III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Oktober sampai Desember 2013 bertempat di Laboratorium Biomassa Terpadu Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung. Analisis logam dengan MP-AES telah dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya MP-AES, botol HDPE, neraca timbangan, labu ukur 50, 100 dan 500 mL, pipet tetes, pipet volumetrik, pipet ukur dan beaker gelas. Adapun bahah-bahan yang digunakan adalah aquades, kertas saring 0,45 µm, NaCl, KCl, $MgCl_2.6H_2O$, $CaCl_2.2H_2O$ dan HNO_3 65% pekat.

C. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Larutan Blanko HNO_3 0,1 N

Pipet 6,87 mL HNO_3 65% dimasukan ke dalam labu ukur 1000 mL kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas miniskus dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan HNO_3 0,1 N yang digunakan sebagai larutan blanko.

2. Preparasi Sampel

Saring larutan sampel dengan kertas saring 0,45 µm, pipet 10 mL filtrat sampel dengan menggunakan pipet volumetrik ke labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan larutan blanko. Lakukan pengenceran sampel secara bertingkat jika sampel masih terlalu pekat.

3. Larutan Standar

1) Pembuatan Stock Larutan Standar

a. Natrium (Na^{+}) 10.000 mg/L

   Sebanyak 1,2717 gr NaCl dilarutkan dengan larutan blanko dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai batas miniskus.

b. Kalium (K^{+}) 1000 mg/L

   Sebanyak 0,1910 gr KCl dilarutkan dengan larutan blanko dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan sampai batas miniskus.

c. Kalsium (Ca^{2+}) 1000 mg/L

   Sebanyak 0,1388 gr $CaCl_2.2H_2O$ dilarutkan dengan larutan blanko dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai batas miniskus.

d. Magnesium (Mg^{2+}) 1000 mg/L

   Sebanyak 0,4229 gr $MgCl_2.6H_2O$ dilarutkan dengan larutan blanko dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai batas miniskus.

2) Penentuan Larutan Kerja Standar Tanpa dan Campuran

Range kerja larutan standar masing-masing logam dibuat dengan mengacu perbandingan kadar logam pada sampel. Persentase kadar logam Na, K, Mg dan Ca pada larutan standar campuran secara berturut-turut adalah sebesar 78%, 2%, 15% dan 4%. Berikut ini (Tabel 8) range kerja larutan kerja standar logam Na, K, Mg dan Ca.

Tabel 8. Range kerja larutan standar Na, K, Mg dan Ca

Standar	Na	K	Mg	Ca
1	1,04	0,03	0,20	0,05
2	2,08	0,05	0,40	0,11
3	3,12	0,08	0,60	0,16
4	4,16	0,11	0,80	0,21
5	5,20	0,13	1,00	0,27
6	13,00	0,33	2,50	0,67
7	26,00	0,67	5,00	1,33
8	39,00	1,00	7,50	2,00
9	52,00	1,33	10,00	2,67
10	65,00	1,67	12,50	3,33

Larutan kerja standar dibuat dalam bentuk tanpa dan campuran dengan metode pengenceran stock larutan standar dengan menggunakan rumus :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Keterangan :

V_1 : Volume larutan standar 1 (mL)

M_1 : Konsentrasi larutan standar 1 (mg/L)

V_2 : Volume larutan standar 2 (mL)

M_2 : Konsentrasi larutan standar 2 (mg/L)

Pembuatan larutan standar campuran (Tabel 9) dan larutan kerja standar campuran (Tabel 10) mengikuti perbandingan kadar logam dengan logam Mg sebagai acuan.

Tabel 9. Pembuatan larutan standar campuran

Kation	Kadar (%)	M_2	V_2	M_1	V_1
Na	78	520	100	10000	5,2
K	2	13,33	100	1000	1,33
Ca	4	26,67	100	1000	2,67
Mg	15	100	100	1000	10
Jumlah					66,67

Table 10. Pembuatan larutan kerja standar campuran

Standar	M_2	V_2	M_1	V_1
1	0,20	100	10	2
2	0,40	100	10	4
3	0,60	100	10	6
4	0,80	100	10	8
5	1,00	100	100	1
6	2,50	100	100	2,5
7	5,00	100	100	5
8	7,50	100	100	7,5
9	10,00	100	100	10
10	12,50	100	100	12,5

4. Validasi Metode

a. Selektivitas

Selektivitas ditentukan dengan mengukur larutan standar logam Na tanpa dan campuran dengan persentase kadar Na, K, Mg, Ca dan Li secara berturut-turut adalah 78%, 2%, 15%, 4% dan 1%. Masing-masing larutan standar diukur secara replikat. Kemudian hitung konsentrasi terukur dengan memplotkan intensitas yang terukur ke kurva kalibrasi. Hitung rata-rata (*mean*) dan simpangan baku

(SD) konsentrasi terukur dari logam Na. Hitung perbedaan/selisih hasil pengukuran logam Na pada larutan tanpa dan campuran. Kemudian lakukan uji t dan F dari hasil pengukuran.

b. Linieritas

Penentuan linieritas dilakukan pengukuran 10 campuran larutan standar Na, K, Mg dan Ca atau multikation. Urutkan campuran larutan standar dari konsentrasi terendah sampai tertingi. Kemudian masing-masing campuran larutan standar dilakukan pengukuran sebanyak 3 kali. Catat intensitas hasil pengukuran masing-masing logam. Kemudian dibuat kurva hasil pengukuran larutan standar tersebut dan ditentukan koefisien regresi, kurva residual plot, kurva konsentrasi terhadap respon faktor.

c. Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan menganalisis larutan sampel yang sama pada hari yang sama. Larutan sampel dibagi menjadi 10 bagian. Masing-masing larutan sampel dianalisis sebanyak satu kali. Kosentrasi pengukuran dihitung dengan memplot intensitas hasil pengukuran ke kurva kalibrasi. Kemudian tentukan rata-rata (*mean*), simpangan baku (SD) dan persen relatif simpangan baku (%RSD) hasil pengukuran tersebut.

d. Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan menganalisis larutan standar campuran sebanyak 3 kali dengan 3 konsentrasi yang berbeda. Kemudian intensitas hasil

pengukuran diplot ke kurva kalibrasi. Kemudian dilakukan uji bias (*test error*) menggunakan uji t.

e. Limit Deteksi dan Limit Kuantifikasi

Penentuan limit deteksi dan limit kuantifikasi dilakukan dengan pengukuran larutan sampel konsentrasi kecil. Larutan ini dilakukan pengukuran sebanyak 10 kali pengulangan. Kemudian plot intensitas hasil pengukuran terhadap kurva kalibrasi. Hitung konsentrasi dan simpangan baku (SD) hasil pengukuran. Nilai limit deteksi sebesar 3 kali SD dan limit kuantifikasi sebesar 10 kali SD hasil pengukuran.