

Pendahuluan

Penyusunan Standar Nasional Indonesia Garam Beryodium ini merupakan revisi dan sekaligus penyederhanaan penggabungan dari SNI 01-3556-199/Rev 1994, Garam Dapur dan SNI 01-3556.2-1999. Garam Meja Dan kegiatan ini merupakan hasil kerjasama antara Dit. Kimia Anorganik Ditjen IKAH dan Pustand (Pusat Standardisasi - Depperindag) dengan Balai Industri Semarang.

Tujuan dari revisi tersebut adalah untuk :

1. Menyesuaikan SNI dengan kondisi yang ada di lapangan sehingga penerapan hukum tidak memberatkan bagi industri dan melindungi kesehatan dan keselamatan konsumen.
2. Melindungi dan meningkatkan kinerja produsen khususnya industri garam beryodium.
- 3.. Membantu menyukseskan program yodisasi garam konsumsi dalam rangka menghindari gangguan akibat kekeurangan yodium (GAKI) di Indonesia

Standar Garam konsumsi beryodium telah dibahas dalam rapat teknis pada tanggal 18 Januari 2000 dan pra konsensus pada tanggal 28 Januari 2000 yang diselenggarakan di Balai Industri Semarang yang dihadiri oleh produsen, konsumen, LSM, lembaga uji dan instansi terkait, dan dibahas pada Rapat Konsensus, yang dihadiri oleh asosiasi, produsen, konsumen, lembaga uji serta instansi terkait lainnya.

Standar ini disusun oleh Balai Industri Semarang, Departemen Perindustrian dan Perdagangan.

Daftar Isi

Pendahuluan.....

Daftar isi.....

1. Ruang lingkup.....

2. Acuan.....

3. Definisi.....

4. Syarat mutu.....

5. Pengambilan contoh.....

6. Cara uji.....

7. Syarat lulus uji.....

8. Syarat penandaan.....

9. Pengemasan.....

GARAM KONSUMSI BERYODIUM

1. Ruang Lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan, definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan dan pengemasan untuk garam konsumsi beryodium.

2. Acuan

- Kode Makanan Indonesia tahun 1979
- Australian Food Standard 2093-1997, Salt for use in the manufacture of dairy products.
- British Standart 739, Analyst of sodium chloride for industrial use-part 1 Method for sodium chloride, 1990
- Australian Food Standards Code, Th 1992

3. Definisi

Garam konsumsi beryodium adalah produk makanan yang komponen utamanya natrium klorida (NaCl) dengan penambahan kalium yodat (KIO_3).

4. Syarat Mutu

Syarat mutu garam beryodium sesuai dengan tabel sebagai berikut .

TABEL
SYARAT MUTU GARAM KONSUMSI BERYODIUM

NO	KRITERIA UJI	SATUAN	PERSYARATAN MUTU
1.	Kadar air (H_2O)	% (b/b)	Maks 7
2.	Jumlah klorida (Cl)	% (b/b) adbk	Min 94,7
3.	Yodium dihitung sebagai kalium yodat (KIO_3)	mg/kg	Min 30
4.	Cemaran logam :		
4.1	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks 10
4.2	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks 10
4.3	Raksa (Hg)	mg/kg	Maks 0,1
5.	Arsen (As)	mg/kg	Maks 0,1

5. Pengambilan Contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, petunjuk pengambilan contoh padatan.

6. Cara Uji

6.1 Persiapan contoh

Persiapan contoh sesuai SNI 01-2891-1992, cara uji makanan dan minuman, butir 4 atau revisinya.

6.2 Kadar air

Cara uji kadar air sesuai SNI 01-2891-1992, cara uji makanan dan minuman, butir 5.1 atau revisinya.

6.3 Natrium Klorida (NaCl)

6.3.1 Prinsip

Mereaksikan seluruh ion Cl yang terdapat dalam contoh dengan ion Ag^+ dari larutan AgNO_3 dengan petunjuk larutan kalium Kromat (K_2CrO_4), kemudian kadar NaCl dihitung dari jumlah Cl.

