

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5J Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 5
CARA UJI PENETAPAN KADAR ARSEN (As) PADA BISKUIT		

Disetujui oleh :  Kepala Seksi SS	Diajukan oleh :  Penyelia
--	--

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5J Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 5
CARA UJI PENETAPAN KADAR ARSEN (As) PADA BISKUIT		

A. Prinsip

Contoh di destruksi dengan larutan asam menjadi larutan arsen. Larutan As⁵⁺ di reduksi dengan KI menjadi As³⁺ dan direaksikan dengan NaBH₄ atau SnCl₂ sehingga terbentuk AsH₃ yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

B. Peralatan

1. Spektrofotometer asaerapan atom yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida (“HVG”).
2. Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg.
3. Labu Kjeldahl 250 ml
4. Labu ukur 50 ml, 100 ml, 500 ml, dan 1000 ml terkalibrasi.
5. Pemanas listrik.
6. Pipet volumetric 25 ml terkalibrasi.
7. Cawan porselae kapasitas 50 ml.
8. Gelas ukur 25 ml terkailbrasi.
9. Tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1 °C.
10. Pipet ukur berskala 0,05 ml atau mikro buret terkalibrasi dan.
11. Labu borosiklat berdasar bulat 50 ml.

C. Pereaksi

1. Asam nitrat, HNO₃ pekat.
2. Asam pekrolat, HClO₄ pekat.
3. Natrium boronhidrida, NaBH₄. Larutkan 3 g NaBH₄ dan 3 g NaOH dengan air sulig sampai tanda garis dalam labu ukur 500 ml.
4. Asam klorida, HCl 8 M. larutkan 66 ML HCl 37% ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sulung sampai tanda garis.
5. Timah (II) klorida, SnCl₂. 2 H₂O 10% , Timbang 50 g SnCl₂. 2 H₂O ke dalam piala gelas 200 ml dan tambahkan 100 ml HCl 37%. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukr 500 ml dan encerkan dengan air sulung sampai tanda garis.
6. Kalium iodide, KI 20%, timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sulung sampai tanda garisa (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).

CARA UJI PENETAPAN KADAR ARSEN (As) PADA BISKUIT

7. Larutan $Mg(NO_3)_2$ 75 mg/ml. larutan 3,75 g MgO dengan 30 ml H_2O secara hati-hati, tambahkan 10 ml HNO_3 , dinginkan dan encerkan hingga 50 ml dengan air suling.
8. Larutan baku 1000 $\mu g/ml$ As. Larutkan 1,320 3 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1: 1 (1 bagian asam: 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan dengan air sulig sampai tanda garis.
9. Larutan baku 100 $\mu g/ml$ As. Pipet 10 ml larutan baku arsen 1000 $\mu g/ml$ ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
10. Larutan baku 1 $\mu g/ml$ As. dan pipet 1 ml larutan standar arsen 100 mg/ml ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 $\mu g/ml$ As.
11. Larutan baku kerja As. pipet masing-masing 1,0 ml. 2,0 ml. 3,0 ml. 4,0 ml dan 5,0 ml larutan baku 1 $\mu g/ml$ As ke dalam labu ukur 100 ml terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,01 $\mu g/ml$. 0,02 $\mu g/ml$. 0,03 $\mu g/ml$. 0,04 $\mu g/ml$. dan 0,05 $\mu g/ml$ As.

D. Cara Kerja

D.1 Pengabuan basah

1. Timbang 5 g sampai 10 g (W) Ke dalam labu Kjedhal 250 ml, tambahkan 5 ml sampai 10 ml HNO_3 pekat dan 4 ml sampai 8 ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati.
2. Setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO_3 pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman.
3. Tambahkan 2 ml $HClO_4$ 70% sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih dan berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan asam pekrolat, tambahkan lagi sedikit HNO_3 pekat).
4. Dinginkan, tambahkan 15 ml H_2O dan 5 ml ammonium oksalat jenuh.
5. Panaska sehingga timbul uap SO_3 di leher labu.
6. Dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
7. Pipet 25 ml larutan di atas dsn tambahkan 2 ml HCl 8 Mm. 0,1 ml KI 20% kemudian kocok dan biarkan minimal 2 menit.
8. Siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh.

CARA UJI PENETAPAN KADAR ARSEN (As) PADA BISKUIT

9. Tambahkan larutan pereduksi (NaBH_4) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh dan larutan blanko pada alat "HVG".
10. baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm.
11. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y.
12. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi.
13. Lakukan penggerjaan duplo. dan
14. Hitung kandungan As dalam contoh.

D.2 Destruksi menggunakan microwave atau destruksi system tertutup

1. Timbang 1 g contoh (W) Ke dalam Itabung destruksi dan tambahkan 5 ml HNO_3 , 1 ml H_2SO_4 kemudian tutup rapat.
2. Masukkan dalam oven microwave dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat.
3. Setelah dingin , pindahkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 25 ml secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis
4. Pipet 10 ml larutan destruksi (C) ke dalam labu borosiklar berdasar bulat 50 ml, tambahkan 1 ml larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, uapkan di atas penangas listrik hingga kering dan arangakan . abukan dengan tanur dengan suhu 450°C (± 1 jam).
5. Dinginkan, larutkan dengan 2,0 ml HCl 8 , 0,1 ml KI 20% dan biarkan minimal 2 menit tuangkan larutan tersebut ke dalam tabung contoh pada alat.
6. Siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat.
7. Tuangkan larutan baku kerja As 0,01 $\mu\text{g/ml}$. 0,02 $\mu\text{g/ml}$. 0,03 $\mu\text{g/ml}$. 0,04 $\mu\text{g/ml}$. 0,05 $\mu\text{g/ml}$ serta blanko ke dalam 6 tabung contoh lainnya. Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh.
8. baca nilai absorbans tertinggi larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko sebagai koreksi.
9. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi As ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y.
10. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi.
11. Lakukan penggerjaan duplo. dan

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5J Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 5
CARA UJI PENETAPAN KADAR ARSEN (As) PADA BISKUIT		

12. Hitung kandungan As dalam contoh.

E. Perhitungan

$$\text{Kandungan arsen (mg/kg)} = \frac{c}{w} \times V \times fp$$

Keterangan :

- C adalah konsentrasi logan dari kedua kalibrasi , dinyatakan dalam ($\mu\text{g/ml}$).
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam milliliter (ml).
- W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).
- Fp adalah factor pengenceran.

F. Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16%. Jika RSD lebih besar dari 16%, maka analisis harun di ulang kembali.

G. Dokumen Acuan

SNI 2973: 2011

H. Dokumen terkait

F- LAB- 5. 4. 1. 0. 2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian