



**PROSEDING SEMINAR NASIONAL
Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA**

30 Mei 2008, R. Seminar FMIPA UNY, Yogyakarta

ISBN : 978-979-99314-3-6



Editor :

**Dr. Hartono
Dr. Heru Kuswanto
Dr. Suyanta
Dr. Heru Nurcahyo**

Penyunting:

**Dr. Endang Widjajanti LFX
Agus Purwanto, M.Sc
Nurhadi, S.Si
Tri Atmanto, M.Si**



Artikel dalam prosiding ini telah dipresentasikan dalam Seminar Nasional Hasil Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA pada 30 Mei 2008 di FMIPA-UNY



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
TAHUN 2008

OPTIMASI WAKTU REAKSI DALAM ANALISIS KADAR OMEGA-3 SECARA TITRASI ALKALIMETRI

Sri Handayani
Jurdik Kimia FMIPA UNY



Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar asam lemak omega-3 pada setiap variasi waktu, dan menentukan waktu reaksi yang memberikan hasil terbaik.

Analisis asam lemak omega-3 secara titrasi alkalimetri dilakukan dengan mengoksidasi sempurna sampel minyak menggunakan oksidator kalium permanganat dalam suasana asam. Reaksi oksidasi dibantu dengan katalis transfer fasa polisorbitat. Refluks dilakukan dengan variasi waktu 30, 60, 90, 120 dan 150 menit, masing-masing dilakukan secara triplo. Setelah refluks selesai, dinginkan dan disaring untuk memisahkan paraffin dan endapan hasil reaksi samping. Gugus terminal omega-3 akan teroksidasi membentuk asam propanoat yang dapat dipisahkan secara distilasi. Distilat dititrasi dengan NaOH untuk menentukan kadar asam propanoat yang selanjutnya digunakan untuk menghitung kadar asam lemak omega-3.

Hasil penelitian menunjukkan kadar omega-3 rata-rata dalam setiap variasi waktu reaksi berturut-turut adalah sebagai berikut : 20,44%, 25,48%, 21,16%, 21,68% dan 17,85%. Waktu reaksi yang memberikan hasil terbaik adalah 60 menit.

Kata kunci : Omega-3, titrasi alkalimetri

Pendahuluan

Pengetahuan yang maju dalam bidang Biokimia saat ini menyebutkan bahwa penting tidaknya lemak bagi tubuh tergantung pada asam lemak - asam lemak penyusunnya. Secara umum asam lemak tidak jenuh memiliki efek kesehatan yang lebih baik dibanding asam lemak jenuh. Disamping itu kini dikenal asam lemak-asam lemak esensial yang peranannya sangat vital bagi tubuh. Asam lemak esensial tersebut antara lain asam lemak omega-3 PUFA (*Poly Unsaturated Fatty Acid*) (Nurjanah, 2002). Asam lemak omega-3 yang paling banyak pada ikan adalah EPA dan DHA yang dapat menyembuhkan penyakit aterosklerosis (penyempitan dan pengerasan pembuluh darah) trombosis (penggumpalan darah), hipertensi, beberapa tipe kanker (Nelson, 2001), antiinflamasi, meningkatkan kekebalan tubuh (Simopoulos, 2002) dan menurunkan resiko kematian mendadak serta resiko penyakit jantung koroner (Foody, 2003). DHA dan ARA (Asam arakidonat) juga diketahui amat penting dalam perkembangan sistem saraf otak dan indra penglihatan (Nurjanah, 2002).

Asam lemak omega-3 sangat penting bagi kesehatan, sehingga bahan-bahan makanan yang banyak dikonsumsi perlu dianalisis kadar asam lemak omega-3 nya. Metode analisis asam lemak omega-3 saat ini adalah dengan alat kromatografi gas (GC) atau kromatografi gas - spektrometri massa (GC-MS) melalui proses transesterifikasi (Rubinson dan Hilvert, 1997). Metode tersebut dapat menganalisis komposisi asam lemak pada suatu sampel lemak dengan cukup akurat pada berbagai lemak. Kristianingrum dan Handayani (2003) telah menggunakan metode ini untuk menganalisis asam lemak omega dalam daging bekicot. Handayani (2003) menganalisis asam lemak pada minyak babi dengan metode yang sama. Kelemahan dari metode tersebut adalah merupakan metode yang mahal. Alat kromatografi gas - spektrometer massa adalah alat yang mahal dan biaya operasionalnya juga mahal, ditambah dengan perlakuan transesterifikasi yang memerlukan

pereaksi yang relatif mahal. Interpretasi data dan perhitungannya relatif sulit dilakukan oleh operator yang bukan ahli kimia. Analisis rutin asam lemak omega-3 menjadi tidak efisien dengan metode gas kromatografi – spektrometri massa, sehingga diperlukan metode yang lebih sederhana yang dapat dilakukan dengan mudah, cepat, dan murah.

Analisis kadar asam lemak omega-3 dapat ditentukan dengan cara titrasi alkalimetri terhadap asam propanoat hasil oksidasi dari kapsul omega-3. Dari hasil penelitian pendahuluan yang telah dilakukan, didapatkan hasil dengan reproducibility dan repeatability yang cukup bagus (Handayani & Budimarwanti, 2005). Metode tersebut masih perlu dikembangkan lagi dengan optimasi kondisi reaksi untuk menyempurnakan reaksi sehingga metode tersebut dapat digunakan sebagai metode rutin. Salah satu parameter yang perlu diperbaiki dari metode tersebut adalah waktu reaksi. Biasanya reaksi organik membutuhkan waktu yang relatif lebih lama dari reaksi yang lain. Analisis kadar omega-3 ini sangat dipengaruhi oleh reaksi oksidasi alkena dalam trigliserida menggunakan kalium permanganat. Oleh karena itu reaksi oksidasi harus berjalan sempurna, sehingga membutuhkan waktu yang cukup lama. Oleh karena itu dalam usulan penelitian ini akan dilakukan variasi waktu reaksi oksidasi sampel trigliserida menggunakan oksidator kalium permanganat dalam penentuan kadar omega-3.

Asam lemak omega-3

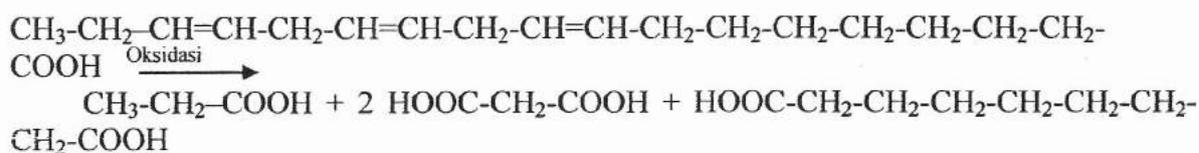
Asam lemak omega-3 adalah asam lemak tidak jenuh yang mempunyai beberapa ikatan rangkap, ikatan rangkap pertama berada pada atom karbon nomor 3 dihitung dari gugus metil omega. Gugus metil omega adalah gugus terakhir dari rantai asam lemak. Ikatan rangkap berikutnya terletak pada nomor atom karbon ketiga dari ikatan rangkap sebelumnya. Contoh asam lemak omega-3 adalah asam lemak linolenat (C18:3, n-3), asam lemak eikosapentaenoat EPA (C20:5, n-3), dan asam lemak dokosaheksaenoat DHA (C22:6, n-3) (Nurjanah, 2002).

Asam lemak omega-3 yang paling banyak pada ikan adalah EPA dan DHA. Berbagai penelitian tentang pengaruh asam lemak omega-3 terhadap kesehatan antara lain dapat mencegah penyakit aterosklerosis (penyempitan dan pengerasan pembuluh darah) trombosis (penggumpalan darah), hipertensi, dan beberapa tipe kanker (Nelson, 2001). Simopoulos (2002) melaporkan khasiat asam lemak omega-3 sebagai antiinflamasi dan meningkatkan kekebalan tubuh. Sedangkan Foody (2003) melaporkan asam lemak omega-3 terhadap penurunan resiko kematian mendadak serta resiko penyakit jantung koroner. DHA dan ARA (Asam arakidonat) juga diketahui amat penting dalam perkembangan sistem saraf otak dan indra penglihatan (Nurjanah, 2002).

