

Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dan Kandungan Jenis Asam Lemak dalam Minyak yang Dipanaskan dengan Metode Titrasi Asam Basa dan Kromatografi Gas

Budi Untari¹, Miksusanti², Al Ainna³

^{1,3}Jurusan Farmasi FMIPA Universitas Sriwijaya

²Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya

email : ¹untaribudi@yahoo.com

ABSTRAK

Asam lemak bebas merupakan parameter penentu mutu minyak goreng sawit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar asam lemak bebas pada minyak goreng serta untuk melihat kandungan asam lemak pada minyak goreng akibat pengaruh pemanasan. Penentuan kadar asam lemak bebas dilakukan dengan metode titrasi asam basa dan kandungan asam lemak dilakukan dengan metode kromatografi gas. Sampel dipanaskan dengan variasi waktu 5 dan 15 menit dengan masing-masing suhu 80, 100, 150 dan 200°C. Kadar asam lemak bebas dikatakan normal atau aman jika tidak melebihi nilai kadar asam lemak bebas SNI yaitu 0,30%. Hasil analisis kadar asam lemak bebas kontrol masih aman atau normal <0,30%, sampel waktu 5 menit masih aman atau normal <0,30%. Sampel waktu 15 menit dengan suhu 80 dan 100°C masih aman atau normal. Sampel suhu 150 dan 200°C tidak aman atau tidak normal >0,30%. Waktu pemanasan dan suhu pemanasan dapat meningkatkan kadar asam lemak bebas. Hasil analisis kromatografi gas kandungan asam lemak kontrol (sebelum pemanasan) terdapat 17 jenis asam lemak dengan kandungan tertinggi asam oleat 44,39% dan asam palmitat 38,28%. Sampel yang paling rusak yaitu waktu pemanasan 15 menit dengan suhu 200°C memiliki 17 jenis asam lemak dan kandungan asam oleat menurun menjadi 41,86% sedangkan asam palmitat meningkat menjadi 39,28%. Berdasarkan analisis SPSS dan Minitab lama waktu pemanasan dan tinggi suhu pemanasan berpengaruh nyata terhadap peningkatan kadar asam lemak bebas dari minyak goreng.

Kata Kunci: Minyak goreng, asam lemak bebas, titrasi asam basa, kromatografi gas.

PENDAHULUAN

Minyak goreng merupakan salah satu bahan pokok yang sangat penting untuk mencukupi kebutuhan gizi masyarakat Indonesia. Semakin sering digunakan tingkat kerusakan minyak akan semakin tinggi^[1]. Kualitas dari minyak goreng ditentukan dari kadar asam lemak bebasnya. Asam lemak bebas merupakan bagian dari parameter kualitas minyak goreng (Blumethal, 1996).

Minyak goreng yang dikonsumsi sangat erat kaitannya bagi kesehatan. Pemanasan minyak goreng yang berulang kali (lebih dari 2 kali) pada suhu tinggi (160 – 180°C) akan mengakibatkan hidrolisis lemak menjadi asam lemak bebas yang mudah teroksidasi, sehingga minyak menjadi tengik dan akan

meningkatkan kadar *Low Density Lipoprotein* (LDL) dalam darah yang merupakan kolesterol jahat. Banyaknya asam lemak bebas dalam minyak menunjukkan penurunan kualitas minyak (Nurhasnawati & Heni, 2015).

Kandungan jenis asam lemak dalam minyak akan menentukan kualitas dan kemudahan minyak tersebut dalam mengalami kerusakan. Minyak yang terdiri dari banyak asam lemak tak jenuh (*unsaturated*) akan lebih mudah rusak dan tidak sesuai untuk digunakan dalam proses pemanasan suhu tinggi dalam waktu lama. Mengetahui komposisi asam lemak suatu minyak menjadi penting untuk menentukan kualitas dan kesesuaian penggunaan. Semakin lama minyak digoreng semakin tinggi pula

kandungan asam lemak bebas yang terbentuk (Lawler, 2002).

Kadar asam lemak bebas dapat di analisis menggunakan metode titrasi asam basa. Penentuan kadar asam lemak bebas didasarkan pada perubahan warna yang terjadi pada sampel dan sering disebut sebagai titik akhir titrasi. Perhitungan kadar asam lemak bebas minyak goreng (minyak kelapa sawit) dianggap sebagai asam palmitat (berat molekul 256 (Delmonte dan Rader 2007; Song *et al.*, 2015).

Analisis kandungan jenis asam lemak dapat dilakukan dengan menggunakan instrumen kromatografi gas dengan prinsip pemisahan campuran berdasarkan sifat volatilitas masing-masing komponen penyusun campuran. Metode pemisahan suatu campuran menjadi komponen-komponen berdasarkan interaksi yaitu fase gerak dan fase diam.

Berdasarkan uraian diatas, dapat dilakukan penelitian mengenai penentuan kadar asam lemak bebas dan kandungan jenis asam lemak dalam minyak yang dipanaskan dengan metode titrasi asam basa dan kromatografi gas. Penelitian ini dibatasi pada pengaruh variasi suhu 80°C, 100°C, 150°C dan 200°C dan waktu pemanasan 5 dan 15 menit.

METODE DAN PENELITIAN

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dimulai pada bulan Desember 2018 sampai bulan Maret 2019. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analisis Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya, Laboratorium Farmasetika Farmasi Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya, serta Laboratorium Terpadu Institut Pertanian Bogor.

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas (Pyrex[®]), buret (Pyrex[®]), timbangan analitik (Ohaus[®]),

vortex, penangas air, tabung bertutup teflon, statif dan klem, aluminum foil, seperangkat instrumen kromatografi gas, Syringe 10 µL, pipet mikro.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak goreng sawit merek Bimoli, standar asam lemak FAME mix dari Supelco, aquades, fenoftalain (PP), natrium hidroksida (NaOH), etanol 95%, metanol, boron triflorida (BF₃) 20%, n-heksana, kalium biftalat, natrium sulfat (Na₂SO₄) anhidrat, natrium klorida (NaCl), larutan standar.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Sampel

Pada penelitian ini dilakukan pemanasan minyak goreng merk Bimoli dengan menggunakan *hot plate*, sampel dimasukkan kedalam enlemeyer sebanyak 5 gram untuk suhu 80°C, 100°C, 150°C, dan 200°C. Enlemeyer ditutup dengan aluminium foil setelah itu dipanaskan selama 5 dan 15 menit. Prosedur diatas diulangi untuk pengulangan pemanasan 2 dan 3 kali.

Penentuan Asam Lemak Bebas dari Minyak dengan Titrasi Asam Basa

Standarisasi Larutan NaOH 0,005 N

Pipet 10 mL kalium biftalat standar, masukkan dalam erlemeyer dan tambahkan aquades 10 mL. Indikator fenolftalein (PP) ditambahkan 2 – 3 tetes dan dititrasi dengan NaOH hingga terjadi perubahan warna menjadi merah muda konstan.

$$\text{Normalitas NaOH} = V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

Keterangan:

V₁ : volume awal

V₂ : volume yang diinginkan

N₁ : konsentrasi awal

N₂ : konsentrasi yang diinginkan

Penetapan Kadar Asam Lemak Bebas

Minyak goreng ditimbang sebanyak 5 g pada tiap tahap dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL yang telah diketahui berat kosongnya. Etanol 95% sebanyak 50 mL ditambahkan, selanjutnya indikator fenolftalein (PP) ditambahkan sebanyak 2 – 3 tetes dan dititrasi dengan NaOH 0,05 N sampai terbentuk larutan berwarna merah muda dan tidak hilang selama 30 detik. Volume NaOH yang digunakan dicatat dan dihitung kadar asam lemak bebasnya.

$$\text{Kadar} = \frac{\text{mL NaOH} \times \text{N NaOH} \times \text{BM asam lemak}}{\text{Berat Sampel} \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan:

Kadar : kadar asam lemak bebas (%)
 mL NaOH : volume titran NaOH
 N NaOH : normalitas larutan NaOH
 BM Asam Lemak : BM asam palmitat (256)

Penentuan Kandungan Asam Lemak dari Minyak dengan Kromatografi Gas

Esterifikasi

Timbang contoh lemak atau minyak dalam tabung bertutup teflon sebanyak 20 – 30 mg, ditambahkan 1 mL NaOH 0,5 N dalam metanol kemudian dorong dengan nitrogen, lalu dipanaskan dalam penangas air selama 20 menit. Selanjutnya ditambahkan 2 mL BF₃ 20 %, dipanaskan lagi selama 20 menit dinginkan, kemudian ditambahkan 2 mL NaCl jenuh dan 1 mL heksan, kemudian divortex diambil lapisan atas dengan bantuan pipet tetes ke dalam tabung yang berisi sekitar 0,1 g Na₂SO₄ anhidrat, biarkan 15 menit pisahkan fasa cair selanjutnya fase organik diinjeksikan ke kromatografi gas (AOAC, 2005).

Pengkondisian Alat Kromatografi Gas

Metil ester asam lemak yang diperoleh dianalisis dengan kromatografi gas untuk melihat perubahan kandungan jenis asam lemak penyusun minyak sebelum dipanaskan (kontrol) dan sesudah dipanaskan (sampel

suhu 200°C dengan waktu pemanasan menit). Spesifikasi alat kromatografi gas yang digunakan adalah sebagai berikut, seperangkat instrumen kromatografi gas dengan detektor FID (*Flame ionization Detector*), kolom *cyanopropil methyl sil (capillary column)*. Dimensi kolom p = 60 m, Ø dalam = 0.25 mm, 025 µm *Film Thickness*. Laju alir N₂ 30 mL/menit, laju alir He 30 mL/menit, laju alir H₂ 40 mL/menit dan laju alir udara 400 mL/menit. Suhu injektor 220°C, suhu detektor 240°C dan suhu kolom dengan program *temperature* sebagai berikut:

Rate (°C/menit)	Temp (°C) Hold	Time (menit)
-	125	5
10	185	5
5	205	10
3	225	7

Split Ratio 1:80, *Inject Volum* 1 µL, *Linier Velocity* 23.6 cm/sec. Campuran standar FAME diinjeksikan ke dalam kromatografi gas sebanyak 1 µL, bila semua puncak sudah keluar, sampel yang telah dipreparasi diinjeksikan ke dalam kromatografi gas sebanyak 1 µL, ukur waktu retensi dan puncak masing-masing komponen. Bandingkan waktu retensinya dengan standar untuk mendapatkan informasi mengenai jenis dari komponen-komponen dalam contoh.

Analisis Data

Data yang diperoleh dari penelitian ini akan diolah dengan analisis statistika menggunakan program SPSS 16.0 *for windows* dan program Minitab 16.0 *for windows*. Analisis data dengan SPSS pengujian normalitas distribusi data dilakukan dengan analisis *Shapiro-Wilk*, pengujian dilanjutkan dengan *two way ANOVA*. Bila menunjukkan hasil yang signifikan dilanjutkan dengan uji *Post hoc test*.

Analisis data dengan Minitab 16.0 *for windows* menggunakan metode DOE (*Design Of Experiment*), uji *factorial plots* pada analisis varian terdiri dari 2 macam plot yaitu

main effect plot dan interaction plot, main effects yang digunakan untuk melihat efek individu dari tiap-tiap faktor, serta interaction yang digunakan untuk melihat interaksi antara faktor-faktor yang ada, dilanjutkan uji analyze factorial design untuk mengetahui apakah pengujian asumsi kenormalan telah terpenuhi atau belum. Data kandungan asam lemak minyak goreng hasil perlakuan dilihat dari kromatogram hasil kromatografi gas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Sampel

Sampel minyak goreng yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak goreng merek Bimoli. Minyak dipanaskan terlebih dahulu sebelum diuji dengan variasi waktu dan suhu yang sudah ditentukan. Pemanasan minyak dilakukan pada suhu yaitu 80°C, 100°C, 150°C, dan 200°C. Setiap suhu dipanaskan secara berulang dengan variasi waktu 5 menit dan 15 menit dengan tiga kali repikasi. Tujuan pemanasan adalah untuk melihat pecahnya trigliserida menjadi asam lemak bebas yang terkandung dalam sampel.

Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dari Minyak dengan Metode Titrasi Asam Basa

Penetapan kadar asam lemak bebas pada penelitian ini menggunakan metode titrasi asam basa. Titrasi asam basa merupakan penetapan kadar senyawa-senyawa yang bersifat asam (minyak goreng kemasan) dengan menggunakan baku basa (NaOH). Penentuan kadar asam lemak bebas didasarkan pada perubahan warna yang terjadi pada sampel dan sering disebut sebagai titik akhir titrasi. Kadar asam lemak bebas merupakan persentase jumlah asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak yang dinetralkan oleh NaOH.

Pelaksanaan penentuan kadar zat dengan metode titrasi yaitu, larutan peniter diteteskan sedikit demi sedikit kedalam larutan sampel sampai tercapai titik akhir titrasi. Indikator yang digunakan dalam penentuan titik akhir titrasi adalah indikator pH yaitu zat yang dapat berubah warna apabila pH

lingkungannya berubah.

Penetapan Kadar Asam Lemak Bebas

Prinsip kerja analisis asam lemak bebas adalah memanaskan sampel yang telah ditambah alkohol agar trigleserida pada sampel terhidrolisis dan menghasilkan asam lemak bebas. Titrasi yang digunakan adalah natrium hidroksida (NaOH). Sebelum ditambah NaOH, larutan ditetesi indikator fenolfthalein (PP). Data standarisasi larutan NaOH didapatkan konsentrasinya sebesar 0,0423 N. Sampel sebanyak 5 gram yang sudah dipanaskan dilarutkan dalam 50 mL etanol 95%. Sebelum sampel dititrasi, dilakukan pemanasan terlebih dahulu untuk melarutkan etanol. Sampel diteteskan dengan indikator 2 – 3 tetes sebelum dititrasi. Sampel dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N sampai mencapai titik akhir titrasi berwarna merah muda konsisten.

Tabel 2. Kadar asam lemak bebas sampel kontrol dan hasil pemanasan

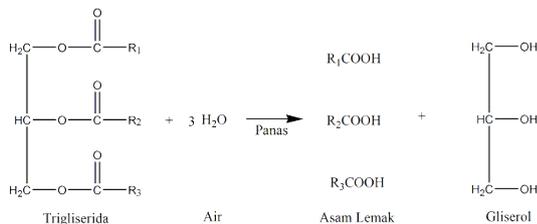
Waktu (menit)	Suhu (°C)	Kadar Asam Lemak Bebas Rata-rata (%)	Standar Deviasi (SD)
-	-	0,10	0,01
5	80	0,18	0,01
	100	0,21	0,01
	150	0,24	0,01
	200	0,28	0,00
15	80	0,26	0,02
	100	0,30	0,01
	150	0,34	0,01
	200	0,43	0,02

Keterangan: - (kontrol)

Kadar asam lemak bebas rata-rata pada kontrol 0,10%, pada waktu 5 menit dengan suhu 80°C didapatkan kadar asam lemak bebas 0,18% suhu 100°C kadar asam lemak bebas 0,21%, suhu 150°C kadar asam lemak bebas 0,24%, dan suhu 200°C kadar asam lemak bebas 0,28%. Kadar asam lemak bebas pada waktu 15 menit dengan suhu 80°C adalah 0,26% pada suhu 100°C kadar asam lemak bebas 0,30%, pada suhu 150°C kadar asam lemak bebas 0,34%, dan pada suhu 200°C kadar asam lemak bebas 0,43%.

Kadar asam lemak bebas dikatakan normal atau aman jika tidak melebihi nilai kadar asam lemak bebas SNI yaitu 0,30%. Kadar asam lemak bebas pada kontrol masih normal karena <0,30%. Hasil titrasi sampel pada waktu 5 menit kadar asam lemak bebas normal <0,30%. Waktu 15 menit suhu 80°C dan 100°C kadar asam lemak bebas masih normal karena <0,30%, sedangkan suhu 150°C dan 200°C kadar asam lemak bebas tidak normal atau tidak aman karena >0,30%. Semakin lama penggunaan minyak untuk menggoreng semakin tinggi pula kandungan asam lemak bebas yang terbentuk. Semakin tinggi kadar asam lemak bebas semakin buruk kualitas minyak goreng (Ilmi dan Mariyati, 2015).

Tabel diatas memperlihatkan tingginya suhu pemanasan dan lamanya waktu pemanasan berpengaruh nyata terhadap kadar asam lemak bebas dari minyak yang dipanaskan. Penyebab perubahan atau kerusakan minyak goreng terutama minyak nabati, baik secara fisik atau kimia, salah satunya karena proses hidrolisis.. Reaksi hidrolisis lemak dan minyak akan diubah menjadi asam-asam lemak bebas dan gliserol.



Gambar 1. Hidrolisis trigliserida menjadi asam lemak

Proses penggorengan yang bersuhu tinggi, ikatan rangkap pada asam lemak tak jenuh akan terurai menjadi jenuh. Tidak adanya ikatan rangkap pada asam lemak jenuh menyebabkan asam lemak jenuh tidak peka terhadap oksidasi dan pembentukan radikal bebas seperti halnya asam lemak tidak jenuh. Efek dominan dari asam lemak jenuh adalah

peningkatan kadar kolesterol total dan LDL (Judd *et al.*, 1994).

Asam lemak tak jenuh dapat menyehatkan jantung karena dapat meningkatkan HDL kolesterol dan menurunkan LDL kolesterol. Asam lemak jenuh merupakan asam lemak yang tidak menyehatkan jantung karena dapat meningkatkan kolesterol LDL. Proses pada suhu tinggi tersebut juga menyebabkan reaksi dekomposisi karena panas dan terbentuk akrolein, senyawa yang bersifat racun (Sartika, 2009).

Semakin sering minyak goreng dipanaskan, maka semakin banyak asam lemak tak jenuh yang berubah menjadi asam lemak jenuh. Akibatnya akan menyebabkan dislipidemia dan arterosklerosis yang ditandai dengan adanya timbunan atau endapan lemak pada pembuluh darah. Timbunan lemak ini akan menyumbat aliran darah pada beberapa bagian tubuh seperti jantung dan otak. Bila penyumbatan terjadi di jantung akan menyebabkan jantung koroner dan bila penyumbatan terjadi di otak akan menyebabkan stroke (Budimarwanti, 2010).

Penentuan Kandungan Asam Lemak dari Minyak dengan Metode Kromatografi Gas

Analisis kandungan asam lemak pada penelitian ini menggunakan metode kromatografi gas secara kualitatif. Asam lemak memiliki titik didih yang relatif tinggi. Sebelum analisis dilakukan, asam lemak diderivatisasi menjadi ester untuk menurunkan titik didihnya.

Sampel yang digunakan pada analisis kandungan asam lemak ini yaitu sampel kontrol (sebelum pemanasan) dan sampel yang paling rusak akibat pemanasan yaitu sampel dengan kadar asam lemak bebas tertinggi pada perlakuan waktu 15 menit dengan suhu 200°C.

