

Analisis Kadar Air Bahan Pangan

Dra. Lula Nadia, M.A., M.Si.



PENDAHULUAN

Penentuan kadar air dalam bahan pangan dapat ditentukan dengan dua metode, yaitu metode langsung dan metode tidak langsung. Metode penentu kadar air cara langsung merupakan pengukuran langsung kandungan air bahan. Sedangkan cara tidak langsung yaitu menentukan kandungan air dengan mengukur tahanan atau tegangan listrik yang ditimbulkan oleh air bahan, atau dengan mengukur penyerapan gelombang mikro, sonik atau ultrasonik oleh air bahan, atau dengan mengukur sifat spektroskopi air bahan.

Analisis kadar air cara langsung dibedakan ke dalam beberapa metode, yaitu: dengan metode pengeringan, desikasi, termogravimetri, destilasi, dan metode Karl Fischer. Untuk analisis kadar air bahan cara tidak langsung dapat digunakan metode-metode listrik-elektronika, penyerapan gelombang mikro, penyerapan gelombang sonik dan ultrasonik, dan metode spektroskopi. Kesemua metode-metode ini secara teoretis telah dibahas dalam mata kuliah Analisis Pangan (PANG4411). Karenanya wajib bagi mahasiswa yang akan melakukan Praktikum Kimia dan Analisis Pangan untuk terlebih dahulu telah lulus mata kuliah Kimia Pangan (PANG4213) dan Analisis Pangan (PANG4411). Selanjutnya untuk mempermudah dalam pelaksanaan praktikum analisis kadar air bahan pangan maka silakan Anda membaca kembali Modul 2 dari mata kuliah Analisis Pangan (PANG4411) dan Modul 1 mata kuliah Kimia Pangan (PANG4213).

Modul ini akan menuntun mahasiswa untuk mempraktikkan dua metode analisis air bahan pangan dengan cara langsung yang diuraikan dalam tiga kegiatan belajar, yaitu:

Kegiatan Belajar 1: Analisis Kadar Air dengan Pengeringan Bahan.

Kegiatan Belajar 2: Analisis Kadar Air dengan Metode Destilasi.

Kegiatan Belajar 3: Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer.

Setelah mempelajari modul ini Anda diharapkan dapat mempraktikkan cara menentukan kadar air bahan pangan cara langsung dengan metode pengeringan, metode destilasi dan memahami prinsip dan prosedur penentuan kadar air dengan metode Karl Fischer. Di samping itu, Anda juga diharapkan mampu menjelaskan prinsip dan prosedur penentuan kadar air bahan pangan cara langsung dengan metode pengeringan dan metode destilasi.

KEGIATAN BELAJAR 1**Analisis Kadar Air dengan Pengeringan Bahan**

☉ Pada analisis kadar air bahan pangan cara langsung, penentuan kadar airnya didasarkan pada penimbangan berat bahan. Selisih berat bahan segar dan berat keringnya merupakan kadar air yang dicari yang terkandung dalam bahan yang diperiksa. Pada metode ini pengeringan bahan dilakukan dengan menggunakan pemanasan bahan. Kehilangan berat akibat proses pengeringan dianggap sebagai berat kandungan air yang terdapat dalam bahan yang menguap selama pemanasan.

A. METODE OVEN

Dari keseluruhan metode-metode yang dapat digunakan untuk penentuan kadar air bahan cara langsung maka yang akan diterapkan dalam praktik analisis pangan adalah terbatas pada penentuan kadar air dengan menggunakan metode oven udara yang mengacu pada metode oven yang dikembangkan oleh AOAC (1984). Pada metode ini terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi ketelitian penentuan kadar air bahan, yaitu: yang berhubungan dengan penanganan bahan, kondisi oven dan perlakuan bahan setelah pengeringan.

Faktor-faktor yang berhubungan dengan penanganan bahan yang mempengaruhi analisis kadar air meliputi:

1. Jenis bahan.
2. Ukuran bahan.
3. Partikel bahan.

Faktor-faktor yang berhubungan dengan kondisi oven yang dapat mempengaruhi analisis kadar air meliputi:

1. Suhu oven.
2. Gradien suhu oven.
3. Kecepatan aliran dan kelembaban udara oven.

Faktor-faktor yang berhubungan dengan perlakuan bahan setelah pengeringan yang dapat mempengaruhi analisis kadar air meliputi:

1. Sifat higroskopis bahan
2. Kelembaban udara ruang analisis
3. Kelembaban udara ruang penimbangan

Untuk dapat mengurangi pengaruh faktor-faktor tersebut di atas maka perlu dilakukan beberapa langkah awal sebagai persiapan sebagai berikut:

1. Persiapan Bahan

Untuk bahan yang mengandung banyak air seperti buah-buahan, sayuran (tomat, timun, labu air) hingga bentuk selai, saus atau kecap, diperlukan sebanyak 10 – 20 g bahan. Selanjutnya bahan diuapkan sampai mengental baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Untuk bahan semi basah seperti produk *cake*, bolu dan roti diperlukan sebanyak 5 – 10 g bahan. Terhadap bahan jenis ini juga dilakukan penguapan terlebih dahulu, lalu dihancurkan hingga kehalusan 20 mesh, baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan.

Untuk bahan kering seperti tepung dan susu bubuk diperlukan sebanyak 2 – 5 g bahan. Bahan jenis ini dapat langsung dikeringkan dalam oven. Namun untuk bahan kering seperti biji-bijian atau kacang-kacangan harus dihancurkan terlebih dahulu hingga kehalusan 20 – 40 mesh, baru kemudian dikeringkan dalam oven hingga mencapai berat konstan. Penentuan banyaknya bahan yang digunakan dalam analisis ini diperlukan untuk mendapatkan residu (bahan kering) berkisar 1 – 2 g. untuk menghindari kesalahan dalam penimbangan.

2. Persiapan Wadah Pengering dan Oven

Untuk wadah pengering dapat digunakan cawan yang terbuat dari bahan porselen, nikel, baja tahan karat atau aluminium. Diameter cawan berkisar 5 – 9 cm. dengan kedalaman cawan 2 – 3 cm. Tutup cawan disesuaikan ukuran cawan (Gambar 1.1).



Gambar 1.1. Cawan Petri

Oven yang digunakan dalam keadaan baik, dilengkapi dengan termostat, sehingga suhunya dapat di kontrol (Gambar 1.2). Selama pengeringan suhu harus dijaga konstan dengan fluktuasi suhu tidak melebihi $0,5^{\circ}\text{C}$. Untuk oven vakum disarankan pengaturan penggunaan tekanan:

- a. 100 mmHg untuk buah-buahan, kacang-kacangan, lemak dan minyak.
- b. 50 mmHg untuk gula dan produk-produk dari gula.
- c. 25 mmHg untuk biji-bijian, telur dan produk-produk dari telur.



Gambar 1.2.

Oven udara dengan termostat

3. Persiapan Penanganan Residu Bahan Kering

Bahan pada wadah pengering yang telah dikeringkan dalam oven perlu dijaga agar tetap kering. Karenanya cawan berisi bahan yang akan dikeluarkan dari oven, ditutup dengan penutup cawan yang sama-sama dikeringkan dalam oven. Cawan berisi bahan kering dari oven langsung

dimasukkan dalam desikator yang kering dan berisi bahan pengikat air seperti fosfor pentoksida kering, kalsium klorida atau butiran halus silika gel (Gambar 1.3). Ruang timbangan analitis juga diusahakan dalam keadaan kering dan penimbangan dilakukan dengan segera. Sebaiknya analisis kadar air bahan dilakukan pada saat lingkungan kelembaban udara kering atau tidak hujan.



Gambar 1.3.

Desikator yang berisi bahan pengikat air

4. Analisis Kadar Air Dengan Metode Oven Udara

a. Prinsip

Bahan dikeringkan dalam oven udara pada suhu $100 - 102^{\circ}\text{C}$ sampai diperoleh berat konstan dari residu bahan kering yang dihasilkan. Kehilangan berat selama pengeringan merupakan jumlah air yang terdapat dalam bahan pangan yang dianalisis.

b. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode ini adalah oven udara seperti terlihat pada Gambar 1.2. di atas, cawan dengan tutupnya yang terbuat dari bahan porselen, nikel, baja tahan karat atau aluminium. Desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis.

c. Prosedur kerja

Lakukan langkah berikut:

- 1) Lakukan persiapan sebagaimana tersebut di atas terhadap bahan yang akan dianalisis, persiapkan wadah pengeringan yang diperlukan sesuai karakter bahan yang dianalisis dan dalam keadaan bersih, persiapkan oven dengan termostat dalam keadaan baik, serta persiapkan peralatan untuk penanganan residu bahan kering.

- 2) Cawan kosong beserta tutupnya dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C. selama 15 menit dan didinginkan dalam desikator selama 10 menit untuk cawan aluminium dan 20 menit untuk cawan porselen. Cawan kemudian ditimbang. Pengeringan cawan diulangi hingga diperoleh berat konstan dari cawan dan tutupnya
- 3) Bahan yang telah dipersiapkan sebagaimana tersebut pada persiapan bahan di atas segera dimasukkan dalam cawan dan ditutup. Dalam keadaan terbuka cawan berisi bahan beserta tutup cawan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 – 102°C. selama 6 jam. Cawan diletakkan sedemikian rupa sehingga tidak menyentuh dinding dalam oven. Untuk bahan yang tidak terdekomposisi dengan pemanasan yang lama, dapat dikeringkan dalam oven selama satu malam (16 jam).
- 4) Setelah pemanasan, dengan penjepit cawan, cawan berisi bahan dikeluarkan dari oven langsung dimasukkan dalam desikator dan ditutup dengan penutup cawan. Dinginkan selama 10 – 20 menit, lalu timbang cawan berisi bahan kering tertutup penutup cawan. Setelah penimbangan, cawan berisi bahan beserta tutupnya dikeringkan kembali ke dalam oven hingga diperoleh berat konstan dari cawan berisi bahan beserta tutupnya.

c. *Perhitungan*

Kadar air dalam bahan baik berdasarkan basis basah atau basis kering dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ kadar air (basis kering)} = \frac{b - (c - a)}{(c - a)} \times 100\%$$

$$\% \text{ kadar air (basis basah)} = \frac{b - (c - a)}{b} \times 100\%$$

Keterangan:

a = berat konstan cawan kering beserta tutupnya sebelum digunakan.

b = berat bahan awal (segar) yang digunakan sebelum diuapkan dan dikeringkan.

c = berat konstan cawan berisi bahan kering beserta tutup cawan.

5. Analisis Kadar Air dengan Metode Oven Vakum

a. Prinsip

Bahan dikeringkan dalam oven vakum dengan tekanan 25 – 100 mmHg bergantung jenis bahan (sesuai yang disebutkan dalam persiapan oven pengering di atas), sehingga air dapat menguap pada suhu lebih rendah dari 100°C misalnya pada suhu 60 – 70°C. Penggunaan suhu yang lebih rendah dari metode oven udara dapat mempermudah analisis terhadap bahan yang mudah terurai pada suhu tinggi.

b. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode oven vakum adalah seperangkat alat oven vakum seperti yang terlihat pada Gambar 1.4, cawan logam dengan tutupnya, desikator yang berisi bahan pengikat air, penjepit cawan, dan timbangan analitis.



Gambar 1.4.
Seperangkat alat oven vakum

c. Prosedur kerja

Lakukan langkah berikut:

- 1) Pertama-tama lakukan persiapan-persiapan terhadap bahan yang akan dianalisis kadar airnya, wadah pengering dan oven, serta persiapan penanganan bahan hasil pengeringan seperti telah diuraikan di atas.
- 2) Cawan kosong beserta tutupnya dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C. selama 30 menit dan didinginkan dalam desikator selama 10 menit untuk cawan aluminium dan 20 menit untuk cawan porselen. Cawan kemudian ditimbang. Pengeringan cawan diulangi hingga diperoleh berat konstan dari cawan dan tutupnya

- 3) Bahan yang telah dipersiapkan sebagaimana tersebut pada persiapan bahan di atas segera dimasukkan dalam cawan dan ditutup. Dalam keadaan terbuka cawan berisi bahan beserta tutup cawan dikeringkan dalam oven pada tekanan disesuaikan bahan yang digunakan dan suhu di bawah 100°C . selama 6 jam. Cawan diletakkan sedemikian rupa sehingga tidak menyentuh dinding dalam oven. Untuk bahan yang tidak terdekomposisi dengan pemanasan yang lama, dapat dikeringkan dalam oven selama satu malam (16 jam).
- 4) Setelah pemanasan, dengan penjepit cawan, cawan berisi bahan dikeluarkan dari oven langsung dimasukkan dalam desikator dan ditutup dengan penutup cawan. Dinginkan selama 10 – 20 menit, lalu timbang cawan berisi bahan kering tertutup penutup cawan. Setelah penimbangan, cawan berisi bahan beserta tutupnya dikeringkan kembali ke dalam oven hingga diperoleh berat konstan dari cawan berisi bahan beserta tutupnya.

d. Perhitungan

Kadar air dalam bahan baik berdasarkan basis basah atau basis kering dapat dihitung dengan persamaan yang digunakan pada penentuan kadar air dengan metode oven udara.



LATIHAN

Sebelum Anda melakukan praktikum dan untuk mempersiapkan Anda melakukan praktik analisis kadar air bahan pangan, kerjakanlah latihan berikut ini sebagai pre test dan kumpulkan jawaban latihan yang Anda kerjakan kepada instruktur sebelum memulai praktikum!

- 1) Bagaimana persiapan yang harus dilakukan terhadap bahan pangan yang akan dianalisis kadar airnya dengan metode oven!
- 2) Bagaimana persiapan wadah pengering dan oven yang digunakan dalam analisis kadar air dengan metode oven!
- 3) Bagaimana persiapan penanganan bahan yang telah dikeringkan dalam analisis kadar air dengan metode oven!
- 4) Jelaskan prinsip analisis kadar air bahan pangan dengan metode oven udara dan metode oven vakum!

- 5) Jelaskan cara melakukan analisis kadar air bahan pangan dengan menggunakan metode oven udara!
- 6) Jelaskan cara melakukan analisis kadar air bahan pangan dengan menggunakan metode oven vakum!
- 7) Jelaskan perbedaan yang ada pada analisis kadar air bahan pangan dengan metode oven udara dan metode oven vakum!

Petunjuk Jawaban Latihan

Untuk dapat menjawab soal-soal latihan di atas, Anda harus mempelajari kembali Kegiatan Belajar 1 tentang metode-metode analisis kadar air bahan pangan cara langsung dengan pengeringan, yaitu dengan metode oven udara dan metode oven vakum.



RANGKUMAN

Analisis kadar air bahan pangan cara langsung dapat dilakukan dengan pengeringan, desikasi, termogravimetri, destilasi dan metode Karl Fischer.

Analisis kadar air dengan pengeringan, penentuan kadar airnya didasarkan pada penimbangan berat. Analisis kadar air ini dapat dilakukan dengan menggunakan metode oven udara dan metode oven vakum.

Analisis kadar air bahan dengan pengeringan dipengaruhi oleh faktor-faktor yang berhubungan dengan karakter bahan, kondisi oven dan penanganan bahan yang telah dikeringkan.

Untuk mengatasi faktor-faktor yang mempengaruhi analisis air dengan pengeringan maka diperlukan persiapan bahan yang akan diperiksa, persiapan wadah dan oven pengering, serta persiapan penanganan bahan yang telah dikeringkan dalam oven.

Pada analisis kadar air bahan dengan metode oven vakum, pengaturan tekanan (25 – 100 mmHg) dan suhu oven (di bawah 100°C) dilakukan sesuai dengan karakter bahan yang digunakan.

**TES FORMATIF 1** _____

Pilih satu jawaban yang paling tepat!

- 1) Analisis kadar air bahan pangan cara langsung bersifat
 - A. cepat
 - B. nondestruktif
 - C. aplikatif
 - D. tak mengurai

- 2) Analisis kadar air dengan pengeringan, penentuan kadar airnya didasarkan pada
 - A. pengukuran volume
 - B. penimbangan berat
 - C. perhitungan absorben
 - D. pengukuran panjang gelombang

- 3) Perbedaan cara analisis kadar air dengan metode oven udara dan metode oven vakum terletak pada
 - A. tekanan dan suhu pengeringan
 - B. bahan pangan yang digunakan
 - C. wadah pengering yang digunakan
 - D. perhitungan kadar air bahan

- 4) Penentuan jumlah bahan yang diperlukan dalam analisis kadar air dengan pengeringan bertujuan untuk menghindari
 - A. habisnya bahan akibat perlakuan pengeringan
 - B. kerusakan bahan akibat perlakuan pemanasan
 - C. menguapnya bahan akibat perlakuan tekanan
 - D. kesalahan dalam penimbangan residu kering

- 5) Penghalusan bahan kering yang akan dianalisis kadar airnya dengan pengeringan, bertujuan untuk
 - A. menambah residu kering yang terbentuk
 - B. memperhalus ukuran partikel bahan pangan
 - C. homogenisasi ukuran bahan yang diperiksa
 - D. memudahkan penguapan air yang pada bahan

- 6) Kelemahan pada analisis kadar air dengan metode oven udara yang dapat diatasi dengan metode oven vakum adalah pada pemeriksaan bahan yang
- mengurai pada tekanan rendah
 - mudah terurai pada suhu tinggi
 - menguap pada suhu dan tekanan tinggi
 - mudah menguap pada suhu tinggi
- 7) Berikut adalah upaya menghindari penyerapan kembali uap air oleh bahan yang telah dikeringkan untuk ditimbang, *kecuali*
- penggunaan suhu oven pengering
 - penggunaan desikator dan penutupnya
 - penggunaan penutup cawan pengering
 - penggunaan bahan pengikat uap air
- 8) Pengaturan letak cawan berisi bahan agar tidak menyentuh dinding oven selama pengeringan bertujuan untuk menghindari
- penurunan suhu yang tajam
 - suhu pengeringan tetap konstan
 - peningkatan suhu yang tajam
 - suhu pengeringan berfluktuasi
- 9) Berikut adalah kelemahan dari analisis kadar air bahan dengan metode pengeringan, *kecuali*
- mengurai bahan yang diperiksa
 - juga menguapkan komponen lain
 - memiliki ketelitian yang tinggi
 - memerlukan waktu yang lama
- 10) Jika diketahui berat konstan cawan dan penutupnya sebelum digunakan 3,65 g., berat bahan segar yang digunakan dalam pengamatan sebanyak 3,1 g., dan berat konstan cawan berisi residu kering dan tutupnya 6,60 g. maka % kadar air bahan basis basah adalah
- 5,08
 - 4,84
 - 5,10
 - 4,04

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif 1 yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 1.

$$\text{Tingkat penguasaan} = \frac{\text{Jumlah Jawaban yang Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$$

Arti tingkat penguasaan: 90 - 100% = baik sekali

80 - 89% = baik

70 - 79% = cukup

< 70% = kurang

Apabila mencapai tingkat penguasaan 80% atau lebih, Anda dapat meneruskan dengan Kegiatan Belajar 2. **Bagus!** Jika masih di bawah 80%, Anda harus mengulangi materi Kegiatan Belajar 1, terutama bagian yang belum dikuasai.

KEGIATAN BELAJAR 2

Analisis Kadar Air dengan Metode Destilasi

Salah satu metode penentuan kadar air secara langsung adalah metode destilasi. Biasanya metode ini digunakan untuk bahan-bahan mengandung lemak dan komponen-komponen lain selain air yang mudah menguap pada perlakuan suhu tinggi.

Pada metode destilasi ini, proses destilasi bahan dilakukan dengan menggunakan pelarut yang bersifat *immiscible* yaitu jenis pelarut yang tidak dapat bercampur dengan air. Selama proses destilasi, pelarut tersebut bersama air dalam bahan akan menguap pada suhu lebih rendah dari suhu didih air. Uap yang terbentuk mengalami kondensasi yang ditampung dalam labu penampung destilat.

Dalam labu penampung destilat, pelarut dan air terpisah sesuai berat jenisnya. Bila berat jenis pelarut yang digunakan lebih ringan dari berat jenis air maka air akan berada di bagian bawah labu dan sebaliknya air berada di bagian atas labu. Bila air berada di bagian bawah labu maka akan memudahkan pembacaan satu meniskus dan lebih akurat. Tetapi bila air berada di bagian atas labu destilat maka akan lebih sulit dalam pembacaan dua meniskus pada labu dan mengurangi ketelitian data.

Jenis-jenis pelarut yang dapat digunakan pada metode destilasi ini adalah toluene dengan berat jenis 0,866 dan titik didih 110,8°C, pelarut jenis xilen seperti 0-dimetil benzene, m-dimetil benzene, p-dimetil benzene dengan berat jenis berturut-turut 0,861, 0,867 dan 0,861 serta memiliki titik didih berturut-turut 144°C, 138,8°C dan 138,5°C. Pelarut lain yang juga dapat digunakan yang memiliki berat jenis lebih besar dari air adalah tetrakloretilen dengan berat jenis 1,600 dan titik didih 143,3°C.

Penggunaan pelarut pada metode destilasi ini, dapat menurunkan suhu penguapan air bahan dan pelarut. Sebagai contoh pada penggunaan pelarut toluene dengan perbandingan 20 : 80 untuk air dan toluene maka, air dan pelarut akan menguap pada suhu 85°C. Selain itu, penggunaan pelarut yang memiliki berat jenis yang lebih besar dari air seperti tetrakloretilen dapat mengapungkan bahan sehingga tidak terbakar. Berbeda dengan pelarut dengan berat jenis lebih ringan, penggunaan pelarut tetrakloretilen tidak ada risiko terbakar.

Penentuan kadar air pada metode destilasi merupakan jumlah volume air hasil destilasi bahan yang dapat langsung diketahui dengan membaca meniskus labu penampung destilat, dan bukan karena kehilangan berat.

1. Analisis Kadar Air dengan Metode Destilasi Azeotropik

a. Prinsip

Prinsip yang digunakan pada metode destilasi azeotropik adalah penguapan air dari bahan bersama pelarut yang bersifat *immiscible* pada suatu perbandingan yang tetap. Uap air bahan dan uap pelarut dikondensasi dan ditampung dalam labu destilat. Jumlah air hasil destilasi bahan dapat langsung ditentukan dengan membaca meniskus pada labu destilat.

b. Pereaksi dan Peralatan yang Digunakan

Pereaksi yang digunakan pada metode destilasi adalah pelarut toluene, pelarut jenis xilen, atau tetrakloretilen. Sementara, peralatan yang digunakan adalah seperangkat peralatan destilasi dengan labu penampung destilat Sterling-Bidwel yang di bagian luarnya berskala, pemanas berjaket (*hot plate*), kondensor tipe *cold finger*, labu didih, kawat (*thin glass rod*) atau bulu ayam, oven untuk mengeringkan peralatan gelas dan timbangan analitis untuk menimbang bahan yang akan dianalisis

c. Prosedur kerja

Lakukan langkah berikut:

- 1) Bersihkan seluruh peralatan yang akan digunakan hingga benar-benar bersih dan bebas lemak. Keringkan peralatan gelas dalam oven pada suhu 105°C. dan dinginkan. Rangkai peralatan destilasi seperti terlihat pada Gambar 1.6. Sampel ditimbang secukupnya sehingga air yang terkandung di dalamnya berkisar 3 – 4 g. Biasanya untuk sampel bawang merah cukup 5 g (Ws). Sampel dimasukkan ke dalam labu didih dan ditambah 60 – 80 ml pereaksi (toluene, jenis xilen atau tetrakloretilen).

Keterangan:

W_s = berat sampel (g)

V_s = volume air yang didestilasi dari sampel (ml)

FD = faktor destilasi

Faktor destilasi dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Faktor destilasi (FD)} = \frac{W}{V}$$

Keterangan:

W = berat air yang akan didestilasi (g)

V = berat air yang terdestilasi (ml)

FD = Faktor destilasi (g/ml)



LATIHAN

Sebelum Anda melakukan praktikum dan untuk mempersiapkan Anda melakukan praktik analisis kadar air bahan pangan, kerjakanlah latihan berikut ini sebagai pre test dan kumpulkan jawaban latihan yang Anda kerjakan kepada instruktur sebelum memulai praktikum!

- 1) Jelaskan apa saja yang menjadi karakter dari metode destilasi untuk analisis kadar air bahan pangan!
- 2) Jelaskan kekurangan dan kelebihan menggunakan metode destilasi dalam analisis kadar air bahan pangan!
- 3) Jenis pelarut apa saja yang dapat digunakan pada metode destilasi dan bagaimana penggunaannya?
- 4) Bagaimana prinsip yang mendasari analisis kadar air bahan pangan dengan metode destilasi?
- 5) Jelaskan cara melakukan analisis kadar air bahan pangan dengan menggunakan metode destilasi!
- 6) Bagaimana penentuan dan ketelitian kadar air bahan pangan yang dianalisis dengan metode destilasi?
- 7) Mengapa diperlukan faktor destilasi pada perhitungan kadar air bahan dengan metode destilasi?

Petunjuk Jawaban Latihan

Untuk dapat menjawab soal-soal latihan di atas, Anda harus mempelajari kembali Kegiatan Belajar 2 tentang metode-metode analisis kadar air bahan pangan cara langsung dengan penguapan air, yaitu dengan metode destilasi.



RANGKUMAN

Analisis kadar air bahan pangan dengan metode destilasi didasarkan pada penguapan air bahan dan penggunaan pelarut bahan yang bersifat *immiscible* melalui proses destilasi.

Kelebihan analisis kadar air bahan dengan metode destilasi adalah bahan tidak terdekomposisi oleh perlakuan suhu tinggi, sederhana dalam pengerjaannya, cepat, peralatannya sederhana, mencegah oksidasi bahan karena suhu, lebih teliti, tidak terpengaruh oleh kelembaban lingkungan, kadar air dapat langsung diketahui volumenya dengan membaca meniskus pada labu destilat.

Kekurangan dari analisis kadar air bahan dengan metode destilasi adalah pelarut mudah terbakar, menjadi kurang teliti karena pembacaan 2 meniskus dari air yang berada di atas pelarut dalam labu destilat, menjadi kurang teliti dengan menguapnya senyawa alkohol atau gliserol dari bahan, peralatan yang tidak benar-benar bersih dapat menghasilkan data yang tidak akurat.

Pelarut yang digunakan yang bersifat *immiscible* terhadap air adalah toluene, jenis xilen dan tetrakloretilen, dimana masing-masing ini memiliki berat jenis dan titik didih yang berbeda satu sama lainnya yang

Penggunaan jenis pelarut disesuaikan dengan karakter bahan yang akan dianalisis kadar airnya, kondisi pemanasan dan tingkat ketelitian yang diharapkan.

Pada perhitungan kadar air bahan dengan metode destilasi digunakan faktor destilasi sebagai faktor koreksi terhadap jumlah air yang benar-benar dapat diuapkan dari peralatan destilasi pada metode ini.

**TES FORMATIF 2**

Pilih satu jawaban yang paling tepat!

- 1) Analisis kadar air bahan pangan metode destilasi didasarkan atas
 - A. penguapan air bahan
 - B. pengeringan bahan
 - C. penguapan pelarut
 - D. penyusutan bahan

- 2) Diantara karakter berikut yang mencirikan analisis kadar air bahan dengan metode destilasi adalah adanya penggunaan
 - A. pemanasan tinggi
 - B. pelarut *immiscible*
 - C. penghalusan bahan
 - D. pelarut air bahan

- 3) Berikut adalah kelebihan dari analisis kadar air dengan metode destilasi, *kecuali*
 - A. cepat dan sederhana
 - B. hasil dapat langsung terbaca
 - C. ketelitian cukup baik
 - D. aplikatif bagi semua bahan

- 4) Ketidak telitian pengukuran kadar air bahan dengan metode destilasi menjadi semakin besar karena
 - A. pembacaan satu meniskus
 - B. penggunaan pelarut toluen
 - C. pembacaan dua meniskus
 - D. penggunaan pelarut jenis xilen

- 5) Analisis kadar air bahan dengan metode destilasi bersifat
 - A. mendekomposisi bahan
 - B. kompleks dan lama
 - C. mengoksidasi bahan
 - D. akurat untuk minyak

- 6) Diantara perbedaan analisis kadar air bahan dengan metode destilasi dari metode pengeringan oven adalah
 - A. tidak terpengaruh oleh kelembaban udara
 - B. bersifat destruktif terhadap bahan sampel

- C. menggunakan suhu untuk memanaskan
 - D. memiliki ketelitian yang lebih rendah
- 7) Pemilihan pelarut *immiscible* pada analisis kadar air dengan metode destilasi ditentukan oleh hal berikut, *kecuali*
- A. karakter bahan yang akan dianalisis
 - B. tingkat ketelitian yang diinginkan
 - C. sifat kelarutan dari bahan pelarut
 - D. kondisi pemanas yang digunakan
- 8) Faktor destilasi diperlukan dalam perhitungan kadar air pada metode destilasi sebagai
- A. faktor pembanding hasil yang diperoleh
 - B. faktor koreksi jumlah air yang diuapkan
 - C. faktor koreksi terhadap kadar pelarut
 - D. faktor pembanding terhadap kadar air
- 9) Penggunaan tetrakloretilen sebagai pelarut pada analisis kadar air bahan dengan metode destilasi dapat
- A. penguapan berlangsung lebih cepat
 - B. meningkatkan ketelitian pengukuran
 - C. tidak beresiko terbakarnya bahan
 - D. membenamkan bahan dalam larutan
- 10) Ketelitian penentuan kadar air bahan dengan metode destilasi dapat ditingkatkan dengan cara berikut, *kecuali*
- A. menggunakan peralatan yang bersih dan kering
 - B. menggunakan pelarut dari jenis xilen atau toluene
 - C. menggunakan faktor destilasi dalam perhitungan hasil
 - D. menggunakan pelarut berdensitas lebih besar dari air

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif 2 yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 2.

$$\text{Tingkat penguasaan} = \frac{\text{Jumlah Jawaban yang Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$$

Arti tingkat penguasaan: 90 - 100% = baik sekali
80 - 89% = baik
70 - 79% = cukup
< 70% = kurang

Apabila mencapai tingkat penguasaan 80% atau lebih, Anda dapat meneruskan dengan Kegiatan Belajar 3. **Bagus!** Jika masih di bawah 80%, Anda harus mengulangi materi Kegiatan Belajar 2, terutama bagian yang belum dikuasai.

KEGIATAN BELAJAR 3

Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer

Cara lain untuk menentukan kadar air bahan pangan secara langsung adalah dengan cara kimia yaitu dengan metode Karl Fischer. Metode ini merupakan metode yang sering digunakan dalam analisis kadar air bahan pangan yang mengandung sedikit air. Biasanya metode ini digunakan untuk bahan-bahan seperti pada produk minyak/lemak, gula, madu, dan bahan kering.

1. Analisis Kadar Air dengan Metode Karl Fischer I (Osborne dan Voogt, 1978)

a. Prinsip

Air dalam sampel kering dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer yang terdiri dari sulfur dioksida, piridin, iodium, dan metanol anhidrat. Pereaksi distandarisasi dengan air kristal dan sodium asetat hidrat. Titik akhir titrasi ditentukan secara elektrometrik yang menggunakan teknik penghentian titik akhir (*dead stop*).

b. Pereaksi dan peralatan

Pereaksi yang digunakan antara lain:

- 1) Metanol anhidrat yang mengandung 1% piridin. Pengeringan metanol dilakukan dengan cara distilasi bersama sejumlah kecil magnesium dan beberapa kristal iodin.
- 2) Natrium asetat $3\text{H}_2\text{O}$.
- 3) Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *buble* dalam 102 – 105 g SO_2 . Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil, tetapi perlu distandarisasi setiap kali analisis dilakukan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg $\text{H}_2\text{O}/\text{ml}$ pereaksi. Biasanya

pereaksi Karl Fischer sudah tersedia secara komersial (dapat dibeli di toko-toko bahan kimia).

- 4) Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl_3 dalam jumlah yang sama).

Peralatan yang digunakan antara lain:

- 1) Buret yang seluruhnya terbuat dari gelas: *automatik filling type* terhindar dari kemungkinan terkontaminasi oleh air.
- 2) Peralatan elektrometrik dan galvanometer yang sesuai untuk teknik penghentian titik akhir *dead stop*.
- 3) Bejana titrasi. Berbagai macam bejana disediakan dengan agitasi melalui injeksi gas inert kering atau dengan *magnetic stirrer*. Seluruh air harus dikeluarkan dengan menjaga tekanan gas inert sedikit positif (nitrogen atau CO_2).

2. Standarisasi Pereaksi Karl Fischer

Kandungan air $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ditentukan dengan teliti dengan mengeringkan dalam oven yang bersuhu 120°C selama 4 jam. Sebanyak 0,4 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu berdasar bulat yang telah dikeringkan sebelumnya. Ke dalam labu ditambahkan 40 ml metanol dengan cepat dan labu ditutup. Dilakukan pengadukan sampai larut sempurna. Sebanyak 10 ml larutan dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir dan volume titran yang terpakai dicatat. Sebanyak 10 ml metanol (sebagai blangko) dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir dan volume titran yang terpakai dicatat (metanol direfluks dulu selama 15 menit). Standarisasi dilakukan setiap kali pereaksi Karl-Fischer akan digunakan.

a. Prosedur kerja

Sejumlah sampel yang kira-kira mengandung 100 mg air ditimbang ke dalam labu 50 ml dengan bagian dasar bulat yang telah dikeringkan sebelumnya. Sebanyak 40 ml dimasukkan dengan cepat ke dalam labu. Labu direfluks selama dengan cepat selama 15 menit. Sebelumnya alat refluks dipakai untuk merefluks metanol saja selama 15 menit dan dibiarkan selama 15 menit agar kondisinya sesuai untuk dipakai selanjutnya. Setelah refluks selesai, pemanas diangkat tetapi labu dibiarkan tetap terpasang pada kondensor selama 15 menit. Labu dipindahkan dan ditutup dengan penutup

yang sesuai. Sebanyak 10 ml larutan dimasukkan ke dalam bejana titrasi serta dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir. Volume titran yang digunakan dicatat. Blangko titrasi ditentukan dengan mengambil 10 ml alikuot dari 40 ml metanol yang telah direfluks.

b. *Perhitungan*

Kadar air pada sampel dapat dihitung dengan rumus:

$$KA = \frac{0.4 \times F \times (V_1 - V_2)}{W_1}$$

Keterangan:

KA = kadar air (%).

W_1 = berat sampel (g).

V_1 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi sampel (ml).

V_2 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi blangko (ml).

F = faktor standarisasi pereaksi Karl Fischer (ml (mg) air per ml pereaksi).

Faktor standarisasi Karl Fischer (F) dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$F = \frac{W \times M \times 2.5}{V_s - V_b}$$

Keterangan:

M = persen kadar air sodium asetat (%).

W = berat sodium asetat trihidrat (g).

V_s = volume titran untuk standarisasi (ml).

V_b = volume titran untuk blangko (ml).

3. Penetapan Kadar Air Metode Karl Fischer II (AOAC, 1984)

a. Prinsip

Air dalam sampel produk-produk cokelat dititrasi dengan pereaksi Karl Fischer yang terdiri dari sulfur dioksida, piridin, iodium dan metanol anhidrat. Pereaksi distandarisasi dengan air kristal dan sodium asetat hidrat. Titik akhir titrasi ditentukan secara elektrometrik yang menggunakan teknik penghentian titik akhir (*dead stop*).

b. Peralatan dan pereaksi yang digunakan

Peralatan yang digunakan antara lain peralatan titrasi Karl Fischer (manual atau otomatis dengan menggunakan stirer) dan syringe (1 ml dengan jarum dan tutup, lebih disukai tipe 0 – 40 unit insulin) dan 10 ml tanpa jarum.

c. Pereaksi yang digunakan

Pereaksi Karl Fischer yang dibuat dengan cara: sebanyak 133 g iod dilarutkan dalam 425 ml piridin kering. Ke dalam larutan ditambah 425 ml metanol atau etilen glikol monometil eter dengan hati-hati. Setelah itu dinginkan pada *ice bath* sampai suhu kurang dari 4°C dan *buble* dalam 102 – 105 g SO₂. Dibiarkan selama 12 jam. Pereaksi ini stabil tetapi perlu distandarisasi setiap kali penetapan. Pereaksi ini distabilkan sehingga mengandung air lebih kurang 5 mg H₂O/ml pereaksi. Sebanyak 50 ml formamida teknis. Biasanya pereaksi ini sudah tersedia secara komersial dapat dibeli di toko-toko bahan kimia.

Pelarut Karl Fischer (campuran metanol anhidrat dan CHCl₃ dalam jumlah yang sama).

d. Standarisasi

Sebanyak 125 mg H₂O ditimbang dengan menggunakan syringe 1ml. Kemudian dimasukkan ke dalam 30 – 50 ml pelarut pratitrasi (untuk menjaga penguapan, jarum syringe ditutup dengan penutupnya kecuali waktu mengeluarkan H₂O). Campuran dititrasi dengan menggunakan pereaksi Karl Fischer sampai mendekati titik akhir kemudian ditambahkan 0,1 ml lagi sampai titik akhir bertahan selama 1 menit (biasanya > 50 μ amp). Dihitung berat H₂O/ml pereaksi (ulangan tidak boleh lebih atau kurang dari 0,1 mg H₂O/ml pereaksi dari ulangan 1).

e. *Prosedur kerja*

Sampel dimasukkan ke dalam kantong *whirl pack* dan ditempatkan di dalam gelas piala 400 ml dan dimasukkan oven suhu $40 \pm 2^\circ\text{C}$ selama dua jam sampai cair. Sampel dihomogenkan dengan cara diaduk menggunakan gelas pengaduk. Sejumlah sampel (kira-kira mengandung 100 mg H_2O) diambil dengan menggunakan syringe 10 ml. Sampel ditambahkan ke dalam 30 – 50 ml pereaksi pratitrasi dan ditimbang kembali (untuk mengetahui berat sampel yang diambil). Dilakukan titrasi seperti waktu standarisasi.

f. *Perhitungan*

Kadar air pada produk coklat dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{KA} = \frac{V_1 \times F \times 100}{W_1}$$

Keterangan:

KA = kadar air (%).

W_1 = berat sampel (g).

V_1 = volume pereaksi Karl Fischer yang terpakai untuk titrasi sampel (ml).

F = faktor standarisasi pereaksi Karl Fischer (ml air per ml pereaksi).



LATIHAN

Sebelum Anda melakukan praktikum dan untuk mempersiapkan Anda melakukan praktik analisis kadar air bahan pangan, kerjakanlah latihan berikut ini sebagai pre test dan kumpulkan jawaban latihan yang Anda kerjakan kepada instruktur sebelum memulai praktikum!

- 1) Jelaskan prinsip analisis kadar air dengan metode Karl Fischer!
- 2) Jelaskan apa yang menjadi ciri metode Karl Fischer I
- 3) Jelaskan apa yang menjadi ciri metode Karl Fischer II
- 4) Jelaskan apa saja yang membedakan metode Karl Fischer I dan Karl Fischer II

Petunjuk Jawaban Latihan

Untuk dapat menjawab soal-soal latihan di atas, Anda harus mempelajari kembali Kegiatan Belajar 3 tentang metode analisis air secara langsung dengan metode Karl Fischer I dan Karl Fischer II.

**RANGKUMAN**

Analisis kadar air dengan metode Karl Fischer dilakukan dengan prinsip titrasi air pada sampel menggunakan titran pereaksi Karl Fischer, yaitu campuran iodin, sulfur dioksida dan piridin dalam larutan metanol. Selama proses titrasi akan terjadi reaksi reduksi iodin oleh sulfur dioksida dengan adanya air. Reaksi reduksi iodin akan berlangsung sampai air habis yang ditunjukkan dengan munculnya warna cokelat akibat kelebihan iodin.

**TES FORMATIF 3**

Pilih satu jawaban yang paling tepat!

- 1) Pengukuran volume air yang tertampung selama analisis air adalah prinsip yang digunakan pada analisis kadar air dengan metode
 - A. oven
 - B. desikasi
 - C. destilasi
 - D. Karl Fischer

- 2) Analisis kadar air dengan metode Karl Fischer dilakukan dengan prinsip
 - A. titrasi
 - B. pengeringan
 - C. destilasi
 - D. desikasi

- 3) Peraksi Karl Fischer terdiri dari campuran
 - A. sulfur dioksida, piridin, iodium dan etanol anhidrat
 - B. sulfur dioksida, piridin, iodium dan metanol anhidrat
 - C. sulfur dioksida, piridin dan iodium
 - D. sulfur dioksida, iodium dan piridin

- 4) Berakhirnya reaksi antara air dan pereaksi Karl Fischer ditandai dengan
- A. terbentuknya warna cokelat akibat kelebihan iodin
 - B. terbentuknya warna cokelat akibat kehabisan iodin
 - C. terbentuknya warna merah bata akibat kelebihan iodin
 - D. terbentuknya warna merah bata akibat kehabisan iodin

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif 3 yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 3.

$$\text{Tingkat penguasaan} = \frac{\text{Jumlah Jawaban yang Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$$

Arti tingkat penguasaan: 90 - 100% = baik sekali
80 - 89% = baik
70 - 79% = cukup
< 70% = kurang

Apabila mencapai tingkat penguasaan 80% atau lebih, Anda dapat meneruskan dengan modul selanjutnya. **Bagus!** Jika masih di bawah 80%, Anda harus mengulangi materi Kegiatan Belajar 3, terutama bagian yang belum dikuasai.

Kunci Jawaban Tes Formatif

Tes Formatif 1

- 1) A
- 2) B
- 3) A
- 4) D
- 5) D
- 6) C
- 7) A
- 8) D
- 9) C
- 10) B

Tes Formatif 2

- 1) A
- 2) A
- 3) C
- 4) C
- 5) D
- 6) D
- 7) B
- 8) A
- 9) B
- 10) C

Tes Formatif 3

- 1) C
- 2) B
- 3) D
- 4) A

Daftar Pustaka

- Apriyantono, A., D. Fardiaz, N.L. Puspitasari, S. Yasni dan S. Budiyanto. (1989). *Petunjuk Praktikum Analisis Pangan*. Bogor: IPB Press.
- Belitz, H.D, W and W Grosch. (1999). *Food Chemistry*. Springer, Berlin Heidenberg, New York, Barcelona, Hongkong, London, Milan, Paris, Singapore, Tokyo.
- Fardiaz, D., N.L. Puspitasari, dan C.H. Wijaya. (1991). *Analisis Pangan* (Monograf). Bogor: Laboratorium Kimia dan Biokimia Pangan, PAU Pangan dan Gizi, IPB.
- Fennema, O.R (ed). (1985). *Principles of Food Science (Part I Food Chemistry)*. New York and Basel: Marcel Dekker.
- Nielsen, S.S. (2003). *Food Analysis*. 3rd ed. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.
- Pomeranz, Y. Dan Meloan, C.E. (1994). *Food Analysis Theory and Practice*. 3rd ed. Maryland: Aspen Publishers.
- Winarno, F. G. (1997). *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.