

BAB III

METODA PENELITIAN

Analisis pengaruh konsentrasi fosfat terhadap penentuan kadar magnesium dalam analit secara spektrofotometri serapan atom nyala dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu: penyiapan larutan, optimasi panjang gelombang untuk acuan kondisi alat spektrofotometer serapan atom dalam analisis; kurva standar magnesium, analisis pengaruh fosfat dalam berbagai variasi konsentrasi terhadap magnesium dengan konsentrasi magnesium dan pH campuran yang dibuat tetap, serta optimasi penambahan asam nitrat, gliserol sebagai *releasing agent*.

3.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan meliputi: peralatan gelas dengan merk Pyrex; gelas beaker, gelas ukur, pipet volume, labu takar, seperangkat pH meter, neraca analitik merk Kern 870, spektrofotometer serapan atom merk Perkin Elmer 3110. Sedangkan bahan yang digunakan untuk penelitian dengan kondisi p.a. (Merck) meliputi: $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, H_3PO_4 85 %, HCl pekat, NH_4OH , dan larutan HNO_3 65 %, kecuali buffer pH 8, Gliserol, dan akuades.

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Preparasi Larutan

- a. Pembuatan Larutan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1200 ppm dilakukan dengan melarutkan 1 g padatan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan akuades dan 3 – 4 tetes HCl, kemudian dituangkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.
- b. Pembuatan larutan induk H_3PO_4 yang mengandung ion fosfat (PO_4^{3-}) 1,438 M dengan mengencerkan 10 mL larutan H_3PO_4 yang mengandung ion PO_4^{3-} 14,83 M di dalam labu takar 100 mL dengan akuades sampai tanda batas.
- c. Pembuatan larutan fosfat 0,04 M dan larutan fosfat 0,0526 M, dengan metoda pengenceran dari larutan induk pada prosedur (b).
- d. Pembuatan Larutan HNO_3 1 M dengan mengencerkan 1,73 mL HNO_3 65 % dalam labu takar 25 mL dengan akuades sampai tanda batas.
- e. Pembuatan gliserol 1 M dengan mengencerkan 2,5 mL gliserol 9,989 M dalam labu takar 25 mL dengan akuades sampai tanda batas.

3.2.2 Penyiapan Alat Spektrofotometer Serapan Atom Nyala

Spektrofotometer Serapan Atom Nyala dioperasikan pada kondisi sebagai berikut; Arus lampu 20 mA, Slit (lebar celah) 0,7 nm, *Atomizer* menggunakan *burner* udara-asetilen dengan ketinggian 7,5 mm, laju alir udara 9,5 L/menit ($1,60 \text{ kg/cm}^2$), laju alir asetilen 2,6 L/menit ($0,40 \text{ kg/cm}^2$), dengan energi 60 KKal.

3.2.3 Optimasi Panjang Gelombang

Larutan magnesium diamati absorbansinya dengan batas panjang gelombang 284,8 – 285,8 nm pada setiap kenaikan sekitar 0,2 nm.

3.2.4 Pembuatan Kurva Standar

Panjang gelombang hasil optimasi digunakan sebagai acuan penelitian selanjutnya. Pembuatan kurva linier standar dilakukan dengan mengamati absorbansi larutan standar magnesium pada konsentrasi 1, 2, 3, dan 4 ppm.

3.2.5 Penyiapan Sampel dan Analisis Interferensi

- a Empat belas seri larutan disiapkan, masing-masing berisi 1 mL larutan magnesium 10 ppm dari pengenceran larutan induk magnesium ke dalam labu takar 10 mL, kemudian masing-masing ditambahkan H_3PO_4 0,04 M dengan variasi volume 0,5, 1, 3, 5, 7, 9 mL untuk mendapatkan seri larutan 9 – 14.
- b Seri larutan 1 – 8 disiapkan dengan menambahkan larutan H_3PO_4 0,0051 M dengan variasi volume 0, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 1, 1,5 mL. Kemudian campuran dari 14 seri dikendalikan pada pH 8, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Masing-masing campuran di atas diamati absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala.

3.2.6 Optimasi *Releasing agent*

- a lima larutan disiapkan di dalam labu takar 10 mL yang masing-masing berisi 1 mL larutan magnesium 10 ppm dan 1 mL larutan H_3PO_4 0,0526 M, kemudian ditambahkan HNO_3 1 M dengan variasi volume 0, 2, 4, 6, 8 mL, sebelum

ditambahkan HNO_3 campuran dikendalikan pada pH 8, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

- b. Penambahan campuran gliserol- HNO_3 dengan perbandingan 1:1, 1:3, 3:1 untuk mengatasi interferen fosfat juga dikerjakan seperti optimasi *releasing agent* HNO_3 .

Masing-masing campuran di atas diamati absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala.

