

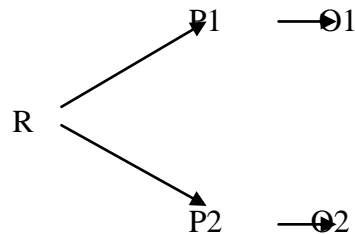
## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah observasional analitik yaitu untuk mengetahui ada tidaknya kandungan timbal (Pb) pada buah anggur yang di jual di pinggir jalanpada pagi hari sampai sore hari.

Rancangan penelitian sebagai berikut :



R : Replikasi sampel

P1 :Perlakuan pertama (pagihari)

O1 :Observasi kadar timbal (Pb)

P2 : Perlakuan kedua (sore hari)

O2 :Observasi kadar timbal (Pb)

#### 3.2 Populasi dan Sampel Penelitian

##### 3.2.1 Populasi

Populasi ini adalah pedagang anggur di daerah ampel surabaya dengan total populasi sebanyak 6 orang pedagang.

### **3.2.2 Sampel Penelitian**

Sampel penelitian adalah buah anggur yang di peroleh dari pedagang di daerah ampel surabaya yang berjumlah 12 sampel yang diambil secara random/acak.

### **3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian**

#### **3.3.1 Lokasi Penelitian**

Pengambilan sampel dilakukan di daerah Ampel Surabaya sedangkan pemeriksaan dilakukan di Balai Besar Laboratorium Kesehatan yang terletak di Jalan Karang menjangan no 18 Kelurahan Airlangga Kecamatan Gubeng Kota Surabaya Jawa Timur.

#### **3.3.2 Waktu penelitian**

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Desember 2016 sampai bulan Juli 2017, sedangkan pemeriksaan dilaksanakan pada bulan Juni 2017.

### **3.4 Variabel Penelitian dan Definisi Operasional**

#### **3.4.1 Variabel Penelitian**

Kadar timbal (Pb) pada buah anggur yang di jual di pinggir jalan berdasarkan waktu pemaparan di daerah ampel Surabaya

#### **3.4.2 Definisi Operasional**

1. Sampel adalah buah anggur yang diambil pada pagi hari dan sore hari.
  - a. Pagi : dari jam 07.00 – 08.00
  - b. Sore : dari jam 16.00 – 17.00

2. kadar timbal (Pb) adalah besarnya kandungan timbal (Pb) pada buah anggur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dinyatakan dalam satuan ppm

### **3.5 Metode Pengumpulan Data**

#### **3.5.1 Prinsip**

Setelah melalui tahapan penghalusan dan penimbangan, sampel diasamkan kemudian di *dekstruksi* dalam *oil bath* hingga terjadi pemecahan sampel, logam Pb akan lepas dari sampel dan diikat oleh asam menjadi senyawa Pb. Selanjutnya senyawa dikisatkan atau diuapkan sehingga Pb ion yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom Pb akan mengabsorpsi radiasi cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda atau *hallow cathode lamp* yang mengandung unsur yang ditentukan.

#### **3.5.2 Alat dan bahan pemeriksaan**

##### 1. Alat

1. Spektrofotometer serapan atom
2. Blender
3. Microwave
4. Neraca analitik
5. Vakum corong buchner
6. Pipet volume
7. Kertas saring

8. Alat-alat gelas

9. Pipet pasteur

## 2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah Buah Anggur yang dijual di pinggir jalan berdasarkan waktu pemaparan di daerah ampel Surabaya.

### 3. Reagen Pemeriksaan

- a. Larutan stock standart Timbal (Pb) 1000 ppm
- b. Larutan bebas Timbal (Pb)/ Aquademinerasi
- c. Larutan standart Timbal (Pb) 100 ppm
- d. Larutan  $HNO_3$  Pekat
- e. Larutan  $H_2SO_4$  Pekat
- f. Larutan perklorat pekat
- g. Larutan reagen campur  $NHO_3$  dan perklorat 5 : 3

1) Disiapkan wadah gelas bersih dan kering

2) Dipipet 50 ml larutan  $HNO_3$  pekat

3) Dipipet 20 ml larutan perklorat pekat

4) Dicampur merata secara perlahan

5) Disimpan dalam botol coklat

6) Larutan reagen siap campur siap digunakan

h. .Larutan standart spike / campuran Timbal (Pb) 1 ppm

1) Disiapkan labu ukur 100 ml bersih dan kering

2) Dipipet 1 ml larutan standart Timbal (Pb) 100 ppm

3) Dimasukan kedalam labu ukur

- 4) Ditambahkan aquades sampai 100 ml
- 5) Dicampur sampai merata
- 6) Larutan standart spike Timbal (Pb) 1 ppm siap digunakan

### **3.5.3 Prosedur pemeriksaan**

Penelitian ini dilaksanakan dalam tiga tahap yaitu tahap pengambilan sampel, selanjutnya tahap destruksi sampel dan tahap terakhir penentuan kadar timbal dalam sampel.

#### **3.5.3.1 Deskripsi Pengambilan Sampel**

Pengambilan sampel terdiri dari enam pedagang anggur yang berbeda yang terdapat di daerah ampel surabaya karena tempat ini merupakan lokasi yang ramai dilalui oleh kendaraan bermotor.

#### **3.5.3.2 Proses penimbangan sampel**

- a) Disiapkan tabung Neissler bersih dan kering
- b) Diletakan tabung Neissler di atas timbangan dan nol kan
- c) Dimasukan sampel  $\pm$  4-6 gr kedalam tabung Neissler kemudian ditimbang
- d) Catat hasil penimbangan

#### **3.5.3.3 Destruksi sampel**

- a) Ditambahkan larutan 2m H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat kedalam masing-masing tabung Neissler yang berisi sampel
- b) Ditambahkan 5 ml reagen campuran 5 : 2 (HNO<sub>3</sub> pekat 5 ml + 2 ml peklorat pekat) kedalam masing-masing tabung
- c) Diampur dengan cara mengkocok tabung secara perlahan sehingga sampel terendam

- d) Kemudian diinkubasi sampel pada suhu kamar selama 24 jam
- e) Setelah itu disiapkan oil bath sehingga mencapai temperatur 80 °C
- f) Dibiarkan hingga larutan sampel menjadi jernih (dekstruksi sempurna).  
Selama dekstruksi berlangsung, diawasi larutan jangan sampai mengering. Jika selama dekstruksi larutan masih keruh maka kedalam larutan tersebut ditambahkan 2 ml reagen spike kemudian di dekstruksi kembali sampai larutan jernih.
- g) Setelah dekstruksi sempurna, sampel dikeluarkan dari oil bath.
- h) Didiamkan pada temperatur kamar hingga dingin.

#### **3.5.3.4 Proses persiapan sampel**

- a) Tambahkan 5 ml larutan standart spike 1 ppm kedalam masing-masing tabung yang berisi larutan sampel telah jernih dan dingin.
- b) Kemudian tambahkan aquadest sampai 50 ml (tanda batas).
- c) Campur hingga homogen dengan menggunakan vortex.
- d) Diamkan pada temperatur kamar sampai larutan kembali jernih.
- e) Larutan sampel siap dianalisa menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (SSA) (BBLK, 2017).

**3.5.4 Data pengukuran kadar logam pb dalam buah anggur yang Dijual  
Dipinggir jalan Ampel surabaya di pagi hari sampai sore hari**

Kode sampel	Kadar timbal (Pb) pada buah anggur berdasarkan waktu paparan dalam satuan ppm	
	Pagi	Sore
1		
2		
3		
4		
5		
6		
<b>Jumlah</b>		
<b>Rata-rata</b>		
<b>SD</b>		

**3.6 Teknik Analisis Data**

Setelahdi peroleh data dalam bentuk tabel, data kemudian dianalisis dengan uji T bebas untuk mengetahui kadar kandungan timbal (Pb) pada buah anggur pagi dan sore hari dengan taraf signifikan  $\alpha$  0,05 (Sudjana, 1989)