

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan bulan Agustus 2011 di Laboratorium Kimia Analitik dan Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung dan Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom, neraca analitik, botol sampel, *eckman grab sampler*, kertas saring, pH meter, mortar dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel sedimen, HNO₃ pekat, HNO₃ 1 N, Co(NO₃)₂ 6 H₂O, Pb(NO₃)₂, dan akuades.

C. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan

a. Larutan HNO_3 1 N

Sebanyak 31,25 mL HNO_3 pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

b. Larutan induk Pb 1000 ppm

Sebanyak 0,1599 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

c. Larutan induk Co 1000 ppm

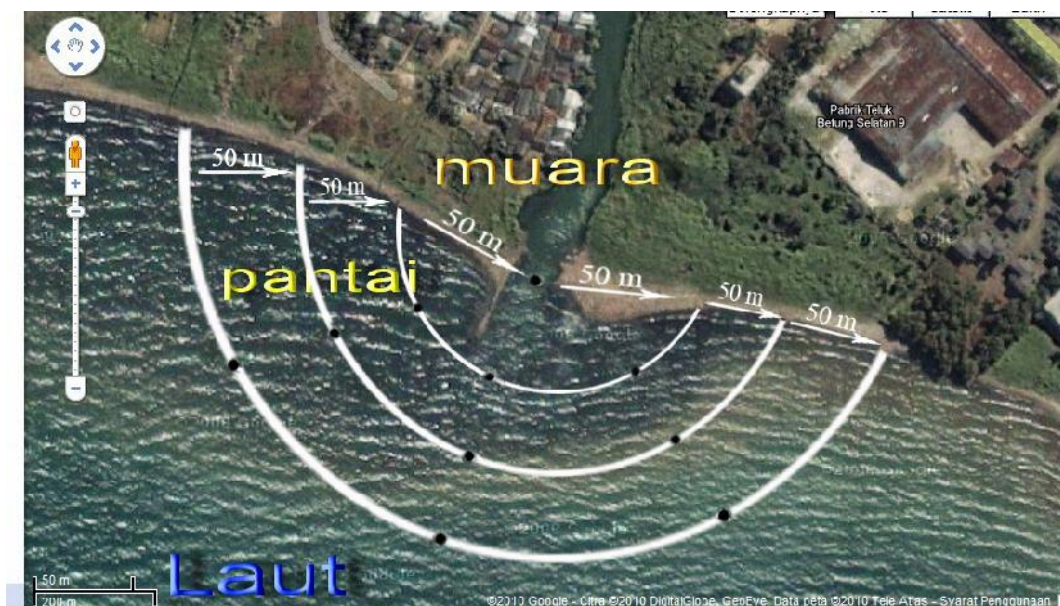
Sebanyak 0,3886 gram $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

2. Metode Pengambilan Sampel

a. Persiapan Pengambilan Sampel

Sebelum melakukan pengambilan sampel, semua wadah dicuci dengan sabun dan dibilas merata dengan air sampai busanya habis, kemudian direndam dengan HNO_3 1 N selama 24 jam untuk menghilangkan kontaminasi logam yang menempel dalam wadah sampel. Proses pengeringan dan penyimpanan dilakukan dalam keadaan tertutup sampai digunakan (Sulistiani, 2009).

b. Lokasi Pengambilan Sampel



Gambar 6. Lokasi Pengambilan Sampel

Sampel sedimen diambil di bagian muara sungai dan pesisir pantai Way Kuala pada 10 titik dengan pengulangan empat kali. Sedimen diambil dengan menggunakan *eckman grab sampler*, kemudian dimasukkan ke dalam botol sampel.

3. Preparasi Sampel

a. Preparasi Sampel untuk Penentuan Kadar Logam Co

Sedimen basah dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C hingga diperoleh berat konstan. Ditimbang dengan teliti 20 g sedimen kering kemudian digerus.

Sedimen yang telah digerus dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan 50 mL HNO₃ pekat sampai pH berkisar antara 2-3 dan digoyangkan selama 30 menit, kemudian didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Setelah

didiamkan selama 3 jam, ditambahkan 100 mL akuades kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Sisa sedimen pada kertas saring dicuci dengan 10 mL akuades sebanyak empat kali pengulangan. Filtrat yang dihasilkan kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan kadar logam Co.

b. Preparasi Sampel untuk Penentuan Kadar Logam Pb

Sedimen basah dikeringkan dalam oven 110 °C hingga diperoleh berat konstan ditimbang dengan teliti 20 g sedimen kering kemudian digerus. Sedimen yang telah digerus dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan 50 ml HNO₃ sampai pH berkisar antara 2-3 dan digoyangkan selama 30 menit, kemudian didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Setelah didiamkan selama 3 jam, ditambahkan 100 mL akuades kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Sisa sedimen pada kertas saring dicuci dengan 10 mL akuades sebanyak empat kali pengulangan. Filtrat yang dihasilkan kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan kadar logam Pb.

D. Penentuan Konsentrasi Pb dan Co pada Sedimen dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Kurva kalibrasi dibuat dari larutan standar, dengan konsentrasi standar Co yaitu 0; 1,25; 2,5; 5; 7,5 dan 10 ppm. Konsentrasi standar Pb yaitu 0, 1, 2, 4, 8, dan 10 ppm. Masing-masing konsentrasi standar, serapannya diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada kondisi optimum yang didapat dari manual alat. Dari grafik kurva standar terdapat korelasi antara konsentrasi (x) dengan

absorbansi (y). Dengan menggunakan persamaan regresi linier maka konsentrasi dari sampel dapat diketahui:

$$y = a+bx$$

Keterangan :

y : Absorbansi Sampel

b : *Slope*

x : Konsentrasi sampel

a : *Intersep*

Setelah konsentrasi pengukuran diketahui, maka konsentrasi sebenarnya dari Pb dan Co dalam sampel kering dapat ditentukan dengan persamaan berikut

(Siaka, 2008) :

$$M = \frac{C.V.F}{B}$$

Keterangan :

M : Konsentrasi logam dalam sampel (mg/kg)

C : konsentrasi yang diperoleh dari kurva kalibrasi (mg/L)

V : Volume larutan sampel (L)

B : Bobot sampel (kg)

F : Faktor Pengenceran

E. Validasi Metode

Penelitian mengenai Kajian Sebaran Logam Berat Pb dan Co pada sedimen di Muara Sungai Way Kuala Bandar Lampung menggunakan 3 validasi metode yaitu limit deteksi, presisi dan kecermatan.

a. Presisi (ketelitian)

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 4 kali pengulangan. Dari nilai absorbansi tersebut kemudian ditentukan nilai konsentrasi (menggunakan kurva kalibrasi), lalu nilai simpangan baku (SD) dan koefisien variasi (KV) dapat ditentukan. Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan koefisien variasi (KV) $< 5\%$.

b. Linearitas

Linieritas dinyatakan sebagai koefisien korelasi antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansi yang dihasilkan yang merupakan suatu garis lurus. Metode analisis yang menggambarkan kemampuan suatu alat untuk memperoleh hasil pengujian yang sebanding dengan kadar analitik alat dalam sampel uji pada rentang konsentrasi tertentu.