



HAND-OUT MATAKULIAH
ANALISIS PANGAN

WAHIDAH MAHANANI RAHAYU, S.T.P., M.Sc.
PROGRAM STUDI TEKNOLOGI PANGAN
UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN



ANALISIS PANGAN: pendahuluan

WAHIDAH MAHANANI RAHAYU, S.T.P., M.Sc.
TEKNOLOGI PANGAN – UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN





PERTEMUAN 1

- ATURAN PERKULIAHAN
- GAMBARAN UMUM MATAKULIAH



KONTRAK BELAJAR

Komponen Evaluasi

Aspek Penilaian	Persentase
Ujian Akhir Semester	25%
Ujian Tengah Semester	25%
Tugas dan kuis	25%
Keaktifan Mahasiswa dan sikap	15%
Kehadiran	10%
Total	100%



ATURAN PERKULIAHAN

- Mulai pertemuan ke-2, perkuliahan akan diselenggarakan secara semi-asinkronik.
- Materi perkuliahan akan diberikan di grup WA atau media lain. Mahasiswa diharapkan mengunduh dan mempelajari materi tersebut sebelum perkuliahan.
- Pada jam perkuliahan, diskusi akan diselenggarakan selama sekitar 60 menit atau selama waktu yang mencukupi.
- Presensi akan diberikan melalui tautan google form, dengan waktu pengisian maksimal hingga 24 jam setelah tautan dibagikan.
- Penilaian keaktifan diukur dari keaktifan mahasiswa selama perkuliahan dan kuis mencongak.



GAMBARAN UMUM MATAKULIAH

Matakuliah ini mempelajari **prinsip-prinsip analisis kandungan kimia makanan dan bahan pangan**, baik secara kualitatif maupun kuantitatif, yang meliputi **metode dan prinsip** analisis proksimat untuk mengukur kadar:

1. Air
2. Karbohidrat (dan serat pangan),
3. Protein,
4. Lemak,
5. senyawa *trace* (misal: kadar abu, mineral, vitamin, tannin, sianida, dan bahan tambahan makanan).
6. Materi pokok mata kuliah ini sebagian besar berupa teknik-teknik analisis klasik, meliputi teknik ekstraksi, volumetri atau titimetri, gravimetri, dan teknik spektrofotometri.



Analisis yang dilakukan terhadap bahan pangan:

Analisis pangan dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu:

1. Analisis fisika

Analisis fisika dilakukan untuk mengetahui tekstur, kepadatan, dan warna pada makanan.

2. Analisis sensori

Analisis sensori adalah analisis yang dilakukan dengan menggunakan indera perasa untuk mengetahui tingkat keasinan, keharuman, kekerasan tekstur, dan lain-lain.

3. Analisis kimiawi

Analisis kimiawi dilakukan untuk mengetahui kandungan proksimat dan bahan lain, misalnya garam, asam sitrat, dan senyawa lainnya dalam makanan atau minuman.



Materi 1: Analisis (kimiawi) bahan pangan

- Tujuan analisis
- Faktor-faktor yang mempengaruhi keberhasilan analisis
- Sampling
 - Macam-macam sample
 - Prosedur sampling (*s. plan*)
 - Permasalahan dalam sampling
- Preparasi sampel
- Contoh soal ^_^



Tujuan analisis

- Untuk mendapat **data yang akurat** dan **mendapatkan informasi yang benar** mengenai **sifat atau kualitas** suatu bahan.
- Kepentingan di
 - Pabrik/ industri pangan
 - Lembaga pemerintah (pengawasan)
 - Riset dan pengembangan ilmiah.



Alasan perusahaan pangan seluruh dunia melakukan analisis pangan.

1. Pemerintah mewajibkan untuk dilakukan.
2. Untuk mengisi label komposisi makanan pada kemasan.
3. Untuk meneliti/mengetahui mutu makanan → mutu **selama pengolahan** dan **mutu produk akhir**
→ Mengetahui perubahan kandungan bahan pangan selama pengolahan
4. Untuk keperluan melakukan riset/mengembangkan makanan → food innovation & development
5. Mengetahui bahan tambahan pangan yang digunakan
6. Mendeteksi adanya bahan berbahaya (senyawa metabolik beracun dalam bahan mentah atau yang muncul ketika pengolahan)



Pengendalian mutu di pabrik

Penting untuk **memonitor** sifat khas (komposisi):

- Bahan dasar
- Ingredients
- Produk antara
- Produk akhir



MEMILIH METODE

- Untuk mengetahui metode apa yang harus digunakan dalam analisis pangan, harus mempertimbangkan beberapa hal:
 1. Tingkat keakuratan yang diinginkan.
 2. Pangan yang dianalisis masih ingin digunakan atau tidak.
 3. Biaya yang dapat dikeluarkan.
 4. Kecepatan analisis yang diinginkan.
 5. Peraturan dari pemerintah seperti sertifikasi halal yang hanya dapat diperoleh dari MUI.





ANALISIS PANGAN: materi tambahan preparasi sampel

WAHIDAH MAHANANI RAHAYU, S.T.P., M.Sc.

TEKNOLOGI PANGAN – UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN



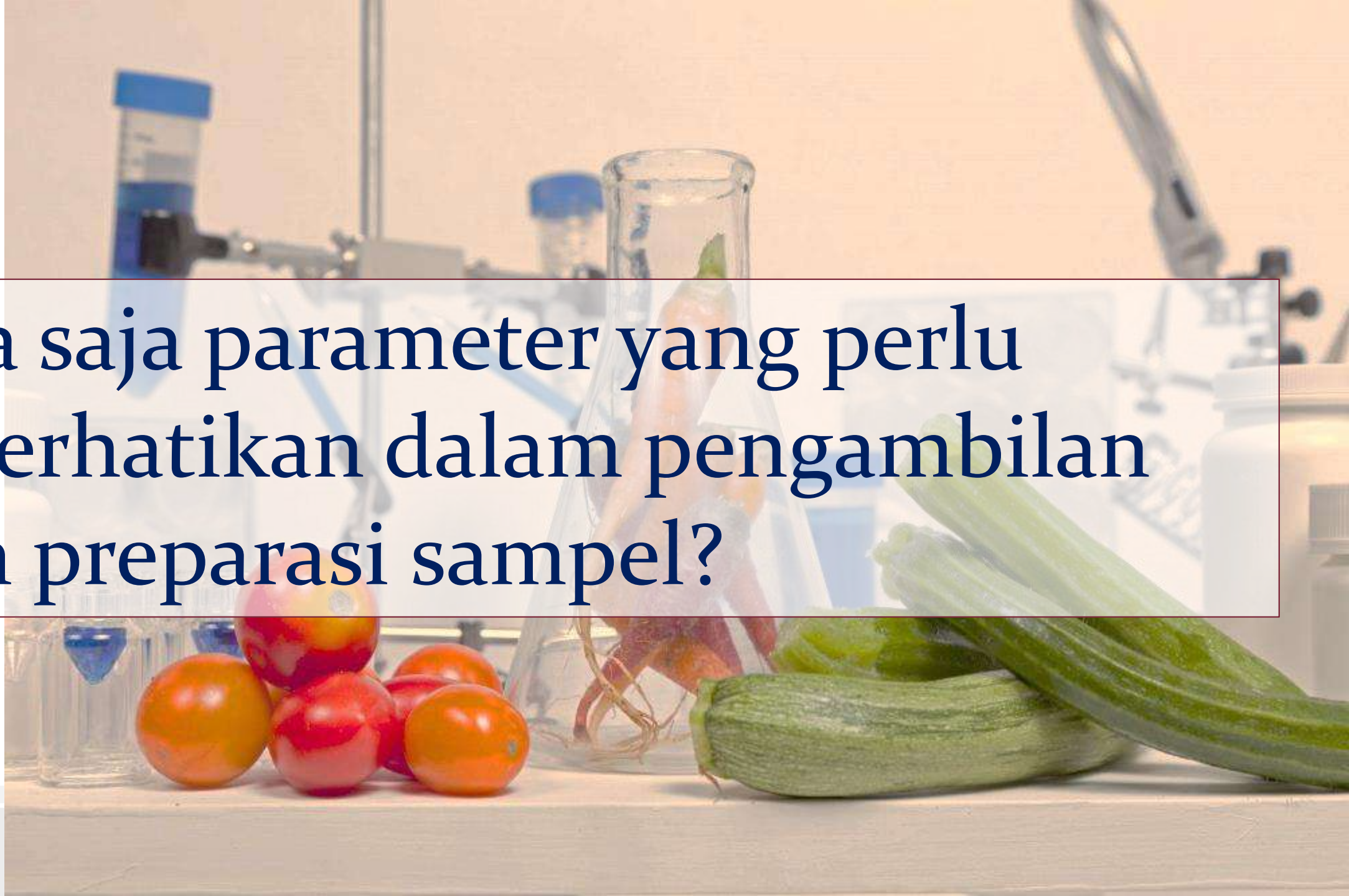


Tujuan pengambilan sampel agar sampel yang diambil dapat memberikan informasi yang cukup untuk dapat mengestimasi jumlah populasinya.

Hasil analisis yang akurat dicapai menggunakan **teknik pengambilan sampel** secara **benar dan representatif.**



Apa saja parameter yang perlu diperhatikan dalam pengambilan dan preparasi sampel?



Pengecilan ukuran dan homogenitas



- Ukuran dan berat partikel sangat berpengaruh pada hasil analisis karena sampel berukuran dan berat lebih besar cenderung berpisah dengan bagian yang lebih kecil dan ringan.
- Saat preparasi, sampel bisa **digiling dan dicampur secara merata**, kemudian diambil secara acak dari beberapa bagian baik bagian dasar, tengah maupun bagian atas untuk mendapat sampel yang representative/mewakili.



Cara pengambilan sampel → selektif atau non-selektif

- **Selektif** → pengambilan sampel secara acak dari bagian tertentu suatu bahan.
- Misalnya daun sawi, dipisahkan pengambilan batang dan daun.
- **Non-selektif** → pengambilan sampel secara acak dari keseluruhan bahan tanpa memperhatikan atau memisahkan bagian dari bahan tersebut.
- Misalnya daun sawi tadi diambil dari seluruh bagian sampel, baik daun maupun batang dipotong-potong dan dicampur secara merata agar diperoleh bahan yang homogen.



Jumlah Sampel

- Jumlah sampel yang digunakan sangat berpengaruh terhadap tingkat representative sampel yang diambil.
- Sebagai pedoman sampel yang diambil adalah 10 persen dari jumlah bahan.



Penanganan dan penyiapan sampel

Sampel yang telah diambil **harus segera diamankan** agar tidak rusak atau berubah sehingga mempunyai sifat stabil selama penyimpanan.

Apakah perlu blanching? Dicuci? Atau dijemur?

Prosesing Sampel penting untuk tujuan evaluasi terutama evaluasi secara mikroskopis, kimia dan biologis, semua sampel harus digiling untuk memperoleh sampel yang halus.



Penyimpanan

Sampel harus disimpan pada kondisi yang memadai, dan diberi label: Nama sampel, nama peneliti, tanggal preparasi, nama analisis.

- Sampel disimpan dalam wadah-wadah kecil yang siap dianalisis.
- Dikelompokkan sesuai jenis sampel dan jumlah analisis yang akan dilakukan. Agar tidak perlu sering mencairkan-bekukan-cairkan-bekukan → bisa merusak sampel.

Misal, jumlah sampel ada 3 (A, B, C), lalu jumlah analisis proksimat ada 3 (air, protein, lemak), maka sampel dibagi menjadi 9 wadah → diberi label A_{air} , A_{protein} , A_{lemak} , B_{air} , dst → sampel bisa diambil setiap kali akan analisis
➔ ANALISIS PANGAN PERLU PERENCANAAN MATANG

- Disimpan di dalam wadah tertutup, jika perlu diberi silica gel/desikan/penyerap uap air.





Contoh teknik sampling pada sampel sayur dan buah:

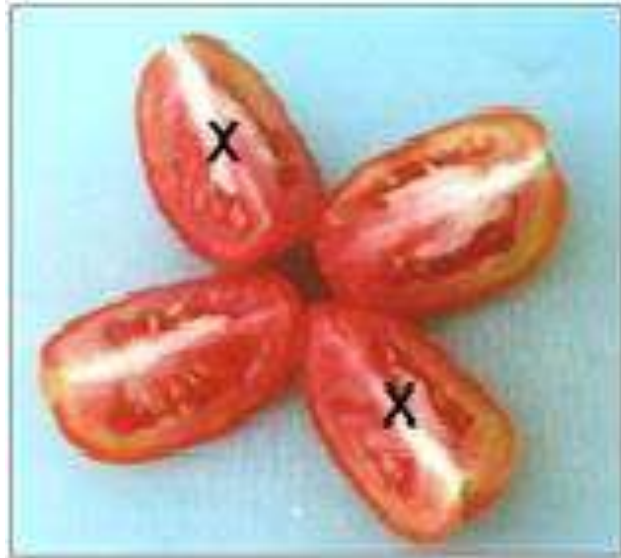


Untuk tanaman berakar atau buah

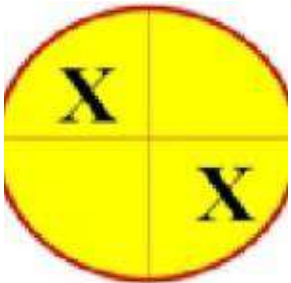


- Tanah atau pasir yang menempel pada buah dibersihkan
- Akar dan batang buah dibuang, (kecuali jika bagian tersebut merupakan sampel/bagian yang diuji).

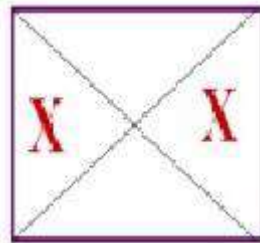
Untuk sayur-buah dengan kulit:



- sayur-buah yang memiliki bentuk bulat, dibagi menjadi 4 – 6 bagian.
- Pilih sisi yang berlawanan menjadi 2 bagian kemudian dipotong.



*Pengambilan Sampel
Diagonal*



*Pengambilan Sampel
Berlawanan*

Untuk Sampel daun:



- Akar/pangkal daun dibuang, kecuali jika memang menjadi sampel
- dibagi menjadi 2 bagian dari sisi panjang di batang dan kemudian pilih salah satu dan memotong secara menyeluruh

Untuk kacang panjang



Sampel dibagi menjadi 3 bagian, dicampur secara bersamaan dan pilih 200-300 gram dan potong secara menyeluruh.

Untuk sayuran dan buah yang berbentuk padat, misalnya apel, pir, dsb



- Buah dapat dipotong menjadi kotak-kotak kecil lalu seluruh bagian sampel dapat dicampur, baru diambil sebagian untuk *laboratory sample* atau *analysis sample*.
- Tapi untuk sayur dan buah yang mempunyai banyak kandungan air seperti tomat, anggur, perlu dipotong secara menyeluruh

ADA YANG KURANG
JELAS?

BISA KITA DISKUSIKAN
DI GRUP ^ _ ^





ANALISIS PANGAN: SAMPLING

WAHIDAH MAHANANI RAHAYU, S.T.P., M.Sc.
TEKNOLOGI PANGAN – UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN





Populations, Samples and Laboratory Samples.

- *Population.* The whole of the material whose properties we are trying to obtain an estimate of is usually referred to as the “*population*”.
- .
- *Sample.* Only a fraction of the population is usually selected for analysis, which is referred to as the “*sample*”. The sample may be comprised of one or more *sub-samples* selected from different regions within the population.
- . *Laboratory Sample.* The sample may be too large to conveniently analyze using a laboratory procedure and so only a fraction of it is actually used in the final laboratory analysis. This fraction is usually referred to as the “*laboratory sample*”.




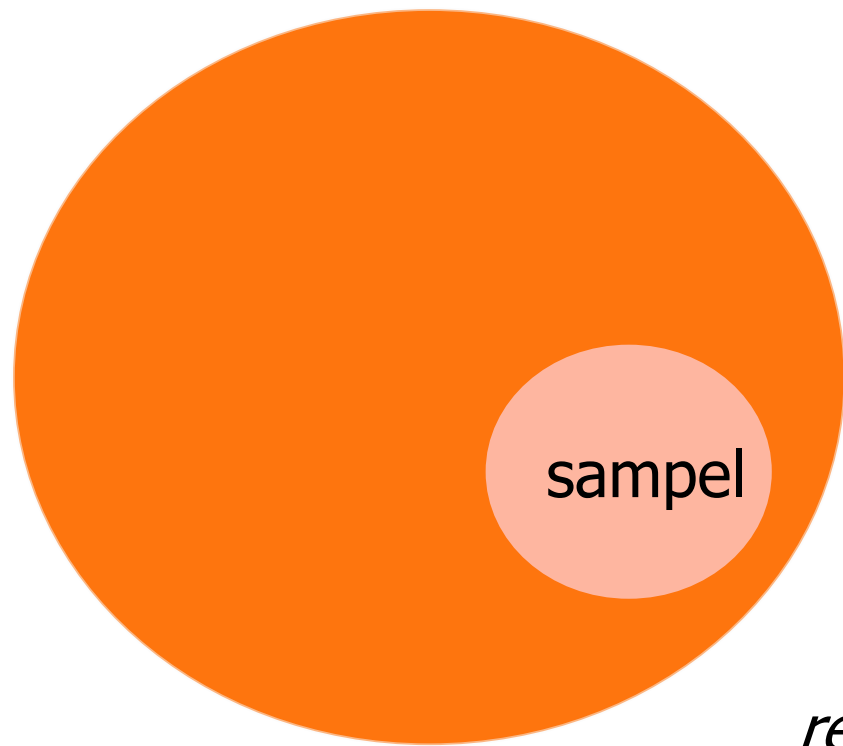
SAMPLING

Idealnya keseluruhan bahan dilakukan analisis, tetapi jika banyak → tdk memungkinkan.


Maka, perlu diambil sebagian (porsi) yg dianalisis.

Memilih suatu porsi dari volume produk total dan dianggap kualitas (sifat-sifat) atau komposisi porsi yg dipilih tsb mencerminkan keseluruhan dari *lot*.

- 
- Mendapatkan suatu “porsi” atau “sampel” yang mewakili (representative) dari keseluruhan bahan disebut *Sampling*,
 - Jumlah total dari di mana sample diambil disebut *populasi*.
 - Teknik sampling yang baik/ benar dapat membantu menjamin bahwa pengukuran-pengukuran kualitas sample adalah estimasi yang tepat (akurat) dari kualitas populasi.



Apakah
representative?

- 
- Dengan sampling hanya sebagian (fraksi) dari populasi, kualitas populasi dapat diestimasi, sehingga menghemat biaya, waktu, tenaga → Daripada harus mengukur keseluruhan.

Sample hanyalah suatu estimate dari *the true value* dari populasi; dengan teknik sampling yang benar, hasilnya bisa akurat.

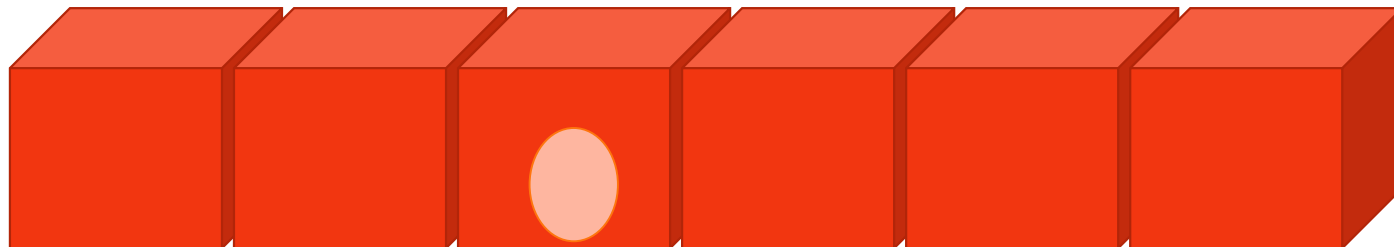
Pemilihan prosedur sampling

- Pendefinisian secara jelas populasi yang di-*sampling* itu sangat penting. Populasi dapat bervariasi dalam ukuran dari
 - Lot produksi
 - Suatu produksi harian
 - Isi gudang
 - Sampel dari tahap-tahap prosesing yang menentukan titik kritis kualitas

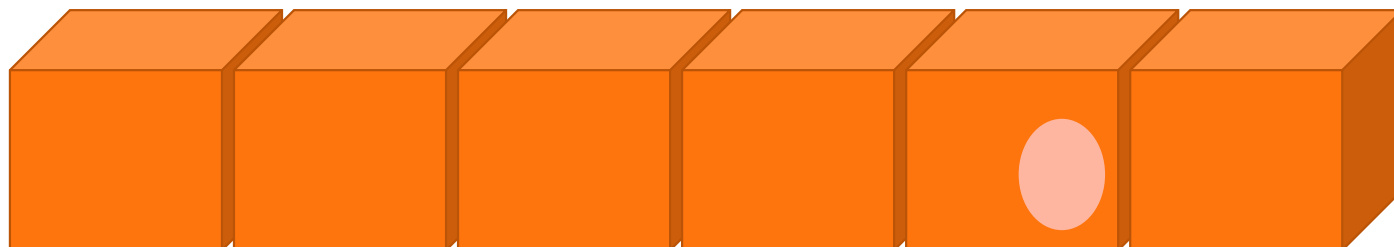




1

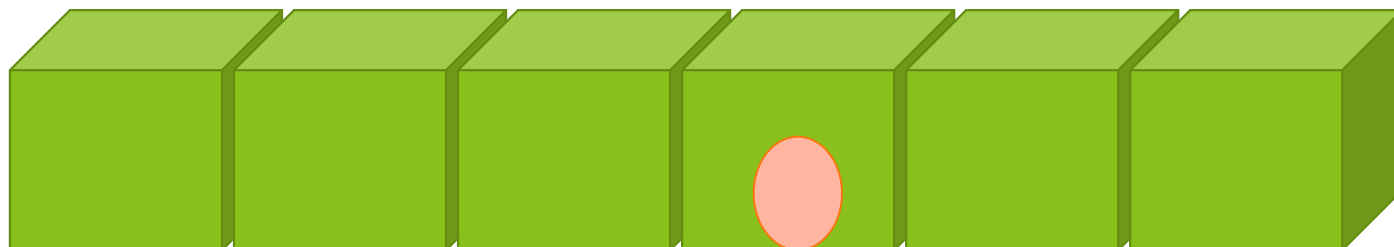


2



3

hari



4

1

2


3

4

5


6

jam

- 
- Mengekstrapolasi informasi yg didapat dari suatu sampel ke populasi *lot* dapat dilakukan dengan akurat, **tetapi** kesimpulan tidak dapat ditarik dari data yang menggambarkan populasi yg lebih besar, seperti keseluruhan gudang.
 - Populasi dapat *finite*, seperti ukuran suatu *lot*, atau,
 - *Infinite*, seperti dalam jumlah pengamatan suhu yang dibuat dari suatu lot suatu waktu.
 - Populasi Finite: sampling memberikan suatu estimate kualitas lot,
 - Populasi Infinite: sampling memberikan informasi tentang proses.

- 
- Keakuratan data dan informasi hasil analisis tergantung **tahap-tahap pelaksanaan /prosedur:**

1. Sampling,
2. Preparasi sample,
3. Pelaksanaan analisis (di lab.)
4. Perhitungan/pengolahan data, dan
5. Interpretasi data.

- 
- Ada potensi terjadi error pada tiap tahap, dan ketidak pastian (*uncertainty*), atau *reliability* dari hasil akhir tergantung pada akumulasi error tiap tahap.
 - Variansi (*Variance*) adalah suatu estimate dari ketidak-pastian (*uncertainty*).
 - **Presi**s*i*: tingkat kesesuaian nilai antar ulangan.
 - **Akura**s*i*: tingkat kesesuaian nilai hasil analisa dengan nilai sebenarnya.
 - Ukuran sample yg lebih besar -→ *sampling reliability* lebih besar.
 - Ukuran sample ditentukan bbrp faktor:
 - Biaya, waktu, penanganan sample dll.

STAFF PROCESS & SUPPORTING

STAFF FERMENTATION

Laki-laki, usia maksimal 27 tahun

D4/S1 Teknologi Pangan, Teknik Pengolahan Pangan & Hasil Pertanian, Teknik Kimia, Mikrobiologi

IPK minimal 3.00

Lancar berbahasa Inggris lisan & tulisan

Freshgraduate dipersilakan melamar

STAFF MAINTENANCE

Laki-laki, usia maksimal 27 tahun

D4/S1 Teknik Mesin, Elektro, Kelistrikan, Perpipaian

IPK minimal 3.00

Lancar berbahasa Inggris lisan & tulisan

Memiliki pengalaman di **engineering** min. 2 tahun
(maintenance)

apply at:



Scan me

bit.ly/CJIPAgustus

sampai 16 September 2019

COLLECT & SUBMIT PROFILE:

Cover Letter & CV – Ijazah/SKL – Transkrip Nilai – KTP –
KK – Photograph



Rencana sampling (*Sampling plan*)

- Umumnya sampling dilakukan untuk tujuan tertentu.
- Tujuan ini menentukan sifat pendekatan sampling.
- Sampling plan: *a predetermined procedure for **selection, withdrawal, preservation, transportation, and preparation** of the portions to be removed from a lot of samples”* (IUPAC-International Union of Pure and Applied Chemistry).

Sampling plan → Adalah **prosedur** yg dibuat/ dirancang untuk **pemilihan, pengambilan, dan preparasi sample** (yg diambil dari suatu lot bahan) → harus didokumentasikan → ditulis dengan runtut, sistematis/terorganisir, yang menetapkan prosedur-prosedur yang diperlukan untuk melaksanakan tujuan program.

Faktor-faktor yg mempengaruhi pemilihan *sampling plan*

Faktor yg harus dipertimbangkan	Pertanyaan
Tujuan pemeriksaan/ inspeksi	Apakah untuk menerima atau menolak <i>lot</i> ? Mengukur kualitas rata-rata dari lot? Menentukan variabilitas produk?
Sifat dasar bahan	Homogen atau heterogen? Ukuran unitnya? Harga bahan yg disampling?
Sifat metode pengujiannya	Apakah pengujiannya kritis? Jika produk gagal untuk lewat (<i>pass</i>) pengujian menyebabkan kematian? Destructive atau non-destructive; beaya?
Sifat dasar populasi yg diteliti	Apakah besar tapi seragam? Apakah lot mengandung sub-lot yg lebih kecil dan mudah diidentifikasi? Bgm distribusi unit-unit dlm populasi?



Methods of sampling

- **Random sampling**
 - Random samples are collected in such a way as to ensure that every item in the population of the food being sampled has an equal chance of being collected and incorporated into the sample to be analyzed
 - It is more usual to set up a stratification of the food population.



Methods of sampling

- **Stratified sampling**

- In this **method the population of food is classified into strata**, taking into account the most important causes of variation.
- **Units of sampling are taken from defined strata (subparts) of parent population.** Within each stratum the samples are taken randomly
- Often the most suitable method for use in database work. **Strata may be regional, seasonal, retail sale point, etc., as defined by knowledge of the food being studied**



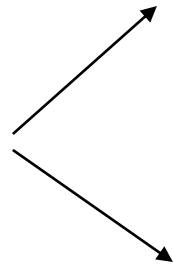
Methods of sampling

- **Selective sampling**

- Samples are taken according to a **sampling plan that excludes material with certain characteristics or selects only those with defined characteristics**
- Most commonly used in the analysis of contaminants. Can be used, with caution, for database work
- Legitimately used in the analysis of contamination, where the objective may be to identify maximal exposure to contaminants.



Sampling



Attribute sampling (*C. botulinum*?)

Variable sampling (kadar NaCl?)



Sample menurut bentuk bahan

- Bahan padat
- Cair
- Gas

Ada yang relatif homogen, tetapi sebagian besar heterogen.




Sample

- Gross sample
- Laboratory sample
- Sampel analisis (Analysis sample)



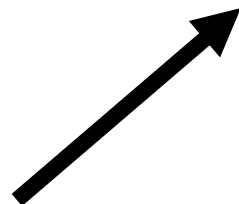
Sampling procedures

- Penggunaan data yg diperoleh menentukan prosedur sampling yg akan dilakukan.
- Contoh:
 - Metode untuk sampling terigu dari karung-karung.
 - Jumlah karung yg harus diambil sample ditentukan dengan akar jumlah karung dalam lot.

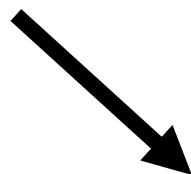
- 
- Karung yang di-sampled adalah yang paling sering terpapar. Yg lebih sering terpapar → di-sampled.
 - Sampling : menarik isi dari suatu pojok pada bagian atas karung secara diagonal ke tengah. Sample kedua diambil dari pojok yang berlawanan.
 - Dengan alat sampling berbentuk silinder dg diameter 13mm, dengan lubang tempat masuknya sample.
 - Sample terigu kemudian disimpan untuk analisis, dalam wadah bersih, kedap udara,
 - Tiap karung diambil sample nya demikian.



Populasi



Homogen



Heterogen



Manual VS Continuous Sampling

- Manual sampling:
 - Harus berusaha mengambil “random sample”
 - menghindari *bias*

Sample diambil dari berbagai lokasi dlm populasi (di-
”campur”/ aduk dulu)

Untuk liquid dlm wadah kecil → hrs digojog.

Liquid bisa di-pipet, dipompa, atau dicelupkan alat.



Untuk bijian-bijian (Manual)

Untuk biji-bijian dalam wadah (box) besar, tak mungkin dg pengadukan, maka sampling dg cara mendapatkan dg probe (probing) dari bbrp titik scr random dalam wadah tsb.

Untuk bahan granular dan bubuk biasanya dg alat Trier atau Probe yg dimasukkan ke dalam populasi pada bbrp lokasi.




Continuous sampling


- Dilakukan dengan alat (mekanis)
- Bisa bentuk liquid atau solid
- *Human bias* lebih rendah dari pada manual sampling.



Problem-problem dalam sampling

- Data analisis VS teknik sampling.
- Kemungkinan terjadi error karena tdk diketahui distribusi populasinya, dan pengambilan sample tdk representatif.
- Unreliable data (data yg tak meyakinkan) jg dimungkinkan karena akibat degradasi sample karena kondisi penyimpanan yg tak tepat.

- 
- Sample harus disimpan wadah yg melindungi dari lembab, sinar, udara) yg dapat mempengaruhi perubahan sample.
 - → wadah kedap udara.
 - → wadah dg kaca gelap, atau bungkus dg alumunium foil untuk menghindari pengaruh sinar.


- 
- → Wadah diberi gas N₂
 - → simpan pada suhu dingin
 - (untuk sample bentuk emulsi, jangan simpan di Freezer)
 - Harus diberi identitas / label jelas. Jangan sampai terjadi kesalahan pelabelan
 - Tulisan/ tinta label jangan terhapus.



ANALISIS PANGAN: PREPARASI SAMPEL

WAHIDAH MAHANANI RAHAYU, S.T.P., M.Sc.
TEKNOLOGI PANGAN – UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN





Preparasi sample

(Preparation of Samples)

- Pengecilan ukuran (umum)
- Penggilingan (grinding)
 - Alat
 - Ukuran partikel
- Inaktivasi enzim
- Pencegahan oksidasi lemak
- Pencegahan kontaminasi mikrobia.




Pengecilan ukuran

- Jika ukuran partikel atau massa sample terlalu besar untuk analisis, maka harus dilakukan pengecilan ukuran.
- Untuk mendapatkan jumlah yg lebih kecil , sample dihamparkan pada suatu permukaan (mis.kain lebar), kmd dibagi menjadi empat. Kedua bagian perempat yang bersebarangan digabung. Jika masih terlalu besar, dibagi empat lagi, digabung lagi, dmk seterusnya sampai didapat sample laboratory yg representative.
- Untuk sample liquid yg homogen, bs dilakukan dg menuang ke dalam 4 botol



Penggilingan (Grinding)

- Penting untuk preparasi sample.
- Banyak macam alat → mengecilkan ukuran dan menghomogenkan/ menyeragamkan.
- Untuk menghomogenkan sample yg berair (moist), gunakan blender, meat mincer, tissue grinder dll.
- Untuk dry sample → mortar, mill.

- 
- Yg perlu diperhatikan:
 - waktu menggiling, hindari timbulnya panas.
 - hindari kontak langsung dg logam yg kemungkinan akan menkontaminasi pd sample.

Untuk sample kering, ukuran partikel untuk analisis k. air, protein dan abu adalah 20 mesh,

Untuk lipid dan karbohidrat 40 mesh.




Inaktivasi enzim

- Bahan2 pangan sering mengandung enzim yg dapat mendegradasi komponen2 yg akan dianalisis.
- Karena itu, perlu dikendalikan/ diinaktivasi, sesuai dg jenis bahannya.
- Mis, dg perlakuan panas, dengan pembekuan suhu -20 atau -30°C, atau dengan pengaturan pH.



Melindungi oksidasi lipida

- Dalam preparasi sample, kandungan lipid menimbulkan problem khusus.
- Bahan dg kandungan lipida tinggi sulit digiling, perlu digiling keadaan beku.
- Lipida yang tak jenuh jg rentan mengalami oksidasi, selama penyimpanan perlu kondisi vakum atau dberi gas N₂.

- 
- Sinar juga mempengaruhi oksidasi.
 - Kadang bisa ditambahkan antioksidan jika tdk mengganggu analisis.
 - Lipid dalam intact tissue relatif lebih stabil dari pada setelah diekstrak.
 - Simpan dingin lebih aman thd oksidasi.

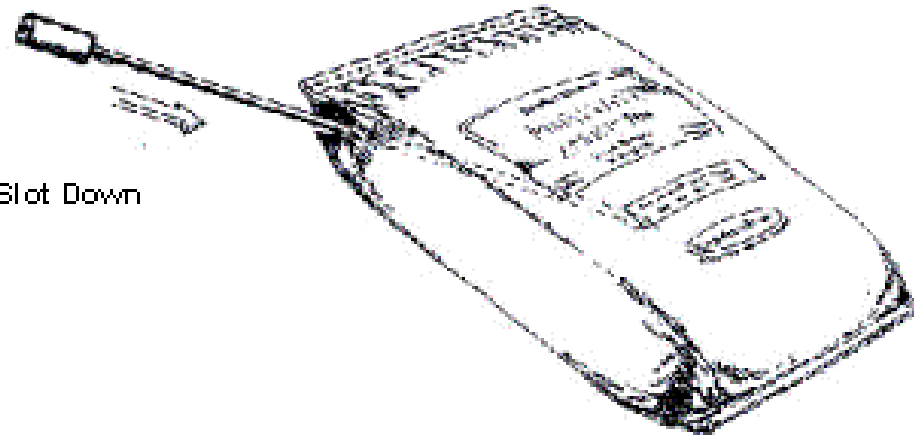


Pertumbuhan mikrobial dan kontaminasi

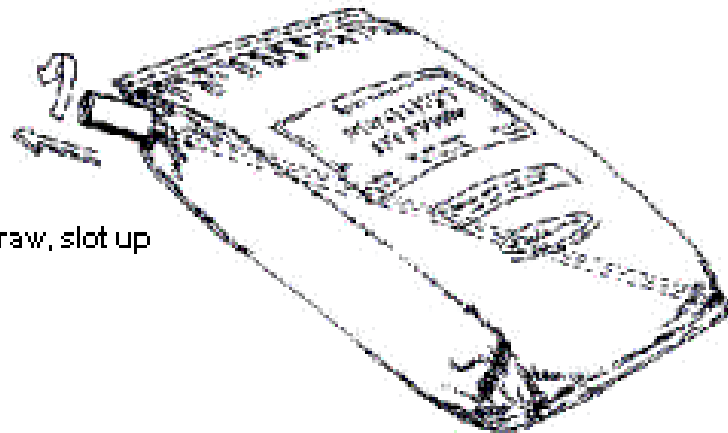
- Mikroorganisme terdapat hampir pada semua bahan pangan, dan dapat merubah komposisinya.
- Bisa cross contamination → tangani dg cermat.
- Sample harus dilindungi dengan;
 - Simpan beku
 - Tambahkan zat antimikrobia jk memungkinkan (tdk mengganggu analisis)



Insert, Slot Down



Turn and withdraw, slot up





SNI

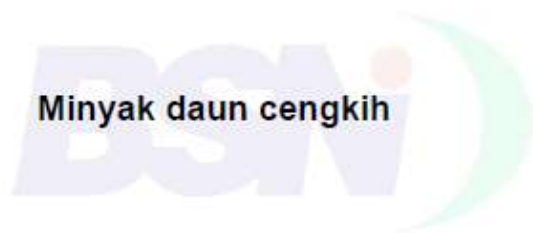
Standar Nasional Indonesia

SNI 06- 2387-2006

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi.....	1
4 Syarat mutu.....	1
5 Pengambilan contoh.....	2
6 Cara uji.....	6
7 Syarat lulus uji.....	6
8 Pengemasan.....	7
9 Syarat penandaan.....	7
Lampiran A (normatif) Daftar nomor acak.....	8

Minyak daun cengkih



No	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Warna	-	kuning – coklat tua
1.2	Bau	-	khas minyak cengkih
2	Bobot Jenis 20°C / 20 °C	-	1,025 – 1,049
3	Indeks bias ($n_{D_{20}}$)	-	1,528 – 1,535
4	Kelarutan dalam etanol 70%	-	1 : 2 jernih
5	Eugenol Total	%, v/v	minimum 78
6	Beta caryophillene	%	maksimum 17

4 Pengambilan contoh

4.1 Pengambilan contoh mewakili setiap drum

- Ambil contoh dari setiap drum dengan alat pipa logam tahan karat atau pipa tembus pandang dengan panjang 125 cm dan diameter 2 cm. Ujung pipa dapat ditutup atau dibuka dengan sumbat bertangkai panjang.
- Masukkan alat pipa logam ke dalam drum, sehingga minyak dapat terambil dari lapisan atas hingga lapisan bawah.
- Ambil contoh empat kali pada empat sudut yang menyilang berhadapan kemudian dicampur menjadi satu dan dikocok.
- Ambil dari campuran tersebut 80 ml untuk dianalisis dan 80 ml lagi sebagai arsip contoh.
- Masukkan contoh ke dalam botol bersih, kering sehingga tidak mempengaruhi contoh.
- Botol ditutup kemudian disegel dan diberi etiket yang bertuliskan nomor drum/lot, tanggal pengiriman contoh, identitas pengambil contoh, nama produsen atau eksportir.
- Tutup kembali drum dan disegel setelah pengambilan contoh.



SNI 06-2387-2006

4.2 Pengambilan contoh mewakili lot (maksimum 50 drum)

- a. Ambil contoh dari tiap-tiap drum yang dipilih secara acak berdasarkan daftar nomor acak terlampir dan berasal dari satu tangki pencampur, seperti tersebut pada 4.1.
- b. Ambil contoh sebanyak 30 % dari jumlah drum, minimal 5 drum per lot. Kemudian contoh dicampur menjadi satu dan dikocok sampai rata.
- c. Ambil 80 ml untuk dianalisis dan 80 ml untuk arsip contoh.
- d. Masukkan contoh ke dalam botol bersih, kering, berwarna coklat dan bertutup asah.
- e. Botol ditutup kemudian disegel dan diberi etiket yang bertuliskan nomor drum/lot, tanggal pengiriman contoh, identitas pengambil contoh, nama produsen atau eksportir.
- f. Tutup kembali drum dan disegel setelah pengambilan contoh.



Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi.....	1
4 Klasifikasi.....	2
5 Persyaratan mutu.....	4
6 Peta karkas sapi.....	5
7 Cara pemotongan.....	6
8 Cara pengambilan contoh.....	7
9 Penulisan.....	7

7.15 Sandung lamur (*Brisket*) diperoleh dengan melakukan potongan lurus dari pertemuan antara tulang rusuk pertama dan tulang sternum pertama menuju bagian belakang sampai rusuk ke-12.

7.16 Sengkel (*Shin dan Shank*) diperoleh dari paha depan atau belakang yang merupakan kelompok otot *flexor extensor*.

7.17 Iga (*rib meat*) diambil dari paha depan yaitu dari sela-sela tulang rusuk. Lapisan membran yang melapisi dan lemak sekitarnya dibersihkan.

7.18 Samcan (*Thin flank*) potongan berbentuk seperti kipas, merupakan potongan bagian ventral dari abdomen.


8 Cara pengambilan contoh

Tata cara pengambilan contoh mengacu pada SNI 2897:2008.



Example of Sampling Plan for Wheat Flour in Company

- Untuk menjaga kualitas dari bahan-bahan mentah dibutuhkan pengujian – pengujian apa saja.
- Agar hasil pengujian akurat, dibutuhkan pengambilan sampel yang benar.
- Sampling dilakukan menggunakan ISO 2859-1 berdasarkan *Military Standard* 105 dengan tingkat inspeksi khusus S-2 dijelaskan pada tabel berapa

- 
- Sebagai contoh, terdapat 1.250 zak tepung terigu dalam satu truk pengangkut pada saat pengiriman. Populasi yang datang dalam satu truk pengangkut yaitu 1.250 zak. Dari jumlah populasi tersebut, ditentukan simbol ukuran sampel dengan menggunakan Tabel 1.
 - Tabel 1 menunjukkan simbol ukuran sampel dalam rentang populasi tertentu. Populasi 1.250 zak tepung terigu masuk ke dalam rentang populasi 1.201 – 3.200. Dengan tingkat inspeksi khusus S-2, didapatkan simbol ukuran sampel D.



Contoh soal Analisis Pangan

Sampling dan preparasi sampel

7 Oktober 2021

Evaluasi Komposisi Zat Gizi dan Senyawa Antioksidan Kedelai Hitam dan Kedelai Kuning

Nurrahman

Program Studi Teknologi Pangan Fakultas Ilmu Keperawatan dan Kesehatan Universitas Muhammadiyah Semarang, Semarang

Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan 4 (3) 2015, halaman 89 - 93

Abstrak

Kedelai merupakan salah satu bahan pangan yang penting di Indonesia, yang dikonsumsi untuk memenuhi kebutuhan protein nabati sebagai lauk dan camilan. Penelitian ini bertujuan **membandingkan zat gizi kedelai hitam dengan kedelai kuning**. Sebelum dianalisis, kedelai varietas *Mallika*, kedelai kuning import (varietas tidak diketahui), dan kedelai kuning varietas *Grobogan* terlebih dahulu dihancurkan menjadi tepung kedelai dan diayak dengan saringan ukuran 60 mesh. Analisis yang dilakukan meliputi analisis proksimat, asam amino, asam lemak, antosianin, dan isoflavon (*daidzein* dan *genistein*). Ketiga varietas kedelai memiliki kandungan kimia yang menjadi parameter penelitian kecuali antosianin. Antosianin hanya ada di kedelai hitam, sedangkan kedelai kuning tidak terdeteksi. Ketiga varietas sama-sama mengandung 14 asam amino.

Metode sampling apa yang kemungkinan digunakan dalam penelitian tersebut?

- A. *RANDOM SAMPLING*
- B. *STRATIFIED SAMPLING* ✓
- C. *SELECTIVE SAMPLING*
- D. *VARIABLE SAMPLING*
- E. *ATTRIBUTIVE SAMPLING*

Kira-kira, mengapa jawabannya Stratified Sampling?

Berikut ini adalah preparasi sampel yang kemungkinan dilakukan, kecuali..

- A. Pengeringan
- B. Pencucian ✓
- C. Penggilingan
- D. Pengayakan
- E. Pengemasan

Tabel 1. Komposisi kimia beberapa varietas kedelai

No	Komposisi	Kadar		
		Mallika	Grobogan	Impor
1	Kadar air (%)	10,57 ± 0,17 ^a	11,30 ± 0,37 ^b	11,09 ± 0,11 ^b
2	Kadar protein (%)	39,09 ± 0,11 ^a	42,32 ± 0,77 ^b	37,84 ± 0,35 ^c
3	Kadar lemak (%)	14,47 ± 0,22 ^a	16,2 ± 0,78 ^b	19,31 ± 0,17 ^c
4	Kadar abu (%)	4,12 ± 0,05 ^a	4,06 ± 0,14 ^a	4,46 ± 0,14 ^b
5	Kadar antosianin (mg/100 gr)	222,49 ± 22,62	tt	tt
6	Asam lemak (mg/100 gr):			
	a. Asam palmitat	2,77 ± 0,18 ^a	3,85 ± 0,33 ^b	4,07 ± 0,32 ^b
	b. Asam stearat	509,67 ± 15,52 ^{ab}	523,6 ± 16,52 ^a	472,86 ± 31,71 ^b
	c. Asam oleat	1586,85 ± 35,68 ^a	1273,72 ± 37,20 ^b	1278,13 ± 41,52 ^b
	d. Asam linoleat	1984,92 ± 60,62 ^a	1792,39 ± 57,84 ^b	1824,62 ± 67,93 ^b
	e. Asam linolenat	238,67 ± 14,56 ^a	327,58 ± 10,03 ^b	258,88 ± 10,99 ^c
7	Kadar isoflavon:			
	a. <i>Genistein</i> (mg/g)	0,65 ± 0,07 ^a	0,40 ± 0,01 ^b	0,89 ± 0,06 ^c
	b. <i>Daidzein</i> (mg/g)	3,67 ± 0,41 ^a	2,27 ± 0,21 ^b	2,40 ± 0,08 ^b

Keterangan:

- Tt = tidak terdeteksi
- Tanda huruf berbeda pada baris yang sama menunjukkan beda nyata ($p \leq 0,05$)

Pada gambar di atas, hasil analisis senyawa proksimat ditunjukkan pada nomor...

- A. 1, 2, 3 ✓
- B. 1, 2, 3, 4
- C. 1, 2, 3, 4, 5
- D. 1, 2, 3, 4, 5, 6
- E. 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7

Pada hasil analisis tersebut, senyawa trace adalah...

A. asam lemak

B. air

C. Antosianin ✓

D. Abu ✓

E. asam amino

Hal-hal berikut ini dapat dilakukan untuk mencegah error pada penelitian tersebut, **kecuali...**

- A. Membeli sampel langsung pada petani sesuai varietas
- B. Mengambil sampel secara diagonal dari karung, kemudian dicampur, baru diambil sampel laboratoriumnya.
- C. Menyeragamkan ukuran sampel, kemudian diambil *laboratory sample* ✓
- D. Membungkus sampel bubuk di dalam wadah tertutup kedap udara, diberi silica gel
- E. Menyimpan sampel di dalam freezer selama masa pengujian



ANALISIS PANGAN: DATA HANDLING

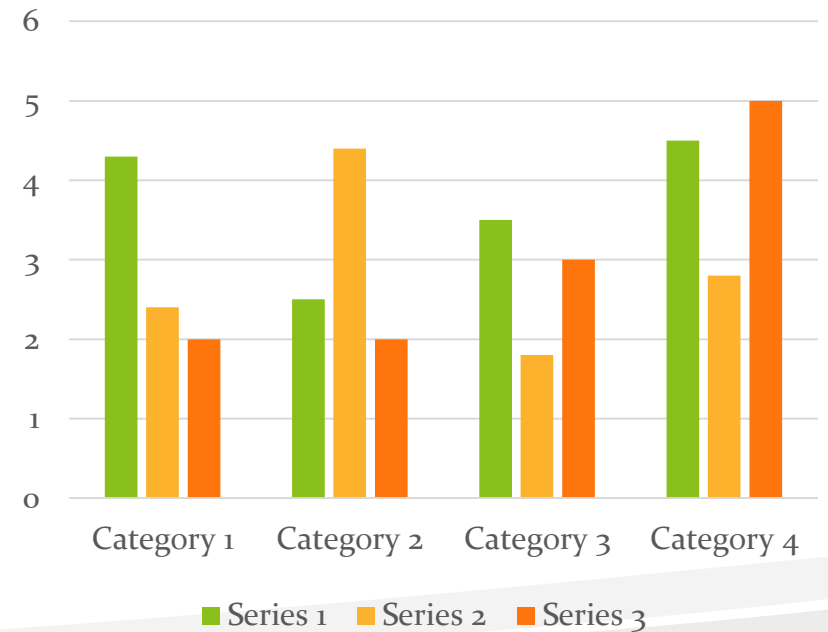
Wahidah Mahanani R., S.T.P., M.Sc.

PRODI TEKNOLOGI PANGAN – UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN



Data Analysis and Reporting

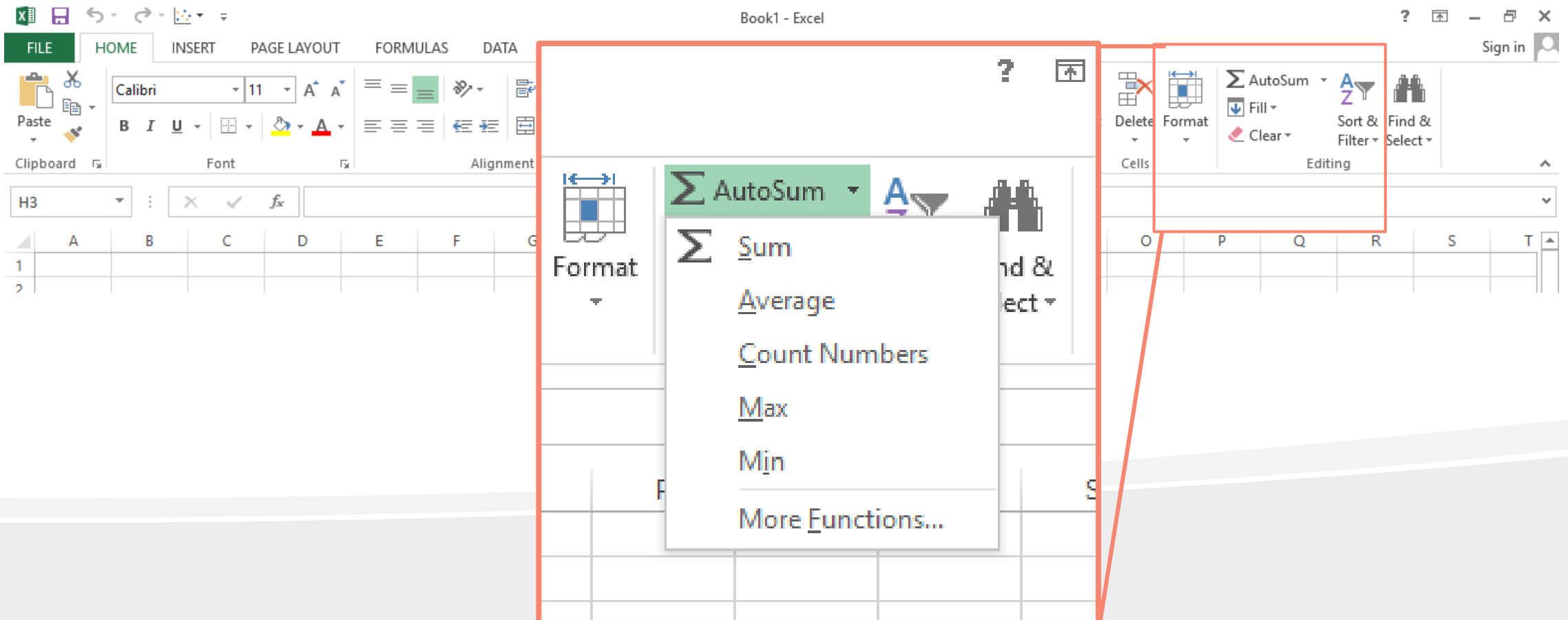
- Food analysis usually involves **making a number of repeated measurements** on the same sample. Why?
 1. to provide **confidence that the analysis was carried out correctly**
 2. to **obtain a best estimate of the value** being measured and
 3. a statistical indication of the **reliability** of the value.





Measure of Central Tendency of Data

Mean → *rerata*

- The most commonly used parameter for **representing the overall properties of a number** of measurements



- 
- The mean is the *best experimental estimate* of the value that can be obtained from the measurements.
 - It **does not necessarily have to correspond** to the *true* value of the parameter we try to measure → There may be some form of systematic error in our analytical method → the measured value **is not** the same as the true value.
 - ***Accuracy*** refers to how closely the *measured* value agrees with the *true* value.

- 
- Absolute error E_{abs} \rightarrow difference between the true value (x_{true}) and the measured value (x_i)
 - $E_{\text{abs}} = (x_i - x_{\text{true}})$
 - For these reasons, analytical instruments should be carefully maintained and frequently calibrated to ensure that they are operating correctly.



Measure of Spread of Data → Standard deviation

- The *spread of the data* is a measurement of how closely together repeated measurements are to each other.
- The *standard deviation* is the most commonly used measure of the spread of experimental measurements.
- This is determined by assuming that the experimental measurements vary randomly about the mean, so that they can be represented by a normal distribution.
- MS Excel → =STDEV(number1, number2,.. Etc)



Sources of Error

- There are three common sources of error in any analytical technique:
- *Personal Errors (Blunders)*. These occur when the analytical test is not carried out correctly:
 - the wrong chemical reagent or equipment might have been used;
 - some of the sample may have been spilt;
 - a volume or mass may have been recorded incorrectly; etc.

It is partly for this reason that analytical measurements should be repeated a number of times using freshly prepared laboratory samples.

Blunders are usually easy to identify and can be eliminated by carrying out the analytical method again more carefully.



Sources of Error

- *Random Errors.* These produce data that vary in a non-reproducible fashion from one measurement to the next *e.g.*, instrumental noise.

This type of error determines the standard deviation of a measurement. There may be a number of different sources of random error and these are accumulative

- *Systematic Errors.* A systematic error produces results that consistently deviate from the true answer in some systematic way, *e.g.*, **measurements may always be 10% too high.**
- This type of error would occur if the volume of a pipette was different from the stipulated value.

Example: a nominally 100 cm³ pipette may always deliver 101 cm³ instead of the correct value.

Kuis analisis pangan Part 1

Sampling dan preparasi sampel

18 Oktober 2020

Evaluasi Komposisi Zat Gizi dan Senyawa Antioksidan Kedelai Hitam dan Kedelai Kuning

Nurrahman

Program Studi Teknologi Pangan Fakultas Ilmu Keperawatan dan Kesehatan Universitas Muhammadiyah Semarang, Semarang

Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan 4 (3) 2015, halaman 89 - 93

Abstrak

Kedelai merupakan salah satu bahan pangan yang penting di Indonesia, yang dikonsumsi untuk memenuhi kebutuhan protein nabati sebagai lauk dan camilan. Penelitian ini bertujuan **membandingkan zat gizi kedelai hitam dengan kedelai kuning**. Sebelum dianalisis, kedelai varietas *Mallika*, kedelai kuning import (varietas tidak diketahui), dan kedelai kuning varietas *Grobogan* terlebih dahulu dihancurkan menjadi tepung kedelai dan diayak dengan saringan ukuran 60 mesh. Analisis yang dilakukan meliputi analisis proksimat, asam amino, asam lemak, antosianin, dan isoflavon (*daidzein* dan *genistein*). Ketiga varietas kedelai memiliki kandungan kimia yang menjadi parameter penelitian kecuali antosianin. Antosianin hanya ada di kedelai hitam, sedangkan kedelai kuning tidak terdeteksi. Ketiga varietas sama-sama mengandung 14 asam amino.

Metode sampling apa yang kemungkinan digunakan dalam penelitian tersebut?

RANDOM SAMPLING

STRATIFIED SAMPLING ✓

SELECTIVE SAMPLING

VARIABLE SAMPLING

ATTRIBUTIVE SAMPLING

Berikut ini adalah preparasi sampel yang kemungkinan dilakukan, kecuali..

Pengeringan

Pencucian ✓

Penggilingan

Pengayakan

Pengemasan

Tabel 1. Komposisi kimia beberapa varietas kedelai

No	Komposisi	Kadar		
		Mallika	Grobogan	Impor
1	Kadar air (%)	10,57 ± 0,17 ^a	11,30 ± 0,37 ^b	11,09 ± 0,11 ^b
2	Kadar protein (%)	39,09 ± 0,11 ^a	42,32 ± 0,77 ^b	37,84 ± 0,35 ^c
3	Kadar lemak (%)	14,47 ± 0,22 ^a	16,2 ± 0,78 ^b	19,31 ± 0,17 ^c
4	Kadar abu (%)	4,12 ± 0,05 ^a	4,06 ± 0,14 ^a	4,46 ± 0,14 ^b
5	Kadar antosianin (mg/100 gr)	222,49 ± 22,62	tt	tt
6	Asam lemak (mg/100 gr):			
	a. Asam palmitat	2,77 ± 0,18 ^a	3,85 ± 0,33 ^b	4,07 ± 0,32 ^b
	b. Asam stearat	509,67 ± 15,52 ^{ab}	523,6 ± 16,52 ^a	472,86 ± 31,71 ^b
	c. Asam oleat	1586,85 ± 35,68 ^a	1273,72 ± 37,20 ^b	1278,13 ± 41,52 ^b
	d. Asam linoleat	1984,92 ± 60,62 ^a	1792,39 ± 57,84 ^b	1824,62 ± 67,93 ^b
	e. Asam linolenat	238,67 ± 14,56 ^a	327,58 ± 10,03 ^b	258,88 ± 10,99 ^c
7	Kadar isoflavon:			
	a. <i>Genistein</i> (mg/g)	0,65 ± 0,07 ^a	0,40 ± 0,01 ^b	0,89 ± 0,06 ^c
	b. <i>Daidzein</i> (mg/g)	3,67 ± 0,41 ^a	2,27 ± 0,21 ^b	2,40 ± 0,08 ^b

Keterangan:

- Tt = tidak terdeteksi
- Tanda huruf berbeda pada baris yang sama menunjukkan beda nyata ($p \leq 0,05$)

Pada gambar di atas, hasil analisis senyawa proksimat ditunjukkan pada nomor...

1, 2, 3 ✓

1, 2, 3, 4

1, 2, 3, 4, 5

1, 2, 3, 4, 5, 6

1, 2, 3, 4, 5, 6, 7

Pada hasil analisis tersebut, senyawa trace adalah...

asam lemak

air

Antosianin ✓

Abu ✓

asam amino

Hal-hal berikut ini dapat dilakukan untuk mencegah error pada penelitian tersebut, kecuali...

Membeli sampel langsung pada petani sesuai varietas

Mengambil sampel secara diagonal dari karung, kemudian dicampur, baru diambil sampel laboratoriumnya.

Menyeragamkan ukuran sampel, kemudian diambil *laboratory sample* ✓

Membungkus sampel bubuk di dalam wadah tertutup kedap udara, diberi silica gel

Menyimpan sampel di dalam freezer selama masa pengujian



ANALISIS PANGAN: ANALISIS KADAR AIR

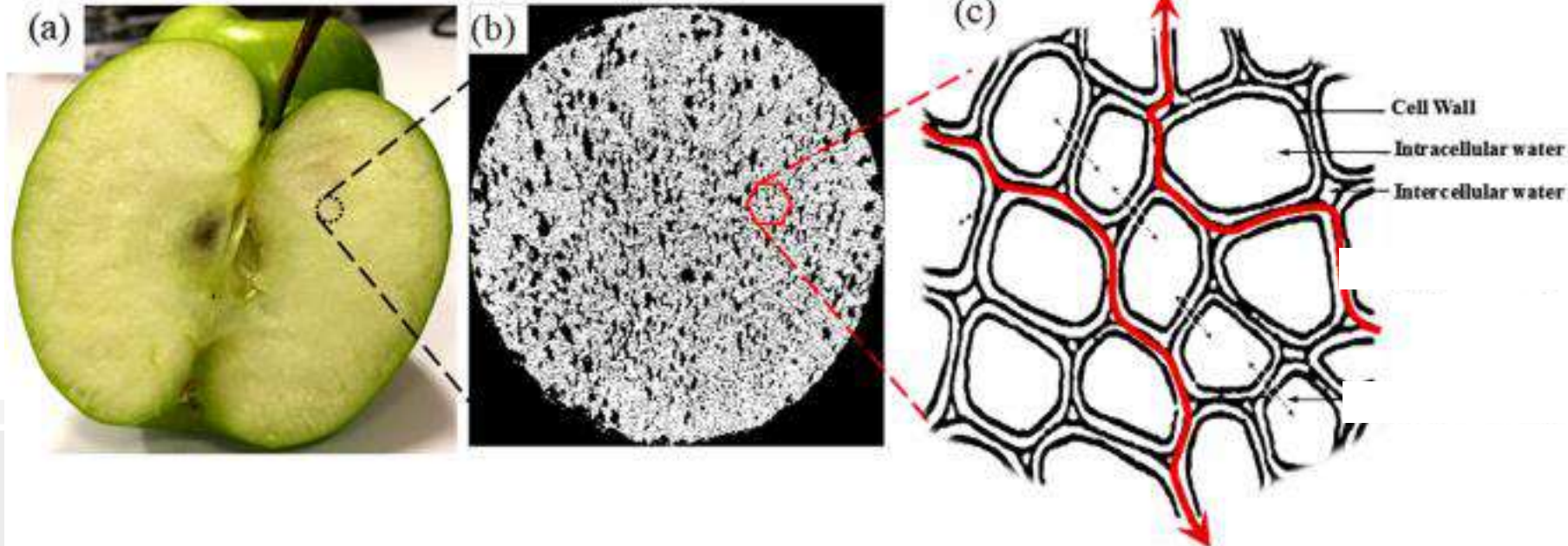
Wahidah Mahanani Rahayu, S.T.P., M.Sc.
PRODI TEKNOLOGI PANGAN
UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN



KADAR AIR

Air → komponen penting dalam bahan pangan karena:

1. mempengaruhi kenampakan, tekstur, serta cita rasa makanan
2. komponen terbanyak dalam bahan pangan → berfungsi sebagai *pembawa* yang mengangkut zat-zat makanan dan sisa-sisa metabolisme,
3. media reaksi yang menstabilkan pembentukan biopolimer dan sebagainya.



KADAR AIR

Dalam bahan makanan → jumlah air berbeda-beda, baik hewani maupun nabati.

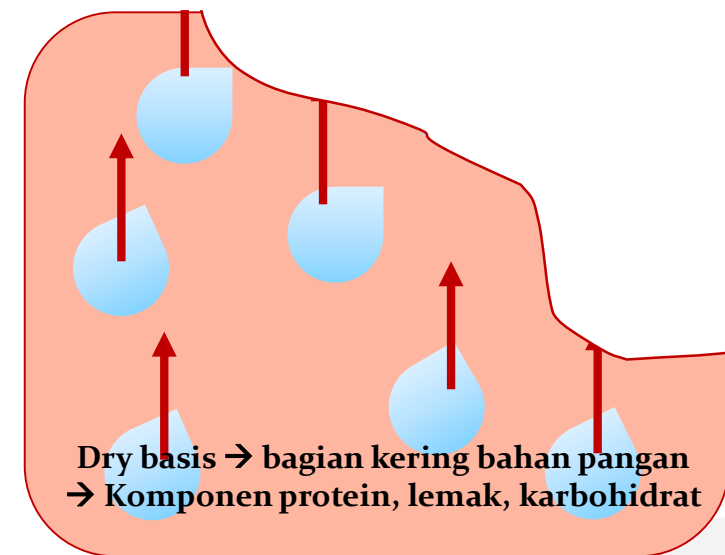
Dalam bahan pangan kering sekalipun → buah kering, tepung serta biji-bijian → air terkandung dalam jumlah tertentu (Winarno, 1984).



Moisture Content of Selected Foods

<i>Food Item</i>	<i>% of Moisture</i>
White bread, enriched	13.4
Corn flakes cereal	3.0
Milk, whole, fluid, 3.3% fat	88.0
Ice cream, vanilla	61.0
Margarine, regular, hard, corn	16.7
Oil	0
Oranges, raw	86.8
Apples, raw, with skin	83.9
Beef, ground, extra lean, raw	63.2
Egg, whole, raw, fresh	75.3
Peanuts, all types, dry roasted with salt	1.6
Sugar, granulated	0
Sugar, brown	1.6
Cucumbers, with peel, raw	96.0

- Bahan pangan kadar air tinggi → lebih mudah mengalami kerusakan akibat pengolahan dan penyimpanan.
- Kadar air sayuran dan buah-buahan → menunjukkan indeks kesegaran dan pengaruh daya tahan suatu bahan.
- Kadar air → menentukan nilai gizi, menghitung berat sampel, menentukan hasil-hasil penelitian analitis dengan basis yang sama, di samping sebagai standar komposisi suatu bahan (Tranggono, 1986).

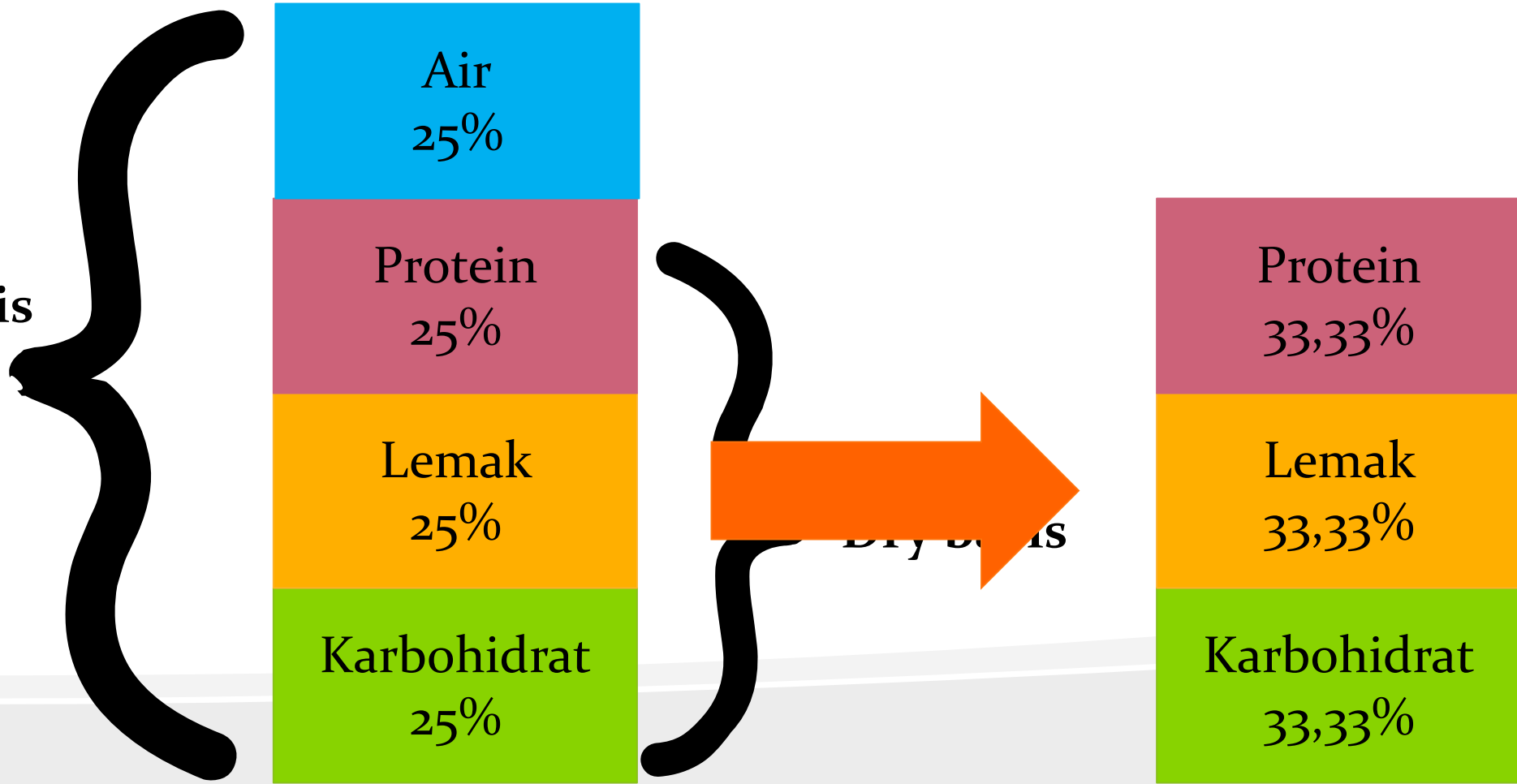




Menghitung berat sampel?

Menentukan hasil-hasil penelitian analitis dengan basis yang sama??

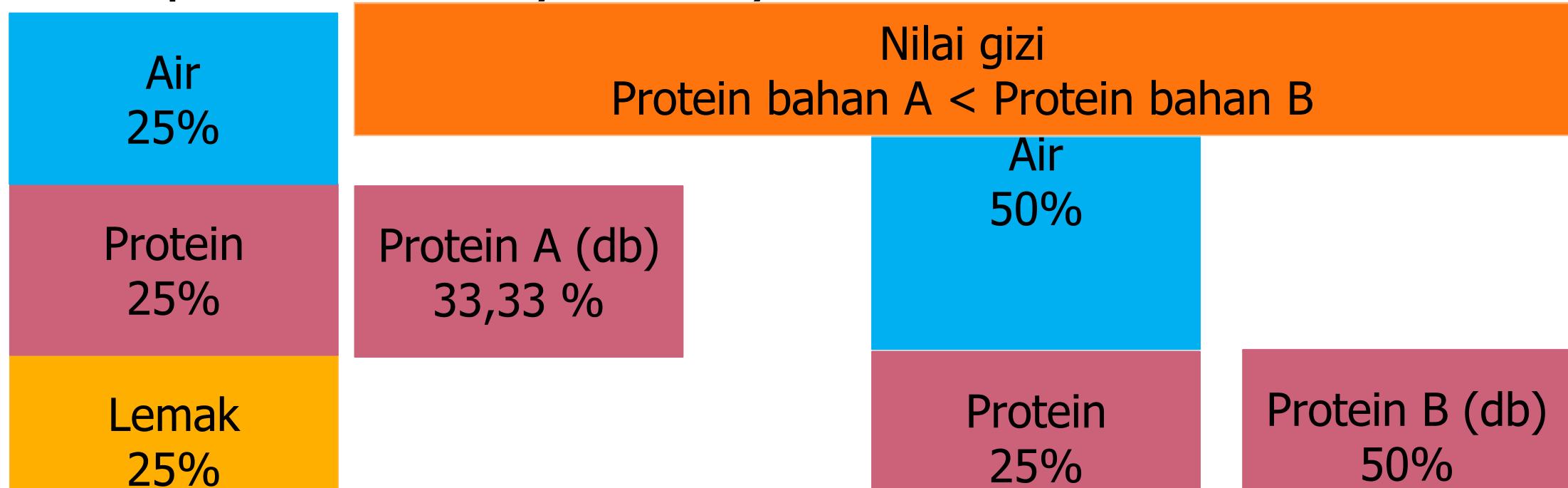
Wet basis





Misal, suatu bahan sama-sama mengandung 25% protein web basis, tapi kalau kadar air berbeda, maka persentase dry basisnya bisa berbeda

Bahan A



Artinya??

Jika sama-sama berbentuk bahan kering, dalam 100 gram bahan kering, jumlah protein B akan lebih banyak dari protein A

→ Menentukan hasil-hasil penelitian analitis dengan basis yang sama

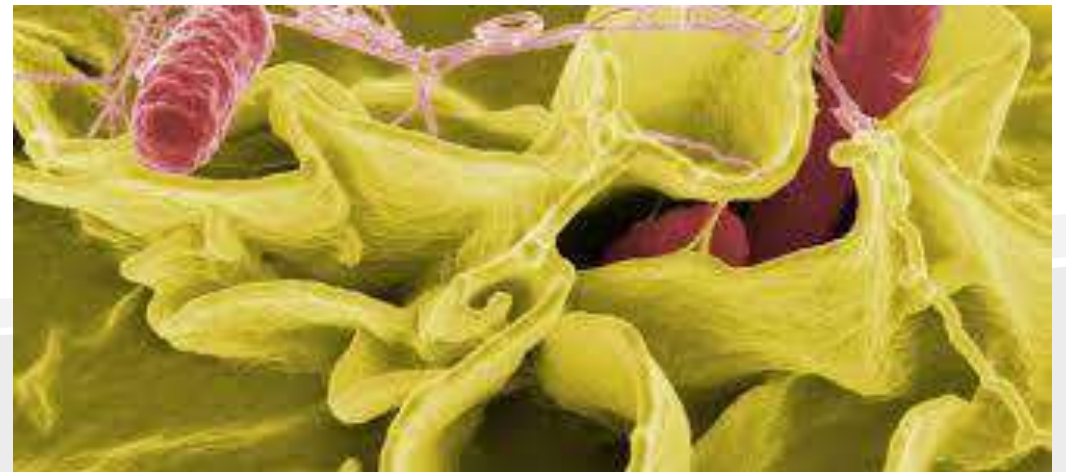


Air dalam bahan makanan

- Air bebas
- Air terikat lemah
- Air terikat kuat

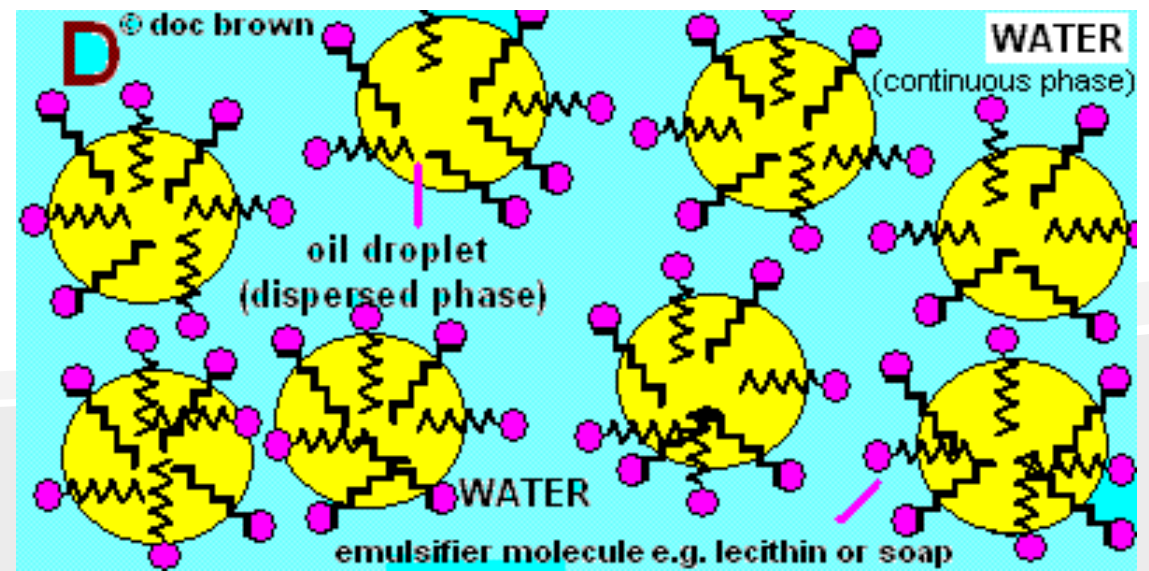
Air bebas

- lokasi: ruang-ruang antar sel dan intergranuler serta pori-pori yang terdapat pada bahan.
- Efek: dapat digunakan pertumbuhan dan berkembangnya mikrobia pada bahan makanan, membantu terjadinya proses kerusakan bahan makanan secara mikrobiologis, kimiawi dan enzimatis, bahkan oleh serangga perusak.
- Kerusakan bahan makanan seringkali disebabkan oleh adanya air bebas yang terkandung dalam bahan makanan yang bersangkutan (Bambang Kartiko, 1989).



Air yang terikat secara lemah

- Jenis air yang terserap (terabsorpsi) pada permukaan koloid makromolekul, seperti protein, pektin, pati, dan selulose.
- Air terikat lemah juga terdispersi di antara koloid tersebut dan merupakan pelarut zat-zat yang ada dalam air.
- Air yang ada dalam bentuk ini masih mempunyai sifat air bebas dan dapat dikristalkan pada proses pembekuan.
- Ikatan antara air dengan koloid tersebut merupakan ikatan hidrogen (Sudarmadji, 1989).





Air terikat kuat

- yaitu air yang membentuk hidrat atau terikat kuat pada struktur kimia komponen gizi lain, misalnya air yang terikat kuat di antara lipid bilayer, air di antara molekul protein atau karbohidrat
- Berikatan secara ionik dengan komponen lain → relatif sukar dihilangkan atau diuapkan.
- Tidak membeku meskipun didinginkan pada suhu 0°F (Sudarmadji, 1989).
- Air terikat **tidak dapat** digunakan oleh mikrobia untuk hidup dan berkembang biak (Bambang kartiko, 1989).



Pengukuran kadar air

- Kadar air perlu dianalisis → mengetahui besarnya jumlah air yang terkandung dalam bahan makanan dan untuk mengetahui kualitas gizinya
- Dapat dilakukan dengan 2 cara → berdasarkan bobot kering (*dry basis*) dan bobot basah (*wet basis*).
- Untuk analisis bahan pangan biasanya memakai dry basis **karena bobot kering dari suatu bahan selalu tetap** (Trenggono, 1986).



Analisis kadar air

1. Metode pengeringan (thermogravimetri)
2. Metode destilasi (thermovolumetri)
3. Metode kimiawi (Fischer method)
4. Metode fisikawi
5. Metode resonansi nuklir magnetik



Metode-metode analisis kadar air

1. Metode pengeringan (thermogravimetri), prinsip: **menguapkan air yang terkandung dalam bahan melalui pemanasan, lalu ditimbang hingga berat konstan** (selisih penimbangan $< 0,2$ mg) dimana suatu bahan yang mengalami pengeringan lebih bersifat higroskopis.
2. Metode destilasi (thermovolumetri), prinsip: menguapkan air dengan perantara zat kimia yang memiliki titik didih lebih tinggi dari air dan tidak dapat larut dalam air serta mempunyai berat jenis lebih rendah dari air, lalu dilakukan pengembunan.
3. Metode kimiawi, prinsip: mereaksikan air dengan zat kimia tertentu yang terdiri dari beberapa cara, seperti titrasi Karl fischer, cara kalsium korbid, dan asetil klorida.

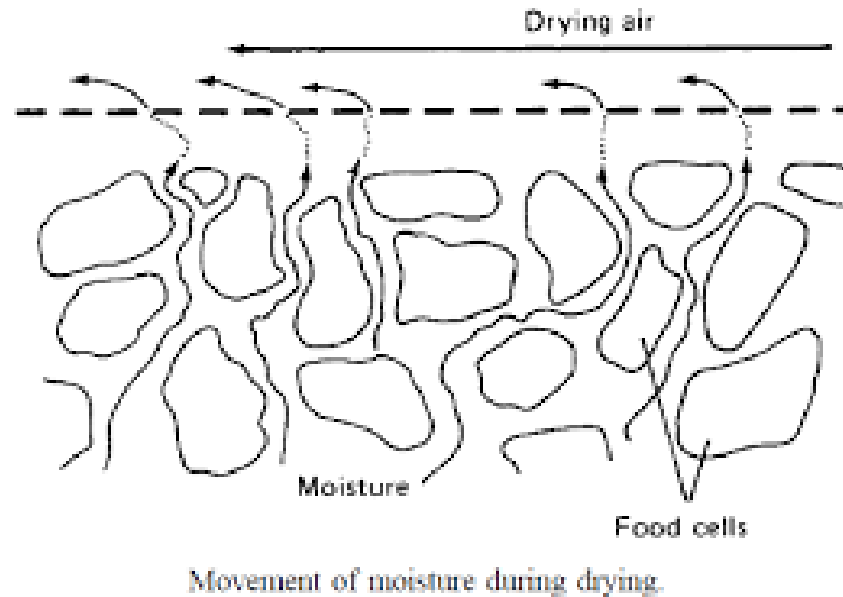


Metode-metode analisis kadar air

4. Metode fisis → ditentukan berdasarkan tetapan dielektrikum, daya hantar listrik (konduktivitas) → makin tinggi daya hantar, kadar air makin tinggi
5. Metode resonansi nuklir magnetik (NMR: *Nuclear Magnetic Resonance*) → berdasarkan sifat-sifat magnetik dari inti atom yang mampu menyerap energi → Energi yang diserap oleh inti atom hidrogen dari molekul air menjadi suatu ukuran dari banyaknya air dalam bahan.

Analisis THERMOGRAVIMETRI

- **menguapkan air** dalam bahan melalui pemanasan, lalu ditimbang hingga **berat konstan**
- **Selisih** berat bahan sebelum dan sesudah pemanasan → **air**
- Percobaan thermogravimetri adalah percobaan yang paling sering digunakan karena relatif mudah dan murah.



Air 25%
Protein 25%
Lemak 25%
Karbohidrat 25%



Analisis THERMOGRAVIMETRI

Namun juga punya kelemahan, antara lain:

1. Bahan lain selain air bisa ikut menguap dan hilang bersama uap air.
2. Dapat terjadi reaksi selama pemanasan yang menghasilkan air/zat mudah menguap lainnya, contohnya: senyawa volatil hasil oksidasi lemak.
3. Bahan yang mengandung zat yang mampu mengikat air dengan kuat sulit melepaskan meskipun sudah dipanaskan.

Analisis Thermogravimetri

Prinsip : Menguapkan air dari bahan dengan pemanasan sampai **bobot konstan**, sampai **semua air sudah menguap habis**

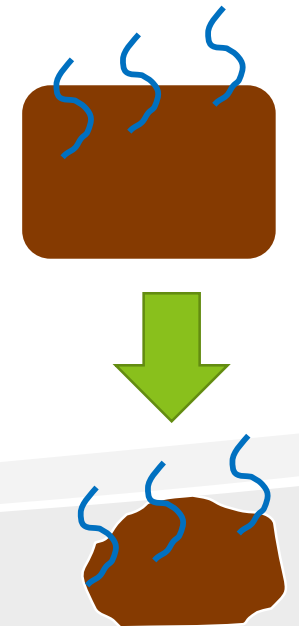
Pelaksanaan: sampel dipotong-potong tipis atau digiling kasar, kemudian dipanaskan dalam oven suhu 105-110 °C sampai bobot konstan

Kelemahan: zat yang mudah menguap ikut menguap dan dihitung sebagai air.

Perhitungan :

$$\% \text{ air (wb)} = \frac{\text{bobot bahan} - \text{bobot konstan}}{\text{bobot bahan}} \times 100\%$$

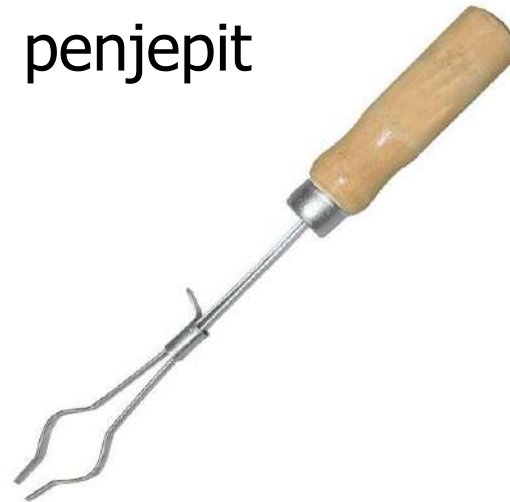
Selisih bobot sebelum dan sesudah pengeringan, dibagi bobot total bahan awal



OVEN PENGERING

Untuk analisa kadar air atau pengeringan sampel lainnya.

penjepit



eksikator



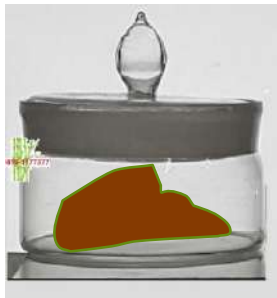
Dilengkapi silica gel

Botol timbang





Dipanaskan dalam oven agar bebas air → lalu ditimbang agar diketahui bobotnya



Diisi sampel → lalu ditimbang agar diketahui bobot Botol + Sampel_{awal} (B+S)



Pemanasan suhu 105°C



ditimbang agar diketahui bobot Botol + Sampel_{akhir} (B+S'')



Botol Timbang



Di oven (105°C, 1 jam)



Didinginkan dalam eksikator



ditimbang



Diisi 1 gram sampel (MISAL: tepung terigu, kedelai kering, kacang tanah)



ditimbang



Di oven pada suhu 105°C selama 2-3 jam



Didinginkan dalam eksikator



Perhitungan Sampel awal – sampel akhir

- Kadar air = $\frac{(B+S) - (B+S)^{'''}}{(B+S) - B} \times 100\%$

$(B+S) - B$ Sampel awal

$$\text{Kadar air rata-rata} = \frac{K \text{ air1} + K \text{ air2} + K \text{ air3}}{3}$$

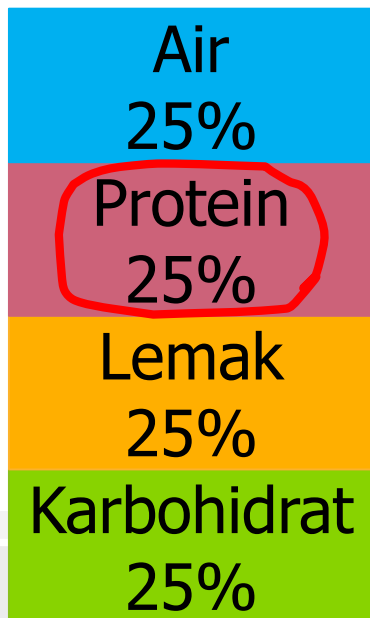
$(B+S)^{'''}$ adalah bobot terkecil pada bahan, pada 3 kali tahap pengovenan.

Kadar dry bases

$$\text{Kadar air dry bases} = \frac{\text{Kadar air wet basis}}{100 - \text{kadar air wet basis}} \times 100$$

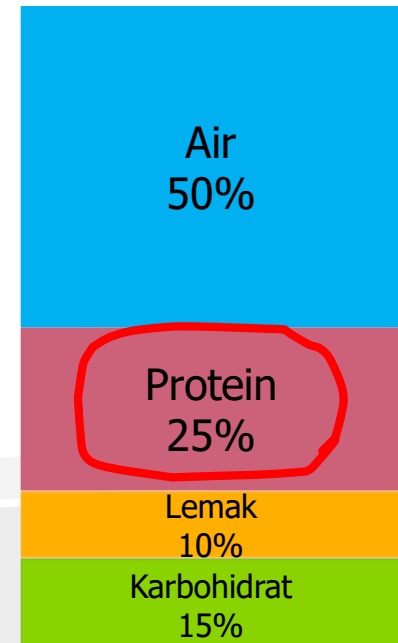
%

$$\text{Kadar protein/lemak (db)} = \frac{\text{Kadar protein/lemak wet basis}}{100 - \text{kadar air wet basis}} \times 100 \%$$



$$\text{Kadar protein (db)} = \frac{25}{100 - 25} \times 100\%$$
$$= 33\%$$

$$\text{Kadar protein (db)} = \frac{25}{100 - 50} \times 100\%$$
$$= 50\%$$





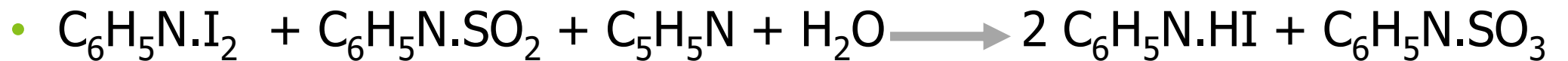
Penguapan air bahan pd oven vakum


- Untuk bahan yang tidak tahan pemanasan suhu $>100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pemanasan dilakukan dlm oven vakum sehingga suhu titik didih air $65 - 75\text{ }^{\circ}\text{C}$
- Digunakan oven dengan ukuran lebih kecil yang dapat ditutup rapat -kedap udara-, dan dihubungkan dengan pompa vakum (penghisap uap air) kontinyu
- Dengan tekanan dibawah 26 cmHg (minus 50 cmHg dibawah tekanan atmosfer $\simeq 76\text{ cmHg}$) suhu oven diatur sekitar $70\text{ }^{\circ}\text{C}$




Metoda kimiawi (Metoda titrasiFischer)

- Prinsip: air dalam sampel dititrasi dengan iodin (terjadi reduksi iodin oleh SO₂ karena adanya air). Agar reaksi dapat berlangsung baik maka ditambahkan piridin dan metanol dan indikator metilen biru. Titrasi diakhiri bila timbul warna hijau



- 
- Metoda ini cocok untuk bahan yg kandungan airnya relatif sangat rendah dan sangat mungkin memberikan hasil salah bila dipanaskan : kakao, kopi bubuk, kopi instan, susu bubuk, buah & sayur kering, candy, dll.
 - Sampel dilarutkan dalam campuran SO_2 -piridin-metanol + indikator metilen biru, dan kmd dititrasi dengan larutan Iodin dalam metanol.
 - Kelebihan Iodin yang tak bereaksi dng air berada dalam bentuk bebas. Akhir titrasi memberikan warna 'kuning-coklat mahoni' (warna dari iodine yang berlebih/tak bereaksi dengan air) yg bila bercampur indikator metilen biru akan berwarna biru/hijau .

- 
- Tiap mol air membutuhkan 1 mol iodine, 1 mol SO_2 , 3 mol piridin dan 1 mol metanol. Dalam praktek digunakan SO_2 , piridin dan metanol berlebihan, dan kekuatan reagen tergantung pada konsentrasi iodine. Untuk pekerjaan rutin, digunakan suatu larutan metanol mengandung komponen lain dalam ratio iodine : SO_2 : piridin = (1 : 3 : 10) dan pada konsentrasi ekuivalen terhadap sekitar 3.5 mg air/mL



Metoda Fisikawi

- meliputi densimetri, refraktometri, dan polarimetri.
- Perlu disiapkan kurva kalibrasi untuk mengkorelasikan 'soluble solid' dengan parameter fisik yang dipilih. Misalnya, kalau hasil refraktometer itu sekian, berarti kadar airnya sekian.
- Metoda densimetri dengan piknometer → uji rutin yang paling sering dipakai guna menetapkan padatan kering dalam susu, larutan gula (termasuk sari buah, sirup), produk buahan (khususnya tomat), beverages (alkoholik & malt), dan larutan garam (pada industri pickle/acar).
- Pengukuran index refraksi → metode cepat untuk menetapkan kandungan padatan larutan sukrosa, sirup jagung, madu, sari buah, jam, jelly .
- Metoda Polarimetri digunakan secara luas untuk menentukan identitas dan konsentrasi larutan gula (=kadar sukrosa nira tebu , di pabrik gula) .



ANALISIS PANGAN: ANALISIS KADAR ABU

Wahidah Mahanani Rahayu, S.T.P., M.Sc.
PRODI TEKNOLOGI PANGAN
UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN





ANALISIS ABU

- Penentuan konstituen mineral dalam makanan dapat dibagi menjadi dua kelompok :
 - Analisa abu : total abu, soluble/terlarut & insoluble/tidak terlarut
 - Analisa mineral individual (analisis kadar Fe, kadar Mn, dst)
- Total abu secara umum digunakan sebagai indeks makanan yang mengalami penyosohan dan pemurnian, misalnya tepung terigu dan gula.
- *Tepung dibuat dengan memisahkan endosperm berpati dari bekatul dan lembaga (bran & germ) kemudian menggiling endosperm menjadi tepung.*
- Kadar abu bekatul $\pm 20x$ kadar abu endosperm \rightarrow uji kadar abu dapat menunjukkan kemurnian tepung atau keberhasilan pemisahan bekatul dari endosperm



- Level abu dan alkalinitas abu → membedakan antara 'fruit vinegar' dengan vinegar sintetik.
- Kadar abu total merupakan parameter nutrisi beberapa makanan dan pakan hewan.
- Komponen mineral yg ada dalam sistem biologis dapat dibagi menjadi
 - (a) yang tak tergantikan guna metabolisme normal dan biasanya merupakan unsur-unsur esensial makanan; dan
 - (b) yang tak diketahui fungsinya atau bahkan kadang bersifat berbahaya.
- Jenis (b) ini dapat berasal dari tanah, residu penyemprotan tanaman, atau dari polusi industri .




- Di samping kepentingan nutrisi dari unsur mineral, perlu dipertimbangkan aspek fisiologis dan teknologis
- Oksidasi as. askorbat dan stabilitas fruit juice dipengaruhi oleh Cu; Beberapa resi-du logam (Pb, As, Hg) bersifat racun
- Beberapa komponen mineral dapat memacu fermentasi dan beberapa mineral yang lain menghambatnya
- Komponen mineral dapat mempengaruhi daya simpan buahan dan sayuran

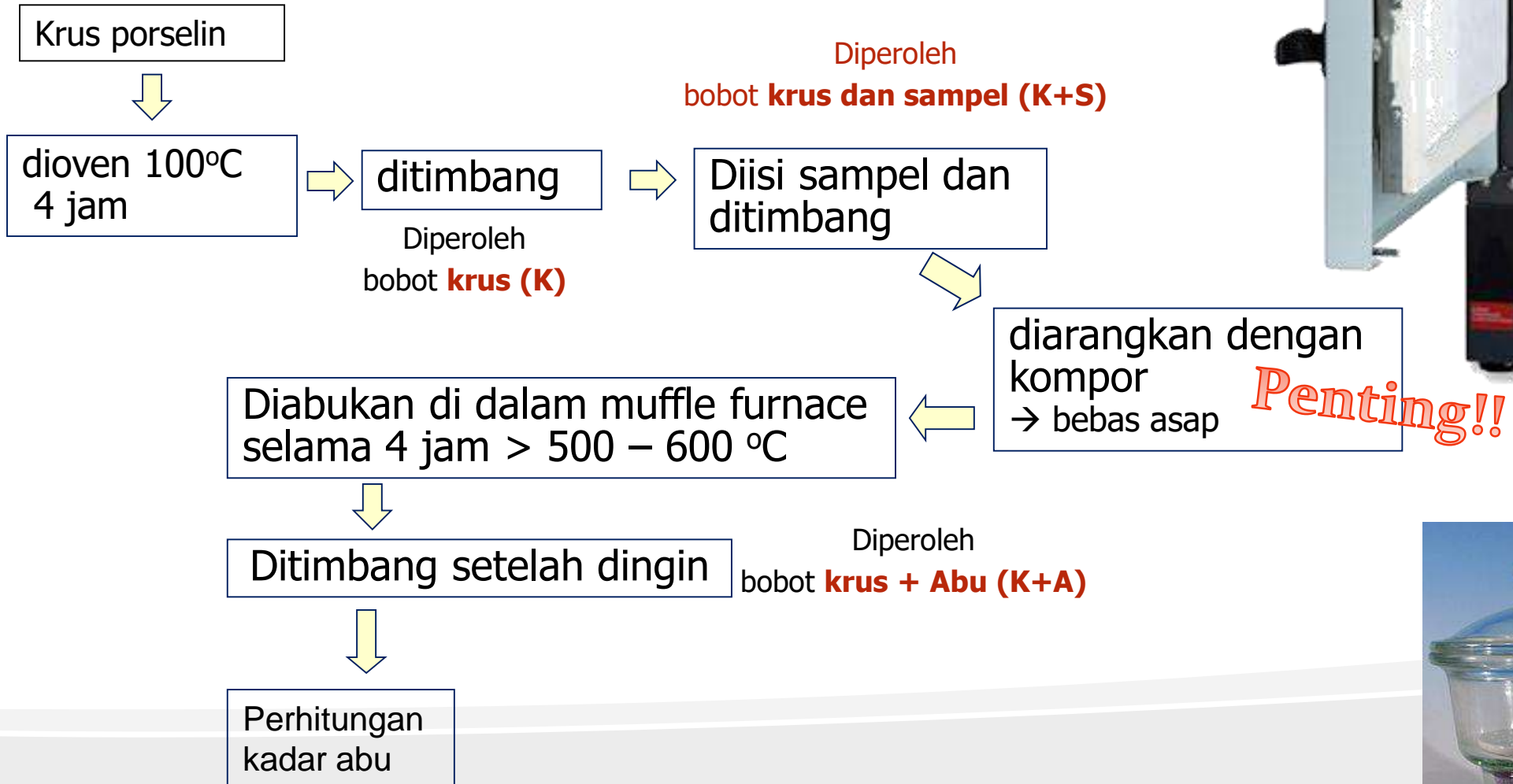


Penentuan abu secara kering

- Bahan dihaluskan (40 mesh), ditimbang 2-5 gr dalam krus porselin, dikeringkan pada suhu 110 °C, diarangkan pada 200-300 °C sampai asap hilang. Untuk bahan yg berbuih, ditambah anti buih
- Bahan diabukan pada suhu 500-600 °C sampai bobot konstan.
- Untuk mempercepat proses pengabuan bahan dicampur pasir murni(kuarsa); atau gliserol-alkohol; atau ditambah hidrogen peroksida.
- Bentuk komponen mineral dalam sampel dapat berbeda dengan bentuknya dalam abu. *Misal* Ca-oxalat akan berubah menjadi CaCO_3 dan pada pembakaran lebih lanjut akan menjadi CaO .

- 
- Abu yang larut air kadangkala digunakan sbg index kandungan buah dalam jelly atau awetan buah lain.
 - Abu yang tak larut berguna sbg index pengotoran debu pd rempah-rempah, talk pada kembang gula, adanya pasir pada gula, bijian, dsb. Abu tidak larut ditentukan dng mendidihkan abu bahan dlm HCl 10%.
 - Abu dari buahan bersifat alkalis (konversi garam atau asam organik menjadi garam-karbonat). Bahan makanan yng tinggi kadar asam buahan atau garamnya, alkalinitas abu merupakan index porsi buah dalam bahan tsb.

Tahapan analisis kadar abu cara kering



PERHITUNGAN

- Kadar abu (wb) = $\frac{(K + \text{Abu})''' - K}{(K + S) - K}$

$$K \text{ abu (db)} = \frac{K \text{ abu (wb)}}{1 - K \text{ air}}$$

$(K + \text{Abu})'''$ adalah selisih berat terkecil bahan pada 3 kali tahap pengovenan. Nilai K air pada perhitungan dari hasil percobaan analisa kadar air



Penentuan abu secara kering

$$\text{Kadar abu (wb)} = \frac{\text{(bobot abu)}}{\text{(bobot sampel)}} \times 100\%$$

- $$\text{Kadar abu (db)} = \frac{\text{bobot abu}}{\text{bobot sampel bebas air}} \times 100\%$$
$$= \frac{\text{kadar abu (wb)} \times 100\%}{(100\% - \% \text{air})}$$

Pengabuan cara kering

- Pada penentuan abu total, pengabuan dalam krus porselin pada suhu 400-700 (paling umum ± 550 °C) memberi hasil memuaskan. Untuk analisa mineral individual perlu pengabuan dalam krus platina.
- Bila pengabuan gagal memberikan abu bebas karbon, abu dibasahi, dikeringkan dan diabukan ulang sampai berwarna putih/abu-abu putih . Kadang perlu ditambah H_2O_2 atau as.nitrat untuk membantu reaksi pengabuan.



PENGABUAN SECARA BASAH

- Pengabuan cara basah digunakan terutama untuk mendigesti sampel guna menentukan mineral 'trace' dan mineral beracun.
- Disukai penambahan asam tunggal (satu macam asam), namun biasanya tidak praktis untuk destruksi sempurna senyawa organik.
- Asam sulfat saja memerlukan waktu dekomposisi yang lama. Penambahan potasium-sulfat (K_2SO_4) akan mempercepat dekomposisi.
- Destruksi bahan pada analisa Nitrogen metoda Kjeldahl adalah salah satu contoh Pengabuan Secara Basah !!



- Campuran as.sulfat dan as.nitrat atau campuran asam Sulfat-Nitrat-Perklorat merupakan prosedur yg paling dapat diterima. As.perklorat merupakan oksidator kuat tetapi beresiko mudah meledak.
- Lima gram gandum dapat terdestruksi sempurna dalam 10 menit dng asam nitrat + perklorat 70% (1:2) . Bandingkan dng (nitrat + sulfat) saja → perlu waktu 8 jam .



Penentuan abu secara basah

- Bahan digiling (40 mesh), ditimbang 2-5 g dan dimasukkan dalam labu Kjeldahl, ditambah zat kimia (asam sulfat atau campuran asam sulfat + kalium sulfat atau campuran as.sulfat + as.nitrat, atau as.perklorat + as.nitrat), → dipanaskan pada suhu 350°C di dalam ruang asam sampai diperoleh cairan jernih
- Mineral dapat ditentukan dengan alat spektro-fotometer serapan atom (*AAS= atomic absorption spectrophotometry*)



Penentuan mineral dengan AAS

- Prinsip : Abu dilarutkan dalam asam kuat dialirkan kedalam tabung kapiler dalam AAS
- Mineral dibakar dengan asetilen akan memancarkan sinar yang intensitasnya dapat diukur dengan foto-meter khusus, atau dengan mengukur serapan atom dari sinar lampu khusus yang dipasang pada AAS
- Serapan atau intensitas yang terukur pada larutan dapat diketahui jumlah mineralnya setelah dibandingkan dengan kurva standar
- Unsur yang tepat dianalisa dengan serapan atom (atomic absorption): Be, Co, Cu, Zn, Mo, Ag, Cd, Sb, Pr, Au, Hg, Pb, Bi
- Unsur yang tepat dianalisa dengan pancaran nyala (flame ionization) : Li, Na, K, Rb, Cs, Sr, Ce.
- Unsur yang dapat dianalisa dengan serapan atom maupun pancaran nyala : Ca, Mn, Fe, Zr, Al, Sn, Pd, Cr





ANALISIS KADAR PROTEIN TOTAL dan PROTEIN TERLARUT

**WAHIDAH MAHANANI RAHAYU, S.T.P., M.Sc.,
TEKNOLOGI PANGAN – UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN**



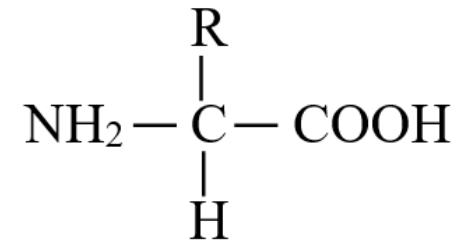
PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN

- Protein → senyawa makromolekul → susunan asam amino → mengandung unsur-unsur C, H, O, N, P (fosfor), S (belerang) (Winarno, 2002)
- Rantai panjang asam amino yang berikatan secara kimiawi.
- 26 jenis asam amino ditemukan pada protein dalam tubuh, 20 di antaranya biasa terdapat dalam makanan.

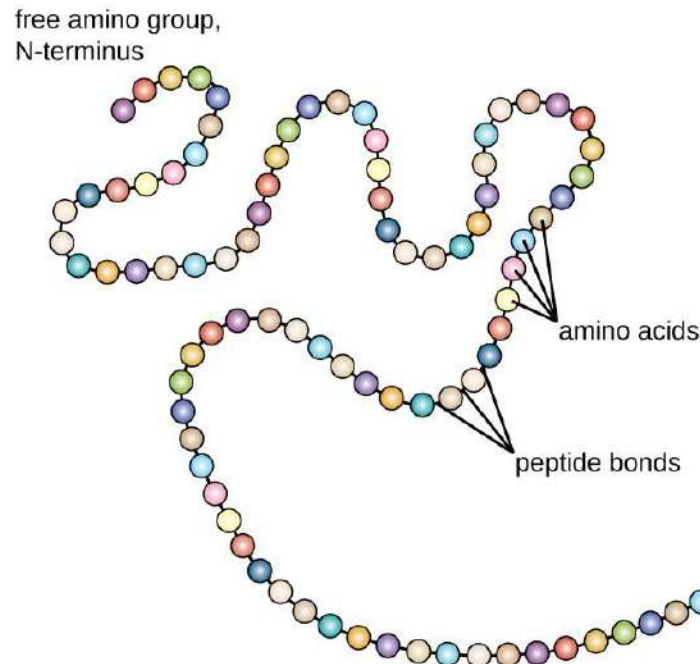


PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN

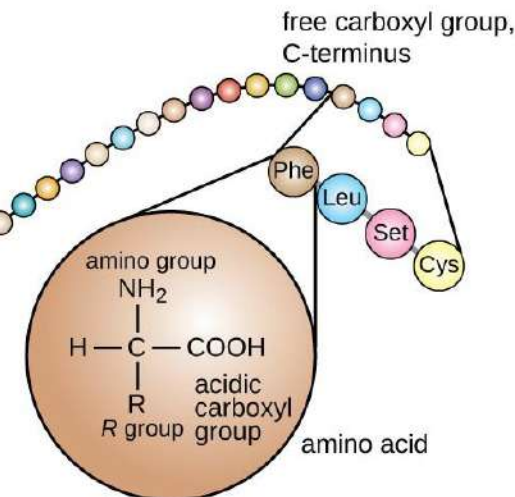
- **Setiap** molekul asam amino
 - minimal 1 gugus amino (-NH₂)
 - minimal 1 gugus asam (-COOH)
 - bersifat **asam sekaligus basa (amfoter)**



1 molekul protein
→ ± 500 asam amino tersambung dengan **ikatan peptida** → gugus **amino** dari satu asam amino **berikatan dengan gugus asam** dari **asam amino** yang **lain** (Gaman, 1992)



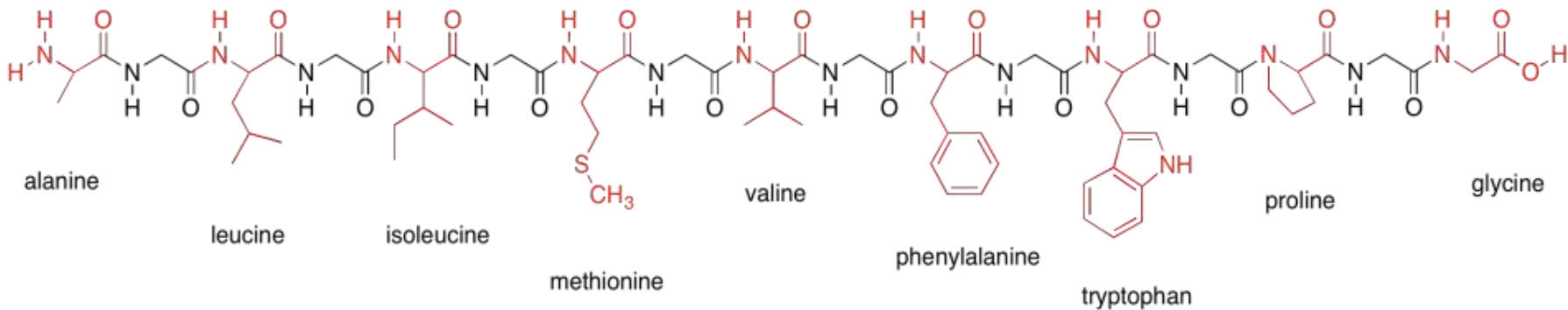
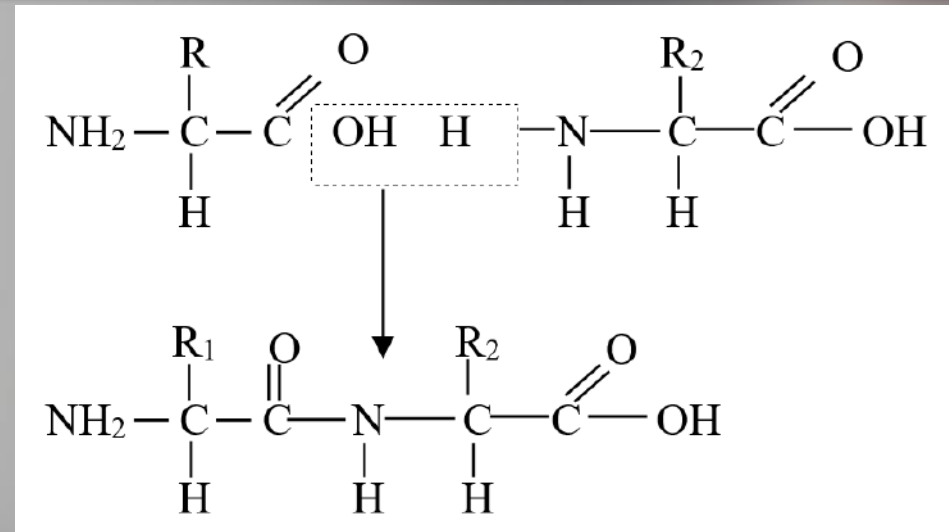
The primary protein structure is the chain of amino acids that makes up the protein.





PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN

- **ikatan peptida** terbentuk dengan *melepas 1 molekul air* → **OH** dari **gugus karboksilat** dan **H** dari **gugus amin**





PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN

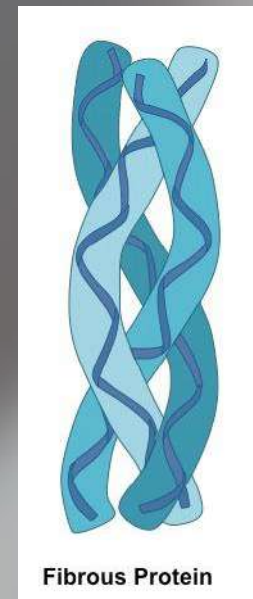
- Dalam bahan pangan, **susunan molekul** struktur protein dibedakan menjadi:

1. **protein globuler** → rantai polipeptida berlipat menjadi bentuk globuler atau bulat padat → **larut** dalam sistem larutan

Contoh: albumin → sangat larut dalam air

2. **protein serabut** → rantai polipeptida memanjang pada satu sumbu dan **tidak larut dalam air** (Lehninger, 1992)

Contoh: kolagen, keratin





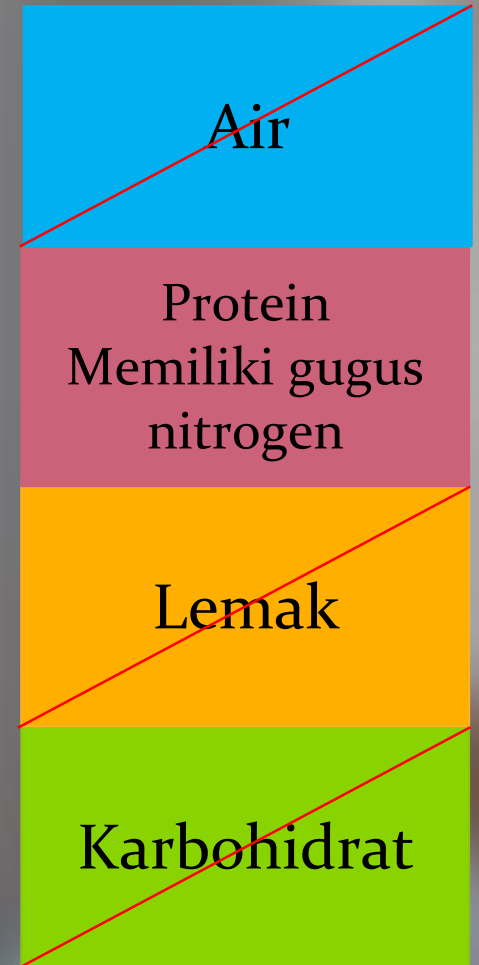
PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN

- Protein berperan penting dalam pangan → analisis protein
- Tujuan analisis protein bahan pangan:
 - 1) Mengetahui kadar protein dalam bahan makanan
 - 2) Menentukan kualitas protein dipandang dari sudut gizi (jumlah, pencernaan, jenis protein)



Bagaimana mengukur kadar PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN?

- YANG BIKIN PROTEIN BEDA DARI YANG LAIN??
- Keistimewaan protein → **mengandung unsur N** (selain C, H dan O) yang **tidak dimiliki oleh karbohidrat dan lemak.**
- Penentuan kandungan protein secara kuantitatif → mengukur **kandungan N** dalam bahan (Sudarmaji, 1996).





Bagaimana mengukur kadar PROTEIN DALAM BAHAN PANGAN?

- Kelemahan:
 - tidak semua jenis protein mengandung jumlah N yang sama
 - ada senyawa lain non-protein yang mengandung N meski kadar N biasanya jauh lebih sedikit daripada protein → amonia, asam amino bebas, asam nukleat.
 - Penentuan jumlah N total → **penentuan kadar protein kasar atau *crude protein***



ANALISIS KADAR PROTEIN

- Analisis protein → **empiris** (tidak langsung) & **absolut** (langsung)

1. Peneraan Empiris (Tidak langsung) → dilihat dari kadar N, dilihat dari densitas optis dibandingkan dengan standar dsb

→ CONTOH: analisis Mikro-kjeldahl, analisis Lowry Follin

2. Peneraan Absolut (langsung)

- pemisahan, pemurnian atau penimbangan protein
- hasil yang lebih tepat namun sangat sukar, butuh waktu yang lama, keterampilan tinggi dan mahal
- Hanya untuk keperluan tertentu, terutama untuk penelitian yang lebih mendasar (nilai gizi protein tertentu, susunan asam amino, aktivitas enzimatis, dll).



ANALISIS KADAR PROTEIN TOTAL:

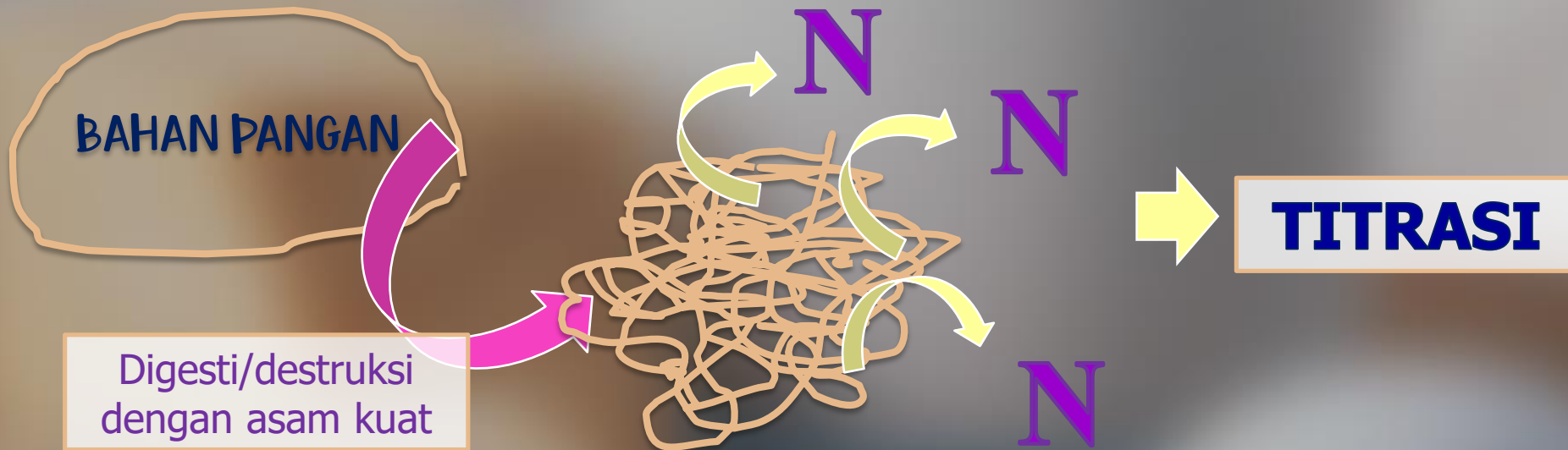
MIKRO-KJELDAHL



ANALISIS KADAR PROTEIN TOTAL:

MIKRO-KJELDAHL

- Metode **Kjeldahl** pertama kali dikembangkan pada 1883 oleh Johann **Kjeldahl**.
- Prinsip: Makanan dihancurkan dengan **asam kuat** sehingga nitrogen dapat **rilis** dan dihitung dengan volume **titrasi**.



TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL

DESTRUKSI

DESTILASI

TITRASI

FUNGSI??

Tahapan destruksi berfungsi **melepas nitrogen dari protein** → di akhir destruksi diperoleh $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

Cara: sampel dipanaskan dalam larutan sulfat pekat

Peristiwa:

- unsur C dan H teroksidasi menjadi H_2O , CO_2 , CO
- unsur N berubah menjadi amonium sulfat atau $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

(Legowo, 2005)

TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

destruksi

H_2SO_4 pekat

Katalisator N



sampel dipanaskan dalam **asam sulfat pekat** sehingga terjadi destruksi menjadi unsur-unsurnya

- C, H, O → teroksidasi → CO, CO₂ dan H₂O
- Nitrogen (N) → **(NH₄)₂SO₄**

Untuk mempercepat destruksi → di+ katalisator, campuran Na₂SO₄ dan HgO (20:1) atau campuran K₂SO₄ dan CuSO₄

→ Fungsi: titik didih asam sulfat meningkat

→ destruksi berjalan lebih cepat

→ 1 gram K₂SO₄ → menaikkan titik didih 3°C

→ suhu destruksi berkisar antara 370 – 410°C.

Destruksi dilakukan di ruang asam.



TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

destruksi

- Destruksi dihentikan jika larutan **menjadi jernih / tidak berwarna**
- Labu didinginkan, di+ 10 ml aquadest → menyesuaikan suhu agar labu kjeldahl tidak pecah

Hati-hati!!

- Pe+an aquadest → melarutkan hasil-hasil destruksi yang mungkin melekat di dinding labu → akurat
- Labu **dididihkan lagi** selama 30 menit → didinginkan lagi → dibilas lagi dengan aquadest
- Analisis lebih akurat → **perlakuan blanko** → reagen tanpa sampel → faktor koreksi adanya senyawa N yang berasal dari reagen



Reaksi-reaksi yang terjadi





TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

destilasi

DESTRUKSI

FUNGSI??

Destilasi berfungsi memecah amonium sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ menjadi **amonia**.

Prinsip: memisahkan cairan berdasarkan perbedaan titik didih.

Pada akhir destilasi indikatornya adalah apabila cairan yang ditampung dalam larutan asam bersifat asam (Legowo, 2005).

DESTILASI

TITRASI



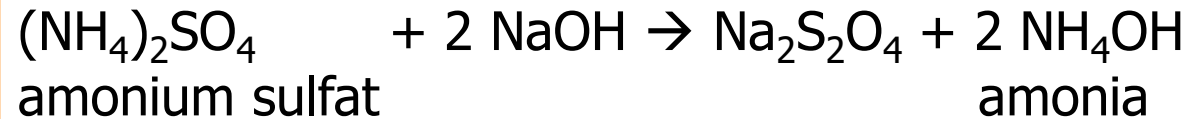
TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

destilasi

DESTRUKSI



Ammonium sulfat dipecah menjadi amonia dengan penambahan NaOH sampai alkalis dan dipanaskan.



DESTILASI



Larutan hasil destruksi di+ 20 ml NaOH-Na₂S₂O₃.

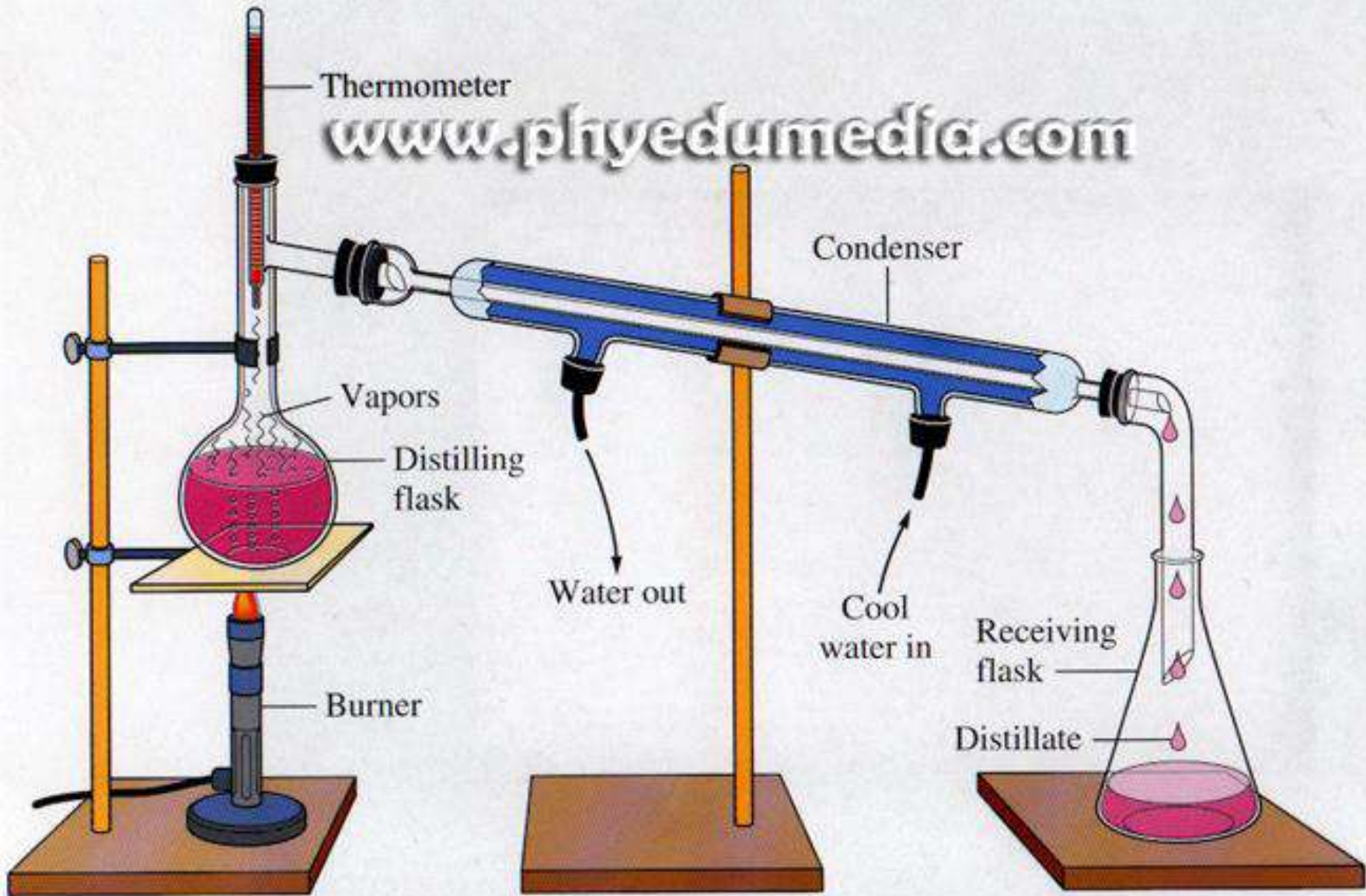
- Fungsi NaOH → memberi suasana alkalis, memecah ammonium sulfat menjadi amonia disertai pemanasan.
- Na-tiosulfat → mengendapkan Hg → kompleks merkuri-amonia yang mungkin terbentuk selama destruksi pecah menjadi amokalis.

TITRASI

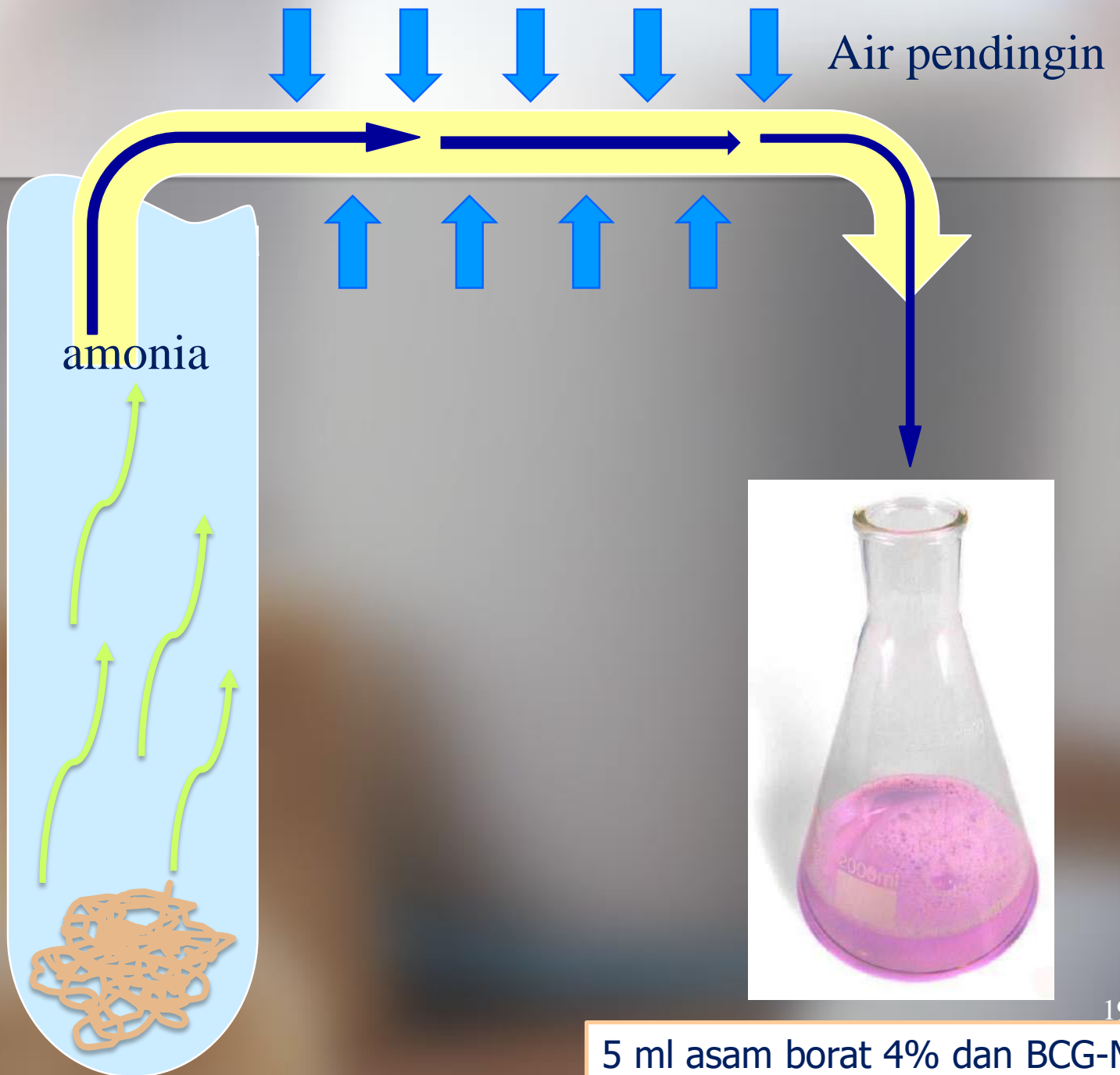


Thermometer

www.phyedumedia.com



Source: <http://jupiter.plymouth.edu>

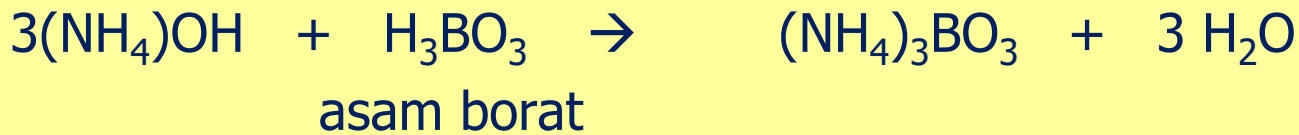


5 ml asam borat 4% dan BCG-MR.

- BCG-MR → indikator amfoter → sesuai dengan sifat protein.
- Indikator → menunjukkan ammonia telah terdestilasi dan ditangkap asam borat.
- BCG-MR dalam suasana asam → merah
dalam suasana basa → biru

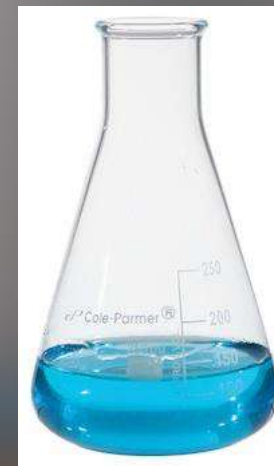
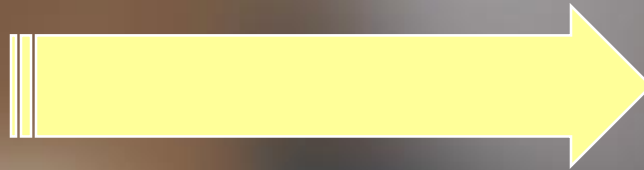
Ketika **amonia ditangkap asam borat, larutan menjadi berwarna biru**

reaksi:



Pra destilasi

Menangkap amonia



Pasca destilasi

TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

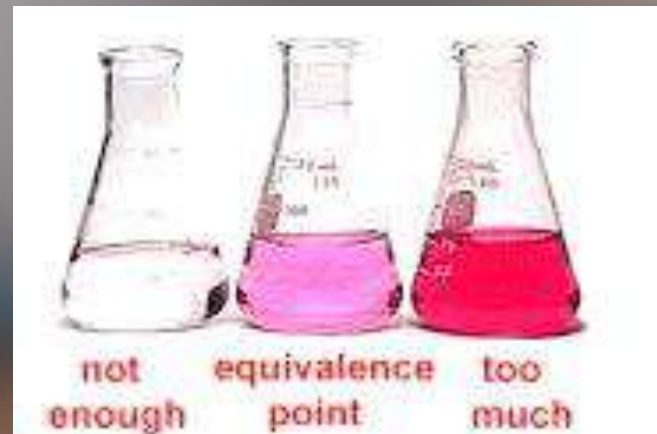
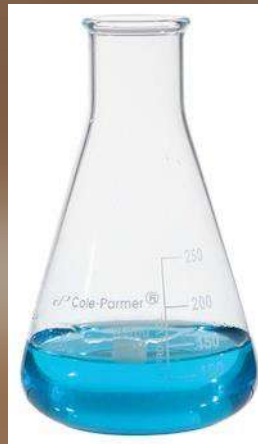
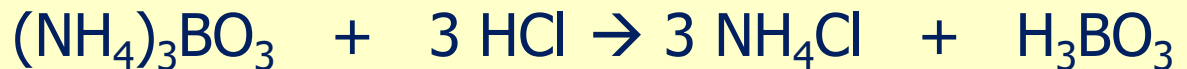
titrasi

DESTRUKSI

DESTILASI

TITRASI

- Titrasi → mengetahui **seberapa banyak asam borat yang bereaksi dengan ammonia.**
- Destilat dari tahap destruksi **dititrasi dengan HCl 0,02 N** (sudah distandarisasi) → terjadi perubahan warna dari **biru** menjadi **merah**. Reaksinya sebagai berikut





TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

titrasi

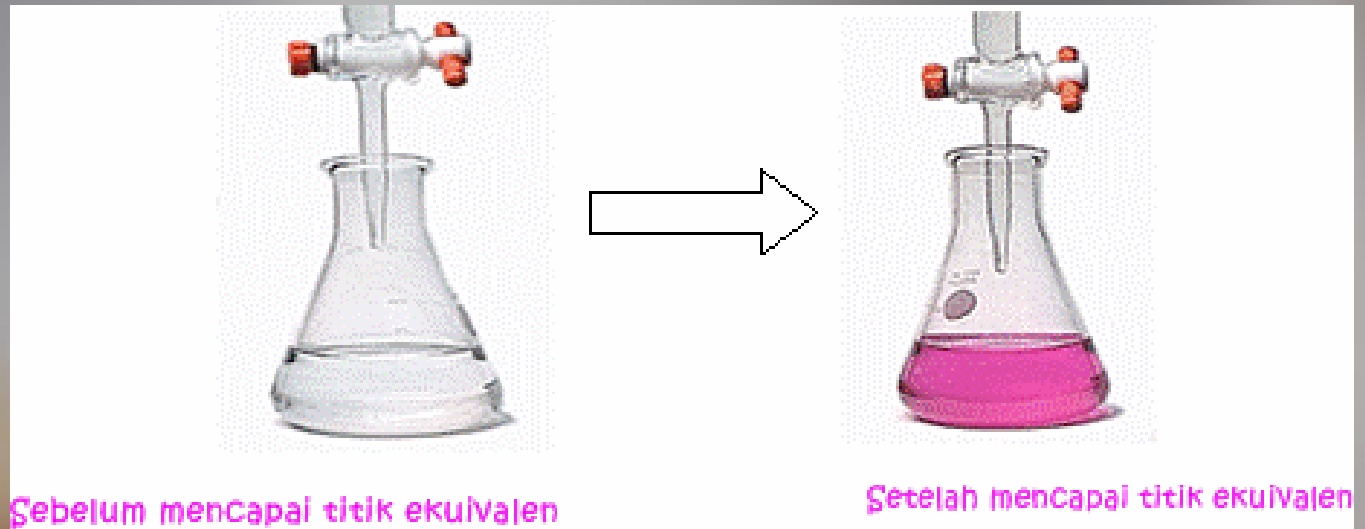
DESTRUKSI



DESTILASI



TITRASI



Selisih jumlah titrasi sampel dan blanko merupakan jumlah ekuivalen nitrogen.



TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL: contoh data dan perhitungan

■ Rumus perhitungan

$$\% N = \frac{(V_{\text{titrasi sampel}} - V_{\text{titrasi blanko}}) \times N_{\text{HCl}} \times Ar N}{\text{berat sampel dalam mg}} \times 100\%$$

$$Ar N = 14,008$$

$$\% \text{ protein(wb)} = \% N \times \text{Faktor konversi}$$

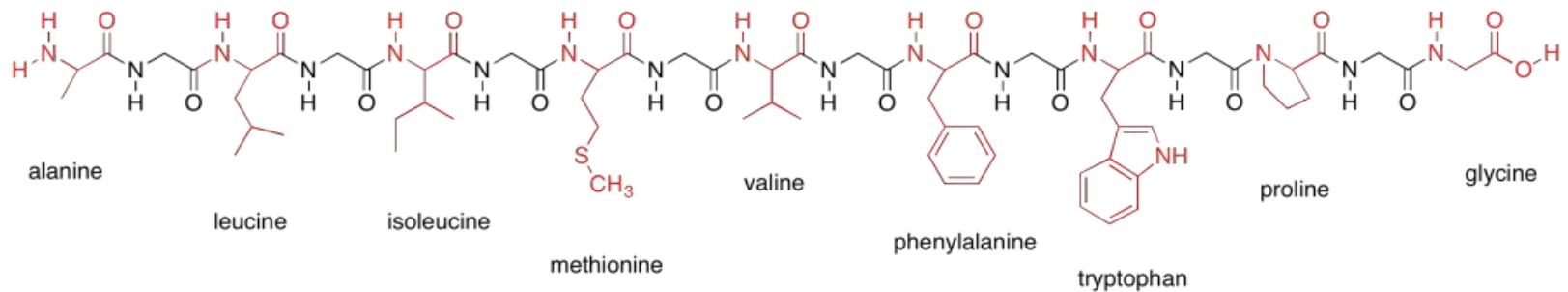
$$\% \text{ protein(db)} = \frac{\% \text{ protein (wb)}}{1 - \text{Kadar air}}$$

Faktor konversi beberapa bahan pangan

Faktor konversi → angka **konversi persentase nitrogen** menjadi protein → **tergantung kadar N dalam protein** suatu bahan

BEDA BAHAN → SUSUNAN ASAM AMINO AKAN BERBEDA-BEDA

Maka, persentase nitrogen juga bisa berbeda, bergantung besarnya rantai samping



Protein → rantai asam amino → disusun dari komponen C-H, gugus amino, gugus karboksilat, dan rantai samping



Faktor konversi beberapa bahan pangan

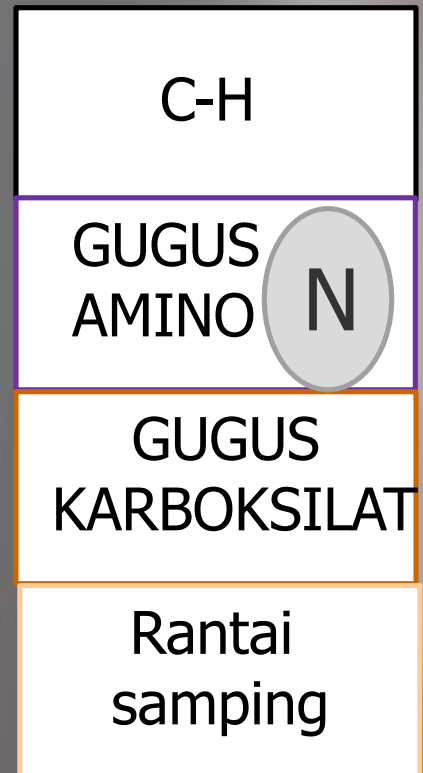
Protein → rantai asam amino → disusun dari komponen C-H, gugus amino (di dalamnya ada N, gugus karboksilat, dan rantai samping

Kalau jenis asam amino berbeda → besaran/jumlah rantai samping akan berbeda juga

Maka persentase N akan berbeda juga

$FK = 100 : \% N$

Dalam analisis Mikrokjeldahl, setelah kita tahu kadar N-nya, kita harus menghitung TOTAL PROTEINnya kan? Maka dari jumlah N yang sudah diketahui, kita kalikan dengan faktor pengali atau faktor konversi.





Faktor konversi beberapa bahan pangan

Misal kadar N dalam protein 20%:

Faktor konversi = $100\% : 20\% = 5$

Misal kadar N **dalam protein** 15%:

faktor konversi = $100\% : 15\% = 6.67 \rightarrow$

Misal kadar N dalam protein 18%:

Faktor konversi = $100\% : 18\% = 5,56$

100% di sini adalah 100% protein \rightarrow % N yang dimaksud adalah **kadar nitrogen DALAM PROTEIN**

C-H

GUGUS AMINO 

GUGUS KARBOKSILAT

Rantai samping



Faktor konversi beberapa bahan pangan

- Jika FK suatu bahan tidak diketahui, biasanya digunakan angka 6,25 (setara dengan 0,16 g **nitrogen per gram protein**).
- Namun angka ini hanya nilai rata-rata, tiap protein mempunyai faktor konversi yang berbeda tergantung komposisi asam aminonya.

Bahan	Faktor Perkalian
Bir, sirup, biji-bijian, ragi	6,25
Buah-buahan, teh, anggur, malt	6,25
Beras	5,95
Roti, gandum, macaroni, mie	5,70
Kacang tanah	5,46
Kedelai	5,75
Kenari	5,18
Susu	6,38
Gelatin	5,55

TAHAP ANALISIS MIKRO-KJELDAHL:

contoh data dan perhitungan

Sampel	Ulangan	Berat sampel (gram)	Volume HCl (ml)	%N
Kedelai hitam	1	0,1072	17,1 ←	
	2	0,1039	17,4 ←	
	3	0,1092	17,7 ←	
Jagung	1	0,1055	5,5	
	2	0,1034	5,1	
	3	0,1085	5,3	
Blanko			0,7 ←	

$$\%N = \frac{(17,1 - 0,7) \times 0,02 \times 14,008}{107,2} \times 100\% = ?$$

$$\% \text{ protein}(wb) = \%N \times \text{Faktor konversi}$$

$$\% \text{ protein}(db) = \frac{\% \text{ protein}(wb)}{1 - \text{Kadar air}}$$



ANALISIS KADAR PROTEIN TERLARUT: **METODE LOWRY FOLIN**



ANALISIS KADAR PROTEIN TERLARUT:

METODE LOWRY FOLLIN

- Protein terlarut: Protein yang dapat larut dalam sistem.

Misalnya terlarut dalam sistem air → perlu dihitung untuk menentukan kualitas kelarutan bahan berprotein

- PRINSIP ANALISIS:

Reaksi protein terlarut dengan asam fosfotungstat-fosfomolibdat pada suasana basa/alkali → menghasilkan warna biru yang intensitasnya setara dengan kadar protein terlarut → diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500 - 750 nm (panjang gelombang optimal peneraan warna biru)

Kadar protein terlarut dibandingkan dengan kurva standar yang dibuat dengan BSA (bovine serum albumin) → protein yang dianggap memiliki kelarutan tertinggi



ANALISIS KADAR PROTEIN TERLARUT:

METODE LOWRY FOLLIN

- Sampel direaksikan dengan D, digojog, kemudian direaksikan dengan reagen E
- 1) Reagen A → 100 g Na_2CO_3 dilarutkan dalam NaOH 0,5 N, hingga 100 ml
- 2) Reagen B → 1 gram $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam akuades hingga 100 ml
- 3) Reagen C → 2 g K-tartrat dilarutkan dalam akuades hingga 100 ml

- 1) Reagen D → campuran reagen A, B, C dengan rasio A:B:C = 20:1:1
- 2) Reagen E → mengencerkan 5,0 ml reagen Folin-Ciocalteu 2 N menjadi volume 50 ml → $V_1M_1 = V_2M_2 \rightarrow 5 \times 2 = 50 \times M_2$
 $M_2 = 0,2 \text{ N}$



ANALISIS KADAR PROTEIN TERLARUT:

METODE LOWRY FOLLIN

Terjadi reaksi-reaksi berikut:

1. reaksi protein dengan CuSO_4 akan membentuk kompleks Cu(II) -protein
2. dalam suasana basa/alkalis \rightarrow Cu(II) akan tereduksi menjadi Cu(I)
3. Ion Cu^+ \rightarrow mereduksi reagen Folin-Ciocalteu, kompleks phosphomolibdat-phosphotungstat, menghasilkan *heteropoly-molybdenum blue* akibat reaksi oksidasi gugus aromatik (rantai samping asam amino), menghasilkan warna biru intensif

Kekuatan warna biru terutama bergantung pada kandungan residu tryptophan dan tyrosine \rightarrow komponen aromatik pada protein terlarut.

Makin banyak protein terlarut dalam bahan \rightarrow senyawa *heteropoly-molybdenum blue* makin tinggi \rightarrow warna biru makin tinggi \rightarrow absorbansi makin tinggi



METODE LOWRY FOLLIN:

Tahapan Analisis

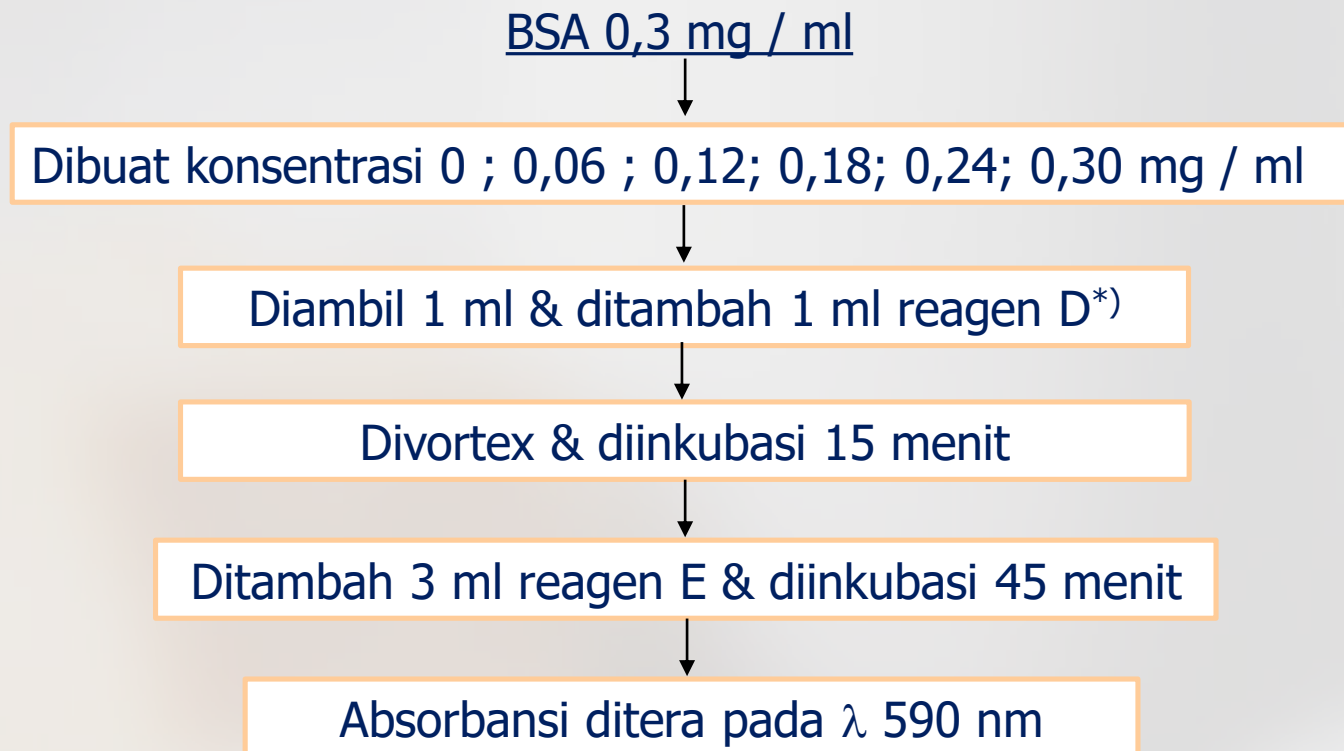
- 1) Penyiapan reagen A, B, C, D, E
- 2) Pembuatan kurva standar BSA (Bovine serum albumin)
- 3) Pengujian sampel → pencampuran dengan reagen dan pengukuran absorbansi
- 4) Plotting absorbansi sampel pada kurva
- 5) Perhitungan



METODE LOWRY FOLLIN:

Pembuatan Kurva Standar

- Pembuatan kurva standar BSA (Bovine serum albumin)



*) Reagen D = 15 ml reagen A + 0,75 ml reagen B + 0,75 ml reagen C



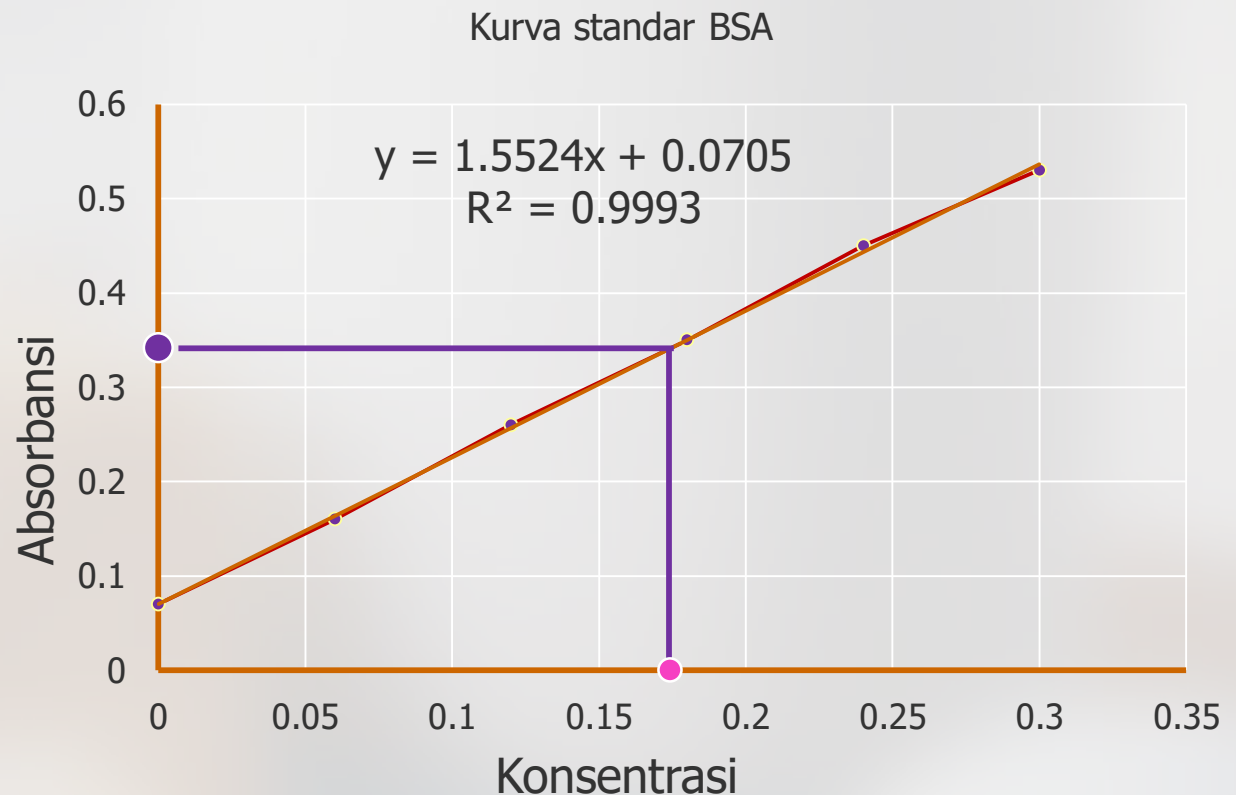
METODE LOWRY FOLLIN:

Pembuatan Kurva Standar

- Kurva standar BSA → Ms Excel

Konsentrasi (mg/ml)	Absorbansi
0	0.07
0.06	0.16
0.12	0.26
0.18	0.35
0.24	0.45
0.3	0.53

- Y → abs
- X → konst





METODE LOWRY FOLLIN:

Pengujian sampel dengan reagen

■ Pengujian pada sampel

0,5 g sampel

Dilarutkan dalam 100 ml aquadest

Disaring

Diambil 1 ml

Ditambah 1 ml reagen D

Divortex dan diinkubasi 15 menit

Ditambah 3 ml reagen E dan diinkubasi 45 menit

Absorbansi ditera pada λ 590 nm

Fp = faktor pengenceran
100:1 = 100



METODE LOWRY FOLLIN:

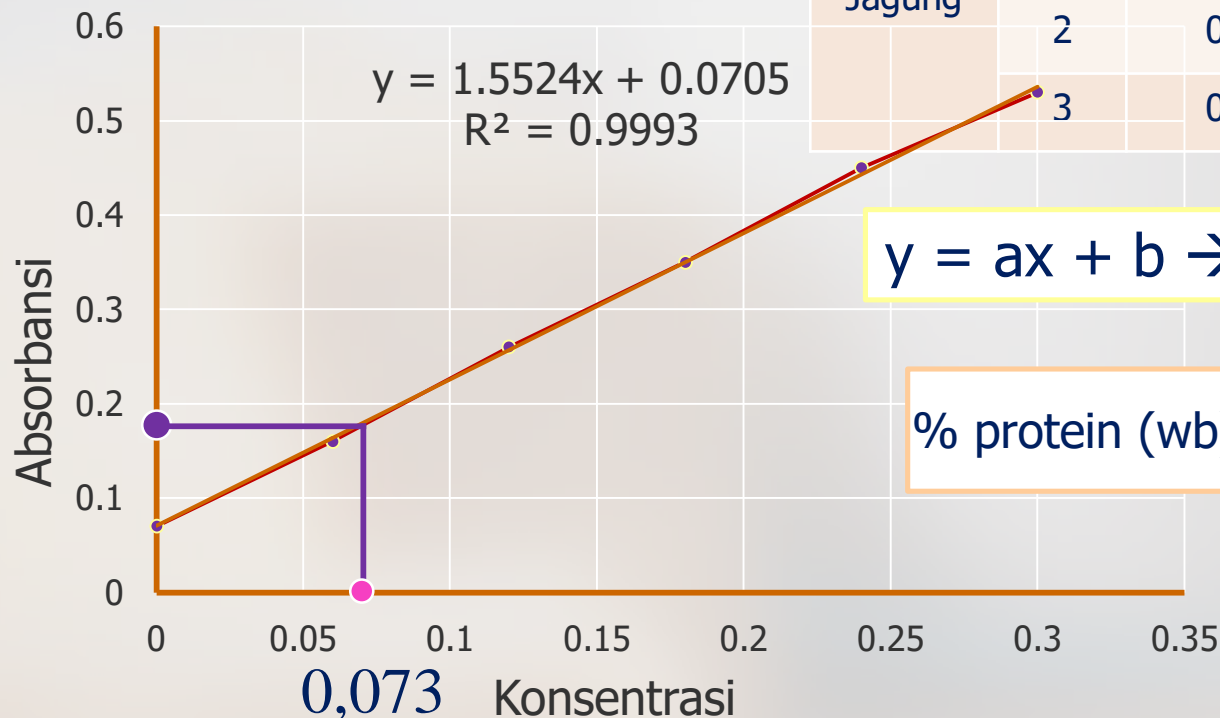
Plotting pada kurva dan perhitungan

- Contoh hasil analisis, plotting pada grafik, dan perhitungan

Data Penentuan Protein Terlarut

Kurva standar BSA

Sampel	Uln	Berat sampel (g)	Abs	Rata-rata Abs
Jagung	1	0,5021	0,19	0,18
	2	0,5061	0,17	
	3	0,5038	0,18	



$$y = ax + b \rightarrow x = \frac{y - b}{a}$$

$$\% \text{ protein (wb)} = \frac{x \times fp}{\text{berat sampel (mg)}}$$



METODE LOWRY FOLLIN:

Plotting pada kurva dan perhitungan

- Contoh hasil analisis, plotting pada grafik, dan perhitungan

$$y = 1.5524x + 0.0705$$

$$x = \frac{y - b}{a}$$

$$x = \frac{0,18 - 0.0705}{1.5524} = 0,073$$

$$\% \text{ protein (wb)} = \frac{0.073 \times 100}{\text{berat sampel (mg)}}$$



Don't worry.
We have Allah
on our side!

If Allah helps you,
none can overcome you;
and if He forsakes you,
is there any that can assist you?

In Allah, then, must you, Believers,
put your trust!





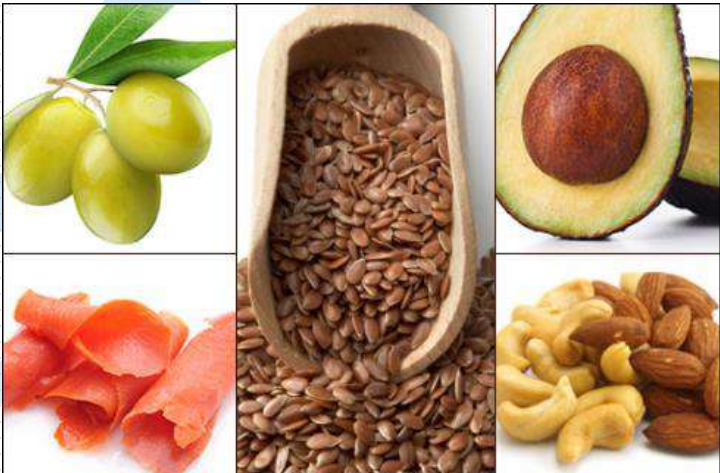
ANALISIS LEMAK PANGAN

*crude oil content
analisis angka asam
analisis angka peroksida*

**WAHIDAH MAHANANI R., S.T.P., M.Sc.
TEKNOLOGI PANGAN
UNIVERSITAS AHMAD DAHLAN**



Lemak pangan → LIPIDA



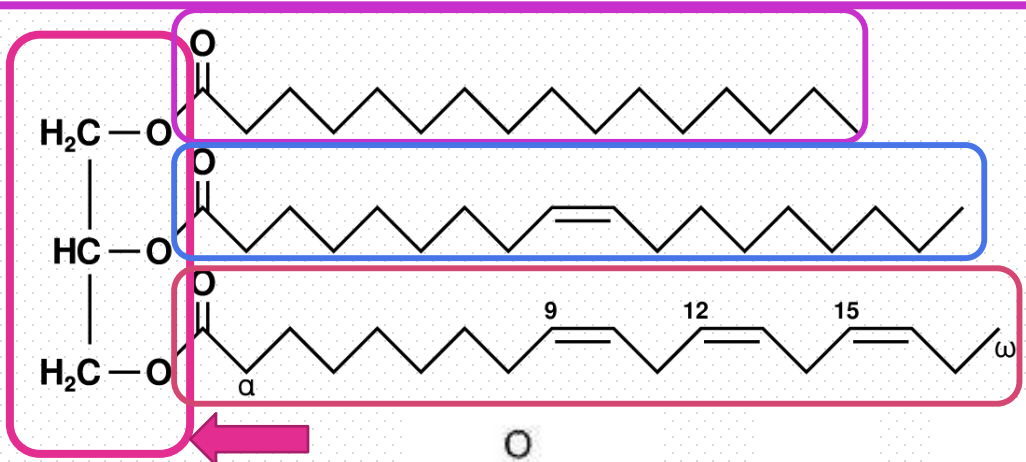
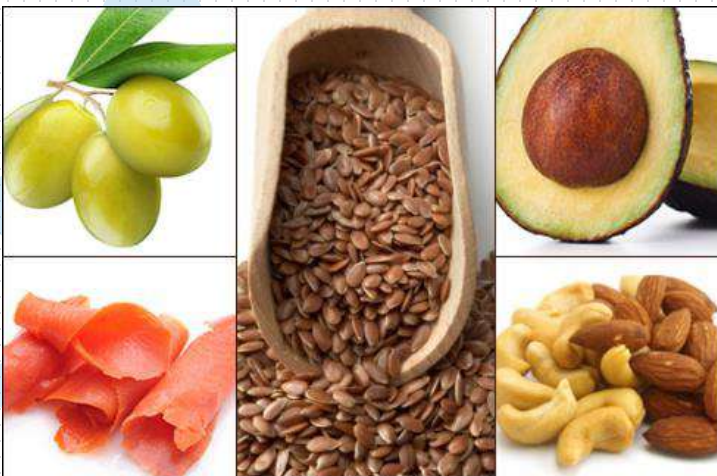
Lipid → dikaitkan dengan sesuatu yang luas, kumpulan total molekul dalam makanan → HIDROFOBİK, TIDAK LARUT AIR:

- Lemak → lipid yang berbentuk padat pada suhu kamar
- Minyak → Lipid yang berbentuk cair pada suhu kamar

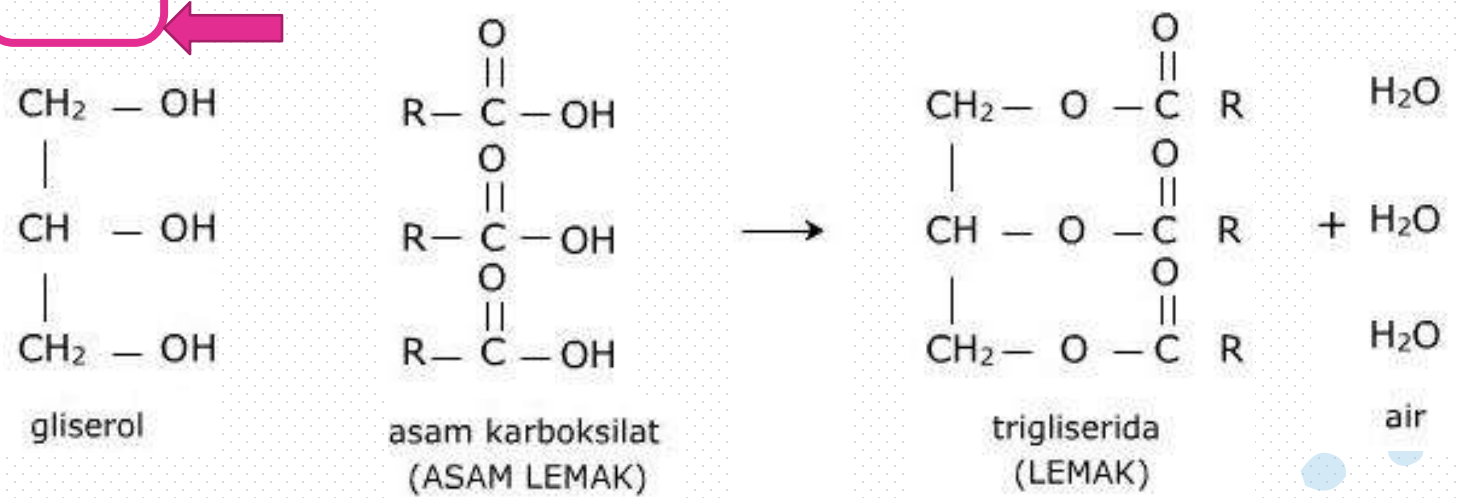




BENTUK UMUM → Triasilgliserol

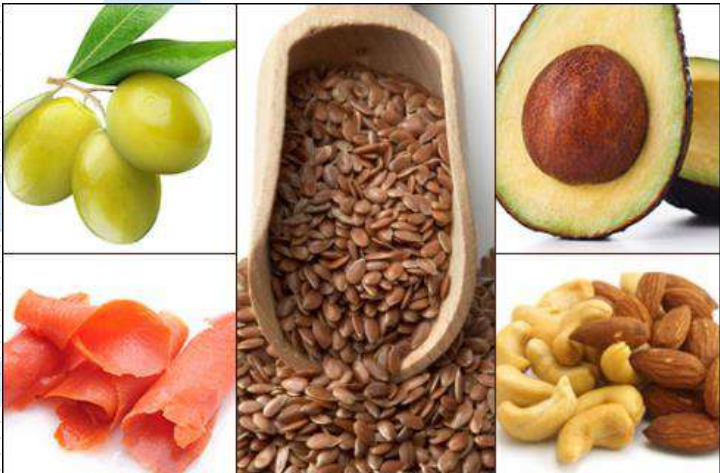


PADAT ATAU CAIR DI SUHU KAMAR atau SUHU DINGIN?
 → Bergantung struktur → asam lemak tak jenuh





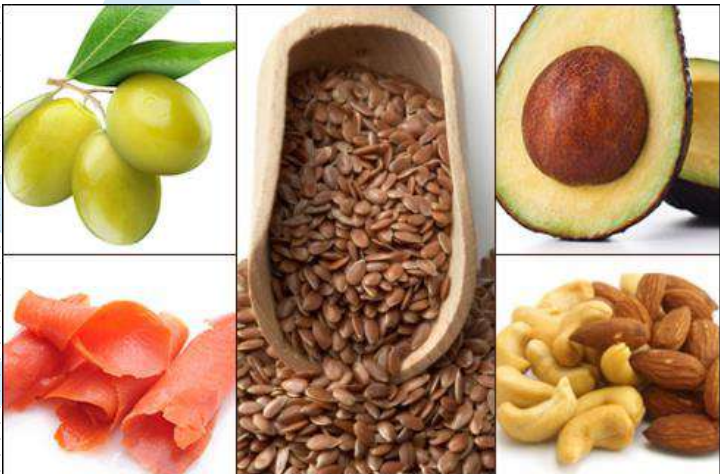
BENTUK LAIN?



- Lipid Sederhana
 - Ester dari asam lemak dengan alkohol
 - Lemak → ester-ester dari asam lemak dengan gliserol ex TAG
 - Waxes → ester-ester dari asam lemak dengan alkohol rantai panjang selain gliserol (ex. Myricyl palmitate, cetyl palmitate, ester Vit A, dan ester Vit D)
- Lipid Komponen
 - Komponen-komponen yang terkandung dalam ester asam lemak dengan gliserol atau alkohol.
 - Ex : fosfolipid, serebrosida, spingolipid



BENTUK LAIN?

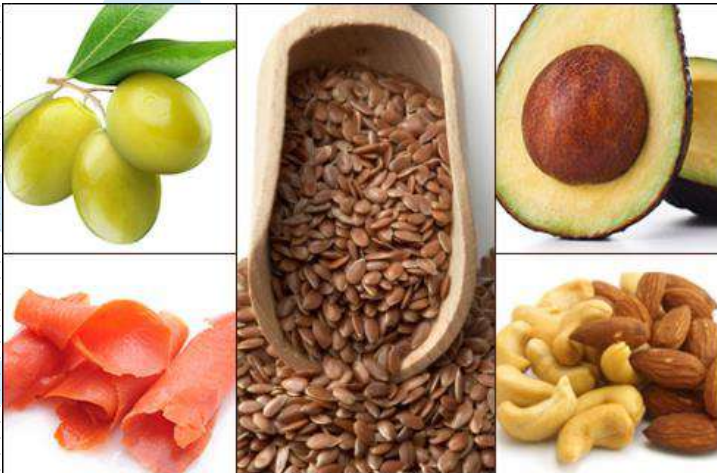


- Lipid Turunan
 - Senyawa yang diturunkan dari lipid sederhana atau lipid komponen.
 - Mereka mempunyai sifat-sifat umum lipid
 - Ex. Asam lemak, Alkohol rantai panjang, sterol, Vitamin larut lemak, dan hidrokarbon





Urgensi analisis lemak:



- Terkait dengan Human diet dan Food labelling istilah Lemak diartikan sebagai komponen lipid dalam bahan makanan → Nutritional labelling
- Total Lemak → total asam lemak dalam bentuk TAG
 - Saturated fat → asam lemak tanpa ikatan rangkap
 - Unsaturated fat → asam lemak dengan ikatan rangkap dengan isomer cis
- Menentukan apakah makanan sesuai standar atau tidak
- Untuk menjamin kesesuaian produk dengan spesifikasi perusahaan makanan

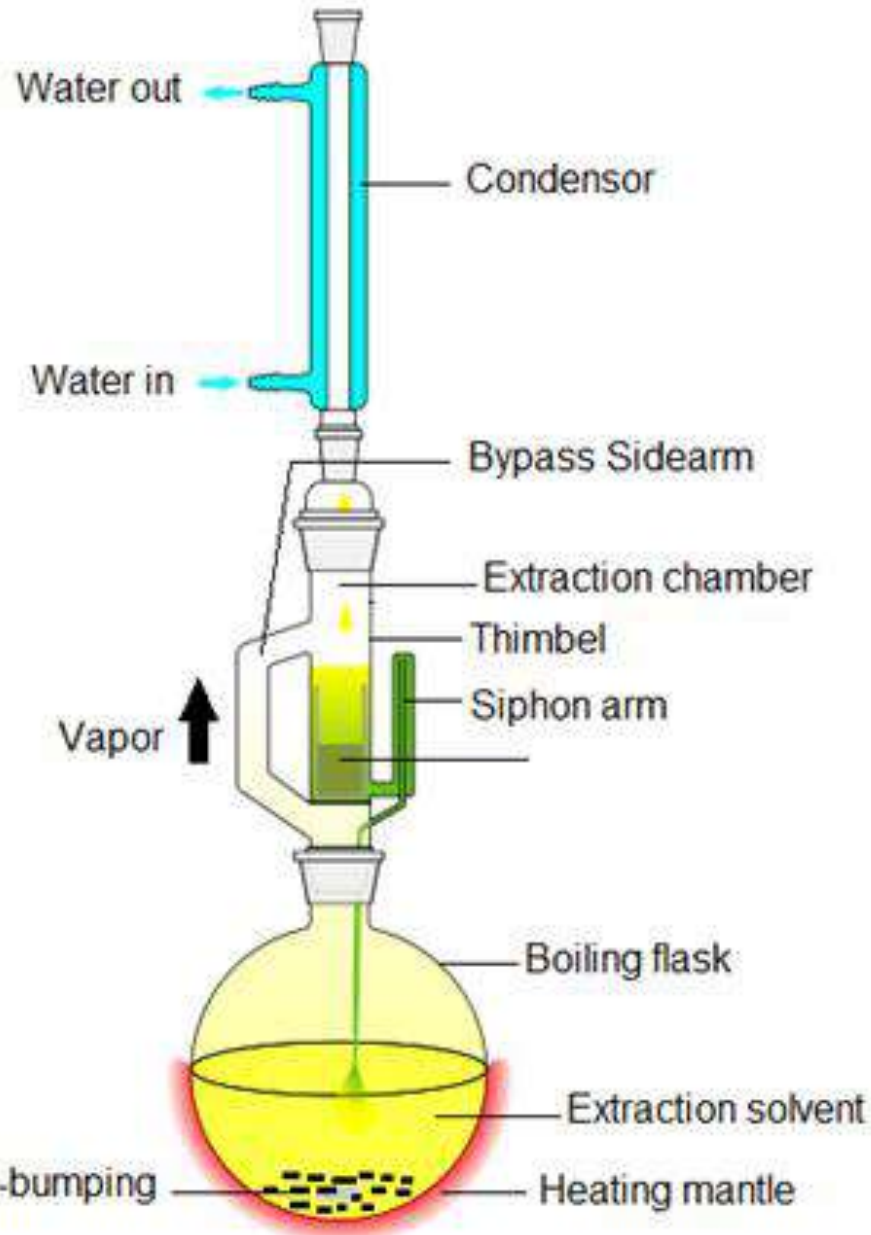
1. Analisis Lemak Total → Crude oil content

- lipida larut dalam pelarut organik → dasar pemisahan lipid dari komponen lain dalam makanan (protein, air dan karbohidrat)
- Kita perlu menggunakan pelarut organik/non-polar untuk “mengambil” HANYA lemak dari bahan makanan
- Ketika pelarut sudah bercampur dengan lemak, pelarut dihilangkan/ diuapkan sehingga **tersisa lemak yang bisa dihitung beratnya**
 - Glikolipid larut dalam alkohol dan kurang larut dalam heksan.
 - TAG larut dalam heksan dan Petroleum eter (PE)

Prinsip Analisis Lemak Total

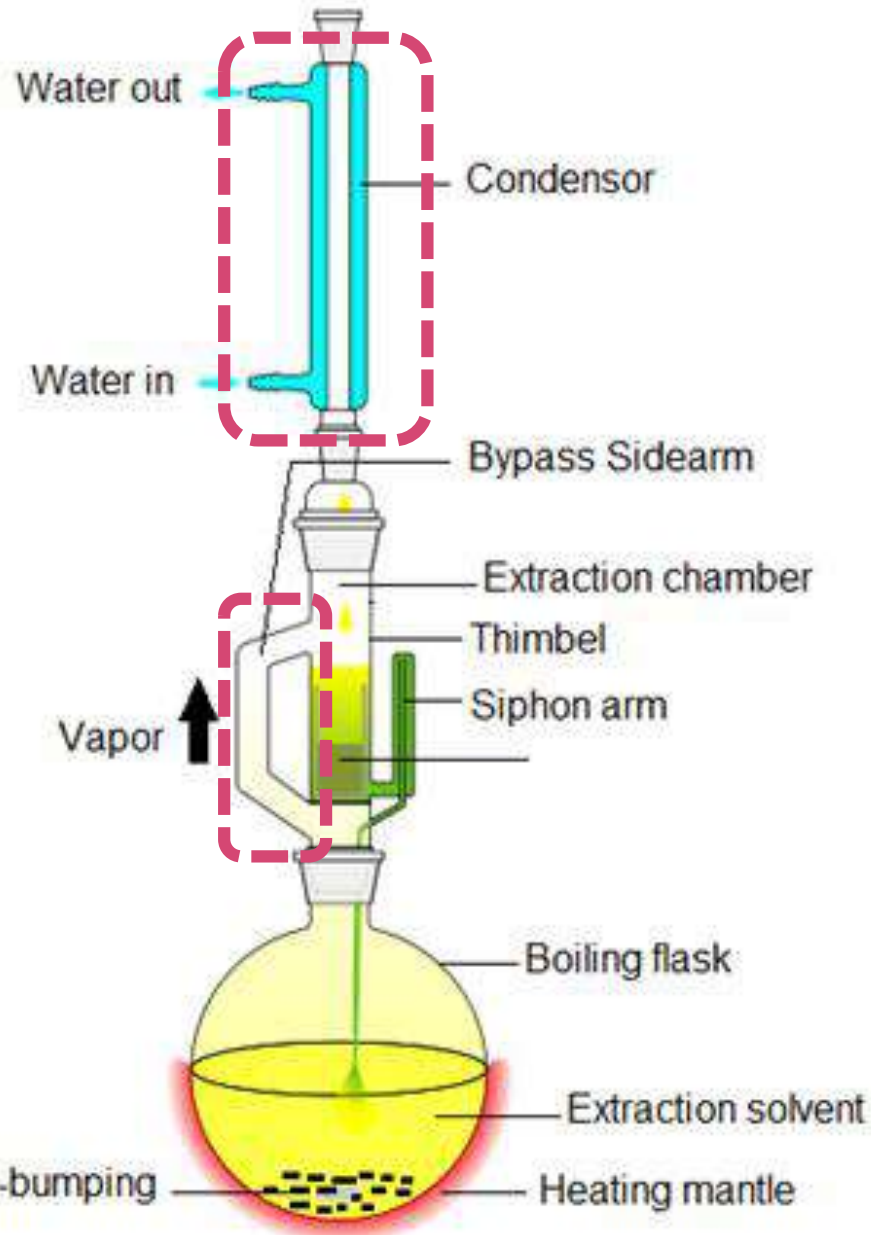
- Kandungan total lipid biasanya ditentukan dengan **metode ekstraksi dengan pelarut organik**.
- Penggunaan satu pelarut untuk semua lipid adalah **tidak mungkin** → try-out dengan beberapa pelarut, misal heksan, PE, dst
- Akurasi dari metode ekstraksi tergantung pada seberapa larut lipida dalam pelarut yang digunakan.

prinsip kerja dari ekstraksi Soxhlet



- Lemak "ditarik" dari bahan dengan cara ekstraksi Soxhlet
- Bahan dilapisi kertas saring lalu ditempatkan dalam timbel
- cairan pelarut dipanaskan dalam labu alas bulat → jadi uap → menguap ke atas → diembunkan oleh kondensor (dilengkapi pendingin) menjadi cairan → jatuh lagi ke dalam thimble → begitu terus berulang-ulang
- terjadi sirkulasi atau juga disebut **satu siklus ekstraksi**.

Fungsi dari bagian-bagian Soxhlet:



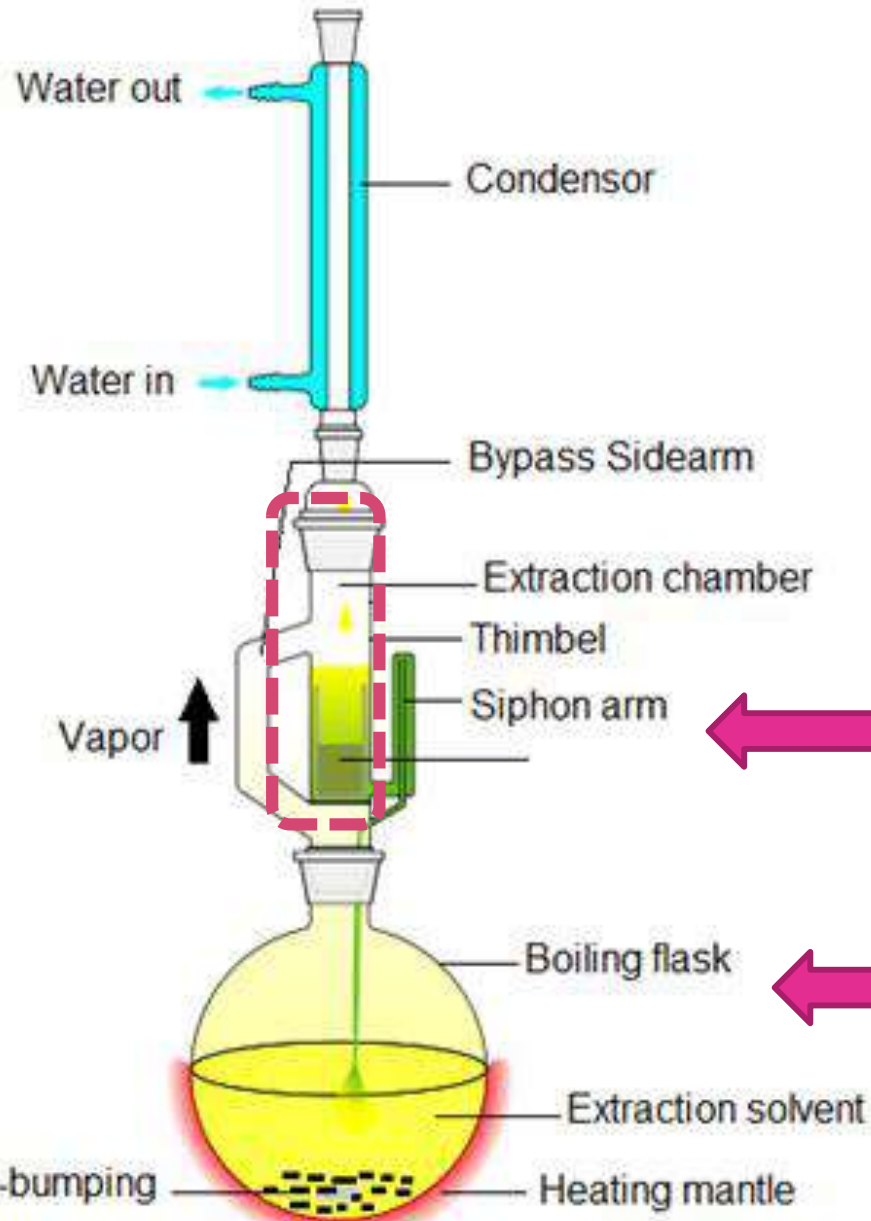
a) **Kondensor** → berfungsi sebagai system pendingin uap pelarut panas → uap pelarut mencair

– Pendingin diperoleh dari aliran air dingin yang dialirkan dengan pompa melalui water in dan keluar melalui water out.

b) **Bypass sidearm**

- berfungsi sebagai penghubung labu pemanas dengan thimble → tembus langsung ke kondensor agar uap air dapat naik dari labu pemanas menuju kondensor.

Fungsi dari bagian-bagian Soxhlet:



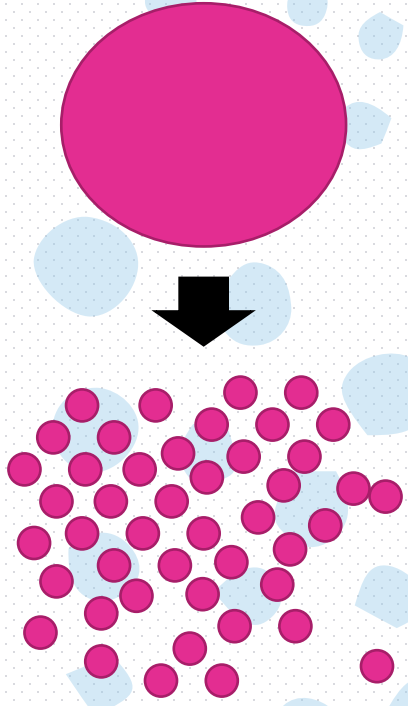
- **Thimble** → berfungsi sebagai tempat sampel padat yang telah ditumbuk dan siap untuk diekstrak dengan pelarut yang telah terkondensasi menjadi fasa cair.
- **Siphon arm** → berfungsi sebagai alat penanda bahwa proses ekstraksi berjalan satu siklus.
- **Boiling flask** → berfungsi sebagai tempat pelarut dan hasil ekstraksi.
- **Heating mantle** → alat pemanas untuk memanaskan pelarut agar terjadi pelarut menguap

keuntungan menggunakan ekstraksi soxhlet



- Dapat digunakan dalam skala besar.
- Keamanan kerja dengan alat ini lebih tinggi.
- Lebih efisien tenaga karena tinggal menunggu hasil dari proses sirkulasi.
- Pelarut dapat diperoleh kembali setelah proses ekstraksi selesai, sehingga dapat digunakan kembali.
- Kemurnian tinggi karena susunan alat menyebabkan proses berjalan efektif dari beberapa pengotor

Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Hasil Ekstraksi



Ukuran Bahan

Pengecilan ukuran bertujuan untuk memperluas permukaan bahan sehingga mempercepat penetrasi pelarut ke dalam bahan yang akan diekstrak dan mempercepat waktu ekstraksi.

Pengeringan

Suhu Ekstraksi

- Ekstraksi akan lebih cepat dilakukan pada suhu tinggi, tetapi untuk beberapa komoditas dapat menimbulkan kerusakan. Ekstraksi baik dilakukan pada kisaran suhu 30-50 °C

Pelarut

- Jenis pelarut yang digunakan merupakan faktor penting dalam ekstraksi.

BAGAN KERJA



5 gr
Sampel

Pengecilan ukuran
Ada yang cukup digeprek saja, misal jahe,
kemiri
Ada yang harus dibuat bubuk, misal kedelai



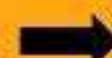
Sampel
dimasukan
Kedalam hulls



Ditimbang labu
lemak kosong +



Hulls
dimasukkan ke
soxlet



Diekstrak
dengan
hexana



Hulls dikeluarkan dari soxlet bila hexan sudah min. 7x turun (selesai ekstraksi)

Labu dan hulls



Dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C



Didinginkan dalam desikator



Ditimbang hingga bobot tetap

Perhitungan

$$\text{Lemak (wb)} = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

Dengan A = berat sampel + kertas saring sebelum soxhletasi

B = berat sampel + kertas saring setelah soxhletasi dan pengeringan

C = berat sampel sebelum soxhletasi



Persentase lemak diperhitungkan dari penurunan berat sampel → selisih berat sampel dianggap sebagai lemak yang “diambil” oleh pelarut

Pertanyaan

- Bagaimana cara analisis kadar lemak dari sampel cair seperti susu dan santan?

2. Bilangan peroksida

– Prinsip :

Pengukuran sejumlah iod yang dibebaskan dari kalium iodida (KI).

Iod dilepaskan dari KI akibat reaksi oksidasi oleh peroksida yang ada dalam sampel di dalam medium asam asetat-kloroform

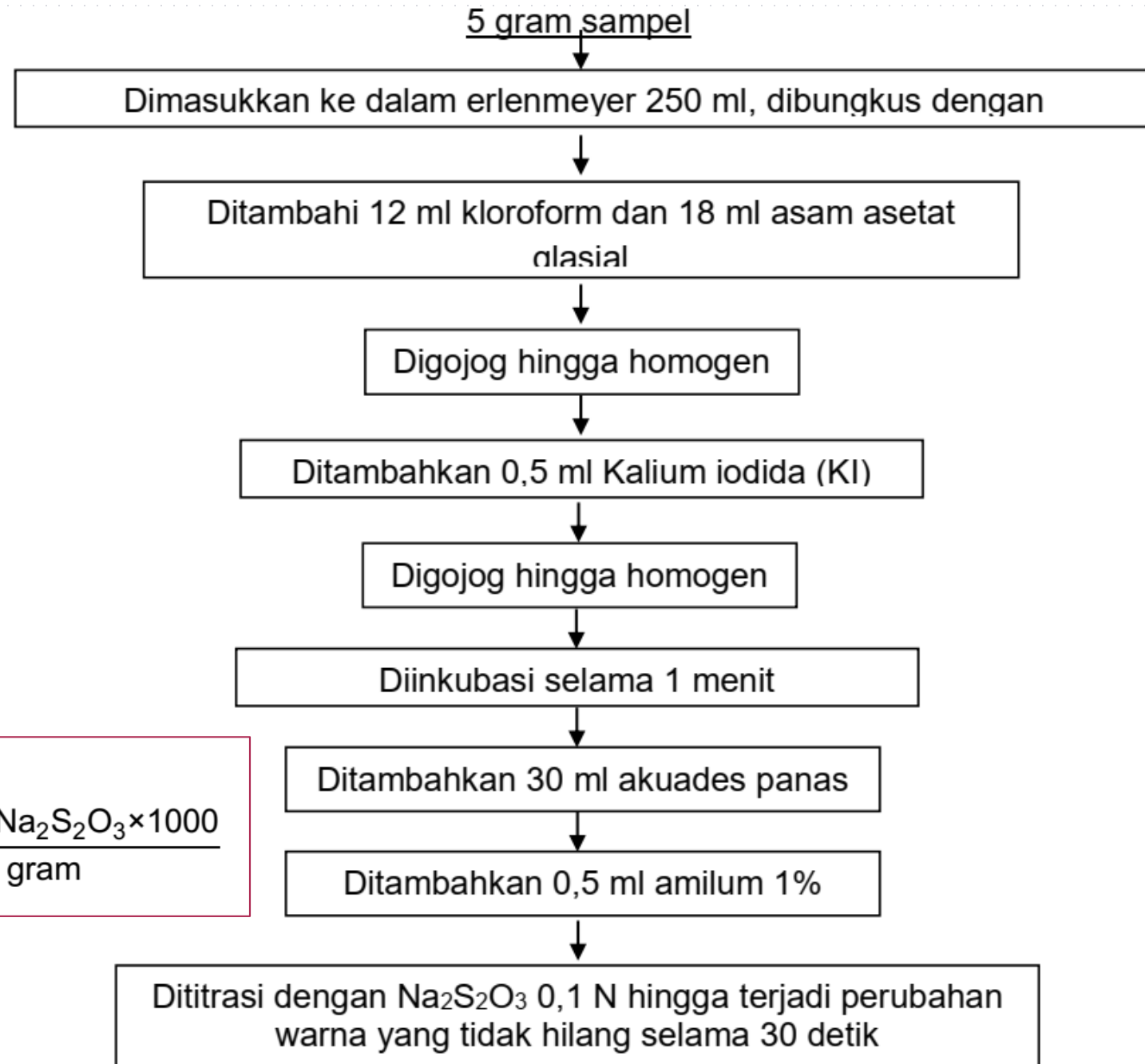
Minyak teroksidasi → peroksida → oksidasi KI → Iod lepas → dititrasi dengan Na-tiosulfat

$$\text{Bilangan peroksida (mek/kg)} = \frac{\text{ml Na-tiosulfat} \times \text{Normalitas} \times 1000}{\text{Berat contoh (g)}}$$

Alat dan Bahan

- Neraca analitik
- Buret
- Erlenmeyer 250 ml
- Stirer/shaker
- Pipet
- Pelarut, terdiri dari 60% asam asetat glasial dan 40% kloroform.
- Kalium iodida jenuh.
- Larutan pati 1%
- Natrium tiosulfat 0,1 N
- Akuades
- Minyak goreng curah
- ✦ Minyak goreng dalam kemasan
- ✦ Minyak goreng bekas
- ✦ Minyak zaitun
- ✦ Minyak sayur
- ✦ Minyak ikan
- ✦ Minyak kelapa
- ✦ Susu dalam kemasan
- ✦ Santan cair dalam kemasan

– Sebelum melakukan percobaan, sebanyak 150 ml akuades dipanaskan hingga hampir mendidih.



Rumus perhitungan

$$\text{Bilangan peroksida} = \frac{\text{Volume Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{Normalitas Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 1000}{\text{massa minyak dalam gram}}$$

Pertanyaan

- Mengapa titrasi menggunakan Na-tiosulfat dalam analisis bilangan peroksida?
- Mengapa indikator yang digunakan adalah pati?
- Apakah minyak yang sudah rusak selalu menunjukkan bilangan peroksida yang tinggi?
- Bagaimana peroksida terbentuk?

3. Angka asam (Asam lemak bebas)

- **Definisi :**

Banyaknya miligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram lemak atau minyak.

Angka asam yang besar → asam lemak tinggi → dari hidrolisis minyak karena proses pengolahan yang kurang baik. Semakin tinggi angka asam, kualitas minyak semakin rendah .

- **Prinsip :**

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

Bahan dan Alat

Bahan :

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

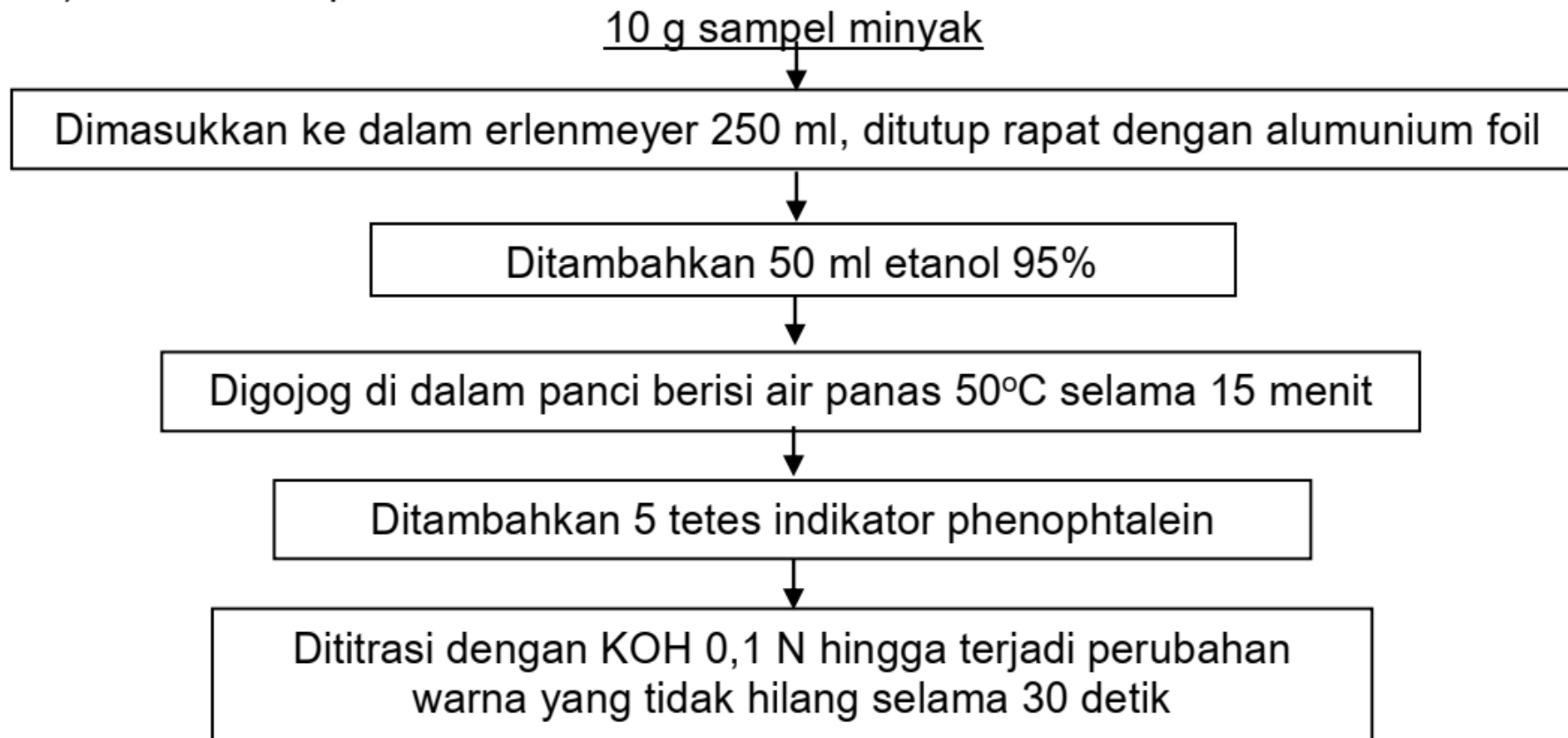
Peralatan :

Neraca analitik, Erlenmeyer 250 ml,
Buret

Bahan :

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

Prosedur Kerja



Rumus perhitungan

$$\text{Angka asam} = \frac{\text{Volume KOH} \times \text{Normalitas KOH} \times \text{Mr KOH}}{\text{massa minyak (gram)}}$$

Mr KOH = 56,11

Pertanyaan

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

Pertanyaan

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

4. Bilangan TBA

- **Bilangan TBA :**

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

- **Prinsip Analisis :**

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

- **Perhitungan :**

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

ALAT DAN BAHAN

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

- HCl 4 M
- Pereaksi TBA (0,2883 g/100 ml asam asetat glasial 90%). Pelarutan dapat dieprcepat dengan pemanasan dalam penangas air.
- Minyak goreng curah
- Minyak goreng dalam kemasan

- ✦ Minyak goreng bekas
- ✦ Susu cair dalam kemasan
- ✦ Santan cair dalam kemasan
- ✦ Minyak zaitun
- ✦ Minyak sayur
- ✦ Minyak ikan
- ✦ Minyak kelapa
- ✦ Minyak jagung

Prosedur Kerja

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

Prosedur Kerja

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

Pertanyaan

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



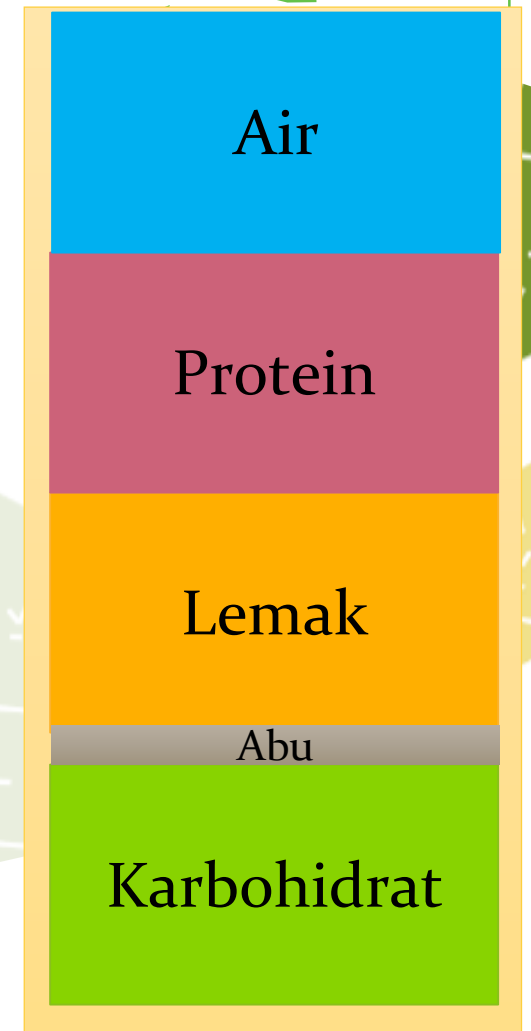
Analisis Kadar Karbohidrat

Teknologi Pangan
UAD
www.tp.uad.ac.id

Gula Reduksi
Gula Total
Amilosa
Serat kasar

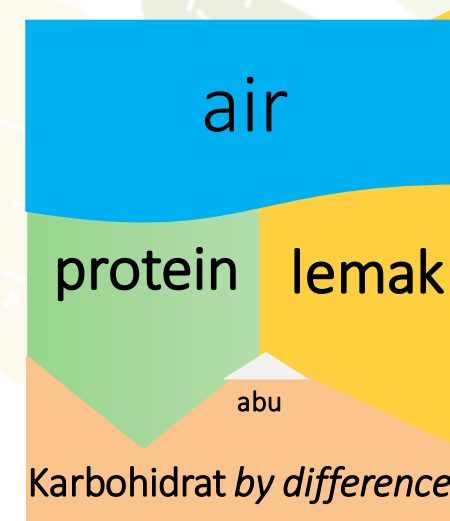
KARBOHIDRAT → by difference

- ✓ Kadar karbohidrat biasanya dihitung secara **by difference** artinya → *secara berbeda, yang berbeda, yang tersisa*
- ✓ *Yaitu 100% bahan – (kadar air + protein + lemak + abu)*
- ✓ Dianggap bahwa di dalam bahan pangan, porsi selain air, Protein, lemak, dan abu merupakan porsi karbohidrat.
- ✓ WHY?
- ✓ Karena jenis karbohidrat sangat beragam, berupa gula reduksi, gula non-reduksi, serat kasar, serat terlarut → masing-masing punya sifat berbeda → pengukuran karbohidrat harus dilakukan secara spesifik sesuai jenis karbohidratnya, apakah mau mengukur gula atau serat

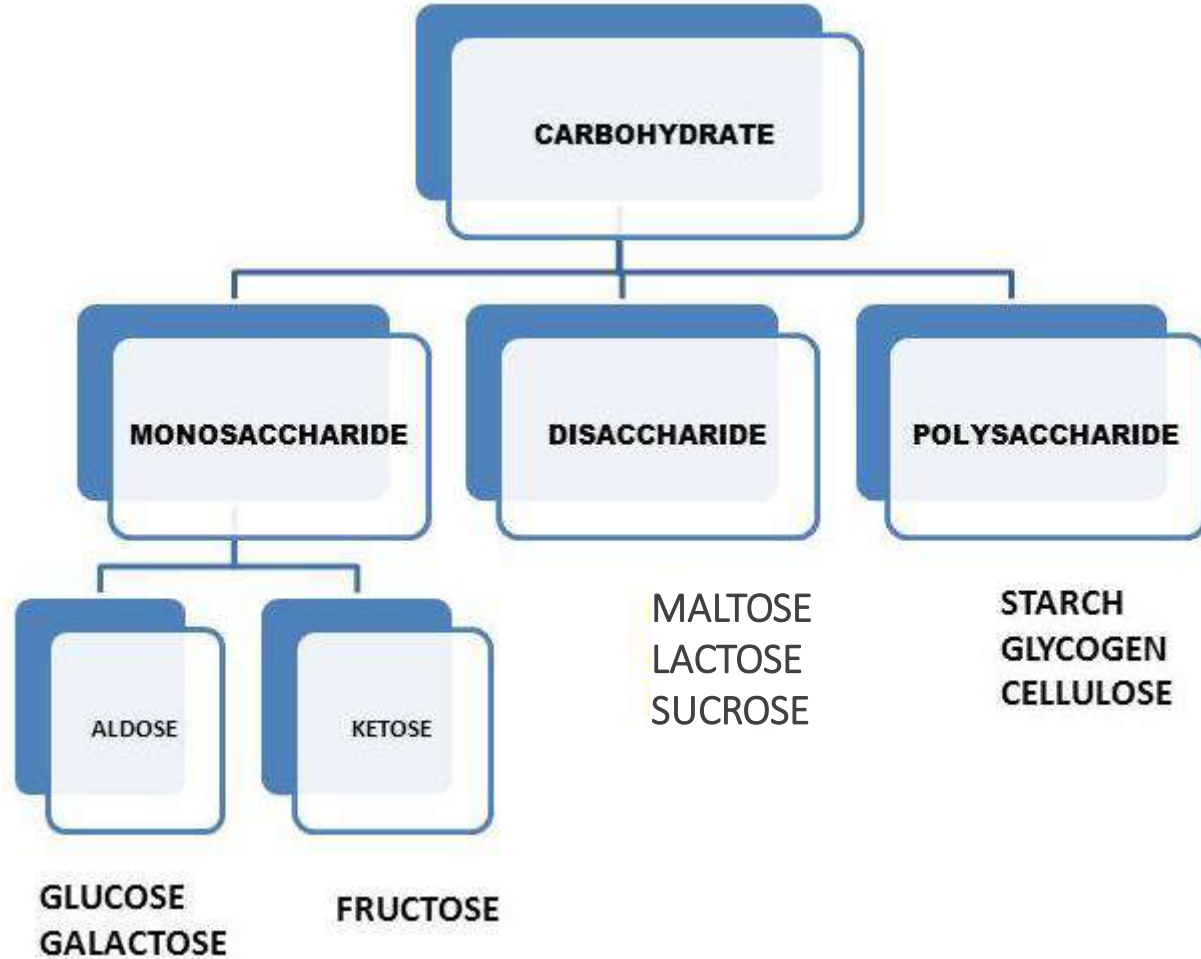


KARBOHIDRAT *by difference*

- ✓ Karena jenis karbohidrat ada bermacam-macam, maka persentase karbohidrat dalam bahan sering dihitung sebagai *BY DIFFERENCE* (dengan perbedaan)
- ✓ % KARBOHIDRAT *by difference* = 100% - (Kadar air + kadar abu + kadar lemak + kadar protein)
- ✓ Karbohidrat spesifik (gula reduksi, gula total, amilosa, serat kasar, serat terlarut, dsb) diuji dengan metode-metode pengujian yang spesifik pula untuk masing-masing bahan.

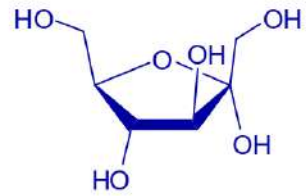


KLASIFIKASI KARBOHIDRAT

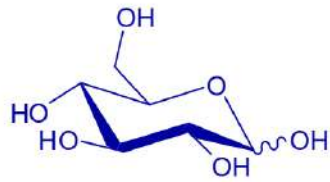


- ✓ Karbohidrat → polihidroksi aldehyd atau polihidroksi keton → rumus umum $(\text{CH}_2\text{O})_n$
- ✓ Monosakarida dan disakarida → rasa manis → gula
- ✓ Rasa manis disebabkan gugus hidroksil
- ✓ Polisakarida **tidak terasa manis** karena molekulnya sangat besar → tidak dapat dirasa oleh sel-sel kuncup rasa pada indera pengecap dalam lidah

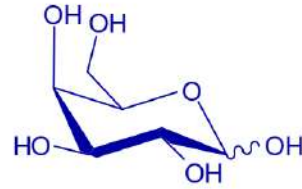
KLASIFIKASI KARBOHIDRAT



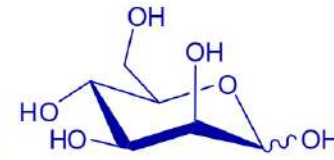
Fructose



Glucose

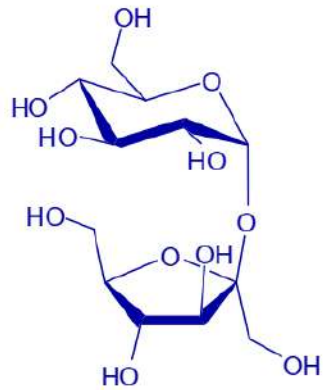


Galactose

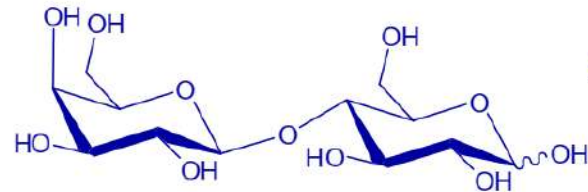


Mannose

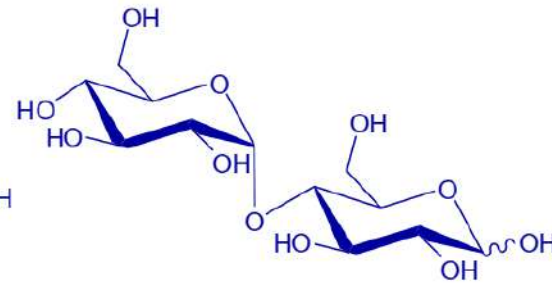
etc



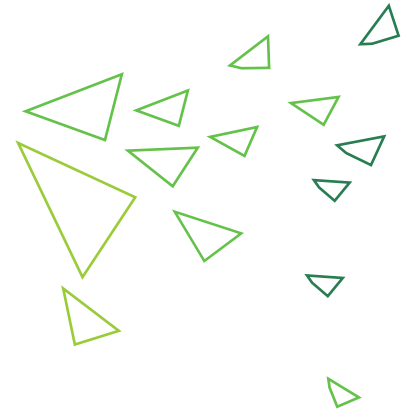
Sucrose



Lactose



Maltose



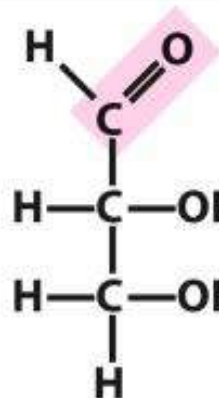
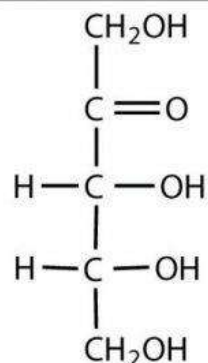
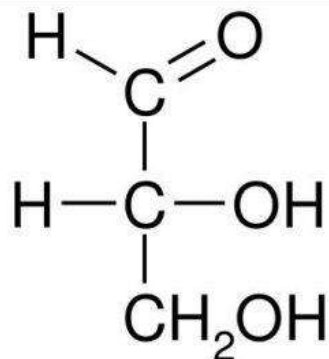
MONOSAKARIDA

- Monosakarida adalah monomer gula atau gula yang tersusun dari satu molekul gula atau sakarida yang hanya terdiri dari **satu unit polihidroksi aldehid atau keton**.
- Monosakarida tidak dapat dipecah menjadi molekul yang lebih sederhana.
- Berdasarkan letak gugus karbonilnya monosakarida dibedakan menjadi aldosa dan ketosa.
- **Aldehid** → gugus karbonil berada pada **posisi ujung rantai karbon**.
- **Keton** → Gugus karbonil berada pada **posisi lain**
- Sedangkan menurut jumlahnya monosakarida dibedakan menjadi triosa, tetrosa (Winarno, 1992).

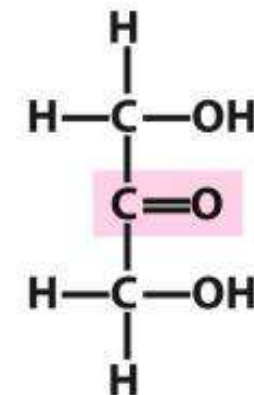
ALDOSE

VS

KETOSE



Glyceraldehyde,
an aldotriose



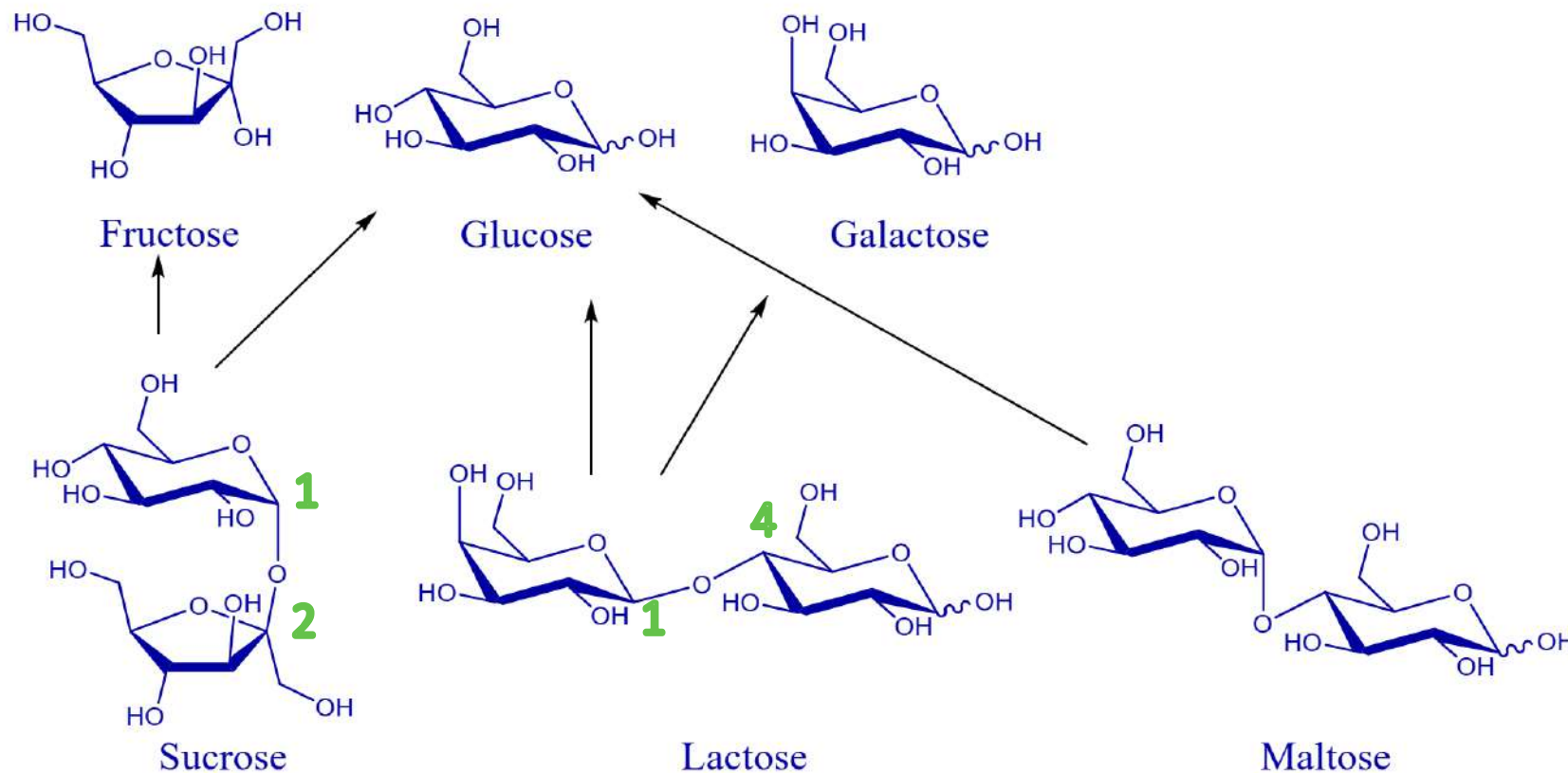
Dihydroxyacetone,
a ketotriose

DISAKARIDA

- Disakarida → polimer yang tersusun oleh dua molekul monosakarida → berikatan kovalen sesamanya
- Jika jumlahnya lebih dari dua disebut oligosakarida (terdiri dari 2-10 monomer gula)
- Ikatan antara dua molekul monosakarida → ikatan glikosidik → terbentuk antara gugus hidroksil dari atom C nomor satu yang disebut C anomerik dengan gugus hidroksil dari atom C pada molekul gula yang lain
- Contoh oligosakarida adalah maltosa, laktosa dan sukrosa (sakarosa)

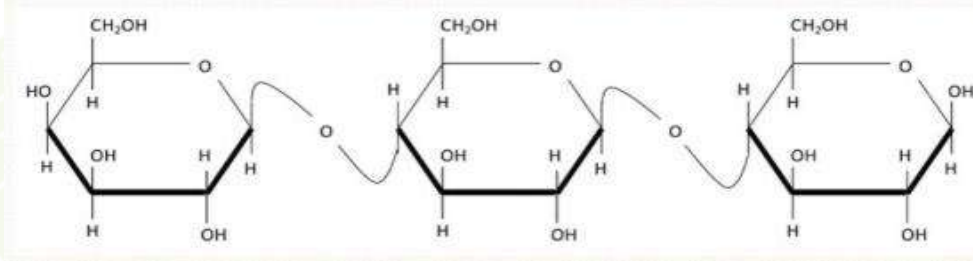
DISAKARIDA

- kebanyakan sakarida → ikatan glikosidik → segera terhidrolisis oleh asam, tetapi tahan terhadap basa → dapat dihidrolisis menghasilkan monosakarida bebas → **direbus dalam asam encer** (Lehninger, 1988)
- Contoh:
 - ❖ Sukrosa → glukosa + fruktosa → berikatan pada C₁ glukosa dan C₂ fruktosa → ikatan 1,2 glikosidik
 - ❖ Laktosa → galaktosa dan glukosa → berikatan pada C₁ galaktosa dan C₄ glukosa → ikatan 1 – 4 glikosidik

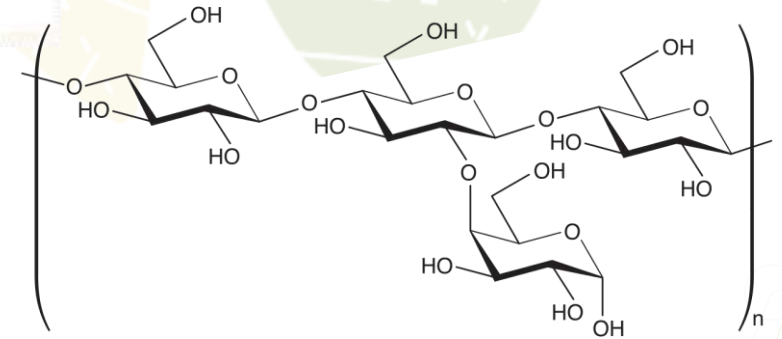


POLISAKARIDA

- Polisakarida → polimer yang tersusun oleh lebih dari lima belas monomer gula yang dapat berantai lurus atau bercabang dan dapat dihidrolisis dengan enzim.
- Hasil hidrolisis → sebagian akan menghasilkan oligosakarida
- Polisakarida dibedakan menjadi dua
 - ❑ homopolisakarida (karbohidrat yang mengandung satu jenis satuan dasar (monomer)



- ❑ heteropolisakarida (karbohidat yang mengandung lebih dari satu jenis satuan dasar) → seringkali berikatan dengan lipid atau protein



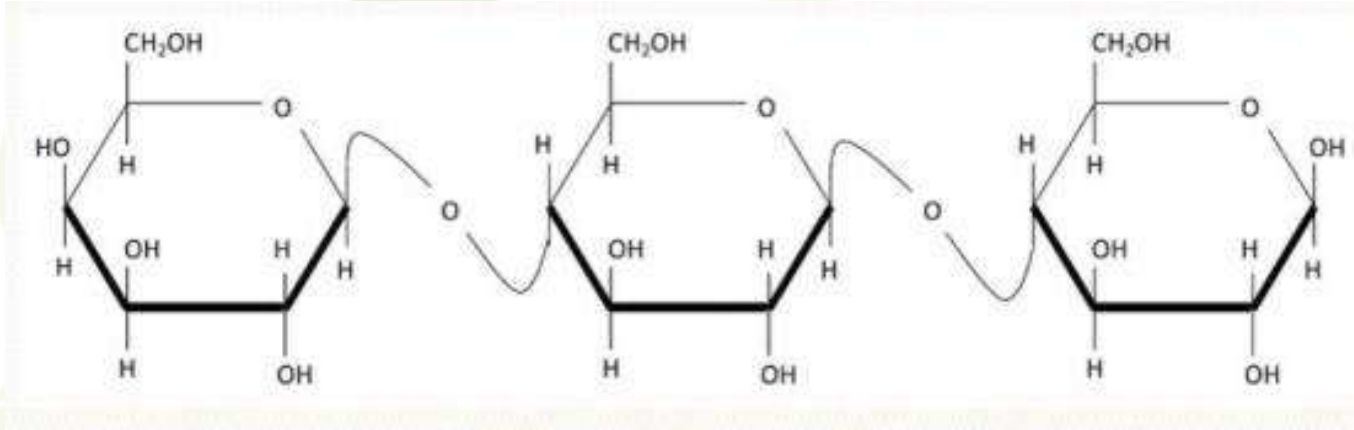
((1→2)-α-D-galacto)-(1→4)-β-D-glucan

POLISAKARIDA

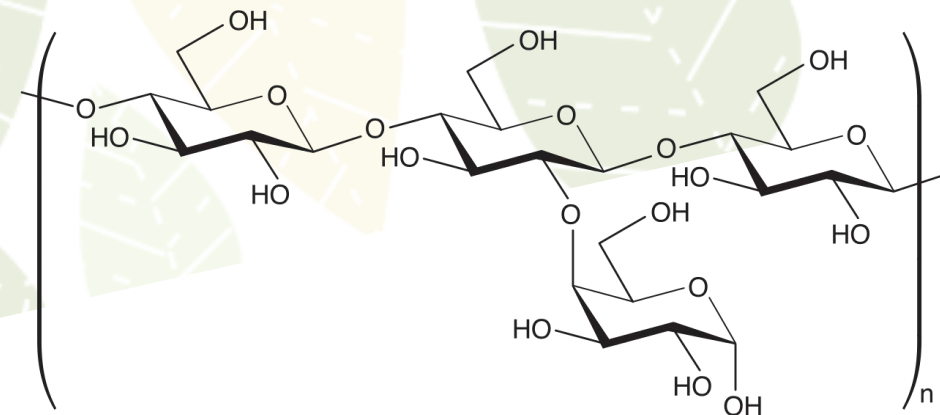
- Polisakarida → polimer yang tersusun oleh lebih dari lima belas monomer gula yang dapat berantai lurus atau bercabang dan dapat dihidrolisis dengan enzim.
- Hasil hidrolisis → sebagian akan menghasilkan oligosakarida
- Beberapa polisakarida yaitu amilum, glikogen, dekstrin dan selulosa

POLISAKARIDA

- Polisakarida dibedakan menjadi dua
 - ❑ homopolisakarida (karbohidrat yang mengandung satu jenis satuan dasar (monomer))



- ❑ heteropolisakarida (karbohidrat yang mengandung lebih dari satu jenis satuan dasar) → seringkali berikatan dengan lipid atau protein



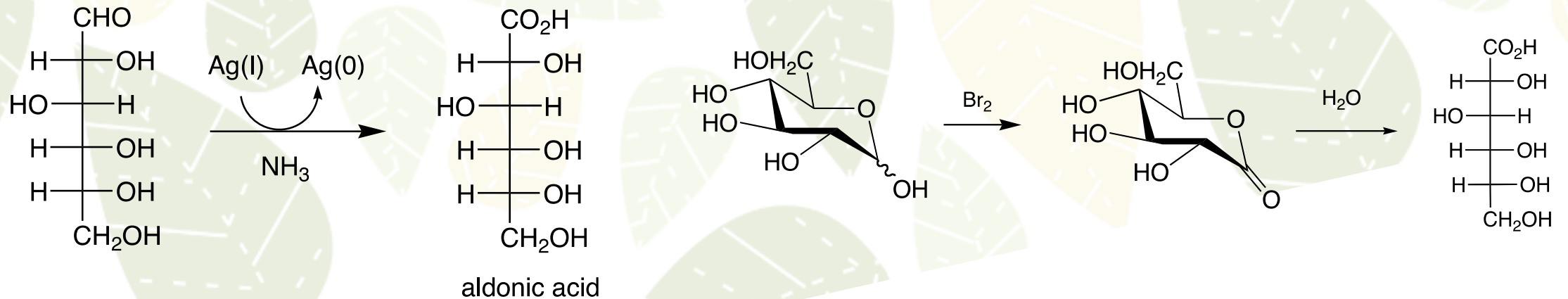
((1→2)-α-D-galacto)-(1→4)-β-D-glucan

FUNGSI ANALISIS KARBOHIDRAT SPESIFIK

- Nutrition labelling → penyebutan kadar gula dalam label → kadar monosakarida dan disakarida
- Memperkirakan kelarutan suatu bahan dalam air → gula larut air
- Menentukan kemungkinan terjadi reaksi pencoklatan → Reaksi Maillard → gula reduksi + protein
- Menentukan kualitas bahan → misal: madu murni vs madu campuran
- Sifat fungsional → Serat kasar → Resistant starch → baik untuk penderita diabetes

GULA REDUKSI

- Monosakarida yang mengandung gugus aldehyd dan gugus keton → dapat mereduksi senyawa-senyawa pengoksidasi seperti ferrisianida, hidrogen peroksida atau Cu^{2+} .
- gugus karbonil gula dioksidasi oleh senyawa pengoksidasi menjadi tereduksi.
- Glukosa dan gula lainnya yang dapat mereduksi senyawa pengoksidasi disebut gula pereduksi



Reducing sugars: carbohydrates that can be oxidized to aldonic acids.

GULA REDUKSI

Gula reduksi → gula yang mempunyai kemampuan untuk mereduksi disebabkan adanya **gugus hidroksi (OH) yang bebas dan reaktif** terhadap senyawa yang mengandung ion Fe dan Cu (Lehninger, 1982).

Aldosa → pada pada C₁

Ketosa → pada atom C₂.

Contoh disakarida yang bersifat sebagai gula pereduksi adalah maltosa.

GULA REDUKSI

Gula pereduksi → dapat bereaksi dengan asam amino dari protein seperti yang terjadi pada reaksi "Maillard", membentuk warna dan sifat-sifat lain yang berbeda (Winarno, 1996).

Monosakarida gula reduksi → glukosa, galaktosa, mannanosa, laktosa dan fruktosa.

Gula non reduksi adalah senyawa gula yang gugus karbonilnya berikatan dengan senyawa monosakarida lain sehingga tidak bebas lagi misalnya sukrosa

Jumlah keseluruhan gula reduksi dan gula non reduksi adalah gula total

ANALISIS GULA REDUKSI

Banyak cara yang dapat digunakan untuk menentukan banyaknya karbohidrat dalam suatu bahan → cara kimiawi, cara fisik, cara enzimatik atau cara biokimiawi, dan cara kromatografi.

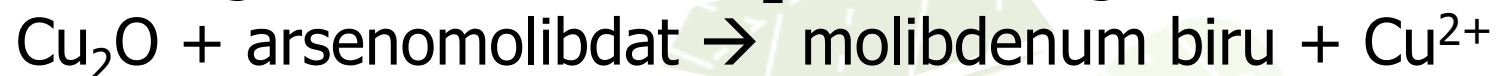
Penentuan karbohidrat golongan polisakarida dan oligosakarida (gula total) → perlu perlakuan pendahuluan → hidrolisis hingga diperoleh monosakarida.

Bahan harus dihidrolisis dengan asam atau enzim pada suatu keadaan tertentu.

Metode analisis Nelson-Somogyi

PRINSIP: daya pereduksi sakarida sederhana terhadap ion tembaga (Cupri) gula reduksi dioksidasi ion kupri oksidasi dalam suasana alkali → terbentuk **kuprooksida**

- Pereaksi Nelson → campuran garam-garam Cu-sulfat, Na-karbonat, Na-tartrat, Na-bikarbonat, dan Na-sulfat → membentuk larutan Cu-tartrat alkalis.
- Bila larutan tersebut direaksikan dengan suatu sakarida pereduksi → terbentuk **Kupro-oksida**.
- Bila senyawa Cupro-oksida direaksikan dengan Arsenomolibdat → reduksi Arsenomolibdat membentuk senyawa molibdenum biru → ditera dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 510 – 600 nm



Metode analisis Nelson-Somogyi

Untuk dapat menghitung kadar gula → diperlukan **kurva standar** yang tergantung pada jenis gula yang dianalisis.

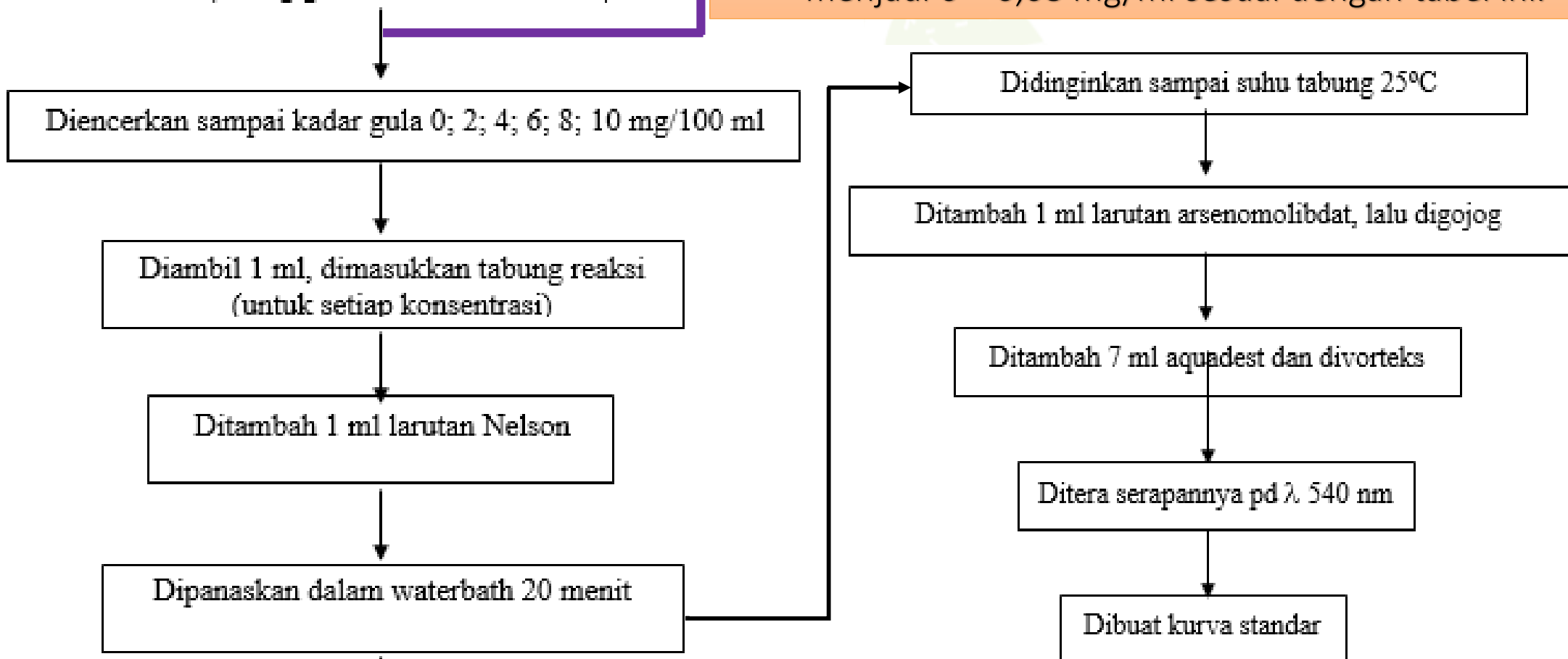
Untuk setiap jenis gula digunakan kurva standar tersendiri. Sehingga metode ini kurang sesuai untuk analisa campuran kompleks beberapa gula reduksi

Pembuatan kurva standar

Konst (mg/ml)	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
Stok Glukosa	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1
Aquades	1	0,8	0,6	0,4	0,2	0
Volume	1	1	1	1	1	1

glukosa standar
(10 mg glukosa anhidrat/100 ml)

Dari stok 10 mg/100 ml, kemudian diencerkan lagi menjadi 0 – 0,08 mg/ml sesuai dengan tabel ini.



Pembuatan kurva standar

Konst (mg/ml)	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
Stok Glukosa	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1
Aquades	1	0,8	0,6	0,4	0,2	0
Volume	1	1	1	1	1	1

10 mg/100 ml → 0,1 mg/ml

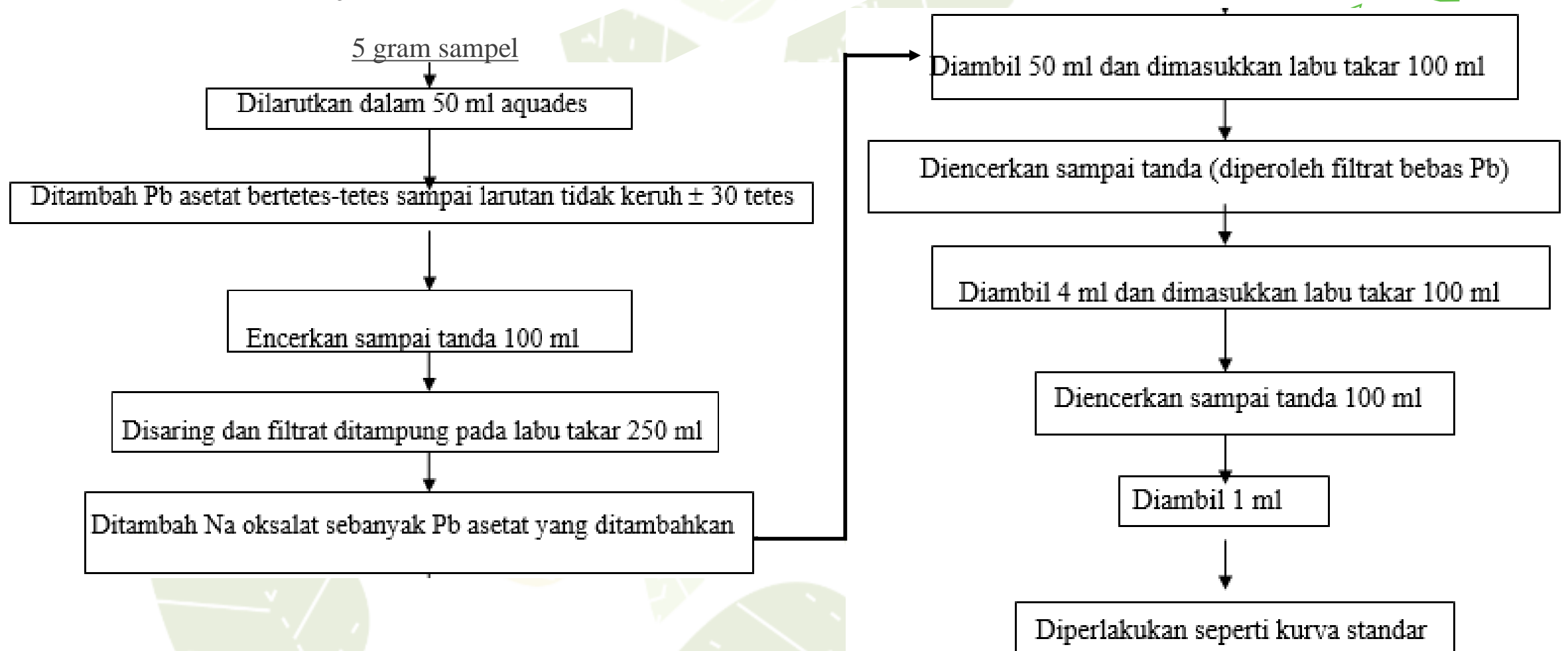
8 mg/100 ml → 0,08 mg/ml

.

.

2 mg/100 ml → 0,02 mg/ml

Analisis Sampel

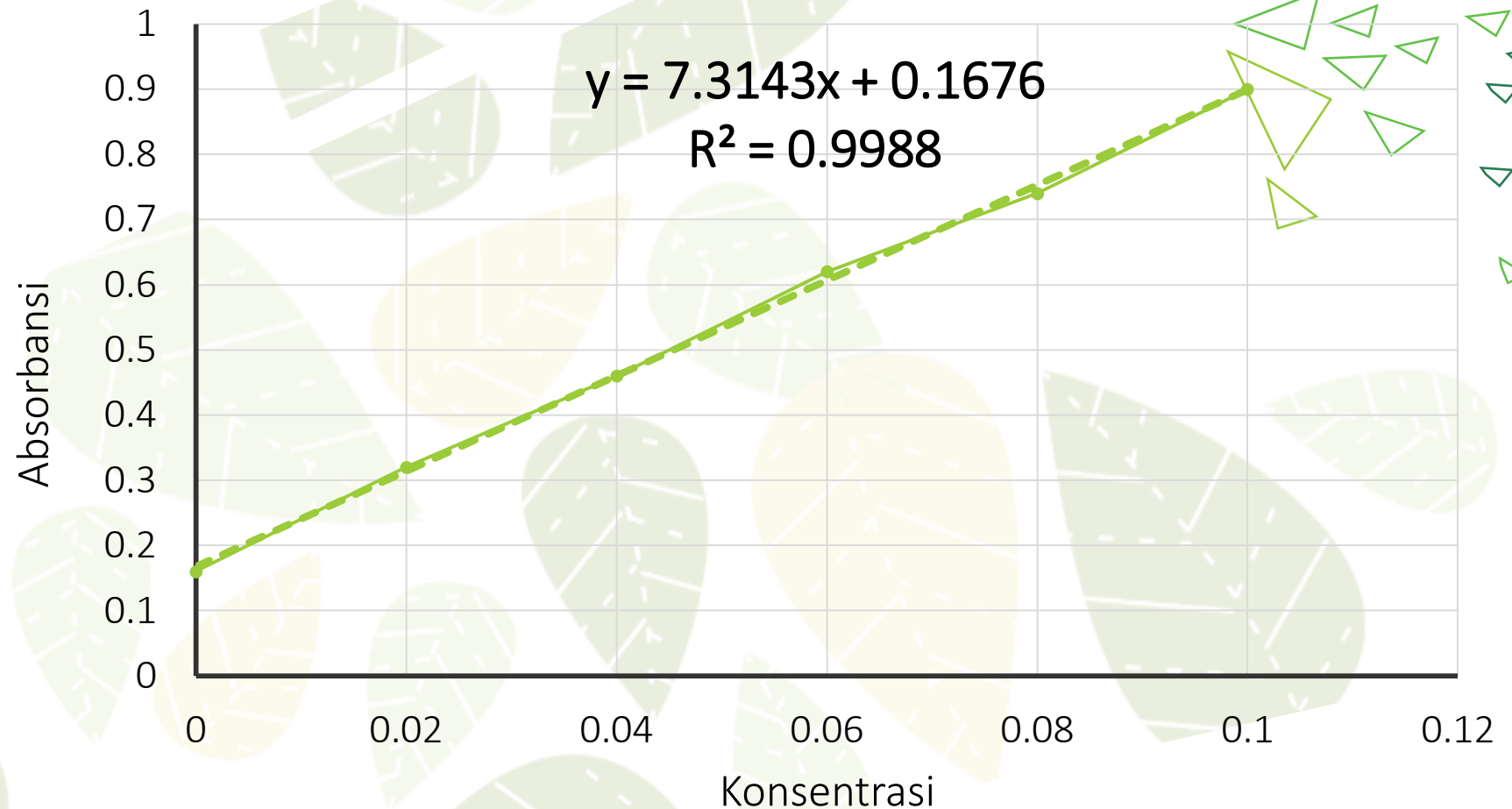


Fungsi Perlakuan

- ❑ Penambahan larutan Pb-asetat → mengendapkan asam amino, zat warna, dan asam-asam organik lainnya sehingga larutan menjadi jernih
 - logam Pb logam berat → dapat mengendapkan koloid dalam ekstrak
- ❑ Penambahan Pb-asetat setetes demi setetes → menghindari kelebihan Pb-asetat → dapat mempengaruhi polarisasi gula → dapat mempengaruhi dalam peneraan.
- ❑ Penambahan larutan Na-oksalat → menghilangkan kelebihan Pb → dapat mempengaruhi polarisasi dan pada saat pemanasan dapat terjadi interaksi dengan gula sehingga peneraan menjadi tidak tepat → untuk mengurangi dekstruksi senyawa gula.
- ❑ Penyaringan → menahan atau memisahkan zat-zat non-gula reduksi dari larutan, terutama zat-zat yang berukuran besar yang tidak dapat larut → Hasil penyaringan berupa **filtrat bebas Pb** → digunakan dalam penentuan kadar gula reduksi dan gula total.

Kurva Standar Glukosa

konst	abs
0	0.16
0.02	0.32
0.04	0.46
0.06	0.62
0.08	0.74
0.1	0.9



$$y = ax + b \rightarrow$$

$$x = \frac{y - b}{a}$$

$$\% \text{ gula reduksi (wb)} = \frac{x \times fp \times volume}{berat sampel (mg)} \times 100\%$$

Faktor Pengenceran

5 gram → 50 ml

50 ml → 100 ml

50 ml → 100 ml

4 ml → 100 ml

1 ml → metode nelson

$$\begin{aligned} \text{FP} &= \frac{50}{50} \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{4} \times \frac{100}{1} \\ &= 5000 \end{aligned}$$

FAKTOR PENGENCERAN → bukan standar, artinya bisa dibuat oleh peneliti

Harus dibuat sedemikian rupa sehingga

ABSORBANSI SAMPEL BERADA DI DALAM ABSORBANSI KURVA STANDAR

- Jika absorbansi terlalu tinggi/di atas kurva standar → sampel diencerkan → pengenceran ditambah
- Jika absorbansi terlalu rendah/di bawah kurva standar → pengenceran dikecilkan → mengambil larutan stok sampel

Faktor Pengenceran

5 gram → 50 ml

50 ml → 100 ml

50 ml → 100 ml

4 ml → 100 ml

50 ml → 100 ml

1 ml → metode nelson

$$FP = \frac{50}{50} \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{4} \times \frac{100}{1}$$
$$= 5000$$

$$FP = \frac{50}{50} \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{4} \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{1}$$
$$= 10.000$$

FAKTOR PENGENCERAN

- Jika absorbansi terlalu tinggi/di atas kurva standar
➔ sampel diencerkan ➔ pengenceran ditambah

Faktor Pengenceran

5 gram → 50 ml

50 ml → 100 ml

50 ml → 100 ml

8 ml → 100 ml

1 ml → metode nelson

$$FP = \frac{50}{50} \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{4} \times \frac{100}{1} = 5000$$

$$FP = \frac{50}{50} \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{8} \times \frac{100}{1} = 2500$$

FAKTOR PENGENCERAN

- Jika absorbansi terlalu rendah/di bawah kurva standar → pengenceran dikecilkan → mengambil larutan stok sampel
- **JANGAN MEMBUANG STOK SAMPEL HINGGA ANALISIS SELESAI!**

Contoh Perhitungan

Sampel	Berat sampel (mg)	Absorbansi
Ubi ungu	5001	0,17
	5003	0,18
	5002	0,20

$$y = 7.3143x + 0.1676$$

$$x_1 = \frac{0.17 - 0.1676}{7.3143} =$$

$$x_2 = \frac{0.18 - 0.1676}{7.3143} =$$

$$x_3 = \frac{0.2 - 0.1676}{7.3143} =$$

$$\% \text{ gula (wb)} = \frac{x \times fp \times volume}{berat \text{ sampel (mg)}} \times 100\%$$

$$\% \text{ gula (db)} = \frac{\% \text{ gula (wb)}}{1 - Ka}$$

ANALISIS GULA TOTAL

GULA REDUKSI

GULA INVERT →
gula non-reduksi yang diubah
menjadi gula reduksi agar
bisa diukur jumlahnya

BEREAKSI DENGAN
OKSIDAN

TIDAK BEREAKSI DENGAN OKSIDAN.

LALU NGUKURNYA GIMANA??

YA DIUBAH DULU MENJADI GULA REDUKSI

ANALISIS GULA TOTAL

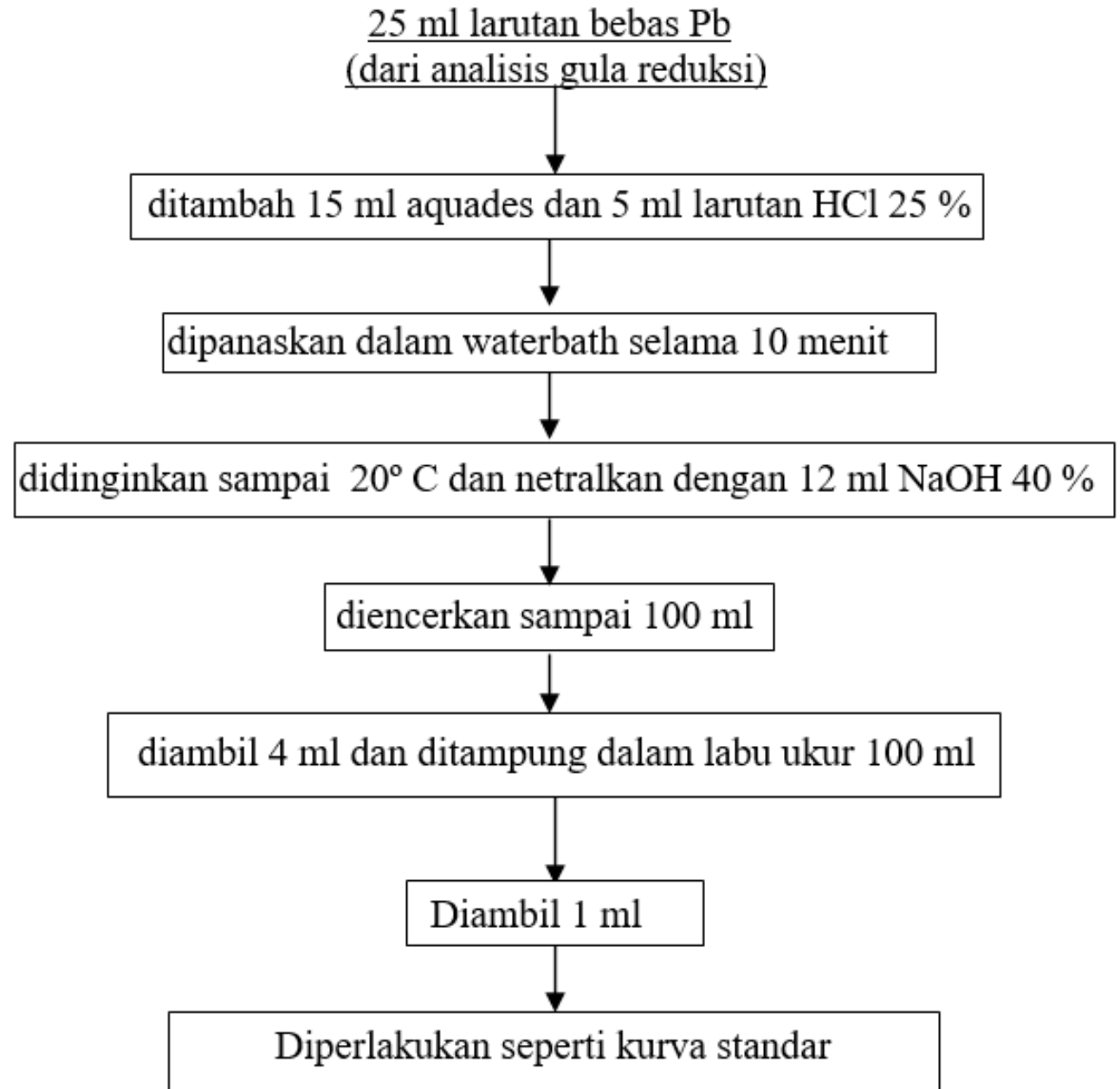
Gula total adalah keseluruhan gula dalam bahan, yaitu gula reduksi dan gula nonreduksi.

Prinsip dari penentuannya hampir sama dengan penentuan gula reduksi.

Perbedaan → penambahan HCl 25 % → bertujuan menghidrolisis disakarida menjadi monosakarida yang bersifat reduktif → **tidak** semua disakarida bersifat reduktif

Selisih antara kadar gula reduksi dengan gula total → dianggap sebagai disakarida

ANALISIS GULA TOTAL



The background of the slide is decorated with various green and yellow leaves of different shapes and sizes, some with white vein patterns. A central white rectangular box with a thin green border contains the main title text.

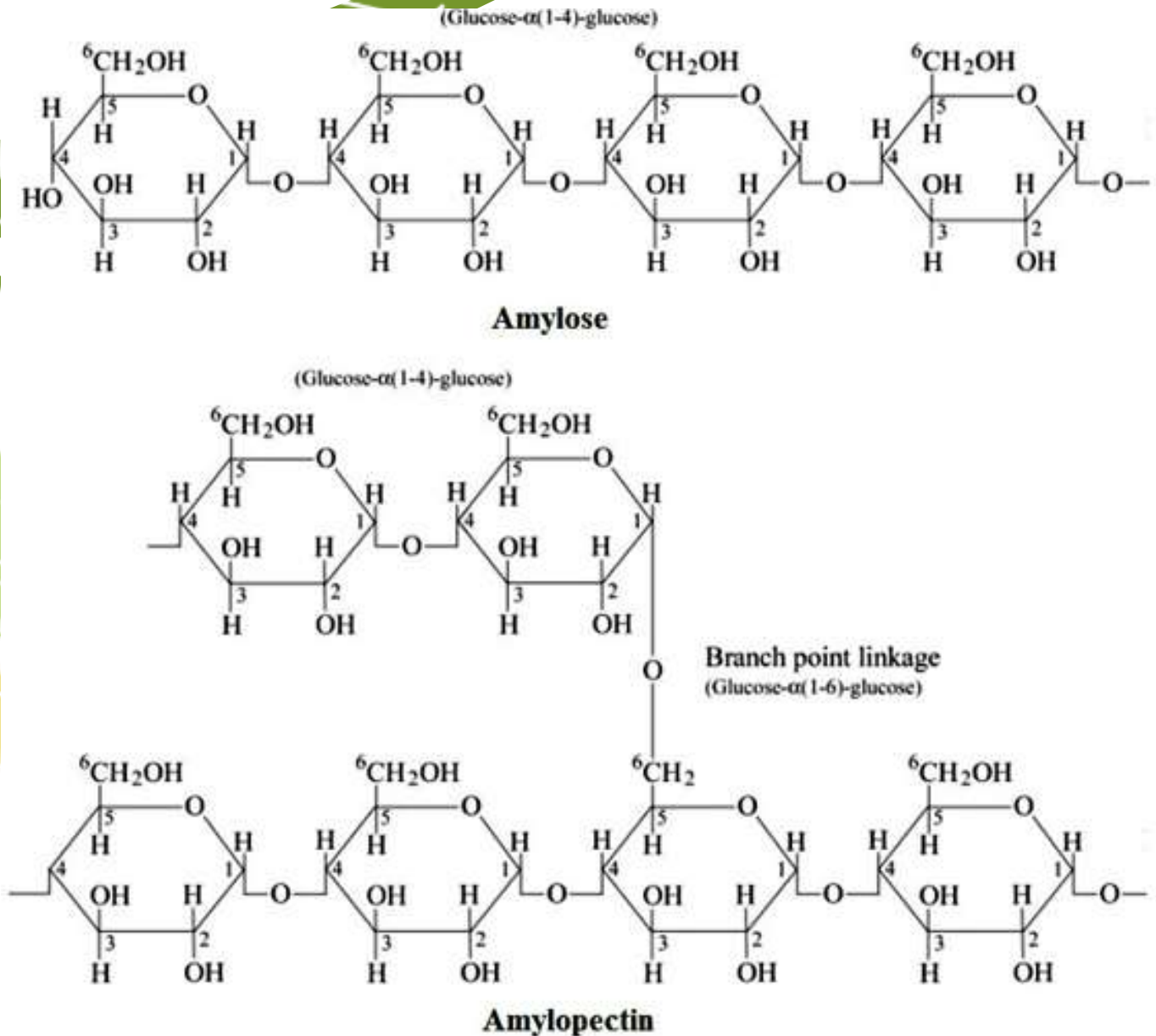
METODE ANALISIS AMILOSA – SERAT KASAR

AMILOSA

- Penyusun PATI bersama dengan Amilopektin
- Pati disusun oleh dua fraksi yang dapat dipisahkan oleh air panas.
- Fraksi terlarut → amilosa; fraksi tidak terlarut → amilopektin.
- Amilosa & amilopektin disusun oleh monomer α -D-glukosa yang berikatan satu sama lain melalui ikatan glikosidik.
- Perbedaan amilosa & amilopektin →
 1. pembentukan percabangan pada struktur linearnya,
 2. ukuran derajat polimerisasi,
 3. ukuran molekul
 4. pengaturan posisi pada granula pati.
- Amilosa dan amilopektin → menentukan karakteristik fisik, kimia dan fungsional pati.
- Amilosa → karakteristik gel → amilosa berpengaruh pada pembentukan gel.
- Untuk memisahkan amilosa dari amilopektin perlu dilakukan gelatinasi dalam air pada suhu dan tekanan tinggi

AMILOSA

- Amilosa → polimer lurus D-glukosa yang dihubungkan oleh ikatan α -1,4-glikosidik dengan struktur cincin piranosa.
- Banyaknya gugus hidroksil yang terdapat dalam senyawa polimer glukosa tersebut menyebabkan amilosa bersifat hidrofilik



Gambar 10. Struktur Amilosa dan Amilopektin

ANALISIS AMILOSA

- Kadar amilosa ditentukan dengan metode kolorimetri → reaksi antara amilum dan iod
- Sampel dibuat mengalami gelatinisasi dengan pemanasan dalam larutan NaOH dan etanol 95% pada suhu 100°C selama 10 menit → pati terdispersi → pH alkalis → Granula-granula amilopektin yang tidak larut dilarutkan dengan alkohol.
- Untuk mencegah pengendapan atau pembentukan gumpalan → ditambah basa kuat NaOH 1 N → berfungsi memperbesar kelarutan dan mempercepat gelatinisasi saat pemanasan.
- Sampel dinetralkan dengan asam asetat hingga pH 4,5-4,7 kemudian ditambahi iodium.

ANALISIS AMILOSA

- Alkohol → 1 ml etanol 95% → memisahkan amilosa dan amilopektin → amilopektin yang ada akan terikat oleh etanol.
- Pendinginan bertujuan agar gula yang telah terhidrolisis tidak mengalami oksidasi.
- Iodin ditambahkan → membentuk kompleks amilum-iod **berwarna biru**
- Amilopektin yang terlarut (terikat) pada etanol tidak akan bereaksi dengan iod.
- Warna biru yang terbentuk dapat ditera absorbansinya pada λ 625 nm
- Absorbansi yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan kadar amilosa dalam bahan secara tidak langsung, yaitu dengan membandingkannya dengan kurva standar amilosa.

SERAT KASAR

- Serat kasar → karbohidrat yang tidak dapat dicerna oleh organ tubuh manusia ataupun hewan, contoh: selulosa, hemiselulosa, dan lignin.
- Serat kasar sangat penting dalam penilaian kualitas bahan makanan karena angka ini merupakan indeks dan menentukan nilai gizi bahan makanan tersebut.
- Kandungan serat kasar dapat digunakan untuk mengevaluasi suatu proses pengolahan, misalnya proses penggilingan atau proses pemisahan antara kulit dan kotiledon → Kalau kandungan serat kasar terlalu tinggi, berarti penggilingan **tidak berjalan baik**
- Persentase serat kasar dapat dipakai untuk menentukan kemurnian bahan atau efisiensi suatu proses.

ANALISIS SERAT KASAR

- Prinsip: Perebusan bahan pangan menggunakan H_2SO_4 dan NaOH mendidih, sehingga bahan-bahan non serat bisa larut dan yang tersisa adalah serat pangan
- Sampel dimasukkan dalam *Fiber cap system* (lihat gambar)



Sampel dalam fibercap dipanaskan selama 30 menit di atas kompor yang sudah dilengkapi dengan kondensor yang berfungsi agar selama proses pemanasan, air pada H_2SO_4 **tidak menguap**

Jika menguap konsentrasi dari H_2SO_4 akan menjadi tinggi → pemekatan.

Adanya pemekatan asam → hidrolisis senyawa lain → pengujian tidak akurat.

ANALISIS SERAT KASAR

- Sampel didinginkan → disaring dengan kertas saring biasa, filtrat tersebut dibuang.
- Residu dicuci dengan menggunakan aquades panas sebanyak dua kali → menghilangkan gula reduksi dalam pati dan H_2SO_4 yang tersisa, dan agar bahan yang menempel pada kertas saring larut, tidak tertinggal pada kertas saring.
- sampel lalu direbus dalam 200 ml NaOH → melarutkan non serat yang larut dalam basa dan menghidrolisis residu.
- Sampel disaring → menggunakan kertas saring yang **sudah ditimbang beratnya** → residu dicuci lagi dengan air panas sebanyak dua kali → untuk mempercepat pelarutan amilosa dan NaOH yang masih tersisa.
- Pencucian terakhir → 10 ml etanol → berfungsi melarutkan lemak yang terdapat dalam residu sehingga tidak mengganggu dalam analisis.
- Residu dalam kertas saring dimasukkan ke dalam oven, dikeringkan selama satu hari → ditimbang sampai diperoleh berat konstan → **BERAT SERAT KASAR**



Selamat
ujian ya

^ _ ^

kalle@email.com

www.kalle.com



Perhitungan Analisis Kadar Gula

Teknologi Pangan
UAD
www.tp.uad.ac.id

Gula Total – Gula Reduksi



~ MENENTUKAN FAKTOR PENGECERAN ~

Bagaimana cara menentukan FP analisis gula reduksi agar absorbansi larutan bisa masuk absorbansi kurva standar?

1. Perkirakan kadar glukosa dalam bahan lewat literatur.
2. Hitung berapakah angka pembagi agar konsentrasi gula bisa berada DI ANTARA KONSENTRASI kurva standar (2 – 10 mg/100 ml atau 0,02 – 0,1 mg/ml) → kadar gula dalam sampel *dibagi* suatu angka di dalam konsentrasi kurva standar.

MENGAPA DEMIKIAN?

TENTUNYA AGAR ABSORBANSI SAMPEL BERADA DI ANTARA ABSORBANSI KURVA STANDAR.

~ MENENTUKAN FAKTOR PENGECERAN ~

CONTOH

Akan diuji kadar gula reduksi suatu sampel madu. Menurut SNI 3545:2013, kadar gula reduksi madu minimal adalah 65%. Berarti setiap 1 gram madu (alias 1000 mg madu), berat gula reduksinya minimal 650 mg. Kita perkirakan bahwa madu tersebut berkadar gula reduksi 650 mg.

Ambil suatu angka di dalam konsentrasi kurva standar → misalnya 6,5 mg/100 ml atau 0,065 mg/ml

Agar bisa masuk kurva standar, maka madu harus diencerkan sebanyak:

$$FP = \frac{650}{0,065} = 10.000$$



~ MERENCANAKAN PROSES PENGENCERAN ~

- ♣ Jika sudah mendapat FP, kita harus merencanakan bagaimana mengencerkannya, disesuaikan dengan pipet dan labu ukur yang ada di lab.
- ♣ Misalnya di lab hanya memiliki labu ukur untuk pengenceran berukuran 100 ml dan 50 ml saja, maka kita harus mengencerkan dengan volume maksimal 100 atau 50 ml
- ♣ Untuk mencapai angka FP, buatlah pembilang dengan angka 100 atau 50. Perkirakan konsentrasi gula di setiap larutan hasil pengenceran.



~ MERENCANAKAN PROSES PENGENCERAN ~

CONTOH

FP yang dikehendaki 10.000

Angka ini bisa dicapai pada seri pengenceran → 100 x 100

$$\begin{aligned} \text{FP} &= \frac{100}{1} \times \frac{100}{1} \\ &= 10.000 \end{aligned}$$

1 gram madu dilarutkan dengan akuades 100 ml (larutan A) 650 mg/100 ml → 6,5 mg/ml

Dipipet 1 ml larutan A, diencerkan hingga 100 ml (larutan B) 6,5 mg/100 ml → 0,065 mg/ml

Diambil sampel 1 ml → 0,065 mg/ml → setiap ml larutan C diperkirakan mengandung 0,065 mg gula

→ Masuk perkiraan kurva standar



~ MERENCANAKAN PROSES PENGECERAN ~

CONTOH

FP yang dikehendaki 10.000

Angka ini bisa dicapai pada seri pengenceran → 10 x 10 x 100

$$\begin{aligned} \text{FP} &= \frac{50}{5} \times \frac{50}{5} \times \frac{100}{1} \\ &= 10.000 \end{aligned}$$

1 gram madu dilarutkan dengan akuades 50 ml (larutan A) 650 mg/50 ml → 13 mg/ml

Dipipet 5 ml larutan A, diencerkan hingga 50 ml (larutan B) 65 mg/50 ml → 1,3 mg/ml

Dipipet 5 ml larutan B, diencerkan hingga 100 ml (larutan C) 6,5 mg/100 ml → 0,065 mg/ml

Diambil sampel 1 ml → 0,065 mg/ml → setiap ml larutan C diperkirakan mengandung 0,065 mg gula

→ Masuk perkiraan kurva standar



~ GULA TOTAL VS GULA REDUKSI ~

GULA TOTAL

GULA REDUKSI

GULA NON-REDUKSI

GULA INVERT →
gula non-reduksi yang diubah
menjadi gula reduksi agar
bisa diukur jumlahnya

BEREAKSI DENGAN OKSIDAN

TIDAK BEREAKSI DENGAN OKSIDAN.

LALU NGUKURNYA GIMANA??

YA DIUBAH DULU MENJADI GULA REDUKSI → GULA INVERT

1. PERHITUNGAN KURVA STANDAR

Kurva standar glukosa menggambarkan absorbansinya pada kadar tertentu → semakin tinggi kadar glukosa, semakin tinggi absorbansi

Sehingga kurva standar dapat dipakai untuk memperkirakan **berapa kadar glukosa sampel** jika absorbansinya diketahui dari analisis.

sumbu y → Absorbansi glukosa sumbu x → Konsentrasi glukosa

$$Y = aX + b$$

$$X = \frac{Y - b}{a}$$

$$Y = aX - b$$

$$X = \frac{Y + b}{a}$$



2. PERHITUNGAN GULA REDUKSI SAMPEL

- Dari analisis gula reduksi → diketahui absorbansi sampel (y) dan **FP**
- Dari persamaan kurva, dihitung $X_{\text{konsentrasi}}$ gula reduksi sebelum inversi (mg/ml)

$$X = \frac{Y - b}{a}$$

- Dari X, dihitung kadar gula reduksi (mg/g)

$$GR_{\text{awal}} = \frac{X \times \text{volume sampel (ml)} \times FP}{\text{berat awal sampel (gram)}}$$



3. PERHITUNGAN GULA INVERT

- Gula non-reduksi dihidrolisis → dianalisis → diketahui absorbansi sampel (y) dan **FP**
- Dari persamaan kurva, dihitung $X_{\text{konsentrasi}}$ gula reduksi setelah inversi (mg/ml)

$$X'' = \frac{Y'' - b}{a}$$

- Dari X, dihitung kadar gula reduksi (mg/g)

$$GR_{\text{inversi}} = \frac{X'' \times \text{volume sampel (ml)} \times \text{FP}}{\text{berat awal sampel (gram)}}$$

- Dihitung Kadar Gula Invert (mg/g)

$$\text{Kadar Gula Invert} = GR_{\text{inversi}} - GR_{\text{awal}}$$



4. PERHITUNGAN KADAR SUKROSA

- Setelah diketahui kadar gula invert, dihitung kadar sukrosa
Kadar Sukrosa = Kadar gula invert x 0.95
- **0,95** → faktor konversi gula invert menjadi sukrosa

$$FK = \frac{\text{BM sukrosa}}{2 \text{ BM glukosa}} = \frac{342}{2 \times 180} = 0,95$$

Sukrosa → disakarida → tersusun dari 2 monomer fruktosa dan glukosa

Jika semua gula invert dianggap sebagai glukosa, maka konversi gula invert ke sukrosa harus memakai faktor konversi.

Secara sederhana, jika kadar gula invert 360 mg/g → setara 342 mg/g sukrosa

Jika kadar gula invert 36 mg/g → setara 34,2 mg/g sukrosa
(kadar sukrosa 95% atau 0,95 dari kadar gula invert)

5. PERHITUNGAN KADAR GULA TOTAL

➤ Kadar gula total (mg/g)



$$\begin{aligned} \text{Kadar Gula Total} &= \text{Gula reduksi} + \text{Gula non-reduksi} \\ &= \text{GR}_{\text{awal}} + \text{Kadar Sukrosa} \end{aligned}$$



CONTOH SOAL

Kurva standar analisis gula reduksi metode Nelson-Somogyi disiapkan dengan glukosa murni konsentrasi antara 1 – 9 mg/100ml, akan digunakan dalam analisis kadar madu yang diperkirakan berkadar gula total $\pm 84\%$ dan kadar gula reduksi $\pm 75\%$.

Bagaimana cara melakukan preparasi sampel madu tersebut? Berapa gram sampel ditimbang, dilarutkan jadi berapa ml?

Jika nilai persamaan kurva standar adalah **$Y = 0,0735 X + 0,0949$**

Nilai absorbansi madu:

1. Analisis GULA REDUKSI: 0,098
2. Analisis GULA TOTAL: 0,097

BERAPA KADAR GULA TOTAL DAN GULA REDUKSI sampel madu?

(Catatan: nilai absorbansi gula total tidak secara langsung menentukan kadar, harus dihitung dulu kadarnya lewat perhitungan)

Jawaban

Menentukan FP dan rencana pengenceran

Dalam 1 gram madu → 840 mg gula total dan 750 mg gula reduksi

konsentrasi kurva standar glukosa → 1 – 9 mg/100ml → 0,01 – 0,09 mg/ml

Misal konsentrasi gula reduksi madu akan dibuat menjadi **0,06 mg/ml**

$$\text{FP}_{\text{gula reduksi awal}} = 750 / 0,06 = 12.500 \rightarrow \begin{array}{ccc} 5 & \times & 25 & \times & 100 \\ \downarrow & & \downarrow & & \downarrow \\ \frac{100}{20} & \times & \frac{100}{4} & \times & \frac{100}{1} \end{array}$$

Untuk gula total, karena konsentrasi gula total lebih besar, kita bisa menentukan FP terlebih dahulu yang lebih besar dari FP gula reduksi 25.000

Rencana pengenceran:

1 gram madu dilarutkan dalam 100 ml akuades (larutan A) → digojok sampai larut

Diambil **20 ml**, diberi perlakuan Pb asetat dan Na oksalat, lalu diencerkan hingga **100 ml** (larutan B, bebas timbal)


Diambil **4 ml**, diencerkan hingga **100 ml** (larutan C) → Diambil 1 ml sampel → pengujian nelson

Jawaban

Menentukan FP dan rencana pengenceran

Untuk gula total, karena konsentrasi gula total lebih besar, kita bisa menentukan FP terlebih dahulu yang lebih besar dari FP gula reduksi 25.000

$$25.000 = 12.500 \times 2 \rightarrow 5 \times 25 \times 2 \times 100$$



$$\frac{100}{20} \times \frac{100}{25} \times \frac{50}{4} \times \frac{100}{1}$$



Rencana pengenceran:

1 gram madu dilarutkan dalam **100 ml** akuades (larutan A)

Diambil **20 ml**, diberi perlakuan Pb asetat dan Na oksalat, lalu diencerkan hingga 100 ml (larutan B, bebas timbal)

Diambil 25 ml, dihidrolisis dengan HCl lanjut NaOH, diencerkan hingga 50 ml (larutan C)

Diambil 4 ml larutan C, diencerkan hingga 100 ml (larutan D) → diambil 1 ml sampel → pengujian nelson

Jawaban

Menentukan kadar gula reduksi dan gula total

Diketahui

- Nilai absorbansi madu:

Analisis GULA REDUKSI $\rightarrow Y = 0,0995$

Analisis GULA TOTAL $\rightarrow Y'' = 0,0975$

- Persamaan kurva standar: **$Y = 0,0949 + 0,0735 X$**

$a=0,0735$

$b=0,0949$

- FP gula reduksi: 12.500; FP gula total: 25.000

1. Konsentrasi gula reduksi awal $\rightarrow X_{\text{gula reduksi awal}} = (y - b)/a = (0,0995 - 0,0949)/0,0735 = 0,0558$
2. Kadar gula reduksi awal $\rightarrow GR = X \times V \times FP/\text{berat awal} = 0,0558 \times 1 \times 12.500/1 = 782,31 \text{ mg/g}$
3. Konsentrasi gula reduksi setelah inversi $\rightarrow X'' = (y'' - b)/a = (0,0978 - 0,0949)/0,0735 = 0,0354$
4. Kadar gula reduksi awal $\rightarrow GR'' = X'' \times V \times FP/\text{berat awal} = 0,0354 \times 1 \times 25.000 = 884,35 \text{ mg/g}$
5. Kadar gula invert = $GR'' - GR = 884,35 - 782,31 = 102,04$
6. Kadar sukrosa = $102,04 \times 0,95 = 96,938$
7. Kadar gula total = $GR + \text{kadar sukrosa} = 782,31 + 96,938 = 879,248 \text{ mg/g}$

KESIMPULAN

Dari hasil analisis, kadar gula reduksi dan gula total madu masing-masing 782,31 mg/g dan 879,248 mg/g, atau sekitar 78% dan 88%, **LEBIH TINGGI DARI PERKIRAAN AWAL** gula reduksi $\pm 75\%$ dan gula total $\pm 84\%$.





HAPPY UTS
ya

^ _ ^

