

Penggunaan Kaedah Kolorimetri Pembentukan Kompleks Kuprum-Sabun dalam Penentuan Kandungan Asid Lemak Bebas bagi Minyak Kelapa Sawit

**SUHARDY DAUD¹, FARIZUL HAFIZ KASIM¹, SAIFUL AZHAR SAAD¹,
MUSTAFA NAWAWI² DAN KEE SZI LOOI²**

¹Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan, Kolej Universiti Kejuruteraan Utara Malaysia (KUKUM)
02600 Jejawi, Perlis.

²Jabatan Kimia, Fakulti Sains, Universiti Teknologi Malaysia (UTM) 81310 Skudai, Johor.
Tel : 04-9798379, Fax : 04-9798178, e-mel : suhardy@kukum.edu.my

ABSTRAK

Kandungan asid lemak bebas merupakan salah satu aspek yang sangat penting dalam mengenalpasti kualiti sesuatu minyak kelapa sawit. Kaedah yang lazim digunakan bagi penentuan kandungan asid lemak bebas dalam minyak kelapa sawit ialah kaedah titratan dengan larutan natrium hidroksida. Bagaimanapun, kaedah ini memakan masa yang panjang dan sukar dilakukan. Melalui kajian ini, suatu kaedah kolorimetri yang ringkas dan cepat telah dibangunkan bagi menentukan kandungan asid lemak bebas dalam minyak kelapa sawit. Kaedah ini berdasarkan kepada pembentukan kompleks kuprum-sabun selepas asid-asid lemak bebas bertindak balas dengan larutan kuprum asetat. Tiga sampel minyak kelapa sawit telah ditentukan kandungan asid lemak bebas melalui kaedah kolorimetri dan titratan. Bagi kaedah kolorimetri, kandungan asid lemak bebas dalam sampel-sampel tersebut ialah 1.93%, 0.77% dan 0.16% w/w. Menggunakan kaedah titratan pula, kandungannya ialah 2.09%, 0.73% dan 0.16% w/w. Hasil kajian menunjukkan kaedah kolorimetri sesuai digunakan bagi penentuan kandungan asid lemak bebas dalam minyak kelapa sawit dengan lebih mudah dan cepat berbanding kaedah titratan.

Katakunci : Kolorimetri, asid lemak bebas, kompleks kuprum-sabun.

ABSTRACT

The free fatty acids content is one of the most important factors affecting the quality of palm oils. The method commonly used for determination of free fatty acids in palm oils is titration method with natrium hydroxide solution. However, this method is time consuming and difficult to conduct. In this study, a simple and rapid colorimetric method was developed to determine the free fatty acids content in palm oils. This method is based on the formation of copper-soap complexes after the free fatty acids were react with cuprum acetate solution. Three palm oil samples were determined their free fatty acids content through colorimetric and titration method. For colorimetric method, the free fatty acids content of these palm oil samples is 1.93%,

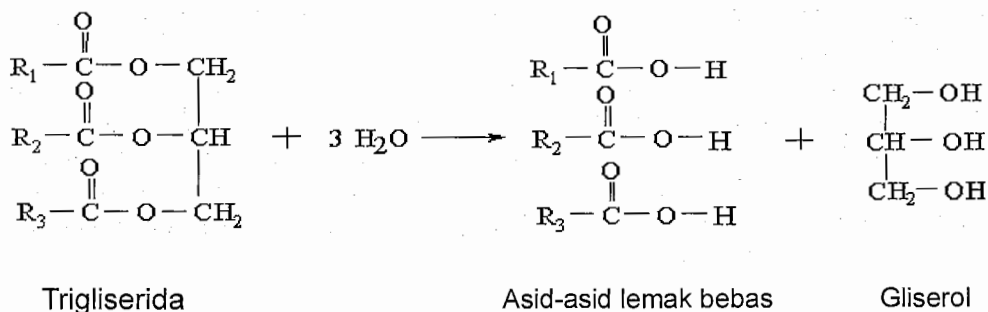
0.77% and 0.16% w/w. With using titration method, the content is 2.09%, 0.73% and 0.16% w/w. The results showed the colorimetric method is suitable for the determination of free fatty acids content in palm oils with more easier and rapid compared to the titration method.

Keywords : Colorimetric, free fatty acid and copper-soap complexes.

PENDAHULUAN

Minyak kelapa sawit mempunyai kandungan empat asid lemak utama iaitu asid stearik (tepu), palmitik (tepu), oleik (monotaktepu) dan linoleik (politaktepu). Kewujudan asid-asid lemak tersebut adalah dalam bentuk gliserida. Kajian menunjukkan minyak kelapa sawit mempunyai kandungan 94% trigliserida, antara 2-7% digliserida dan kurang dari 1% monogliserida [1,2] serta komponen-komponen minor seperti asid lemak bebas, tokoferol, tokotrienol dan karotenoid [3-5].

Trigliserida yang wujud di dalam minyak kelapa sawit boleh dihidrolisiskan bagi menghasilkan asid-asid lemak bebas dan gliserol [6]. Proses hidrolisis yang berlaku ke atas trigliserida akan menghasilkan tiga molekul asid-asid lemak bebas dan satu molekul gliserol (Rajah 1).



Rajah 1: Tindak balas hidrolisis trigliserida.

Kandungan asid lemak bebas dalam minyak kelapa sawit merupakan salah satu faktor utama yang menentukan kualiti sesuatu minyak tersebut [7]. Pada masa sekarang, kaedah titratan telah digunakan bagi menentukan kandungan asid lemak bebas dalam minyak kelapa sawit. Kaedah ini menggunakan larutan fenolftalein sebagai penunjuk dan pentitratan dilakukan dengan larutan natrium hidroksida [8]. Bagaimanapun, kaedah ini memakan masa yang panjang dan kuantiti pelarut yang banyak [9].

EKSPERIMEN

Bahan kimia

Sampel-sampel minyak kelapa sawit yang digunakan dalam kajian ini diperolehi dari pasaran tempatan. Bahan kimia yang digunakan pula diperolehi dari pelbagai tempat iaitu asid oleik (Merck Darmstadt, Germany), natrium hidroksida (J.T. Baker, USA), piridina (J.T. Baker, USA), kuprum asetat (BDH Chemicals, England), fenolftalein (Merck Darmstadt, Germany) dan n-heksana (BDH Chemicals, England).

Penentuan kandungan asid-asid lemak bebas melalui kaedah titratan

Setiap sampel minyak kelapa sawit dipanaskan sehingga suhu 60 – 70°C. 10 gram sampel minyak tersebut kemudiannya dilarutkan di dalam pelarut isopropanol. Beberapa titis penunjuk fenolftalein dimasukkan, campuran tersebut kemudiannya dipanaskan sehingga suhu 40°C. Pentitratan dengan larutan natrium hidroksida (0.1 N) ke atas campuran tersebut dilakukan. Pentitratan ini diulangi sebanyak tiga kali bagi setiap sampel minyak kelapa sawit.

Penyediaan kompleks kuprum-sabun bagi sampel-sampel minyak kelapa sawit

Larutan kuprum asetat (5% w/w) yang digunakan dalam kajian ini telah disediakan dengan melarutkan 1.25 gram pepejal kuprum asetat di dalam 25 mL air suling. Nilai pH bagi larutan kuprum asetat tersebut kemudiannya dijadikan kepada pH 6.1 dengan penambahan piridina.

Kompleks kuprum-sabun disediakan dengan mencampurkan larutan-larutan sampel minyak dengan larutan kuprum asetat. Campuran tersebut digoncang selama 90 saat dengan menggunakan penggoncang pusaran. Tempoh masa penggoncangan ditetapkan sebagai 90 saat kerana ianya adalah masa yang sesuai untuk tindak balas berlaku dengan sempurna [10]. Penentuan ini diulangi sebanyak tiga kali bagi setiap sampel minyak kelapa sawit.

Analisis ultralembayung-nampak bagi kompleks kuprum-sabun

Spektrum ultralembayung-nampak bagi kompleks kuprum-sabun telah dirakam menggunakan spektrometer ultralembayung-nampak Shimadzu Model UV-160PC. Berdasarkan analisis ultralembayung-nampak, kompleks kuprum-sabun yang terhasil telah memberikan puncak penyerapan maksimum pada panjang gelombang 708 nm.

HASIL DAN PERBINCANGAN

Penentuan kandungan asid-asid lemak bebas melalui kaedah titratan

Dalam kajian ini, tiga sampel minyak kelapa sawit telah ditentukan kandungan asid-

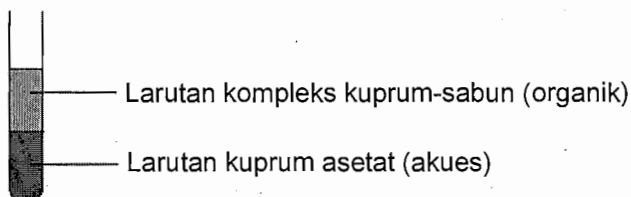
asid lemak bebasnya. Hasil penentuan melalui kaedah titratan menunjukkan sampel A mempunyai kandungan asid lemak bebas sebanyak 2.09% w/w. Manakala sampel B dan C pula masing-masing mempunyai peratus kandungan asid lemak bebas sebanyak 0.73% w/w dan 0.16% w/w (Jadual 1).

Jadual 1: Kandungan asid-asid lemak bebas dalam sampel-sampel minyak kelapa sawit yang telah ditentukan melalui kaedah titratan.

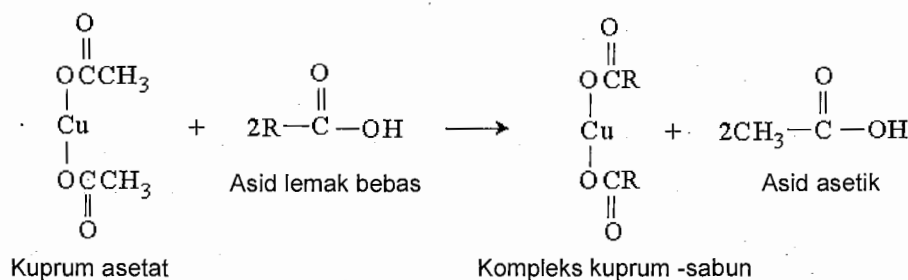
Sampel minyak kelapa sawit	Peratus kandungan asid lemak bebas (% w/w)
A	2.09 ± 0.11
B	0.73 ± 0.99
C	0.16 ± 0.01

Penentuan kandungan asid-asid lemak bebas melalui kaedah kolorimetri pembentukan kompleks kuprum-sabun

Hasil daripada tindak balas antara asid lemak bebas dengan larutan kuprum asetat ialah dua lapisan larutan (Rajah 2). Lapisan atas yang bewarna hijau adalah lapisan organik kompleks kuprum-sabun yang telah terhasil (Rajah 3). Lapisan bawah yang bewarna biru pula ialah lapisan akueus larutan kuprum asetat [10-12].

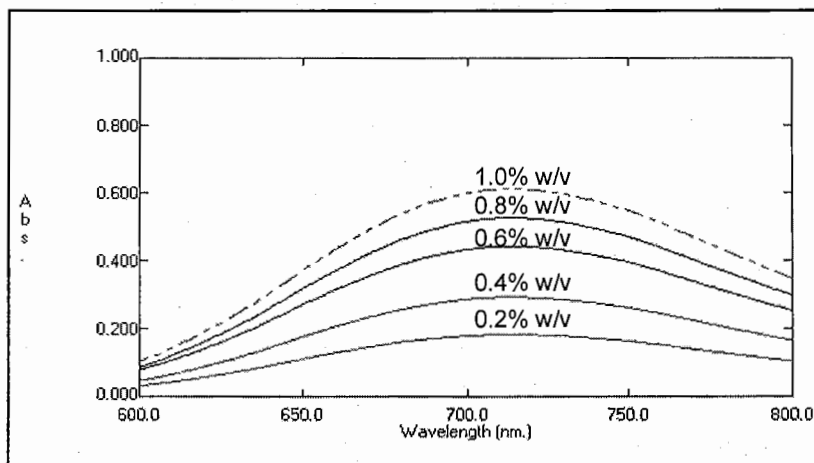


Rajah 2: Lapisan organik dan akueus yang terhasil dari tindak balas antara asid oleik dengan larutan kuprum asetat.

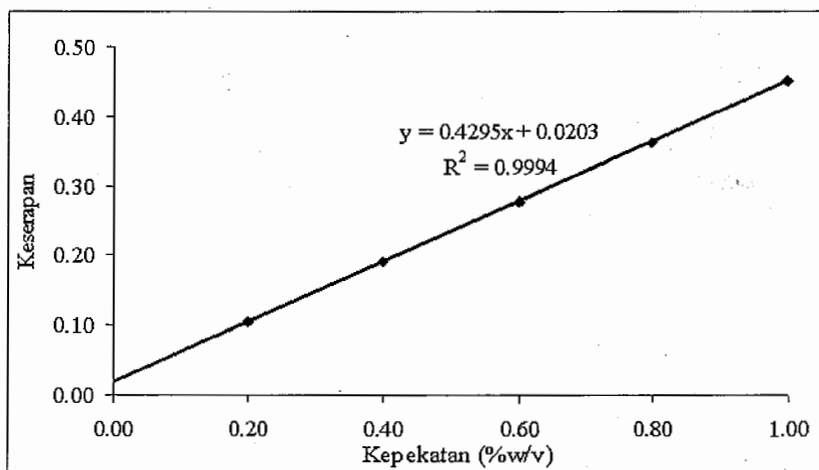


Rajah 3: Tindak balas antara asid lemak bebas dan kuprum asetat bagi menghasilkan kompleks kuprum-sabun [10].

Di dalam kajian ini, asid oleik telah digunakan bagi membina keluk tentukan kompleks kuprum-sabun. Ini adalah kerana asid oleik merupakan asid lemak utama yang hadir dalam minyak kelapa sawit [13]. Rajah 4 menunjukkan spektrum ultralembayung-nampak bagi kompleks kuprum-sabun yang terhasil dari tindak balas antara asid oleik dan kuprum asetat.



Rajah 4: Spektrum ultralembayung-nampak bagi kompleks kuprum-sabun hasil dari tindak balas antara asid oleik dan kuprum asetat.



Rajah 5: Keluk tentukan bagi kompleks kuprum-sabun hasil dari tindak balas antara asid oleik dan kuprum asetat yang dirakamkan pada panjang gelombang 708 nm (setelah sekali pencairan).

Rajah 5 menunjukkan keluk tentukan pada panjang gelombang 708 nm, suatu garis linear dengan persamaan $y = 0.4295x + 0.0203$ telah terhasil. Nilai korelasi bagi garis ini ialah 0.9994.

Perbandingan peratus kandungan asid-asid lemak bebas yang telah ditentukan melalui kaedah titratan dan kolorimetri pembentukan kompleks kuprum-sabun adalah seperti yang ditunjukkan dalam Jadual 2. Dari jadual tersebut didapati peratus kandungan asid-asid lemak bebas yang ditentukan berdasarkan nilai keserapan kompleks kuprum-sabun ialah 1.93% w/w (sampel A), 0.77% w/w (sampel B) dan 0.16% w/w (sampel C).

Bagi sampel A, nilai sisihan piawai bagi penentuan melalui kaedah titratan ialah 0.11 dan 0.08 melalui kaedah kolorimetri. Untuk sampel B pula, nilai sisihan piawai bagi kedua-dua kaedah penentuan ialah 0.99 (kaedah titratan) dan 0.09 (kaedah kolorimetri). Nilai sisihan piawai yang lebih kecil bagi penentuan melalui kaedah kolorimetri menunjukkan kaedah ini mampu memberikan kebolehlungan yang lebih tinggi berbanding dengan kaedah titratan.

Jadual 2: Peratus kandungan (% w/w) asid-asid lemak bebas dalam sampel-sampel minyak kelapa sawit yang telah ditentukan melauai kaedah titratan dan kaedah kolorimetri pembentukan kompleks kuprum-sabun.

Sampel	Kaedah titratan	Kaedah kolorimetri
A	2.09 ± 0.11	1.93 ± 0.08
B	0.73 ± 0.99	0.77 ± 0.09
C	0.16 ± 0.01	0.16 ± 0.01

KESIMPULAN

Kajian ini menunjukkan bahawa kaedah kolorimetri pembentukan kompleks kuprum-sabun berpotensi untuk digunakan dalam penentuan kandungan asid lemak bebas. Peratus kandungan asid-asid lemak bebas yang telah ditentukan dengan kaedah titratan dan kolorimetri dalam kajian ini memberikan nilai yang hampir sama. Hasil kajian juga mendapati kaedah kolorimetri ternyata lebih ekonomi berbanding dengan kaedah titratan. Ini kerana penentuan melalui kaedah ini hanya memerlukan kuantiti sampel dan pelarut yang lebih sedikit berbanding dengan kaedah titratan. Kaedah ini juga ternyata lebih mudah dan cepat dengan hanya memerlukan masa lebih kurang dua minit sahaja untuk diselesaikan.

RUJUKAN

1. Masturah Markom, Harcharan Singh and Masitah Hasan. (2001). Supercritical CO₂ Fractionation of Crude Palm Oil. *Journal of Supercritical Fluids*. 20: 45–53.
2. Ng, W.L. and Oh, C.H. (1994). A Kinetic Study on Isothermal Crystallization of Palm Oil by Solid Fat Content Measurements. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 71: 1135–1140.
3. Goh, E.M. (1993). Palm Oil Composition and Quality. *Proceedings of 1991 PORIM International Palm Oil Conference*. Bangi: PORIM: 268–278.
4. Yoshida, H., Mikiko, T. and Kajimoto, G. (1992). Influence of Fatty Acids on the Tocopherol Stability in Vegetable Oils During Microwave Heating. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 69: 119–125.
5. Nordin, A.M., Yamin, B.M., Yarmo, M.A. and Pardan, K. (1991). Metathesis of Palm Oil. *Journal of Molecular Catalysis A - Chemical*. 65: 163–172.
6. Sambanthamurthi, R., Sundram, K. and Tan, Y.A. (2000). Chemistry and Biochemistry of Palm Oil. *Progress in Lipid Research*. 39: 507–558.
7. Yusof Basiron and Ahmad Ibrahim. (1994). Palm Oil : Old Myths. *International News on Fats, Oils and Related Materials*. 5: 977–980.
8. Siew, W.L., Tang, T.S. and Tan, Y.A. (1995). *Methods of Test for Palm Oil and Palm Oil Products*. Kuala Lumpur: PORIM: 5-8.
9. Puchades, R., Suescun, A. and Maquieira, A. (1994). Determination of Free Fatty Acids in Foods by Flow Injection. *Journal of Science Food Agriculture*. 66: 473–478.
10. Dae, Y.K. and Joon, S.R. (1986). Simple and Rapid Colorimetric Method for Determination of Free Fatty Acids for Lipase Assay. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 63: 89–92.
11. Kuntom, A., Kifli, H. and Lim, P.K. (1996). Chemical and Physical Characteristics of Soap Made Distilled Fatty Acids of Palm Oil and Palm Kernel Oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 7: 105–108.
12. Petric, M. (1995). Preparation and Characterization of Copper(II) Coordination Compounds with Linear Chain Fatty Acids with 7-12 Carbon Atoms and Pyridine. Crystal Structure of Cu(O₂CC₈H₁₇)₂(py)₂(H₂O). *Polyhedron*. 14: 983–989.
13. PORIM. (1995). *Pocketbook of Palm Oil Uses*. 3rd ed. Kuala Lumpur: PORIM: 1-3.