

SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 01-3394-1998

Minyak jagung sebagai minyak makan

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 01-3394-1998, Minyak jagung sebagai minyak makan ini merupakan revisi SNI 01-3394-1994, Minyak jagung sebagai bahan makanan.

Penyusunan Standar Nasional Indonesia ini dimaksudkan untuk :

- a) melindungi produsen;
- b) mendukung perkembangan industri agrobasis;
- c) menunjang ekspor non migas

Standar ini disusun berdasarkan hasil pembahasan rapat teknis, pra konsensus pada bulan November 1996 dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus Nasional pada bulan Maret 1997 di Departemen Perindustrian dan Perdagangan. Hadir dalam rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari produsen, konsumen, peneliti dan instansi pemerintah yang terkait.

Standar ini ditetapkan oleh Badan Standar Nasional - BSN pada tanggal 26 Mei 1998 dengan SK 102/BSN-1/HK/05/98.

Penerbitan standar ini dilakukan setelah memperhatikan semua masukan dari berbagai pihak. Kritik dan saran untuk penyempurnaan standar ini disampaikan kepada :

Badan Standardisasi Nasional
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV, Lt. 4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan
Jakarta 10270, E-mail : bsn@bsn.co.id

Daftar isi

	Halaman
Prakata	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. Acuan	1
3. Definisi	1
4. Syarat mutu	1
5. Cara pengambilan contoh	2
6. Cara uji	2
7. Cara pengemasan	10
8. Syarat penandaan	10

Minyak jagung sebagai minyak makan

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengemasan untuk minyak jagung sebagai minyak makan.

2 Acuan

- SNI 01-3191-1992, *Minyak nabati, penentuan warna*
- SNI 01-0222-1995, *Bahan tambahan makanan*
- SNI 19-0429-1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*
- SNI 01-2891-1992, *Cara uji makanan dan minuman*
- SNI 19-2896-1992, *Cara uji cemaran logam*
- SNI 01-3555-1994, *Cara uji minyak dan lemak*

3 Definisi

Minyak jagung sebagai minyak makanan adalah minyak yang diperoleh dari lembaga biji jagung (*Zea mays L*) dan telah mengalami proses pemurnian dengan atau tanpa penambahan bahan tambahan yang diizinkan.

4 Syarat mutu

Syarat mutu minyak jagung sebagai minyak makan sesuai dengan tabel 1.

Tabel 1 Spesifikasi persyaratan mutu

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	2	3	4
1	Keadaan		
1.1	Warna	-	Kuning
1.2	Bau dan rasa	-	Normal
2	Air dan kotoran, (b/b)	%	Maks. 0,20
3	Bilangan peroksida	Meg O ₂ /kg	Maks. 10
4	Asam lemak bebas (sebagai asam oleat), (b/b)	%	Maks. 0,2
5	Bilangan lod (<i>Wijs</i>)	g lod/100g	103 – 28
6	Komposisi Asam (GC)		
6.1	C 12 : 0	%	< 0,3
6.2	C 14 : 0	%	< 0,3
6.3	C 16 : 0	%	9 – 14

Tabel (lanjutan)

6.4	C 16 : 1	%	< 0,5
6.5	C 16 : 0	%	0,5 4,0
6.6	C 18 : 1	%	24 – 42
6.7	C 18 : 2	%	34 – 62
6.8	C 18 : 3	%	< 2,0
6.9	C 20 : 0	%	< 1,0
6.10	C 20 : 1	%	< 0,5
6.11	C 22 : 0	%	< 0,5
6.12	C 24 : 0	%	< 0,5
7	Bahan tambahan makanan		
7.1	Antioksidan		Sesuai SNI 01-0222-1995 dan peraturan Permenkes No. 722/Menkes/Per/IX/1998
8	Cemaran logam		
8.1	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 0,1
8.2	Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 1,5
8.3	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks. 0,1
8.4	Seng (Zn)	mg/kg	Maks. 40,0
8.5	Timah (Sn)	mg/kg	Maks. 40,0/250,0 ^{*)}
8.6	Raksa (Hg)	mg/kg	Maks. 0,05
9	Cemaran arsen (As)	mg/kg	Maks. 0,1

^{*)} Dikemas dalam kaleng

5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*.

6 Cara uji

6.1 Penyiapan contoh

Penyiapan contoh uji kimia sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak, butir 2.1*.

6.2 Keadaan

6.2.1 Warna

Cara uji warna sesuai dengan SNI 01-3191-1992, *Minyak nabati, penentuan warna*.

6.2.2 Bau dan rasa

Cara uji bau dan rasa sesuai dengan SNI 01-2891-1992, *Cara uji makanan dan minuman, butir 1.2*.

6.3 Air

Cara uji air sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak, butir 4*.

6.4 Kotoran

6.4.1 Prinsip

Penyaringan kotoran yang terdapat di dalam minyak, dan penimbangan.

6.4.2 Peralatan

6.4.2.1 Neraca analisis, kapasitas 200 g, ketelitian 0,1 mg

6.4.2.2 Cawan *gooch* (kaca masir) No. G 2.

6.4.2.3 Oven

6.4.2.4 Pompa vakun

6.4.2.5 Gelas piala, kapasitas 250 ml.

6.4.3 Pereaksi

Petroleum benzen yang memiliki titik didih 40°C – 60°C.

6.4.4 Cara kerja

6.4.4.1 Timbang contoh lebih kurang 20 g ke dalam gelas piala.

6.4.4.2 Tambahkan 75 ml larutan petroleum benzen ke dalam contoh, dan panaskan di atas penangas air hingga lemaknya larut.

6.4.4.3 Saring larutan dengan menggunakan cawan *gooch* yang sudah diketahui bobotnya sambil dibantu alat pompa vakum.

6.4.4.4 Cuci cawan *gooch* beberapa kali dengan 10 ml larutan petroleum benzen.

6.4.4.5 Keringkan cawan *gooch* beserta isinya di dalam oven pada suhu 101°C ± 1°C selama 45 menit.

6.4.4.6 Dinginkan cawan *gooch* di dalam desikator selama 20 menit, lalu ditimbang.

6.4.4.7 Ulangi pengeringan, pendinginan dan penimbangan hingga selisih bobot antara beberapa penimbangan tidak melebihi 0,0005 g.

6.4.4.8 Penentuan dilakukan dua kali pada contoh uji yang sama.

6.4.5 Perhitungan

Kadar kotoran dinyatakan sebagai persentase bobot per bobot :

$$= \frac{M_2 - M_1}{M} \times 100\%$$

Keterangan :

M adalah bobot contoh uji (g);

M_1 adalah bobot cawan *gouch* (g);

M_2 adalah bobot cawan *gouch* beserta isinya (g).

6.5 Bilangan peroksida

Cara uji bilangan peroksida sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak, butir 5.*

6.6 Asam lemak bebas

Cara uji asam lemak bebas sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak, butir 8.*

6.7 Bilangan iod

Cara uji bilangan iod sesuai dengan SNI 01-3555-1998, *Cara uji minyak dan lemak, butir 6.*

6.8 Komposisi asam lemak

6.8.1 Prinsip

Asam-asam lemak yang sudah terbebas dari trigliseridanya dapat dipisahkan dengan penggaraman sehingga lebih mudah larut dalam air.

Garam dari asam lemak yang terpisah kemudian dilepaskan kembali menjadi asam dengan pengasaman. Asam-asam lemak yang terlepas kemudian dimurnikan dan dipisahkan melalui kromatografi gas.

6.8.2 Pereaksi

6.8.2.1 Larutan kalium hidroksida, KOH 10 N

Timbang sebanyak 5,61 g kalium hidroksida, larutkan dalam 5 ml air suling, aduk sampai larut sambil didinginkan, setelah dingin tambahkan air suling dan himpitkan sampai tanda garis pada labu ukur 10 ml.

6.8.2.2 Campuran larutan etanol-dietil eter (3:1 v/v).

6.8.2.3 Larutan petroleum eter (30-60°C).

6.8.2.4 Larutan asam klorida 1,5 N.

Pipet 2,65 ml asam klorida pekat, larutkan sampai 20 ml dengan air suling.

6.8.2.5 Heptana, untuk khromatografi

6.8.2.6 Metanol yang mengandung kurang dari 0,5% (m/m) air

6.8.2.7 Natrium sulfat anhidrat

6.8.2.8 Larutan KOH dalam metanol 1 N.

Larutkan 5,6 g KOH dalam 100 ml metanol.

6.8.3 Peralatan

6.8.3.1 Kromatografi yang dilengkapi dengan integrator :

Detector	: <i>Frame Ionization Detector (FID)</i>
Kolom	: Gelas, ukuran 4,1 m x 3,2 mm (<i>ID</i>) Kolom kapiler
Isi kolom	: 20% <i>DEGS</i> pada <i>chromosorb</i> , <i>WAW 60/80 mesh</i> atau setara, temperatur maksimum 225°C.
Gas pembawa	: Nitrogen
Suhu awal kolom	: 100°C
Suhu akhir kolom	: 180°C
Suhu injeksi	: 210°C
Suhu detector	: 210°C
Ukuran	: 5 ìl

6.8.3.2 Alat-alat gelas

Labu lemak, corong pemisah, labu ukur, Erlenmeyer, refluks, pengaduk magnet, Erlenmeyer bermulut sempit.

6.8.3.3 Penangas air

6.8.3.4 *Vaccum rotary evaporator*

6.8.3.5 Neraca analitik

6.8.3.6 Tabung dalam (*inlet tube*) untuk mengalirkan gas nitrogen

6.8.4 Cara kerja

6.8.4.1 Penyabunan lipid dan pembebasan asam lemak

6.8.4.1.1 Penyabunan

- Timbang kira-kira 1 gram contoh masukan ke dalam Erlenmeyer.
- Tambahkan 50 ml campuran larutan etanol : dietil eter (3:1) v/v) dan 0,5 ml KOH 10 N
- Letakkan labu pada penangas air yang mendidih selama 2 jam dengan pendingin tegak (jika perlu tambahkan lagi etanol agar volumenya tetap).
- Dinginkan dan tambahkan ±30 ml air untuk menghasilkan larutan sabun yang mengandung 50% etanol-air.
- Tambahkan 75 ml petroleum eter (30-60)°C dalam corong pemisah sambil dikocok dengan kuat dan biarkan semalaman, atau sampai larutan tersebut jernih dan memisahkan bagian atas terdiri dari petroleum eter dan sterol-sterol (kolesterol) dan bagian bawah adalah air-alkohol dengan garam-garam kalium dari asam lemak.
- Pindahkan fase petroleum eter yang mengandung sterol untuk ditetapkan dengan gas kromatografi atau secara kolorimetri.
- Cuci bagian bawah dengan petroleum eter sebanyak 3 kali kemudian pisahkan untuk analisa asam lemak.

6.8.4.1.2 Pembebasan asam lemak

- Bagian bawah yang telah dipisahkan tadi, tambahkan 10 ml HCl 1,5 dan 75 ml petroleum eter. Lalu kocok dan biarkan sampai larutan tersebut jernih dan memisah.

- b) Fase bagian atas adalah petroleum eter yang mengandung asam lemak. Fase bagian bawah dicuci dengan petroleum eter sebanyak 3 kali, kemudian pisahkan.
- c) Ke dalam petroleum yang mengandung asam lemak tambahkan ± 30 ml air sebagai pencuci, lalu kocok, kemudian fase air yang terdapat di bagian bawah dibuang.
- d) Petroleum eter dikeringkan.

6.8.4.2 Metilasi

6.8.4.2.1 Metilasi dengan BF₃

- a) Tambahkan BF₃-metanol ke dalam asam lemak (100/200 mg asam lemak dapat dimetilasi dengan 3 ml pereaksi).
- b) Didihkan pada penangas air yang berisi air mendidih selama 2 menit. Pindahkan campuran ini ke dalam corong pemisah dan tambahkan ± 30 ml petroleum eter dan 20 ml air, lalu kocok, lapisan bagian bawah dibuang.
- c) Uapkan petroleum eter pada suhu di bawah 40°C dan asam lemak yang terbentuk diencerkan sampai 1 ml dengan petroleum eter. Lalu diinjeksikan ke alat kromatografi gas.

6.8.4.2.2 Metilasi tanpa BF₃

- a) Timbang kira-kira 4 g lemak ke dalam labu dasar bulat atau erlenmeyer. Jika minyak atau asam lemak tersebut termasuk asam lemak yang mengandung lebih dari 2 ikatan rangkap, disarankan untuk mengeluarkan udara dari metanol dan labu tersebut beberapa menit.
- b) Tambahkan 40 ml metanol, 0,5 ml larutan KOH dan batu didih.
- c) Kencangkan kondensor reflux, aduk dan didihkan larutan harus menjadi jernih. Reaksi umumnya selesai setelah 5 menit -10 menit.
- d) Dinginkan Erlenmeyer dengan air yang mengalir dan pindahkan isinya ke dalam corong pemisah.
- e) Bilas Erlenmeyer dengan 20 ml heptana, kemudian pindahkan ke dalam corong pemisah.
- f) Tambahkan air kira-kira 40 ml, kocok dan biarkan memisah. Senyawa ester akan berada pada lapisan paling atas heptana, pisahkan.
- g) Ekstrak lagi lapisan yang mengandung air dengan 20 ml heptana.
- h) Gabung kedua ekstrak dan cuci dengan 25 ml air. Pisahkan dan keringkan larutan ester dengan natrium sulfat anhidrat.
- i) Saring melalui benang wol ke dalam Erlenmeyer bermulut sempit dan uapkan larutan sehingga menjadi 70 ml, di atas penangas air sambil dialiri gas nitrogen. Lalu diinjeksikan ke alat kromatografi gas.

6.8.5 Perhitungan

Hitung konsentrasi tiap komponen sebagai presentasi berat dari metil ester dengan menentukan presentasi yang diwakili oleh tiap area di bawah masing-masing puncak (*peak*) dengan rumus berikut :

$$\% \text{ asam lemak} = \frac{Li}{\sum OL} \times 100$$

Keterangan

Li adalah area di bawah puncak komponen I;

ÓL adalah area di bawah semua puncak.

Hasil ditulis dengan satu desimal

6.9 Antioksidan**6.9.1 Prinsip**

Penentuan kandungan antioksidan-antioksidan dengan cara pemisahan masing-masing komponen dengan menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dan membandingkannya dengan standar.

6.9.2 Peralatan

6.9.2.1 *Gradient Liquid Chromatograph*, yang dilengkapi dengan *recorder* pencatat 10-mv, pipa *loop* injeksi untuk 20 ìl contoh dan alat pengukur *detector* pada 280 nm.

6.9.2.2 Kolom *HPLC*, *stainless*, panjang 250 ml, 4,6 mm i.d., dikemas dalam *lichrosorb* 10 ìm RP-18 (E. Mark, Darmstadt, Germany) atau yang setara. Gunakan "guard column" jika diperlukan 7 jenis antioksidan harus didapat pada pemisahan kromatogram.

6.9.2.3 Galas piala pyrex[™] 50 ml dan 150 ml

6.9.2.4 Corong pemisah (separator) 125 ml dan 250 ml

6.9.2.5 Labu ukur, 50 ml dan 100 ml

6.9.2.6 Labu dasar bulat (labu didih) 250 ml **6.9.2.7** Gelas ukur bertutup, 10 ml

6.9.3 Pereaksi

6.9.3.1 Pelarut, didestilasikan dalam gelas, Asetonitril *HPLC* grade, 2-propanol dan heksana.

6.9.3.2 *HPLC* mobile phase, pelarut *HPLC* grade atau yang setara :

- a) Aquabides, ditambah 5% asam asetat.
- b) Asetonitril, ditambah 5% asam asetat.

6.9.3.3 Standar Antioksidan : BHA (campuran dari 2 dan 3 isomer), BHT, TBHQ, Lonox-100, THBP dan PG (diperoleh dari *polyscience Corp., Niles, IL.USA*) ; (*NDGA Food chemicals codex Reference Standard*) atau yang setara.

6.9.3.4 Larutan standar : Dinginkan semua larutan antioksidan direfrigerator dan terhindar cahaya.

Siapkan semua larutan dengan 2-propanol + asetonitril (1:1)

- a) Larutan stok (1 mg/ml). Dengan teliti timbang dan pindahkan masing-masing 50 mg antioksidan ke dalam labu ukur 50 ml, larutkan, encerkan sampai tanda garis dan kocok.
- b) Larutan standar (0,01 mg/ml = 1 µg/ml). Pipet 1 ml larutan stok/cadangan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda garis dan kocok.

6.9.3.5 Pelarut untuk ekstraksi. Jenuhkan heksana dan asetonitril dengan mengocok selama 2 menit dan pisahkan. Gunakan pelarut jenuh ini untuk ekstraksi berikut, kecuali ada tujuan khusus.

6.9.4 Cara kerja

6.9.4.1 Ekstraksi minyak

- a) Timbang dengan teliti 20 mg minyak ke dalam gelas piala 50 ml dan secara kuantitatif pindahkan ke labu ukur 100 ml, bilas gelas piala dengan heksana. Encerkan sampai tanda garis dengan heksana dan campurkan.
- b) Pipet 25 ml 'aliquot' ke dalam corong pemisah 125 ml dan ekstrak dengan 3 porsi @ 50 ml asetonitril. Jika terbentuk emulsi, hilangkan emulsi tersebut dengan membiarkan corong pemisah tersebut di atas air hangat selama 5 detik - 10 detik. Kumpulkan ekstrak dalam corong pemisah 250 ml dan biarkan ekstrak mengalir perlahan ke dalam labu didih 250 ml untuk mempermudah pemisahan titik-titik minyak dari heksana.

CATATAN - Pada saat ini ekstrak asetonitril 150 ml dapat disimpan semalaman dalam keadaan dingin refrigerator.

- c) Uapkan ekstrak asetonitril sampai 3-4 ml dengan menggunakan labu penguap dengan penangas air pada suhu tidak lebih dari 40°C. Penguapan harus sudah selesai selama kurang dari 10 menit.

CATATAN - Kehilangan TBHQ dapat terjadi pada penguapan terlalu lama. Gunakan sistim vakum yang efisien dan pendinginan dengan air es untuk mengurangi waktu penguapan.

- d) Gunakan pipet sekali pakai, pindahkan campuran asetonitril dan minyak ke dalam gelas ukur 10 ml.
Bilas wadah dengan sedikit asetonitril tidak jenuh dan pindahkan bekas bilasan ke dalam gelas ukur tersebut menggunakan pipet sampai terkumpul 5 ml.
Bilas pipet dan teruskan membilas wadah (*flaks*) tersebut ke dalam gelas ukur sampai tepatnya terkumpul 10 ml. Campurkan semua isi gelas ukur tersebut.

CATATAN - Hindari penundaan analisis setelah penyiapan contoh karena kehilangan TBHQ dapat terjadi.

6.9.4.2 Ekstraksi lemak atau shortening

- a) Timbang dengan teliti 10 g lemak atau *shortening* ke dalam labu ukur 150 ml. Larutkan contoh dengan menambahkan kira-kira 30 ml heksana, panaskan perlahan jika perlu. Encerkan sampai tanda garis dan kocok. Pipet 25 ml "aliquot" ke dalam corong pemisah 125 ml.
- c) Lanjutkan ekstraksi seperti cara kerja 1 (b)

6.9.4.3 Kromatografi

- a) Siapkan alat kromatografi cair kinerja tinggi pada :
 - kondisi operasional khusus, *sensitive detector*, 0,05 AUFS; waktu konstan, 0; suhu \pm kamar, kecepatan alir : 2 ml/menit.
Gunakan *linier gradient*, dari 30 % (b) dalam (a) sampai 100% (b) selama 10 menit, kemudian selama 4 menit dipertahankan pada 100% (b) pada kecepatan alir 2 ml/menit.
 - Gunakan *linier gradient* dari 30% (b) dalam (a) sampai 100% (b) selama 10 menit, kemudian selama 4 menit dipertahankan pada 100% (b) pada kecepatan alir 2 ml/menit.
 - Khusus untuk contoh, naikkan kecepatan alir sampai 6 ml/menit pada 100% larutan (b) selama 5 menit, atau sampai lipid nonpolar (*eluted*).
 - Untuk contoh dan standar, kembalikan pada kondisi 30% (b) selama 1 menit pada 2 ml/menit, dan biarkan *base line*, tekanan dan komposisi *phase mobile* stabil, memerlukan sekitar 10 menit.
 - Jalankan *blank gradient* (tanpa injeksi).
 - Harus tidak ada *peak* yang rancu (*interfering*), jika *peak* yang kecil tidak dapat dihilangkan, semua tinggi *peak* lain harus dikoreksi.
- b) Injeksi 20 mikroliter larutan contoh yang sudah disiapkan.
- c) Injeksi 20 mikroliter larutan standar.
- d) Identifikasi *peak* dengan membandingkannya dengan waktu retensi standar.

CATATAN - Oktil gallat (diperoleh dan *pfaltz and Sauer, Inc., stamford, CTUSA*), jika ada dapat "coelute" dengan *lonox-100*, tetapi dapat dipisahkan dengan "H₂O methanol gradient" sebagai berikut : 30% (c) (metanol dengan 5% asam asetat) dalam (a) (H₂O dengan 5% asam asetat) sampai 100% (c) selama 10 menit. Jika kedua *lonox-100* dan oktil gallat ada, dapat dilakukan perhitungan yang tepat.

- e) Lakukan determinasi larutan dengan larutan blanko, ganti heksana-minyak dengan 25 ml heksana. Teruskan ekstraksi seperti pada cara kerja 1(b). Injeksikan 20 mikroliter larutan blanko, dan program pelarut seperti dijelaskan. *Peak* yang rancu (*interfering*) dengan determinasi antioksidan dan lain tidak boleh ada. Gunakan kromatografi blanko sebagai acuan, tentukan tinggi rata-rata *peak* dari contoh antioksidan dari 2 (duplo) injeksi dan rata-rata tinggi *peak* dari antioksidan dari dua kali (duplo) injeksi sebelum dan sesudah contoh.

6.9.5 Perhitungan

Hitung konsentrasi antioksidan sebagai berikut :

$$\text{Antioksidan, mg/kg (ppm)} = \frac{R \times C_s}{R' \times W_x} \times D$$

Keterangan :

R dan *R'* adalah tinggi *peak* contoh dan standard;
C_s adalah konsentrasi standar dalam µg/ml;
W_x adalah berat contoh dalam g/ml 10 ml dalam ekstrak akhir;
D adalah faktor pengenceran, jika larutan yang diinjeksi diencerkan.

CATATAN - Untuk antioksidan lain ditetapkan dengan metode lain yang standar.

6.10 Cemarkan logam

Cara uji cemarkan logam sesuai dengan SNI 19-2896-1992, *Cara uji cemarkan logam*.

6.11 Cemarkan arsen

Cara uji cemarkan arsen sesuai dengan SNI 19-2896-1992, *Cara uji cemarkan logam, butir 6*.

7 Cara pengemasan

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

8 Syarat penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan Undang-undang RI No. 23 tahun 1992 tentang Kesehatan serta peraturan tentang label dan periklanan yang berlaku.