



<p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p>	<p><b>INSTRUKSI KERJA</b></p>	<p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.5H Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 4</p>
<p><b>CARA UJI PENETAPAN KADAR TIMAH (Sn) PADA BISKUIT</b></p>		

<p>Disetujui oleh :</p>  <p>Kepala Seksi SS</p>	<p>Diajukan oleh :</p>  <p>Penyelia</p>
--	--

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	<b>INSTRUKSI KERJA</b>	Nomor : IK-LAB-5.4.1.5H Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 4
<b>CARA UJI PENETAPAN KADAR TIMAH (Sn) PADA BISKUIT</b>		

### A. Prinsip

Contoh didekstruksi dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HCl}$  kemudian tambahkan  $\text{KCl}$  untuk mengurangi gangguan. Sn dibaca menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi  $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ .

### B. Peralatan

1. Spektrofotometer serapan atom beserta kelengkapannya (lampu katoda Sn ), terkalibrasi.
2. Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg.
3. Erlenmeyer 250 ml, terkalibrasi.
4. Penangas listrik.
5. Tanur terkalibrasi dengan ketelitian  $1^\circ\text{C}$ .
6. Pipet ukur berskala 0,1 ml, kapasitas 5 ml dan 10 ml, terkalibrasi.
7. Labu ukur 50 ml 100 ml dan 1000 ml, terkalibrasi.
8. Gelas ukur kapasitas 50 ml terkalibrasi.
9. Gelas piala 250 ml.
10. Penangas air.

### C. Pereaksi

1. Larutan kalium klorida, 10 mg/ml  $\text{KCl}$ . larutkan 1,91 g  $\text{KCl}$  dengan air menjadi 100 ml.
2. Asam nitrat pekat,  $\text{HNO}_3$  pekat.
3. Asam klorida,  $\text{HCl}$  pekat.
4. Larutan baku 1000 mg/L Sn. dan larutkan 1,000 g Sn dengan 200 ml  $\text{HCl}$  pekat dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 200 ml air suling, dinginkan pada suhu ruang dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
5. Larutan baku kerja Sn. Pipet 10 ml  $\text{HCl}$  pekat dan 1,0 ml larutan  $\text{KCl}$  ke dalam masing-masing labu ukur 100 ml. tambahkan masing- masing 0 ml. 0,5 ml. 1,0 ml. 1,5 ml. 2,0 ml. dan 2,5 ml larutan baku 1000 mg/L Sn dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0  $\mu\text{g/ml}$ . 15  $\mu\text{g/ml}$ . 15  $\mu\text{g/ml}$ . 20  $\mu\text{g/ml}$ . dan 25  $\mu\text{g/ml}$  Sn.

<p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p>	<p><b>INSTRUKSI KERJA</b></p>	<p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.5H Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 4</p>
<p><b>CARA UJI PENETAPAN KADAR TIMAH (Sn) PADA BISKUIT</b></p>		

#### D. Cara kerja

1. Timbang 10 g sampai dengan 20 g contoh (W) dengan teliti ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 30 ml HNO<sub>3</sub> pekat dan biarkan 15 menit.
2. Panaskan perlahan selama 15 menit di dalam lemari asam, hindari terjadinya percikan yang berlebihan.
3. Lanjutkan pemanasan sehingga sisa volume 3 ml sampai dengan 6 ml atau sampai contoh mulai kering pada bagian bawahnya, hindari terbentuknya arang.
4. Angkat Erlenmeyer dari penangas listrik, tambahkan 25 ml HCl pekat, dan panaskan sampai selama 15 menit sampai letupan dari uap Cl<sub>2</sub> berhenti.
5. Tingkatkan pemanasan dan didihkan sehingga sisa volume 10 ml sampai dengan 15 ml.
6. Tambahkan 40 ml air suling, aduk, dan tuangkan ke dalam labu ukur 100 ml, bilas erlenmeyer tersebut dengan 10 ml air suling.
7. Tambahkan 1,0 ml KCl, dinginkan pada suhu ruang, tara dengan air suling dan saring.
8. Siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh.
9. Baca absorbansi larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi N<sub>2</sub>O-C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>.
10. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/ml) sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y.
11. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi.
12. Lakukan pengerjaan duplo.
13. Hitung kandungan Sn dalam contoh.

#### E. Perhitungan

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

##### Keterangan :

- C adalah konsentrasi Sn dari kurva kalibrasi (µg/ml):
- V adalah volume larutan akhir, (ml).
- W adalah bobot contoh, (g).

#### F. Ketelitian

<p>LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG</p>	<p><b>INSTRUKSI KERJA</b></p>	<p>Nomor : IK-LAB-5.4.1.5H Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 4</p>
<p><b>CARA UJI PENETAPAN KADAR TIMAH (Sn) PADA BISKUIT</b></p>		

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

#### **G. Dokumen Acuan**

SNI 2973: 2011

#### **H. Dokumen Terkait**

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