Hasil analisa kandungan asam lemak sampel dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Kandungan asam lemak pada sampel kontrol dan yang paling rusak akibat pemanasan

Parameter	Hasil Persen (%) Relatif	
	Kontrol	Setelah Pemanasan
Asam Lemak		
Asam Kaprilat, C8:0	0,02	0,09
Asam Kaprat, C10:0	0,03	0,04
Asam Laurat, C12:0	0,29	0,32
Asam Miristat, C14:0	1,02	1,13
Asam Pentadekanoat, C15:0	0,04	0,06
Asam Palmitat, C16:0	38,28	39,29
Asam Palmitoleat, C16:1	0,18	0,18
Asam Heptadekanoat, C17:0	0,10	0,11
Asam Cis-10-Heptadekanoat, C17:1	0,03	0,03
Asam Stearat, C18:0	3,41	3,61
Asam Oleat, C18:1n9c	44,39	41,86
Asam Linoleat, C18:2n9c	12,32	8,67
Asam Arakidat, C20:0	0,20	0,31
Asam γ - Linolenat, C18:3n6	0,04	0,04
Asam Linolenat, C18:3n3	0,36	0,08
Asam Behenat, C22:0	0,05	0,05
Asam Lignoserat, C24:0	0,06	0,05
Asam Lemak Total	100,80	96,01

Hasil data kandungan asam lemak pada sampel merupakan hasil persen relatif karena kandungan asam lemak meningkat dan menurun. Kandungan asam lemak pada sampel kontrol yaitu asam kaprilat 0,02, asam kaprat 0,03, asam laurat 0,29, asam miristat 1,02, asam petadekanoat 0,04, asam palmitat 38,28, asam palmitoleat 0,18, asam heptadekanoat 0,10, asam cis-10-heptadekanoat 0,10, asam stearat 3,41, asam oleat 44,39, asam linoleat 12,32, asam arakidat 0,20, asam γ -linoleat 0,04, asam linolenat 0,36, asam behenik 0,05, dan asam lignoserat 0,06.

Kandungan asam lemak pada pemanasan yang paling lama dan suhu tertinggi yaitu waktu 15 menit pada suhu 200°C yaitu asam kaprilat 0,09, asam kaprat 0,04, asam laurat 0,32, asam miristat 1,13, asam petadekanoat 0,06, asam palmitat 39,29 asam palmitoleat 0,18, asam heptadekanoat 0,11, asam cis-10-heptadekanoat 0,03, asam stearat 3,61, asam oleat 41,86, asam linoleat 8,67, asam arakidonat 0,31, asam γ -linoleat 0,04, asam linolenat 0,36, asam behenik 0,05, dan asam lignoserat 0,05.

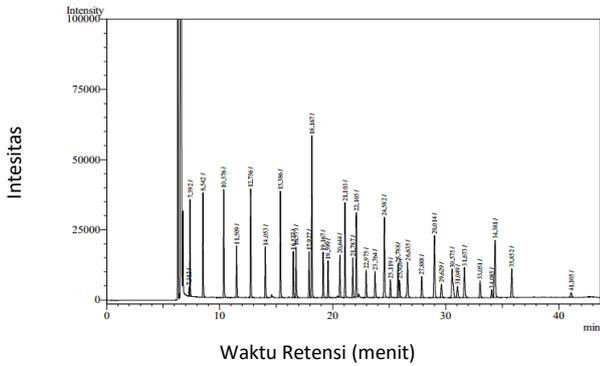
Kandungan asam lemak tertinggi pada sampel kontrol yaitu asam oleat 44,39% dan asam palmitat 38,28%. Kandungan asam lemak pada sampel yang paling rusak

akibat pemanasan asam oleat menurun menjadi 41,86% dan asam palmitat meningkat menjadi 39,29%. Menurunnya asam oleat yang merupakan asam lemak tak jenuh karena dilakukannya proses pemanasan minyak dengan suhu tinggi dan waktu yang lama. Kandungan asam palmitat meningkat karena asam palmitat merupakan asam lemak jenuh sehingga terjadinya proses hidrolisis karena adanya pemanasan dengan waktu yang lama dan suhu yang tinggi (Gertz dan Hagan, 2008).

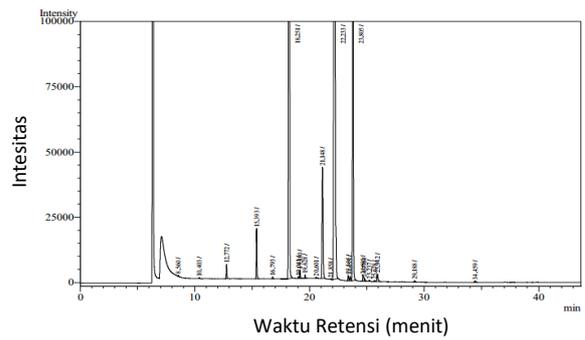
Kandungan utama dari minyak goreng bimoli adalah asam lemak yang terdiri dari asam lemak jenuh misalnya asam plimitat, asam stearat dan asam lemak tak jenuh misalnya asam oleat (Omega 9) dan asam linoleat (Omega 6). Asam lemak tak jenuh ini memiliki ikatan karbon rangkap, yang mudah terurai dan bereaksi dengan senyawa lain, sampai mendapatkan komposisi yang stabil berupa asam lemak jenuh. Komposisi dan kandungan bermacam-macam asam lemak ini yang sangat menentukan mutu dari minyak goreng (Kelana, 2007).

Identifikasi suatu komponen dalam sampel dapat dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi komponen yang dianalisis dengan waktu retensi zat standar yang diinjeksikan ke dalam kolom

dibawah kondisi kromatografi yang sama. Kromatogram dari kromatografi gas untuk standar *Fatty acid methyl esters* (FAME) (C₄-C₂₄) dapat dilihat pada gambar 2.



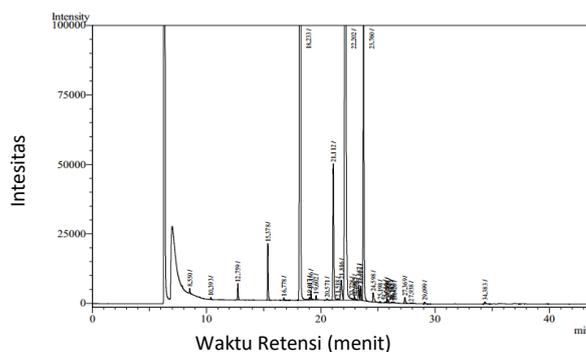
Gambar 2. Kromatogram standar asam lemak (C₄-C₂₄)



Gambar 3. Kromatogram sampel kontrol (sebelum dipanaskan)

Tabel 4. Waktu retensi dan % area sampel kontrol (sebelum pemanasan)

Asam Lemak	Waktu Retensi	% Area
Asam Kaprilat	8,560	0,0175
Asam Kaprat	10,403	0,0240
Asam Laurat	12,772	0,2732
Asam Miristat	15,393	0,9787
Asam Pentadekanoat	16,793	0,0422
Asam Palmitat	18,251	38,2270
Asam Palmitoleat	19,180	0,1744
Asam Heptadekanoat	19,628	0,0804
Asam Cis-10-Heptadekanoat	20,601	0,0269
Asam Stearat	21,148	3,4227
Asam Oleat	22,233	44,9119
Asam Linoleat	23,805	10,7052
Asam Arakidat	24,691	0,1995
Asam γ -Linoleat	25,237	0,0349
Asam Linolenat	25,942	0,3048
Asam Behenat	29,188	0,0459
Asam Lignoserat	34,459	0,0559
Total		100,000



Gambar 4. Kromatogram sampel minyak yang paling rusak akibat pemanasan

Tabel 5. Waktu retensi dan % area sampel yang paling rusak akibat pemanasan

Asam Lemak	Waktu Retensi	% Area
Asam Kaprilat	8,550	0,0778
Asam Kaprat	10,393	0,0372
Asam Laurat	12,759	0,3143
Asam Miristat	15,378	1,1113
Asam Pentadekanoat	16,778	0,0557
Asam Palmitat	18,223	40,3596
Asam Palmitoleat	19,156	0,1805
Asam Heptadekanoat	19,602	0,0937
Asam Cis-10-Heptadekanoat	20,571	0,0338
Asam Stearat	21,112	3,7296
Asam Oleat	22,202	43,5728
Asam Linoleat	23,760	7,7539
Asam Arakidat	23,760	0,3241
Asam γ -Linoleat	25,198	0,0305
Asam Linolenat	25,908	0,0995
Asam Behenat	29,099	0,0529
Asam Lignoserat	34,383	0,0562
Total		100.000

Kromatogram hasil analisis sampel kontrol (Gambar 3) memperlihatkan 23 puncak yang muncul namun hanya 17 puncak asam lemak yang terdeteksi. Masing-masing puncak mewakili satu jenis asam lemak. Hasil kromatogram pada sampel kontrol puncak dengan waktu retensi terendah yaitu asam kaprilat 8,560 dan puncak dengan waktu retensi tertinggi asam lignoserat 34,459.

Kromatogram hasil analisis sampel minyak yang paling rusak akibat pemanasan (Gambar 4) memperlihatkan 32 puncak yang muncul namun hanya 17 puncak asam lemak yang terdeteksi. Asam lemak yang tidak terdeteksi dikarenakan berada diluar standar asam lemak yang dimiliki. Kromatogram sampel minyak yang paling rusak akibat pemanasan puncak dengan waktu retensi terendah yaitu asam kaprilat yaitu 8,550 dan puncak dengan waktu retensi tertinggi asam lignoserat 34,383.

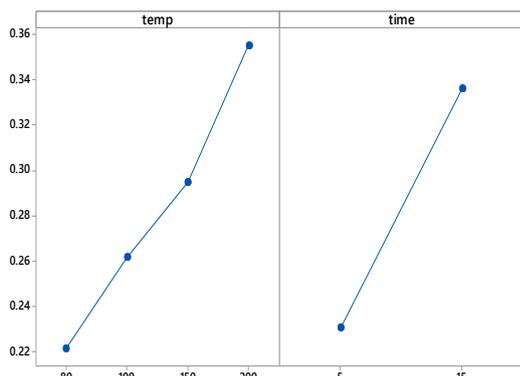
Dasar dari analisa kualitatif adalah waktu retensi dari senyawa yang diinjeksikan. Jika jumlah komponen asam lemak berbeda disebabkan minyak yang mengalami pemanasan akan terjadi perubahan pada rantai karbonnya. Perubahan rantai karbon ini mempengaruhi asam-asam yang ada dalam minyak. Pemanasan mengakibatkan rantai-rantai karbon mengalami perubahan seperti pemecahan ikatan rangkap sehingga

kejenuhan asam lemak berubah sesuai kejenuhan dari asam-asam lemaknya (Novijanti, 1992).

Hasil analisis data untuk melihat pengaruh faktor suhu dan lamanya waktu pemanasan terhadap kadar asam lemak bebas dengan aplikasi SPSS[®]18 dan minitab[®]16. Pada aplikasi SPSS dilakukan uji normalitas diperoleh nilai signifikansi $>0,05$ ini berarti data yang diujikan terdistribusi secara normal maka tidak terjadi penyimpangan data.

Nilai *Two way* ANOVA terdapat nilai variabel suhu, waktu, dan interaksi suhu-waktu. Nilai yang didapatkan data model terkoreksi sebesar 0,000 maka data berbeda signifikan. Signifikansi pada variabel suhu, waktu, dan suhu-waktu sebesar 0,000 yang berarti $<0,05$. Hal ini menyatakan bahwa suhu, waktu, dan interaksi antara suhu dan waktu berpengaruh signifikan terhadap kadar asam lemak bebas. Pengujian dilanjutkan dengan uji *post-hoc* untuk mengetahui kelompok data yang berbeda signifikan. Uji yang digunakan berupa uji *post-hoc* LSD untuk menunjukkan kekuatan dan signifikansi hubungan antara suhu dan waktu terhadap kadar asam lemak bebas.

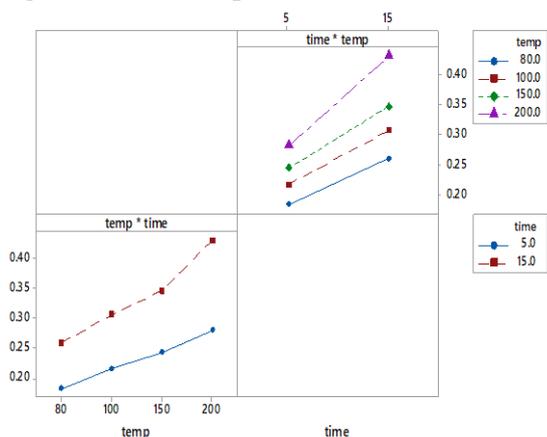
Hasil analisis data program minitab[®]16, dapat dilihat pada Gambar 5 dan 6.



Gambar 5. Main effects plot for free fatty acid terhadap suhu, dan lamanya waktu pemanasan

Hasil analisis *main effects plot* pada Gambar 5 dapat dilihat bahwa faktor *temperature* (suhu) pada grafik setelah pemanasan dengan suhu 80°C, 100°C, 150°C dan 200°C berpengaruh terhadap kadar asam lemak bebas. Dari grafik dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu maka kadar asam lemak bebas yang dihasilkan semakin besar.

Pada faktor *time* (waktu) berpengaruh terhadap kadar asam lemak bebas yang dihasilkan dapat dilihat dari hasil grafik bahwa semakin lama waktu pemanasan maka semakin besar kadar asam lemak bebas, begitu juga sebaliknya. Hasil analisis terhadap *interaction plot* pada Gambar 6. Dapat dilihat bahwa dari 2 faktor yang dipilih yaitu suhu, dan waktu pemanasan memberikan efek yang signifikan terhadap kadar asam lemak bebas.



Gambar 6. Interaction Plot for free fatty acid terhadap Suhu, dan lamanya waktu pemanasan

Hasil yang didapat bahwa faktor silang dan faktor-faktor lain dari 2 faktor yang

dipilih sudah cukup memberikan efek yang signifikan terhadap kadar asam lemak bebas. Dari hasil interaksi kedua faktor memiliki nilai interaksi antara suhu dan waktu pemanasan didapatkan hasil sebesar 0,001528 dan memiliki nilai *error* sebesar 0.000171 dimana nilai *error* lebih kecil dibandingkan nilai interaksi faktor, berarti kedua faktor bagus telah memberikan efek terhadap kadar asam lemak bebas.

Pada uji *analyze factorial design* hasil yang didapat pada faktor suhu yaitu sebesar 0.019089 sedangkan pada faktor waktu lama pemanasan hasil yang didapat sebesar 0.066150 dan memiliki nilai *error* sebesar 0.000385 dimana nilai *error* lebih kecil dibandingkan kedua faktor berarti faktor bagus telah memberikan efek terhadap kadar asam lemak bebas.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

Hasil rata-rata kadar asam lemak bebas sampel kontrol yaitu 0,10%. Waktu 5 menit suhu 80°C kadar asam lemak bebas 0,18%, suhu 100°C kadar asam lemak bebas 0,21%, suhu 150°C kadar asam lemak bebas 0,24°C, dan suhu 200°C kadar asam lemak bebas 0,28%. Kadar asam lemak bebas waktu 15 menit suhu 80°C adalah 0,26%, suhu 100°C kadar asam lemak bebas 0,30%, suhu 150°C kadar asam lemak bebas 0,34%, dan suhu 200°C kadar asam lemak bebas 0,43%.

Berdasarkan data kromatografi gas pada sampel kontrol terdapat 17 jenis asam lemak kontrol dengan kandungan tertinggi asam oleat yaitu 44,39% (asam lemak tak jenuh) dan asam palmitat 38,28% (asam lemak jenuh). Sampel minyak yang paling rusak akibat pemanasan terdapat 17 jenis asam lemak kandungan tertinggi yaitu asam oleat menurun menjadi 39,29% dan asam palmitat meningkat menjadi 41,86% .

Berdasarkan pengolahan data aplikasi SPSS dan Minitab waktu pemanasan dan suhu pemanasan berpengaruh nyata terhadap peningkatan kadar asam lemak bebas dalam minyak goreng.

SARAN

Adapun saran yang dapat dilakukan setelah penelitian ini, yaitu perlu dilakukan pengujian lebih lanjut dengan menggunakan metode yang berbeda yaitu kromatografi gas pada sampel minyak goreng, serta dilakukannya pengujian tambahan untuk penentuan mutu minyak goreng yaitu bilangan iod, angka peroksida, kadar air, kadar kotoran dll.

DAFTAR PUSTAKA

- (AOAC). 2005, *Preparation of methyl ester BF3 method: GC-FID, Official Methods of Analysis, Washington DC, Amerika Serikat.*
- Budimarwanti. 2010, *Analisa lipid*, Universitas Negeri Malang, Malang, Indonesia.
- Blumethal, M.M. 1996, *Frying technology, didalam: bailey's industrial oil and fat technology edible oil and fat product: product and application technology edisi ke-4*, Wiley-Interscience Publication, New York, USA.
- Dalmonte, P. & Rader, J. 2007, Evaluation of gas chromatographic methods for the determination of trans fat, *Anal Bioanal Chem*, 389(10): 77 – 85.
- Gert, C. & Hagan, C.U. 2008, *Optimum deep frying*, Max Rubner Institut, Munster, Germany.
- Ilmi, I.M.B., Khomsan, A. & Marliyati, S.A. 2015, Kualitas minyak goreng dan produksi gorengan selama penggorengan di rumah tangga Indonesia, *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*, 4(2): 61 – 65.
- Judd, et.al. 1994, Dietary trans fatty acids: effects on plasma lipids and lipoproteins of the TFA men and women, *Am J Clin Nutr*, 59(8): 861 – 868.
- Kelana, Jaka. 2007, 'Tingkat kepuasan dan loyalitas pelanggan restoran bandar di jakarta di Jakarta Utara', *Skripsi*, Jurusan Ilmu-ilmu Sosial Ekonomi Perikanan, Fakultas Ilmu Perikanan dan Kelautan, Institut Pertanian Bogor, Bogor, Indonesia.
- Lawler, P.J. & P.S. Dimick. 2002, *Crystallization and polymorphism of fats. In: Akoh, C. C. dan D. B. Min (eds.) Food Lipids Chemistry, Nutrition, and Biotechnology second edition*, Marcel Dekker, Inc, New York.
- Nurhasnawati, & Henny. 2015, Penetapan kadar asam lemak bebas dan bilangan peroksida pada minyak goreng yang digunakan pedagang gorengan, *Jurnal Ilmiah Manuntung*, 1(1): 25 – 30.
- Novijanti, N. 1992, 'Penggunaan metode kromatografi gas untuk analisi kuantitatif nipagin dan nipasol dalam campuran', *Skripsi*, S.farm., Program Studi Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Erlangga, Surabaya, Indonesia.
- Sartika, & Ratu, Ayu, D. 2009, *Pengaruh suhu dan lama proses menggoreng (deep frying) terhadap pembentukan asam lemak trans*, Departemen Gizi Kesehatan Masyarakat, Fakultas Kesehatan Masyarakat, Universitas Indonesia Press, Depok, Indonesia.