

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Parameter dan Variabel

Parameter dalam penelitian ini adalah konsentrasi kalsium.

Untuk optimasi zat pembebas dan zat pelindung, variabel yang digunakan:

Variabel tetapnya adalah:

- konsentrasi kalsium.

Variabel berubahnya adalah:

- konsentrasi fosfat (interferen)
- konsentrasi  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  sebagai zat pembebas
- konsentrasi EDTA sebagai zat pelindung
- jenis oksidan pada nyala dalam spektrofotometer serapan atom

#### 3.2 Alat- alat

1. Instrumen Spektrofotometer Serapan Atom Pyc Unicam Sp 9 Philips dan Spektrofotometer Serapan Atom Zeemen Hitachi.
2. Furnace merk Nabertherm, kapasitas  $1100^\circ\text{C}$
3. Pelat pemanas merk Makita.
4. Timbangan Mettler at 200
5. Alat-alat gelas standar laboratorium

6. Cawan Silika
7. pH Meter Digital Orion 200

### 3.3 Bahan-bahan

1.  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (p.a)
2.  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (p.a)
3.  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  (p.a)
4. Natrium EDTA (p.a)
5.  $\text{HNO}_3$  pekat
6. Akuabides
7. Susu bubuk Merk P
8.  $\text{NH}_4\text{OH}$
9. Asam benzoat

### 3.4 Preparasi larutan

1. Pembuatan larutan standar kalsium  $1000 \mu\text{g/mL}$ .

Sebanyak 916,791 mgram  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam akuabides sampai tanda batas volume labu takar 250 mL

2. Pembuatan larutan fosfat  $100 \mu\text{g/mL}$ .

Sebanyak 18,741 mgram  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam akuabides sampai tanda batas labu takar volume 100 mL.



3. Pembuatan larutan  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  10 %

Sebanyak 10,00 gram  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  dilarutkan dalam akuabides sampai tanda batas labu takar volume 100 mL

4. Pembuatan larutan EDTA 2000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ .

Sebanyak 2282,00 mg Natrium EDTA dilarutkan dalam akuabides sampai tanda batas labu takar 100 mL.

5. Pembuatan larutan  $\text{HNO}_3$  6 N

Sebanyak 41 mL  $\text{HNO}_3$  pekat diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas labu takar volume 100 mL.

### 3.5 Destruksi kalsium dari susu bubuk

Sebanyak 4 gram susu bubuk merk C dimasukkan dalam cawan silika dan ditambahkan 2 gram asam benzoat. Kemudian dipanaskan dalam furnace dengan suhu  $300\text{ }^\circ\text{C}$  sampai asap yang dihasilkan hilang. Pengabuan dilanjutkan pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$  secara perlahan-lahan selama empat jam sampai diperoleh abu yang berwarna putih.

Abu dilarutkan dalam 6 mL  $\text{HNO}_3$  6 N dilanjutkan dengan pemanasan selama satu jam sampai kering, selanjutnya abu yang diperoleh dilarutkan dalam 20 mL  $\text{HNO}_3$  6 N (1:1) dan dipanaskan. Setelah dingin larutan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL.

### **3.6. Pembuatan larutan standar**

#### **3.6.1. Pembuatan larutan standar I (hanya mengandung kalsium)**

Dibuat larutan standar kalsium dengan variasi konsentrasi 5, 10, sampai 80 ppm (dengan kelipatan dua kali) sebanyak 25 mL dari larutan induk 1000 ppm.

#### **3.6.2 Pembuatan larutan standar II (terdiri dari kalsium dan stronsium)**

Disiapkan labu ukur 25 mL sebanyak 3 buah, ke dalam labu tersebut dimasukkan larutan standar kalsium 0,5 ; 1,0 dan 2,0 mL dari larutan induk kalsium 1000 ppm. Secara berturut-turut ke dalam masing-masing labu tersebut ditambahkan 5 ml larutan  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  1,2 % dan diencerkan sampai tanda batas labu takar 25 mL.

#### **3.6.3 Pembuatan larutan standar III (terdiri dari kalsium dan EDTA)**

Disiapkan labu ukur 25 mL sebanyak 3 buah, kedalam labu tersebut dimasukkan larutan standar kalsium 0,5; 1,0 dan 2,0 mL dari larutan induk kalsium 1000 ppm. Secara berturut-turut ke dalam masing-masing labu tersebut ditambahkan secara bertetes-tetes  $\text{NH}_4\text{OH}$  sampai diperoleh pH 10, kemudian ditambahkan larutan EDTA 500 ppm sebanyak 5 mL dan diencerkan sampai tanda batas labu ukur 25 mL.

### 3.7 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur serapan larutan standar kalsium yang diukur pada panjang gelombang optimum dengan spektrofotometer serapan atom.

### 3.8. Optimasi konsentrasi interferen, zat pembebas stronsium, zat pelindung EDTA

#### 3.8.1 Penentuan konsentrasi optimum interferen (fosfat)

Dibuat enam buah larutan campuran dengan volume 50 mL terdiri dari kalsium, fosfat, dengan pelarut akuabides. Konsentrasi kalsium dalam larutan dibuat tetap yaitu 50 ppm. Sedangkan konsentrasi fosfat bervariasi yaitu 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm. Kemudian setiap larutan diamati serapannya pada panjang gelombang optimum pada nyala udara-asetilen. Kondisi alat dapat dilihat pada lampiran II

#### 3.8.2 Penentuan konsentrasi optimum zat pembebas ( $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ )

Dibuat lima buah larutan campuran dengan volume 25 mL yang terdiri dari kalsium, fosfat, dan  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  dengan pelarut akuabides. Konsentrasi kalsium dalam larutan tetap yaitu 50 ppm, sedangkan konsentrasi fosfat menggunakan konsentrasi fosfat optimum yang menyebabkan penurunan serapan kalsium (hasil percobaan 3.8.1). Konsentrasi  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  dalam larutan bervariasi dari 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 % yang kemudian setiap larutan diukur serapannya pada panjang gelombang optimum dengan nyala udara-asetilen.

### **3.8.3 Penentuan konsentrasi optimum zat pelindung (EDTA)**

Dibuat lima buah larutan campuran dengan volume 25 mL yang terdiri dari kalsium, fosfat dan EDTA dalam pelarut akuabides. Konsentrasi fosfat menggunakan konsentrasi fosfat optimum yang menyebabkan penurunan serapan kalsium (hasil percobaan 3.8.1). Konsentrasi EDTA dalam larutan dibuat bervariasi dari 100, 200, 300, 400, dan 500 ppm. Kemudian setiap larutan diukur serapannya pada panjang gelombang optimum dengan nyala udara-asetilen.

## **3.9 Penentuan konsentrasi kalsium hasil destruksi**

### **3.9.1 Penentuan konsentrasi kalsium hasil destruksi tanpa penambahan zat pembebas atau zat pelindung.**

Larutan hasil destruksi diamati serapan kalsiumnya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang optimum dalam nyala udara-asetilen, sehingga diperoleh konsentrasi kalsium yang terdapat dalam sampel.

### **3.9.2 Penentuan konsentrasi kalsium hasil destruksi dengan penambahan konsentrasi zat pembebas optimum.**

Larutan hasil destruksi ditambahkan larutan zat pembebas ( $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ) dengan konsentrasi optimum hasil percobaan 3.8.2. Kemudian diamati serapannya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang optimum dengan nyala udara-asetilen.

### **3.9.3 Penentuan konsentrasi kalsium hasil destruksi dengan penambahan konsentrasi zat pelindung (EDTA) optimum**

Larutan hasil destruksi ditambahkan secara bertetes-tetes  $\text{NH}_4\text{OH}$  sampai diperoleh pH 10 kemudian ditambahkan larutan zat pelindung (EDTA) dengan konsentrasi optimum dari hasil percobaan 3.8.3. Kemudian diamati serapannya pada panjang gelombang optimum dengan nyala udara asetilen.

### **3.9.4 Penentuan konsentrasi kalsium hasil destruksi dengan menggunakan suhu nyala yang lebih tinggi.**

Larutan kalsium hasil destruksi diamati serapannya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang optimum dengan nyala nitrous oksida-asetilen.

