

## BAB III

### METODA PENELITIAN

Perlakuan analisis pada penentuan tembaga dan seng dalam buah pare dikerjakan dengan metoda destruksi basah dan kering sebagai variabel yang dinilai sebelum analisis dengan spektrofotometer serapan atom nyala. Destruksi basah dilakukan dengan memanaskan sampel bersama campuran  $H_2SO_4$  dan  $HNO_3$  (1:3) dengan oksidator  $H_2O_2$ . Destruksi kering dilakukan pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$ . Berat sampel bertindak sebagai variabel kontrol.

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat

- Spektrofotometer Serapan Atom Perkin Elmer 3110
- neraca analitis Mettler AT200
- labu Kjeldahl Duran
- pembakar Bunsen
- *furnace* Nabertherm
- statif dan klem
- krus porselen
- alat gelas laboratorium
- blender merk Philips

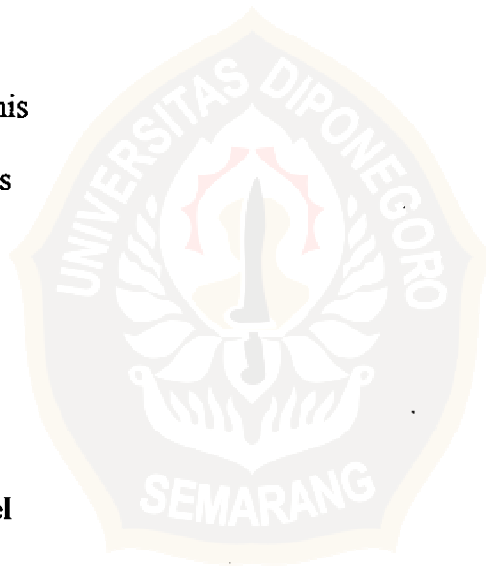
### 3.1.2 Bahan

- buah pare segar
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  p.a.
- $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  p.a.
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  96 % p.a.
- $\text{HNO}_3$  70 % p.a.
- $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % p.a.
- akuades
- $\text{Na}_2\text{CO}_3$  teknis
- boraks teknis

## 3.2 Cara Kerja

### 3.2.1 Persiapan Sampel

- a. Sampel buah pare dihomogenisasi dengan blender.
- a. Sampel ditimbang untuk destruksi basah, destruksi kering, pungut ulang destruksi basah, dan pungut ulang destruksi kering masing-masing seberat 5 gram.



### 3.2.2 Destruksi Basah

Sampel dimasukkan ke dalam labu Kjeldahl lalu ditambah 5 mL larutan  $\text{HNO}_3$  dan 5 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Labu dibiarkan 45 menit kemudian dipanaskan secara perlahan selama 30 menit. Larutan sampel didinginkan 5 menit kemudian ditambahkan  $\text{HNO}_3$  kembali sebanyak 10 mL. Sampel dipanaskan kembali hingga mendidih selama 30 menit kemudian didiamkan 5 menit. Larutan ditambah dengan 3 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%) tetes demi tetes sampai diperoleh larutan berwarna kuning jernih. Larutan hasil destruksi dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

### 3.2.3 Destruksi Kering

Sampel ditempatkan dalam krus porselen, lalu dipanaskan pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Selanjutnya, sampel ditutup dengan 2 gram campuran  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan boraks (3:1), kemudian dibakar dalam *furnace* pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam sampai menjadi abu berwarna keputih-putihan. Abu dilarutkan dalam 10 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan dipanaskan secara perlahan 1 jam, selanjutnya ditambah 8 mL larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  tetes demi tetes hingga diperoleh larutan berwarna kuning jernih. Larutan hasil destruksi dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

### **3.2.4 Pembuatan Larutan Pungut Ulang**

Ke dalam dua sampel masing-masing ditambahkan larutan standar Cu dan Zn 1000 mg/L sebanyak 0,1 mL, setelah itu masing-masing sampel diberi perlakuan destruksi basah atau destruksi kering.

### **3.2.5 Pembuatan Larutan Standar Cu 1000 mg/L**

Ditimbang 0,3929 gram  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (BM = 249,68) sebanyak dua kali, masing-masing diberi perlakuan destruksi basah atau destruksi kering. Setelah diperoleh larutan jernih kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

### **3.2.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi Cu**

Dipipet sejumlah 0; 0,1; 0,2; dan 0,3 mL larutan standar Cu 1000 mg/L hasil destruksi basah dan destruksi kering, masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan sampai tepat tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Cu dengan kadar 0, 1, 2, dan 3 mg/L. Masing-masing larutan standar hasil destruksi basah dan kering tersebut digunakan untuk menentukan kadar Cu dalam sampel secara spektrofotometri serapan atom nyala.

### 3.2.7 Pembuatan Larutan Standar Zn 1000 mg/L

Ditimbang 0,4398 gram  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (BM = 287,434) sebanyak dua kali, masing-masing diberi perlakuan destruksi basah atau destruksi kering. Setelah diperoleh larutan jernih kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

### 3.2.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Zn

Dipipet sejumlah 0; 0,1; dan 0,3 mL larutan standar Zn 1000 mg/L hasil destruksi basah dan destruksi kering, masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan sampai tepat tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Zn dengan kadar 0, 1, dan 3 mg/L. Masing-masing larutan standar hasil destruksi basah dan kering tersebut digunakan untuk menentukan kadar Zn dalam sampel secara spektrofotometri serapan atom nyala.

### 3.2.9 Penentuan Konsentrasi Logam Cu dan Zn dalam Sampel

Larutan hasil destruksi yang telah dibuat, ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer serapan atom. Untuk mendapatkan sensitivitas maksimum maka pengukuran Cu dilakukan pada panjang gelombang 324,8 nm, sedangkan untuk Zn dilakukan pada panjang gelombang 213,9 nm.

### 3.3 Analisis Data

Analisis data menggunakan uji- $t$  dan uji- $F$  dua arah dengan tingkat kepercayaan 95 %, pada taraf uji 5 % adalah sebagai berikut:

#### 3.3.1 Uji - $t$

Hipotesis :  $H_0 \equiv x_1 = x_2$ ; tidak ada perbedaan nyata pada perlakuan  
 $H_1 \equiv x_1 \neq x_2$ ; ada perbedaan yang nyata pada perlakuan  
 1 = sampel dengan perlakuan destruksi basah  
 2 = sampel dengan perlakuan destruksi kering

Kesimpulan: Jika  $t_{hitung}$  lebih kecil dari  $t_{tabel}$ , maka  $H_0 \equiv x_1 = x_2$  diterima,  $H_1 \equiv x_1 \neq x_2$  ditolak dan jika  $t_{hitung}$  lebih besar dari  $t_{tabel}$ , maka  $H_1 \equiv x_1 \neq x_2$  diterima,  $H_0 \equiv x_1 = x_2$  ditolak

#### 3.3.2 Uji - $F$

Hipotesis :  $H_0 \equiv s_1 = s_2$ ; perbedaan standar deviasi tidak memiliki arti  
 $H_1 \equiv s_1 \neq s_2$ ; perbedaan standar deviasi memiliki arti

1 = sampel dengan perlakuan destruksi basah

2 = sampel dengan perlakuan destruksi kering

Kesimpulan: Jika  $t_{hitung}$  lebih kecil dari  $t_{tabel}$ , maka  $H_0 \equiv s_1 = s_2$  diterima,  $H_1 \equiv s_1 \neq s_2$  ditolak dan jika  $t_{hitung}$  lebih besar dari  $t_{tabel}$ , maka  $H_1 \equiv s_1 \neq s_2$  diterima,  $H_0 \equiv s_1 = s_2$  ditolak.

