

BAB III

METODE PENELITIAN

Penentuan besi dalam kedelai dilakukan dengan metoda destruksi kering pada suhu 500 °C selama 3 jam. Residu hasil pengabuan dilarutkan dalam HNO₃ dan HCl melalui perlakuan yang sama. Parameter yang dikonstantakan yaitu berat sampel, suhu pengabuan, waktu pengabuan dan volume pelarut asam. Sedangkan parameter yang dinilai adalah kadar besi dalam kedelai dengan menggunakan pelarut asam HNO₃ dan HCl. Pengukuran kadar besi dilakukan dengan menggunakan instrumen AAS. Sampel yang digunakan adalah kedelai putih lokal.

3.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah spektrometer serapan atom nyala Perkin Elmer model 3110, neraca analitik Kern, *furnace* Nabetherm, krus porselen, pembakar Bunsen, *blender* dan peralatan gelas.

3.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan berkualitas p.a. yaitu HCl 36 %, HNO₃ 65 %, FeCl₃ · 6 H₂O, Fe(NO₃)₃ · 9H₂O, akuades dan biji kedelai putih lokal kering.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Persiapan Sampel

Sebanyak 10 gram sampel kedelai kering dihomogenkan dengan *blender* sehingga diperoleh sampel berbentuk bubuk. Sampel bubuk dioven pada suhu 110 °C untuk memperoleh sampel bebas air sebagai sampel siap uji.

3.3.2. Pembuatan Larutan HCl 0,1 M dan Larutan HNO₃ 0,1 M.

a. Larutan HCl 0,1 M

HCl 0,5 M. Sebanyak 4,5 mL HCl pekat 36 % ($\rho = 1,19 \text{ g/mL}$) diambil dengan pipet ukur dan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

HCl 0,1 M. Sebanyak 20 mL HCl 0,5 M diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

b. Larutan HNO₃ 0,1 M

HNO₃ 1 M. Sebanyak 6,5 mL HNO₃ pekat 65 % ($\rho = 1,42 \text{ g/mL}$) diambil dengan pipet ukur dan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

HNO₃ 0,1 M. Sebanyak 10 mL HNO₃ 1 M diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

3.3.3. Destruksi kering

Destruksi sampel siap uji dilakukan dengan penambahan HCl maupun HNO₃ melalui perlakuan yang sama.

Sebanyak 10 gram sampel siap uji ditempatkan pada cawan porselen kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 110 °C selama 1 jam untuk penguapan air. Pemanasan dilanjutkan pada suhu 500 °C selama 3 jam sampai terbentuk abu berwarna keputihan. Abu dilarutkan dalam 10 mL asam pekat dan dipanaskan sampai semua pelarutnya menguap. Jika pelarut asam pekat telah menguap, maka ditambahkan 10 mL larutan asam 0,1 M dan dipanaskan lagi sampai semua pelarut asam encer menguap. Penambahan 10 mL larutan asam 0,1 M diulang

beberapa kali sampai diperoleh larutan berwarna kuning jernih. Larutan jernih disaring, filtrat ditempatkan dalam labu takar 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

3.3.4. Pembuatan Larutan Standar Fe 1000 mg/L

Larutan standar Fe dibuat dengan melarutkan 4,839 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (BM = 270,35) dalam 10 mL HCl pekat untuk larutan standar Fe dalam HCl dan melarutkan 7,234 gram $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (BM = 404) dalam 10 mL HNO_3 pekat untuk larutan standar Fe dalam HNO_3 , kemudian masing-masing larutan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 1000 mL sampai tanda batas.

3.3.5. Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe

Sebanyak 10 mL larutan standar Fe 1000 mg/L di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Fe 100 mg/L. Sejumlah 0, 1, 2, 3, 4, 5, mL larutan standar Fe 100 mg/L dipipet, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Fe dengan kadar 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 dan 5,0 mg/L. Masing-masing larutan standar diukur absorbansinya dengan AAS nyala.

3.3.6. Penentuan Konsentrasi Fe dalam Sampel

Larutan hasil destruksi kering dengan pelarut HCl maupun HNO_3 diamati serapannya dengan spektrometer serapan atom. Untuk mendapatkan sensitivitas maksimum maka dilakukan optimasi panjang gelombang. Pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang optimum.

3.4. Analisis Data

Analisis data menggunakan uji perbandingan dua rata-rata, dengan tingkat kepercayaan 95 %, pada taraf uji 5 %.

Hipotesa : $H_0 : \bar{x}_1 = \bar{x}_2$; jenis asam tidak berpengaruh terhadap kadar rata-rata besi.

$H_1 : \bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$; jenis asam berpengaruh terhadap kadar rata-rata besi.

Kesimpulan : Jika $t \text{ hitung} < t \text{ tabel}$, maka H_0 diterima; H_1 ditolak; sehingga jenis asam tidak berpengaruh terhadap kadar rata-rata besi. Jika, $t \text{ hitung} > t \text{ tabel}$ maka H_0 ditolak; H_1 diterima; jenis asam berpengaruh terhadap kadar rata-rata besi (Miller, 1991).