6.3.2 Peralatan.

- neraca analitik
- labu ukur
- gelas piala
- buret
- pipet
- erlemeyer

6.3.3 Pereaksi

- larutan perak nitrat, AgNO_3 0,1 N
17 gram AgNO_3 dilarutkan dalam 1000 ml air suling
- indikator kalium kromat, K_2CrO_4 5 %
5 gram K_2CrO_4 dilarutkan dalam 100 ml air suling
- Magnesium oksida (MgO) atau natrium bikarbonat (NaHCO_3)
- Asam nitrat (1:1)
- Larutkan satu bagian asam nitrat pekat kedalam satu bagian air suling

6.3.4 Cara kerja

- timbang dengan teliti 50 gr cuplikan kedalam gelas piala 400 ml, tambah 200 ml air suling dan aduk sampai larut.
- Saring larutan melalui kertas saring dan cuci dengan air suling samapi air sulingan bebas klorida
- Tampung ait saringan dan cucian kedalam labu ukur 500 ml dan encerkan sampai tanda batas.
- Pipet 2 ml larutan ke dalam erlemeyer 250 ml
- Asamkan dengan beberapa tetes asam nitrat (1:1), sampai larutan bereaksi asam terhadap indikator merah metil
- Netralkan dengan MgO atau (NaHCO_3)
- Encerkan dengan air suling samapi 100 ml
- Titar dengan larutan AgNO_3 0,1 N sampai berwarna merah bata.

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar NaCl (adbb)} = \frac{V \times N \times fp \times 58,5}{W} \times 100\%$$

$$\text{Kadar NaCl (adbk)} = \frac{\text{kadar NaCl (adbb)} \times 100}{100 - \text{kadar air}}$$

keterangan :

V adalah volume AgNO_3 yang diperlukan pada penitaran (ml)

N adalah normalitas (AgNO_3)

fp adalah pengenceran

W adalah bobot cuplikan (mg)

adbb adalah atas dasar bahan basah

adbk adalah atas dasar bahan kering

6.5 Kadar KIO_3

cemaran logam (Pb, Cu dan Hg)

6.5.1 Percobaan batas logam berat (semi kuantitatif)

6.5.1.1 Prinsip

cemaran logam berat dengan Na_2S dalam kondisi asam (pH 3-4) dapat memberikan warna, kemudian larutan contoh dibandingkan dengan larutan standar Pb (pembanding) dan warna larutan contoh tidak boleh lebih tua dari warna larutan standar (pembanding)

6.5.1.2 Peralatan

Tabung nessler

6.5.1.3 Pereaksi

a. Larutan timbal pembanding

Larutkan 159,8 mg Timbal nitrat ($PbNO_3$) dalam 10 ml Asam nitrat (HNO_3) encer, encerkan dengan air suling secukupnya, masukan kedalam labu ukur 1000 ml dan encerkan dengan air suling hingga tanda tera (tiap 1 ml mengandung 0,1 mg Pb)

b. Larutan timbal baku

Pipet 10,0 ml larutan timbal persediaan kedalam labu ukur 100 ml encerkan dengan air suling hingga tanda tera. Tiap 1 ml larutan mengandung 10 μg Pb. Larutan baku timbal harus dibuat segar. Tiap 0,1 ml larutan baku timbal yang digunakan sebagai larutan pembanding untuk larutan 1 gram bahan yang diperiksa, setara dengan 1 mg/kg bahan yang diperiksa.

c. Larutan Natrium sulfida (Na_2S)

Larutkan 5 g natrium sulfida dalam campuran 10 ml air suling dan 30 ml gliserol atau dapat dibuat sebagai berikut : larutkan 5 g Natrium hidroksida ($NaOH$) dalam campuran 30 ml air suling dan 90 ml gliserol. Jenuhkan setengah bagian volume larutan dengan gas hidrogen sulfida (H_2S) sambil didinginkan dan kemudian campurkan sisa setengah bagian larutan. Simpan dalam botol kecil bersumbat kaca yang diisi penuh terkindung dari cahaya.

d. Larutan Asam asetat (CH_3COOH) encer

Encerkan 35 ml asam asetat glasial dengan air suling hingga 100 ml, kemudian pipet 6 ml dan encerkan dengan air suling hingga 100 ml.

e. Asam nitrat (HNO_3) encer

Encerkan 10,5 ml asam nitrat dengan air hingga 100 ml.

6.5.1.4 Cara kerja

- larutkan 10 g contoh dengan ± 40 ml air suling dalam tabung Nessler 50 ml
- Dalam tabung nessler yang lain pipet 1 ml larutan baku timbal, encerkan dengan ± 40 ml air suling (larutan pembanding)
- Pada masing-masing tabung nessler tambahkan asam asetat encer atau amonia encer hingga pH 3-4 dan encerkan dengan air suling hingga 50 ml kemudian tambahkan dua tetes larutan Natrium sulfida segar, campur dan biarkan selama 5 menit.
- Letakan tabung nessler diatas dasar putih, amati dari atas, warna larutan percobaan harus tidak lebih tua dari warna larutan pembanding.

Catatan :

- apabila didalam pengujian percobaan batas logam berat menunjukkan hasil dibawah standar yang ditetapkan maka timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dinyatakan kurang dari 10 ppm (< 10 ppm)
- apabila menunjukkan hasil diatas standar yang ditetapkan, maka cara uji timbal dan tembaga harus dilakukan dengan metoda Spectrofotometer serapan atom (AAS) .
- untuk pengujian cemaran Hg, harus dilakukan dengan metoda Spectrofotometer serapan atom (AAS)

6.5.2 cara uji cemaran logam (Pb, Cu dan Hg) dengan metoda Spectrofotometer serapan atom (AAS)

6.5.2.1. cara uji cemaran logam (Pb) timbal

a. Prinsip

Analisa cemaran logam Pb dengan Spectrofotometer serapan atom berdasar pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berbeda pada tingkat tenaga dasar.

b. Peralatan

- labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml
- pipet 1 ml, 2 ml, 10 ml
- buret 10 ml dengan ketelitian 0,1 ml
- spektrofotometer serapan atom
- penangas air
- gelas piala

c. Peraksi

- HNO₃ pekat
- Air suling bebas logam
- air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan
- larutan baku timbal 1000 µg/ml
- larutan standar 0,2 µg/ml , 0,4 µg/ml, 0,6 µg/ml, 0,8 µg/ml, 1,0 µg/ml, 1,2 µg/ml

Pipet 10 ml larutan baku timbal diatas masukan ke dalam labu ukur 100 ml tepatkan sampai tanda garis dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/liter) kocok 12 kali (100/µg/ml)

Pipet 10 ml larutan baku timbal diatas masukan ke dalam labu ukur 100 ml tepatkan sampai tanda garis dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/liter) kocok 12 kali (10/µg/ml)

Tuang larutan standar 10 µg/ml yang telah tersedia kedalam mikro buret 10 ml alirkan kedalam 50 ml labu ukur masing-masing 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, dan 6 ml, tepatkan sampai tanda garis dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/ liter) kocok 12 kali (10/µg/ml)

d. Persiapan contoh

Timbang dengan teliti 10 gram cuplikan kedalam gelas piala 400 ml dengan ± 100 ml air suling. Asamkan dengan HNO₃ pekat sampai Ph < 2, masukan kedalam labu ukur 500 ml dan tepatkan dengan air suling dan kocok 12 kali. Contoh siap untuk diuji

e. Cara kerja

Periksa contoh pada alat AAS

f. Perhitungan

Kadar timbal dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar Pb (ppm)} = \frac{\mu\text{g Pb / ml dari hasil kurva standar}}{m} \times V$$

keterangan :

V adalah volume

M adalah bobot contoh dalam gram

6.5.2.2 Cara uji cemaran logam Cu (tembaga)

a. Prinsip

Analisis cemaran logam Cu dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom –atom yang berbeda pada tingkat tenaga dasar.

b. Peralatan

- labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml
- pipet 1 ml, 2 ml, 10 ml
- buret 10 ml dengan ketelitian 0,1 ml
- spektrofotometer serapan atom
- penangas air
- gelas piala

c. Pereaksi

- HNO₃ pekat
- Air suling bebas logam
- air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan
- larutan baku tembaga 1000 µg/ml
- larutan standar 0,2 µg/ml , 0,4 µg/ml, 0,6 µg/ml, 0,8 µg/ml, 1,0 µg/ml, 1,2 µg/ml

Pipet 10 ml larutan baku tembaga diatas masukan ke dalam labu ukur 100 ml tepatkan sampai tanda garis dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/liter) kocok 12 kali (100/µg/ml)

Pipet 10 ml larutan 100 ug/ml masukan ke dalam labu ukur 100 ml tepatkan sampai tanda garis dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/liter) kocok 12 kali (10/µg/ml)

Tuangkan larutan standar 10 µg/ml yang telah tersedia kedalam mikro buret 10 ml alirkan kedalam 50 ml labu ukur masing-masing 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, dan 6 ml, tepatkan sampai tanda garis dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/ liter) kocok 12 kali (10/µg/ml)

d. Pesiapan contoh

Pesiapan contoh sesuai dengan cara uji cemaran logam Pb butir 6.5.2.1 d

e. Cara kerja

Periksa contoh pada alat AAS

f. Perhitungan

Kadar tembaga dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar Cu (ppm)} = \frac{\mu\text{g Cu / ml dari hasil kurva standar}}{m} \times V$$

keterangan :

V adalah volume

M adalah bobot contoh dalam gram

6.5.2.3 Cara uji cemaran logam Hg (raksa)

a. Prinsip

Analisis cemaran logam Hg dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berbeda-beda pada tingkat tenaga dasar

b. Peralatan

- spektrofotometer serapan atom (AAS)
- labu ukur 100 ml, 1000 ml
- erlenmeyer

c. Pereaksi

- HNO₃ pekat , pa
- Larutan Kalium permanganat, KMnO₄ 5 %
Larutkan 50 gr KMnO₄ 5 % kedalam labu ukur 1 liter dengan air suling, encerkan dan impitkan sampai tanda garis
- Larutkan Kalium persulfat, K₂S₂O₈ 5%
Larutkan 50 gr K₂S₂O₈ dalam labu ukur 1 liter dengan air suling, encerkan dan impitkan sampai tanda garis
- Larutan Natrium klorida hidroksil –amin sulfat, (NH₂OH)₂H₂SO₄
Larutkan 120 gr NaCl dan 120 gr ((NH₂OH)₂H₂SO₄ dalam labu ukur 1 liter dengan air suling , encerkan dan impitkan sampai tanda garis
- Larutkan Timah klorida, SnCl₂ 10 % dalam larutan yang mengandung HCl
Larutkan 100 gr SnCl₂ dalam air suling yang mengandung 12,5 ml HCl dalam labu ukur 1 liter encerkan dan tepatkan sampai tanda garis
- Asam sulfat pekat, H₂SO₄
- Air suling bebas logam
- Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan
- Larutan baku / stok raksa 1000 mg/l
Larut 1,3540 gram HgCl₂ dalam lebih kurang 700 ml air suling tambah 1,5 ml HNO₃ pa dan encerkan sampai tepat 1 liter dengan air suling (1 ml = 1,00 mg Hg)
- Larutan standar raksa
Siapkan deret standar larutan raksa yang mengandung 0 samapi 5 ug/l
Pengenceran yang cocok dengan air suling bebas logam yang mengandung HNO₃ pekat (1,5 ml HNO₃/liter) larutan standar harus selalu segar

d. Persiapan contoh

Persiapan contoh sesuai dengan cara uji cemaran logam Pb butir 6.5.2.1d

e. Cara kerja

Periksa contoh pada alat AAS

Standarisasi

- masukan 10 ml tiap-tiap larutan standar raksa yang mengandung 1,0, 2,0 dan 50,0 ug/l dan 10 ml air suling sebagai blanko ke dalam erlenmeyer 250 ml.
- Tambahkan 5 ml H₂SO₄ pa dan 2,5 ml HNO₃ kedalam tiap tiap labu
- Tambahkan 15 ml larutan KMnO₄ kedalam tiap-tiap labu dan biarkan paling sedikit 15 menit

- Tambahkan 8 ml larutan $K_2S_2O_8$ kedalam tiap labu dan panaskan selama 2 jam dalam penangas air pada suhu $95^\circ C$
- Dinginkan pada suhu ruang dan tambahkan 6 ml larutan $(NH_2OH)_2H_2SO_4$ untuk mengurangi kelebihan permanganat
- Masukkan 5 ml larutan $SnCl_2$ kedalam tiap-tiap labu dan segera hubungkan labu dengan peralatan pemberi udara.
- Plot antara konsentrasi dengan serapan

Analisa

- masukan 10 ml contoh yang mengandung tidak lebih dari 5,0 ug/l ke dalam labu reaksi
- lakukan seperti cara kerja standarisasi

f. Perhitungan

Kadar raksa dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$Hg \text{ (ppb)} = \frac{\mu g \text{ As} / 1 \text{ dari hasil kurva standar}}{m} \times V$$

keterangan :

V adalah volume pelarutan dalam ml

M adalah bobot contoh dalam gram

6.6 Cara uji cemaran As (arsen)

6.6.1 Prinsip

contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^5 di reduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan $NaBH_4$ atau $SnCl_2$ sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan AAS pada panjang gelombang 193,7nm.

6.6.2 Pereaksi

6.6.2.1 Natrium borohidrida

Larutkan 3 gram $NaBH_4$ dan 3 gram $NaOH$ dalam 500 ml air suling

6.6.2.2 Asam klorida 8 M

Encerkan 66 ml HCl 37% hingga 100 ml dengan air suling

6.6.2.3 Timah klorida ($SnCl_2$) 10 %

timbang 50 gram $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ kedalam piala gelas 200 ml. Tambahkan 100 ml HCl 37%. Panaskan hingga lautan jernih. Diinginkan kemudian tuang kedalam labu ukur 500 ml dan impitkan dengan air suling.

6.6.2.4 Kalium iodida 20%

Timbang 20 gram KI kedalam labu ukur 100 ml. Larutkan dan tepatkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan)

6.6.2.5 Larutkan 1,3203 gram As_2O_3 kering dalam sedikit $NaOH$ 20% kemudian natralkan dengan HCl 1:3 atau HNO_3 . Masukkan kedalam labu ukur 1 liter dan impitkan dengan air suling.

6.6.2.6 Larutan standar arsen 100 mg/l

pipet 1 ml larutan standar 100mg/l kedalam labu ukur 100 ml dan impitkan dengan air suling

6.6.2.7 Larutan standar arsen 1 mg/l (1000 ppb)

pipet 1 ml larutan standar 100mg/l kedalam labu ukur 100 ml dan impitkan dengan air suling

6.6.2.8 Larutan deret standar aarsen 10,20,30,40 dan 50 ppb

Pipet 0,5, 1,0, 1,5, 2,0 dan 2,5 ml larutan standar arsen 1000 ppb kedalam labu ukur 50 ml dan masing-masing impitkan dengan air suling (larutan harus dibuat baru)

6.6.3 Peralatan

- spektrofotometer serapan atom (AAS)
- lampu arsen
- generator (HVG atau sejenisnya)
- tabung reaksi atau auto sampler

6.6.4 Persiapan contoh

Persiapan contoh sesuai dengan cara uji cemaran logam Pb butir 6.5.2.1d

6.6.5 Cara kerja

- hubungkan generator HVG atau sejenisnya pada AAS berikut kelengkapannya
- nyalakan alat
- atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat
- siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat

6.6.6 Perhitungan

Kadar arsen dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{As (ppb)} = \frac{\mu\text{g As} / 1 \text{ dari hasil kurva standar}}{m} \times V$$

keterangan :

V adalah volume pelarutan dalam ml

M adalah bobot contoh dalam gram

7. Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus syarat uji apabila memenuhi syarat mutu butir 4

8. Syarat penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan UU No 23 tahun 1992 tentang Kesehatan , UU No 7 tahun 1996 tentang pangan serta peraturan label dan periklanan yang berlaku

9. Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat tidak dipengaruhi dan tidak mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan serta sesuai peraturan perundang-undangan tentang tata cara pengemasan yang berlaku

