

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LABORATORIUM PANGAN DAN BAHAN BERBAHAYA	No. Dokumen : IKLP-03-36/BBPOM BDG/14
	Terbitan / Revisi : 1 / 3
	Tanggal Terbit : 2 Januari 2020
PENETAPAN KADAR LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM	Halaman : 1 dari 6
	Setuju : Tim Mutu
	Diterbitkan

ASLI

1. TUJUAN

Instruksi kerja ini bertujuan untuk melakukan uji penetapan kadar logam dalam makanan secara Spektrofotometri Serapan Atom.

2. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi acuan, pembuatan larutan baku, penyiapan contoh, cara pengujian dan perhitungan.

3. PUSTAKA

- SNI 01-2896-1998
- Prosedur Uji Alat Microwave Digestion

4. PERALATAN

- Cawan porselen dengan kapasitas 50 atau 100 mL
- Pipet volume 10 mL, terkalibrasi
- Buret 10 mL
- Penangas air
- Tanur, terkalibrasi
- Spektrofotometer Serapan Atom beserta kelengkapannya.
- Labu ukur 100 mL, terkalibrasi

5. PEREAKSI

Larutan HNO_3 0,1 N :

Encerkan 7 mL HNO_3 pa sampai 1000 mL dengan air suling bebas logam.

Disiapkan oleh :  <u>Siti Aminah, S.Si, Apt</u>	Diverifikasi/Disahkan oleh :  <u>Leni Maryati, S.Si, Apt.</u>
--	---

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LABORATORIUM PANGAN DAN BAHAN BERBAHAYA	No. Dokumen : IKLP-03-36/BBPOM BDG/14
	Terbitan / Revisi : 1 / 3
	Tanggal Terbit : 2 Januari 2020
PENETAPAN KADAR LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM	Halaman : 2 dari 6
	Setuju : Tim Mutu
	Diterbitkan

ASLI

6. PROSEDUR

PEMBUATAN LARUTAN BAKU

a. Larutan Baku Pb

Dibuat larutan baku antara Pb 100 mg/L dari larutan standar Pb 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Pb dengan rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 10 ug/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

b. Larutan baku Cd

Dibuat larutan baku antara Cd 10 mg/L dari larutan standar Cd 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Cd dengan rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 1 ug/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

c. Larutan baku Sn

Dibuat deretan larutan baku Sn dengan rentang konsentrasi 10 sampai dengan 100 mg/L dari larutan standar Sn 1000 mg/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

d. Larutan baku Zn

Dibuat larutan baku antara Zn 10 mg/L dari larutan standar Zn 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Zn dengan rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 2 mg/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

e. Larutan baku Fe

Dibuat larutan baku antara Fe 100 mg/L dari larutan standar Fe 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Fe dengan rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 12 mg/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

f. Larutan baku Cu

Dibuat larutan baku antara Cu 10 mg/L dari larutan standar Cu 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Cu dengan rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 3 mg/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LABORATORIUM PANGAN DAN BAHAN BERBAHAYA	No. Dokumen : IKLP-03-36/BBPOM BDG/14
	Terbitan / Revisi : 1 / 3
	Tanggal Terbit : 2 Januari 2020
PENETAPAN KADAR LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM	Halaman : 3 dari 6
	Setuju : Tim Mutu
	Diterbitkan

ASLI

g. Larutan baku Mn

Dibuat larutan baku antara Mn 100 mg/L dari larutan standar Mn 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Mn dengan rentang konsentrasi 1,0 sampai dengan 10 ug/L dalam pelarut HNO₃ 0,1 N.

PENYIAPAN CONTOH UJI

I. Destruksi Cara Kering

- Timbang ± 10 g contoh dan masukan ke dalam cawan porselen atau gelas piala Pyrex 100 mL. Tambahkan dengan menggunakan pipet 10,0 mL larutan magnesium nitrat dalam etanol, aduk dengan batang pengaduk. Angkat batang pengaduk dan bilasi dengan etanol 95%.
- Uapkan etanol diatas penangas air sambil diaduk sekali-sekali, kemudian panaskan diatas penangas listrik.
- Pindahkan cawan porselen ke dalam tanur dengan suhu 200°C dan secara bertahap naikan suhu sampai 450 - 500°C selama 2 jam dan abukan hingga terbentuk abu sempurna pada suhu 450-500°C (untuk logam Pb suhu tanur maksimal 450°C).
- Angkat cawan porselen dari tanur dan biarkan dingin diatas asbes. Apabila masih terdapat sisa karbon, setelah dingin tambahkan 1 mL air dan 2 mL HNO₃ p.a, kemudian keringkan diatas penangas air. Panaskan kembali pada suhu 450 - 500°C selama 1 jam. Ulangi perlakuan ini sampai diperoleh abu yang berwarna putih (abu sempurna).
- Tambahkan 10 mL larutan HCL 10 N ke dalam abu melalui dinding cawan porselen dan panaskan diatas penangas air sampai abu larut (hingga terbentuk seperti bubur).
- Pindahkan larutan secara kuantitatif kedalam labu ukur 100 mL, kemudian impitkan labu dengan air suling bebas logam sampai tanda. Saring dengan kertas saring Whatman 540.
- Kerjakan blanko dengan menggunakan pereaksi yang sama.
- Bacalah absorpsi larutan standar, blanko dan contoh dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang sesuai parameter logam yang diuji.

