BAB III
METODOLOGI

3.1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer serapan atom (Agilent Technologies 200 Series AA), pipet volume iwaki 2;3;4;5;10;15;20 mL, pipet ukur iwaki 10;20 mL, spatula, *hotplate* Corning PC-620 D, tanur, desikator, labu ukur iwaki 50 dan 100 mL, corong gelas, neraca anlitik, lemari asam, botol semprot, krus porselen, gelas beaker iwaki 10 mL.

3.2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah asam nitrat pekat, asam nitrat (HNO_3) 0,5% dan 10%, asam klorida (HCl) 10%, asam klorida (HCl) 6N, asam klorida pekat, Ca Askorbat 10 %, KI 10%, NaOH 0,3%, $NaBH_4$ 0,5%, kertas saring, akuadem.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Penentuan kadar logam berat timbal

3.3.1.1. Pembuatan deret standar

Larutan induk timbal 1000 ppm dipipet 1 mL kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HCl 10% sampel tanda batas kemudian digojok hingga homogen. Larutan Pb 100 ppm diencerkan dalam labu ukur 100 mL menjadi konsentrasi 2 ppm; 4 ppm; 6 ppm; 8 ppm; dan 10 ppm.

3.3.1.2. Preparasi sampel obat dan suplemen

Sampel ditimbang 2,5 gram dalam krus porselen ditambahkan 3 mL $Mg(NO_3)_2$ 50%. Larutan dipanaskan dalam tanur dengan suhu 500ºC selama 3 jam. Larutan ditambahkan HCl 6 N dan disaring ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuadem sampai tanda batas.

3.3.1.3. Pengukuran konsentrasi logam timbal dalam sampel

Larutan standar yang telah dibuat kemudian diukur serapannya untuk blanko dan deret 2, 4, 6, 8, 10 ppm menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Pengukuran serapan standar dilakukan sampai linieritasnya sesuai yaitu >0,995, jika kurva kalibrasi sudah linier, dilanjutkan dengan pengukuran serapan untuk sampel.

3.3.2. Penentuan kadar logam kadar logam berat merkuri

3.3.2.1. Pembuatan deret standar

Larutan induk Hg 1000 ppm dipipet 1 mL kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HNO_3 10% sampel tanda batas kemudian digojok hingga homogen. Larutan Hg 10 ppm dipipet 1 mL dalam labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan menjadi konsentrasi 5; 10; 15; 20 ppb kedalam labu ukur 100 mL.

3.3.2.2. Preparasi sampel obat dan suplemen

Sampel ditimbang 0,5 gram dalam gelas beaker 10 mL kemudian ditambahkan HNO_3 pekat sebanyak 7 mL. Larutan dipanaskan dengan suhu 60ºC-100ºC selama 3 jam. Larutan dimasukan labu ukur 50 mL dan ditera dengan akuadem. Larutan didiamkan 24 jam dalam kulkas, larutan disaring dengan kertas saring.

3.3.2.3. Pembuatan reduktan

Larutan campuran (konsentrasi NaOH 0,3% b/v, $NaBH_4$ 0,5% b/v) dibuat dengan menimbang 0,6 gram NaOH dan 1 gram $NaBH_4$ kemudian dilarutkan dalam 200 mL akuadem dalam labu ukur 200 mL. Larutan disonifikasi selama 10 menit.

3.3.2.4. Pengukuran konsentrasi logam merkuri dalam sampel

Larutan standar yang telah dibuat dibuat diukur serapannya untuk blanko dan deret standar 5, 10, 15, 20 ppb menggunakan spektrofotometer serapan atom. Pengukuran serapan standar dilakukan sampai linieritasnya sesuai yaitu >0,995, jika kurva kalibrasi sudah linier, dilanjutkan dengan pengukuran serapan untuk sampel.

3.3.3. Penentuan Kadar Logam Arsen (As)

3.3.3.1. Pembuatan deret standar

Larutan induk As 1000 ppm dipipet 1 mL ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HCl 10% sampel tanda batas kemudian digojok hingga homogen. Larutan As 10 ppm dipipet 1 mL dalam labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan menjadi konsentrasi 5; 10; 15; 20 ppb kedalam labu ukur 100 mL.

3.3.3.2. Preparasi sampel obat dan suplemen

Sampel ditimbang 2,5 gram dalam krus porselen ditambahkan 3 mL $Mg(NO_3)_2$ 50%. Larutan dipanaskan dalam tanur dengan suhu 500ºC selama 3 jam. Larutan ditambahkan HCl 6 N dan disaring kedalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuadem sampai tanda batas. Sampel dipipet 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan HCl pekat 10 mL dan larutan campuran (KI 10% : Kalsium Askorbat 10% 1:1) 10 mL. Sampel didiamkan selama 45 menit kemudian ditera dengan akuadem hingga tanda batas.

3.3.3.3. Pembuatan reduktan

Larutan campuran (konsentrasi NaOH 0,5% b/v, $NaBH_4$ 1% b/v, KI 2%) dibuat dengan menimbang 1 gram NaOH, 2 gram $NaBH_4$, 4 gram KI kemudian dilarutkan dalam 200 mL akuadem dalam labu ukur 200 mL. Larutan disonifikasi selama 10 menit.

3.3.3.4. Pengukuran konsentrasi logam arsen dalam sampel

Larutan standar yang telah dibuat diukur serapannya untuk blanko dan deret standar 5, 10, 15, 20 ppb menggunakan spektrofotometer serapan atom. Pengukuran serapan standar dilakukan sampai linieritasnya sesuai yaitu >0,995, jika kurva kalibrasi sudah linier, dilanjutkan dengan pengukuran serapan untuk sampel.

3.3.4. Penentuan konsentrasi logam kadmium

3.3.4.1.Pembuatan deret standar

Larutan induk Cd 1000 ppm dipipet 1 mL kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HCl 10% sampel tanda batas kemudian digojok hingga homogen. Larutan Pb 100 ppm diencerkan dalam labu ukur 100 mL menjadi konsentrasi 2 ppm; 4 ppm; 6 ppm; 8 ppm; dan 10 ppm.

3.3.4.2.Preparasi sempel obat dan suplemen

Sampel ditimbang 2,5 gram dalam krus porselen ditambahkan 3 mL $Mg(NO_3)_2$ 50%. Larutan dipanaskan dalam tanur dengan suhu 500ºC selama 3 jam. Larutan ditambahkan HCl 6 N dan disaring kedalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuadem sampai tanda batas.

3.3.4.3. Pengukuran konsentrasi logam kadmium dalam sampel

Larutan standar yang telah dibuat kemudian diukur serapannya untuk blanko dan deret 2, 4, 6, 8, 10 ppm menggunakan spektrofotometer serapan atom. Pengukuran serapan standar dilakukan sampai linieritasnya sesuai yaitu >0,995, jika kurva kalibrasi sudah linier, dilanjutkan dengan pengukuran serapan untuk sampel.