

Analisis Laboratorium ZAT GIZI DALAM PANGAN

Buku ini merupakan edisi pertama yang disusun untuk memenuhi kebutuhan pembelajaran tentang analisis zat gizi pangan. Oleh karena itu kami sadar susunan dan isi buku ini masih jauh dari sempurna dan tetap membutuhkan koreksi dan perbaikan berkelanjutan.

Bab-bab dalam buku ini tidak dimaksudkan sebagai referensi rinci, tetapi sebagai pengantar umum untuk topik dan tekniknya. Instruktur, laboran, ataupun dosen mungkin harus memberikan rincian lebih lanjut tentang topik tertentu kepada mahasiswa. Prosedur yang diberikan dimaksudkan untuk membantu menjelaskan prinsip-prinsip dan memberikan beberapa contoh, tetapi tidak dimaksudkan untuk disajikan secara rinci yang memadai untuk benar-benar melakukan analisis spesifik.

Buku ini tersusun dari 11 bab yang disusun secara sistematis untuk memudahkan setiap mahasiswa memahami isinya. Bagian Pertama modul ini membahas mengenai peralatan kaca yang akan digunakan saat praktikum, bagian kedua secara garis besar menjelaskan petunjuk pelaksanaan pengukuran dan penetapan kadar nutrisi dalam material, zat warna sintesis, analisis bahan pemanis dan bahan pengawet, penentuan iodium serta vitamin.

UPT BADAN PENERBIT UNM

Alamat: Gedung Perpustakaan Lt.1 Kampus Gunung Sari Baru
Jl. Raya Pendidikan 90222, Kota Makassar, Sulawesi Selatan
Telp/WA +62 852-5522-0015 +62 853-9750-1407 +62 822 3292 8654
Email: badanpenerbit@unm.ac.id | badanpenerbitunm@gmail.com
website: badanpenerbit.unm.ac.id



Guruh Amir Putra & Nurussyariah Hammado

Analisis Laboratorium ZAT GIZI DALAM PANGAN

Badan Penerbit UNM

Analisis Laboratorium ZAT GIZI DALAM PANGAN

GURUH AMIR PUTRA, S.GZ., MSI
NURUSSYARIAH HAMMADO



Badan Penerbit UNM

ANALISIS LABORATORIUM ZAT GIZI DALAM PANGAN

GURUH AMIR PUTRA
NURUSSYARIAH HAMMADO



Badan Penerbit UNM

ANALISIS LABORATORIUM ZAT GIZI DALAM PANGAN

Hak Cipta @ 2023 oleh Guruh Amir Putra,
Nurussyariah Hammado

Hak cipta dilindungi undang-undang
Terbitan Februari 2023
Cetakan Pertama Februari 2023

Diterbitkan oleh **Badan Penerbit UNM**
Gedung Perpustakaan Lt. 1 Kampus UNM Gunungsari
Jl. Raya Pendidikan 90222
Tlp./Fax. (0411) 865677 / (0411) 861377
Email: badanpenerbit@unm.ac.id &
badanpenerbitunm@gmail.com
Website: badanpenerbit.unm.ac.id

Layouter: Muhammad Rafli Pradana, S.Ds.
(Badan Penerbit UNM)

ANGGOTA IKAPI No. 011/SSL/2010
ANGGOTA APPTI No. 006.063.1.10.2018

***Dilarang memperbanyak buku ini dalam bentuk
apapun tanpa izin tertulis dari penerbit***

iii, 85 hlm; 23 cm

ISBN 978-623-387-162-4

KATA PENGANTAR

Segala puji terpanjat kehadirat Allah SWT. Salam dan shalawat juga tercurah kepada Nabi Muhammad SAW. Atas hidayah-Nya kami akhirnya dapat menyelesaikan penyusunan buku Analisis Laboratorium Zat Gizi dalam Pangan. Buku ini merupakan edisi pertama yang disusun untuk memenuhi kebutuhan pembelajaran tentang analisis zat gizi pangan. Oleh karena itu kami sadar susunan dan isi buku ini masih jauh dari sempurna dan tetap membutuhkan koreksi dan perbaikan berkelanjutan.

Bab-bab dalam buku ini tidak dimaksudkan sebagai referensi rinci, tetapi sebagai pengantar umum untuk topik dan tekniknya. Instruktur, laboran, ataupun dosen mungkin harus memberikan rincian lebih lanjut tentang topik tertentu kepada mahasiswa. Prosedur yang diberikan dimaksudkan untuk membantu menjelaskan prinsip-prinsip dan memberikan beberapa contoh, tetapi tidak dimaksudkan untuk disajikan secara rinci yang memadai untuk benar-benar melakukan analisis spesifik.

Buku ini tersusun dari 11 bab yang disusun secara sistematis untuk memudahkan setiap mahasiswa memahami

isinya. Bagian Pertama modul ini membahas mengenai peralatan kaca yang akan digunakan saat praktikum, bagian kedua secara garis besar menjelaskan petunjuk pelaksanaan pengukuran dan penetapan kadar nutrisi dalam material, zat warna sintetis, analisis bahan pemanis dan bahan pengawet, penentuan iodium serta vitamin.

Kami menyadari bagaimana pun bagus teori dalam kuliah tetapi kalau tidak ditunjang dengan praktek di laboratorium akan membuat mahasiswa tidak memiliki pengalaman yang sebenarnya. Buku ini akan sangat membantu mahasiswa dan juga profesi sejenis agar memiliki kelayakan dan pengalaman dalam mengaplikasikan teori yang telah diberikan. Dalam proses pembuatan dan penyusunan buku Analisis Laboratorium Zat Gizi Dalam Pangan ini, kami banyak mendapatkan hambatan dan tantangan, namun berkat kerjasama tim sehingga dapat kami diselesaikan tepat waktu. Semoga modul ini bermanfaat bagi proses pembelajaran.

Makassar, November 2022

Tim Penulis

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	iii
I. PERALATAN KACA (GLASSWARE) LABORATORIUM	1
II. PENETAPAN KADAR AIR	17
III. PENETAPAN KADAR PROTEIN	23
IV. PENETAPAN KADAR LEMAK KASAR	29
V. PENETAPAN KADAR KARBOHIDRAT	33
VI. PENETAPAN KADAR SERAT KASAR	39
VII. PENETAPAN KADAR ABU DAN MINERAL	43
VIII. ZAT WARNA SINTESIS	57
IX. ANALISIS BAHAN PEMANIS DAN BAHAN PENGAWET	63
X. PENENTUAN IODIUM DALAM GARAM BERIODIUM	73
XI. PENENTUAN VITAMIN C SECARA KUANTITATIF DAN KUALITATIF	79
DAFTAR PUSTAKA	85

Bagian I
PERALATAN KACA
(GLASSWARE)
LABORATORIUM

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Laboratory Glassware atau disebut juga sebagai kumpulan peralatan laboratorium yang terbuat dari bahan kaca, dan digunakan dalam percobaan ilmiah, terutama dalam laboratorium kimia dan biologi.

Peralatan Laboratory Glassware umumnya dipakai karena sifat kaca yang inert (tidak bereaksi dengan zat kimia), transparan, dan tahan panas untuk beberapa aplikasi, Bukan hanya kaca biasa, tetapi kaca bahan kuarsa digunakan untuk bahan pembuatan Laboratory Glassware. Hal itu karena sifatnya yang tahan terhadap panas pada temperatur yang tinggi dan memiliki sifat terawang di beberapa spektrum elektromagnetis.

Kaca memang bahan yang bagus untuk digunakan sebagai peralatan Laboratory Glassware, karena kelebihan yang dimiliki. Namun, tidak bisa di pungkiri bahwa kaca juga memiliki sifat mudah pecah. Untuk itu dalam pemakaian Laboratory Glassware, haruslah dengan hati-hati dan sesuai dengan prosedur. Beberapa contoh glassware adalah tabung reaksi, gelas kimia, gelas ukur, labu takar, labu Erlenmeyer, dll.

Tabung Reaksi. Tabung Reaksi adalah sebuah tabung yang terbuat dari sejenis kaca atau plastik yang dapat menahan perubahan temperatur dan tahan terhadap reaksi kimia. Tabung Reaksi ada yang dilengkapi dengan tutup ada juga yang tanpa tutup. Terdiri dari berbagai ukuran tergantung kebutuhan. Tabung Reaksi disebut juga Test Tube atau Culture tube. Culture Tube adalah tabung reaksi tanpa bibir yang biasanya digunakan untuk pembiakan mikroorganisme dalam medium cair.

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Fungsi tabung reaksi Antara lain adalah:

1. Sebagai tempat untuk mereaksikan bahan kimia
2. Untuk melakukan reaksi kimia dalam skala kecil
3. Sebagai tempat perkembangbiakan mikroba dalam media cair



Seperti dengan namanya, fungsi tabung reaksi adalah sebagai tempat dimana kita mereaksikan bahan kimia dalam laboratorium. Alat ini terbuat dari bahan kaca bening sehingga proses reaksi kimia didalam tabung ini dapat terlihat jelas oleh analis. Tabung ini juga mempunyai sifat tahan

terhadap panas / api, karena seperti kita ketahui beberapa proses reaksi kimia berjalan dengan membutuhkan panas. Beberapa macam reaksi yang biasanya menggunakan tabung ini adalah reaksi oksidasi / reaksi reduksi.

Tabung reaksi mempunyai variasi ukuran baik dari segi panjang ataupun diameternya, untuk itu kita harus memastikan tujuan penggunaan dari tabung ini sebelum membelinya. Berikut ini adalah beberapa varian dari panjang tabung ini yaitu 23 ; 12 ; 14 ; 22 ; 15 ; 16 ; 11 centimeter, sedangkan untuk diameternya bervariasi dari 2.2 ; 1 ; 1.2 ; 1.9 ; 1.6 centimeter. Selain dari ukuran, tabung ini juga ada 2 macam yaitu dilengkapi dengan tutup dan tidak dilengkapi dengan tutup.

Untuk mempermudah pekerjaan di laboratorium kimia, dalam penggunaan tabung reaksi ini biasanya kita juga menggunakan rak tabung reaksi dan penjepit tabung reaksi yang juga dijual dalam berbagai ukuran.

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

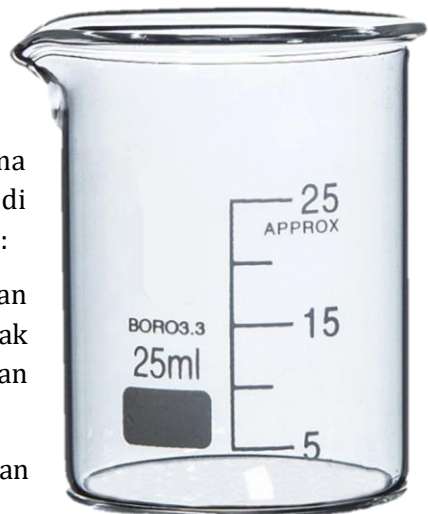
Tabung reaksi merupakan salah satu alat yang diperlukan pada setiap percobaan kimia, karena itu kita sering menjumpai alat peraga sikat tabung reaksi ini di laboratorium kimia. Fungsi utama dari sebuah pipet sikat tabung reaksi ini adalah membersihkan tabung reaksi, gelas kimia, labu ukur dan lain-lain setelah digunakan.

Gelas Kimia atau Beaker glass. Fungsi Beaker glass. Beaker glass adalah sebuah wadah berbentuk silinder dengan dasar yang rata dan pada mulutnya terdapat moncong atau paruh kecil yang berfungsi sebagai corong untuk menuangkan cairan agar tidak tumpah ke mana-mana.

Gelas kimia biasanya terbuat dari kaca borosilikat yang tahan panas hingga suhu 200°C. Ada juga beaker glass yang terbuat dari bahan plastik seperti polietilena, polipropilena dan PTFE. Tapi ada juga yang terbuat dari logam seperti stainless steel atau aluminium.

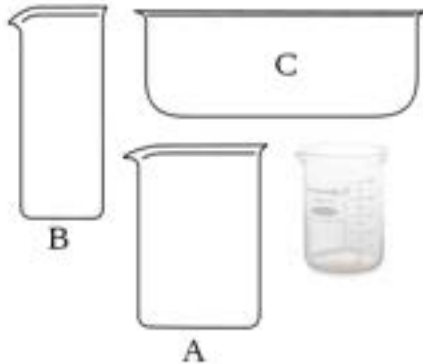
Seperti halnya Labu ukur, gelas beaker juga dilengkapi dengan garis-garis skala penunjuk volume dengan ukuran beragam. Setidaknya ada 3 fungsi utama beaker gelas yang biasa dimanfaatkan di laboratorium, yaitu:

1. Untuk mengukur volume larutan atau bahan yang tidak membutuhkan tingkat ketelitian yang tinggi.
2. Sebagai wadah untuk menyimpan dan membuat larutan.
3. Sebagai wadah untuk memanaskan bahan di atas hot plate, khusus untuk beaker glass yang terbuat dari kaca borosilat.



Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Macam-macam gelas Beaker / gelas kimia. Secara umum di ketahui ada 3 jenis gelas beaker di lihat dari bentuknya, yaitu:



1. Gelas Kimia Griffin

/A. Gelas beaker Griffin adalah model beaker gelas yang paling umum

kita jumpai di laboratorium. Gelas griffin bentuknya standar yaitu agak rendah dengan ketinggian 1,4 kali diameter lengkap dengan paruh dan moncong yang berfungsi sebagai corong. Disebut gelas griffin karena gelas ini di rancang oleh John Joseph Griffin.

2. Gelas Kimia Berzelius / B. Gelas kimia Berselius bentuknya lebih ramping dan tinggi dengan ukuran tinggi 2 kali diameternya. Beaker gelas tiper berzelius ini biasa di gunakan untuk titrasi. Disebut gelas berzelius karena di rancang oleh Jöns Jacob Berzelius.

