

LABORATORIUM
BALAI RISET DAN STANDARDISASI
INDUSTRI PALEMBANG

INSTRUKSI KERJA

Nomor : IK-LAB-5.4.1.8I
Revisi/ Edisi : 0/7
Tanggal Terbit : 01 April 2019
Halaman : 1 dari 5

CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA KOPI INSTAN

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA KOPI INSTAN

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.

B. Peralatan

1. Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang dilengkapi lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG).
2. Microwafe 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

1. Larutan asam sulfat 9 M.
2. Larutan asam nitrat 7 M.
3. Campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1).
4. Hydrogen peroksida pekat.
5. Larutan natrium molibdat (NaMoO_4) . 7 H_2O 2%.
6. Larutan pereduksi

Campurkan 50 mL H_2SO_4 dengan 300 mL air suling dalam gelas piala 500 mL dan dinginkan sampai suhu ruang kemudian tambahkan 15 g NaCl , 15 g hidrosilamin sulfat, dan 25 g SnCl_2 .

CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA KOPI INSTAN

Pindahkan kedalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

7. Larutan natrium borohidrida (NaBH₄)

Larutkan 3 g serbuk NaBH₄ dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500mL

8. Larutan pengencer

Masukkan 300 mL sampai dengan 500 mL air suling kedalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan 58 mL HNO₃ kemudian tambahkan 67 mL H₂SO₄. Encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok. Larutan baku 1000 µg / mL Hg

Larutkan 0,1354 g HgCl₂ dengan kira – kira 25 mL air suling dalam gelas piala 250 mL dan masukkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

9. Larutan baku µg / mL Hg

Pipet 1 mL larutan baku 1000 µg / mL kedalam labu ukur 1000 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku ke dua ini memiliki konsentrasi 1 µg / mL.

10. Larutan baku kerja Hg dan pipet masing – masing 0,25 mL, 0,5 mL, 1 mL, dan 2 mL larutan baku 1 µg / mL kedalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsntrasi 0,0025 µg / mL, 0,005 µg / mL, 0,01 µg / mL, 0,02 µg / mL Hg.

11. Batu didih

D. Prosedur Kerja

1. Pengabuan basah

- a. Timbang 5g contoh (W) dengan tliti kedalam labu dekstruksi dan tambahkan 25ml H₂SO₄ 9M, 20ml HNO₃ 7M, 1ml larutan natrium molibdat 2%, dan 5 btir sampai dengan 6 butir batu didih.
- b. hubungkan labu dekstruksi dengan pendingin dan panaskan diatas pemanas listrik selama 1jam. Hentikan pemanasan dan biarkan selama 15 menit.
- c. Tambahkan 20ml campuran HNO₃:HClO₄ (1:1) melalui pendingin
- d. Hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbul uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10menit dan dinginkan.

CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA KOPI INSTAN

- e. Tambahkan 10ml air suling melalui pendingin dengan hati hati sambil labu digoyang-goyangkan.
 - f. Didiikan lagi selama 10menit
 - g. Matikan pemanas dan cuci penddingin dengan 15ml air suling sebanyak 3 kali kemudian dinginkan sampai suhu ruang
 - h. Pindahkan larutan destruksi contoh kedalam labu ukur 100ml secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V)
 - i. Pipet 25ml larutan diatas kedalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis
 - j. Siapkan larutan blanko dengan menambahkan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh.
 - k. Tambahkan larutan pereduksi kedalam larutan baku kerja Hg, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG
 - l. Baja absorban 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 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) sebagai sumbu X dan absorbas sebagai sumbu Y
 - n. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C)
 - o. Lakukan penggerjaan duplo
 - p. Hitung kandungan Hg dalam contoh.
2. **Destruksi Menggunakan microwave digester atau destruksi system tertutup.**
- a. Timbang 1g contoh (W) kedalam tabung destruksi dan tambahkan 5ml HNO₃, 1ml H₂O₂ kemudian tutup rapat
 - b. Masukkan kedalam microwave digester dan kerjakan sesuai dengan penunjuk pemakaian alat.
 - c. Pindahka larutan destruksi contoh kedalam labu ukur 50ml 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 kedalam larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG

CARA UJI CEMARAN LOGAM RAKSA (Hg) PADA KOPI INSTAN

- f. Baca absorben larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7nm
- g. Buatkurva 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 penggerjaan duplo, dan
- j. Hitung kandungan Hg dalam contoh.

E. Perhitungan

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

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 adalah contoh, dinyatakan dalam gram (g)
- f_p adalah faktor pengenceran

A. 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.

B. Dokumen Acuan

ICS 67.120.10

C. Dokumen Terkait

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian.