

LABORATORIUM
BALAI RISET DAN STANDARDISASI
INDUSTRI PALEMBANG

INSTRUKSI KERJA

Nomor : IK-LAB-5.4.1.23F
Revisi/ Edisi : 0/7
Tanggal Terbit : 04 Januari 2021
Halaman : 1 dari 6

CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA MINYAK GORENG SAWIT

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.23F Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 04 Januari 2021 Halaman : 2 dari 6
CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA MINYAK GORENG SAWIT		

A. Prinsip

Reaksi antara senyawa merkuri dengan NaBH_4 atau SnCl_2 dalam keadaan asam akan membentuk gas atomic Hg. Jumlah Hg yang terbentuk sebanding dengan absorben Hg yang dibaca menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) tanpa nyala pada panjang gelombang maksimal 253,7 nm sesuai dengan BS-EN 13805. *Foodstuffs-Determination of Trace Elements-Pressure digestion dan AOAC Official Method 971.21, Mercury in Foods, Flameless Atomic Absorption Spectrophotometric Method, Final action.*

B. Peralatan

1. Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang dilengkapi lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG).
2. Microwave digester.
3. Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg.
4. Pemanas listrik.
5. Pendingin terbuat dari borosilikat, diameter 12 mm sampai dengan 18 mm, tinggi 400 mm diisi dengan cincin rasching setinggi 100 mm, dan dilapisi dengan batu digo berdiameter 4 mm diatas cincin setinggi 20 mm.
6. Tabung destruksi.
7. Labu destruksi 250 mL berdasar gulat.
8. Labu ukur 1000 mL, 500 mL, 100 mL, dan 50 mL terkalibrasi.
9. Gelas ukur 25 mL terkalibrasi.
10. Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi, dan
11. Gelas piala 500 mL

C. Pereaksi

Pengabuan Basah

1. Larutan asam sulfat, H_2SO_4 9 M
2. Larutan asam nitrat, HNO_3 7 M
3. Campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1)
4. Hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat
5. Larutan natrium molibdat, $\text{NaMoO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2%
6. Larutan pereduksi

<p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p>	<p>INSTRUKSI KERJA</p>	<p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.23F Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 04 Januari 2021 Halaman : 3 dari 6</p>
<p>CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA MINYAK GORENG SAWIT</p>		

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 hidroksilamin sulfat, dan 25 g $SnCl_2$. Pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

7. Larutan natrium borohidrida, $NaBH_4$

Larutkan 3 g serbuk $NaBH_4$ dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 mL.

8. 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.

9. Batu didih.

Pengabuan dengan *microwave digester*

1. Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65 %, Bj 1,4)

2. Larutan asam nitrat, HNO_3 encer

Encerkan asam nitrat (a) dengan air dalam proporsi (1 + 9) bagian berdasarkan volume

3. Hidrogen peroksida, H_2O_2 , (30 %, Bj 1,11)

Larutan Baku

Lakukan pembuatan larutan baku dan larutan baku kerja sesuai dengan cara berikut ini atau lakukan pembuatan sesuai keperluan

a. Larutan baku 1.000 $\mu g/mL$ 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

b. Larutan baku 10 $\mu g/mL$ Hg

pipet 10 mL larutan baku 1.000 $\mu g/mL$ 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 $\mu g/mL$

c. Larutan baku 0,1 $\mu g/mL$ Hg

pipet 1 mL larutan baku 10 $\mu g/mL$ 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 $\mu g/mL$.

<p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p>	<p>INSTRUKSI KERJA</p>	<p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.23F Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 04 Januari 2021 Halaman : 4 dari 6</p>
<p>CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA MINYAK GORENG SAWIT</p>		

d. Larutan baku kerja Hg

Pipet masing-masing 0,1mL; 0,25 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 0,1 µg/mL ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,0001 µg/mL; 0,00025 µg/mL; 0,0005 µg/mL; 0,001 µg/mL; 0,002 µg/mL dan 0,005 µg/mL Hg

