

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis penelitian

Jenis penelitian ini yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian deskriptif dengan *metode EX post facto*. Karena dalam penelitian ini bertujuan untuk menggambarkan keadaan objek penelitian serta mendapatkan makna dari implikasi penelitian berdasarkan obyek penelitian. Penelitian ini dilakukan dengan pemeriksaan di labotarium dengan metode Spektrofotometerik serapan Atom (SSA) pada objek Air sungai dan tumbuhan eceng gondok.

3.2 Tempat dan waktu penelitian

3.2.1 Tempat penelitian

Tempat penelitian ini dilaksanakan pada 2 tempat yaitu tempat pengambilan sampel dan tempat pengumpulan data Sampel berupa air dan tumbuhan eceng gondok (*Eichornia crassipes*) yang diperoleh dari sungai yang ada tumbuhan dan sungai yang tidak ada tumbuhan di desa Grogol gede Kecamatan Mojoanyar kabupaten Mojokerto. Sedangkan pemeriksaan tersebut dilakukan di Balai Besar Labotarium Kesehatan Kota Surabaya. Tempat pengambilan sampel dapat dilihat pada gambar peta di bawah ini :

Keterangan



Gambar 3.1 Peta lokasi pengambilan sampel

3.2.2 Waktu penelitian

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Maret 2018 sampai dengan bulan Juli 2018 .

3.3 Subjek dan objek penelitian

Subjek penelitian adalah air sungai dan tumbuhan eceng gondok (*Eichhornia crassipes*), Tumbuhan Apu-Apu (*Pistia stratiotes*). Sedangkan objek penelitian adalah Logam berat Cd (Cadmium) dan Pb. (Timbal). Subjek yang diteliti air sungai dan Tumbuhan yang berasal dari Sungai Sadar Desa Grogol Gede Kecamatan Mojoanyar Kabupaten Mojokerto dari dua titik sungai yaitu dari Sungai Sadar. yang ada tumbuhan dan Sungai Sadar yang tidak ada Tumbuhan

3.4 Variabel penelitian dan Definisi operasional

3.4.1 Variabel Penelitian

Variabel Bebas dalam penelitian ini adalah kadar kandungan logam berat dan variabel Terikat berbagai tumbuhan air sungai

3.4.2 Definisi operasional variabel

Definisi operasional variabel dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. kadar kandungan Logam Berat Pada tumbuhan eceng gondok dalam penelitian ini adalah kadar kandungan logam berat yang diperoleh dari hasil pengujian logam berat dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom SSA. Mengacu pada PP Ri no 82 Tahun 200 tentang batas cemaran maksimum Logam berat pada Pangan
2. kadar kandungan logam Berat pada air sungai sadar Mojokerto

3.5 Prosedur Penelitian

Penelitian yang dilakukan terdiri dari beberapa tahap yaitu dimulai dengan tahap persiapan, kemudian dengan dilakukan pengujian logam berat Cd dan Pb menggunakan SSA

1 Pengambilan sampel/ Subjek

Subjek teliti air sungai yang diambil dimasukkan ke dalam botol plastik yang steril. tanaman eceng gondok di setiap lokasi dimasukkan ke dalam plastik, subjek teliti diperoleh dengan cara mengambil air sungai secara langsung yang ada tumbuhan, dan juga yang tidak ada tumbuhan. Subjek teliti dibawa ke laboratorium untuk dilakukan pengambilan data (*nondegradable*)

2. Persiapan uji SSA pada air Sungai

a. Pengambilan objek teliti air Sungai

Objek teliti air Sungai diambil dari Ada tanaman desa grogol gede tidak ada tumbuhan desa grogol gede

b. Kemudian dibawa ke Balai Riset Dan Standarisasi Industri Kota Surabaya

c. Untuk logam yang terlarut saring dengan saringan membran berpori 0,45 um dan diawetkan setelah itu siap diukur

d. Untuk uji Kadmium total menggunakan Langkah Langkah sebagai berikut:

- 1) Menghomogenkan air sungai dengan cara pipet 50 ml air sungai dan masukkan ke dalam gelas piala 100 ml
- 2) Menambahkan 5 ml HNO pekat ke dalam gelas piala , tutup dengan kaca arloji
- 3) Memanaskan perlahan perlahan sampai sisa volume 15 ml sampai 20 ml
- 4) Jika destruksi belum sempurna tidak jenuh , maka tambahkan lagi 5 ml HNO Pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji dan dipanaskan lagi. Lakukan proses ini secara berulang ulang sampai logam larut, yang terlihat warna Endapan dalam contoh uji menjadi agak putih
- 5) Membilas kaca arloji dan masukkan air bilasnya ke dalam gelas piala
- 6) Memindahkan air tersebut ke dalam labu ukur 50 ml (saring bila perlu) dan tambahkan aquades sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan
- 7) Setelah homogeny, siap diukur serapanya dengan menggunakan SSA

1. Pemeriksaan Logam berat cd pada Air sungai

Prosedur pengujian Logam berat Cd sesuai dengan petunjuk Standar Nasional Indonesia (SNI) Tentang cara Uji Kadmium (Cd) pada air dan limbah secara spektrofotometri Atom (SSA) Adalah sebagai berikut :

a. Pembuatan larutan induk logam Kadmium 100 mg Cd /l

- 1) Menimbang + 0,100 g logam kadmium, masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan 4 ml HNO pekat sampai larut
- 2) Menambahkan 8 ml HNO pekat dan aquades hingga tepat tanda tera dan homogenkan
- 3) Menghitung kadar kadmium berdasarkan hasil pertimbangan

b. Pembuatan larutan baku logam Kadmium 10 mg Cd /l

- 1) Mengambil dengan pipet 10 ml larutan induk 100 mg Cd /l, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml
- 2) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan

c. Pembuatan larutan kerja logam kadmium (Cd)

Membuat deretan larutan kerja dengan satu blanko dan minimal Tiga kadar yang berbeda beda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran

d. Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut :

- 1) mengoperasikan alat dan mengoptimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran kadmium
- 2) mengaspirasikan larutan blanko ke dalam SSA nyala kemudian atur serapanya hingga nol
- 3) mengaspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA nyala lalu ukur serapanya pada panjang gelombang 228,8 nm kemudian catat
- 4) melakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer
- 5) membuat kurva kalibrasi dari data ke 3 di atas dan tentukan persamaan garis lurusnya
- 6) Jika koefisien korelasi regresi linier $(r) < 0,995$ periksa kondisi alat dan ulangi langkah nomor 2 sampai nomor 3 hingga diperoleh nilai koefisien $r > 0,995$

e. Cara uji /pengukuran

Uji kadar kadmium dengan tahapan sebagai berikut :

- 1) Mengaspirasikan contoh uji ke dalam SSA nyala dan ukur serapanya pada panjang gelombang 228,8 nm bila diperlukan lakukan pengenceran
- 2) Mencatat hasil pengukuran

f. Perhitungan

Kadar logam kadmium (Cd) dihitung dengan cara sebagai berikut :

$$Cd \text{ (mg /l)} = C \times fp$$

Keterangan :

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

Fp = factor pengenceran

3 **Pemeriksaan logam berat pb pada air sungai**

Prosedur pengujian Logam berat Pb sesuai dengan petunjuk Standar Nasional Indonesia (SNI) Tentang cara Uji Kadmium (Pb) pada air dan limbah secara spektrofotometri Atom (SSA) Adalah sebagai berikut :

A. Pembuatan larutan induk logam 100 mg Pb / l

- 1) Menimbang + 0,100 g logam timbal, masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan 4 ml HNO pekat sampai larut
- 2) Menambahkan 8 ml HNO pekat dan aquades hingga tepat tanda tera dan homogenkan
- 3) Menghitung kadar timbal berdasarkan hasil pertimbangan

B. Pembuatan larutan baku logam timbal 10 mg Pb / l

- 1) Mengambil dengan pipet 10 ml larutan induk 100 mg Pb / l, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml
- 2) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan

C. Pembuatan larutan kerja Timbal (Pb)

Membuat deretan larutan kerja dengan satu blanko dan minimal Tiga kadar yang berbeda beda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran

4 **Pembacaan kurva kalibrasi pada AAS/SSA**

- 1) Menyiapkan larutan standar kerja Cd masing masing minimal lima titik konsentrasi
- 2) Membaca larutan standar kerja pada alat spektrofotometer pada panjang gelombang 228,8 nm

5 **Perhitungan**

Kadar logam timbal (Pb) dihitung dengan cara sebagai berikut :

$$\text{Konsentrasi Pb ug /g} = (D-E) \times fp \times v$$

Keterangan :

D : Konsentrasi ug /l dari hasil pembacaan AAS /SSA

E : Konsentrasi blanko ug /l dari hasil pembacaan AAS /SSA

Fp : factor pengenceran

V : volume akhir larutan yang disiapkan (ml), harus diubah ke dalam satuan liter

3.6 Teknik pengumpulan data dan instrumen penelitian

3.6.1 Teknik pengumpulan data

Pengumpulan data bertujuan untuk mendapatkan data data yang diperlukan untuk keperluan penelitian . Data data yang diambil dengan cara menggambarkan keadaan lingkungan Sungai Desa Grogol Gede Kecamatan Mojoanyar kabupaten mojokerto dan menguji kandungan logam berat Cd dan Pb pada sungai

Untuk mendapatkan data tersebut penulis :

1. Mengunjungi dan mengobservasi Sungai Desa Grogol Gede Kecamatan Mojoanyar Kabupaten mojokerto untuk melakukan penelitian
2. Mengambil subjek air sungai dari dua titik sungai yaitu dari Sungai sadar yang ada tanamannya dan Sungai sadar yng tidak ada tanamannya . Subjek teliti air sungai yang diambil dimasukkan ke dalam botol plastik yang steril . tanaman eceng gondok di setiap lokasi dimasukkan ke dalam plastik , subjek teliti diperoleh dengan cara mengambil air sungai secara langsung yang ada tanamannya , dan juga yang tidak ada tanamannya.
3. Pemeriksaan logam berat Cd dan Pb pada subjek teliti air laut di labotarium menggunakan SSA

3.6.2 Instrumen penelitian

1. Alat – Alat Penelitian Uji kadmium (Cd) dan timbal (Pb) pada air sungai
Alat alat yang digunakan adalah :
 - a. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
 - b. lampu katoda (Hollow cathode lamp,HCL)
 - c. gelas piala 100 ml dan 250 ml
 - d. Corong gelas

- e. Kaca arloji
- f. Pemanas listrik
- g. Timbangan analitik
- h. Labu semprot
- i. Botol plastik

2. Bahan - bahan penelitian

Bahan – bahan penelitian Uji kadmium (Cd) dan timbal (Pb) pada air.

Bahan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- a. air sungai
- b. asam nitrat (HNO₃) Pekat
- c. logam kadmium
- d. logam timbal
- e. Larutan pencuci (HNO₃) 5%
- f. Larutan pengencer (HNO₃) 5%

3.6.3 Pemeriksaan logam berat Cd dan Pb

Pemeriksaan logam berat Cd dan Pb menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

3.7. Teknik analisis data

Data hasil penelitian dianalisis secara deskriptif dengan membandingkan terhadap tabel PP ri no 82 Tahun 2001 sedangkan tanaman penelitian dianalisis secara deskriptif dengan membandingkan terhadap tabel SNI 7387 tahun 2009 .sbb :

Tabel pemetapan kategori hasil

No	Jenis Logam	Kadar maksimum dalam Air
1	Cd	0,01
2	Pb	0,03

Tabel pemetapan kategori hasil

No	Jenis logam	Kadar maksimum dalam Tumbuhan
1	Cd	0,01
2	Pb	0,05