

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.8G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 5
<b>CARA UJI CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) DAN CADMIUM (Cd) PADA KOPI INSTAN</b>		

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

<b>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</b>	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.8G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 5
<b>CARA UJI CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) DAN CADMIUM (Cd) PADA KOPI INSTAN</b>		

#### A. Prinsip

Destruksi contoh dengan cara pengabuan kering pada suhu 450 °C yang dilanjutkan dengan pelarutan dalam larutan asam. Logam yang terlarut dihitung menggunakan alat spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb.

#### B. Peralatan

1. Spektrofotometer serapan atom (SSA) beserta kelengkапannya ( 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. Pemanas listrik.
5. Penangas air
6. Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi.
7. Labu ukur 1000 mL, 100 mL, dan 50 mL terkalibrasi.
8. Gelas ukur 10 mL terkalibrasi.
9. Gelas piala 250 mL.
10. Botol polipropilene
11. Cawan porselen/platina/kuarsa 50 mL sampai dengan 100 mL dan
12. Kertas saring tidak berbau dengan spesifikasi particle retention liquid 20 µm sampai dengan 25 µm.

#### C. Pereaksi

1. Asam nitrat ( HNO<sub>3</sub> ) pekat
2. Asam klorida ( HCl ) pekat
3. Larutan asam nitrat 0,1 N  
Encerkan 7 mL HNO<sub>3</sub> pekat dengan aquabides dalam labu ukur 1000 mL sampai tanda garis.
4. Larutan asam klorida 6 N  
Encerkan 500 mL HCl pekat dengan aquabides dalam labu ukur 1000 mL sampai tanda garis.
5. Larutan baku 1000 µg / mL Cd.

<b>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</b>	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.8G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 5
<b>CARA UJI CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) DAN CADMIUM (Cd) PADA KOPI INSTAN</b>		

Larutkan 1000 gr Cd dengan 7 mL HNO<sub>3</sub> pekat dalam gelas piala 250 mL dan masukkan kedalam labu ukur 1000 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis, atau bisa digunakan larutan baku Cd 1000 µg / mL siap pakai.

6. Larutan baku 200 µg / mL Cd.

Pipet 10 mL larutan baku 1000 µg / mL Cd kedalam labu ukur 50 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 200 µg / mL .

7. Larutan baku 20 µg / mL Cd

Pipet 10 mL larutan baku 200 µg / mL Cd kedalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku ke tiga ini memiliki konsentrasi 20 µg / mL Cd.

8. Larutan baku kerja Cd

Pipet kedalam labu ukur 100 mL masing – masing sebanyak 0 mL, 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL 7 mL, 9 mL larutan baku 20 µg / mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO<sub>3</sub> 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian kocok.

Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg / mL, 0,1 µg / mL, 0,2 µg / mL, 0,4 µg / mL, 0,8 µg / mL, 1,4 µg / mL, dan 1,8 µg / mL Cd.

9. Larutan baku 1000 µg / mL Pb

Larutan 1000 g Pb dengan 7 mL HNO<sub>3</sub> pekat dalam gelas piala 250 mL dan masukkan kedalam labu ukur 1000 mL kemudian encerkan dengan aquabides sampai dengan tanda garis, atau bisa digunakan larutan baku Pb 1000 µg / mL siap pakai.

10. Larutan baku 50 µg / mL Pb dan pipet 5,0 mL larutan baku 1000 µg / mL Pb kedalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku ke dua ini memiliki konsentrasi Pb 50 µg / mL.

11. Larutan baku kerja Pb

Pipet kedalam labu ukur 100 mL masing – masing sebanyak 0 mL, 0,2 mL, 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, larutan baku 50 µg / mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO<sub>3</sub> 1 N atau HCl 6 N dan encerkan dengan aquabides 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.

<b>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</b>	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.8G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 5
<b>CARA UJI CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) DAN CADMIUM (Cd) PADA KOPI INSTAN</b>		

#### D. Prosedur Kerja

1. Timbang 10 gr sampai dengan 20 gr contoh ( W ) dengan teliti dalam cawan porselen / platina / kuarsa.
2. Tempatkan cawan berisi contoh uji diatas pemanas listrik dan panaskan secara bertahap sampai contoh uji tidak berasap lagi.
3. Lanjutkan pengabuan dalam tanur (  $450 \pm 5$  )  $^{\circ}\text{C}$  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 HNO<sub>3</sub> pekat kira – kira 0,5 mL sampai dengan 3 mL.
5. Keringkan cawan diatas pemanas listrik dan masukkan kembali kedalam tanur pada suhu (  $450 + 5$  )  $^{\circ}\text{C}$  kemudian lanjutkan pemanasan sampai abu menjadi putih. Penambahan HNO<sub>3</sub> pekat dapat diulangi apabila abu masih berwarna keabu – abuan.
6. Larutan abu berwarna putih dalam 5 mL HCN 6 N, sambil dipanaskan diatas pemanas listrik atau penangas air sampai kering,kemudian larutkan dengan 30 mL HNO<sub>3</sub> 0,1 N dan masukkan kedalam labu ukur 50 mL kemudian tepatkan hingga tanda garis dengan air suling (V) , jika perlu saring larutan menggunakan kertas saring kedalam botol polypropylene.
7. Siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh.
8. Baca absorban larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimal sekitar 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb.
9. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (  $\mu\text{g} / \text{mL}$  ) sebagai sumbu X dan absorban sebagai sumbu Y.
10. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi ( C ) dan
11. Hitung kandungan logam dalam contoh.

#### E. Perhitungan

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

<b>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</b>	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.8G Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 5
<b>CARA UJI CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) DAN CADMIUM (Cd) PADA KOPI INSTAN</b>		

**Keterangan :**

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam microgram per milliliter (  $\mu\text{g} / \text{mL}$  )
- V adalah volume larutan akhir dinyatakan dalam milliliter ( mL ) dan
- m adalah bobot contoh dinyatakan dalam gram ( g )

**F. Ketelitian**

Kisaran hasil dua kali ulangan RSD ( relative standard deviation ) maksimal 16% . Jika RSD lebih besar dari 16% , maka analisis harus di ulang kembali.

**G. Dokumen Acuan**

ICS 67.120.10

**H. Dokumen Terkait**

F-LAB-5.4.1.0.2 Rekaman Mutu Hasil Pengujian.