

Rolade daging

© BSN 2018

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN

Email: dokinfo@bsn.go.id

www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

| | |
|---|----|
| Daftar isi..... | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup | 1 |
| 2 Acuan normatif..... | 1 |
| 3 Istilah dan definisi | 2 |
| 4 Komposisi | 2 |
| 5 Klasifikasi | 2 |
| 6 Syarat mutu..... | 3 |
| 7 Pengambilan contoh | 4 |
| 8 Cara uji | 4 |
| 9 Syarat lulus uji..... | 5 |
| 10 Higiene..... | 5 |
| 11 Pengemasan..... | 5 |
| 12 Syarat penandaan | 5 |
| Lampiran A (normatif) Cara uji rolade daging..... | 6 |
| Bibliografi..... | 22 |
| | |
| Tabel 1 – Syarat mutu rolade daging..... | 3 |
| Tabel 2 – Kriteria mikrobiologi untuk rolade daging yang didinginkan..... | 4 |
| Tabel 3 – Kriteria mikrobiologi untuk rolade daging yang dibekukan | 4 |

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Rolade daging* ini dirumuskan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Mengembangkan standar dengan mengikuti perkembangan teknologi;
2. Mengembangkan standar dengan mengikuti peraturan-peraturan yang berlaku;
3. Melindungi konsumen
4. Melindungi produsen;
5. Menjamin perdagangan pangan yang jujur dan bertanggung jawab;
6. Mendukung perkembangan dan diversifikasi industridaging dan olahan daging.

Standar ini dirumuskan oleh Komite Teknis 67-04, Makanan dan Minuman, yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 3 Oktober 2017 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, konsumen, pakar, produsen, dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 5 Februari 2018 sampai dengan tanggal 6 April 2018 dengan hasil akhir RASNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggungjawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Rolade daging

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan istilah dan definisi, bahan, klasifikasi, syarat mutu, pengambilan contoh, dan cara uji rolade daging.

Standar ini hanya berlaku untuk rolade yang dibuat dengan bahan baku daging sapi, kerbau, kambing, domba, babi, kelinci, unggas dan/atau hewan ternak lainnya.

2 Acuan normatif

Dokumen berikut merupakan bagian tidak terpisahkan untuk menggunakan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang diacu digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, edisi terakhir dari dokumen acuan (termasuk amandemen) digunakan.

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan.*

SNI ISO 4833-1, *Mikrobiologi rantai pangan - Metode horizontal untuk enumerasi mikroorganisme - Bagian 1: Penghitungan koloni pada suhu 30 °C dengan teknik cawan tuang*

SNI ISO 6579, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Metode horizontal untuk deteksi Salmonella_spp.*

SNI ISO 6887-1, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Penyiapan contoh uji, suspensi awal dan pengenceran desimal untuk pengujian mikrobiologi – Bagian 1: Aturan umum untuk penyiapan suspensi awal dan pengenceran desimal.*

SNI ISO 6887-2, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Penyiapan contoh uji, suspensi awal dan pengenceran desimal untuk pengujian mikrobiologi – Bagian 2: aturan khusus untuk penyiapan daging dan produk daging.*

SNI ISO 6888-1, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Metode horizontal untuk enumerasi staphylococci koagulasi – positif (Staphylococcus aureus dan spesies lain) – Bagian 1: Teknik menggunakan media Baird – Parker agar.*

SNI ISO 6888-2, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Metode horizontal untuk enumerasi staphylococci koagulasi – positif (Staphylococcus aureus dan spesies lain) – Bagian 2: Teknik menggunakan mediarabbit plasma fibrinogen agar.*

SNI ISO 7218, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Persyaratan umum dan pedoman untuk pengujian mikrobiologi.*

SNI ISO 11290-1, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Metode horizontal untuk deteksi dan enumerasi Listeria monocytogenes – Bagian 1: Metode deteksi.*

SNI ISO 21528-2, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Metode horizontal untuk deteksi dan enumerasi Enterobacteriaceae – Bagian 2: Metode penghitungan jumlah koloni.*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

3.1

rolade daging

produk yang dibuat dari lumatan daging dan/atau daging giling, dengan atau tanpa bahan pangan lain dan bahan tambahan pangan, digulung dengan telur dadar dan/atau bahan pangan lainnya, dimatangkan, dalam bentuk utuh atau irisan, dan didinginkan atau dibekukan

3.2

lumatan daging dan/atau daging giling

daging sapi, kerbau, kambing, domba, babi, kelinci, unggas dan/atau hewan ternak lainnya dengan atau tanpa campuran jantung dan/atau kulit hewan yang dihaluskan/dilumatkan atau digiling, *Mechanically Deboned Meat* (MDM), dan/atau *Desinewed Minced Meat* (DMM)

3.3

***mechanically deboned meat* (MDM)**

jenis daging giling tanpa tulang yang diperoleh dengan cara memisahkan daging hewan ternak yang tersisa pada tulang setelah pemrosesan daging tanpa tulang (*deboning*) melalui metode pemisahan secara mekanis

3.4

***desinewed minced meat* (DMM)**

jenis daging giling tanpa tulang yang diperoleh dengan cara memisahkan daging hewan ternak yang tersisa pada tulang setelah pemrosesan daging tanpa tulang (*deboning*) melalui metode pemisahan secara mekanis, menghasilkan produk yang lebih kasar dari MDM

4 Bahan

4.1 Bahan baku

Lumatan daging dan/atau daging giling.

4.2 Bahan pangan lain

Bahan pangan yang sesuai untuk rolade daging.

4.3 Bahan tambahan pangan

Bahan tambahan pangan yang diizinkan untuk rolade daging sesuai dengan ketentuan perundang-undangan.

5 Klasifikasi

Rolade daging diklasifikasikan sebagai berikut:

- a) Rolade daging
rolade daging merupakan rolade dengan kandungan daging minimal 45 %
- b) Rolade daging kombinasi
rolade daging kombinasi merupakan rolade dengan kandungan daging minimal 20 %

6 Syarat mutu

Syarat mutu rolade daging sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 – Syarat mutu rolade daging

| No | Kriteria uji | Satuan | Persyaratan | |
|-----|--------------------------------|-----------------|---------------|-------------------------|
| | | | Rolade daging | Rolade daging kombinasi |
| 1 | Keadaan | | | |
| 1.1 | Warna | - | normal | |
| 1.2 | Bau | - | normal | |
| 1.3 | Rasa | - | normal | |
| 2 | Protein (N × 6,25) | fraksi massa, % | min. 10 | min. 6 |
| 3 | Lemak | fraksi massa, % | maks. 7 | |
| 4 | Cemaran logam | | | |
| 4.1 | Timbal (Pb) | mg/kg | maks. 0,50 | |
| 4.2 | Kadmium (Cd) | mg/kg | maks. 0,05 | |
| 4.3 | Timah (Sn) | mg/kg | maks. 40 | |
| 4.4 | Merkuri (Hg) | mg/kg | maks. 0,03 | |
| 5 | Cemaran arsen (As) | mg/kg | maks. 0,25 | |
| 6 | Cemaran mikroba | | | |
| 6.1 | Rolade daging yang didinginkan | | Lihat Tabel 2 | |
| 6.2 | Rolade daging yang dibekukan | | Lihat Tabel 3 | |

Tabel 2 – Kriteria mikrobiologi untuk rolade daging yang didinginkan

| No | Jenis cemaran mikroba | n | c | m | M |
|----|------------------------------|---|---|---------------------------|-------------------------------|
| 1 | Angka lempeng total | 5 | 3 | 10 ⁴ koloni/g | 10 ⁶ koloni/g |
| 2 | <i>Enterobacteriaceae</i> | 5 | 2 | 10 koloni/g | 10 ² koloni/g |
| 3 | <i>Staphylococcus aureus</i> | 5 | 1 | 10 ² koloni/ g | 2 x 10 ² koloni/ g |
| 4 | <i>Salmonella</i> | 5 | 0 | negatif/ 25 g | NA |

CATATAN:
n adalah jumlah sampel yang diambil dan dianalisis
c adalah jumlah maksimum sampel yang boleh melampaui batas mikroba
m,M adalah batas mikroba
NA adalah *Not applicable*

Tabel 3 – Kriteria mikrobiologi untuk rolade daging yang dibekukan

| No | Jenis cemaran mikroba | n | c | m | M |
|----|-------------------------------|---|---|--------------------------|-------------------------------|
| 1 | Angka lempeng total | 5 | 3 | 10 ⁴ koloni/g | 10 ⁶ koloni/g |
| 2 | <i>Enterobacteriaceae</i> | 5 | 2 | 10 koloni/g | 10 ² koloni/g |
| 3 | <i>Staphylococcus aureus</i> | 5 | 1 | 10 ² koloni/g | 2 × 10 ² koloni/ g |
| 4 | <i>Salmonella</i> | 5 | 0 | negatif/25 g | NA |
| 5 | <i>Listeria monocytogenes</i> | 5 | 0 | negatif/25 g | NA |

CATATAN:
n adalah jumlah sampel yang diambil dan dianalisis
c adalah jumlah maksimum sampel yang boleh melampaui batas mikroba
m,M adalah batas mikroba
NA adalah *Not applicable*

7 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

8 Cara uji

Cara uji untuk rolade daging seperti di bawah ini:

- a) Persiapan contoh sesuai Lampiran A.1;
- b) Cara uji keadaan sesuai Lampiran A.2;
 - Cara uji warna sesuai Lampiran A.2.1
 - Cara uji bau sesuai Lampiran A.2.2
 - Cara uji rasa sesuai Lampiran A.2.3
- c) Cara uji protein sesuai Lampiran A.3;
- d) Cara uji lemak sesuai Lampiran A.4;
- e) Cara uji cemaran logam sesuai Lampiran A.5;
 - Cara uji kadmium (Cd) dan timbal (Pb) sesuai Lampiran A.5.1;
 - Cara uji timah (Sn) sesuai Lampiran A.5.2;
 - Cara uji merkuri (Hg) sesuai Lampiran A.5.3.
- k) Cara uji cemaran arsen (As) sesuai Lampiran A.6;

- l) Cara uji cemaran mikroba sesuai dengan:
- Penyiapan contoh cara uji cemaran mikroba sesuai dengan SNI ISO 6887-1 dan SNI ISO 6887-2;
 - Cara uji Angka Lempeng Total sesuai dengan SNI ISO 4833-1 dan SNI ISO 7218;
 - Cara uji *Enterobacteriaceae* sesuai dengan SNI ISO 21528-2;
 - Cara uji *Staphylococcus aureus* sesuai dengan sesuai dengan SNI ISO 6888-1 dan/atau SNI ISO 6888-2;
 - Cara uji *Salmonella* sesuai dengan SNI ISO 6579;
 - Cara uji *Listeria monocytogenes* sesuai dengan SNI ISO 11290-1

9 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada Tabel 1.

10 Higiene

Cara memproduksi produk yang higienis termasuk cara penyiapan dan penanganannya sesuai dengan ketentuan peraturan perundang-undangan.

11 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

12 Penandaan

Penandaan sesuai dengan ketentuan peraturan perundang-undangan.

Lampiran A
(normatif)

Cara uji rolade daging

A.1 Persiapan contoh

Pengujian contoh terdiri atas persiapan contoh untuk uji mikrobiologi, uji keadaan, dan uji kimia. Pengambilan contoh untuk uji mikrobiologi dilakukan pertama, kemudian dilanjutkan dengan pengambilan contoh untuk uji keadaan uji kimia.

A.1.1 Persiapan contoh untuk uji mikrobiologi

Buka 5 kemasan contoh rolade daging dan ambil contoh secara aseptik masing-masing sebanyak 100 g, kemudian tempatkan dalam botol contoh steril.

A.1.2 Persiapan contoh untuk uji keadaan

Buka kemasan contoh rolade daging dan ambil contoh secukupnya, kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.1.3 Persiapan contoh untuk uji kimia

Buka kemasan contoh rolade daging dan ambil contoh sebanyak 200 g, kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.2 Keadaan

A.2.1 Warna

A.2.1.1 Prinsip

Pengamatan contoh dengan indera penglihat (mata) yang dilakukan oleh panelis untuk pengujian keadaan.

A.2.1.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji secukupnya dan letakkan di atas wadah yang bersih dan kering;
- b) lihat warna contoh uji;
- c) lakukan pengerjaan minimal oleh 3 orang panelis atau 1 orang panelis terlatih.

A.2.1.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika terlihat warna sesuai dengan warna khas rolade daging maka hasil dinyatakan "normal";
- b) jika terlihat warna lain selain warna khas rolade daging maka hasil dinyatakan "tidak normal".

A.2.2 Bau

A.2.2.1 Prinsip

Pengujian contoh dengan indera penciuman yang dilakukan oleh panelis untuk pengujian keadaan.

A.2.2.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji dan letakkan di atas wadah yang bersih dan kering;
- b) cium contoh uji untuk mengetahui baunya; dan
- c) lakukan pengerjaan minimal oleh 3 orang panelis atau 1 orang panelis terlatih.

A.2.2.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika tidak tercium bau asing, maka hasil dinyatakan "normal"; dan
- b) jika tercium bau asing, maka hasil dinyatakan "tidak normal".

A.2.3 Rasa

A.2.3.1 Prinsip

Pengujian contoh dengan indera pengecap (lidah) yang dilakukan oleh panelis untuk pengujian keadaan.

A.2.3.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji dan rasakan dengan indera pengecap (lidah); dan
- b) lakukan pengerjaan minimal oleh 3 orang panelis atau 1 orang panelis terlatih.

A.2.3.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika tidak terasa rasa asing, maka hasil dinyatakan "normal"; dan
- b) jika terasa rasa asing, maka hasil dinyatakan "tidak normal".

A.3 Kadar protein ($N \times 6,25$)

A.3.1 Kadar Nitrogen

A.3.1.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam sulfat konsentrat, menggunakan tembaga (II) sulfat sebagai katalis, untuk mengubah nitrogen organik menjadi ion amonium; alkalisasi dan destilasi amonium bebas menjadi larutan asam borat yang berlebih, titrasi dengan asam klorida untuk menghitung ammonia yang terikat dengan asam borat, dan kalkulasi jumlah nitrogen pada contoh dari jumlah ammonia bebas yang terbentuk.

A.3.1.2 Pereaksi

Seluruh pereaksi yang digunakan harus kualitas analitik. Air yang digunakan harus air destilasi atau air yang memiliki kemurnian setara.

- a) Tembaga (II) sulfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);
- b) Kalium sulfat (K_2SO_4) anhidrous;
- c) Asam sulfat, ρ_{20} 1,84 g/L;

- d) Larutan natrium hidroksida, bebas karbonat, mengandung kira-kira 33 g natrium hidroksida (NaOH) per 100 g larutan;
larutkan 500 g natrium hidroksida dalam 1.000 mL air
- e) Larutan asam borat;
larutkan 40 g asam borat (H_3BO_3) dalam air dan larutkan hingga 1.000 mL
- f) Asam hidroklorida, 0,1 N larutan standar volumetrik dengan normalitas hingga 4 desimal;
- g) Larutan indikator;
campuran indikator (*methyl red – methylen blue*), disiapkan dengan melarutkan 2 g *methyl red* dengan 1 g *methylene blue* dalam 1 000 mL etanol 95% (v/v)
Perubahan warna larutan indikator terjadi pada pH 5,4.
Simpan larutan indikator dalam botol gelap dan tempat yang sejuk.
- h) *Boiling regulator*
 - 1) Untuk destruksi
batu didih, *silicone carbide*, atau serpihan porselen yang keras
 - 2) Untuk destilasi
silicone carbide atau pecahan batu apung yang telah dibakar

A.3.1.3 Peralatan

- a) Pencacah daging mekanis, skala laboratorium, mempunyai plat dengan diameter lubang tidak lebih dari 4 mm;
- b) Kertas tidak tembus atau tahan minyak, berukuran 9 cm x 6 cm;
- c) Buret 50 mL;
- d) Labu Kjeldahl;
- e) Alat destilasi uap;
- f) Alat pemanas;
dimana labu Kjeldahl dapat dipanaskan pada posisi sumber panas yang hanya menyentuh bagian dinding labu di bawah batas cairan. Untuk pemanas gas, alat yang sesuai adalah plat asbes yang dilengkapi dengan lubang sirkulasi, sehingga hanya bagian bawah dari labu yang terekspos pada api.
- g) Lemari asam;
- h) Neraca analitik;
- i) Labu *Erlenmeyer* 500 mL;
- j) Labu ukur 1000 mL.

A.3.1.4 Cara kerja

A.3.1.4.1 Preparasi contoh uji

- a) homogenisasi contoh dengan cara melewatkan contoh dua kali pada alat pencacah daging dan aduk;
- b) simpan contoh pada wadah tertutup dan kedap dengan kondisi terisi penuh untuk mencegah terjadinya kerusakan dan perubahan komposisi;
- a) analisis contoh secepat mungkin setelah dilakukan proses homogenisasi, setidaknya dalam 24 jam

A.3.1.4.2 Bagian uji

- a) Tempatkan beberapa batu didih ke dalam labu Kjeldahl, kemudian tambahkan 15 g kalium sulfat anhidrous dan 0,5 g tembaga (II) sulfat;
- b) timbang dengan ketelitian 0,001 g sekitar 2 g (m) (atau 1,5 g bila contoh mengandung lemak tinggi) pada lembaran kertas tahan minyak;
- c) pindahkan kertas tahan minyak dan masukkan contoh uji ke dalam labu Kjeldahl.

A.3.1.4.3 Penetapan

- a) Tambahkan 25 mL H₂SO₄ ke dalam labu Kjeldahl, kocok perlahan. Jika diinginkan, letakkan penutup pada leher labu dan bolak-balikkan;
- b) tempatkan labu pada posisi miring dengan sudut sekitar 40° dari posisi vertikal pada alat pemanas. Pertama-tama panaskan labu secara perlahan sampai pembentukan buih berhenti dan seluruh bahan dalam labu terdapat dalam bentuk cairan;
- c) destruksi contoh dengan mendidihkan labu dengan sesekali memutar labu sampai seluruh cairan menjadi jernih dan berwarna hijau-biru terang;
- d) biarkan cairan mendidih selama 90 menit;
- e) waktu destruksi total tidak boleh lebih dari 2 jam. Hati-hati agar tidak ada uap cairan terkondensasi mengalir dari bagian luar labu. Cegah terlalu banyak keluarnya H₂SO₄ akibat kondisi yang terlalu panas pada saat destruksi, yang akan menyebabkan terjadinya kehilangan nitrogen;
- f) dinginkan hingga suhu sekitar 40 °C dan secara hati-hati tambahkan 50 mL air. Kocok dan biarkan mendingin;
- g) tuangkan pada labu *Erlenmeyer* kapasitas 500 mL sebanyak 50 mL larutan asam borat dari labu ukur dan tambahkan 4 tetes larutan indikator, kocok dan tempatkan labu *Erlenmeyer* di bawah kondensor perangkat destilasi, sehingga ujung (*outlet*) pendingin tercelup ke dalam larutan asam borat;

Perlakukan kandungan/isi labu Kjeldahl sebagai berikut:

- 1) Jika menggunakan destilasi uap
 - pindahkan kandungan labu Kjeldahl pada alat destilasi dan bilas labu dengan 50 mL air. Tambahkan 100 mL larutan natrium hidroksida dengan cara menuangkan secara hati-hati melalui pinggir leher labu sehingga dua lapisan yang terbentuk dalam labu tidak tercampur;
 - segera pasang labu pada alat destilasi;
 - panaskan larutan basa hingga mendidih dengan melewati uap panas dan biarkan selama 20 menit. Pada saat awal panaskan larutan secara perlahan untuk meminimalisir terbentuknya buih;
 - kumpulkan destilat setidaknya hingga volume 150 mL.
- 2) Jika menggunakan destilasi biasa
 - secara hati-hati larutkan kandungan labu Kjeldahl dengan 300 mL air dan kocok. Bila perlu campuran dipindahkan ke labu 1 L;
 - setelah 15 menit tambahkan 100 mL larutan natrium hidroksida dengan menggunakan labu ukur, tuangkan secara hati-hati melalui pinggir leher labu sehingga dua lapisan yang terbentuk dalam labu tidak tercampur;
 - segera pasang labu pada alat destilasi;
 - destilasikan hingga diperoleh sedikitnya 150 mL cairan, meskipun campuran bergolak secara tak beraturan. Teruskan destilasi sampai terkumpul 250 mL destilat;
 - pastikan destilat didinginkan secara efektif untuk mencegah larutan asam borat menjadi hangat.
- h) Turunkan labu *Erlenmeyer* sesaat sebelum proses destilasi dihentikan, sehingga ujung (*outlet*) pendingin berada di atas batas cairan. Bilas ujung pendingin bagian luar dan dalam dengan air.
- i) Verifikasi destilasi amonia telah berjalan sempurna adalah dengan menggunakan kertas litmus merah yang sudah dibasahi dengan air. Warna kertas tidak boleh berubah oleh cairan dari pendingin. Hentikan pemanasan. Jika ditemukan indikasi destilasi belum sempurna, maka lakukan pengujian ulang.
- j) Titrasi larutan dalam labu *Erlenmeyer* dengan larutan HCl, catat volume HCl yang terpakai (V_1) dengan ketepatan 0,02 mL.
- k) Lakukan dua kali pengulangan.

A.3.1.4.4 Uji blanko

- a) Selalu gunakan blanko (dengan duplo) pada saat pereaksi baru digunakan;
- b) uji blanko dilakukan dengan mengulangi tahap pada A.3.1.4.2 dan A.3.1.4.3 dengan hanya menggunakan kertas tahan minyak.
- c) Volume HCl yang terpakai dalam titrasi blanko dicatat (V_0)

A.3.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar nitrogen (\%)} = \left(0,0014 \times (V_1 - V_0) \times \frac{100}{m}\right) \% \quad (1)$$

Keterangan:

V_0 adalah volume HCl 0,1 N untuk titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);

V_1 adalah volume HCl 0,1 N untuk titrasi contoh, dinyatakan dalam mililiter (mL);

m adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g)

A.3.1.6 Ketelitian

Perbedaan hasil dari dua ulangan oleh analis yang sama tidak boleh lebih besar dari 0,10 g nitrogen per 100 g contoh. Jika perbedaan lebih besar dari batasan yang ditentukan, maka uji harus diulang kembali.

A.3.2 Kadar protein

A.3.2.1 Prinsip

Kadar protein diperoleh dari hasil kali total nitrogen dengan 6,25.

A.3.2.2 Perhitungan

$$\text{Kadar protein(\%)} = \text{kadar nitrogen(\%)} \times 6,25 \quad (2)$$

Keterangan:

6,25 adalah faktor protein untuk daging

A.4 Kadar lemak

A.4.1 Prinsip

Contoh dididihkan dengan HCl encer untuk membebaskan fraksi lipid yang terperangkap dan terikat pada jaringan massa contoh, penyaringan massa, pengeringan, dan ekstraksi menggunakan n-heksana atau petroleum eter dari lemak yang tertahan pada kertas saring.

A.4.2 Pereaksi

Seluruh pereaksi yang digunakan harus kualitas analitik. Air yang digunakan harus air destilasi atau air yang memiliki kemurnian setara.

- a) Pelarut ekstraksi, n-heksana atau petroleum eter yang disuling pada suhu antara 40° dan 60°C, dan memiliki nilai bromin kurang dari 1. Untuk pelarut, residu pada penguapan sempurna tidak boleh melebihi 0,002 g per 100 mL;
- b) Larutan Asam Hidroklorida 4 N;
encerkan 100 mL asam klorida pekat dengan 200 mL air dan campurkan;
- c) Kertas lakmus biru;
- d) Batu didih.

A.4.3 Peralatan

- a) Pencacah daging mekanis, skala laboratorium, mempunyai plat dengan diameter lubang tidak lebih dari 4 mm;
- b) Labu *Erlenmeyer*, berukuran 250 mL;
- c) Gelas arloji atau cawan petri, berdiameter kurang dari 80 mm;
- d) Wadah ekstraksi (*thimble*), terbuat dari kertas saring dan telah dihilangkan lemaknya;
- e) Katun wol;
- f) Peralatan ekstraksi, kontinu atau semi kontinu, seperti soklet, dengan labu ekstraksi berukuran 150 mL;
- g) Penangas air, dengan pemanas listrik atau peralatan serupa yang sesuai;
- h) Oven pengering, dengan pemanas listrik, terkontrol pada suhu $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$;
- i) Desikator, yang mengandung desikan efektif;
- j) Timbangan analitik;
- k) Kertas saring, kualitatif, dengan kecepatan saringan sedang.

A.4.4 Cara kerja

A.4.4.1 Preparasi contoh uji

- b) Seragamkan contoh dengan cara melewatkan contoh dua kali pada alat pencacah daging dan dicampur merata;
- c) simpan contoh pada wadah tertutup dan kedap dengan kondisi terisi penuh untuk mencegah terjadinya kerusakan dan perubahan komposisi;
- d) analisis contoh secepat mungkin setelah dilakukan proses homogenisasi, setidaknya dalam 24 jam.

A.4.4.2 Bagian uji

Sesuai dengan kandungan lemak yang diharapkan, timbang 3 g sampai 5 g contoh yang sudah dicincang dengan ketelitian 0,001 g (m_0), dan dimasukkan ke dalam labu *Erlenmeyer* 250 mL.

A.4.4.3 Penetapan

- a) Keringkan labu ekstraksi yang mengandung batu didih selama 1 jam dalam oven pada suhu $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$. Biarkan labu mendingin pada suhu ruang dalam desikator dan timbang dengan ketelitian 0,001 g (m_1);
- b) tambahkan sebanyak 50 mL HCl pada contoh dalam labu *Erlenmeyer* dan tutup labu *Erlenmeyer* dengan gelas arloji;
- c) panaskan labu *Erlenmeyer* di atas kasa kawat asbes dengan menggunakan *gas burner* sampai kandungannya mulai mendidih;
- d) lanjutkan pendidihan dengan api kecil selama 1 jam dan kocok sesekali;
- e) tambahkan 150 mL air panas;
- f) basahi kertas saring yang diletakkan di corong kaca dengan air, dan tuangkan isi labu *Erlenmeyer* dalam keadaan masih panas melalui saringan ke labu lainnya;
- g) cuci labu *Erlenmeyer* dan gelas arloji sebanyak tiga kali dengan air panas secara menyeluruh sampai pencucian tidak mempengaruhi warna kertas lakmus;
- h) letakkan kertas saring pada gelas arloji atau cawan petri dan keringkan selama 1 jam dalam oven pada suhu $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ dan biarkan dingin;
- i) gulung kertas saring dan masukkan ke dalam wadah ekstraksi (*thimble*). Hilangkan bekas-bekas lemak pada gelas arloji atau cawan petri, menggunakan katun wol yang sudah dibasahi dengan pelarut ekstraksi dan pindahkan juga katun wol ke dalam wadah ekstraksi;
- j) tempatkan wadah ekstraksi pada peralatan ekstraksi;

- k) kertas saring harus dipegang dengan menggunakan penjepit yang dapat dibersihkan/dibilas, atau menggunakan jari yang dilapisi oleh kertas;
- l) tuangkan pelarut ke dalam labu ekstraksi yang telah dikeringkandan pasangkan pada peralatan ekstraksi;
- m) cuci gelas arloji atau cawan petri dengan sejumlah pelarut dan masukkan pelarut tersebut ke dalam labu ekstraksi. Banyaknya pelarut adalah satu setengah sampai dua kali dari kapasitas tabung ekstraksi;
- n) pasangkan labu ekstraksi pada peralatan ekstraksi, lalu panaskan labu selama 4 jam pada penangas air atau peralatan sejenis;
- o) setelah proses ekstraksi, ambil labu ekstraksi yang mengandung cairan dari peralatan ekstraksi dan suling pelarut dengan menggunakan penangas air.
- p) uapkansisa pelarut menggunakan penangas air dan dengan menggunakan aliran udara jika diperlukan;
- q) keringkan labu ekstraksi selama 1 jam pada oven pengering dengan suhu $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dan keringkan pada suhu ruang dalam desikator, timbang sampai ketelitian 0,001 g (m_2);
- r) ulangi cara uji sampai hasil dua penimbangan berturut-turut tidak berbeda lebih dari 0,1% dari berat contoh uji;
- s) verifikasi bahwa ekstraksi lemak telah berlangsung sempurna dengan melakukan proses ekstraksi kembali terhadap contoh menggunakan labu ekstraksi kedua dan pelarut baru. Peningkatan massa tidak boleh melebihi 0,1% dari berat contoh uji;
- t) lakukan 2 kali pengulangan.

A.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar lemak (\%)} = \left((m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \right) \% \quad (3)$$

Keterangan:

- w_0 adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g);
- w_1 adalah bobot awal labu ekstraksi dengan batu didih, dinyatakan dalam gram (g);
- w_2 adalah bobot bobot labu ekstraksi dengan batu didih dan kandungan lemak setelah pengeringan, dinyatakan dalam gram (g).

A.4.6 Ketelitian

Perbedaan hasil dari dua ulangan oleh analis yang sama tidak boleh lebih besar dari 0,5 g total lemak per 100 g contoh. Jika perbedaan lebih besar dari batasan yang ditentukan, maka uji harus diulang kembali.

A.5 Cemarkan logam berat

A.5.1 Kadmium (Cd) dan timbal (Pb)

A.5.1.1 Prinsip

Destruksi contoh dengan cara pengabuan kering pada suhu $450 ^\circ\text{C}$ yang dilanjutkan dengan pelarutan dalam larutan asam. Logam yang terlarut dihitung menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimum 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb.

A.5.1.2 Peralatan

- a) SSA beserta kelengkapannya (lampu katoda Cd dan Pb, sebaiknya menggunakan SSA tungku grafit);

- b) Tanur;
- c) Neraca analitik;
- d) Pemanas listrik
- e) Penangas air;
- f) Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret ;
- g) Labu ukur 1.000 mL, 100 mL, dan 50 mL;
- h) Gelas ukur kapasitas 10 mL;
- i) Gelas piala 250 mL;
- j) Botol polipropilen;
- k) Cawan porselen/platina/kuarsa 50 mL sampai 100 mL; dan
- l) Kertas saring tidak berabu dengan spesifikasi *particle retention liquid* 20 µm sampai 25 µm.

A.5.1.3 Pereaksi

- a) Asam nitrat, HNO₃ pekat;
- b) Asam klorida, HCl pekat;
- c) Larutan asam nitrat, HNO₃ 0,1 N;
encerkan 7 mL HNO₃ pekat dengan aquabides dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan sampai tanda garis.
- d) Larutan asam klorida, HCl 6 N;
encerkan 500 mL HCl pekat dengan aquabides dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan sampai tanda garis.
- e) Larutan baku 1000 µg/mL Cd;
larutkan 1,000 g Cd dengan 7 mL HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 1.000 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis atau bisa digunakan larutan baku Cd 1.000 µg/mL siap pakai.
- f) Larutan baku 200 µg/mL Cd;
pipet 10 mL larutan baku 1.000 µg/mL Cd ke dalam labu ukur 50 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 200 µg/mL Cd.
- g) Larutan baku 10 µg/mL Cd;
pipet 20 mL larutan baku 200 µg/mL Cd ke dalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 10 µg/mL Cd.
- h) Larutan baku kerja Cd.
pipet ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0 mL; 0,1 mL; 0,25 mL; 0,5 mL; 1 mL; 5 mL dan 10 mL larutan baku 10 µg/mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/mL; 0,01 µg/mL; 0,025 µg/mL; 0,05 µg/mL; 0,1 µg/mL; 0,5 µg/mL dan 1,0 µg/mL Cd.
- i) Larutan baku 1000 µg/mL Pb;
larutkan 1,000 g Pb dengan 7 mL HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 1.000 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis. atau bisa digunakan larutan baku Pb 1000 µg/mL siap pakai.
- j) Larutan baku 100 µg/mL Pb;
pipet 10 mL larutan baku Pb 1.000 µg/mL ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 µg/mL Pb.
- k) Larutan baku 10 µg/mL Pb; dan
pipet 10 mL larutan standar Pb 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 10 µg/mL Pb.

- l) Larutan baku kerja Pb.
pipet ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0 mL; 0,1 mL; 0,25 mL; 0,5 mL; 1 mL; 5 mL dan 10 mL larutan baku 10 µg/mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/mL; 0,01 µg/mL; 0,025 µg/mL; 0,05 µg/mL; 0,1 µg/mL; 0,5 µg/mL dan 1,0 µg/mL Pb.

A.5.1.4 Cara kerja

- Timbang 10 g sampai 20 g contoh (W) dengan teliti dalam cawan porselen/platina/ kuarsa;
- tempatkan cawan berisi contoh uji di atas pemanas listrik dan panaskan secara bertahap sampai contoh uji tidak berasap lagi;
- lanjutkan pengabuan dalam tanur pada suhu (450 ± 5) °C sampai abu berwarna putih, bebas dari karbon;
- apabila abu belum bebas dari karbon yang ditandai dengan warna keabu-abuan, basahkan dengan beberapa tetes air dan tambahkan tetes demi tetes HNO₃ pekat kira-kira 0,5 mL sampai 3 mL;
- keringkan cawan di atas pemanas listrik dan masukkan kembali ke dalam tanur pada suhu (450 ± 5) °C kemudian lanjutkan pemanasan sampai abu menjadi putih. Penambahan HNO₃ pekat dapat diulangi apabila abu masih berwarna keabu-abuan;
- larutkan abu berwarna putih dalam 5 mL HCl 6 N, sambil dipanaskan di atas pemanas listrik atau penangas air sampai kering, kemudian larutkan dengan HNO₃ 0,1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian tepatkan hingga tanda garis dengan aquabides (V), jika perlu, saring larutan menggunakan kertas saring ke dalam botol polipropilen;
- siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum sekitar 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb;
- buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C); dan
- hitung kandungan logam dalam contoh.

A.5.1.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan Cd atau Pb (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \quad (4)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi Cd atau Pb dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL); dan

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.5.1.6 Ketelitian

Kisaran *Relative Standard Deviation* (RSD) dari dua kali ulangan maksimum 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka uji harus diulang kembali.

A.5.2 Timah (Sn)

A.5.2.1 Prinsip

Contoh didekstruksi dengan HNO_3 dan HCl kemudian tambahkan KCl untuk mengurangi gangguan. Sn dibaca menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$.

A.5.2.2 Peralatan

- a) SSA beserta kelengkapannya (lampu katoda Sn);
- b) Tanur;
- c) Neraca analitik;
- d) Pemanas listrik;
- e) Penangas air;
- f) Labu ukur 1.000 mL, 100 mL dan 50 mL;
- g) Pipet ukur berskala 0,1 mL;
- h) Labu *Erlenmeyer* 250 mL;
- i) Gelas ukur 50 mL; dan
- j) Gelas piala 250 mL.

A.5.2.3 Pereaksi

- a) Larutan kalium klorida, 10 mg/mL K;
larutkan 1,91 g KCl dengan air menjadi 100 mL.
- b) Asam nitrat, HNO_3 pekat;
- c) Asam klorida, HCl pekat;
- d) Larutan baku 1.000 mg/mL Sn; dan
larutkan 1,000 g Sn dengan 200 mL HCl pekat dalam labu ukur 1.000 mL, tambahkan 200 mL aquabides, dinginkan pada suhu ruang dan encerkan dengan aquabides sampai tanda garis.
- e) Larutan baku 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Sn;
pipet 10 mL larutan baku As 1.000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Sn.
- f) Larutan baku kerja Sn.
pipet 10 mL HCl pekat dan 1,0 mL larutan KCl ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL. Tambahkan masing-masing 0 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL, 5,0 mL 10,0 mL dan 15,0 mL larutan baku 100 mg/mL Sn dan encerkan dengan aquabides sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 0,5 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ dan 15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Sn.

A.5.2.4 Cara kerja

- a) Timbang contoh 10 g sampai 20 g (W) dengan teliti ke dalam labu *Erlenmeyer* 250 mL, tambahkan 30 mL HNO_3 pekat dan biarkan 15 menit;
- b) panaskan perlahan selama 15 menit di dalam lemari asam, hindari terjadinya percikan yang berlebihan;
- c) lanjutkan pemanasan sehingga sisa volume 3 mL sampai 6 mL atau sampai contoh mulai kering pada bagian bawahnya, hindari terbentuknya arang;
- d) angkat labu *Erlenmeyer* dari pemanas listrik, tambahkan 25 mL HCl pekat, dan panaskan sampai selama 15 menit sampai letupan dari uap Cl_2 berhenti;
- e) tingkatkan pemanasan dan didihkan sehingga sisa volume 10 mL sampai 15 mL;
- f) tambahkan 40 mL air suling, aduk, dan tuangkan ke dalam labu ukur 100 mL, bilas labu *Erlenmeyer* tersebut dengan 10 mL air suling (V);

- g) tambahkan 1,0 mL KCl, dinginkan pada suhu ruang, tepatkan dengan air suling sampai tanda garis dan saring;
- h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- i) baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi $N_2O-C_2H_2$;
- j) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- k) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- l) lakukan pengerjaan duplo; dan
- m) hitung kandungan Sn dalam contoh.

A.5.2.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan timah (Sn) (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \quad (5)$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi timah (Sn) dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$);
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.5.2.6 Ketelitian

Kisaran RSD dari dua kali ulangan maksimum 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka uji harus diulang kembali.

A.7.3 Merkuri (Hg)

A.7.3.1 Prinsip

Reaksi antara senyawa merkuri dengan NaBH_4 atau SnCl_2 dalam keadaan asam akan membentuk gas atomik Hg. Jumlah Hg yang terbentuk sebanding dengan absorbans Hg yang dibaca menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm.

A.7.3.2 Peralatan

- a) SSA yang dilengkapi lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG);
- b) *Microwave digester*;
- c) Neraca analitik;
- d) Pemanas listrik;
- e) Pendingin terbuat dari borosilikat, diameter 12 mm sampai 18 mm, tinggi 400 mm diisi dengan cincin *Raschig* setinggi 100 mm, dan dilapisi dengan batu didih berdiameter 4 mm di atas cincin setinggi 20 mm;
- f) Tabung destruksi;
- g) Labu destruksi 250 mL berdasar bulat;
- h) Labu ukur 1.000 mL, 500 mL, dan 100 mL;
- i) Gelas ukur 25 mL;
- j) Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret; dan
- k) Gelas piala 500 mL.

A.7.3.3 Pereaksi

- a) Larutan asam sulfat, H_2SO_4 9 M;
- b) Larutan asam nitrat, HNO_3 7 M;
- c) Campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1);
- d) Hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat;
- e) Larutan natrium molibdat, $\text{NaMoO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2%;
- f) Larutan pereduksi;
campurkan 50 mL H_2SO_4 dengan 300 mL aquabides dalam gelas piala 500 mL dan dinginkan sampai suhu ruang kemudian tambahkan 15 g NaCl, 15 g hidrosilamin sulfat, dan 25 g SnCl_2 . Pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- g) Larutan natrium borohidrida, NaBH_4 ;
larutkan 3 g serbuk NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 mL.
- h) Larutan pengencer;
masukkan 300 mL sampai 500 mL air suling kedalam labu ukur 1.000 mL dan tambahkan 58 mL HNO_3 kemudian 67 mL tambahkan H_2SO_4 . Encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok.
- i) Larutan baku 1.000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Hg;
larutkan 0,1354 g HgCl_2 dengan kira-kira 25 mL air suling dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- j) Larutan baku 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Hg;
pipet 10 mL larutan baku 1.000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Hg ke dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$.
- k) Larutan baku 0,1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Hg;
pipet 1 mL larutan baku 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Hg ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 0,1 $\mu\text{g}/\text{mL}$.
- l) Larutan baku kerja Hg; dan
pipet masing-masing 0,1 mL; 0,25 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 0,1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,0001 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 0,00025 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 0,0005 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 0,001 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 0,002 $\mu\text{g}/\text{mL}$ dan 0,005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Hg
- m) Batu didih.

A.7.3.4 Cara kerja

A.7.3.4.1 Pengabuan basah

- a) Timbang 5 g contoh (W) dengan teliti ke dalam labu destruksi dan tambahkan 25 mL H_2SO_4 9 M, 20 mL HNO_3 7 M, 1 mL larutan natrium molibdat 2 %, dan 5 butir sampai 6 butir batu didih;
- b) hubungkan labu destruksi dengan pendingin dan panaskan di atas pemanas listrik selama 1 jam. Hentikan pemanasan dan biarkan selama 15 menit;
- c) tambahkan 20 mL campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1) melalui pendingin,
- d) hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbul uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10 menit dan dinginkan;
- e) tambahkan 10 mL air suling melalui pendingin dengan hati-hati sambil labu digoyang-goyangkan;
- f) didihkan lagi selama 10 menit;
- g) matikan pemanas listrik dan cuci pendingin dengan 15 mL air suling sebanyak 3 kali kemudian dinginkan sampai suhu ruang;

- h) pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- i) pipet 25 mL larutan di atas ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis (fp);
- j) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- k) tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja Hg, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
- l) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- m) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- n) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- o) lakukan pengerjaan duplo; dan
- p) hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.7.3.4.2 Destruksi menggunakan *microwave digester* atau destruksi sistem tertutup

- a) Timbang 1 g contoh (W) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO_3 , 1 mL H_2O_2 kemudian tutup rapat;
- b) masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- c) pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 50 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- d) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- e) tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- f) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- g) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- h) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- i) lakukan pengerjaan duplo; dan
- j) hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.7.3.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan merkuri (Hg), (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp \quad (6)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi merkuri dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran.

A.7.3.6 Ketelitian

Kisaran RSD dari dua kali ulangan maksimum 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka uji harus diulang kembali.

A.8 Cemaran arsen (As)

A.8.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang maksimum 193,7 nm.

A.8.2 Peralatan

- SSA yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida (HVG);
- Tanur;
- Microwave digester*;
- Neraca analitik;
- Pemanas listrik;
- Bunsen burner*;
- Labu *Kjeldahl* 250 mL;
- Labu terbuat dari borosilikat berdasar bulat 50 mL.
- Labu ukur 1.000 mL, 500 mL, 100 mL, dan 50 mL;
- Gelas ukur 25 mL;
- Pipet volumetrik 25 mL;
- Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret;
- Cawan porselen kapasitas 50 mL; dan
- Gelas piala 200 mL.

A.8.3 Pereaksi

- Asam nitrat, HNO_3 pekat;
- Asam sulfat, H_2SO_4 pekat;
- Asam perklorat, HClO_4 pekat;
- Ammonium oksalat, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ jenuh;
- Hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat;
- Larutan natrium borohidrida, NaBH_4 ;
larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling sampai tanda garis ke dalam labu ukur 500 mL.
- Larutan asam klorida, HCl 8 M;
larutkan 66 mL HCl pekat kedalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Larutan timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10 %;
timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam gelas piala 200 mL dan tambahkan 100 mL HCl pekat. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Larutan kalium iodida, KI 20 %;
timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- Larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 75 mg/mL;
larutkan 3,75 g MgO dengan 30 mL H_2O secara hati-hati, tambahkan 10 mL HNO_3 , dinginkan dan encerkan hingga 50 mL dengan air suling.
- Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ As;
larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1 (1 bagian asam : 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1 L dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

- l) Larutan baku 100 µg/mL As;
pipet 10 mL larutan baku As 1.000 µg/mL ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 µg/mL As.
- m) Larutan baku 1 µg/mL As; dan
pipet 1 mL larutan standar arsen 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 µg/mL As.
- n) Larutan baku kerja As;
pipet masing-masing 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 1 µg/mL As ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,005 µg/mL; 0,01 µg/mL; 0,02 µg/mL; 0,03 µg/mL; 0,04 µg/mL dan 0,05 µg/mL As.

A.8.4 Cara kerja

A.8.4.1 Pengabuan basah

- a) Timbang 5 g sampai 10 g contoh (W) ke dalam labu *Kjeldahl* 250 mL, tambahkan 5 mL sampai 10 mL HNO₃ pekat dan 4 mL sampai 8 mL H₂SO₄ pekat dengan hati-hati;
- b) setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO₃ pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman;
- c) tambahkan 2 mL HClO₄ 70 % sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangaran setelah penambahan HClO₄, tambahkan lagi sedikit HNO₃ pekat);
- d) dinginkan, tambahkan 15 mL H₂O dan 5 mL (NH₄)₂C₂O₄ jenuh;
- e) panaskan sehingga timbul uap SO₃ di leher labu;
- f) dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- g) pipet 25 mL larutan diatas (fp) dan tambahkan 2 mL HCl 8 M, 0,1 mL KI 20 % kemudian kocok dan biarkan minimum 2 menit;
- h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- i) tambahkan larutan pereduksi (NaBH₄) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- j) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- k) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- l) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- m) lakukan pengerjaan duplo; dan
- n) hitung kandungan As dalam contoh.

A.8.4.2 Destruksi menggunakan *microwavedigester* atau destruksi sistem tertutup

- a) Timbang 1 g contoh (W) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO₃, 1 mL H₂O₂ kemudian tutup rapat;
- b) masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- c) setelah dingin, pindahkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 25 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- d) pipet 10 mL (fp) larutan destruksi ke dalam labu borosilikat berdasar bulat 50 mL, tambahkan 1 mL larutan Mg(NO₃)₂, uapkan di atas pemanas listrik hingga kering dan arangkan. Abukan dalam tanur dengan suhu 450 °C (± 1 jam);
- e) dinginkan, larutkan dengan 2,0 mL HCl 8 M, 0,1 mL KI 20% dan biarkan minimum 2 menit. Tuangkan larutan tersebut ke dalam tabung contoh pada alat;

- f) siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
- g) tuangkan larutan baku kerja As 0,01 $\mu\text{g/mL}$; 0,02 $\mu\text{g/mL}$; 0,03 $\mu\text{g/mL}$; 0,04 $\mu\text{g/mL}$; 0,05 $\mu\text{g/mL}$ serta blanko ke dalam 6 tabung contoh lainnya. Nyalakan *burner* atau *bunsen* serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
- h) baca nilai absorbans tertinggi larutan baku kerja As dan contoh dengan blanko sebagai koreksi;
- i) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi As ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- j) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- k) lakukan pengerjaan duplo; dan
- l) hitung kandungan As dalam contoh.

A.8.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan arsen (As), (mg/kg)} = \frac{C}{w} \times V \times fp \quad (7)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi arsen dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);

w adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran.

A.8.6 Ketelitian

Kisaran RSD dari dua kali ulangan maksimum 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka uji harus diulang kembali.

Bibliografi

- [1] AOAC Official Method 971.21, Mercury in Foods, Atomic Absorption Spectrophotometric Method.
- [2] AOAC Official Method 974.14, Mercury in Fish, Alternative Digestion Method.
- [3] AOAC Official Method 985.16, Tin in Canned Foods, Atomic Absorption Spectrophotometric Method.
- [4] AOAC Official Method 986.15, Arsenic, Cadmium, Lead, Selenium, and Zinc in Human and Pet Foods, Multielement Method.
- [5] AOAC Official Method 999.11, Lead, Cadmium, Copper, Iron, and Zinc in foods: Absorption Spectrophotometry after Dry Ashing.
- [6] ISO 937. Meat and Meat Products – Determination of Nitrogen Content (Reference method).
- [7] ISO 1443. Meat and Meat Products – Determination of Total Fat Content.
- [8] Undang-Undang Nomor 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen;
- [9] Undang-Undang Nomor 36 Tahun 2009 tentang Kesehatan;
- [10] Undang-Undang Nomor 18 Tahun 2012 tentang Pangan;
- [11] Undang-Undang Nomor 3 Tahun 2014 tentang Perindustrian;
- [12] Undang-Undang Nomor 20 Tahun 2014 tentang Standardisasi dan Penilaian Kesesuaian;
- [13] Peraturan Pemerintah Nomor 69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan;
- [14] Peraturan Pemerintah Nomor 102 Tahun 2000 tentang Standardisasi Nasional;
- [15] Peraturan Pemerintah Nomor 28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu, dan Gizi Pangan;
- [16] Peraturan Menteri Pertanian No. 34/Permentan/PK.210/7/2016 tentang Pemasukan Karkas, Daging, Jeroan dan/atau Olahannya dalam Wilayah Republik Indonesia;
- [17] Peraturan Menteri Perindustrian Nomor 24/M-IND/PER/2/2010 tentang Pencantuman Logo Tara Pangan dan Kode Daur Ulang pada Kemasan Pangan dari Plastik;
- [18] Peraturan Menteri Perindustrian Nomor 75/M-IND/7/2010 tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik (*Good Manufacturing Practices*);
- [19] Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan;
- [20] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor HK. 00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan;

[21] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 4 sampai 25 Tahun 2013, Nomor 36 sampai 38 Tahun 2013, Nomor 4 Tahun 2014 dan Nomor 22 tahun 2016 tentang Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan;

[22] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 16 Tahun 2016 tentang Kriteria Mikrobiologi dalam Pangan Olahan.

[23] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 21 Tahun 2016 tentang Kategori Pangan;

[24] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 23 Tahun 2017 tentang Batas Cemaran Logam Berat dalam Pangan Olahan.

Informasi Pendukung Terkait Perumus Standar

[1] Komtek/SubKomtek perumus SNI

Komite Teknis 67-04, Makanan dan Minuman

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

| | | |
|------------|-------------------------|---|
| Ketua | : Enny Retnaningtyas | Dit. IMHLP - Kemenperin |
| Sekretaris | : Miranti Rahayu | BPPI - Kemenperin |
| Anggota | : Jef Rinaldi | Dit. IMHLP - Kemenperin |
| | Andriani Z | Dit. IMHLP - Kemenperin |
| | Ericha Fatma Yuniati | Dit. IMHLP - Kemenperin |
| | A. Basrah Enie | Pusat Layanan Informasi Industri Pangan |
| | Djoko Setyono | Konsumen |
| | Deksa Presiana | BPOM |
| | Jenny Elisabeth | Wilmar Group |
| | Roch Ratri Wandasari | GAPMMI |
| | Cahyo Konstitusianto | PT. Indofood CBP Sukses Makmur |
| | Haniwar | Asosiasi Pengolahan Daging Indonesia |
| | Ning Ima Arie Wardyanie | BBIA - Kemenperin |
| | Dianawati | Dit. SPK - Kemendag |
| Anna Maria | AP5I | |

[3] Konseptor rancangan SNI

Fitri Hasanah

Balai Besar Industri Agro

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri - Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian