

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Alat-alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ; corong pemisah 250 mL, labu takar 100 mL dan 500 mL, gelas kimia 250 mL, gelas ukur 10 mL dan 25 mL, botol semprot, corong gelas, spuit, botol gelas, neraca model mettler AT 200, pH meter model 420 A dibuat oleh Orion Taiwan, dan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) model Perkin Elmer 3110.

#### 3.2. Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan yaitu ; larutan standar timbal nitrat ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ) 1000 ppm, asam nitrat pekat p.a., akuades, akuabides, kristal amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC) p.a., metil isobutil keton (MIBK) p.a., dan sampel darah polisi lalu lintas yang telah ditambah dengan etilen diamin tetra asetat (EDTA).

#### 3.3. Sampel

Yang menjadi sampel adalah anggota polisi lalu lintas pria yang bertugas operasional di jalan Pemuda, Simpang lima dan Jalan Letjen. Suprpto, dan sebagai kelompok kontrol anggota Polri yang bekerja di kantor yang dianggap tak berpolusi gas buangan kendaraan bermotor.

Sampel maupun kelompok kontrol memenuhi syarat-syarat sebagai berikut :

- Sehat secara fisik
- Selama dua minggu terakhir tidak mengalami sakit
- Bertugas di bagian operasional Polisi lalu lintas (Polantas) minimal satu tahun dan kelompok kontrol minimal satu tahun juga.

Pengambilan sampel darah vena sebanyak 5 mL pada siku tangan.

Pada setiap satu mL darah ditambahkan 1 mg EDTA.

### **3.4. Cara Kerja**

#### **3.4.1. Pembuatan Larutan Stok**

- Pembuatan larutan 0,1 M  $\text{HNO}_3$ .  
Mengambil sebanyak 2,25 mL asam nitrat pekat p.a. dilarutkan dengan akuades di dalam labu ukur 500 mL sampai tanda batas.
- Pembuatan larutan Amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC) 4%  
Menimbang sebanyak 4 gram APDC p.a. dilarutkan dengan akuades di dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.

#### **3.4.2. Pembuatan Larutan Standar timbal nitrat**

Dari larutan stok timbal nitrat 1000 ppm dibuat seri larutan standar berkonsentrasi 0,1 ppm, 1ppm dan 5 ppm dengan cara mengambil 10 mL larutan stok timbal nitrat 1000 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan sampai tanda batas dengan akuades, larutan ini adalah larutan

timbang nitrat 100 ppm. Dari larutan timbal nitrat 100 ppm ini dibuat satu seri larutan standar sebagai berikut :

- Membuat larutan standar 5 ppm

Mengambil 5 mL larutan timbal nitrat 100 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, diencerkan sampai tanda batas.

- Membuat larutan standar timbal nitrat 1 ppm

Mengambil 1 mL larutan timbal nitrat 100 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, diencerkan sampai tanda batas.

- Membuat larutan standar timbal nitrat 0,1 ppm

Mengambil 10 mL larutan timbal nitrat 1 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, diencerkan sampai tanda batas

### **3.4.3. Penentuan Timbal pada Sampel Darah dengan Metode Ekstraksi APDC-MIBK**

Mengambil sebanyak 5 mL sampel darah, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas, dipindahkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan asam nitrat 0,1 M sampai pH 2,4, dan dimasukkan ke dalam corong pemisah 250 mL, ditambahkan 2 mL larutan APDC 4% p.a. dan dilakukan pengocokkan. Menambahkan 15 mL larutan MIBK p.a. ke dalam campuran di atas lalu dikocok selama kurang lebih 15 menit dan larutan dibiarkan agar terjadi pemisahan fasa air dan fasa organik. Diambil fase organiknya dan dicuci dengan 10 mL akuabides dan dibuang fase airnya. Ke dalam fase organiknya ditambahkan 0,5 mL asam nitrat pekat p.a., larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit.

Ditambahkan 10 mL akuades dan dikocok beberapa menit, diambil fase airnya dan larutan siap diukur kadar timbalnya pada panjang gelombang 283,3 nm. Spektrofotometer Serapan Atom yang akan digunakan, terlebih dahulu distandarisasikan dengan larutan standar timbal nitrat 0,1 ppm, 1ppm dan 5 ppm.

### 3.5. Variabel-variabel

#### 1. Variabel yang dikonstantakan :

- Volume darah
- Volume APDC 4%
- Volume MIBK p.a.

#### Variabel yang diukur :

- Kadar Pb dalam darah

