

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

3.1.1 Tempat Penelitian

Tempat untuk penelitian ini dilaksanakan di Balai Pengujian dan Sertifikasi Mutu Barang, Surakarta.

3.1.2 Waktu Penelitian

Waktu penelitian Karya Tulis Ilmiah ini dilaksanakan pada Januari – Maret 2019.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam analisis kadar besi (Fe) pada bayam merah dan bayam hijau secara spektrofotometri serapan atom adalah Spektrofotometer Serapan Atom, labu takar, pipet volume, kertas saring wotmen, neraca analitik, syringe, pipet tetes.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam analisis kadar besi (Fe) secara spektrofotometri serapan atom adalah larutan standar besi (Fe), aquabidest, HNO_3 ,

3.3 Variabel Penelitian

3.3.1 Populasi

Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah bayam merah (*Amaranthus tricolor*) dan bayam hijau (*Amaranthus hybridus*).

3.3.2 Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) dan bayam merah (*Amaranthus tricolor*) yang diambil bagian batang dan daunnya yang terlebih dahulu dipisahkan. Pada penelitian ini menggunakan bayam merah (*Amaranthus tricolor*) dan bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) yang masih segar dengan bagian daun yang tidak bolong, dan bagian batang yang dekat dengan daun yang dibeli di beberapa pasar Delanggu untuk bayam hijau, dengan masing-masing kode DB.HN dibeli di pasar Ngeseng Delanggu, kode DB.HL dibeli di pasar lapangan Delanggu, dan kode DB.HD dibeli di pasar sayur Delanggu dan bayam merah yang dibeli di supermarket dengan masing-masing kode DB.MT dibeli di Transmart Pabelan, kode DB.MS dan DB.MC dibeli di Superindo Colomadu.

3.3.3 Variabel Utama/Bebas

Variabel utama/bebas dalam penelitian ini yaitu bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) dan bayam merah (*Amaranthus tricolor*) yang diambil bagian batang dan daunnya.

3.3.4 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini yaitu kadar zat besi (Fe) bayam merah (*Amaranthus tricolor*) dan bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) pada bagian batang dan daun secara spektrofotometri serapan atom.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Sampel

Bayam merah (*Amaranthus tricolor*) dan bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) dibersihkan terlebih dahulu dengan menggunakan kain lap yang bersih. Bagian ujung batang bayam dipotong sedikit untuk menghilangkan sedikit bagian bayam yang kotor. Bayam hijau dan bayam merah dipotong kecil-kecil, dipisahkan antara batang dan daun kemudian masing-masing ditimbang sebanyak 2 gram dimasukkan ke dalam kurs porselen. Diarrangkan diatas *hot plate* dengan suhu 100°C, lalu diabukan di tanur dengan suhu 500°C selama 1 jam. Dibiarkan dingin di dalam desikator. Didapatkan hasil destruksi. Hasil destruksi dilarutkan dengan 3-5 ml HNO₃ pekat hingga larut, lalu dimasukkan dalam labu takar 100 ml. Kurs porselen dibilas dengan aquadest dan bilasan dimasukkan ke dalam labu takar. Ditambah aquadest sampai tanda batas. Dihomogenkan. Disaring dengan kertas saring bebas lemak (Whatman) didapatkan larutan sampel. Lakukan analisis kadar besi (Fe) secara spektrofotometri serapan atom dengan panjang gelombang 248,3 nm (Simanulang, 2018).

3.4.2 Pembuatan Larutan

a) Larutan Baku

Larutan induk besi (Fe) 1000 ppm memipet sebanyak 10 ml dan memasukkan dalam labu takar 100 ml. Menambah aquabidest sampai tanda batas, dengan konsentrasi larutan 100 ppm. Memipet 10 ml larutan standar 100 ppm dan memasukkan dalam labu takar 100 ml. Menambah aquabidest sampai tanda batas, didapat konsentrasi larutan 10 ppm.

b) Larutan Standar

Memipet larutan baku dengan konsentrasi 10 ppm tersebut sebanyak 0,5 ml, 1,25 ml, 5 ml, 15 ml, 20 ml dan 25 ml. Memasukkan dalam labu takar 50 ml. Menambah aquabidest sampai tanda batas. Lakukan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometri serapan atom pada tiap larutan standar dengan kadar orientasi ppm yaitu 0,1 ppm ; 0,25 ppm ; 1 ppm ; 3 ppm ; 4 ppm ; 5 ppm.

c) Analisis Sampel Secara Kuantitatif

1. Menimbang 2 gr sampel memasukan kedalam cawan porselen atau piala gelas 100 ml, menambahkan dengan menggunakan pipet 5 ml larutan magnesium nitrat dalam etanol, mengaduk dengan batang pengaduk. mengangkat batang pengaduk dan bilas dengan etanol 95%.

2. Menguapkan etanol diatas penangas air sambil mengaduk sesekali, kemudian memanaskan diatas penangas listrik (menutup piala gelas dengan kaca arloji)
3. Memindahkan piala gelas kedalam tanur dengan suhu 200°C dan secara bertahap menaikkan suhu sampai 500°C selama 2jam dan mengabukan sepanjang malam pada suhu $450-500^{\circ}\text{C}$.
4. Mengangkat piala gelas dari tanur dan membiarkan dingin di atas asbes. Apabila masih terdapat sisa karbon, setelah dingin menambahkan 1 ml air dan 2 ml HNO_3 pekat kemudian mengeringkan diatas penangas air. Memanaskan kembali pada suhu 500°C selama 1 jam mengulangi perlakuan ini sampai mendapatkan abu yang berwarna putih.
5. Menambahkan 3 ml larutan campuran HCl dan HNO_3 kedalam abu melalui dinding piala gelas dan memanaskan diatas penangas air sampai abu larut.
6. Memindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml kemudian mengimpitkan pada labu takar dengan aquabidest sampai tanda batas.
7. Membaca absorbansi larutan standar, blanko dan sampel dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 248,3 nm
8. Membuat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu x sebagai konsentrasi (dalam ppm)

9. Menghitung kandungan logam Fe dalam sampel.

3.5 Teknik Analisa Data

Membuat kurva baku antara absorbansi dengan yang didapat dari hasil pengukuran larutan standar. Berdasarkan hasil kurva tersebut didapat persamaan regresi linier dengan persamaan

$$y = a + bx$$

Keterangan :

y = absorbansi larutan standar

b = slope (kemiringan)

a = titik potong pada sumbu y

x = konsentrasi sampel

Perhitungan dalam penelitian ini dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar logam besi (Fe)} = Cx \text{ fp}$$

Keterangan :

C = kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L)

Fp = faktor pengenceran