

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 5
CARA UJI KADAR CEMARAN LOGAM CADMIUM (Cd) DAN TIMBAL (Pb) PADA BISKUIT		

Disetujui oleh :



Kepala Seksi SS

Diajukan oleh :



Penyelia

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 5
CARA UJI KADAR CEMARAN LOGAM CADMIUM (Cd) DAN TIMBAL (Pb) PADA BISKUIT		

A. Prinsip

Destruksi contoh dengan cara penggabungan kering pada 550°C yang dilanjutkan dengan pelarutan dalam larutan asam. Logam yang terlarut dihitung menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimum 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb.

B. Peralatan

1. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) beserta kelengkapannya (lampu katoda Cd dan Pb) terkalibrasi (sebaiknya menggunakan SSA tungku grafit).
2. Tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1 °C.
3. Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg.
4. Penangas listrik.
5. Pipet ukur berskala 0,05 ml atau mikro buret terkalibrasi.
6. Labu ukur 50 ml, 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi.
7. Gelas piala 250 ml.
8. Cawan porselin/ platina/ kwarsa dengan kapasitas 50 ml,- 100 ml. dan
9. Kertas saring tidak berabu dengan spesifikasi particle retention liquid sebesar 20- 25 µm.

C. Pereaksi

1. Larutan asam nitrat, HNO₃ pekat (65%, Bj 1,4).
2. Larutan asam klorida, HCl pekat (37%, Bj 1,19)
3. Larutan asam nitrat, HNO₃ 0,1 N. encerkan 7 ml HNO₃ 65% dengan air suling dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan sampai tanda garis.
4. Larutan asam klorida, HCl 6 N. encerkan 500 ml HCl 37 % dengan air suling dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan sampai tanda garis.
5. Larutan baku 1000 µg/ml Cd. larutkan 1,000 g Cd dengan 7 ml HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Alternative lain, bisa digunakan larutan baku Cd 1000 µg/ml Cd.

CARA UJI KADAR CEMARAN LOGAM CADMIUM (Cd) DAN TIMBAL (Pb) PADA BISKUIT

6. Larutan baku 100 µg/ml Cd. pipet 10 ml larutan baku 1000 ml µg/ml Cd ke dalam labu ukur 100 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 µg/ml Cd.
7. Larutan baku kerja Cd. pipet ke dalam labu ukur 100 ml masing-masing sebanyak 0 ml. 0,1 ml. 0,2 ml. 0,3 ml. 0,4 ml. 0,5 ml dan 0,6 ml larutan baku 100 µg/ml kemudian tambahkan 5 ml larutan HNO₃ 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/ml. 0,1 µg/ml. 0,2 µg/ml. 0,3 µg/ml. 0,4 µg/ml. 0,5 µg/ml dan 0,6 µg/ml Cd.
8. Larutan baku kerja 1000 µg/ml Pb. larutkan 1,000 g Pb dengan 7 ml HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.. alternative lain, bisa digunakan larutan baku Pb 1000 µg/ml siap pakai.
9. Larutan baku 50 µg/ml Pb. dan Pipet 5,0 ml larutan baku 1000 µg/ml Pb dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi Pb 50 µg/ml.
10. Larutan baku kerja Pb. pipet ke dalam labu ukur 100 ml masing-masing sebanyak 0 ml. 0,2 ml. 0,5 ml. 1,0 ml. 2 ml. 3 ml dan 4 ml larutan baku µg/ml kemudian tambahkan 5 ml larutan HNO₃ 1N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/ml. 0,1 µg/ml. 0,25 µg/ml. 0,5 µg/ml. 1,0 µg/ml. 1,5 µg/ml. dan 2,0 µg/ml Pb.

D. Cara kerja

1. Timbang 10 g sampai dengan 20 g contoh (W) dengan teliti dalam cawan porselen/ platina/ kuarsa.
2. Tempatkan cawan berisi contoh uji di atas penangas listrik dan panaskan secara bertahap sampai contoh uji tidak berasap lagi.
3. Lanjutkan pengabuan dalam tanur (550 ± 5) °C sampai abu berwarna putih, bebas dari karbon.
4. Apabila abu belum bebas dari karbon yang ditandai dengan warna keabu-abuan, basahkan dengan beberapa tetes air dan tambahkan tetes demi tetes HNO₃ pekat kira-kira 1 ml sampai sengang 3 ml.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 5
CARA UJI KADAR CEMARAN LOGAM CADMIUM (Cd) DAN TIMBAL (Pb) PADA BISKUIT		

5. Keringkan cawan di atas penangas listrik dan masukkan kembali ke dalam tanur pada suhu 450 °C kemudian lanjutkan pemanasan sampai abu berwarna putih. Penambahan HNO₃ pekat dapat diulangi apabila abu masih berwarna keabu-abuan.
6. Larutkan abu berwarna putih dalam 5 ml HCN 6 N, sambil dipanaskan di atas penangas listrik atau penangas air sampai kerig, kemudian larutkan dengan HNO₃ 0,1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml kemudian tepatkan hingga tanda garis dengan (V), Jika perlu saring larutan menggunakan kertas saring tidak berabu dengan spesifikasi particle retention liquid sebesar 20- 25 µm, ke dalam wadah polypropylene.
7. Siapkan larutan blanko dengan penambahan perekasi dan perlakuan yang sama seperti contoh.
8. Baca absorbans dan larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum sekitar 283 nm.
9. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/ml) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y.
10. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C).
11. Hitung kandungan logam dalam contoh.

E.Perhitungan

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

Keterangan :

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi , dinyatakan dalam (µg/ml).
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam milliliter (ml).
- W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

F.Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16%. Jika RSD lebih besar dari 16%, maka analisis harus diulang.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 5
CARA UJI KADAR CEMARAN LOGAM CADMIUM (Cd) DAN TIMBAL (Pb) PADA BISKUIT		

G. Dokumen Acuan

SNI 2973: 2011

H. Dokumen Terkait

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