



Analisis Lemak & Minyak

By. Jaya Mahar Maligan
Laboratorium Nutrisi Pangan dan Hasil Pertanian
Program Studi Ilmu dan Teknologi Pangan
Jurusan Teknologi Hasil Pertanian
FTP - UB
2014



Lipidology

Lipid

- structural component of all living cell
- Integral to membranes, gives form to a cellular components

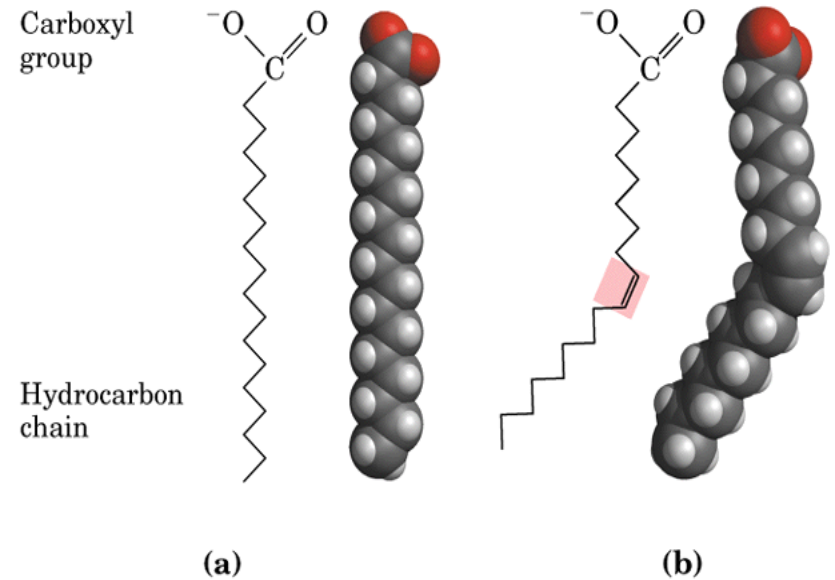
Major classes

- Acylglycerides, energy source and storage
- Phospholipids, active cellular lipids
- Fatty acids, essential metabolites
- Sterols, hormone and bile acids

Nutritional uses of Lipids

- We already know that lipids are concentrated sources of energy (9 kcal/g)
- other functions include:
- 1) provide means whereby fat-soluble nutrients (e.g., sterols, vitamins) can be absorbed by the body
- 2) structural element of cell, subcellular components
- 3) components of hormones and precursors for prostaglandin synthesis

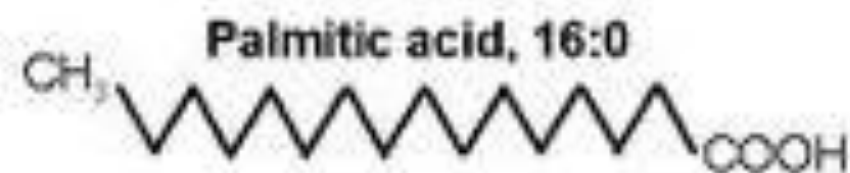
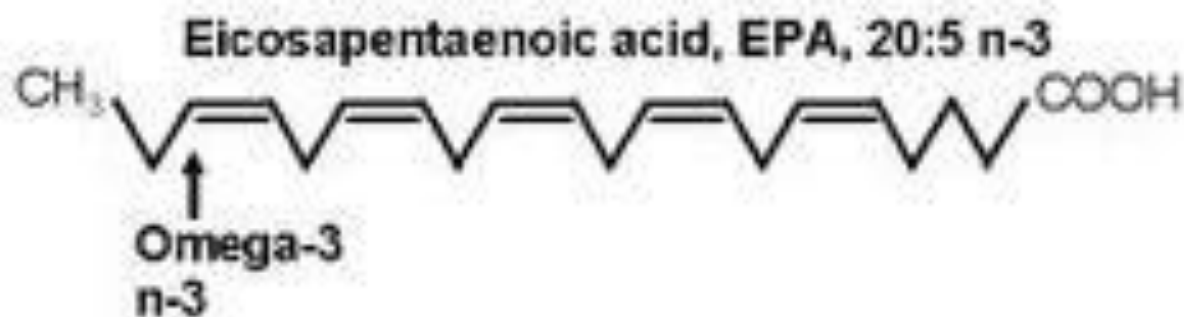
Fatty Acid



- Hydrocarbon chains of from 2 to 20 and more carbons with a carboxyl at one end
- 4-6 carbon, short chain
- 8-12 carbon, medium chain
- 14-18 carbon, long chain
- >20 carbon, very long chain, individual names

Symbol	Systematic name	Common name	Sources
<i>Saturated Fatty Acids (SFA)</i>			
C6:0	n-hexanoic	caproic	Milk fat
C8:0	n-octanoic	caprylic	Milk fat, coconut
C10:0	n-decanoic	capric	Milk fat, coconut
C12:0	n-dodecanoic	lauric	Coconut, palm
C14:0	n-tetradecanoic	myristic	Milk fat, coconut
C16:0	n-hexadecanoic	palmitic	Most SFA in plant and animal
C18:0	n-octadecanoic	stearic	Animal fat, cocoa butter
C20:0	n-eicosanoic	arachidic	Widespread minor
C22:0	n-docosanoic	behenic	Minor in seeds
C24:0	n-tetracosanoic	lignoseriic	Minor in seeds

Symbol	Systematic name	Common name	Sources
<i>Monounsaturated Fatty Acids (MUFA)</i>			
C16:1	cis-9-hexadecanoic	palmitoleic	Most fat and oil
C18:1	cis-9-octadecanoic	oleic	Most fat and oil
<i>Polyunsaturated Fatty Acids (PUFA)</i>			
C18:2 n-6	cis-6,9-octadecadienoic	linolenic	Most plant oils
C18:3 n-6	all-cis-6,9,12-octadecatrienoic	γ -linolenic	Primrose, borage oil
C18:3 n-3	all-cis-9,12,15-octadecatrienoic	α -linolenic	Soybean, canola oils
C20:4 n-6	all-cis-8,11,14-eicosatetraenoic	arachidonic	meat
C20:5 n-3	all-cis-5,8,11,14,17-eicosapentaenoic	EPA	Fish oil
C22:6 n-3	all-cis-4,7,10,13,16,19-docosahexaenoic	DHA	Fish oil



Analisis Lemak & Minyak

- Uji Kuantitatif Lemak & Minyak
 1. Metode Ekstraksi Solvent
 2. Metode Ekstraksi Cair Non-solvent
- Uji Kualitas Lemak & Minyak

Penentuan angka asam, asam lemak bebas, bilangan peroksida dan TBA

Uji Kuantitatif Lemak & Minyak

Metode Ekstraksi Solvent

- Metode Soxhlet
- Metode Goldfisch
- Metode Supercritical Fluid Extraction

Metode Ekstraksi Non-Solvent

- Metode Babcock
- Metode Gerber
- Metode Deterjen

Metode Ekstraksi Solvent

Harus diperhatikan dalam preparasi sampel :

- Pengeringan
- Pengecilan ukuran
- Hidrolisis Asam
- Pemilihan Solvent

Ekstraksi Soxhlet

Prinsip Analisis

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

Prosedur Kerja Ekstraksi Soxhlet

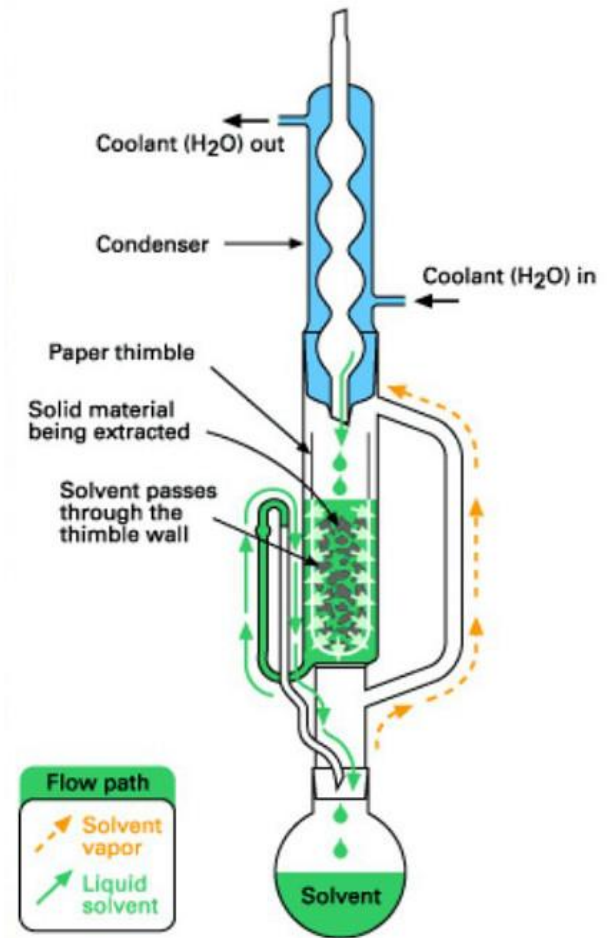
- Sediakan labu lemak yang ukurannya sesuai, keringkan dalam oven, dinginkan dalam desikator dan timbang.
- Timbang 5 gram sampel dalam bentuk tepung langsung dalam saringan timbel, yang sesuai ukurannya, kemudian tutup dengan kapas wool yang bebas lemak
- Letakkan timbel atau kertas saring yang berisi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

Prosedur Kerja Ekstraksi Soxhlet

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

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

Ekstraktor Soxhlet





Wait a minute... Lets .. cekidot....

Metode Babcock

Prinsip Analisis

- Penentuan volume lemak sampel cair dengan proses pelarutan sampel pada pelarut organik



Prosedur Kerja Metode Babcock

- Sejumlah sampel susu dipipet secara akurat ke dalam botol Babcock.
- Asam sulfat dicampurdengan susu, yang akan mendigesti protein, menghasilkan panas dan merusak lapisan yang mengelilingin droplet lemak, sehingga melepaskan lemak.
- Sampel kemudian disentrifuse saat masih panas (55-60oC) yang akan menyebabkan lemak cair naik ke leher botol.
- Leher botol telah diberi skala yang menunjukkan persen lemak.
- Metode ini membutuhkan waktu 45
- menit, dengan presisi hingga 0,1%.
- Metode ini tidak menentukan kadar fosfolipid dalam susu, karena berada di fase air atau di antara fase lemak dan air.

Uji Kualitas Lemak dan Minyak

Analisis sifat fisiko kimia

- Analisis titik leleh, berat jenis, turbidity point
- Analisis bilangan iod, bil peroksida, bilangan asam, asam lemak bebas, bil paraanisidin, bil TBA,

Analisis komposisi asam lemak

- Metode kromatografi gas (GC)

Penentuan Asam Lemak Bebas

- Metode : Titrasi Asam-Basa
- Prinsip Analisis

Jumlah asam lemak bebas dalam sampel minyak ekuivalen dengan jumlah basa (NaOH) yang ditambahkan dalam titrasi.

Prosedur Kerja

Penentuan Asam Lemak Bebas

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

Analisis Komposisi Asam Lemak

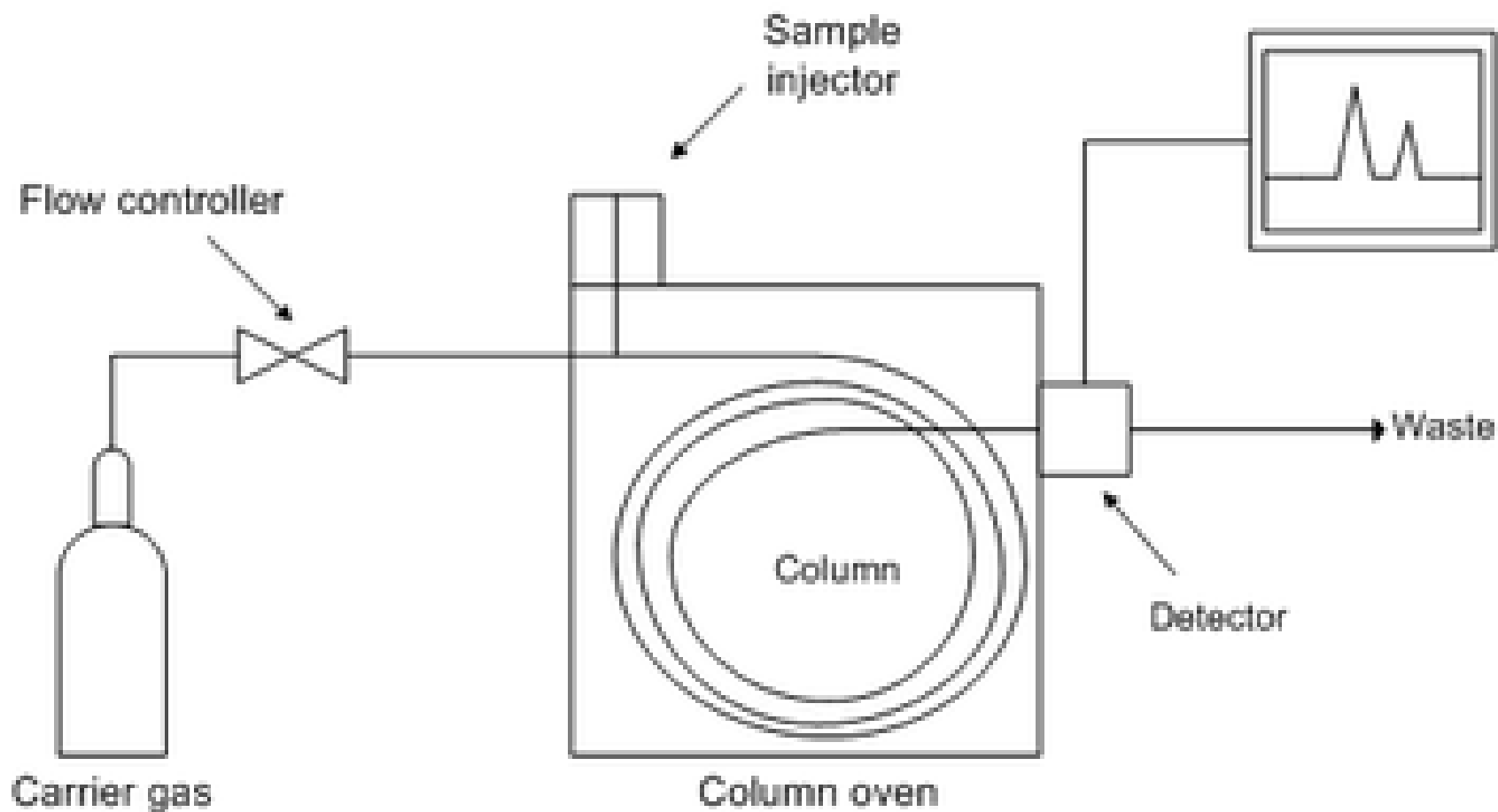
- GC : pemisahan campuran berdasarkan sifat volatilitas masing2 komponen penyusun campuran
- Interaksi antara komponen sampel dengan fase gerak dan fase diam pada alat GC



Prinsip Kerja

- Asam lemak dibuat volatile dengan metode metilasi asam lemak, terbentuk senyawa metil ester yang volatile
- Senyawa metil ester asam lemak diinjeksikan dalam kolom GC, terpisah berdasarkan volatilitas nya
- Komponen yang keluar dari kolom akan dideteksi dengan alat detektor ionisasi nyala api (Flame Ionization Detector/FID)

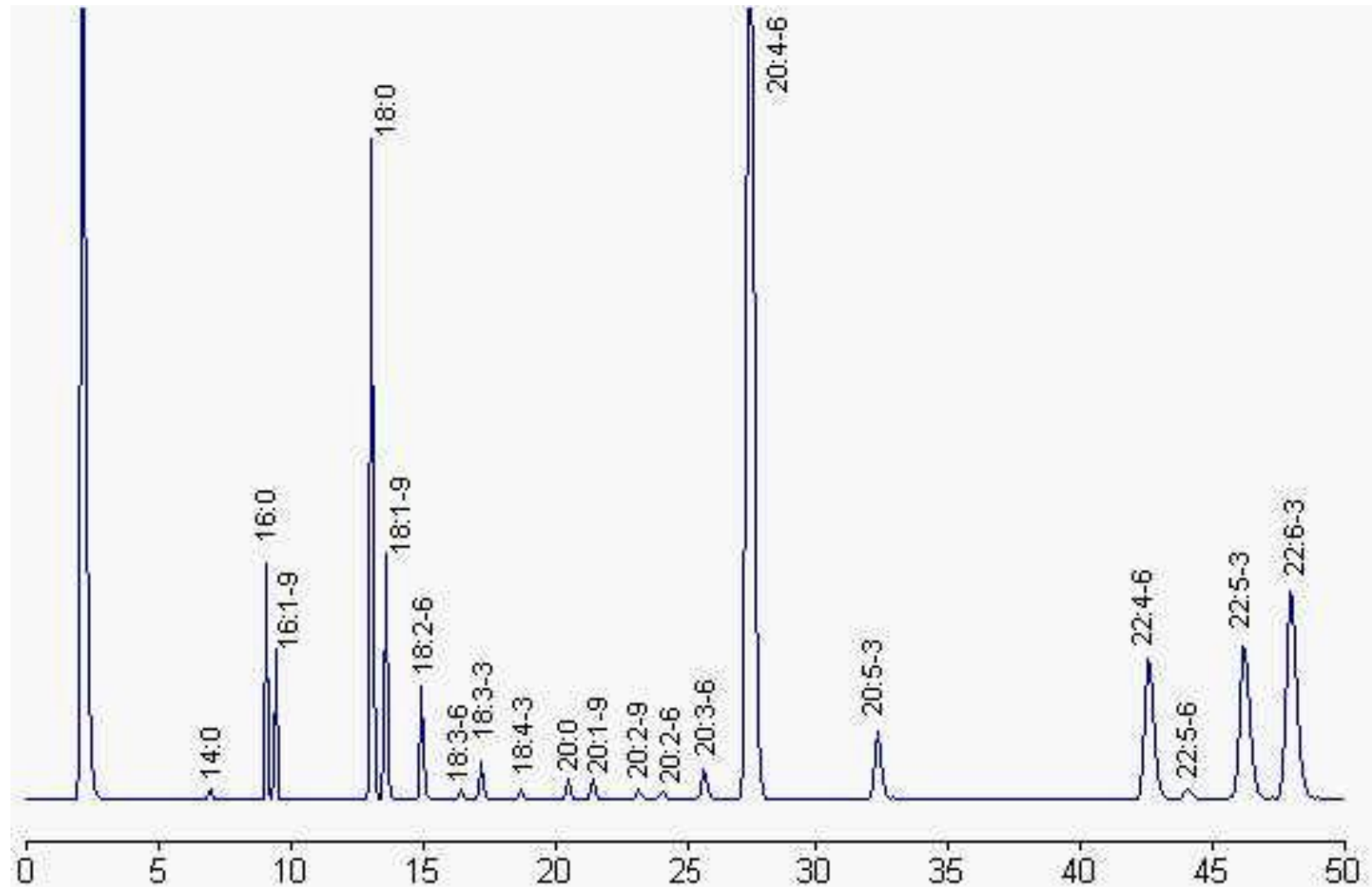
Skema GC



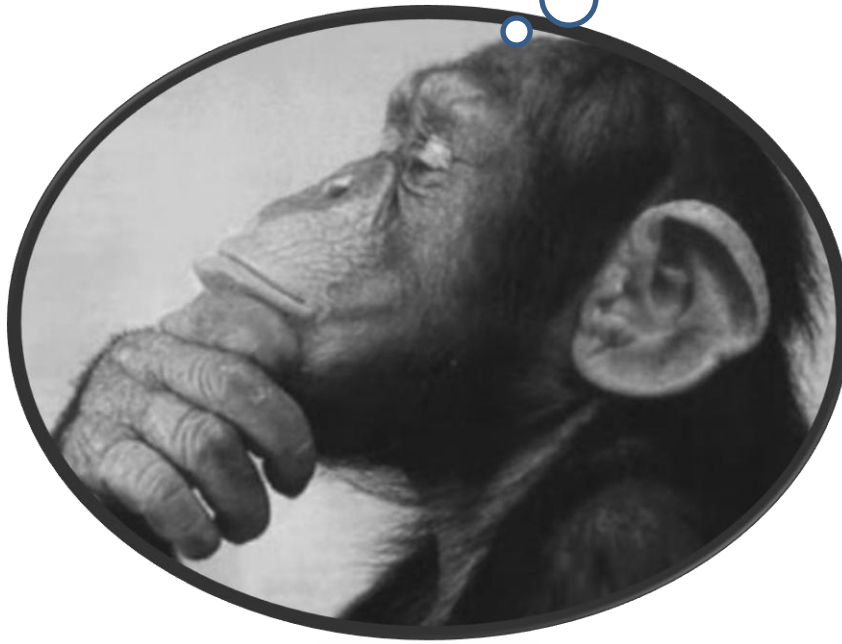
Prinsip Kerja

- Hasil deteksi dibandingkan dengan standar asam lemak yang telah diketahui jenis dan konsentrasinya
- Waktu retensi (relative retention time / RRT) masing2 asam lemak tergantung pada panjang rantau dan jumlah ikatan rangkap

Chromatogram Asam Lemak



ANY QUESTIONS..??





Soal No.1

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

Soal No. 2

Jelaskan prinsip kerja dari analisis lemak / minyak selain metode yang telah dijelaskan