

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

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

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

A. Prinsip

Contoh didestruksi dengan HNO_3 dan HCl kemudian tambahkan 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 (lampa 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°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 KCl. larutkan 1,91 g KCl dengan air menjadi 100 ml.
2. Asam nitrat pekat, HNO_3 pekat.
3. Asam klorida, HCl pekat.
4. Larutan baku 1000 mg/L Sn. dan larutkan 1,000 g Sn dengan 200 ml 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 HCl pekat dan 1,0 ml larutan 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 $\mu\text{g}/\text{ml}$. 15 $\mu\text{g}/\text{ml}$. 15 $\mu\text{g}/\text{ml}$. 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$. dan 25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ Sn.

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

D. Cara kerja

1. Timbang 10 g sampai dengan 20 g contoh (W) dengan teliti ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 30 ml HNO₃ pekat dan biarkan 15 menit.
2. Panaskan perlahanselama 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 Cl₂ berhenti.
5. Tingkatkan pemanasan dan dihidangkan sehingga sisa volume 10 mlsampai 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, tera dengan air suling dan saring.
8. Siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuannyaf sama seperti contoh.
9. Baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi N₂O-C₂H₂ .
10. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (μg/ml) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y.
11. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi.
12. Lakukan penggerjaan 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

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

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