3. Gelas Kimia datar (flat beaker glass) / C. Gelas kimia datar ini disebut juga crystallizers, karena sebagian besar digunakan untuk melakukan kristalisasi, tetapi sering juga digunakan sebagai wadah untuk digunakan dalam hot- bath pemanasan. Gelas ini biasanya tidak memiliki skala datar.

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Labu Erlenmeyer. Fungsi Labu Erlenmeyer adalah digunakan untuk proses titrasi untuk menampung larutan yang akan dititrasi. Dalam mikrobiologi, erlenmeyer digunakan untuk pembiakan mikroba. Erlenmeyer tidak dapat digunakan untuk mengukur volume

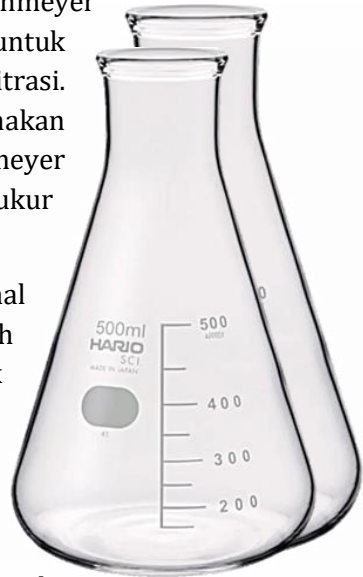
Labu Erlenmeyer, juga dikenal sebagai labu berbentuk kerucut, adalah jenis labu laboratorium yang banyak digunakan. Memiliki tubuh berbentuk kerucut, leher silinder dan dilengkapi dengan dasar yang datar.

Cara kerja Erlenmeyer adalah dengan tutup asah digunakan untuk pencampuran reaksi dengan pengocokkan kuat yang biasanya digunakan untuk mencampurkan reaksi dengan kecepatan lemah.

Labu Erlenmeyer biasanya dibuat dari kaca borosilikat sehingga dapat dipanaskan di atas api atau di autoklaf. Ukuran Erlenmeyer mempunyai beragam ukuran, antara lain: Erlenmeyer 25 mL, 50 mL, 100 mL, 125 mL, 500 mL, dan 1000 mL. Biasanya Erlenmeyer tidak mempunyai tutup. Penutup Erlenmeyer dapat berupa plastik atau gabus penyumbat dan kaca.

Jadi secara umum ada 7 fungsi utama, diantaranya yaitu :

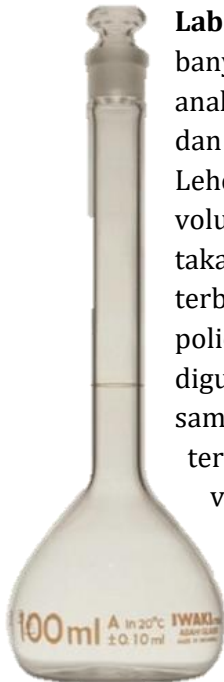
1. Mengukur dan mencampur bahan-bahan analisa,
2. Menampung larutan, bahan padat ataupun cairan,
3. Meracik dan melarutkan bahan-bahan komposisi media,
4. Tempat kultivasi mikroba dalam kultur cair,
5. Tempat untuk melakukan titrasi bahan



Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Erlenmeyer dengan tutup asah digunakan untuk titrasi dengan pengocokkan kuat, dihubungkan dengan alat ekstraksi, alat destilasi dan sebagainya.

Erlenmeyer tanpa tutup asah digunakan untuk titrasi dengan pengocokkan lemah hingga sedang.



Labu Takar. labu takar merupakan peralatan yang banyak digunakan dalam laboratorium kimia analisis. Labu takar mempunyai bentuk alas bulat dan leher panjang dengan mulut sempit. Pada lehernya terdapat tanda batas yang menunjukkan volume sebagai mana tertera pada badan labu takar. Labu takar dilengkapi dengan penutup yang terbuat dari bahan – bahan kimia seperti polietilen atau dapat juga dari gelas. Labu takar digunakan untuk keperluan pengenceran larutan sampai dengan volume tertentu sebagai mana tertera dalam badan labu takar. Pembacaan volume larutan dilakukan pada tanda yang melingkar pada leher labu dengan membaca miniskus. ketelitian pembacaan volume pada suhu tertentu biasanya tertera pada badan labu.

Fungsi labu ukur adalah Untuk membuat larutan dengan konsentrasi tertentu dan mengencerkan larutan dengan keakurasian yang tinggi, biasanya digunakan untuk mendapatkan larutan zat tertentu yang nantinya hanya digunakan dalam ukuran yang terbatas hanya sebagai sampel dengan menggunakan pipet.

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Labu Kjeldhal. Labu kjeldahl adalah salah satu jenis gelas kimia, Labu ini hamper mirip dengan Labu Erlenmeyer hanya saja labu ini sering digunakan untuk destruksi bahan makanan dalam proses penentuan kadar protein khususnya makanan berbentuk padat, Labu kjeldahl terbuat dari bahan gelas atau bisa juga bahan pyrex, bentuknya menyerupai labu dan memiliki corong leher silinder yang cukup panjang. Bagian bawahnya sangat cembung sehingga tak bisa membuat labu ini otomatis berdiri karena itu seringkali beaker glass digunakan untuk menyanggah labu ini agar berdiri. Labu Kjeldahl sering digunakan pada proses destruksi protein atau analisa protein dengan menggunakan metode Kjeldahl. Pada analisa protein (destruksi), sampel yang akan diuji dimasukkan kedalam labu Kjeldahl secukupnya. Kemudian tambahkan dengan pelarut (pada umumnya Kalium Sulfat atau Asam Sulfat) lalu dipanaskan hingga mendidih dan berhenti berasap. Dinginkan, lalu hubungkan dengan alat destilasi.



Labu Didih atau sering disebut Labu Dasar Bulat (dalam bahasa Inggris: Boiling Flask) ini adalah sebuah alat laboratorium yang digunakan untuk mendapatkan larutan zat tertentu yang akan digunakan sebagai sampel. Labu ini berfungsi untuk memanaskan larutan dan menyimpan larutan. Labu didih terbuat dari gelas (glassware) yang berbentuk seperti labu dengan berbagai macam jenis leher, mulai dari *single track*, *double track* hingga *triple track*. Labu didih memiliki 2 bentuk dengan

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

fungsingnya yang sama. Yaitu mulai dari yang bundar (round bottom) dan yang rata (flat bottom). Keduanya berfungsi untuk memanaskan bahan. Selain itu dapat juga digunakan untuk menyimpan bahan karena saat diletakan di meja, posisinya akan lebih stabil.

Pemakaian Labu didih sangat dibutuhkan dan banyak dipergunakan dalam laboratorium. Kegunaannya yang vital yaitu sebagai alat pendeteksi larutan zat kimia yang akan dipergunakan pada prosesnya.

Alat ini termasuk alat yang praktis dibanding alat pelarut zat lainnya, karena memiliki bentuk yang kecil dan mudah disimpan serta dapat dirangkai menjadi Soxhlet.

Soxhlet Extractor pada awalnya dirancang untuk ekstraksi lipida dari bahan padat. Soxhlet Extractor digunakan bila senyawa yang diinginkan memiliki kelarutan terbatas dalam pelarut, dan pengotornya tidak larut dalam pelarut tersebut. Hal ini memungkinkan untuk operasi yang tidak terpantau dan tidak terkelola sementara dengan efisien menuangkan sejumlah kecil pelarut untuk melarutkan sejumlah besar bahan.

Pelarut dipanaskan sampai refluks. Uap pelarut bergerak ke atas lengan distilasi, dan membanjiri ruang yang menampung bidik padat. Kondensor memastikan bahwa setiap uap pelarut mendingin, dan menetes kembali ke dalam ruang yang menampung bahan padat. Ruang yang berisi bahan padat perlahan terisi dengan pelarut hangat. Beberapa senyawa yang diinginkan larut dalam pelarut hangat. Saat ruang Soxhlet hampir penuh, biliknya dikosongkan dengan sifon.



Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Gelas Ukur. Fungsi gelas ukur adalah sebagai alat ukur volume cairan yang tidak memerlukan ketelitian yang tinggi, misalnya pereaksi/reagen untuk analisis kimia kualitatif atau untuk pembuatan larutan standar sekunder pada analisis titrimetri/volumetri.

Terdapat berbagai ukuran gelas ukur ini, mulai dari 5 mL sampai 2 Liter. Gelas ukur merupakan suatu alat yang di gunakan untuk mengukur volume larutan yang bentuknya seperti corong ataupun gelas yang mempunyai ukuran volume mililiter yang bervariasi.

Gelas ukur terbuat dari polypropylene karena ketahanan kimia yang baik atau polymethylpentene untuk transparansi, hal itu membuat gelas menjadi lebih ringan namun lebih rapuh dari kaca, maka tidak boleh digunakan untuk mengukur larutan/pelarut dalam kondisi panas. Perhatikan meniscus pada saat pembacaan skala.

Perbedaan gelas ukur dan gelas kimia adalah, Gelas ukur sebagai alat ukur sedangkan gelas kimia adalah alat tampung. Penggunaan secara benar kedua gelas kimia ini akan sangat membantu Anda di laboratorium.

Ada beberapa hal yang perlu diperhatikan saat melakukan pengukuran dengan alat ini, seperti: Untuk mengukur volume larutan yang tidak berwarna, Anda harus memperhatikan batas meniskus cekung bagian bawah. Gelas ukur harus diletakan pada daerah yang datar dan meniskus dibaca sejajar dengan mata. Untuk mengukur volume raksa, Anda harus memperhatikan batas meniskus cembung yang dilihat sejajar dengan mata dan meletakkan gelas ukur pada bidang yang rata.

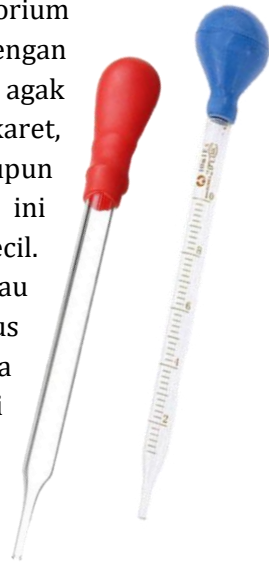


Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Untuk membaca skala Gelas ukur angka pada gelas ukur lebih baik di letakkan pada media yang sejajar(meja yang rata) posisi mata sejajar dengan permukaan larutan yang di tuangkan dan disesuaikan dengan ukuran yang tertera, sehingga akurasi ketelitian pada penglihatan lebih besar.

Pipet Tetes. Pipet adalah peralatan laboratorium yang berukuran kecil dan panjang mirip dengan sedotan, pada bagian ujung bawah agak meruncing dan bagian ujung atas terdapat karet, pipet ini ada yang terbuat dari plastik maupun kaca dengan. secara umum fungsi pipet ini sebagai alat pengambil cairan dalam skala kecil. Ketika ada kegiatan di laboratorium atau proses penelitian dimana sipeneliti harus memindahkan beberapa cairan dalam skala volume tidak terlalu besar, maka peneliti bisa menggunakan pipet untuk mempermudah proses pemindahan cairan dari satu wadah ke wadah yang lainnya.

Pipet tetes berfungsi membantu memindahkan cairan dari suatu wadah ke wadah lainnya dalam jumlah yang amat kecil, yaitu setetes demi setetes. Perlu diperhatikan proses pemindahan cairan menggunakan pipet perlu waktu yang cukup lama, karena pipet memiliki volume maksimal tak lebih dari 5ml. Seiring berkembangnya zaman alat pipet ini sudah dibuat dalam berbagai jenis, ukuran dan skala mulai dari yang paling kecil yaitu 1ml, hingga 5ml.



Pipet Ukur

Pipet ukur adalah salah satu alat yang digunakan di berbagai macam laboratorium. Cara penggunaan pipet ukur harus dengan cara yang benar agar aman. Salah satu fungsi penting ialah Untuk mengambil larutan dengan ukuran tertentu. Ukuran dari pipet ukur ini bermacam-macam dari ukuran 1 ml, 2 ml, 5ml, 10 ml dan seterusnya. Piper ukur itu dibagi menjadi dua jenis diantaranya yaitu:

A. Pipet Serologi

Untuk menggunakan pipet ukur ini, maka Anda harus mengkosongkan sepenuhnya pipet ukur ini sebelum digunakan.

B. Pipet Mohr

Untuk menggunakan pipet ukur ini, Anda hanya perlu mengosongkan sebagian cairan sampai tanda kalibrasi terendah. Cairan atau larutan yang tersisa bukanlah bagian dari volume yang diinginkan, jadi tak perlu khawatir volume cairan atau larutan yang dipindahkan bertambah.

Dari prinsip kerja pipet ukur, sebenarnya Anda sudah dapat mengetahui fungsi dari pipet ukur. Pipet ukur adalah untuk memindah cairan atau larutan dari pipet ke wadah berbagai ukuran lainnya yang sudah disiapkan. Untuk dapat mengambil cairan dan tentunya pipet ukur berfungsi sebagaimana mestinya,

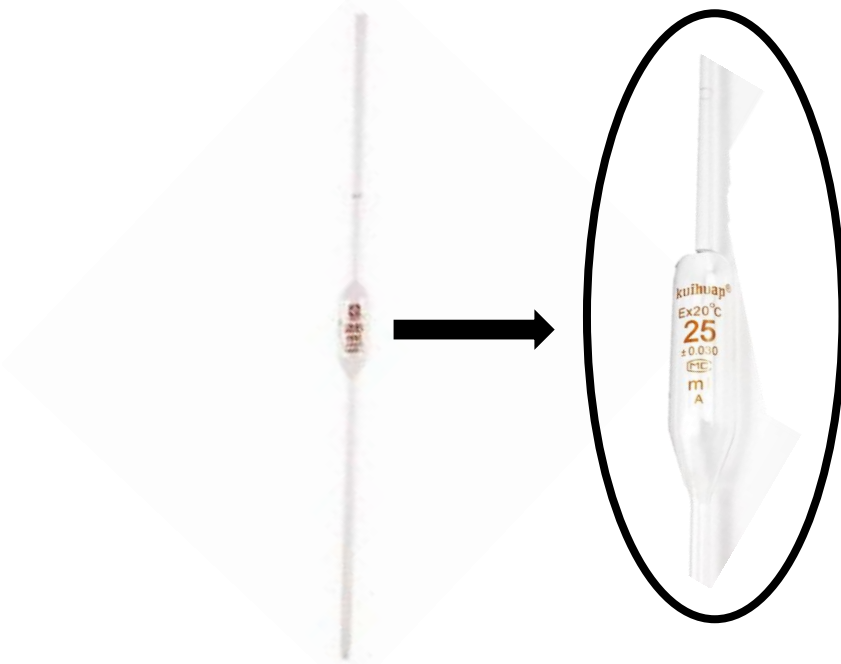
biasanya penggunaan pipet ukur dipasangkan dengan Rubber bulb atau elektronik pipet kontroler. Rubber bulb berupa karet yang digunakan untuk menghisap larutan dari dalam pipet ukur. Elektronik pipet kontroler memiliki fungsi yang sama dengan rubber bulb. Tetapi kontroler ini bekerja secara elektronik Rubber bulb berfungsi agar cairan atau larutan mudah masuk ke dalam badan pipet ukur. Pipet ukur biasanya digunakan untuk



Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

mengambil cairan atau larutan yang pekat. Perlu Anda ketahui, mengambil cairan atau larutan pekat dengan gelas kimia, tentu akan beresiko. Jika dibandingkan dengan gelas ukur, tentunya pengambilan cairan atau larutan akan lebih teliti dan tepat.

Pipet Volume/Pipet Gondok. Fungsi Pipet Volum/Gondok (Volume pipette). Pipet biasa digunakan dalam pengujian-pengujian biologi molekular, kimia analitik, juga kedokteran. Pipet dibuat dalam berbagai macam jenis untuk tujuan yang berbeda-beda dengan tingkat ketelitian dan ketepatan yang berbeda – beda pula.



Pipet volume atau biasa disebut juga pipet gondok merupakan salah satu alat ukur yang biasa dilakukan pada laboratorium kimia dengan tingkat ketelitian tinggi, ditandai dengan bentuknya yang ramping pada penunjuk volume dan hanya ada

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

satu ukuran volume. Berikut adalah penjelasan Fungsi Pipet Volume.

Pipet volume digunakan untuk memindahkan cairan dari satu wadah ke wadah yang lain, biasanya untuk memindahkan larutan baku primer atau sample pada proses titrasi. Pemindahan cairan dapat dilakukan secara manual dengan disedot menggunakan mulut atau menggunakan piller. Kelebihan dari alat ini terdapat tabung silinder di antara ujung pipa kaca bagian atas dan bawah, berfungsi sebagai wadah untuk menampung cairan. Sedangkan Kekurangannya adalah penggunaannya sedikit sulit karena dalam pengambilan larutan harus menggunakan bantuan bulb atau pipet pump untuk menyedot larutan yang berbahaya.

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan fungsi beaker gelas	
2	Tuliskan fungsi labu takar	
3	Tuliskan fungsi labu erlenmeyer	
4	Tuliskan cara pengukuran menggunakan gelas ukur	
5	Tuliskan cara menggunakan pipet gondok	

Peralatan Kaca (Glassware) Laboratorium

6	Tuliskan fungsi labu kjeldhal	
7	Tuliskan fungsi soxhlet	

Penetapan Kadar Air

Bagian II

PENETAPAN KADAR AIR

Penetapan Kadar Air

Kandungan air dari suatu bahan pangan perlu diketahui terutama untuk menentukan persentase zat-zat gizi secara keseluruhan. Jumlah kadar air yang terdapat di dalam suatu bahan pangan sangat berpengaruh atas seluruh susunan persentase zat-zat gizi secara keseluruhan. Kalau kita ingin menentukan kandungan vitamin dari suatu bahan pangan misalnya, maka akan sukar untuk menentukan berapa persentasenya dalam bahan tersebut bila kandungan airnya tidak diketahui. Dengan diketahuinya kandungan airnya, maka dapat diketahui berat kering dari bahan tersebut yang biasanya konstan. Selain itu, kita juga dapat menentukan kandungan zat gizi lainnya dalam berat basah atau berat kering serta total padatan dalam bahan pangan.

Penetapan kadar air yang ideal hendaknya memenuhi syarat seperti cepat, prosedur sederhana, penerapannya luas, dapat dilakukan oleh setiap orang dengan hanya training singkat, biaya relatif rendah, cukup teliti dan tepat dan tidak berbahaya. Terdapat beberapa metode yang dapat digunakan untuk penentuan kadar air. Pemilihan terhadap metode tertentu ditentukan oleh beberapa faktor, antara lain : bentuk air yang terdapat (terikat, bebas); sifat bahan pangan yang dianalisis (apakah mudah terurai atau teroksidasi); jumlah relatif air yang terdapat dalam bahan pangan; kecepatan analisis; ketepatan yang diinginkan; dan ketersediaan peralatan dan biaya yang diperlukan.

Air yang terdapat dalam bahan pangan ada yang terikat secara fisik dan ada secara kimia. Olehnya itu penentuan kadar air secara betul-betul tepat sebenarnya sulit dilakukan. Disamping itu terdapat berbagai faktor yang dapat mempengaruhi hasil penetapan, antara lain: kemungkinan adanya bahan lain yang mudah menguap dan ikut menguap bersama air waktu dikeringkan; kemungkinan bahan terurai yang menghasilkan air sehingga kadar air lebih besar dari yang

Penetapan Kadar Air

sesungguhnya. Mungkin juga dalam bahan tersebut telah terjadi reaksi dengan udara misalnya terjadi oksidasi dari lemak atau minyak sehingga menyebabkan berat bahan bertambah dan berakibat hasil analisis lebih kecil dari yang sesungguhnya.

Air yang terikat atau teradsorpsi, air kristal, dan air yang secara mekanis terikat dalam matriks, mungkin bisa, mungkin juga tidak bisa ditentukan secara tepat dengan bermacam-macam metode. Panas yang berlebihan tidak dapat digunakan dalam produk yang tinggi kandungan gulanya. Pada bahan yang mengandung lipid yang tinggi, dengan suhu yang tinggi, lipid dapat teroksidasi dan secara nyata menunjukkan suatu tambahan berat melalui pembentukan peroksida dan degradasi produk. Senyawa volatil yang terkandung dalam bahan pangan akan terlepas selama pemanasan.

METODE OVEN BIASA (AOAC, 1984)

Tujuan. Untuk menentukan kadar air dalam bahan pangan dengan metode oven biasa.

Prinsip. Dalam metode ini bahan dipanaskan pada suhu tertentu sehingga semua air menguap yang ditunjukkan oleh berat bahan yang konstan setelah periode pemanasan tertentu. Kehilangan berat bahan yang terjadi menunjukkan jumlah air yang dikandungnya. Metode ini terutama digunakan untuk bahan-bahan yang stabil terhadap pemanasan yang agak tinggi. Metode ini juga dapat digunakan untuk produk-produk seperti pada metode oven vakum, kecuali untuk produk yang banyak mengandung sukrosa dan glukosa.

Alat dan Bahan. Cawan porselen, Desikator, Penjepit cawan, Neraca analitik, oven, penjepit cawan. Desikator. Sampel makanan.

Penetapan Kadar Air

Prosedur Kerja

1. Keringkan cawan porselen dalam oven pada suhu 100 – 105 °C sampai didapat berat konstan.
2. Dinginkan cawan tersebut dalam desikator sampai dingin (sekitar 30 menit). Setelah dingin segera timbang.
3. Timbanglah kira-kira 5 gram sampel dalam cawan, sebarkan merata.
4. Keringkan dalam oven pada suhu 100 – 105 °C sampai tercapai berat tetap
5. Dinginkan dalam desikator (sekitar 30 menit) dan segera timbang.

Perhitungan

Berat sampel (gram)	= w_1
Berat sampel setelah dikeringkan (gram)	= w_2
Kehilangan berat (gram)	= w_3
Persen kadar air (w. b.)	= $w_3/w_1 \times 100$
(d. b.)	= $w_3/w_2 \times 100$
Persen total solid	= $w_2/w_1 \times 100$

METODE OVEN VAKUM (AOAC, 1984)

Tujuan. Untuk menentukan kadar air dalam bahan pangan dengan metode oven vakum.

Prinsip. Bahan dipanaskan pada suhu dibawah 100°C disertai pemberian vakum sehingga semua air dalam bahan menguap yang ditunjukkan oleh berat bahan yang konstan setelah periode pemanasan tertentu. Dengan penggunaan vakum, suhu pengeringan dapat diturunkan menjadi lebih rendah dengan efisiensi pengeringan air yang lebih baik dimana dengan suhu 60-70°C sudah bisa mengeluarkan air dari sampel.

Metode ini baik digunakan untuk produk-produk makanan yang mengandung komponen yang mudah terdekomposisi pada

Penetapan Kadar Air

pemanasan 100°C misalnya produk-produk yang mengandung sukrosa atau glukosa. Metode ini juga dapat digunakan untuk mengukur kadar air dan total padatan bahan makanan seperti tepung gandum, serelia, (beras, jagung, barley, oat) dan produk-produknya seperti makaroni, mi instant, dan sebagainya.

Alat dan Bahan. Cawan, Desikator, Penjepit cawan, Neraca analitik, sampel makanan.

Prosedur kerja:

1. Keringkan cawan dan tutupnya dalam oven pada suhu 105 °C selama 30 menit. Dinginkan dalam desikator dan timbang.
2. Timbang 5 gram sampel dalam cawan, sebarkan dengan merata.
3. Letakkan cawan beserta isinya dan tutupnya dalam oven vakum.
4. Panaskan sampai suhu 70 °C (tergantung jenis komoditi) dengan vakum dipertahankan sekitar 25 mm Hg. Lakukan pengeringan sampai didapat berat konstan (5 jam).
5. Segera tutup cawan dengan penutupnya, masukkan ke dalam desikator dan segera timbang setelah dingin (suhu kamar).

Perhitungan :

$$\begin{aligned} \text{Berat Sampel (g)} &= W_1 \\ \text{Berat Sampel setelah dikeringkan (g)} &= W_2 \\ \text{Kehilangan Berat (g)} &= W_3 \\ \text{Persen Kadar Air (w. b.)} &= \frac{W_3}{W_1} \times 100\% \\ \text{Persen Kadar Air (d. b.)} &= \frac{W_3}{W_2} \times 100\% \\ \text{Persen Total Solid} &= \frac{W_2}{W_1} \times 100\% \end{aligned}$$

Penetapan Kadar Air

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan pengertian kadar air	
2	Tuliskan prinsip penetapan kadar air metode oven biasa	
3	Tuliskan prinsip penetapan kadar air metode oven vakum	
4	Tuliskan kelebihan penggunaan metode pengeringan oven	
5	Tuliskan kekurangan penggunaan metode pengeringan oven	

Bagian III
PENETAPAN KADAR
PROTEIN

Penetapan Kadar Protein

Protein merupakan senyawa organik kompleks yang memiliki bobot molekul tinggi yang tersusun dari monomer-monomer asam amino dimana dihubungkan satu sama lain dengan ikatan peptida. Dalam struktur molekulnya, protein terdiri dari atom karbon, hidrogen, oksigen dan nitrogen, terkadang ada beberapa yang berikatan dengan sulfur dan fosfor. Protein dalam tubuh mahluk hidup berfungsi sebagai unit penyusun struktur dan fungsi sel.

Protein adalah bagian dari semua sel hidup dan merupakan bagian terbesar tubuh setelah air. Seperlima bagian tubuh adalah protein, dan selebihnya berada di dalam otot, tulang dan tulang rawan, kulit, dan jaringan lain serta cairan tubuh. Semua enzim, berbagai hormone, pengangkut zat-zat gizi dan darah, matriks intraseluler dan sebagainya adalah protein. Protein mempunyai fungsi khas yang tidak dapat digantikan oleh zat gizi lain, yaitu membangun serta memelihara sel-sel dan jaringan tubuh.

Analisa protein kebanyakan dilakukan pada industri makanan, baik makanan untuk manusia maupun makanan untuk keperluan ternak. Analisa protein penting sekali karena bertujuan untuk mengetahui jumlah kandungan protein dalam suatu makanan. Selain itu, untuk memenuhi standard baku mutu makanan dari setiap negara.

Salah satu analisa protein yang sering digunakan adalah metode Kjeldahl, yaitu makanan didigesti dengan asam kuat maka ikatan peptida akan terurai sehingga melepas atom nitrogen, yang kadarnya dianalisis dengan teknik titrasi. Kebanyakan protein dianalisa berdasarkan pada banyaknya ikatan nitrogen. Kadar nitrogen yang diperoleh dikalikan dengan faktor pengkali berdasar asam amino penyusun protein tersebut.

Penetapan Kadar Protein

Tujuan. Untuk menentukan kadar protein dalam bahan pangan dengan metode semimikro kjeldahl.

Prinsip. Senyawa nitrogen diubah menjadi amonium sulfat oleh H_2SO_4 pekat. Amonium sulfat yang terbentuk diuraikan dengan NaOH. Amoniak yang dibebaskan diikat dengan asam borat dan kemudian dititar dengan larutan baku asam.

Alat dan Bahan. Alat yang digunakan adalah Labu Kejdhal, labu ukur, labu destilasi, pipet volume, gelas ukur, bulb, buret statis, labu erlenmeyer, pipet tetes, evaporator, penangas air, lemari asam, labu penampung, neraca analitik, dan blender.

Bahan yang digunakan adalah Sampel makanan, selenium mix, H_2SO_4 pekat, H_2SO_4 0.01 N, batu didih, aquadest, larutan blanko, NaOH 40%, larutan asam borat 3%, indikator mengsel, dan Indikator PP.

Prosedur Kerja

1. Bahan ditimbang kira-kira 5-10 gram dan kemudian dimasukkan ke dalam labu khedjal
2. Tambahkan 2.5-5gram selenium mix atau campurkan $CuSO_4$ dan $KMnO_4$ (1:9) dan 25 ml H_2SO_4 pekat serta beberapa batu didih
3. Panaskan mula-mula dengan api kecil, kemudian besarkan hingga terjadi larutan yang berwarna bening kehijauan dan uap SO_2 hilang.
4. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan sampai tanda tera
5. Pipet 10 ml, masukkan ke dalam labu destilasi dan tambahkan 10 ml NaOH 10% atau lebih, kemudian sulingkan
6. Destilat ditampung dalam 20 ml larutan asam borat 3%. Lakukan destilasi sampai uap destilat tidak bereaksi lagi (uji dengan kertas pH). Setelah selesai destilasi, bilas ujung kondensor dengan air suling

Penetapan Kadar Protein

7. Larutan asam borat dititrasi dengan H_2SO_4 0.01 N menggunakan metil merah sebagai indikator.

8.

Perhitungan

$$\begin{aligned} & \% \text{ Total Nitrogen} \\ & = \frac{(ml \text{ contoh}) \times N \text{ HCl} \times fp \times 14}{mg \text{ bobot contoh}} \end{aligned}$$

$$\times 100\%$$

$$\% \text{ Protein} = \% \text{ Total N} \times \text{faktor konversi (6.25)}$$

Sources	Conversion factor
Milk and dairy products	5.85
Purified milk proteins	6.15
Meat, fish and eggs	5.6
Cereals: wheat, barley, oats, rye, triticale	5.4
Corn	5.6
Soybean	5.5
Other legume pulses	5.4
Vegetables and mushrooms	4.4
Other sources	5.6

Sumber: Mariotti, François, Tomé, Daniel and Mirand, Philippe Patureau (2008) 'Converting Nitrogen into Protein - Beyond 6.25 and Jones' Factors', *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48:2, 177 - 184

Penetapan Kadar Protein

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan pengertian kadar protein	
2	Tuliskan prinsip penetapan kadar protein metode kjeldhal	
3	Jelaskan secara singkat 3 tahapan metode kjeldhal	
4	Tuliskan kelebihan penggunaan metode kjeldhal	
5	Tuliskan kekurangan penggunaan metode kjeldhal	

Bagian IV
PENETAPAN KADAR
LEMAK KASAR

Penetapan Kadar Lemak Kasar

Dalam analisis lemak adalah sulit untuk mengekstraksi lemak secara murni. Pada ekstraksi lemak dengan pelarut lemak, akan terekstrak pula bahan-bahan lain yang juga larut dalam lemak, seperti fosfolipid, sterol, asam lemak bebas, pigmen karotenoid, klorofil dan lain-lain. Oleh karena itu dalam analisis, lemak ditetapkan sebagai lemak kasar (*crude fat*).

Dari berbagai metode analisis lemak yang ada, dapat dikelompokkan atas dua kelompok umum:

1. Metode ekstraksi kering (*dry extraction method*)
2. Metode ekstraksi basah (*wet extraction method*)

Prinsip dari metode ekstraksi kering adalah mengeluarkan lemak (dan senyawa-senyawa larut lemak lainnya) dari sampel yang telah kering benar dengan menggunakan pelarut bebas air. Pelarut yang digunakan harus benar-benar bebas air agar bahan-bahan yang larut air tidak terekstrak dan terhitung sebagai lemak dan keaktifan pelarut tersebut tidak berkurang. Alat yang digunakan yaitu Soxhlet. Keuntungan dari metode ini yaitu amat sederhana, bersifat universal, dan mempunyai ketepatan dan kedapatulungan yang baik. Kelemahannya adalah membutuhkan waktu yang lama (ekstraksi 2-6 jam); menggunakan pelarut yang mudah terbakar dan adanya zat lain yang ikut terekstrak sebagai lemak. Dalam metode Soxhlet lemak diekstraksi dengan pelarutnya diuapkan, lemaknya ditimbang dan dihitung persentasenya.

Tujuan. Untuk menentukan kadar lemak dalam bahan pangan dengan metode ekstraksi Soxhlet

Prinsip. Ekstraksi Lemak bebas dengan pelarut non polar

Alat dan Bahan. Alat yang digunakan adalah alat ekstraksi Soxhlet lengkap dengan kondensor dan labu lemak, oven biasa, desikator, neraca analitik, evaporator, corong, pendingin tegak, dan blender. Bahan yang digunakan adalah sampel makanan,

Penetapan Kadar Lemak Kasar

pelarut organik, kertas saring, aquaedes, aluminium foil, dan kapas.

Prosedur Kerja

1. Siapkan labu lemak yang ukurannya sesuai dengan alat ekstraksi Soxhlet yang akan digunakan
2. Keringkan labu lemak tersebut dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit, dinginkan dalam desikator kurang lebih 15 menit dan timbang
3. Timbang 5 gram sampel tepat langsung dalam saringan timbel yang sesuai ukurannya. Kemudian tutup dengan kapas woll yang bebas lemak. Alternative lain, sampel dapat pula dibungkus dengan kertas saring
4. Masukkan pelarut lemak ke dalam labu lemak secukupnya
5. Masukkan selongsong yang telah berisi sampel ke dalam alat ekstraksi Soxhlet
6. Pasang alat ekstraksi
7. Panaskan labu lemak dan lakukan ekstraksi selama 3-4 jam
8. Setelah selesai, pelarutnya disulingkan kembali dan labu lemak diangkat dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C sampai beratnya konstan

Perhitungan

$$\% \text{ Lemak} = \frac{\text{Berat Lemak}}{\text{mg bobot contoh}} \times 100\%$$

Penetapan Kadar Lemak Kasar

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Jelaskan secara singkat mengapa disebut kadar lemak kasar	
2	Tuliskan prinsip penetapan kadar lemak kasar metode soxhlet	
3	Tuliskan metode lain yang dapat digunakan untuk penetapan kadar lemak	
4	Tuliskan kelebihan penggunaan metode soxhlet	
5	Tuliskan kekurangan penggunaan metode soxhlet	

Bagian V
PENETAPAN KADAR
KARBOHIDRAT

Penetapan Kadar Karbohidrat

Karbohidrat yang terdapat dalam makanan pada umumnya hanya tiga jenis, ialah monosakarida, disakarida dan polisakarida. Mono dan disakarida terasa manis, sedangkan polisakarida tidak mempunyai rasa (tawar). Di dalam bahan nabati terdapat dua jenis polisakarida, yaitu yang dapat dicerna dan yang tidak dapat dicerna. Yang dapat dicerna ialah zat tepung (*amylum*) dan dekstrin. Yang tidak dapat dicerna ialah selulosa, pentose dan galaktan.

Polisakarida dalam bahan makanan hewani dapat dicerna dan disebut glikogen. Tidak ada polisakarida hewan yang tidak dapat dicerna oleh manusia. Disakarida di dalam bahan makanan juga hanya tiga jenis yang mempunyai arti gizi ialah sukrosa, maltose dan laktosa. Laktosa hanya dijumpai pada hewani, yaitu merupakan jenis gula di dalam air susu, baik susu ibu maupun susu hewan. Sukrosa dan maltose terutama terdapat di dalam makanan nabati.

Sumber utama karbohidrat di dalam makanan berasal dari tumbuh-tumbuhan, dan hanya sedikit saja yang berasal dari hewani. Karbohidrat hewani berbentuk glikogen, terutama terdapat di dalam otot (daging) dan hati. Namun demikian jumlahnya terbatas, dan setelah binatang mati, glikogen mengalami penguraian hingga di dalam daging praktis menjadi nol, ketika sampai di dapur untuk di masak.

Terdapat dua bentuk pati di dalam pangan, yaitu amilosa dan amilopektin. Amilosa adalah polimer gula sederhana yang tidak bercabang. Struktur yang tidak bercabang ini membuat amilosa terikat lebih kuat sehingga sulit tergelatinisasi akibatnya mudah cerna. Sementara Amilopektin-polimer gula sederhana memiliki ukuran molekul lebih besar dan lebih terbuka sehingga mudah tergelatinisasi akibatnya mudah cerna.

Di dalam tubuh karbohidrat merupakan salah satu sumber utama energi. Karbohidrat yang tidak dapat dicerna,

Penetapan Kadar Karbohidrat

memberikan volume kepada isi usus, dan rangsangan mekanis yang terjadi, melancarkan gerak peristaltic yang melancarkan aliran bubur makanan (chymus) melalui saluran pencernaan serta memudahkan pembuangan tinja. Karbohidrat juga merupakan bagian dari struktur sel, dalam bentuk glikoprotein. Reseptor selular yang terdapat pada permukaan membran sel, adalah suatu glikoprotein, dan diantaranya merupakan reseptor bagi hormon. Penentuan kadar karbohidrat dapat dilakukan melalui dua metode. Metode secara langsung yaitu metode luff-schroll dan metode tidak langsung secara *by-difference*.

METODE LUFF SCHRÖLL

Metode Luff Schroll didasarkan pada reaksi antara monosakarida dengan larutan cupper. Monosakarida akan mereduksikan CuO dalam larutan Luff menjadi Cu₂O. Kelebihan CuO akan direduksikan dengan KI berlebih, sehingga dilepaskan I₂. I₂ yang dibebaskan tersebut dititrasi dengan larutan Na₂S₂O₃.

Tujuan. Untuk menentukan kadar karbohidrat dalam bahan pangan dengan metode luff-schroll

Prinsip. Hidrolisis karbohidrat menjadi monosakarida yang dapat mereduksikan Cu²⁺ (kuprioksida) menjadi Cu⁺ (kuprooksida). Kelebihan Cu²⁺ dapat dititrasi secara iodometri.

Alat dan Bahan. Alat yang digunakan adalah Beaker glass 500 mL, Beaker glass 250 mL, beaker glass 100 mL, Pipet tetes-Corong gelas, Labu ukur 250 mL, Pipet volume 10 mL, Pipet volume 5 mL, Pipet volume 25 mL, Erlenmeyer 250 mL, Erlenmeyer 100 mL, Hot plate, Gelas ukur, Buret, Statif, Klem, Kertas saring, pH universal, Kaki tiga, Kasa Bahan, Sampel makanan, Aquadest, HCl 3 %, NaOH 30 %, CH₃COOH encer, Larutan Luff Schroll, KI 20 %, H₂SO₄ 4N, Na₂S₂O₃ 0,1 N.

Penetapan Kadar Karbohidrat

Prosedur Kerja

1. Ditimbang 5 gram sampel, dimasukkan ke dalam enlenmeyer
2. Ditambahkan HCl 10% 200 ml dan batu didih
3. Dihubungkan dengan kondensor, dididihkan 3 jam
4. Didinginkan dan netralkan dengan NaOH 10 %
5. Dimasukkan kedalam labu ukur 250 ml sampai tanda tera
6. Saring dengan kertas kering, pipet 10 ml kedalam enlenmeyer 300 ml
7. Ditambah 25 ml larutan luff, 15 ml aquades dan batu didih
8. Dihubungkan dengan kondensor, dididihkan 10 menit dan dinginkan
9. Ditambah 10 ml larutan KI 30%, 25 ml H₂SO₄
10. Dititer dengan larutan tio 0,1 N dengan indikator kanji
11. Blanko dilakukan dengan 25 ml larutan luff dan 10 ml aquades

Perhitungan

(Blanko Penitar) x N tio x 10, setara dengan terusi yang tereduksi. Kemudian lihat daftar table nilai* luff Schoorl berapa mg gula yang terkandung untuk ml tio yang digunakan.

$$\text{Kadar Karbohidrat} = \text{Kadar Karbohidrat} = \frac{w_1 \times fp}{w} \times 100\%$$

Dimana:

Kadar Karbohidrat = 0.90 x kadar glukosa

W₁ = Bobot sampel (mg)

W = glukosa yang terkandung untuk ml tio yang dipergunakan dalam mg dari daftar

fp = faktor pengenceran

Penetapan Kadar Karbohidrat

Metode By Difference

Kadar karbohidrat ditentukan dengan metode by difference yaitu dengan perhitungan melibatkan kadar air, kadar abu, kadar protein dan kadar lemak. Berikut ini adalah persamaan yang digunakan dalam menghitung kadar karbohidrat dengan metode by difference.

Kadar Karbohidrat

$$= 100\% - \% \text{ Air} - \% \text{ Protein} - \% \text{ Lemak} - \% \text{ Serat Kasar}$$

* Tabel Nilai untuk 25 ml Reagen Luff-Schoorl

Na ₂ S ₂ O ₃ 0.1 mol/litre	Glucose, fructose invert sugars C ₆ H ₁₂ O ₆		Lactose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	
	ml	mg	difference	mg	difference	mg
1	2.4	2.4	3.6	3.7	3.9	3.9
2	4.8	2.4	7.3	3.7	7.8	3.9
3	7.2	2.5	11.0	3.7	11.7	3.9
4	9.7	2.5	14.7	3.7	15.6	4.0
5	12.2	2.5	18.4	3.7	19.6	3.9
6	14.7	2.5	22.1	3.7	23.5	4.0
7	17.2	2.6	25.8	3.7	27.5	4.0
8	19.8	2.6	29.5	3.7	31.5	4.0
9	22.4	2.6	33.2	3.8	35.5	4.0
10	25.0	2.6	37.0	3.8	39.5	4.0
11	27.6	2.7	40.8	3.8	43.5	4.0
12	30.3	2.7	44.6	3.8	47.5	4.1
13	33.0	2.7	48.4	3.8	51.6	4.1
14	35.7	2.8	52.2	3.8	55.7	4.1
15	38.5	2.8	56.0	3.9	59.8	4.1
16	41.3	2.9	59.9	3.9	63.9	4.1
17	44.2	2.9	63.8	3.9	68.0	4.2
18	47.1	2.9	67.7	4.0	72.2	4.3
19	50.0	3.0	71.7	4.0	76.5	4.4
20	53.0	3.0	75.7	4.1	80.9	4.5
21	56.0	3.1	79.8	4.1	85.4	4.6
22	59.1	3.1	83.9	4.1	90.0	4.6
23	62.2		88.0		94.6	

Sumber:

https://www.gafta.com/write/MediaUploads/Contracts/2018/METHOD_10.1_SUGAR_-_LUFF_SCHOORL_METHOD.pdf

Penetapan Kadar Karbohidrat

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip penetapan kadar karbohidrat metode luff-schoorl	
2	Tuliskan prinsip penetapan kadar karbohidrat metode <i>by difference</i>	
3	Tuliskan kelebihan dan kekurangan penggunaan metode luff-schoorl	
4	Tuliskan kelebihan dan kekurangan penggunaan metode <i>by difference</i>	

Bagian VI
PENETAPAN KADAR
SERAT KASAR

Penetapan Kadar Serat Kasar

Serat pangan terdiri dari beberapa jenis karbohidrat seperti selulosa, hemiselulosa dan pektin yang merupakan komponen penyusun dinding sel buah. Seiring dengan meningkatnya kematangan buah, serat pangan yang umumnya polisakarida berubah menjadi gula-gula pereduksi.

Kadar serat dan lignin merupakan salah satu faktor yang membatasi pencernaan bahan makanan. Dalam varietas buah, metode curing serta metode analisis yang digunakan akan sangat mempengaruhi kadar serat pangan yang terdeteksi. Disamping itu metode persiapan sampel yakni proses penggilingan buah yang dilakukan setelah pengeringan beku menyebabkan menurunnya kandungan serat pangan, terutama terjadi karena penurunan kadar serat tidak larut seperti selulosa dan hemiselulosa.

Serat makanan tidak dapat dicerna oleh enzim-enzim tubuh kita, tapi sangat perlu untuk mempertahankan kesehatan tubuh kita. Pada jaman dahulu masyarakat dapat memperoleh cukup serat makanan dari kebiasaan makan sayur-sayuran dan buah-buahan serta makan nasi dari beras yang ditumbuk. Namun pada jaman modern sekarang ini, dimana-mana di temukan banyak makanan olahan yang kurang mengandung serat makanan, disamping pola makan yang cenderung lebih banyak mengkonsumsi lemak dan protein, sehingga jelas pola makan sekarang ini adalah pola makan yang minimal sekali dalam kandungan serat makanannya. Karena itu, penyakit-penyakit akibat pola makan yang salah ini, mulai lebih sering menyerang masyarakat, misalnya Obesitas, Arteriosclerosis dan Kanker. Dietary fiber merupakan komponen dari jaringan tanaman yang tahan terhadap proses hidrolisis oleh enzim dalam lambung dan usus kecil. Serat-serat tersebut banyak berasal dari dinding sel berbagai sayuran dan buah-buahan. Secara kimia dinding sel tersebut terdiri dari beberapa jenis karbohidrat seperti selulosa, hemiselulosa, pektin, dan

Penetapan Kadar Serat Kasar

nonkarbohidrat seperti polimer lignin, beberapa gum dan mucilage. Karena itu *dietary fiber* pada umumnya merupakan karbohidrat atau polisakarida. Berbagai jenis makanan nabati pada umumnya banyak mengandung serat.

Tujuan. Untuk menentukan kadar serat kasar dalam bahan pangan.

Prinsip. Ekstraksi contoh dengan asam dan basa untuk memisahkan serat kasar dari bahan lain.

Prosedur Kerja.

1. Ditimbang 1 gr contoh kedalam Erlenmeyer
2. Ditambahkan 50 ml H₂SO₄ 1,25% dan dididihkan selama 30 menit (pakai pendingin tegak)
3. Ditambahkan 50 ml NaOH 3,25% dan dididihkan kembali selama 30 menit
4. Larutan disaring panas-panas dengan kertas saring berabu yang telah diketahui bobot tetapnya dalam alat penyaring vakum
5. Residu dicuci dengan air panas yang dibubuhi H₂SO₄ 1,25% kemudian dibilas dengan alcohol
6. Dikeringkan dalam oven 105oC lalu didinginkan dalam desikator dan timbang sampai diperoleh bobot tetap.
7. Apabila kadar serat kasar melebihi 1% penetapan diulang, disaring dengan kertas saring tak berabu, setelah diperoleh bobot tetap residu, lalu diabukan sampai diperoleh bobot tetap abu.

Perhitungan.

$$\text{Kadar Serat} = \frac{\text{Bobot Residu}}{\text{Bobot Sampel}} \times 100\%$$

Penetapan Kadar Serat Kasar

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip penetapan kadar serat kasar	
2	Jelaskan secara singkat mengapa disebut kadar serat kasar	
3	Tuliskan kelebihan dan kekurangan penggunaan metode kadar serat kasar	
4	Tuliskan metode lain untuk penetapan kadar serat pangan	

Bagian VII
PENETAPAN KADAR
ABU DAN MINERAL

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

Kandungan abu dari suatu bahan pangan menunjukkan residu bahan anorganik yang tersisa setelah bahan organik dalam makanan didestruksi. Kadar abu tidak selalu ekuivalen dengan bahan mineral, karena ada beberapa mineral hilang selama volatilisasi atau interaksi antara konstituen.

Kandungan abu yang tinggi dalam bahan pangan, dalam beberapa hal dapat memberi petunjuk kemungkinan adanya pemalsuan. Kandungan abu dalam bahan pangan dapat dikelompokkan ke dalam abu yang larut air dan asam dan abu tak larut air/ asam. Kandungan abu tak larut asam yang tinggi dalam bahan pangan merupakan ukuran dari banyaknya pasir dan silika yang ada dalam bahan pangan.

Untuk menentukan kandungan mineral bahan makanan, bahan harus dihancurkan/didestruksi terlebih dahulu. Cara yang biasa dilakukan yaitu pengabuan kering (*dry ashing*) dan pengabuan basah (*wet ashing*). Pemilihan cara tersebut tergantung pada sifat zat organik dalam bahan, sifat zat anorganik yang ada dalam bahan, mineral yang akan dianalisis serta sensitivitas cara yang digunakan.

Pengabuan kering dapat diterapkan pada hampir semua analisis mineral kecuali merkuri dan arsen. Cara ini membutuhkan sedikit ketelitian dan mampu menganalisis bahan lebih banyak dari pada pengabuan basah. Pengabuan kering dapat dilakukan untuk menganalisis bahan lebih banyak dari pada pengabuan basah. Pengabuan kering dapat dilakukan untuk menganalisis kandungan Ca, P, dan Fe, akan tetapi kehilangan K dapat terjadi apabila suhu yang digunakan terlalu tinggi. Oleh karena itu untuk menganalisis K harus dihindari pemakaian suhu lebih tinggi dari 480 C. Suhu 450 C tidak dapat digunakan jika akan menganalisis kandungan seng. Penggunaan suhu yang terlalu tinggi juga akan menyebabkan beberapa mineral menjadi tidak larut (misal timah putih).

Pengabuan basah memberikan beberapa keuntungan, antara lain suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur dari menggunakan pengabuan kering. Cara pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

penguapan. Pada tahap selanjutnya, proses seringkali berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrogen peroksida. Pengabuan basah pada umumnya digunakan untuk menganalisis arsen, tembaga, timah hitam, timah putih dan seng.

METODE PENETAPAN MINERAL

Mineral dalam bahan pangan dapat ditetapkan jenis dan jumlahnya dengan berbagai metode. Secara garis besar metode-metode tersebut dapat kita kelompokkan menjadi 2 yaitu:

- (1) Metode Kimia:
 - a. Cara Titrasi
 - b. Cara kolorimetri
- (2) Metode Instrumen:
 - a. *Emission Spectrophotometry Atomic Plasma Spectroscopy Flame Emission Photometry*
 - b. *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)*
 - c. *Neutron Activation*
 - d. *Mass Spectrometry*
 - e. *X-ray Fluorescence Spectrometry*
 - f. *Electrochemical Method*

Prosedur penetapan umumnya berbeda untuk masing-masing mineral, dan untuk satu jenis mineral penetapannya ada yang dapat dilakukan dengan menggunakan kedua cara di atas atau salah satunya. Pada tabel 1 dapat dilihat metode-metode analisis penerapan berbagai mineral. Pemilihan metode mana yang akan kita pakai sangat tergantung kepada berbagai faktor, diantaranya adalah:

1. Jenis mineral yang akan dianalisis.
2. Kepekakaan dan ketepatan yang diminta.
3. Beban dan jumlah sampel yang harus dianalisis
4. Sumber daya manusia yang ada, termasuk keterampilan dan pengalaman dari operator.
5. Fasilitas peralatan yang tersedia
6. Biaya yang diperlukan
7. Peraturan pemerintah yang mungkin mensyaratkan analisis dengan metode tertentu.
8. Biaya pemeliharaan
9. Peraturan Pemerintah

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

Menurut Hislop yang dikutip oleh Jones (1981) kriteria analitik untuk pemilihan teknik analisis adalah (1) ketepatan, (2) ketelitian, (3) limit deteksi, (4) elemental coverage, (5) elemen tunggal atau multi elemen, (6) Tentukan bentuk kimianya, (7) tentukan variasi spasial.

Analisis terhadap mineral biasanya dibedakan atas dua yaitu (1) analisis terhadap mineral secara umum (*general method*), dan (2) analisis terhadap *trace element* yang biasanya dibahas dalam analisis kontaminasi, namun biasanya kedua analisis ini menggunakan persiapan sampel yang sama.

PERSIAPAN SAMPEL

a. Pengeringan

Untuk tujuan gizi, umumnya praktis untuk menyatakan konsentrasi mineral yang terdapat dalam makanan atau produk makanan dalam basis berat basah. Bahan dipecah-pecah atau dihomogenisasi secara mekanik, dan suatu sub sampel ditimbang untuk assay. Namun untuk kebanyakan tujuan lain, berat air dalam bahan dikeluarkan dan hasil analisis dinyatakan dalam basis berat kering.

Banyak makanan dan produk makanan, seperti buah-buahan dan daging, sukar untuk dikeringkan, disebabkan oleh tingginya kandungan gula atau minyak. Pada pengeringan oven, sebagai contoh sereal, kadar air masih terus mengikat karena air yang terikat oleh protein secara lambat dilepaskan dengan meningkatnya suhu pengeringan. Untuk menjamin pengeluaran air hampir sempurna, kebanyakan makanan harus di *fresh drying* atau dikeringkan dengan vakum. Makanan yang relatif rendah kadar gula atau kadar proteinnya dapat dikeringkan dengan mudah dalam oven pada suhu 80 °C. Kalau pengeringan dilakukan di bawah lampu infra red atau oven, maka perlu lebih hati-hati untuk mencegah terjadinya "*charring*". Tujuannya adalah untuk mengeluarkan air dari produk tanpa mereduksi bahan keringnya. Suatu bau yang kuat yang dihasilkan ketika pengeringan pada suhu yang meningkat biasanya berarti adanya *loss* dalam berat kering.

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

Prosedur pengeringan yang direkomendasikan oleh AOAC adalah pengeringan oven vakum pada tekanan 100 mmHg dan temperatur 70°C. Prosedur pengeringan vakum tersebut adalah sebagai berikut: Letakkan sampel dalam suatu lapisan tipis dalam cawan metal atau porselen. Letakkan cawan yang mengandung sampel tersebut 20-25 cm di bawah lampu 250 W Ge Infrared Heat sampai kelebihan airnya menguap. Aturlah jarak di bawah lampu panas untuk mencegah *charring*. Letakkan cawan yang mengandung sampel tersebut dalam oven vakum pada suhu 60 °C dibawah tekanan <100 mmHg selama 24 jam. Pengeringan lebih lama mungkin diperlukan untuk beberapa bahan. Pengeringan dilanjutkan sampai berat konstan.

b. Penggilingan

Tujuan utama penggilingan sampel adalah untuk menghomogenisasikan sampel, dan pada waktu yang sama untuk mereduksinya menjadi konsistensi fisik yang sesuai sehingga dapat dengan mudah diukur atau ditimbang sampai jumlah yang khusus. Untuk sampel yang segar, beberapa tipe homogenisasi diperlukan, seperti penghancuran dalam blender.

Untuk contoh-contoh yang telah dikeringkan, sejumlah prosedur penggilingan dapat dilakukan. Untuk sampel-sampel yang telah dikeringbekukan atau yang higroskopis, penggilingan Teflonball pada suhu nitrogen cair yang dapat digunakan, yaitu prosedur yang dikembangkan oleh yengar. Bahan-bahan mudah pecah dapat ditumbuk dengan tangan dalam suatu mortar. Namun prosedur yang paling umum adalah memperkecil ukurannya sampai sekurang-kurangnya 20 mesh. Penggilingan sampai ukuran sehalus ini terutama penting bila sub sampel yang akan dipilih untuk analisis kurang dari 1,0 gram. Kemungkinan terjadinya kontaminasi logam-logam dari penggilingan dengan cara ini sangat dimungkinkan. Karenanya bila sampel akan dianalisis kadar tembaga atau sengnya, maka usahakan jangan digiling dengan gilingan yang terbuat dari bahan-bahan ini.

DESTRUKSI BAHAN ORGANIK

Untuk menetapkan mineral dari bahan yang telah digiling halus, terlebih dahulu bahan tersebut harus dihancurkan atau

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

didestruksi untuk menghilangkan bahan-bahan anorganik (mineral). Ada dua prosedur dekomposisi yaitu pengabuan basah (*wet ashing*) dan pengabuan kering (*dry ashing*). Tergantung dari sifat zat organik yang terkandung dalam bahan, jenis mineral yang akan dianalisis, serta sensitifitas metode analisis yang akan digunakan (Muchtadi, 1989).

ANALISIS MINERAL DENGAN ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER (AAS).

Pendahuluan. Mineral dalam bahan makanan dapat ditetapkan jenis dan jumlahnya dengan berbagai metode. Secara garis besar metode-metode tersebut dapat kita kelompokkan menjadi 2 yaitu :

1. Metode kimia
 - a. Cara titrasi
 - b. Cara kolorimetri
2. Metode Kolorimetri
 - a. *Emission Spectrophotometry Atomic Plasma Spectroscopy*
Flame Emission Photometry
 - b. *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)*
 - c. *Neutron Activation*
 - d. *Mass Spectrometry*
 - e. *X-ray Fluorescence Spectrometry*
 - f. *Electrochemical Method*

Prosedur penetapan umumnya berbeda untuk masing-masing mineral, dan untuk jenis mineral penetapannya ada yang dapat dilakukan dengan menggunakan kedua cara diatas atau salah satunya. Pada tabel 1 dapat dilihat metode-metode analisis penerapan berbagai mineral. Pemilihan metode mana yang akan kita pakai sangat tergantung kepada berbagai faktor, diantaranya:

1. Jenis mineral yang akan dianalisis
2. Kepakaan dan ketetapan yang diminta
3. Beban dan jumlah sampel yang harus dianalisis
4. Sumbder daya manusia yang ada, termasuk keterampilan dan pengalaman dari operator.
5. Fasilitas peralatan yang tersedia
6. Biaya yang diperlukan

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

7. Peraturan pemerintah yang mungkin mensyaratkan analisis dengan metode tertentu
8. Biaya pemeliharaan
9. Peraturan Pemerintah

Menurut Hislop yang dikutip oleh Jones (1981) kriteria analitik untuk pemilihan teknik analisis adalah (1) ketetapan, (2) ketelitian, (3) limit deteksi, (4) elemental coverage, (5) elemen tunggal atau multi elemen, (6) tentukan bentuk kimianya, (7) tentukan variasi spasial.

Analisis terhadap mineral biasanya dibedakan atas dua yaitu (1) analisis terhadap mineral secara umum (*general method*), dan (2) analisis terhadap *trace element* yang biasanya dibahas dalam analisis kontaminasi, namun biasanya kedua analisis ini menggunakan persiapan sampel yang sama.

A. Penentuan Kadar Fe metode Titrasi dan Spektrofotometer

Prinsip :

Reagensia Iron Fessozine akan membentuk suatu kompleks warna keunguan atau violet dengan sejumlah kecil dari besi didalam sampel dengan di buffer sampai suatu pH 3,5. Metoda ini dapat digunakan untuk menentukan trace level (sedikit besi dalam reagensia kimia dan glikol, serta dapat dipakai untuk menganalisis sampel yang berisi magnetite (black iron oxide) atau ferrities.

B. Penentuan kadar Seng Metoda Spektrofotometer (AAS BRAIC WFX-210)

Prinsip :

Spektrofotometri serapan atom merupakan suatu metode pengukuran yang didasarkan pada jumlah radiasi yang diserap oleh atom-atom bebas bila sejumlah radiasi dilewatkan melalui system yang mengandung atom-atom itu.

Tujuan

Tujuan praktikum ini adalah untuk mengetahui kadar Fe dan Seng dalam sampel bahan pangan.

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

Alat dan Bahan. Spektrometri UV, Cawan porselin, Spektro UV-Light XTD 5 SECOMAM, Kuvet, AAS Braic WFX -210, Spatula, Hot plate, Buret, Erlenmeyer, Labu ukur, Pipet volume, Gelas piala 100 ml. Reagent : Standar Fe, Standar Seng, Reagen Iron Ferrozine, H_2SO_4 , $KMnO_4$

Prosedur Kerja :

a. **Preparasi Sampel Asal Pengabuan Kering**

Basahi abu dalam cawan dengan 1 ml air suling.

1. Tambahkan 1 - 2 ml HNO_3 (pekat) dan goyang-goyangkan dengan tangan. Bila pengabuan sempurna dan Abu berwarna putih, lanjutkan langsung ke tahap 7.
2. Bila Abu masih hitam, pecahkan partikel-partikel besar dengan pengaduk gelas dan bilas pengaduknya dengan sedikit air suling.
3. Keringkan abu dalam cawan diatas penangas air atau plat pemanas pada suhu dibawah $100\text{ }^{\circ}C$. (suhu yang terlalu tinggi akan menyebabkan sampel muncrat keluar)
4. Pindahkan cawan ke tanur (suhu dibawah $250\text{ }^{\circ}C$) dan kemudian naikan suhu sampai $450-500\text{ }^{\circ}C$ selama 1 jam. Bila abu masih tetap hitam ulangi tahap 3-5 hingga diperoleh abu yang bebas dari karbon.
5. Keluarkan cawan dari tanur dan dinginkan. Basahi abu dengan 1 ml air suling dan kemudian tambahkan 1-2 ml HNO_3 Pekat.
6. Panaskan cawan diatas penangas air atau plat pemanas hingga abu hampir kering.
7. Larutkan abu dengan 10 ml HCl 3 N, aduk dengan pengaduk gelas dan kemudian panaskan hingga hampir mendidih.
8. Dinginkan dan kemudian pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 ml atau 50 ml.
9. Bilas cawan paling sedikit 3 kali. Bila perlu panaskan diatas penangas air atau plat pemanas.

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

10. Bila ada endapan putih dari silikat lakukan dekantasi dan kemudian tuangkan cairannya perlahan-lahan agar endapannya sebanyak mungkin tertahan dan tinggal di dalam cawan.
11. Tepatkan hingga garis dengan air suling dan kocok larutan

b. Pembuatan Standar Fe

1. Dibuat larutan standar 100 ppm dengan cara dipipet 10 ml larutan standar Fe ke dalam labu ukur 100 ml dari larutan standar Fe yang 1000 ppm dan dihipitkan.
2. Dibuat larutan standar 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm ke dalam labu ukur 100 ml dari larutan standar Fe 100 ppm. Dalam masing-masing larutan ditambahkan reagen Fe.
3. Setelah itu ditambahkan lagi air suling hingga tanda garis labu ukur 100 ml.
4. Secara bertahap dengan menggunakan cuvet, diukur konsentrasi dan absorbansi larutan standar tersebut pada spektrofotometer Uvi Light dan dicatat hasilnya.

c. Penetapan Kadar Fe

1. Sampel yang telah dipreparasi ditambahkan reagent Fe lalu dihipitkan.
2. Disiapkan 5 buah cuvet, 1 cuvet diisi dengan air suling disebut blanko dan 4 cuvet yang lain diisi dengan masing-masing sampel.
3. Diusap bagian luar cuvet dengan menggunakan tissue.
4. Diukur konsentrasi masing-masing sampel dalam spektrofotometer DR 2800.
5. Dicatat hasilnya.

d. Pengabuan Basah

Prinsip:

Bahan organik di musnahkan dan dioksidasikan dengan bantuan campuran asam pengoksidasi kuat yang dididihkan bersama-sama dalam labu kejdhal.

Pereaksi:

1. Asam Nitrat (HNO_3) Pekat
2. Asam Sulfat (H_2SO_4) Pekat
3. Asam Perklorat (HClO_4)
4. Hidrogen Peroksida (H_2O_2) 30 % atau perhidrol

d.1 Pengabuan Basah HNO_3 dan H_2SO_4

1. Timbang sampel sekitar 5 - 10 gram dan masukkan kedalam labu kejdhal 300ml.
2. Tambahkan 10 ml asam sulfat pekat dan kocok
3. Tambahkan 5 ml asam nitrat pekat dan beberapa buah batu didih dan kocok hingga bercampur. Diamkan campuran selama setengah jam atau lebih.
4. Panaskan perlahan-lahan hingga sampel larut. Hindari pembentukan buih yang berlebihan.
5. Panaskan lebih tinggi sampai mendidih sehingga asap nitro kuning sebanyak mungkin telah keluar.
6. Lanjutkan penambahan asam nitrat masing-masing sebanyak 1-2 ml dan panaskan sehingga seluruh bahan organik telah terbakar yang ditunjukkan oleh larutan yang berwarna kuning. Bila pada penambahan 1-2 ml asam nitrat selanjutnya tidak berhasil, lanjutkan pada prosedur tambahan di bawah.
7. Panaskan hingga asap putih dari sulfat telah timbul.
8. Dinginkan dan encerkan dengan air suling bebas ion hingga volume tertentu.
9. Lakukan juga pengabuan blanko dengan jumlah pereaksi yang sama. Untuk penetapan unsur-unsurnya, ikuti prosedur untuk masing-masing logam.

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

d.2 Prosedur Tambahan Dengan Asam Perklorat

Bila cara destruksi diatas tidak menghasilkan larutan jernih setelah langkah ke 7, lanjutkan dengan :

1. Dinginkan campuran sampel. Tambahkan 1 ml asam perklorat 72% dan 2 ml asam nitrat pekat dan kemudian kocok.
2. Panaskan perlahan-lahan sekitar 10 menit dan naikkan suhu pemanasan sampai timbul uap putih dari sulfat.
3. Dinginkan dan encerkan dengan air suling bebas ion.

Catatan. Pengabuan basah dengan asam perklorat dapat mengakibatkan ledakan yang hebat bila di gunakan tidak dengan prosedur yang tepat.

- a. Selalu gunakan asam nitrat dalam jumlah lebih banyak dari asam perklorat pada awal reaksi.
- b. Sebaiknya menggunakan ruang asam tahan asam tahan ledakan untuk tempat destruksi dan dianjurkan dibersihkan secara periodik.

d.3. Prosedur Tambahan Dengan H₂O₂

Lanjutan pengabuan basah ini disarankan bila ingin menghindari penggunaan asam perklorat. Setelah langkah ke 7 pada prosedur diatas, lanjutkan dengan cara kerja di bawah :

1. Tambahkan 2-3 ml Hidrogen peroksida 30 % dan beberapa tetes asam nitrat pekat.
2. Panaskan di atas plat pemanas hingga berwarna bening.
3. Dinginkan dan encerkan dengan 10 ml air suling bebas ion, kemudian panaskan hingga berasap.
4. Encerkan dengan air suling sampai volume tertentu.

Catatan. Jika sampel banyak mengandung air, panaskan lebih dulu dengan asam nitrat sebelum ditambahkan asam sulfat. Perlakuan selanjutnya sama dengan sampel kering.

- a. Contoh yang berupa cairan di pekatkan dulu dengan pemanasan kemudian dilanjutkan dengan penambahan asam seperti prosedur diatas.

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

d.4. Pelarutan Abu Asal Pengabuan Basah

1. Pindahkan larutan sampel dari labu kjeldhal secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 ml atau 50 ml.
2. Tepatkan hingga tanda garis dengan air suling dan kocok hingga merata.

PENETAPAN KADAR ABU BAHAN PANGAN

Peralatan. Cawan porselen bertutup, Mortar dan alat penggerus, Tanur, Penjepit

Prosedur Kerja

1. Siapkan cawan porselen, kemudian panaskan dalam oven, dinginkan dalam desikator dan timbang.
2. Gerus bahan dalam mortar (untuk bahan padat).
3. Timbang sebanyak 3-5 gram sampel dalam cawan, kemudian bakar di atas api bunsen.
4. Setelah tidak berasap masukkan dalam tanur. Bakar sampai di dapat abu putih keabu-abuan. Pelaksanaan pengabuan dilakukan dalam 2 tahap yaitu pengabuan pada suhu 450 C, kemudian dinaikkan hingga suhu mencapai 550 C.
5. Lama pengabuan sekitar 2-3 jam.
6. Cawan diambil dengan penjepit, kemudian dinginkan dalam desikator
7. Ditimbang sampai diperoleh berat tetap.

Perhitungan:

$$\% \text{ abu} = \frac{\text{Berat abu (gram)}}{\text{Berat sampel (gram)}} \times 100 \%$$

Penetapan Kadar Abu dan Mineral

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip penetapan kadar abu	
2	Tuliskan prinsip analisis Fe dengan metode spektrofotometri	
3	Tuliskan metode apa saja yang dipakai untuk penetapan kadar mineral	
4	Jelaskan secara singkat perbedaan pengabuan basah dan kering	

Bagian VIII
ZAT WARNA SINTESIS

Zat Warna Sintesis

Zat warna tambahan adalah zat warna yang bukan zat warna asli bahan makanan. Zat tersebut ditambahkan dalam makanan agar lebih menarik. Zat warna tambahan disebut juga zat warna sintesis, sebagai contoh, amaranth, erythrosine, saffranine dan lain-lain. Bahan pewarna yang dapat digunakan untuk mewarnai makanan terdapat dalam bentuk alami seperti daun suji, daun pandan, kunyit dan karamel.

Pada umumnya untuk mengetahui kandungan zat warna dalam bahan makanan dan minuman dilakukan analisa kualitatif, yang pada prinsipnya menguji larutan makanan dengan benang wol putih yang tidak berlemak. Setelah diketahui bahwa dalam makanan atau minuman terdapat zat warna tambahan, dilanjutkan pengujian dengan larutan asam dan larutan basa, sehingga dengan demikian dapat diketahui apakah zat warna tambahan dalam suatu makanan atau minuman itu termasuk zat warna tambahan yang memenuhi persyaratan dalam makanan.

Untuk mengetahui kadar atau dosis zat warna tambahan yang digunakan jarang sekali dilakukan analisisnya. Hal ini disebabkan karena penambahannya hanya sebagai bahan untuk memperindah atau menarik selera konsumen, atau dengan kata lain penambah tersebut dilakukan secukupnya saja, sesuai selera. Penambahan yang terlalu banyak akan mengakibatkan warna menjadi jelek dan mempengaruhi rasa.

Prinsip. Serat wool digunakan untuk analisis zat warna karena sifatnya yang dapat mengabsorpsi zat warna baik yang asam maupun yang basa. Serat wool dan sutera mengandung protein amfoter yang mempunyai afinitas terhadap asam maupun basa dengan membentuk garam. Dengan mengamati perubahan warna dari benang wool yang telah dicelup dalam berbagai pereaksi, jenis zat warna dapat ditentukan.

Zat Warna Sintesis

Tujuan. Untuk menganalisa bahan aditif dalam bahan makanan (pewarna)

Alat dan Bahan : HCl encer (1 +9), NaOH 10%, HCl pekat, H₂SO₄ pekat, NH₂OH 12%, Gelas kimia, Lempeng tetes, Pipet tetes.

Prosedur Kerja:

1. 30 – 50 mL contoh cairan diasamkan sedikit dengan larutan HCL encer. Jika padatan, campur 25 gram contoh dengan air kemudian homogenkan baru diambil 30 – 50 mL seperti diatas.
2. Masukkan benang wool (\pm cm) kedalam larutan, didihkan selama 30 menit.
3. Benang wool diangkat, cuci dengan air dingin.
4. Keringkan, dipotong menjadi 4 bagian
5. Tempatkan keempat potongan benang wool di atas lempeng tetes (atau masing-masing potongan dalam satu gelas kimia kecil), kemudian masing-masing potongan ditetesi dengan satu zat yang berbeda, yaitu: NaOH 10%, HCl pekat, NH₄OH 12 % dan H₂SO₄ pekat.
6. Amati perubahan warna yang terjadi, bandingkan dengan standar daftar warna.

Zat Warna Sintesis

Hasil Percobaan:

No	Jenis Contoh	Warna yang teramati setelah penambahan zat			
		NaOH 10%	HCl pekat	H ₂ SO ₄ pekat	NH ₄ OH 12%

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip analisis zat pewarna sintetis	
2	Tuliskan nama pewarna sintetis yang biasa digunakan industry makanan	
3	Tuliskan kelebihan penggunaan metode serat wol	
4	Tuliskan kekurangan penggunaan metode serat wol	

Bagian IX
ANALISIS BAHAN PEMANIS
DAN BAHAN PENGAWET

Analisis Bahan Pemanis dan Bahan Pengawet

Pemanis buatan adalah zat-zat selain gula yang digunakan untuk memberi atau menambah rasa manis dalam makanan dan minuman, contoh: sakarin 300 kali kemanisan sukrosa, siklamat 30 kali kemanisan sukrosa dan garam-garamnya. Penambahan dilakukan dengan dosis yang tertentu, karena dapat mengganggu kesehatan. Pada umumnya zat-zat tersebut termasuk senyawa aromatis serta berubah hablur tidak berwarna atau berwarna putih, tidak berbau, atau berbau aromatik lemak, rasanya manis, larut dalam air, sukar larut dalam pelarut organik lemah.

Di samping itu masing-masing zat pemanis buatan mempunyai sifat yang berbeda dengan lainnya, seperti sakarin sukar larut dalam air dingin, tapi larut dalam air panas, larut dalam etanol, tapi sukar larut dalam khloroform. Sedangkan natrium siklamat sukar larut dalam etanol dan tidak larut sama sekali dalam khloroform dan eter.

Senyawa kimia yang mempunyai rasa pemanis dan diperoleh secara alami dari ekstrak tumbuh-tumbuhan seperti stevia tidak termasuk pemanis buatan.

Zat pemanis sintetik merupakan zat yang dapat menimbulkan rasa manis atau dapat membantu mempertajam penerimaan terhadap rasa manis tersebut. Umumnya zat pemanis sintetik mempunyai struktur kimia yang berbeda dengan struktur polihidrat gula alam.

Meskipun telah banyak ditemukan zat pemanis sintetik, tetapi hanya beberapa saja yang boleh dipakai dalam bahan makanan. Mula-mula garam Na- dan Ca-siklamat yang kemanisannya tiga puluh kali kemanisan sukrosa digunakan sebagai pemanis. Kemudian penggunaannya dilarang di Amerika Serikat karena diperkirakan bersifat karsinogen.

Zat Pengawet

Zat pengawet terdiri dari senyawa organik dan anorganik dalam bentuk asam atau garamnya. Aktivitas-aktivitas bahan pengawet tidaklah sama, misalnya ada yang efektif terhadap bakteri, khamir, ataupun kapang.

Zat Pengawet Organik

Zat pengawet organik lebih banyak dipakai daripada yang anorganik karena bahan ini lebih mudah dibuat. Bahan organik digunakan baik dalam bentuk asam maupun dalam bentuk garamnya. Zat kimia yang sering dipakai sebagai bahan pengawet ialah asam sorbat, asam propionat, asam benzoat, asam asetat, dan epoksida

Asam benzoat (C_6H_5COOH) merupakan bahan pengawet yang luas penggunaannya dan sering digunakan pada bahan makanan yang asam. Bahan ini digunakan untuk mencegah pertumbuhan khamir dan bakteri. Benzoat efektif pada pH 2,5 – 4,0. Karena kelarutan garamnya lebih besar, maka biasa digunakan dalam bentuk garam Na-Benzoat, sedangkan dalam bahan, garam benzoat terurai menjadi bentuk efektif, yaitu bentuk asam benzoat yang tak terdisosiasi.

Zat Pengawet Anorganik

Zat pengawet anorganik yang masih sering dipakai adalah sulfat, nitrit dan nitrat. Garam nitrit dan nitrat umumnya digunakan dalam proses curing daging untuk memperoleh warna yang lebih baik dan mencegah pertumbuhan mikroba. . Penggunaan natrium nitrit sebagai pengawet dan untuk mempertahankan warna daging atau ikan, ternyata menimbulkan efek yang membahayakan kesehatan. Nitrit dapat berikatan dengan asam amino atau amida dan membentuk turunan nitrosamin yang bersifat toksik.

Analisis Bahan Pemanis dan Bahan Pengawet

Bahan pengawet organik yang banyak digunakan yaitu asam benzoat, ester asam p-hidroksi benzoat, asam salisilat dan natrium benzoat. Sedangkan bahan pemanis buatan yang banyak digunakan yaitu ; sakarin, dulsin dan siklomat.

Tujuan. Untuk menganalisa bahan aditif dalam bahan makanan (Pengawet dan pemanis)

Alat dan Bahan. NaOH 10%, Anisaldehyd, HCl (1 : 3), Petroleum eter, Eter, H₂SO₄ (1;3), BaCl₂ , KMnO₄ 5%, NaNO₂, NaOH padat, NH₄OH, KNO₂ 10%, FeCl₃ 0,5% CuSO₄ 1%, HNO₃ (p). Alat yang digunakan yaitu Labu pemisah, Cawan porselin, Pipet Volume, Penangas air, Buret, Gelas ukur, Waring blender

Persiapan Sampel:

A. Padatan atau semi padatan:

1. Hancurkan 50 – 100 gram bahan dengan 300 – 400 mL air dalam waring blender.
2. Tambahkan NaOH 10% sampai larutan menjadi alkalis.
3. Biarkan selama 2 jam kemudian saring.

B. Cairan:

1. Ambil 50 – 60 mL sample, tambahkan NaOH 10 % sampai alkalis.
2. Saring dengan kapas. Jika sampel berkadar gula tinggi, encerkan sampai total padatan terlarut 10 – 15%

Prosedur Kerja:

Siklomat (sikloheksil sulfamat)

1. Pindahkan 10 mL filtrate ke dalam tabung sentrifus/ tabung reaksi
2. Ditambahkan 2 g BaCl₂, biarkan 5 menit, kocok, dan saring
3. Filtrat diasamkan dengan HCl 10%, Tambahkan dengan 0,2 g NaNO₂, campur.

Analisis Bahan Pemanis dan Bahan Pengawet

4. Diamati terjadinya endapan putih berarti siklamat positif, dan dibandingkan dengan blanko air saringan tidak di tambah dengan NaNO_2 .

Benzoat, salisilat, sakarin, dulsin.

1. Pipet 100 mL atau lebih filtrate dari persiapan sampel, masukkan ke dalam labu pemisah
2. Tambahkan HCl (1:3) sampai asam (lakmus). Tambahkan lagi dengan 5-10 mL HCl (1:3)
3. Ekstrak dengan 75-100 mL eter. Jika perlu ekstrak kembali lapisan air dengan eter. Lapisan eter dikumpulkan.
4. Ekstrak eter dicuci dengan 5 mL air sebanyak 3 kali. Masukkan ekstrak eter ke dalam cawan porselin.
5. Uapkan eternya dalam penangas air. Residu yang dihasilkan mengandung asam benzoat atau eternya, asam salisilat, sakarin, dulsin.
6. Larutkan residu yang diperoleh dalam air. Jika perlu panaskan sampai $80-85^\circ\text{C}$ selama 10 menit.
7. Larutan yang diperoleh dibagi 3 (misalnya A, B dan C).

Pengujian Asam Benzoat

1. Ke dalam larutan A tambahkan beberapa tetes NH_4OH sampai larutan menjadi alkalis.
2. Hilangkan kelebihan amoniak dengan penguapan.
3. Larutkan kembali residu dengan air panas, saring jika perlu.
4. Tambahkan beberapa tetes FeCl_3 netral 0,5 %
Terbentuknya endapan Ferribenzoat yang berwarna salmon menunjukkan adanya asam benzoat.

Pengujian Asam salisilat

Ke dalam larutan B tambahkan 1 – 2 tetes larutan FeCl_3 netral 0,5%. Jika ada asam salisilat maka larutan akan berwarna ungu.

Asam p-Hidroksibenzoat dan esternya, sakarin, dan atau dulsin

1. Tambahkan basa (NaOH atau NH_4OH) ke dalam larutan C sampai bereaksi alkalis.
2. Ekstrak larutan dengan menggunakan eter dalam labu pemisah. Dari hasil ekstraksi ini akan diperoleh dua lapisan yaitu lapisan eter (D) dan lapisan air (E).

Dulsin

1. Ekstrak eter (D) dibagi dua, tempatkan masing-masing ke dalam cawan porselin. Uapkan eter diatas penangas air.
2. Pada cawan porselin pertama, tambahkan residu dengan HNO_3 dan tambahkan 1 tetes air. Terbentuknya endapan jingga atau merah bata menunjukkan adanya Dulsin.
3. Pada cawan porselin kedua residu dialiri dengan gas HCl selama 5 menit, kemudian tambahkan dengan 1 tetes anisaldehyd. Jika mengandung Dulsin akan terbentuk warna merah jingga sampai merah darah.

Pengujian sakarin dan asam p-Hidroksibenzoat

1. Lapisan air yang diperoleh (E) diasamkan, kemudian diekstraksi dengan petroleum eter. Akan terbentuk dua lapisan. Lapisan air digunakan untuk pengujian Sakarin dan asam p-Hidroksibenzoat.
2. Ekstrak lapisan air yang diperoleh dengan eter, uapkan eter dari ekstrak eter yang diperoleh.
3. Residu yang tinggal dirasakan manisnya, jika manis menunjukkan adanya sakarin.
4. Larutkan residu dalam 15 mL air. Larutan dibagi dua (F, 10 mL) dan G, (5 mL)

Analisis Bahan Pemanis dan Bahan Pengawet

5. Untuk menguji adanya sakarin:
 - a. Kedalam 10 mL larutan F tambahkan 2 mL H_2SO_4 encer (1 : 3).
 - b. Panaskan sampai mendidih.
 - c. Tambahkan sedikit berlebih larutan $KMNO_4$ 5% sampai terbentuk warna merah jambu yang stabil. Dinginkan.
 - d. Tambahkan kurang lebih 1 g NaOH. Saring, masukkan filtrat ke dalam pinggan porselin. Uapkan samapi kering.
 - e. Panaskan pada suhu 210 – 215°C dalam tanur selama 20 menit. Larutkan residu dalam air.
 - f. Pindahkan larutan ke dalam labu pemisah, asamkan dan ekstrak dengan eter. Uapkan eternya.
 - g. Larutkan residu dalam air. Tambahkan satu tetes $FeCl_3$ netral 0,5%. Terbentuknya warna violet menandakan adanya asam salisilat yang terbentuk dari sakarin.
6. Untuk menguji adanya asam p-Hidroksibenzoat:
 - Netralkan 5 mL larutan G dengan NH_3 kemudian uji dengan pereaksi Millon. Terbentuknya warna merah mawar menunjukkan adanya asam p-Hidroksibenzoat.

Penetapan Sakarin Secara Kualitatif

Zat pemanis sintetik seperti sakarin masih banyak digunakan secara sembarangan pada makanan atau minuman, walaupun pemerintah dalam hal ini DepKes telah melakukan pengawasan terhadap zat penyebab kanker ini.

Sakarin berada dalam makanan dan minuman dalam bentuk garam Ca atau Na-sakarin. Penggunaan sakarin dalam konsentrasi tinggi akan menimbulkan rasa pahit, walaupun diketahui kemanisannya 400 x sukrosa 10%. Penetapan sakarin pada bahan pangan dapat dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif.

Penetapan Sakarin Secara Kualitatif Dengan Tes Organoleptik (AOCAC 941.10)

Prinsip. Contoh diasamkan dengan HCl kemudian diekstrak dengan eter dan diuapkan. Residu yang mengandung sakarin diuji secara organoleptik (rasa manis).

Tujuan. Untuk menganalisis bahan aditif dalam bahan makanan (pengawet, pemanis dan pewarna)

Alat Dan Bahan. Corong ekstraksi, cawan, gelas piala, Erlenmeyer. Larutan HCl, pelarut eter, air suling, contoh bahan pangan

Prosedur Kerja:

1. Persiapan contoh
2. 50 mL larutan atau 50 g bahan makanan padatan/ semi padat dari cara kerja 1. diasamkan dengan HCl, lalu diekstraksi dengan 25 mL eter.
3. Cuci hasil ekstraksi dengan 5 mL air suling.
4. Larutan dipindahkan ke dalam gelas piala kecil atau cawan penguap, biarkan eter menguap dengan sendirinya.
5. Sisa yang tertinggal diuji rasanya manis atau tidak. Apabila manis menunjukkan adanya sakarin (cara ini dilakukan untuk kadar sakarin 20 mg/Kg bahan).

No	Jenis Contoh	Rasa residu	Sakarin (+ atau -)

Analisis Bahan Pemanis dan Bahan Pengawet

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip analisis zat pemanis dan pengawet	
2	Tuliskan nama pemanis dan pengawet yang biasa digunakan industri makanan	
3	Tuliskan metode lain yang bias digunakan untuk menganalisis zat pemanis	
4	Tuliskan metode lain yang bias digunakan untuk menganalisis zat pengawet	

Bagian X
PENETUAN IODIUM DALAM
GARAM BERIODIUM

Penentuan Iodium Garam Beriodium

Gangguan akibat kekurangan iodium berupa gondok atau pembengkakan kelenjar tiroid di leher dan kretinisme (cebol) telah dikenal sejak dahulu kala, yaitu sejak zaman budaya Cina dan Hindu, dan Roma. Pengertian tentang defisiensi iodium saat ini tidak terbatas pada gondok dan kretinisme saja, tetapi ternyata defisiensi iodium berpengaruh terhadap kualitas sumber daya manusia secara luas, meliputi tumbuh kembang, termasuk perkembangan otak. Defisiensi iodium dinyatakan sebagai gangguan akibat kekurangan iodium (GAKI) yang menunjukkan luasnya pengaruh defisiensi iodium tersebut. Hingga sekarang masalah gangguan akibat kekurangan iodium terdapat terdapat luas diseluruh dunia termasuk Indonesia, dan penanggulangannya merupakan salah satu prioritas utama program WHO.

Menurut laporan WHO tahun 1990, di Negara sedang berkembang hampir 1 miliar penduduk mempunyai risiko mengalami gangguan akibat kekurangan iodium, diantaranya dua ratus juta mengalami gondok, lima juta lebih mengalami kretin dengan keterlambatan mental dan lima belas juta mengalami gangguan mental yang lebih besar. Iodium berada dalam suatu siklus di alam. Sebagian besar iodium ada dilaut, sebagian kemudian merembes, dibawa hujan, angin dan sungai, dan banjir ketanah dan gunung disekitarnya. Iodium terdapat dilapisan bawah tanah, sumur minyak dan gas alam. Air berasal dari sumur-sumur tersebut dapat merupakan sumber iodium. Daerah pegunungan diseluruh dunia termasuk di Eropa, Amerika, dan Asia kurang mengandung iodium, terutama pegunungan yang ditutupi es dan mempunyai curah hujan yang tinggi yang mengalir kesungai.

Prinsip. Iodium dalam KIO_3 akan dibebaskan oleh H_2SO_4 . I_2 yang dibebaskan akan dititrasi dengan Na Thiosulfat.

Tujuan. Untuk mengetahui kadar iodium dalam garam beriodium dengan metode titrimetri.

Penentuan Iodium Garam Beriodium

Alat dan Bahan. Buret, statif, labu takar, labu Erlenmeyer, pipet volume, pipet tetes, gelas ukur. Garam beriodium, $K_2Cr_2O_7$ 0,005 N, KI 10%, Amylum 1% $Na_2S_2O_3$ 0,005 N, HCl 6 N, KI 20 %

Prosedur Kerja

Standarisasi Larutan Penitar.

Ditimbang $\pm 0,0061$ gram $K_2Cr_2O_7$ kedalam erlenmeyer 250 mL, lalu tambahkan 25 ml akuades. Kocok hingga kalium dikromat larut. Tambahkan 7,5 mL KI 20% dan 15 mL HCl 6N. Titrasi larutan dengan $Na_2S_2O_3$ 0,005N, dengan menggunakan indikator kanji. Dengan perubahan warna dari biru tua menjadi tak berwarna.

Penentuan Iodium dalam sampel

- Timbang ± 10 gram bahan masukkan ke dalam erlenmeyer bertutup.
- Tambahkan 50 mL akuades matang (sisakan 20 mL), kemudian tambahkan KI 10%. Sebelum penambahan KI tambahkan 2 mL H_2SO_4 2N, lalu erlenmeyer ditutup dan simpan di tempat yang gelap selama 10 menit.
- Bilas tutup erlenmeyer dengan sisa akuades 20 mL, kemudian titrasi dengan Na Thiosulfat 0,005N sampai warna coklat kekuningan.
- Lakukan standarisasi iodometri. Ditimbang $\pm 0,5$ gram $K_2Cr_2O_7$ ke dalam erlenmeyer 100 ml, lalu ditambahkan 100 ml akuades. Dikocok hingga kalium dikromat larut. Ditambahkan 10 ml KI 20% dan 20 ml HCl 4 N. Ditambahkan kalium dikromat 0,5 gram hingga warna berubah menjadi kuning kecoklatan. Dititrasi larutan dengan $Na_2S_2O_3$ 0,005 N dengan menggunakan indikator amilum. Pada titrasi keempat dan kelima ditambahkan 4 tetes amilum. Dengan perubahan warna dari biru tua menjadi tak berwarna.

Penentuan Iodium Garam Beriodium

Perhitungan

$$\text{Kadar KIO}_3 = \text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{BM KIO}_3 \times \frac{1}{6} \times \frac{1000}{\text{sampel}}$$

$$\text{Kadar Iodium (ppm)} = \frac{\text{BA I}}{\text{BM KIO}_3} \times \text{kadar KIO}_3$$

$$\text{Kenormalan Larutan Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{mg K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{Fp} \times \text{V} \times 49}$$

Penentuan Iodium Garam Beriodium

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip analisis iodium metode iodometri	
2	Tuliskan metode apa saja yang bisa digunakan untuk analisis kadar iodium	
3	Jelaskan secara singkat fungsi indikator amilum pada prosedur analisis kadar iodium	

Bagian XI
PENENTUAN VITAMIN C
SECARA KUANTITATIF DAN
KUALITATIF

Penentuan Vitamin C Secara Kuantitatif & Kualitatif

Vitamin merupakan senyawa organik yang jumlahnya relatif sangat sedikit di dalam suatu bahan pangan. Ada banyak jenis vitamin, tetapi pada umumnya dikelompokkan menjadi dua, yaitu: (1) vitamin yang larut air dan (2) vitamin yang larut dalam lemak. Kelompok vitamin yang larut dalam air yaitu vitamin C (asam askorbat) dan beberapa vitamin B (vitamin B₁, B₂, B₆, dan B₁₂) yang sering disebut vitamin B Kompleks, sedangkan kelompok vitamin yang larut dalam lemak yaitu vitamin A, D, E, dan K.

Vitamin C merupakan vitamin larut dalam air dan mempunyai komponen aktif asam askorbat. Vitamin C stabil dalam suasana asam, tetapi mudah rusak oleh oksidasi, alkali, dan panas, khususnya apabila bercampur dengan zat besi dan tembaga.

Vitamin C pada hewan hanya terdapat pada hati dan ginjal. Vitamin C paling banyak terdapat dalam buah-buahan dan sayuran, seperti jambu biji, pepaya, jeruk, kiwi, stroberi, gandaria, daun katuk, daun kelor, tangkil (melinjo), daun singkong, daun talas, daun melinjo, dan brokoli.

Tujuan. Mengetahui adanya vitamin C secara kualitatif dan kadar vitamin C secara kuantitatif

Prinsip. Warna hitam reaksi AgNO_3 menandakan vitamin C positif. Iodin mengoksidasi tiosulfat menjadi ion tetrathionat.

$$\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$$

Alat dan Bahan. Timbangan digital, labu Erlenmeyer, *bulb*, gelas kimia, labu ukur, pipet tetes, buret, pipet volume, gelas ukur, statif, pipet gondok, klem. Jeruk, AgNO_3 10%, HCl 4 N, kalium dikromat, KI 20%, larutan Iod, natrium tiosulfat 0.091 N, H_2SO_4 pekat, indikator amilum, aquades, aquades matang

Penentuan Vitamin C Secara Kuantitatif & Kualitatif

Prosedur Kerja.

Secara Kualitatif

1. Masukkan 10 ml sampel ke dalam gelas kimia dan ditambahkan 5 ml akuades
2. Tambahkan beberapa tetes AgNO_3 10%. Tunggu hingga terjadi perubahan warna
3. Adanya warna atau endapan hitam menandakan positif vitamin C.

Secara Kuantitatif

Standarisasi Larutan Penitar

1. Timbang $\pm 0,5$ gram kalsium dikrhomat, larutkan dengan air suling dalam labu ukur 100 ml dan encerkan hingga tanda garis.
2. 25 ml larutan ini, pipet ke dalam erlenmeyer 500 ml yang berisi 10 ml larutan KI 20% dan 25 ml larutan HCl 4N. Kemudian encerkan hingga 200 ml dan titrasi dengan larutan natrium thiosulfat.
3. Setelah larutan menjadi kuning bening, tambahkan 1 ml larutan amilum sebagai indikator warna. Penitaran diakhiri bila warna larutan berubah warna dari biru menjadi hijau muda.

Penentuan Kadar Vitamin C pada sampel

1. Masukkan 15 ml sampel ke dalam labu Erlenmeyer dan tambahkan 5 ml aquadest matang
2. Tambahkan 5 ml H_2SO_4 pekat
3. Tambahkan 50 ml larutan iod 0.1 N
4. Tambahkan beberapa tetes larutan indikator amilum
5. Titrasi dengan Natrium tiosulfat hingga warna berubah dari hitam menjadi hijau tua.
6. Hitung larutan penitar yang digunakan.

Penentuan Vitamin C Secara Kuantitatif & Kualitatif

Pembuatan dan Titrasi Blanko

1. Masukkan 20 ml aquadest matang ke dalam labu Erlenmeyer
2. Tambahkan 5 ml H₂SO₄ pekat
3. Tambahkan 50 ml larutan iod 0.1 N
4. Tambahkan beberapa tetes larutan indikator amilum
5. Titrasi dengan Natrium tiosulfat hingga warna berubah dari hitam menjadi bening.
6. Hitung larutan penitar yang digunakan.

Kadar Vit.C

$$\frac{\text{ml penitar (blanko - sampel)} \times N \text{ Penitar} \times BE \text{ C}_6\text{H}_8\text{O}_6 \times 10^3}{\text{ml sampel}} \times 100\%$$

Penentuan Vitamin C Secara Kuantitatif & Kualitatif

Lembar Kerja

No	Soal	Jawaban
1	Tuliskan prinsip analisis vitamin C	
2	Tuliskan metode apa saja yang bisa digunakan untuk analisis kadar vitamin C	
3	Jelaskan kelebihan dan kekurangan metode yang digunakan	

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC (Association Official of Analytical Chemistry). 1995. Official Methods of Analysis, Inc, Virginia, USA.
- Apriyantono, A.D. Fardiaz, N.L. Puspitasari. 1989. Petunjuk Laboratorium Analisis Pangan. PAU Pangan dan Gizi, IPB-Bogor.
- Hayes M. 2020. Measuring Protein Content in Food: An Overview of Methods. *Foods*, 9(10):1340.
- Joy PP, Surya S, Aswathy C. 2015. Laboratory Manual of Biochemistry. Kerala Agricultural University: India.
- Mariotti, François, Tomé, Daniel and Mirand, Philippe Patureau (2008) 'Converting Nitrogen into Protein - Beyond 6.25 and Jones' Factors', *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48:2, 177 – 184.
- Nielsen, S.S. 1994. Introduction to the Chemical Analysis of Foods. Jones and Bartlett Publishers. Boston-London.
- Nielsen, S.S. 2017. Food Analysis Laboratory Manual. Springer: New York.
- Saini RK, Prasad P, Shang X, Keum Y-S. 2021. Advances in Lipid Extraction Methods—A Review. *International Journal of Molecular Sciences*. 22(24):13643
- Sulaiman Ahmad, Anwar Faisal, Rimbawan, Marliyati, S.A. 1995. Metode Penetapan Zat Gizi. Bagian Proyek Pengembangan Kesehatan dan Gizi Masyarakat DIKTI DEPDIKBUD (Third Community Health and Nutrition Project) Kerjasama dengan Jurusan GMSK Fakultas Pertanian IPB.
- Badan Standarisasi Nasional. Standar Nasional Indonesia: Cara uji makanan dan minuman SNI 01-2891-1992.
- Sudarmadji, S. dkk. 1984. Prosedur Analisa Bahan Makanan. Penerbit Liberty. Yogyakarta.