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LABORATORIUM PANGAN DAN BAHAN BERBAHAYA PENETAPAN KADAR LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM	No. Dokumen : IKLP-03-36/BBPOM BDG/14
	Terbitan / Revisi : 1 / 3
	Tanggal Terbit : 2 Januari 2020
	Halaman : 4 dari 6
	Setuju : Tim Mutu
	Diterbitkan

ASLI

- Buat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu X sebagai konsentrasi (dalam ppm).
- Hitung kandungan logam dalam contoh.

II. Destruksi Cara Basah

- Destruksi basah dilakukan dengan menggunakan alat microwave digestion sesuai instruksi kerja alat IKAP-47/BBPOM BDG/14
- Timbang sejumlah sampel sesuai tabel dibawah ini :

No	Jenis Sampel	Gram Yang Ditimbang (g)
1	Whey (Powder)	0,25
2	Wheat (Gluten)	0,25
3	Tea Leaves	0,25
4	Sugar	0,25
5	Soda (Diet)	1
6	Peanut Butter	0,25
7	Olive Oil	0,25
8	Milk Powder	0,25
9	Fruit Concentrate (Liquid)	1
10	Fish Tissue (Wet,Tuna)	1
11	Fish Oil (Cod Liver Oil)	0,25
12	Coffee	0,25
13	Citrus Leaves	0,25
14	Cheese (Mozarella)	0,25
15	Cereal (Grape Nuts)	0,5
16	Beef Tallow (Dried)	0,25
17	Banana Leaves	0,25
18	Bacon (Dried)	0,5

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LABORATORIUM PANGAN DAN BAHAN BERBAHAYA PENETAPAN KADAR LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM	No. Dokumen : IKLP-03-36/BBPOM BDG/14
	Terbitan / Revisi : 1 / 3
	Tanggal Terbit : 2 Januari 2020
	Halaman : 5 dari 6
	Setuju : Tim Mutu Diterbitkan

ASLI

7. Perhitungan

Kandungan logam dalam contoh dihitung menggunakan rumus berikut :

$$\text{Kandungan logam (ug/g)} = \frac{\text{ug logam/mL dari kurva kalibrasi} \times V}{m}$$

Keterangan :

V = Volume pelarutan, dalam mL

m = bobot contoh, dalam gram

8. REKAMAN DATA

Form LCP K-19

9. RIWAYAT PERUBAHAN

Terbit/Revisi	Perubahan	Tanggal Efektif
1/1	Poin 8 : REKAMAN Mengganti LCP Form K-39 menjadi K-19	21 Agustus 2015
2/1	Poin 6 : PROSEDUR a..Larutan Baku Pb Mengganti konsentrasi : 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0 dan 12 mg/L menjadi rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 20 mg/L. b. Larutan Baku Cd Mengganti konsentrasi : 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 dan 1,2 mg/L menjadi rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 2 mg/L. c. Larutan Baku Sn Mengganti konsentrasi : 10, 20, 40, 60, 80 dan 100 mg/L menjadi rentang konsentrasi 10 sampai dengan 100 mg/L. d. Larutan Baku Zn Mengganti konsentrasi : 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 dan 1,2 mg/L menjadi rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 2 mg/L. e. Larutan Baku Fe Mengganti konsentrasi : 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 mg/L menjadi rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 12 mg/L.	24 Agustus 2017

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LABORATORIUM PANGAN DAN BAHAN BERBAHAYA	No. Dokumen : IKLP-03-36/BBPOM BDG/14
	Terbitan / Revisi : 1 / 3
	Tanggal Terbit : 2 Januari 2020
PENETAPAN KADAR LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM	Halaman : 6 dari 6
	Setuju : Tim Mutu
	Diterbitkan

ASLI

Terbit/Revisi	Perubahan	Tanggal Efektif
2/1	f. Larutan Baku Cu Mengganti konsentrasi : 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 dan 1,2 mg/L menjadi 0,1 sampai dengan 3 mg/L.	
3/1	Poin 6 : PROSEDUR a..Larutan Baku Pb Mengganti rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 20 mg/L menjadi rentang konsentrasi 1,0 sampai dengan 10 ug/L. b. Larutan Baku Cd Mengganti rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 2 mg/L menjadi rentang konsentrasi 0,1 sampai dengan 1 ug/L. Menambahkan : a. Larutan Baku Mn Dibuat larutan baku antara Mn 100 mg/L dari larutan standar Mn 1000 mg/L. Kemudian dari larutan baku antara tersebut dibuat deretan larutan baku Mn dengan rentang konsentrasi 1,0 sampai dengan 10 ug/L dalam pelarut HNO ₃ 0,1 N.	2 Januari 2020