

BAB III

METODA PENELITIAN

Untuk memperoleh suhu optimum pengabuan destruksi kering dalam penentuan Zn pada kedelai (*Glycine max L. Merril*) dilakukan pada suhu 200^oC sampai 700^oC dengan pengaruh penambahan Na₂CO₃ sebagai pelindung maupun tanpa pelindung. Penentuan Zn secara kuantitatif setelah pengabuan dan pelarutan dilakukan dengan spektrometer serapan atom nyala.

- a). Parameter yang dikonstankan : berat sampel, waktu pengabuan destruksi kering.
- b). Parameter yang diubah : suhu pengabuan metode destruksi kering pengaruh penambahan Na₂CO₃ saat pengabuan.
- c). Parameter yang dinilai : kadar Zn.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah spektrometer serapan atom nyala Perkin Elmer 3110, neraca analitik Kern, *furnace* Nabetherm, krus porselen 18 mL, pembakar Bunsen, *blender* merk Nasional dan alat-alat gelas laboratorium.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang diperlukan antara lain biji kedelai yang dijual bebas dipasaran, Zn powder p.a, HNO₃ p.a 65%, Na₂CO₃ p.a dan akuades.

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Homogenisasi Kedelai dengan Blender

Seratus gram kedelai kering dihancurkan dengan blender sampai homogen. Kedelai homogen ini sebagai sampel uji analisis.

3.2.2 Pembuatan Larutan HNO₃ 0,1 M

Tujuh mililiter larutan HNO₃ p.a 65% dipipet kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

3.2.3 Destruksi Kering

Sampel uji sebanyak 5 gram ditempatkan dalam krus porselen, kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 110⁰C selama 1 jam. Sampel selanjutnya ditutup secara merata dengan 2 gram Na₂CO₃, kemudian dibakar dalam *furnace* pada suhu 200⁰C selama 4 jam sampai dihasilkan residu abu berwarna keputihan. Abu tersebut kemudian dilarutkan dalam 10 mL HNO₃ pekat dan dipanaskan dengan pembakar bunsen. Apabila HNO₃ pekat telah kering kemudian ditambah 10 mL HNO₃ 0,1 M dan dipanaskan kembali. Langkah ini diulang beberapa kali sampai diperoleh larutan berwarna kuning jernih. Larutan hasil destruksi ini kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas sebagai larutan yang siap untuk

dianalisis. Langkah yang sama dilakukan pada sampel uji tanpa penambahan pelindung Na_2CO_3 pada saat pengabuan dalam *furnace*. Prosedur kerja pengabuan dilakukan pula pada variasi suhu pengabuan 300°C , 400°C , 425°C , 450°C , 475°C , 500°C , 600°C , 700°C .

3.2.4 Pembuatan Larutan Standar Zn 1000 mg/L

Seratus miligram Zn *powder* ditimbang kemudian ditambah 10 mL HNO_3 p.a sampai larut. Larutan ini kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

3.2.5 Pembuatan Larutan Standar Zn 0,4; 0,6; 0,8; 1 mg/L

a. Sepuluh mililiter larutan standar Zn 1000 mg/L dimasukkan dalam labu takar 100 mL, kemudian ditambah akuades sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar Zn 100 mg/L.

b. Larutan standar Zn dengan kadar 0,6; 0,8; 1 mg/L dibuat dengan cara mengencerkan 1; 1,5; 2; 2,5 mL larutan standar Zn 100 mg/L dengan akuades dalam labu takar 50 mL sampai tanda batas.

3.2.6 Optimasi Panjang Gelombang

Pada salah satu konsentrasi larutan standar Zn, diukur absorbansinya pada panjang gelombang 213 nm-215 nm menggunakan bahan bakar/oksidan udara asetilena pada temperatur 2000°C dengan selang panjang gelombang 0,2 nm. Panjang gelombang dengan nilai absorbansi tertinggi dianggap sebagai panjang gelombang optimasi Zn.

3.2.7 Penentuan Konsentrasi Zn dalam Sampel

Larutan yang siap untuk dianalisis ditentukan konsentrasinya dengan spektrometer serapan atom nyala pada panjang gelombang optimasi untuk Zn.

