

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Metode penelitian yang digunakan untuk menghitung kandungan besi dan seng dalam tanaman kangkung pada penelitian ini adalah menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom Nyala (FAAS).

#### 3.1. Alat- alat

- a. Instrumen AAS Perkin Elmer model 3110
- b. Labu Takar 25, 50, 100, 1000 mL
- c. Pipet Ukur dan Tetes
- d. Neraca Analitik merk Kern-870
- e. Labu Kjeldahl
- f. Erlenmeyer
- g. Kompor Listrik
- h. Furnace
- i. Statif dan Klem
- j. Cawan Porselen
- k. Corong Gelas
- l. Beaker Gelas
- m. Blender Merk Maspion

### 3.2. Bahan-bahan

- a. Daun kangkung air
- b.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  96% p.a
- c.  $\text{HNO}_3$  70% p.a
- d.  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% p.a
- e.  $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
- f.  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$
- g.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$
- h. Aquadestilata
- i. Aquabidestilata

### 3.3. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang digunakan adalah :

- a. Variabel yang dikonstankan yaitu berat sampel
- b. Variabel yang dinilai yaitu jenis destruksi

### 3.4. Persiapan Sampel

- a. Sampel daun kangkung air, dikeringanginkan dan dihomogenkan dengan blender sehingga diperoleh sampel dalam bentuk bubuk.
- b. Sampel ditimbang sebanyak 5 gram untuk analisis besi dan 6 gram untuk analisis seng.

### **3.5. Cara Kerja**

#### **3.5.1. Destruksi basah**

Sampel dimasukkan ke dalam labu kjeldahl dan ditambah 20 mL pelarut campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (3:1). Labu ditutup dan dibiarkan selama 24 jam, kemudian dipanaskan secara perlahan pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 10 menit. Larutan sampel yang telah mendidih didinginkan selama 10 menit, kemudian ditambahkan 2 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%) tetes demi tetes. Sampel dipanaskan lagi secara perlahan pada suhu  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . Jika larutan pendestruksi campuran telah kering, maka ditambahkan lagi sebanyak 20 mL larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$  dan dipanaskan pada suhu  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . Langkah ini diulang beberapa kali sampai diperoleh larutan berwarna kuning jernih. Larutan jernih disaring, filtrat ditempatkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan larutan  $\text{HNO}_3$  0,01 M hingga tanda batas.

#### **3.5.2. Destruksi kering**

Sampel ditempatkan di atas cawan porselen dan ditambah 2 gram asam benzoat, kemudian dipanaskan dalam furnace pada suhu  $400\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam sampai menjadi abu berwarna keputihan. Abu dilarutkan dalam 20 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan dipanaskan pada suhu  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . Jika larutan pendestruksi telah kering, maka ditambahkan 20 mL larutan  $\text{HNO}_3$  encer dan dipanaskan lagi pada  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . Langkah ini diulang beberapa kali sampai diperoleh larutan berwarna kuning jernih. Larutan jernih disaring, filtrat ditempatkan dalam labu takar 100 mL dan ditambahkan aquabidest hingga tanda batas.

### 3.5.3. Pembuatan larutan punggut ulang

Ke dalam sampel ditambahkan larutan standar Fe 100 mg/L sebanyak satu mL dan larutan standar Zn 10 mg/L sebanyak dua mL dengan pipet mikro, setelah itu dilakukan pengerjaannya masing-masing dengan destruksi basah dan kering.

### 3.5.4. Pembuatan larutan standar Fe 1000 mg/L

Sebanyak 4,839 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (BM = 270,35), dilarutkan dalam 10 mL larutan  $\text{HNO}_3$  pekat dan ditempatkan dalam labu takar 1000 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda tera.

### 3.5.5. Pembuatan kurva kalibrasi Fe

Sebanyak 10 mL larutan standar Fe 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Fe 100 mg/L. Dipipet sejumlah 0, 1, 2, 3, dan 4 mL larutan standar Fe 100 mg/L dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Fe dengan kadar 0 ; 1,0 ; 2,0 ; 3,0 dan 4,0 mg/L. Masing-masing larutan standar tersebut diukur sebanyak 20 mL dan diukur absorbansinya dengan FAAS.

### 3.5.6. Pembuatan larutan standar Zn 1000 mg/L

Sebanyak 4,397 gram  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (BM = 287,434), dilarutkan dalam 10 mL larutan  $\text{HNO}_3$  pekat dan ditempatkan dalam labu takar 1000 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda tera.

### 3.5.7. Pembuatan kurva kalibrasi Zn.

Sebanyak 10 mL larutan standar Zn 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Zn 100 mg/L. Dipipet sejumlah 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 mL larutan standar Zn 100 mg/L dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Zn dengan kadar 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 mg/L. Masing-masing larutan standar tersebut diukur sebanyak 20 mL dan diukur absorbansinya dengan FAAS.

### 3.5.8. Penentuan konsentrasi logam Fe dan Zn dalam sampel

Larutan hasil destruksi yang telah dibuat, diamati serapannya dengan spektrometer serapan atom. Untuk mendapatkan sensitivitas maksimum maka pengukuran Fe dilakukan pada panjang gelombang 248,3 nm, sedangkan untuk Zn dilakukan pada panjang gelombang 213,9 nm.

### 3.6. Analisis Data <sup>(17)</sup>

Analisis data menggunakan test perbedaan dua rata-rata ; test satu pihak dengan tingkat keterpercayaan 95 %, pada taraf uji 5 % adalah sebagai berikut :

#### 3.6.1. Perbandingan destruksi basah dan kering untuk penentuan Besi

Hipotesa :  $H_0 : \mu_a = \mu_b$  ; tidak ada perbedaan nyata pada perlakuan

$H_1 : \mu_a \neq \mu_b$  ; ada perbedaan yang nyata pada perlakuan

a = sampel dengan perlakuan destruksi basah

b = sampel dengan perlakuan destruksi kering

Kesimpulan : Jika *t hitung* lebih kecil dari *t tabel*, maka  $H_0 : \mu_a = \mu_b$  diterima,  $H_1 : \mu_a \neq \mu_b$  ditolak dan jika *t hitung* lebih besar dari *t tabel*, maka  $H_1 : \mu_a \neq \mu_b$  diterima,  $H_0 : \mu_a = \mu_b$  ditolak.

#### 3.6.2. Perbandingan destruksi basah dan kering untuk penentuan Seng

Hipotesa :  $H_0 : \mu_a = \mu_b$  ; tidak ada perbedaan nyata pada perlakuan

$H_1 : \mu_a \neq \mu_b$  ; ada perbedaan yang nyata pada perlakuan

a = sampel dengan perlakuan destruksi basah

b = sampel dengan perlakuan destruksi kering

Kesimpulan : Jika *t hitung* lebih kecil dari *t tabel*, maka  $H_0 : \mu_a = \mu_b$  diterima,  $H_1 : \mu_a \neq \mu_b$  ditolak dan jika *t hitung* lebih besar dari *t tabel*, maka  $H_1 : \mu_a \neq \mu_b$  diterima,  $H_0 : \mu_a = \mu_b$  ditolak.