

LABORATORIUM
BALAI RISET DAN STANDARDISASI
INDUSTRI PALEMBANG

INSTRUKSI KERJA

Nomor : IK-LAB-5.4.1.11H
Revisi/ Edisi : 0/7
Tanggal Terbit : 01 April 2019
Halaman : 1 dari 5

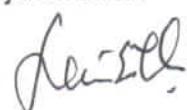
CARA UJI CEMARAN LOGAM ARSEN (As) PADA MINYAK GORENG SAWIT

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

CARA UJI CEMARAN LOGAM ARSEN (As) PADA MINYAK GORENG SAWIT

A. Prinsip

Contoh di destruksi dengan aam 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 Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) pada panjang gelombang maksimal 193,7 nm.

B. Peralatan

1. Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hydrogen (HVG) terkalibrasi
- 2.
3. Tanur terkalibrasi dengan ketelitian $1^{\circ}C$
4. Microwave digester
5. Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1mg
6. Pemanas listrik
7. Burner atau Bunsen
8. Labu kjeldahl 250ml
9. Labu berbahan borosilikat berdasar bulat 50ml
10. Labu ukur 50ml, 100ml 500ml, 1000ml, terkalibrasi
11. Gelas ukur 25ml terkalibrasi
12. Pipet volumetric 25ml terkalibrasi
13. Pipet ukur berskala 0,05ml atau mikro buret terkalibrasi
14. Cawan porselin 50ml
15. Gelas piala 200ml

C. Pereaksi

1. Asam nitrat, HNO_3 pekat
2. Asam sulfat, H_2SO_4 pekat
3. Asam perklorat, $HClO_4$ pekat
4. Ammonium oksalat, $(NH_4)C_2O_4$ jenuh
5. Hydrogen peroksida, H_2O_2 pekat
6. Larutan natrium borohidrida, $NaBH_4$ 4%

Larutkan 3 g $NaBH_4$ dan 3 g $NaOH$ dengan air suling sampai tanda garis kedalam labu ukur 500ml.

CARA UJI CEMARAN LOGAM ARSEN (As) PADA MINYAK GORENG SAWIT

7. Larutan asam klorida, HCl 8 M

Larutkan 66ml HCl pekat ke dalam labu ukur 100ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

8. Larutan timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10%.

Timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kedalam gela piala 200ml dan tambahkan 100ml HCl 37%. Panaaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan kdalam labu ukur 500ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

9. Larutan kalium iodide, KI 20%.

Timbang 20 g KI kedalam labu ukur 100ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).

10. Larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 75mg/ml.

Larutkan 3,75 g MgO dengan 30ml H_2O secara hati-hati, tambahkan 10ml HNO_3 , dinginkan dan encerkan hingga 50ml dengan air suling.

11. Larutan baku 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As

Larutkan 31,3320 3g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1 (1 baagian asam : 1 bagian air). Masukkan kedalam labu ukur 1000ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis

12. Larutan beku 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As

Pipet 10ml larutan baku As 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ kedalam labu ukur 100ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As.

13. Larutan beku 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As

Pipet 1ml larutan baku As 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ kedalam labu ukur 100ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As.

14. Larutan baku kerja As

Pipet masing-masing 1.0ml, 2.0ml, 3.0ml, 4.0ml, 5.0ml, laarutan baku 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As kedalam labu ukur 100ml terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,01 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 0,02 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 0,03 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 0,04 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 0,05 $\mu\text{g}/\text{ml}$ As

D. Prosedur Kerja

1. Pengabun Basah

CARA UJI CEMARAN LOGAM ARSEN (As) PADA MINYAK GORENG SAWIT

- a. Timbang 5 g sampai dengan 10 g contoh (W) kdaalam labu kjeldahl 250ml, tambahkan 5ml sampai dengan 10ml HNO_3 pekat dan 4ml sampai dengan 8ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati,
 - b. Setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO_3 pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman.,
 - c. Tambahkan 2ml HClO_4 70% sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan HClO_4 , tambahkan lagi sedikit HNO_3 pekat)
 - d. Dinginkn, tambahkan 15ml H_2O dan 5ml $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ jenuh,
 - e. Paanaaskan hiingga timbul uap SO_3 dileher labu,
 - f. Dinginkn, pindahkan secara kuantitatif kedalam labu ukur 50ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V),
 - g. Pipet 25ml larutan diatas dan tambahkan 2ml HCl 8M, 0,1ml KI 20% kemudian kocok dan biarkan minimal 2 menit,
 - h. Siapkan larutan blanko dengan penambahan peraksi dan perlakuan yang sama seperti contoh,
 - i. Tambahkan larutan perduksi (NaBH_4) kedalam 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 maksimal 193,7nm,
 - k. Buat kurvakalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y,
 - l. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C)
 - m. Lakukan penggerjaan duplo, dam
 - n. Hitung kandungan As dalam contoh
2. **Destruksi menggunakan microwave digester atau destruksi sisstem tertutup**
 - a. Timbang 1 g contoh (W) kedalam tabung destruksi dan tambahkan 5ml HNO_3 , 1ml H_2O_2 kemudian tutup rapat,
 - b. Masukkan kedalam microwave digester dan kerjakan sesuai petunjuk pemakaian alat,
 - c. Setelah dingin, pindahkan larutan destruksi kedaalam labu ukur 25ml secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V),

CARA UJI CEMARAN LOGAM ARSEN (As) PADA MINYAK GORENG SAWIT

- d. Pipet 10ml larutan destruksi kedalam labu borosilikat berdasar bulat 50ml, tambahkan 1 ml larutan $Mg(NO_3)_2$, uapkan diatas pemanas listrik hingga kering dan arangkan. Abukan dalam tanur dengan suhu $450^{\circ}C$ (± 1 jam),
- e. Dinginkan, larutkan dengan 2,0ml HCl 8M, 0,1ml KI 20% dan biarkan minimal 2 menit. Tuangkan larutan tersebut kedalam 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 $\mu g/ml$, 0,02 $\mu g/ml$, 0,03 $\mu g/ml$, 0,04 $\mu g/ml$, 0,05 $\mu g/ml$, serta blanko kedalam enam tabung contoh lainnya. Nyalakan burner atau Bunsen serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh.
- h. Baca nilai absorbaans tertinggi larutan baku kerja As ($\mu g/ml$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y,
- i. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C)
- j. Lakukan penggerjaan duplo,
- k. Hitung kandungan As dalam contoh

E. Perhitungan

$$\text{Kandungan cemaran Arsen (As)(mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan :

- C adalah konsentrasi cemaran As dari kurva kalibrasi, dinyakan dalam microgram per milliliter ($\mu g/ml$)
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam milliliter (ml)
- W adalah bobot contoh, dinyaatakan dalam gram (g)
- fp adalah factor pengenceran

F. Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 16% dari nilai rata-rata hasil kandungan arsen (As). Jika kisaran lebih besar dari 16%, maka uji harus diulang kembali

G. Dokumen Acuan

SNI 7709:2012

H. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian.