

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini menggunakan Observasional Analitik yaitu untuk menentukan kadar Besi (Fe) pada limbah pabrik tahu di sungai Tambangboyo Kota Surabaya.

3.2 Populasi dan Sampel

3.2.1 Populasi

Populasi untuk bahan penelitian adalah semua air limbah di sungai Tambangboyo Kota Surabaya sejumlah 15 titik yaitu titik A; B; C; D; E; F; G; H; I; J; K; L; M; N; O; P.

3.2.2 Sampel

Sampel penelitian adalah air limbah yang ada di sungai Tambangboyo Kota Surabaya, pengambilan sampel 15 titik sampel air sungai yang di ambil secara random dilakukan 2 (dua) perlakuan dengan jumlah 30 sampel.

3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian

3.3.1 Lokasi pengambilan dan penelitian sampel

- a. Pengambilan sampel dilakukan di limbah sungai Tambangboyo Kota Surabaya
- b. Pemeriksaan sampel dilakukan di BARISTAND (Balai Riset dan Standarisasi Industri) di Surabaya

3.3.2 Waktu Penelitian

Waktu Penelitian dilaksanakan selama enam bulan yaitu dari bulan Desember sampai dengan bulan Juni tahun 2019. Waktu penelitian dilakukan pada bulan Februari 2019

3.4 Variabel Penelitian dan Definisi Operasional Variabel

3.4.1 Variabel Penelitian

Kadar besi (Fe) % pada limbah pabrik di sungai Tambangboyo Kota Surabaya

3.4.2 Definisi Operasional Variabel

Kesesuaian jumlah kadar besi (Fe) pada limbah pabrik tahu di sungai Tambangboyo Kota Surabaya yang dibedakan dengan membandingkan pada batas maksimal berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan No. 416/Menkes/Per/IX/1990 tentang Syarat-syarat Dan Pengawasan Kualitas Air.

Memenuhi Syarat (MS) : Jika kadar Fe \leq 1.0 mg/L

Tidak Memenuhi Syarat (TMS) : Jika kadar Fe \geq 1.0 mg/L

3.5 Metode Pengumpulan Data

Data sampel air penelitian ini di kumpulkan dengan observasi atau pengamatan melalui uji Laboratorium.

3.5.1 Penentuan titik sampel air sungai

Sebelum pengambilan sampel air sungai terlebih dahulu dilakukan penentuan titik sampel air berdasarkan metode “*sampling purposive*” yaitu tata cara pengambilan titik sampel air berdasarkan adanya beberapa pertimbangan yang dilakukan oleh peneliti. Adapun pertimbangan peneliti adalah pertimbangan sumber kegiatan yang diduga memberikan beban pencemaran (Qurrotul, 2018).

Pengambilan sampel dilakukan di daerah sebelum ada kegiatan yang memberikan beban pencemaran yaitu 15 titik dengan jarak 5 m. Pengambilan sampel tepat di daerah buangan air limbah dengan jarak 0 m untuk titik A, sesudah pembuangan limbah cair dengan jarak 5 meter untuk sampel B dan titik C; D; E; F; G; H; I; J; K; L; M; N; O; P; masing- masing dengan jarak 5 meter, pengambilan sampel dipinggir sungai yang didasarkan pada jarak dekat dengan pabrik tahu yang diduga memberikan kontribusi pada terjadinya pencemaran dan pengambilan sampel tepat pada perubahan warna dengan jarak 10 m dimana titik ini didasarkan pada pertimbangan bahwa daerah buangan limbah dan di tengah akan membawa dampak di daerah tersebut.

3.5.2 Prinsip Pemeriksaan

Analit logam besi dalam nyala udara asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

3.5.3 Alat dan Bahan

A. Alat – alat pemeriksaan

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala; Lampu katoda berongga (*Hallow Cathode Lamp*, HCL) besi; Gelas piala 100 mL dan 250 mL; Pipet volumetrik 10,0 mL dan 50,0 mL; Labu ukur 50,0 mL; 100,0 mL dan 1000,0 mL; Erlenmeyer 100 mL; Corong gelas; Kaca arloji; Pemanas listrik; Seperangkat alat saring vakum; Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ; Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan; Labu semprot (SOP (Standart Oprasional Prosedure) sumber : SNI 6989.4 : 2009).

B. Bahan-bahan pereaksi

- a) Air bebas mineral
- b) Asam nitrat (HNO_3) pekat
- c) Larutan standart logam besi (Fe)
- d) Gas asetilen C_2H_2 dengan tekanan minimum 100 psi
- e) Larutan pengencer HNO_3 0,05 M
- f) Larutan 3,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala
- g) Larutan pencuci HNO_3 5% (v/v).
- h) 50 mL asam nitrat pekat
- i) Larutan kalsium
- j) Kalsium karbonat (CaCO_3)
- k) Udara tekan

(SOP (Standart Oprasional Prosedure) sumber : SNI 6989.4 : 2009).

3.5.4 Prosedur Pemeriksaan

A. Teknik Pengambilan Sampel Air

1. Menyiapkan semua alat yaitu wadah air yang terbuat dari botol plastik dengan volume 600 ml.
2. Sebelum pengambilan sampel wadah air dibilas ± 3 kali dengan sampel yang akan diisi.
3. Pengambilan sampel air dilakukan dalam satu hari sebanyak 15 sampel di ambil dari sungai Tambangboyo Kota Surabaya.
4. Wadah di tutup rapat (SOP (Standart Oprasional Prosedure) sumber : SNI 6989.4 : 2009).

3.5.5 Pengawetan contoh uji

3.5.5.1 Persiapan contoh uji besi terlarut

- a) Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori $0,45 \mu\text{m}$ dan diawetkan.
- b) Contoh uji siap diukur.

3.5.5.2 Persiapan contoh uji besi total

Siapkan contoh uji untuk pengujian besi total dengan tahapan sebagai berikut :

- a) Homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL dontoh uji ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- b) Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;
- c) Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15-20 mL;

- d) Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
- e) Bilas kaca arloji dan masukkan air biasanya ke dalam gelas piala;
- f) Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan homogenkan;
- a. **CATATAN** Tambahkan *matrix modifier* (larutan kalium) dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.
- g) Contoh uji siap diukur serapannya.

3.5.6 Pembuatan larutan induk logam besi 100 mg Fe/L

- a) Timbang $\pm 0,100$ g logam besi, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL;
- b) Tambahkan campuran 10 mL HCl (1+1) dan 3 mL HNO_3 pekat sampai larut (≈ 100 mg Fe/L)
- c) Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera;
- d) Hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Fe/L siap pakai (SOP (Standart Oprasional Prosedure) sumber : SNI 6989.4 : 2009).

3.5.7 Pembuatan larutan baku logam besi 10 mg Fe/L

- a) Pipet 10,0 mL larutan induk logam besi 100 mg Fe/L. Masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- b) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.8 Pembuatan larutan kerja logam besi

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.5.9 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

3.5.9.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut :

- a) Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran besi;

CATATAN 1 Salah satu acara optimasi alat dengan uji sensitifitas.

CATATAN 2 Tambahkan *matrix modifier* (larutan kalium) dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.

- b) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol;
- c) Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 248,3 nm, kemudian catat;
- d) Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer;
- e) Buat kurva kalibrasi dari data butir 3.5.9.1.c) diatas dan tentukan persamaan garis lurusnya;

- f) Jika koefisien regresi linier (r) < dari 0,995. Periksa kondisi alat dan ulangi langkah butih 3.5.9.1.b) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.5.9.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar besi dengan tahapan sebagai berikut :

- a) Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 248,3 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran;

CATATAN 1 Bila hasil pengukuran untuk besi terlarut diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.5.1.

CATATAN 2 Bila hasil pengukuran untuk besi total diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.5.2.

- b) Catat hasil pengukuran (Sumber : SNI 6989.4 : 2009).



3.6 Tabulasi data

Data pemeriksaan kadar besi dalam air sungai Tambangboyo Kota Surabaya di peroleh dengan uji laboratorium dan ditabulasikan sesuai tabel sebagai berikut :

Tabel 3.1 Contoh tabel Hasil Pemeriksaan Laboratorium Kadar Besi (Fe) pada Limbah Pabrik di Sungai Tambangboyo Kota Surabaya

No.	Sampel	Kadar Besi (Fe) pada limbah pabrik di sungai Tambangboyo Kota Surabaya (mg/L)	Keterangan
1.	Titik A1		
2.	Titik A2		
3.	Titik B1		
4.	Titik B2		
5.	Titik C1		
6.	Titik C2		
7.	Titik D1		
8.	Titik D2		
9.	Titik E1		
10.	Titik E2		
11.	Titik F1		
12.	Titik F2		
13.	Titik G1		
14.	Titik G2		
15.	Titik H1		
16.	Titik H2		
17.	Titik I1		
18.	Titik I2		
19.	Titik J1		
20.	Titik J2		
21.	Titik K1		
22.	Titik K2		
23.	Titik L1		
24.	Titik L2		
25.	Titik M1		
26.	Titik M2		
27.	Titik O1		
28.	Titik O2		
29.	Titik P1		
30.	Titik P2		
Jumlah			
Rata-rata			
SD			

SOP (Standart Oprasional Prosedure) sumber : SNI 6989.4 : 2009

Perhitungan

Kadar logam besi (Fe)

$$\text{Fe (mg/L)} = C \times fp$$

Keterangan :

C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L);

Fp adalah faktor pengenceran.

Kadar maksimal kandungan Fe pada air sungai, menurut persyaratan yang diatur dalam Peraturan Menteri Kesehatan No. 416/Menkes/Per/IX/1990, maksimal 1,0 mg per liter.

3.7 Metode Analisa Data

Data yang diperoleh di tabulasikan dan dianalisa secara deskriptif yaitu menghitung prosentasi sampel yang memenuhi dan tidak memenuhi syarat Peraturan Menteri Kesehatan No. 416/Menkes/Per/IX/1990 dengan menggunakan rumus prosentase (Qurrotul, 2018) :

$$P = \frac{F}{N} \times 100 \%$$

Keterangan :

P = Prosentase (%) sampel (Memenuhi Syarat dan Tidak Memenuhi Syarat Permenkes)

F = Jumlah (Σ) sampel (Memenuhi Syarat dan Tidak Memenuhi Syarat Permenkes)

N = Jumlah (Σ) sampel yang di periksa