Oksidasi asam lemak omega-3

Asam lemak omega-3 adalah asam lemak tak jenuh jamak dengan ikatan rangkap pada atom C nomor 3 dari rantai akhir (omega). Ikatan rangkap berikutnya berjarak 3 atom C. dengan diselingi oleh metilen (-CH₂-) (Lehninger, 1993). Rantai alkil asam lemak dengan ikatan rangkap dapat dipandang sebagai alkena, yaitu dapat mengalami reaksi-reaksi kimia seperti pada alkena. Alkena dapat mengalami reaksi oksidasi sempurna pada ikatan rangkapnya membentuk potongan asam karboksilat pada posisi ikatan rangkap (Fessenden dan Fessenden, 1997).

Sebagai contoh reaksi oksidasi asam lemak omega-3 adalah reaksi oksidasi asam linolenat sebagai berikut :



Oksidator yang dapat digunakan pada oksidasi alkena untuk membentuk asam karboksilat adalah KMnO_4 panas pada suasana asam (Fessenden dan Fessenden, 1997). Dari reaksi tersebut dapat dilihat bahwa produk asam propanoat adalah produk yang khas dihasilkan dari asam lemak omega-3. Asam prapanoat memiliki titik didih 141°C (Fessenden dan Fessenden, 1997), sedangkan produk reaksi lainnya merupakan senyawa dengan dua gugus karboksilat yang bertitik didih tinggi sehingga dapat dipisahkan secara distilasi. Pemisahan asam lemak rantai pendek dari suatu sampel minyak secara distilasi identik dengan metode Reichert Meisel, yaitu metode untuk menentukan kadar asam butirat dan kaproat dalam suatu produk minyak atau lemak seperti mentega atau margarin (Winarno, 2002).

Metode titrasi alkalimetri

Metode titrasi atau disebut juga titrimetri merupakan bagian utama dari kimia analitik, perhitungannya didasarkan pada hubungan-stokhiometri sederhana dari reaksi-reaksi kimia. Pada titrimetri molekul analit bereaksi dengan molekul pereaksi dalam titran yang ditambahkan sedikit demi sedikit hingga ekuivalen. Larutan titran merupakan larutan standar yang konsentrasinya diketahui melalui standarisasi. Titik ekuivalen diketahui dengan suatu indikator melalui perubahan warnanya, diharapkan titik ekuivalen sedekat mungkin dengan perubahan warna (titik akhir). Pemilihan indikator merupakan aspek penting dalam titrimetri untuk mendapatkan data yang tepat (Day dan Underwood, 1990).

Titrasi yang melibatkan asam basa sangat penting dalam seluruh bidang kimia. Titrasi asam basa didasarkan pada kesetimbangan asam basa pada suatu reaksi. Suatu reaksi dapat diuji dapat tidaknya ditentukan secara titrasi melalui grafik titrasi. Grafik titrasi adalah grafik hubungan pH (atau pOH) terhadap mililiter titran. Grafik juga bermanfaat pada pemilihan indikator yang sesuai. Titik ekuivalen akan ditunjukkan oleh perubahan besar pH, sebagai contoh ditinjau reaksi antara asam lemah dengan basa kuat yang akan mengalami titik ekuivalen pada pH 8-10 (Day dan Underwood, 1990).

Metode Penelitian

Alat-alat yang Digunakan :

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah : neraca analitis, seperangkat alat refluks, seperangkat alat distilasi, alat titrasi, dan alat-alat gelas lainnya

Bahan-bahan yang Digunakan :

Bahan-bahan yang digunakan adalah kapsul standar omega-3, sampel minyak ikan yang mengandung asam lemak omega-3, parafin, kalium permanganat 10%, asam sulfat 10%, natrium hidroksida, asam oksalat, katalis transfer fasa polisorbata, asam propanoat, Indikator pp, etanol, dan akuades.

Prosedur Kerja

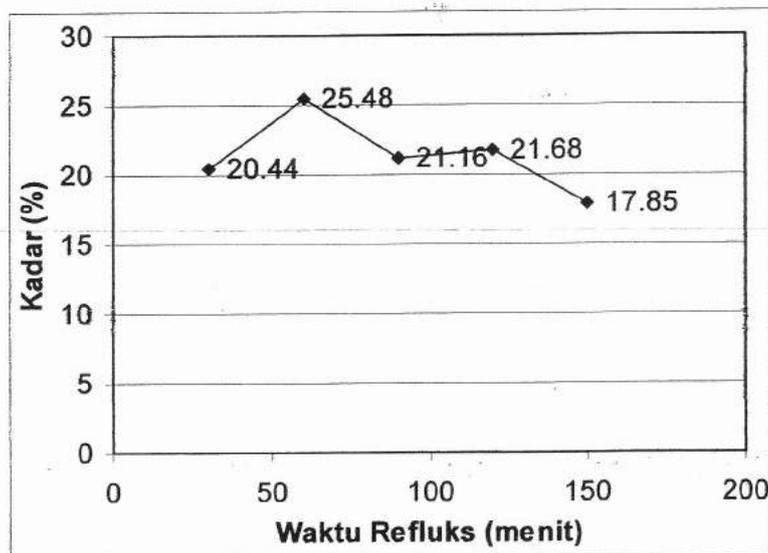
Contoh minyak ditimbang teliti dimasukkan kedalam labu alas bulat dan ditambah 10 mL parafin, kemudian ditambah dengan larutan kalium permanganat-asam sulfat dalam air. Agar dapat terjadi reaksi ditambahkan katalis transfer fasa polisorbata. Campuran direfluks hingga terjadi reaksi oksidasi sempurna dengan variasi waktu reaksi selama 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Setelah refluks campuran didistilasi dengan menggunakan alat distilasi sesuai dengan metode Reichert Meissel. Distilat dititrasi dengan larutan standar

NaOH yang telah distandardisasi dengan asam oksalat. Faktor recovery ditentukan dengan cara mendistilasi asam propanoat dengan jumlah yang telah diketahui pada kondisi distilasi yang sama. Hasil yang diperoleh dititrasi dengan NaOH (a). Selanjutnya dilakukan juga titrasi terhadap asam propanoat yang sama tetapi tanpa didistilasi (b). Faktor recovery dihitung sebagai perbandingan a dan b. Kadar asam lemak omega-3 dihitung dengan rumus berikut :

$$= \frac{(V_{\text{titrasi sampel}}) \times M_{\text{NaOH}} \times \text{BM asam lemak } \Omega-3}{\text{Berat sampel (mg)} \times \text{Faktor recovery}} \times 100\%$$

Hasil Penelitian dan Pembahasan

Analisis kadar asam lemak omega-3 menggunakan metode titrasi terhadap asam propanoat hasil oksidasi sampel telah dilakukan. Variasi waktu refluks (reaksi oksidasi) masing-masing tiga kali ulangan menghasilkan rata-rata kadar omega-3 pada Gambar 1 di bawah ini.



Gambar 1. Grafik kadar omega-3 dalam berbagai variasi waktu reaksi

Hasil penelitian menunjukkan bahwa perbedaan waktu refluks menghasilkan kadar yang relatif berbeda. Kondisi optimum secara lebih jelas dapat dilihat pada grafik. Grafik menunjukkan peningkatan kadar pada waktu refluks 60 menit. Pada kondisi ini diperoleh kadar tertinggi (25,48 %) dibandingkan kondisi yang lain. Secara umum dapat dikatakan bahwa kondisi waktu optimum refluks adalah pada 60 menit.

Reaksi oksidasi dengan kalium permanganat terhadap alkena cukup efektif untuk menghasilkan hasil akhir asam karboksilat. Pada suasana asam kalium permanganat akan menjadi oksidator kuat dengan menghasilkan produk samping Mn^{2+} . Produk samping lain dalam bentuk endapan MnO_2 juga dapat dihasilkan. Pada penelitian ini, jika terjadi campuran hasil refluks yang mengandung endapan hitam akan dapat dipisahkan pada tahap penyaringan sehingga tidak mengganggu distilasi.

Reaksi oksidasi dengan kalium permanganat termasuk reaksi yang cepat, terutama dengan bantuan pemanasan. Reaksi oksidasi yang cepat dapat ditemukan pada analisis permanganometri yang menggunakan larutan kalium permanganat sebagai larutan standar penitrasi. Pada metode titrasi ini, sample yang mengandung senyawa reduktor dipanaskan

dan dititrasi dalam keadaan panas. Reaksi selanjutnya akan semakin cepat tanpa bantuan pemanasan, karena produk reaksi Mn^{2+} bertindak sebagai katalisator reaksi berikutnya. Waktu optimum yang diperoleh pada penelitian ini relatif cepat (60 menit), hal ini berkaitan dengan cepatnya reaksi oksidasi kalium permanganat.

Waktu refluks diatas 60 menit menunjukkan penurunan kadar. Hal yang perlu diperhatikan adalah tingkat perbedaan antar data. Meskipun antar data tersebut terlihat berbeda, namun signifikansi perbedaannya perlu diuji. Masing-masing kondisi menunjukkan perbedaan yang cukup mencolok antar pengulangan, sehingga simpangan bakunya cukup tinggi. Data dengan simpangan baku yang tinggi tersebut apabila dibandingkan secara statistika tidak akan berbeda nyata. Sehingga walaupun terlihat adanya penurunan kadar pada penambahan waktu refluks, hal tersebut tidaklah terlalu signifikan.

Data analisis yang bervariasi pada setiap pengulangan terjadi karena metode analisis melibatkan distilasi setelah tahap refluks. Tahap distilasi memungkinkan terjadinya kesalahan percobaan yang menyebabkan terjadinya simpangan baku yang tinggi. Proses distilasi merupakan tahap yang paling berpotensi menyebabkan nilai kesalahan analisis. Hal tersebut disebabkan karena distilasi merupakan proses yang pengendaliannya sangat relatif. Setiap alat akan menghasilkan proses pemisahan yang berbeda, tergantung pada bentuk dan ukuran alat, panjang pendingin (kondensor), dan kecepatan alir air pendingin. Analisis yang melakukan percobaan juga memiliki persepsi yang berbeda pada penentuan titik akhir distilasi. Titik akhir yang kurang tepat akan menyebabkan data yang diperoleh tidak sesuai.

Usaha untuk meminimalisasi kesalahan pada distilasi telah dilakukan dengan penggunaan faktor recovery. Faktor recovery diukur dengan cara mendistilasi asam propanoat dengan jumlah yang telah diketahui pada kondisi distilasi yang sama. Hasil distilasi yang diperoleh dititrasi dan dibandingkan dengan asam propanoat dalam jumlah sama tanpa distilasi. Nilai perbedaan ini selanjutnya dijadikan faktor untuk mengkoreksi hasil analisis. Faktor recovery harus ditentukan setiap menggunakan alat atau kondisi operasi yang berbeda. Penelitian lebih lanjut untuk menstandarisasi proses distilasi masih diperlukan untuk memperbaiki metode analisis. Standarisasi meliputi konstruksi alat, kecepatan pemanasan, penentuan akhir distilasi dan lain-lain.

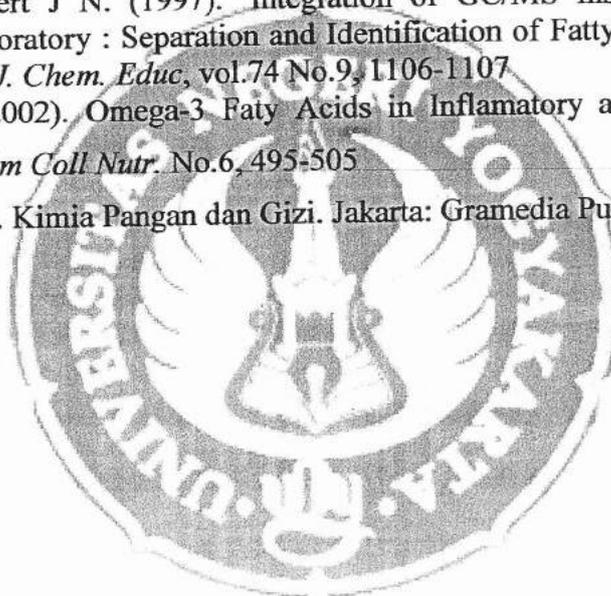
Simpulan

Berdasar hasil penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut : Kadar omega-3 rata-rata untuk variasi waktu reaksi selama 30, 60, 90, 120, dan 150 menit berturut-turut sebesar 20,4%, 25,48%, 21,16%, 21,68% dan 17,85. Waktu reaksi yang memberikan hasil terbaik adalah 60 menit.

Daftar Pustaka

- Day R A. Underwood A L. (1990), *Analisa Kimia Kuantitatif* (R. Soendoro. Terjemahan). Jakarta: Erlangga
- Duthie I F. Barlow S M. (1992). Dietary Lipid Exemplified by Fish Oils and Their n-3 Fatty Acid. *Food Sci. Technol.* 6: 20-35
- Fessenden R J. Fessenden J S. (1997). *Dasar-dasar Kimia Organik* (Sukmariah dkk. Terjemahan). Jakarta: Binarupa Aksara
- Foody J M. (2003). Omega-3 Fatty Acids Linked with Lower Sudden Death and CHD Risk. *Journal Watch Cardiology*. January 1, 2003

- Handayani S. (2003). Penentuan Asam Lemak pada Minyak Babi Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa. *Journal Kimia UNY*. No.1, Th.II
- Handayani S. Pujiati P. (2003). Analisis Asam Lemak Omega-3 dalam Ikan Kembung (*Rastrelliger neglectus*) dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa. *Laporan Penelitian IKOMA UNY*, Yogyakarta
- Handayani S dan Budimarwanti. (2005). Pengembangan Metode Analisis Sederhana Asam Lemak Omega-3 Melalui Penentuan Derivat Asam Propanoat secara Titrasi Alkaimetri, Laporan penelitian dosen muda, FMIPA, UNY
- Holman R T. (1998). The Slow Discovery of the Importance of Omega-3 Essential Fatty Acids in Human Health. *Journal of Nutrition*. No.128
- Kristianingrum S. Handayani S. (2003). Identifikasi Asam Lemak Omega dalam Daging Bekicot (*Achatina fulica*) Menggunakan KG-SM. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian MIPA dan Pendidikan MIPA*. FMIPA UNY Yogyakarta
- Nurjanah. (2002). *Omega-3 dan Kesehatan*, Makalah Pengantar Falsafah Sains, Program Pasca Sarjana/S3, IPB, Bogor
- Rubinson J F. Hilvert J N. (1997). Integration of GC/MS Instrumentation into the Graduate Laboratory : Separation and Identification of Fatty Acids in Commercial Fat and Oils, *J. Chem. Educ*, vol.74 No.9, 1106-1107
- Simopoulos A P. (2002). Omega-3 Fatty Acids in Inflammatory and Autoimmune Diseases. *J Am Coll Nutr*. No.6, 495-505
- Winarno F G. (2002). *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama



SEMINAR NASIONAL

Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA

Sertifikat

No. : 1820/H34.13/PS/2008

diberikan kepada: Sri Handayani, M.Si.

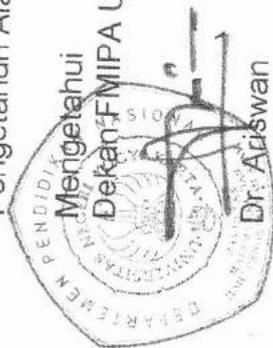
Juridik Kimia FMIPA UNY



sebagai: *Pemakalah*

dengan judul : OPTIMASI WAKTU REAKSI DALAM ANALISIS KADAR OMEGA-3 SECARA TITRASI ALKALIMETRI

diselenggarakan oleh FMIPA UNY, pada tanggal 30 Mei 2008 di Gedung Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNY.



Mengetahui

Dekan FMIPA UNY,

Dr. Apiswan

NIP. 131791367

Yogyakarta, 30 Mei 2008
Ketua Panitia,

Dr. Hartono

NID 131660027