yaitu memiliki sensitifitas yang tinggi, stabil, memiliki reproduibilitas yang baik, dapat bekerja pada suhu kamar sampai 400C, dan tidak terpengaruh oleh perubahan suhu dan kecepatan pelarut pengembang, serta tidak merusak contoh.



### C. Latihan

Bubuhkan B jika pernyataannya benar dan sebaliknya bubuhkan S.

1. Vitamin larut lemak lebih stabil terhadap perubahan suhu selama persiapan sampel
2. Pencucian dapat membuat hasil analisis vitamin larut air menjadi underestimate
3. Perlakuan suhu dapat membuat hasil analisis vitamin larut air menjadi underestimate
4. Perlakuan ultraviolet (cahaya matahari) dapat membuat hasil analisis vitamin larut air menjadi overestimate
- 5.

**D. Kunci Jawaban**

1. B
2. B
3. B
4. S
- 5.



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.

Almatsier, S. (2009). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama.

Desyanti, N. L. (2013). *Metode Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Protein*.

Sirajuddin, S., & Najamuddin, U. (2011). *Penuntun Praktikum Biokimia*. Makassar :

Fakultas Kesehatan Masyarakat-Universitas Hasanuddin.





Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 12  
Analisis Kadar Mineral**

**DISUSUN OLEH  
Reza Fadhilla, STP, M.Si  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**



## Analisis Kadar Vitamin

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan karakteristik vitamin
2. Pembaca mampu menguraikan prinsip prosedur analisisnya
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Karakteristik Vitamin

Vitamin merupakan mikronutrien organik esensial, karena vitamin yang dibutuhkan pada diet manusia hanya dalam jumlah miligram atau mikrogram perhari. Vitamin diperlukan hanya dalam jumlah sedikit karena vitamin bekerja sebagai katalisator yang memungkinkan transformasi kimia makronutrien yang biasa disebut metabolisme.

Vitamin adalah komponen tambahan makanan yang berperan sangat penting dalam gizi manusia. Banyak vitamin tidak stabil pada kondisi pemrosesan tertentu dan penyimpanan, karena itu kandungan vitamin dalam makanan yang diproses dapat sangat menurun. Vitamin biasanya dikelompokkan ke dalam dua golongan utama, yaitu vitamin yang larut dalam air dan vitamin yang larut dalam lemak. Adanya vitamin dalam berbagai golongan makanan berkaitan dengan kelarutannya dalam air atau lemak.

Ikan merupakan sumber vitamin A dan vitamin B. Daging ikan mengandung vitamin C dalam jumlah sangat sedikit. Kandungan vitamin dari golongan makanan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan vitamin pada beberapa golongan makanan.

Golongan makanan	Vitamin A (%)	Vitamin B1 (Tiamin) (%)	Vitamin B2 (Riboflavin) (%)	Vitamin B3 (Niasin) (%)	Vitamin C (%)
Daging unggas, ikan	22,9	29,4	24,6	46	1,1
Telur	6,8	2,5	5,9	0,1	0
Produk susu	11,8	9,9	43,1	1,7	4,7
Lemak dan minyak	8,6	0	0	0	0
Buah	7,3	4,3	2	2,5	35
Kentang	5,7	6,7	1,9	7,6	20,9
Sayur	36,4	8	5,6	6,8	38,3
Kacang dan polong	-	5,5	1,8	7	-
Tepung (produk sereal)	0,4	33,6	14,2	22,7	0
Gula dan pemanis	0	-	0,1	-	0

Sumber : Deman (1989)

Beberapa vitamin berfungsi sebagai bagian dari koenzim, yang tanpa vitamin itu enzim tersebut tidak efektif sebagai biokatalis. Seringkali, koenzim seperti itu adalah bentuk vitamin yang difosforilasi dan berperan dalam metabolisme lemak, protein, dan karbohidrat. Beberapa vitamin terdapat dalam makanan sebagai provitamin atau senyawa yang bukan vitamin. Provitamin adalah senyawa yang tidak termasuk vitamin tetapi dapat diubah menjadi vitamin. Seperti  $\beta$ -karoten bisa diubah menjadi vitamin A pada dinding usus, 7-dehidrokolesterol dapat diubah menjadi vitamin D3 oleh sinar ultraviolet. Iradiasi pada tanaman dapat mengubah ergosterol menjadi vitamin D2. Asam amino triptofan bisa diubah menjadi niasin (60 mg triptofan menghasilkan 1 mg niasin).

Kekurangan vitamin telah lama dikenal mengakibatkan penyakit defisiensi yang serius. Sekarang diketahui juga bahwa kelebihan dosis vitamin tertentu, terutama vitamin yang larut dalam lemak, dapat mengakibatkan keracunan

yang serius. Karena alasan ini, penambahan vitamin ke dalam makanan harus dikendalikan secara hati-hati.

## 2. Vitamin larut lemak

Vitamin larut dalam lemak merupakan molekul hidrofobik, yang semuanya adalah turunan isoprena. Molekul-molekul ini tidak disintesis tubuh dalam jumlah yang memadai sehingga harus disuplai dari makanan. Asupan vitamin-vitamin yang larut dalam lemak memerlukan absorpsi lemak yang normal agar vitamin tersebut dapat diangkut dalam darah, yaitu oleh lipoprotein atau protein pengikat yang spesifik. Vitamin larut lemak terdiri dari vitamin A, Vitamin D, Vitamin E, dan vitamin K (Ottaway 1993).

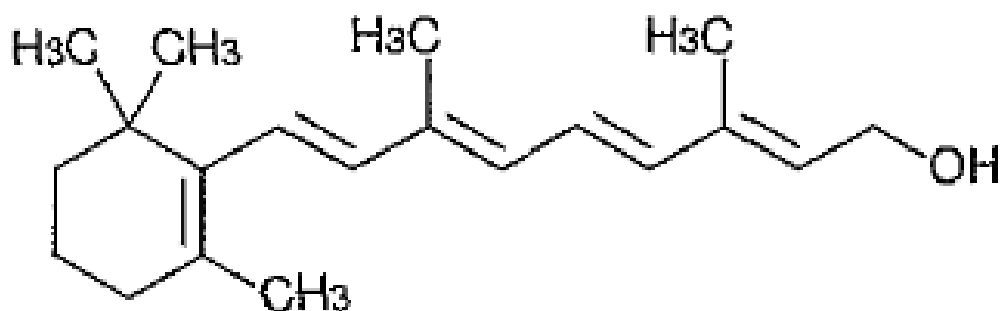
Fungsi biokimiawi khusus atau fungsi koenzim vitamin yang larut di dalam lemak tidak jelas sampai bertahun-tahun, tetapi telah banyak kemajuan yang dicapai dalam penelitian-penelitian. Satu sifat penting dari vitamin yang larut pada lemak adalah bahwa golongan ini dapat disimpan di dalam tubuh dalam jumlah besar, sehingga kekurangan totalnya di dalam diet mungkin tidak terlihat secara fisiologik selama berbulan-bulan (Lehninger 1990).

### a. Vitamin A (Retinal)

Vitamin A pertama kali dikenal sebagai faktor nutrisi esensial oleh Elmer McCollum pada tahun 1915 dan kemudian diisolasi dari minyak hati ikan. Terdapat dua bentuk alamiah, yaitu vitamin A1 atau retinal yang diperoleh dari hati ikan air laut dan vitamin A2 dari hati ikan air tawar. Vitamin A sendiri tidak terdapat di dalam tumbuhan tetapi banyak tanaman yang mengandung senyawa isoprenoid, dikenal sebagai karotenoid yang memperlihatkan bagaimana vitamin A dibentuk dalam penguraian  $\beta$ -karoten (Lehninger 1990).

Vitamin A adalah komponen organik, biasanya tidak disintesis oleh jaringan tubuh. Vitamin A merupakan salah satu vitamin yang larut dalam lemak. Mineral Zn mempengaruhi absorpsi dan penggunaan vitamin A dalam darah. Defisiensi Zn menurunkan pengeluaran vitamin A dari hati, sehingga vitamin A pun akan defisien (Baker et al. 2001). Dalam kondisi normal lebih dari 90% vitamin A disimpan dalam hati ikan, kebanyakan dalam bentuk retinil palmitat. Hal ini menyebabkan hati ikan berpotensi sebagai sumber vitamin A (Sommer dan West 1996).

Rumus struktur vitamin A menunjukkan sifat ketidakjenuhan vitamin A. Isomer, 13-cis, dikenal sebagai neo-vitamin A. Jumlah neo-vitamin A dalam sediaan vitamin A alam dapat sampai sekitar sepertiga dari keseluruhan. Jumlah ini jauh lebih kecil dalam vitamin A sintetik. Vitamin A tidak larut dalam air tetapi larut dalam lemak, minyak, dan pelarut lemak (Deman 1989). Struktur dari Vitamin A dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Rumus struktur vitamin A

Ada beberapa provitamin A, provitamin A ini termasuk pigmen karotenoid.

Yang paling penting ialah  $\alpha$ -karoten. Senyawa ini adalah  $\alpha$ -apo-8'-karotenal



dan ester asam  $\alpha$ -apo-8'-karotenoat (Deman 1989). Vitamin A atau retinol dikenal juga sebagai vitamin A1. Bentuk lain yaitu vitamin A2 yang ditemukan dalam minyak hati ikan dan berupa 3-dehidroretinol. Vitamin A hanya terdapat dalam hewan dan tidak terdapat dalam tumbuhan. Bentuk A1 terdapat dalam semua hewan dan ikan. Bentuk A2 dalam ikan air tawar dan tidak dalam hewan darat.

Nilai biologik bentuk A2 hanya sekitar 40 % dari nilai biologi bentuk A1. Sumber provitamin A yang baik dalam produk sayuran terdapat pada wortel, ubi, tomat, dan brokoli. Dalam susu dan produk susu, kandungan vitamin A, dan karoten bergantung pada musim. Kandungan tertinggi dari vitamin A ditemukan dalam minyak hati ikan tertentu, seperti ikan gadus morrhua atau gadus macrocephalus dan ikan tongkol (*Opuntia tuna*). Sumber-sumber lain yang penting, ialah hati mamalia, kuning telur, dan susu, serta produk susu (Deman 1989).

Penyerapan karotenoid dan vitamin A dimulai setelah makhluk hidup mengkonsumsi pakan. Vitamin A yang sudah terbentuk dan karotenoid dilepaskan oleh kerja pepsin dalam lambung dan oleh berbagai enzim proteolitik dalam saluran usus bagian atas. Karotenoid dan turunan vitamin A mengumpul ke dalam globula-globula lipida yang kemudian terdispersi dalam usus bagian atas oleh asam-asam empedu yang terkonjugasi. Ester-ester santofil dan vitamin A dalam emulsi lipida ini selanjutnya dihidrolisis oleh berbagai enzim esterase dalam cairan pankreas, menghasilkan karotenoid dan vitamin A yang bebas.

Bersamaan dengan itu trigliserida, fosfolipida, dan ester-ester kolesterol juga dihidrolisis. Partikel-partikel teremulsi yang dihasilkan pertama-tama berdifusi ke dalam lapisan glikoprotein di sekitar mikrofili dari sel-sel epitel



usus dan kemudian diserap. Berbagai faktor yang mempengaruhi efisiensi penyerapan vitamin A adalah terdapatnya lemak, protein, dan antioksidan dalam makanan serta terdapatnya cairan empedu dan komponen normal dari enzim pankreas dalam lumen usus.

Fungsi vitamin A dalam pertumbuhan dan pembedaan (diferensiasi) sedikit diketahui. Dua hipotesis utama adalah bahwa vitamin A ikut serta dalam sintesis glikoprotein khusus yang mengontrol pembedaan sel dan bahwa vitamin A yang terikat pada Protein Pengikat Retinol Seluler (PPRS) secara langsung ikut serta dalam mengontrol ekspresi gen. Vitamin A pada makhluk hidup berfungsi penting untuk pemeliharaan sel kornea dan epitel dari penglihatan, membantu pertumbuhan dan reproduksi, dan berperan dalam pembentukan serta pengaturan hormon (Bender 2003).

Kekurangan vitamin A menyebabkan berbagai tanda khas pada manusia dan hewan percobaan, tanpa tanda-tanda yang bersifat umum. Kekurangan vitamin A termasuk kulit kering, mata kering, membran mukosa yang mengering, pertumbuhan dan perkembangan yang terhambat, dan buta malam yang merupakan tanda-tanda yang biasa dipergunakan bagi diagnosis kekurangan vitamin A pada manusia (Lehninger 1990).

Kadar vitamin A yang paling tinggi dimiliki oleh ikan yang berukuran besar, sedangkan ikan yang berukuran sedang dan kecil mengandung vitamin A yang hampir sama. Makin besar ukuran ikan, makin tinggi pula kadar vitamin A nya. Jumlah harian vitamin A yang diperbolehkan bagi orang dewasa ditetapkan 1000  $\mu$ g (3300 SI) "setara retinol" untuk laki-laki dan 800  $\mu$ g (2664 SI) untuk wanita. Vitamin A memiliki banyak peran yang berbeda dalam tubuh, termasuk penglihatan, meningkatkan pertumbuhan, jaringan, dan sintesis RNA (Butterfield et al. 2002).

### 3. Vitamin larut air

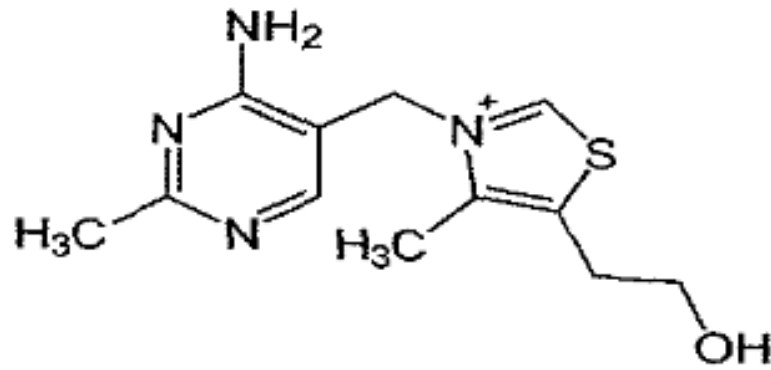
Vitamin yang termasuk dalam kelompok vitamin larut air, yaitu tiamin, riboflavin, niasin, vitamin B<sub>6</sub>, vitamin B<sub>12</sub>, asam folat, asam pantotenat, biotin, dan vitamin C. Vitamin larut air terjadi secara alami di lebih dari satu proses aktif biologi. Vitamin larut dalam air, biasanya lebih labil dibandingkan dengan vitamin yang larut dalam lemak. Kebanyakan dari kelompok vitamin ini, dengan pengecualian untuk vitamin B<sub>12</sub>, mempunyai penyebaran yang luas baik itu pada makanan hewan dan juga pada makanan tumbuhan, walaupun jumlahnya sangat kecil. Kebanyakan vitamin yang larut di dalam air berfungsi sebagai komponen berbagai koenzim atau gugus prostetik enzim yang penting dalam metabolisme sel (Lehninger 1990).

#### a. Vitamin B<sub>1</sub> (Tiamin)

Tiamin adalah prekursor dari tiamin pirofosfat yang merupakan suatu koenzim esensial untuk dekarboksilasi asam  $\alpha$ -keto dan untuk transketolase. Tiamin termasuk salah satu dari vitamin yang kurang kestabilannya. Berbagai operasi pemrosesan makanan dapat sangat mereduksi tiamin. Panas, oksigen, belerang dioksida, dan pH netral atau basa dapat mengakibatkan kerusakan vitamin. Cahaya tidak berpengaruh terhadap kerusakan vitamin B<sub>1</sub>. Pada pH netral atau basa, vitamin rusak dengan pendidihan atau bahkan dengan penyimpanan pada suhu kamar. Bahkan sedikit kebasan air yang dipakai untuk pemrosesan dapat mempunyai efek penling.

Tiamin bertindak sebagai koenzim dalam metabolisme karbohidrat dan terdapat dalam semua jaringan makhluk hidup. Vitamin ini bekerja dalam

bentuk tiamin difosfat pada dekarboksilase asam  $\alpha$ -keto dan disebut kokarboksilase. Tiamin tersedia dalam bentuk klorida atau nitratnya. Struktur dari tiamin dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Rumus struktur tiamin

Molekul tiamin mengandung dua atom nitrogen bersifat basa satu pada gugus amino primer, sedangkan yang lainnya dalam gugus amonium kuaterner. Senyawa ini membentuk garam dengan asam anorganik dan asam organik. Vitamin ini mengandung gugus alkohol primer yang biasanya terdapat dalam vitamin alam dalam bentuk ester dengan asam orto-, di-, atau trifosfat. Larutan dalam air, senyawa dapat berada dalam bentuk yang berbeda, tergantung pada pH. Bentuk tiol dipilih dalam medium basa. Bentuk ini dapat bereaksi dengan senyawa yang mengandung gugus sulfhidril membentuk jembatan disulfida.

Usus halus mengabsorpsi tiamin melalui dua mekanisme. Pada konsentrasi tinggi diabsorpsi melalui difusi pasif dan pada konsentrasi rendah melalui transpor aktif (proses aktif). Mekanisme transpor aktif belum seluruhnya terungkap. Tiamin mengalami fosforilasi pada esternya segera setelah masuk ke dalam sel-sel usus. Tidak adanya  $\text{Na}^+$  atau hambatan ATPase

pada saluran, menghambat pengambilan tiamin oleh usus. Penemuan ini memberikan dugaan bahwa masuknya tiamin ke dalam sel mukosa berkaitan dengan mekanisme pembawa perantara yang bergantung pada pasangan fosforilasi-defosforilasi atau pada beberapa mekanisme energetik-metabolik yang mungkin diaktifkan oleh ion  $\text{Na}^+$ .

Tiamin terdapat sedikit dalam makanan yang berasal dari tumbuhan dan hewan. Sumber tiamin yang baik, ialah butir sereal utuh, daging organ hewan seperti hati, jantung dan ginjal, daging babi yang tidak berlemak, telur, kacang, dan kentang. Meskipun kandungan tiamin biasanya diukur dalam mg per 100 g makanan. Kebutuhan harian tiamin makhluk hidup berkaitan dengan kadar karbohidrat makanan. Beberapa spesies ikan mengandung enzim yang dapat merusak tiamin. Belerang dioksida dapat merusak tiamin dengan cepat. Karena alasan ini, belerang dioksida tidak diizinkan sebagai penambah dalam makanan yang mengandung tiamin dalam jumlah yang cukup.

Tiamin ditemukan terutama dalam biji-bijian dan bekatul, serta sejumlah kecil dalam daging dan kacang-kacangan. Sayuran hijau, ikan, buah-buahan, dan susu juga mengandung tiamin. Jumlah harian tiamin yang diperbolehkan bagi orang dewasa sebesar 1,2 mg per hari, sedangkan untuk wanita dewasa sebesar 1,0 mg per hari. Vitamin B1 atau tiamin penting di dalam nutrisi kebanyakan vertebrata (hewan bertulang belakang) dan beberapa spesies mikroba. Kadar karbohidrat dalam makanan merupakan faktor yang menentukan bagi kebutuhan tiamin dari hewan. Hewan yang diberikan makanan yang kaya akan karbohidrat mempunyai kandungan tiamin yang lebih tinggi.



Kekurangan tiamin pada hewan mempengaruhi sistem kardiovaskuler, otot, saraf, dan gastrointestinal. Gangguan jantung, kelemahan otot, neuropati perifer dan sentral, dan kurang berfungsinya gastrointestinal telah ditemui baik pada hewan dan manusia yang kandungan tiamin dalam makanannya sedikit. Kekurangan tiamin pada diet manusia menyebabkan penyakit beri-beri, yaitu suatu penyakit yang ditandai dengan tidak terkendalinya saraf, paralisis, dan kehilangan berat (Lehninger 1990).

#### 4. High Performance Liquid Chromatografi (HPLC)

High Performance Liquid Chromatography (HPLC) adalah kromatografi yang dikembangkan menggunakan cairan sebagai fase gerak baik cairan polar maupun non polar, dan bekerja pada tekanan tinggi. Dalam kromatografi partisi cair baik fase stasioner maupun fase mobile berupa cairan. Pelarut yang digunakan harus tidak dapat bercampur. Pelarut yang lebih polar biasanya digunakan sebagai fase stasioner, oleh karena itu sistem ini dinamakan kromatografi fase normal (normal phase chromatography). Bila fase stasioner yang dipakai senyawa non polar, sedangkan fase mobilnya polar atau terbalik dengan sistem fase normal maka sistemnya disebut kromatografi fase terbalik (reverse phase chromatography). Komponen utama alat yang dipakai dalam HPLC antara lain (1) reservoir zat pelarut untuk fase mobil; (2) pompa; (3) injektor; (4) kolom; (5) detektor dan (6) recorder.

Komposisi vitamin dapat ditentukan menggunakan HPLC. Penggunaan HPLC yang digabungkan dengan detektor fluorimetrik memungkinkan sebagai metode khusus dan sensitif yang dapat dikembangkan untuk



penentuan beberapa vitamin dalam bahan makanan, diantara banyak metode yang dianjurkan, vitamin merupakan yang paling sering diuji dalam bentuk bebas, meliputi hidrolisis dari bentuk fosforilase.

#### a. Reservoir Pelarut

Zat pelarut yang dipakai polaritasnya dapat bervariasi tergantung dari senyawa yang dianalisis. Yang harus diperhatikan adalah tempat pelarut tersebut harus memungkinkan untuk proses menghilangkan gas atau udara yang ada dalam pelarut tersebut. Cara yang dipakai dapat bermacam-macam, misalnya dengan pemanasan, perlakuan vakum, atau dengan mengalirkan gas yang bersifat inert seperti helium.

Menghilangkan gas atau udara dalam pelarut yang dipakai sebagai fase gerak penting, karena pada waktu dialirkan dengan pompa, aliran fase gerak dapat terbentuk gelembung gas, sehingga dapat menyebabkan aliran menjadi diskontinyu dan dapat mengganggu kromatogram yang dihasilkan.

#### b. Pompa

Pompa diperlukan untuk mengalirkan pelarut sebagai fase gerak dengan kecepatan dan tekanan yang tetap. Tekanan yang diperlukan tergantung dari ukuran kolom dan viskositas dari pelarut. Pada kolom yang umum dipakai, yaitu berdiameter 5 mm dengan kecepatan aliran 1-2 ml/menit dan tekanan yang diperlukan mencapai 400 bar. Sistem pompa pada HPLC telah diprogram untuk dapat melakukan elusi dengan satu atau dua lebih macam pelarut. Ada dua teknik elusi yang digunakan dalam HPLC, yaitu:

(1) teknik isokratik, merupakan teknik ilusi dengan komposisi fase gerak yang tidak berubah selama analisis berlangsung sehingga polaritas fase geraknya tetap.

(2) teknik elusi gradien, merupakan teknik pemisahan dengan komposisi fase gerak yang berubah secara periodik, umumnya digunakan untuk contoh yang mengandung komponen dengan polaritas berbeda-beda.

#### c. Injektor

Pada waktu sampel disuntikkan ke dalam kolom, diharapkan agar aliran pelarut tidak mengganggu masuknya keseluruhan sampel ke dalam kolom. Sampel dapat langsung disuntikkan ke dalam kolom atau digunakan katup injeksi, dimana sampel diinjeksikan ke dalam holding loop. Aliran pelarut dari pompa kemudian dialirkan melalui loop yang seterusnya akan mendesak sampel masuk ke ujung kolom.

#### d. Kolom

Kolom merupakan jantung atau inti dari keseluruhan peralatan kromatografi. Keberhasilan atau kegagalan analisis tergantung pada pilihan kolom dan kondisi kerja, karena pemisahan komponen analit terjadi pada kolom. Berdasarkan jenis fase diam dan fase geraknya, kolom terbagi menjadi dua, yaitu fase normal dan fase terbalik. Fase normal jika fase diamnya lebih polar dari fase geraknya, sebaliknya fase terbalik jika fase geraknya lebih polar dari fase diamnya.

#### e. Detektor

Cairan fase gerak yang keluar dari kolom langsung dialirkan ke detektor untuk dideteksi komponen-komponennya. Pendeteksiaan ini berguna untuk menentukan komponen-komponen dalam sampel baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Beberapa persyaratan detektor, yaitu memiliki sensitifitas yang tinggi, stabil, memiliki reproduibilitas yang baik, dapat bekerja pada suhu kamar sampai 400C, dan tidak terpengaruh oleh perubahan suhu dan kecepatan pelarut pengembang, serta tidak merusak contoh.



### C. Latihan

Bubuhkan B jika pernyataannya benar dan sebaliknya bubuhkan S.

1. Vitamin larut lemak lebih stabil terhadap perubahan suhu selama persiapan sampel
2. Pencucian dapat membuat hasil analisis vitamin larut air menjadi underestimate
3. Perlakuan suhu dapat membuat hasil analisis vitamin larut air menjadi underestimate
4. Perlakuan ultraviolet (cahaya matahari) dapat membuat hasil analisis vitamin larut air menjadi overestimate
- 5.

**D. Kunci Jawaban**

1. B
2. B
3. B
4. S
- 5.



Universitas  
**Esa Unggul**



## E. Daftar Pustaka

Nielsen, S. S. (2017). Introduction to food analysis. In *Food analysis* (pp. 3–16).

Springer.

Almatsier, S. (2009). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama.

Desyanti, N. L. (2013). *Metode Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Protein*.

Sirajuddin, S., & Najamuddin, U. (2011). *Penuntun Praktikum Biokimia*. Makassar :

Fakultas Kesehatan Masyarakat-Universitas Hasanuddin.





Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 13  
Analisis Aktivitas Antioksidan**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**

## Analisis Aktivitas Antioksidan

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan karakteristik antioksidan
2. Pembaca mampu menguraikan prinsip prosedur analisisnya
3. Pembaca mampu menguraikan kelebihan dan kekurangan prosedurnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Karakteristik Antioksidan

Antioksidan merupakan senyawa pemberi elektron atau reduktan. Senyawa ini memiliki berat molekul kecil, tetapi mampu menginaktivasi berkembangnya reaksi oksidasi, dengan cara mencegah terbentuknya radikal. Antioksidan juga merupakan senyawa yang dapat menghambat reaksi oksidasi, dengan mengikat radikal bebas, dan molekul yang sangat reaktif sehingga kerusakan sel akan dihambat (Winarsih 2007). Senyawa antioksidan dapat berfungsi sebagai penangkap radikal bebas, pembentuk kompleks logam-logam prooksidan, dan berfungsi sebagai senyawa pereduksi. Antioksidan dapat menangkap radikal bebas sehingga menghambat mekanisme oksidatif yang merupakan penyebab penyakit-penyakit degeneratif yaitu penyakit jantung, kanker, katarak, disfungsi otak, dan artritis.

Radikal bebas adalah suatu senyawa atau molekul yang mengandung satu atau lebih elektron tidak berpasangan pada orbital luarnya. Adanya elektron yang tidak berpasangan menyebabkan senyawa tersebut sangat reaktif mencari pasangan, dengan cara menyerang dan mengikat elektron molekul yang berada di sekitarnya. Radikal bebas memiliki reaktivitas yang sangat

tinggi, disebabkan oleh sifatnya yang segera menarik atau menyerang elektron di sekelilingnya. Reaktivitas radikal bebas merupakan upaya untuk mencari pasangan elektron.

Dampak dari kerja radikal bebas akan terbentuk radikal bebas baru yang berasal dari atom atau molekul yang elektronnya diambil untuk berpasangan dengan radikal sebelumnya. Bila dua senyawa radikal bertemu, elektron-elektron yang tidak berpasangan dari kedua senyawa tersebut akan bergabung dan membentuk ikatan kovalen yang stabil. Sebaliknya, bila senyawa radikal bebas bertemu dengan senyawa yang bukan radikal bebas akan terjadi tiga kemungkinan, yaitu:

1. radikal bebas akan memberikan elektron yang tidak berpasangan (reduktor) kepada senyawa bukan radikal bebas
2. radikal bebas menerima elektron (oksidator) dari senyawa bukan radikal bebas; dan (3) radikal bebas bergabung dengan senyawa bukan radikal bebas (Winarsi 2007).

Mekanisme reaksi radikal bebas digambarkan sebagai suatu deret reaksi bertahap. Mekanisme reaksi tersebut dibagi menjadi tiga tahapan yaitu pembentukan awal radikal bebas (inisiasi), perambatan atau terbentuknya radikal baru (propagasi), dan tahap terakhir (terminasi), yaitu pemusnahan atau perubahan menjadi radikal bebas stabil dan tak reaktif (Fessenden dan Fessenden 1986). Radikal bebas dapat terbentuk melalui dua cara, yaitu secara endogen (sebagai respon normal proses biokimia intrasel maupun ekstrasel) dan secara eksogen (berasal dari polusi, makanan, serta injeksi ataupun absorpsi melalui kulit) (Winarsi 2007).

Berdasarkan sumbernya antioksidan dibagi dalam dua kelompok, yaitu antioksidan sintetik (antioksidan yang diperoleh dari hasil sintesis reaksi

kimia) dan antioksidan alami (antioksidan hasil ekstraksi bahan alami). Ada lima antioksidan yang diijinkan untuk makanan dan penggunaannya tersebar luas di seluruh dunia, yaitu butil hidroksi anisol (BHA), butil hidroksi toluen (BHT), propil galat, tert-butil hidroksi quinon (TBHQ), dan tokoferol (vitamin E). Antioksidan tersebut merupakan antioksidan alami yang telah diproduksi secara sintetis untuk tujuan komersial.

Antioksidan alami di dalam makanan dapat berasal dari: (a) senyawa antioksidan yang sudah ada dari satu atau dua komponen makanan; (b) senyawa antioksidan yang terbentuk dari reaksi-reaksi selama proses pengolahan; dan (c) senyawa antioksidan yang diisolasi dari sumber alami dan ditambahkan ke makanan sebagai bahan tambahan pangan. Senyawa-senyawa yang umumnya terkandung dalam antioksidan alami adalah fenol, polifenol, dan yang paling umum adalah flavonoid (flavonol, isoflavon, flavon, katekin, flavonon), turunan asam sinamat, tokoferol, serta asam organik polifungsi. Saat ini tokoferol sudah diproduksi secara sintetis untuk tujuan komersial (Pratt dan Hudson 1990).

Sumber nutrisi yang mengandung antioksidan di antaranya adalah semua biji-bijian, buah-buahan, sayuran, hati, tiram, unggas, kerang, ikan, susu, dan daging. Vitamin E alami dapat ditemukan pada wheat germ (gandum), minyak sayur, sayuran berdaun hijau, kuning telur, dan kacang-kacangan. Vitamin C alami dapat ditemukan pada buah sitrus, tomat, melon, kubis, jambu biji, dan strawberi. Beta karoten (pro-vitamin A) yang merupakan antioksidan penting dari karotenoid banyak dijumpai pada buah apricot, wortel, bit, daun singkong, daun bayam, dan ubi merah (Sofia 2008).

Antioksidan digolongkan menjadi dua kelompok berdasarkan mekanisme kerjanya, yaitu antioksidan primer dan antioksidan sekunder. Suatu senyawa



dapat dikatakan antioksidan primer, apabila senyawa ini dapat memberikan atom hidrogen secara cepat ke radikal lipida ( $R^*$ ,  $ROO^*$ ) atau mengubahnya ke bentuk lebih stabil, sementara turunan radikal antioksidan ( $A^*$ ) tersebut memiliki keadaan lebih stabil dibanding radikal lipida. Kerja sistem antioksidan sekunder yaitu dengan cara memperlambat laju autooksidasi dengan berbagai mekanisme di luar mekanisme pemutusan rantai autooksidasi dengan perubahan radikal lipida ke bentuk lebih stabil.

Antioksidan yang baik akan bereaksi dengan radikal asam lemak segera setelah senyawa tersebut terbentuk. Mekanisme antioksidan dalam menghambat oksidasi atau menghentikan reaksi berantai pada radikal bebas dari lemak yang teroksidasi, dapat disebabkan oleh 4 macam mekanisme reaksi (Ketaren 1986), yaitu:

1. pelepasan hidrogen dari antioksidan
2. pelepasan elektron dari antioksidan
3. adisi lemak ke dalam cincin aromatik pada antioksidan
4. pembentukan senyawa kompleks antara lemak dan cincin aromatik dari antioksidan.

## 1.1 Fitokimia

Fitokimia merupakan senyawa bioaktif yang terdapat dalam tumbuhan dan dapat memberikan kesehatan pada tubuh manusia (Hasler 1998). Fitokimia mempunyai peran penting dalam penelitian obat yang dihasilkan dari tumbuh-tumbuhan. Dalam tumbuhan terdapat senyawa kimia bermolekul kecil yang penyebarannya terbatas dan sering disebut sebagai metabolit sekunder (Sirait 2007).

## 1.2 Alkaloid

Alkaloid merupakan golongan zat tumbuhan sekunder yang terbesar. Alkaloid mencakup senyawa bersifat basa yang mengandung satu atau lebih atom nitrogen, biasanya dalam gabungan, sebagai bagian dari sistem siklik (Harborne 1987). Alkaloid pada tumbuhan dipercaya sebagai hasil metabolisme dan merupakan sumber nitrogen. Kebanyakan alkaloid berupa padatan kristal dengan titik lebur tertentu atau mempunyai kisaran dekomposisi. Kebiasaan nitrogen menyebabkan senyawa tersebut mudah mengalami dekomposisi terutama oleh panas dan sinar dengan adanya oksigen. Dekomposisi alkaloid selama atau setelah isolasi dapat menimbulkan berbagai persoalan jika penyimpanan berlangsung dalam waktu lama (Lenny 2006).

Alkaloid memiliki kegunaan dalam bidang medis, antara lain: sebagai analgetika dan narkotika, mengubah kerja jantung, penurun tekanan darah, obat asma, sebagai antimalaria, stimulan uterus, dan anastesi lokal (Sirait 2007). Salah satu senyawa alkaloid, yaitu solasodine telah diidentifikasi sebagai bahan yang pertama kali digunakan dalam menghasilkan obat

steroidal. Jenis dan konsentrasi alkaloid dapat menjadi sangat beracun, salah satu jenis alkaloid yang beracun adalah nikotin (Lenny 2006).

### 1.3 Terpenoid / Steroid

Terpenoid adalah senyawa alam yang terbentuk dengan proses biosintesis dan terdistribusi secara luas dalam dunia tumbuhan dan hewan. Struktur terpenoid dibangun oleh molekul isoprena dengan kerangka terpenoid terbentuk dari dua atau lebih banyak satuan isoprene (C<sub>5</sub>) (Sirait 2007). Terpenoid terdiri atas beberapa macam senyawa mulai dari komponen minyak atsiri, diterpenoid, giberelin, triterpenoid, steroid dan karotenoid. Terpenoid larut dalam lemak dan terdapat di dalam sitoplasma sel tumbuhan.

Secara umum terpenoid diekstrak dari jaringan tumbuhan memakai eter minyak bumi, eter atau kloroform dan dapat dipisahkan secara kromatografi pada silika gel atau alumina memakai pelarut tersebut. Kandungan terpenoid dapat diketahui menggunakan pereaksi Liebermann Burchard. Setelah bahan diekstraksi dengan etanol akan menghasilkan warna merah atau pink bila direaksikan dengan pereaksi Liebermann Burchard, sedangkan steroid akan menghasilkan warna biru atau hijau (Lenny 2006).

Terpenoid memiliki beberapa nilai kegunaan bagi manusia, antara lain minyak atsiri sebagai dasar wewangian, rempah-rempah, serta sebagai cita rasa dalam industri makanan, monoterpen merupakan senyawa yang dapat mencegah kanker dan bersifat sebagai antioksidan sedangkan karotenoid yang banyak terdapat pada sayur-sayuran berwarna kuning dan jingga dapat mencegah kanker, sebagai antioksidan, dan meningkatkan sistem imun tubuh (Sirait 2007). Fungsi terpenoid bagi tumbuhan sebagai pengatur

pertumbuhan (seskuiterpenoid abisin dan giberelin), karotenoid sebagai pewarna, dan memiliki peran membantu fotosintesis (Harborne 1987).

#### 1.4 Flavonoid

Flavonoid adalah senyawa yang terdiri atas C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>. Senyawa senyawa flavonoid terdiri atas beberapa jenis tergantung tingkat oksidasi pada rantai propana dari sistem 1,3-diarilpropana. Flavon, flavonol, dan antosianidin adalah jenis yang banyak ditemukan di alam sehingga sering disebut sebagai flavonoid utama. Banyaknya senyawa flavonoid ini disebabkan oleh berbagai tingkat hidroksilasi, alkoksilasi, atau glikosilasi dari struktur tersebut. Flavonoid tersusun dari tiga cincin benzena dengan grup hidroksil (OH) (Lenny 2006). Flavonoid umumnya terdapat pada tumbuhan sebagai glikosida. Gugusan gula bersenyawa pada satu atau lebih grup hidroksil fenolik. Flavonoid terdapat pada seluruh bagian tanaman termasuk pada buah, tepung sari, dan akar.

Flavonoid berperan terhadap warna dalam organ tumbuhan seperti bunga, buah, daun, atau warna pada pigmen. Flavonoid pada tumbuhan berguna untuk menarik serangga dan binatang lain untuk membantu proses penyerbukan dan penyebaran biji. Flavonoid juga berperan dalam melindungi tumbuhan dari efek buruk sinar UV, untuk manusia flavonoid berguna sebagai stimulan pada jantung, diuretik, antioksidan pada lemak, menurunkan kadar gula darah, anti jamur, dan anti-HIV.



### 1.5 Saponin

Saponin adalah senyawa aktif permukaan kuat yang menimbulkan busa jika dikocok dalam air dan pada konsentrasi rendah sering menyebabkan hemolisis sel darah merah. Ada dua jenis saponin, yaitu glikosida triterpenoid alkohol dan glikosida struktur steroid tertentu yang mempunyai rantai samping spiroketal. Kedua jenis ini larut dalam air dan etanol tetapi tidak larut dalam eter. Aglikonnya yang disebut sapogenin diperoleh dengan hidrolisis dalam suasana asam atau hidrolisis memakai enzim dan tanpa bagian gula, ciri kelarutannya sama dengan ciri sterol lain (Robinson 1995).

Saponin menyebabkan stimulasi pada jaringan tertentu misalnya, pada epitel hidung, bronkus, ginjal, dan sebagainya. Stimulasi pada ginjal diperkirakan menimbulkan efek diuretika. Sifat menurunkan tegangan muka yang ditimbulkan oleh saponin dapat dihubungkan dengan daya ekspektoransia, dengan sifat ini lendir akan dilunakkan atau dicairkan. Saponin bisa juga sebagai prekursor hormon steroid (Sirait 2007). Saponin memberikan rasa pahit pada bahan pangan nabati.



## 2. Persiapan Ekstrak

*Ekstraksi merupakan peristiwa pemindahan zat terlarut (solut) antara dua pelarut yang tidak saling bercampur. Proses ekstraksi dilakukan dengan tujuan untuk memperoleh ekstrak murni atau ekstrak yang hanya terdiri dari satu komponen tunggal. Teknik ekstraksi ini didasarkan pada kenyataan bahwa jika suatu zat dapat larut dalam dua fase yang tidak tercampur, maka zat itu dapat dialihkan dari fase yang satu ke fase yang lain dengan mengocoknya bersamaan.*

*Penggunaan metode ekstraksi yang dilakukan bergantung pada beberapa faktor, yaitu tujuan dilakukan ekstraksi, skala ekstraksi, sifat-sifat komponen yang akan diekstraksi dan sifat-sifat pelarut yang akan digunakan. Ekstraksi yang sering digunakan adalah ekstraksi dengan pelarut, distilasi, super critical fluid extraction (SFE), pengepresan mekanik dan sublimasi. Metode ekstraksi yang banyak digunakan adalah distilasi dan ekstraksi dengan pelarut. Proses ekstraksi dipengaruhi oleh lama ekstraksi, suhu, dan jenis pelarut yang digunakan. Proses ekstraksi semakin sempurna bila waktu ekstraksi lama dan suhu yang digunakan tinggi.*

*Ekstraksi secara bertingkat dilakukan dengan menggunakan beberapa pelarut dengan tingkat kepolaran yang berbeda. Pelarut polar akan melarutkan senyawa polar, pelarut organik akan cenderung melarutkan senyawa organik dan pelarut air cenderung melarutkan senyawa anorganik dan garam dari asam ataupun basa. Prinsip ekstraksi menggunakan pelarut organik adalah bahan yang akan diekstrak dikontakkan langsung dengan pelarut selama selang waktu tertentu, sehingga komponen yang akan diekstrak terlarut dalam pelarut kemudian diikuti dengan pemisahan pelarut dari bahan yang telah diekstrak.*

*Pelarut yang berbeda sifat kepolarannya akan melarutkan komponen-komponen bioaktif yang berbeda. Menurut Houghton dan Raman (1998), ekstrak heksana (nonpolar) mengandung komponen yang bersifat nonpolar seperti lilin (wax), lemak dan minyak atsiri, sedangkan ekstrak etilasetat (semipolar) sebagian besar mengandung senyawa-senyawa alkaloid, aglikon-aglikon dan glikosida. Ekstraksi dengan etanol dapat mengekstrak fenolik, steroid, terpenoid, alkaloid, dan glikosida.*

### 3. Prinsip Pengujian Aktivitas Antioksidan

Metode yang umum digunakan untuk menguji aktivitas antioksidan suatu bahan adalah menggunakan radikal bebas diphenylpicrylhydrazyl (DPPH). Senyawa DPPH adalah radikal bebas yang bersifat stabil dan beraktivitas dengan cara mendelokasi elektron bebas pada suatu molekul, sehingga molekul tersebut tidak reaktif sebagaimana radikal bebas yang lain. Proses delokalisasi ini ditunjukkan dengan adanya warna ungu (violet) pekat yang dapat dikarakterisasi pada pita absorpsi dalam pelarut etanol pada panjang gelombang 520 nm (Molyneux 2004).

Pengukuran aktivitas antioksidan dengan metode DPPH menggunakan prinsip spektrofotometri. Senyawa DPPH (dalam metanol) berwarna ungu tua terdeteksi pada panjang gelombang sinar tampak sekitar 517 nm. Suatu senyawa dapat dikatakan memiliki aktivitas antioksidan apabila senyawa tersebut mampu mendonorkan atom hidrogennya untuk berikatan dengan DPPH membentuk DPPH tereduksi, ditandai dengan semakin hilangnya warna ungu (menjadi kuning pucat) (Molyneux 2004). Struktur DPPH dan DPPH tereduksi hasil reaksi dengan antioksidan dapat dilihat pada Gambar 1.



Diphenylpicrylhydrazyl (radikal bebas)    Diphenylpicrylhydrazine (non radikal)

Gambar 1. Struktur DPPH dan DPPH tereduksi hasil reaksi dengan antioksidan.

Sumber: Molyneux (2004)

Parameter untuk menginterpretasikan hasil pengujian dengan metode DPPH adalah IC<sub>50</sub> (inhibition concentration). IC<sub>50</sub> merupakan konsentrasi larutan substrata atau sampel yang akan menyebabkan reduksi terhadap aktivitas DPPH sebesar 50% (Molyneux 2004). Semakin kecil nilai IC<sub>50</sub> berarti semakin tinggi aktivitas antioksidan. Secara spesifik suatu senyawa dikatakan sebagai antioksidan sangat kuat jika nilai IC<sub>50</sub> kurang dari 0,05 mg/ml, kuat untuk IC<sub>50</sub> antara 0,05-0,1 mg/ml, sedang jika IC<sub>50</sub> bernilai 0,101-0,150 mg/ml, dan lemah jika IC<sub>50</sub> bernilai 0,150-0,200 mg/ml.



#### 4. Metode DPPH

Metode DPPH merupakan analisis kualitatif terhadap aktivasi antioksidan menggunakan 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH). Analisis kualitatif dari DPPH digunakan sebagai uji dalam mencari kemampuan menangkap radikal suatu senyawa dalam ekstrak tumbuhan. DPPH adalah komponen yang berwarna ungu yang tidak berdimerisasi dan berbentuk kristalin. Dalam metode ini, DPPH akan mentransfer elektron atau atom hidrogen ke radikal bebas sehingga menyebabkan karakter radikal bebas ternetralisasi.

Aktivitas donasi elektron komponen lain dalam campuran dapat diukur dengan metode DPPH. Selain itu, metode DPPH dapat mengevaluasi aktivitas antioksidan karena adanya radikal bebas. Beberapa molekul dapat memberikan elektron atau hidrogen ketika bereaksi dengan DPPH. Reaksi yang terjadi dengan elektron atau hidrogen akan memudahkan warna DPPH, melalui reaksi reduksi dengan perubahan warna ungu menjadi kekuningan oleh elektron dari senyawa antioksidan.

Reaksi DPPH dengan gugus hidroksil menyebabkan substitusi homolitik dari satu cincin fenil DPPH menghasilkan 2-(4-hidroksifenil)-2-fenil-1-pikrilhidrazil sebagai produk mayor yang juga dibentuk melalui proses sekunder (Gambar 6). Metode DPPH diketahui hanya dapat mengukur senyawa antioksidan yang terlarut dalam pelarut organik, khususnya alkohol. Walaupun DPPH secara luas digunakan untuk pengukuran dan perbandingan aktivitas antioksidan senyawa-senyawa fenolik.

Evaluasi aktivitas antioksidan dengan adanya perubahan serapan DPPH harus secara hati-hati diinterpretasikan setelah reaksinya dengan senyawa antioksidan yang dapat didegradasi oleh cahaya, oksigen, pH, dan



jenis pelarut. DPPH telah dilakukan oleh Masoko (2007) untuk mendeteksi senyawa antioksidan terlihat pada aplikasi KLT autografi. Keberadaan senyawa antioksidan dideteksi dengan timbulnya spot kuning dengan latar pelat KLT berwarna ungu setelah penyemprotan dengan larutan DPPH 0.2% (b/v) dalam metanol. Berdasarkan reaksi Gambar 6, senyawa antioksidan (RH) melepas atom hidrogen menjadi senyawa antioksidan (R·). Hal ini menunjukkan, bahwa DPPH yang merupakan senyawa antioksidan dapat menjadi DPPH dalam bentuk senyawa tereduksi (DPPHn) (Molyneux 2004).

### C. Latihan

Bubuhkan B jika pernyataannya benar dan sebaliknya bubuhkan S.

1. antioksidan ialah senyawa yang dapat mereduksi oksidan
2. GLuthathione termasuk antioksidan endogen
3. Flavonoid termasuk antioksidan alami dari alam
4. DPPH ialah oksidan
5. perlu kurva standar untuk menentukan aktivitas antioksidan

**D. Kunci Jawaban**

1. B
2. B
3. B
4. B
5. B



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

- Hasler CM. 1998. Functional foods: their role in disease prevention and health promotion. *Food Tech.* 52(11):63-70.
- Harborne JB. 1984. *Phytochemical methods*. Ed ke-2. New York: Chapman and Hall.
- Houghton PJ, Raman A. 1998. *Laboratory Handbook for the Fractionation of Natural Extracts*. London: Chapman and Hall.
- Lenny S. 2006. Senyawa flavonoida, fenilpropanoida dan alkaloida [makalah]. Medan: Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sumatera Utara.
- Molyneux P. 2004. The use of stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioksidan activity. *Songklanakar J Sci Technol.* 26(2):211-219.
- Pratt DE, Hudson B. 1990. Natural Antioxidant Not Exploited Commercially. Di dalam: B. J. Hudson. *Food Antioxidant*. London: Elsevier Applied Science.
- Ketaren S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI Press.
- Robinson T. 1995. *Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi*. Edisi keenam. Padmawinata K, penerjemah. Bandung: ITB. Terjemahan dari: *The organic constituents of higher plants*.
- Sirait. 2007. *Penuntun Fitokimia dalam Farmasi*. Bandung: Penerbit ITB.
- Sofia D. 2008. Antioksidan dan radikal bebas. <http://www.chem-is-try.org>
- Winarsi H. 2007. *Antioksidan Alami dan Radikal Bebas*. Yogyakarta: Kanisius.



Universitas  
**Esa Unggul**

**MODUL ANALISIS ZAT GIZI  
(NUT344)**

**MODUL 14  
Analisis Sensori**

**DISUSUN OLEH  
Dudung Angkasa, S.Gz., M.Gizi, RD**

**PROGRAM STUDI SARJANA GIZI  
UNIVERSITAS ESA UNGGUL  
2020**



## Analisis Sensori

### A. Kemampuan Akhir yang Diharapkan

Setelah mempelajari modul ini, diharapkan:

1. Pembaca mampu menjelaskan karakteristik sensori
2. Pembaca mampu menguraikan prinsip prosedur analisisnya

### B. Uraian dan Contoh

#### 1. Karakteristik Analisa Sensori

Seperti disinggung pada Modul Temu 1 bahwa pada akhirnya, kualitas dan keinginan suatu produk makanan ditentukan oleh interaksinya dengan organ sensorik manusia, misalnya penglihatan, rasa, penciuman, perasaan dan pendengaran. Untuk alasan ini sifat sensorik dari makanan baru atau yang lebih baik biasanya diuji oleh manusia untuk memastikan bahwa makanan tersebut memiliki sifat yang dapat diterima dan diinginkan sebelum diluncurkan ke pasar. Meski begitu, persepsi individu tentang atribut sensorik seringkali cukup subjektif, dipengaruhi oleh faktor-faktor seperti tren saat ini, pendidikan gizi, iklim, usia, kesehatan, dan pola sosial, budaya dan agama. Untuk meminimalkan efek dari faktor-faktor tersebut sejumlah prosedur telah dikembangkan untuk memperoleh informasi yang relevan secara statistik.

Misalnya, makanan sering kali diuji pada kelompok besar konsumen yang tidak terlatih secara statistik untuk menentukan reaksi mereka terhadap produk baru atau yang lebih baik sebelum pemasaran skala penuh atau pengembangan lebih lanjut. Alternatifnya, individu yang dipilih dapat dilatih sehingga mereka dapat mendeteksi perbedaan kecil dalam kualitas spesifik produk makanan tertentu, misalnya, rasa mint dari permen karet. Meskipun analisis sensorik sering kali merupakan tes terakhir untuk penerimaan atau penolakan produk makanan tertentu,

ada sejumlah kelemahan: memakan waktu dan mahal untuk dilakukan, pengujian tidak objektif, tidak dapat digunakan pada bahan yang mengandung racun. atau racun, dan tidak dapat digunakan untuk memberikan informasi tentang keamanan, komposisi, atau nilai gizi suatu makanan. Untuk alasan ini, uji analitik objektif, yang dapat dilakukan di laboratorium dengan menggunakan peralatan dan prosedur standar, sering kali lebih disukai untuk menguji properti produk makanan yang terkait dengan atribut sensorik tertentu. Untuk alasan ini, banyak upaya telah dilakukan untuk menghubungkan atribut sensorik (seperti kekenyalan, kelembutan, atau kelengketan) dengan kuantitas yang dapat diukur menggunakan teknik analitis objektif, dengan berbagai tingkat keberhasilan.

## 2. Definisi

Evaluasi sensorik telah didefinisikan sebagai ilmiah metode yang digunakan untuk **membangkitkan, mengukur, menganalisis, dan menafsirkan tanggapan** tersebut terhadap produk seperti yang dirasakan melalui indra penglihatan, penciuman, sentuhan, pengecap, dan pendengaran (Stone dan Sidel, 2004). Definisi ini telah diterima dan didukung oleh komite evaluasi sensorik di dalamnya berbagai organisasi profesi seperti *Institute of Food Technologists and the American Society for Testing and Materials*. Prinsip dan praktik evaluasi sensorik melibatkan masing-masing dari empat aktivitas disebutkan dalam definisi ini.

Pertimbangkan kata-kata “membangkitkan.” Evaluasi sensorik memberikan pedoman untuk persiapan dan penyajian sampel terkendali kondisi sehingga faktor bias diminimalkan. Untuk Misalnya, orang dalam tes sensorik sering ditempatkan bilik tes individu sehingga penilaian yang mereka berikan adalah milik mereka sendiri dan tidak mencerminkan pendapat mereka di sekitar mereka. Sampel diberi label dengan nomor acak sehingga orang tidak membuat penilaian berdasarkan label, melainkan pada pengalaman sensorik mereka. Lain Contohnya adalah bagaimana produk dapat diberikan secara berbeda pesanan kepada setiap peserta untuk membantu mengukur dan mengimbangi efek berurutan melihat satu produk setelah yang lainnya. Prosedur standar dapat ditetapkan untuk suhu sampel, volume, dan jarak dalam waktu, sesuai kebutuhan untuk mengontrol variasi yang tidak diinginkan dan meningkatkan uji presisi

Evaluasi sensorik adalah ilmu kuantitatif di mana data numerik dikumpulkan untuk membangun hubungan yang sah dan spesifik antara karakteristik

produk dan persepsi manusia. Metode sensorik banyak diambil dari teknik penelitian perilaku dalam mengamati dan mengukur respons manusia. Misalnya, kami dapat menilai proporsi berapa kali orang dapat membedakan perubahan produk kecil atau proporsi kelompok yang mengekspresikan preferensi untuk satu produk di atas yang lain. Contoh lain adalah meminta orang untuk menghasilkan respons numerik yang mencerminkan persepsi mereka tentang seberapa kuat rasa atau bau suatu produk. Teknik penelitian perilaku dan psikologi eksperimental menawarkan pedoman tentang bagaimana teknik pengukuran tersebut harus digunakan dan apa potensi jebakan dan kewajibannya.

Analisis data yang tepat adalah bagian penting dari pengujian sensorik. Data yang dihasilkan dari pengamat manusia seringkali sangat bervariasi. Ada banyak sumber variasi dalam respons manusia yang tidak dapat sepenuhnya dikontrol dalam tes sensorik. Contohnya termasuk suasana hati dan motivasi peserta, kepekaan fisiologis bawaan mereka terhadap rangsangan sensorik, dan riwayat masa lalu serta keakraban mereka dengan produk serupa. Meskipun beberapa penyaringan mungkin terjadi untuk faktor-faktor ini, mereka mungkin hanya dikontrol sebagian, dan panel manusia pada dasarnya merupakan instrumen heterogen untuk menghasilkan data. Untuk menilai apakah hubungan yang diamati antara karakteristik produk dan respons sensorik cenderung nyata, dan bukan hanya hasil variasi respons yang tidak terkendali, metode statistik digunakan untuk menganalisis data evaluasi. Bergandengan tangan dengan menggunakan analisis statistik yang tepat adalah perhatian untuk menggunakan desain eksperimental yang baik, sehingga variabel yang



diminati diselidiki dengan cara yang memungkinkan kesimpulan yang masuk akal untuk ditarik.

Latihan evaluasi sensorik tentu saja merupakan eksperimen. Dalam eksperimen, data dan informasi statistik hanya berguna jika diinterpretasikan dalam konteks hipotesis, latar belakang pengetahuan, dan implikasi untuk keputusan dan tindakan yang akan diambil. Kesimpulan yang harus ditarik adalah penilaian yang beralasan berdasarkan data, analisis, dan hasil. Kesimpulan melibatkan pertimbangan metode, batasan eksperimen, dan latar belakang serta kerangka kontekstual penelitian. Spesialis evaluasi sensorik menjadi lebih dari sekadar saluran untuk hasil eksperimental, tetapi harus menyumbangkan interpretasi dan menyarankan tindakan yang masuk akal berdasarkan angka. Mereka harus menjadi mitra penuh dengan klien mereka, pengguna akhir hasil tes, dalam memandu penelitian lebih lanjut. Profesional evaluasi sensorik berada dalam situasi terbaik untuk mewujudkan interpretasi yang tepat dari hasil tes dan implikasinya terhadap persepsi produk oleh kelompok konsumen yang lebih luas kepada siapa hasil dapat digeneralisasikan. Spesialis sensorik paling memahami batasan prosedur pengujian dan apa saja risiko dan kewajibannya



### 3. Tipe Uji

Indra manusia telah digunakan selama berabad-abad untuk mengevaluasi kualitas makanan. Kita semua membuat penilaian tentang makanan setiap kali kita makan atau minum (“Setiap orang memiliki aturan selera masing-masing inci, dan menghibur dirinya sendiri dengan menerapkannya, dengan penuh kemenangan, ke mana pun dia bepergian.” - Henry Adams, 1918). Ini tidak berarti bahwa semua penilaian berguna atau siapa pun yang memenuhi syarat untuk berpartisipasi dalam tes sensorik. Di masa lalu, produksi makanan berkualitas baik sering kali bergantung pada ketajaman sensorik seorang ahli yang bertanggung jawab atas produksi atau membuat keputusan tentang perubahan proses untuk memastikan produk tersebut memiliki karakteristik yang diinginkan. Ini adalah tradisi sejarah pembuat bir, pencicip anggur, hakim susu, dan pengawas makanan lainnya yang bertindak sebagai penentu kualitas. Evaluasi sensorik modern menggantikan otoritas tunggal ini dengan panel orang yang berpartisipasi dalam metode pengujian khusus yang mengambil bentuk eksperimen yang direncanakan. Perubahan ini terjadi karena beberapa alasan. Pertama, diakui bahwa penilaian panel secara umum lebih dapat diandalkan daripada penilaian individu tunggal dan risiko yang lebih kecil karena ahli tunggal bisa sakit, bepergian, pensiun, meninggal, atau tidak tersedia untuk membuat keputusan. Penggantian individu seperti itu adalah masalah yang tidak sepele. Kedua, pakar tersebut mungkin atau mungkin tidak mencerminkan apa yang diinginkan konsumen atau segmen masyarakat konsumen dalam suatu produk. Jadi, untuk masalah kualitas produk dan daya tarik keseluruhan, lebih aman (meskipun seringkali lebih memakan waktu dan mahal) untuk langsung menghubungi populasi sasaran. Meskipun tradisi inspeksi informal dan kualitatif seperti “pemotongan” benchtop tetap ada di beberapa industri, mereka secara bertahap digantikan oleh pengamatan yang lebih formal, kuantitatif, dan terkontrol (Stone dan Sidel, 2004).

Metode evaluasi sensorik saat ini terdiri dari serangkaian teknik pengukuran dengan rekam jejak penggunaan yang mapan dalam penelitian industri dan akademis. Banyak hal yang kami anggap sebagai prosedur standar berasal dari kesulitan dan masalah yang dihadapi dalam pengalaman praktis spesialis sensorik selama 70 tahun terakhir penelitian makanan dan produk konsumen, dan pengalaman ini cukup berarti. Perhatian utama dari setiap spesialis evaluasi sensorik adalah untuk memastikan bahwa metode pengujian sesuai untuk menjawab pertanyaan yang diajukan tentang produk dalam pengujian. Untuk alasan ini, tes biasanya diklasifikasikan menurut tujuan utamanya dan penggunaan yang paling valid. Tiga jenis pengujian sensorik biasanya digunakan, masing-masing dengan tujuan berbeda dan masing-masing menggunakan peserta yang dipilih menggunakan kriteria berbeda. Ringkasan dari tiga jenis pengujian utama disajikan pada Tabel 1.1.

**Table 1.1** Classification of test methods in sensory evaluation

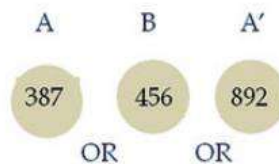
Class	Question of interest	Type of test	Panelist characteristics
Discrimination	Are products perceptibly different in any way	"Analytic"	Screened for sensory acuity, oriented to test method, sometimes trained
Descriptive	How do products differ in specific sensory characteristics	"Analytic"	Screened for sensory acuity and motivation, trained or highly trained
Affective	How well are products liked or which products are preferred	"Hedonic"	Screened for products, untrained

### 3.1 Uji perbedaan (*Difference Testing*)

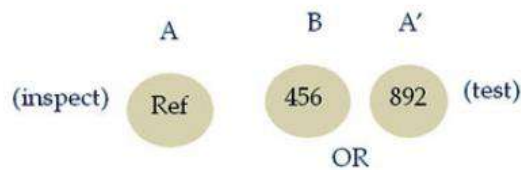
Tes sensorik paling sederhana hanya mencoba menjawab apakah ada perbedaan yang terlihat antara dua jenis produk. Ini adalah tes diskriminasi atau prosedur pengujian perbedaan sederhana. Analisis biasanya didasarkan pada statistik frekuensi dan proporsi (menghitung jawaban benar dan salah). Dari hasil pengujian, kami menyimpulkan perbedaan berdasarkan proporsi orang yang dapat memilih produk uji dengan benar dari antara satu set produk serupa atau kontrol.

Dalam pengujian ini, dua produk berasal dari batch yang sama sedangkan produk ketiga berbeda. Juri akan diminta untuk memilih sampel ganjil di antara ketiganya. Kemampuan untuk membedakan perbedaan akan disimpulkan dari pilihan benar yang konsisten di atas tingkat yang diharapkan secara kebetulan. Di pabrik bir, tes ini berfungsi terutama sebagai alat untuk menyaring hakim untuk evaluasi bir, untuk memastikan bahwa mereka memiliki kemampuan diskriminasi yang memadai. Bentuk lain disajikan pada gambar di bawah ini:

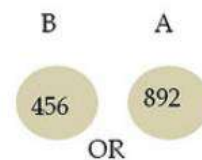
Triangle Test: Choose the sample that is most different



Duo-trio Test: Choose the sample that matches the reference



Paired Comparison: Which sample is sweeter?



Uji perbedaan sederhana telah terbukti sangat berguna dalam aplikasi dan digunakan secara luas saat ini. Biasanya tes diskriminasi akan dilakukan dengan 25–40 peserta yang telah diskriminasi untuk ketajaman sensorik mereka terhadap perbedaan produk yang umum dan yang terbiasa dengan prosedur tes. Ini biasanya memberikan ukuran sampel yang memadai untuk mendokumentasikan perbedaan sensorik yang jelas. Seringkali tes replikasi dilakukan saat responden berada di fasilitas tes sensorik

### 3.2 Analisis Deskriptif (*Descriptive analyses*)

Kelas utama kedua dari metode uji sensorik adalah metode yang mengukur intensitas yang dirasakan dari karakteristik sensorik suatu produk. Prosedur ini dikenal sebagai analisis deskriptif. Metode pertama untuk melakukan ini dengan panel juri terlatih adalah metode Flavor Profile® yang dikembangkan di grup konsultan Arthur D. Little pada akhir 1940-an (Caul, 1957). Kelompok ini dihadapkan pada pengembangan alat yang komprehensif dan fleksibel untuk analisis rasa untuk memecahkan masalah yang melibatkan rasa yang tidak menyenangkan dalam kapsul gizi dan pertanyaan tentang dampak tentang dampak sensorik monosodium glutamat dalam berbagai makanan olahan. Mereka merumuskan metode yang melibatkan pelatihan ekstensif panelis yang memungkinkan mereka untuk mengkarakterisasi semua catatan rasa dalam makanan dan intensitas catatan ini menggunakan skala kategori sederhana dan mencatat urutan penampilan mereka. Kemajuan ini patut diperhatikan karena beberapa alasan. Ini menggantikan ketergantungan pada juri ahli tunggal (pembuat bir, pencicip kopi, dan sebagainya) dengan panel individu, di bawah kesadaran bahwa konsensus panel cenderung lebih andal dan akurat daripada penilaian satu individu. Kedua, ini menyediakan sarana untuk mengkarakterisasi atribut individu rasa dan memberikan deskripsi analitis yang komprehensif tentang perbedaan di antara sekelompok produk yang sedang dikembangkan.

Analisis deskriptif telah terbukti menjadi alat evaluasi sensorik yang paling komprehensif dan informatif. Ini berlaku untuk karakterisasi berbagai macam perubahan produk dan pertanyaan penelitian dalam pengembangan produk makanan. Informasi tersebut dapat dikaitkan dengan informasi penerimaan



konsumen dan tindakan instrumental dengan menggunakan teknik statistik seperti regresi dan korelasi. Contoh surat suara deskriptif untuk penilaian tekstur produk kue ditunjukkan pada Tabel 1.2

**Table 1.2** Descriptive evaluation of cookies–texture attributes

Phase	Attributes	Word anchors
Surface	Roughness	Smooth–rough
	Particles	None–many
	Dryness	Oily–dry
First bite	Fracturability	Crumbly–brittle
	Hardness	Soft–hard
	Particle size	Small–large
First chew	Denseness	Airy–dense
	Uniformity of chew	Even–uneven
Chew down	Moisture absorption	None–much
	Cohesiveness of mass	Loose–cohesive
	Toothpacking	None–much
	Grittiness	None–much
Residual	Oiliness	Dry–oily
	Particles	None–many
	Chalky	Not chalky–very chalky



### 3.3 *Affective Testing*

Kelas utama ketiga dari tes sensorik adalah tes yang mencoba mengukur tingkat kesukaan atau ketidaksukaan suatu produk, yang disebut metode tes hedonis atau afektif. Pendekatan yang paling mudah untuk masalah ini adalah dengan menawarkan orang pilihan di antara produk alternatif dan lihat apakah ada preferensi yang jelas dari mayoritas responden. Masalah dengan tes pilihan adalah mereka tidak terlalu informatif tentang besarnya suka atau tidak suka dari responden.

Contoh skala 9-titik ditunjukkan pada Gambar 1.2. Biasanya pengujian hedonis hari ini akan melibatkan sampel 75–150 konsumen yang merupakan pengguna reguler produk. Pengujian ini akan melibatkan beberapa versi alternatif produk dan dilakukan di beberapa lokasi pusat atau fasilitas pengujian sensorik

## Quartermaster Corps. 9-point Hedonic Scale

---

like extremely  
like very much  
like moderately  
like slightly  
neither like nor dislike  
dislike slightly  
dislike moderately  
dislike very much  
dislike extremely

---

Scale points chosen to represent equal psychological intervals.

**Fig. 1.2** The 9-point hedonic scale used to assess liking and disliking. This scale, originally developed at the U.S. Army Food and Container Institute (Quartermaster Corps), has achieved widespread use in consumer testing of foods.

Universitas  
**Esa Unggul**

### C. Latihan

Bubuhkan B jika pernyataannya benar dan sebaliknya bubuhkan S.

1. Analisis sensori termasuk uji objective
2. uji affective membutuhkan sample lebih kecil dibandingkan uji difference
3. Skala hedonik merupakan contoh uji difference
4. Kerupuk digambarkan sebagai produk yang memiliki tekstur renyah, mudah patah, berongga menurut uji deskriptif
5. Instrumen pada uji sensori ialah manusia

**D. Kunci Jawaban**

1. **S**
2. **S**
3. **S**
4. **B**
5. **S**



Universitas  
**Esa Unggul**

## E. Daftar Pustaka

Lawless, H. T., & Heymann, H. (2013). *Sensory evaluation of food: principles and practices*. Springer Science & Business Media.