D. Prosedur Kerja

1) Pengabuan basah

- Timbang 5 g contoh (W) dengan tlti kedalam labu dekstruksi dan tambahkan 25ml H_2SO_4 9M, 20ml HNO_3 7M, 1ml larutan natrium molibdat 2%, dan 5 butir sampai dengan 6 butir batu didih.
- hubungkan labu dekstruksi dengan pendingin dan panaskan diatas pemanas listrik selama 1jam. Hentikan pemanasan dan biarkan selama 15 menit.
- Tambahkan 20ml campuran $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (1:1) melalui pendingin
- Hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbul uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10menit dan dinginkan.
- Tambahkan 10ml air suling melalui pendingin dengan hati hati sambil labu digoyang-goyangkan.
- Didihkan lagi selama 10menit
- Matikan pemanas dan cuci penddingin dengan 15ml air suling sebanyak 3 kali kemudian dinginkan sampai suhu ruang
- Pindahkan larutan destruksi contoh kedalam labu ukur 100ml secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V)
- Pipet 25ml larutan diatas kedalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis
- Siapkan larutan blanko dengan menambahkan pereaksi dan perlakukan yang sama seperti contoh.
- Tambahkan larutan pereduksi kedalam larutan baku kerja Hg, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG
- Baja absorban larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm

<p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p>	<p>INSTRUKSI KERJA</p>	<p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.23F Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 04 Januari 2021 Halaman : 5 dari 6</p>
<p>CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA MINYAK GORENG SAWIT</p>		

- m. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbas sebagai sumbu Y
- n. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C)
- o. Lakukan pengerjaan duplo
- p. Hitung kandungan Hg dalam contoh.

2) Destruksi Menggunakan microwave digester atau destruksi system tertutup.

- a. Timbang 200 mg sampai contoh ke dalam tabung destruksi (atau sesuai rekomendasi alat)
- b. tambah 3 mL HNO_3 . Volume asam yang diperlukan untuk destruksi tergantung pada sifat contoh. Biasanya 3 mL HNO_3 cukup untuk destruksi contoh
- c. tambah 0,5 mL sampai 1 mL hidrogen peroksida untuk mencegah *adhesi* contoh ke dinding vessel
- d. destruksi contoh pada suhu paling rendah 180°C waktu destruksi contoh paling sedikit 20 menit setelah tercapainya suhu; Untuk semua langkah dari proses destruksi, ikuti ketentuan sesuai rekomendasi alat dan keselamatan dari produsen produsen
- e. destruksi contoh pada suhu paling rendah 180°C waktu destruksi contoh paling sedikit 20 menit setelah tercapainya suhu; Untuk semua langkah dari proses destruksi, ikuti ketentuan sesuai rekomendasi alat dan keselamatan dari produsen produsen
- f. Setelah vessel dingin, buka dalam ruang asam, sampai tidak ada asap coklat yang terlihat
- g. Larutan hasil destruksi harus jernih dan volumenya kira-kira sama dengan larutan sebelum destruksi. Penurunan volume dapat disebabkan oleh penutupan vessel yang kurang rapat. Ulangi destruksi untuk kasus seperti ini

CATATAN: Larutan hasil destruksi berwarna kuning disebabkan oleh zat organik yang tidak terdestruksi secara sempurna. Hal ini bisa terjadi karena contoh yang didestruksi terlalu besar dan

atau suhu destruksi terlalu rendah. Suhu destruksi melebihi 200°C biasanya tidak menghasilkan larutan hasil destruksi berwarna kuning. Larutan hasil destruksi berwarna biru adalah hasil dari nitrogen oksida terlarut. Setelah pengenceran dengan air, warna biru menghilang.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.23F Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 04 Januari 2021 Halaman : 6 dari 6
CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA MINYAK GORENG SAWIT		

- h. pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 50 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V)
- i. siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh
- j. tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG
- k. baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm
- l. buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y
- m. plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C)
- n. lakukan pengerjaan duplo
- o. hitung kadar Hg dalam contoh

E. Perhitungan

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

Keterangan :

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per milliliter ($\mu\text{g/ml}$)
- V adalah larutan akhir, dinyatakan dalam milliliter (ml)
- W dalah contoh, dinyatakan dalam gram (g)
- Fp adalah factor pengenceran

F. Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 16% dari nilai rata rata hasil kandungan merkuri (Hg).
Jika kisaran lebih besar dari 16%, maka uji haru diulang kembali.

G. Dokumen Acuan

SNI 7709:2019

H. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian.