

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan bulan Agustus 2011 di laboratorium Kimia Analitik 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 (SSA), *eckmen grab* Wildco Wildlife Supply Company, [®] *orbital shaker* gallenhamp[®], neraca analitik, botol sampel, kertas saring, pH-meter, termometer, mortar dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel sedimen, HCl pekat, HNO₃ pekat, HNO₃ 1 N, CrCl₃ · 6 H₂O , Cd(NO₃)₂·4H₂O dan akuades.

C. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan

- a. Larutan HNO₃ 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 Cr 1000 ppm.

Sebanyak 0,5124 gram $\text{CrCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

c. Larutan induk Cd 1000 ppm

Sebanyak 0,2744 gram $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2. Metode Pengambilan Sampel

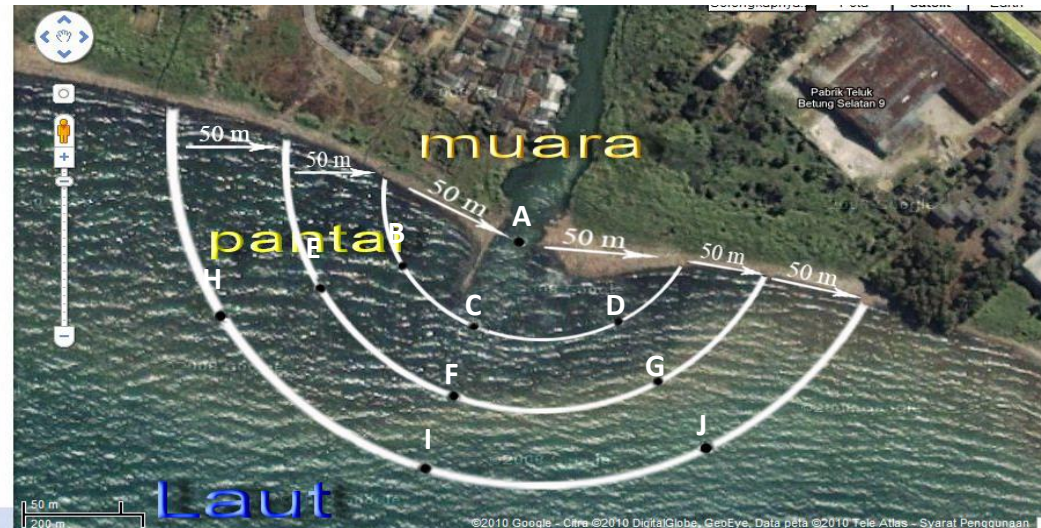
a. Persiapan Pengambilan Sampel

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

b. Titik Pengambilan Sampel

Metode pengambilan sampel sedimen dilakukan dengan *stratified sampling*, yaitu proses pengambilan sampel yang dilakukan pada titik-titik yang telah ditentukan secara terstruktur di daerah Pesisir Pantai Way Kuala. Titik sampling yaitu dilakukan berdasarkan letak geografi dan titik koordinat muara sungai dan pesisir pantai Way Kuala. Proses pengambilan sampel

sedimen diambil hingga kedalaman kurang dari 10-15 meter. Pengambilan sampel sedimen di setiap titik dilakukan pengulangan masing-masing 4 kali. Berikut ini adalah gambar titik pengambilan sampel sedimen.



Gambar 6. Titik Pengambilan Sampel

Tabel 5. Penentuan Titik Koordinat dan Letak Geografi Titik Pengambilan Sampel.

Titik Pengambilan Sampel	Lintang Selatan	Bujur Timur
A	5°27'0.68"S	105°18'4.97"E
B	5°27'1.07"S	105°18'5.07"E
C	5°27'1.47"S	105°18'2.66"E
D	5°27'1.96"S	105°18'1.11"E
E	5°27'1.44"S	105°18'4.66"E
F	5°27'2.88"S	105°18'3.98"E
G	5°27'4.33"S	105°18'3.29"E
H	5°27'1.45"S	105°18'5.26"E
I	5°27'2.97"S	105°18'5.85"E
J	5°27'4.49"S	105°18'6.43"E

Keterangan : X° = Titik Koordinat berdasarkan derajat

Y' = Waktu dalam satuan menit

Z'' = Waktu dalam satuan detik

(google earth, 2011).

Proses pengambilan sampel menggunakan alat *Eckmen Grab Wildco Wildlife Supply Company* dilakukan sebanyak 2 kali, yaitu pada minggu kedua di bulan Maret dan minggu ketiga di bulan Mei. Pada saat pengambilan sampel, kondisi iklim di kota Bandar Lampung sedang mengalami musim hujan. Secara umum, iklim merupakan faktor yang berpengaruh terhadap konsentrasi logam berat dalam suatu badan perairan. Kandungan logam berat pada sedimen umumnya tinggi pada musim kemarau dan rendah pada musim penghujan. Tingginya kadar logam berat dalam sedimen pada musim penghujan disebabkan oleh tingginya proses erosi pada permukaan tanah yang terbawa ke dalam badan sungai, sehingga sedimen dalam sungai yang diduga mengandung logam berat akan terbawa oleh arus sungai menuju muara dan pesisir pantai dan pada akhirnya terjadi proses sedimentasi.

3. Preparasi Sampel

Pada penelitian ini, sampel sedimen diambil dengan menggunakan *Eckmen Grab Wildco Wildlife Supply Company* yang terbuat dari *stainless steel*.



Gambar 7. *Eckmen Grab* Wildco Wildlife Supply Company

Selanjutnya sampel ditempatkan ke dalam plastik transparan, sehingga tidak akan terkontaminasi dengan senyawa lain. Sampel sedimen yang telah disiapkan kemudian dikeringkan dalam 2 tahap, yaitu tahap pengeringan di bawah sinar matahari langsung selama 6 jam dan tahap kedua dengan menggunakan oven pada temperatur 120 °C selama 4 jam. Kedua tahap proses pengeringan tersebut dilakukan karena sampel sedimen yang didapatkan banyak mengandung air sehingga dengan 2 tahap pengeringan akan lebih cepat diperoleh sedimen kering. Sampel sedimen yang telah kering selanjutnya dihaluskan kemudian diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 125 mesh. Sampel sedimen yang telah dihaluskan akan memudahkan proses peleburan (*leaching*).

a. Preparasi Sampel Untuk Menentukan Kadar Logam Cd

Sedimen basah dikeringkan dalam oven 120 °C hingga diperoleh berat konstan. Sedimen kering dihaluskan dan disaring dengan ukuran pori 125 mesh, kemudian ditimbang dengan teliti 20 g. Sedimen yang telah disaring

dimasukkan ke dalam elemeyer kemudian ditambahkan 30 ml HNO_3 pekat dan digoyangkan selama 30 menit, kemudian didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Setelah didiamkan selama 3 jam ditambahkan 40 ml akuades kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Sisa sedimen pada kertas saring dicuci dengan 10 ml akuades sebanyak lima kali pengulangan sampai pH berkisar 2-3. Filtrat yang dihasilkan kemudian dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

b. Preparasi Sampel Untuk Menentukan Kadar Logam Cr

Sedimen basah dikeringkan dalam oven $120\text{ }^\circ\text{C}$ hingga diperoleh berat konstan. Sedimen kering dihaluskan dan disaring dengan ukuran pori 125 mesh, kemudian ditimbang dengan teliti 20. Sedimen yang telah dihaluskan dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan HCl dan HNO_3 dengan perbandingan 3 :1 dan total jumlah volume 50 mL 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 50 mL akuades kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Sisa sedimen pada kertas saring dicuci dengan 10 mL akuades sebanyak lima kali pengulangan. Filtrat yang dihasilkan kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan kadar logam Cr.

4. Penentuan Konsentrasi Cd dan Cr pada Sedimen dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Penentuan konsentrasi logam Cd dan Cr pada sampel dilakukan dengan teknik kurva kalibrasi. Masing-masing konsentrasi standar, serapannya diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom Perkin Elmer 3100[®] pada kondisi optimum yang

didapat dari manual alat. Pada grafik kurva standar terdapat korelasi antara Konsentrasi (x) dengan Absorbansi (y). Persamaan regresi linier digunakan untuk menentukan konsentrasi dari sampel dengan perhitungan:

$$y = a+bx$$

Keterangan :

y : Absorbansi Sampel

b : *Slope*

x : Konsentrasi sampel

a : *Intersep*

Setelah konsentrasi pengukuran diketahui, maka konsentrasi sebenarnya dari Cd dan Cr dalam sampel kering dapat ditentukan dengan persamaan berikut (Siaka, 2008) :

$$M = \frac{C_{reg} \cdot V \cdot F}{B}$$

Keterangan :

M : Konsentrasi logam dalam sampel (mg/Kg)

C_{reg} : konsentrasi yang diperoleh dari kurva kalibrasi (mg/L)

V : Volume larutan sampel (mL)

B : Massa sampel (g)

F : Faktor Pengenceran

5. Validasi Metode

Penelitian mengenai Kajian Sebaran Logam Berat Cd dan Cr pada sedimen di pesisir pantai Way Kuala Bandar Lampung menggunakan validasi metode.

Validasi metode analisis yang digunakan yaitu presisi.

Presisi (ketelitian)

Presisi merupakan ukuran drajat keterulangan dari metode analisis yang memberikan hasil yang sama pada beberapa perulangan, dinyatakan simpangan baku relatif (RSD) dan simpangan baku (SD). Simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(M - \bar{M})^2}{n - 1}}$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi (simpangan baku)

M : Konsentrasi hasil analisis

n : Jumlah pengulangan analisis

\bar{M} : konsentrasi rata-rata hasil analisis

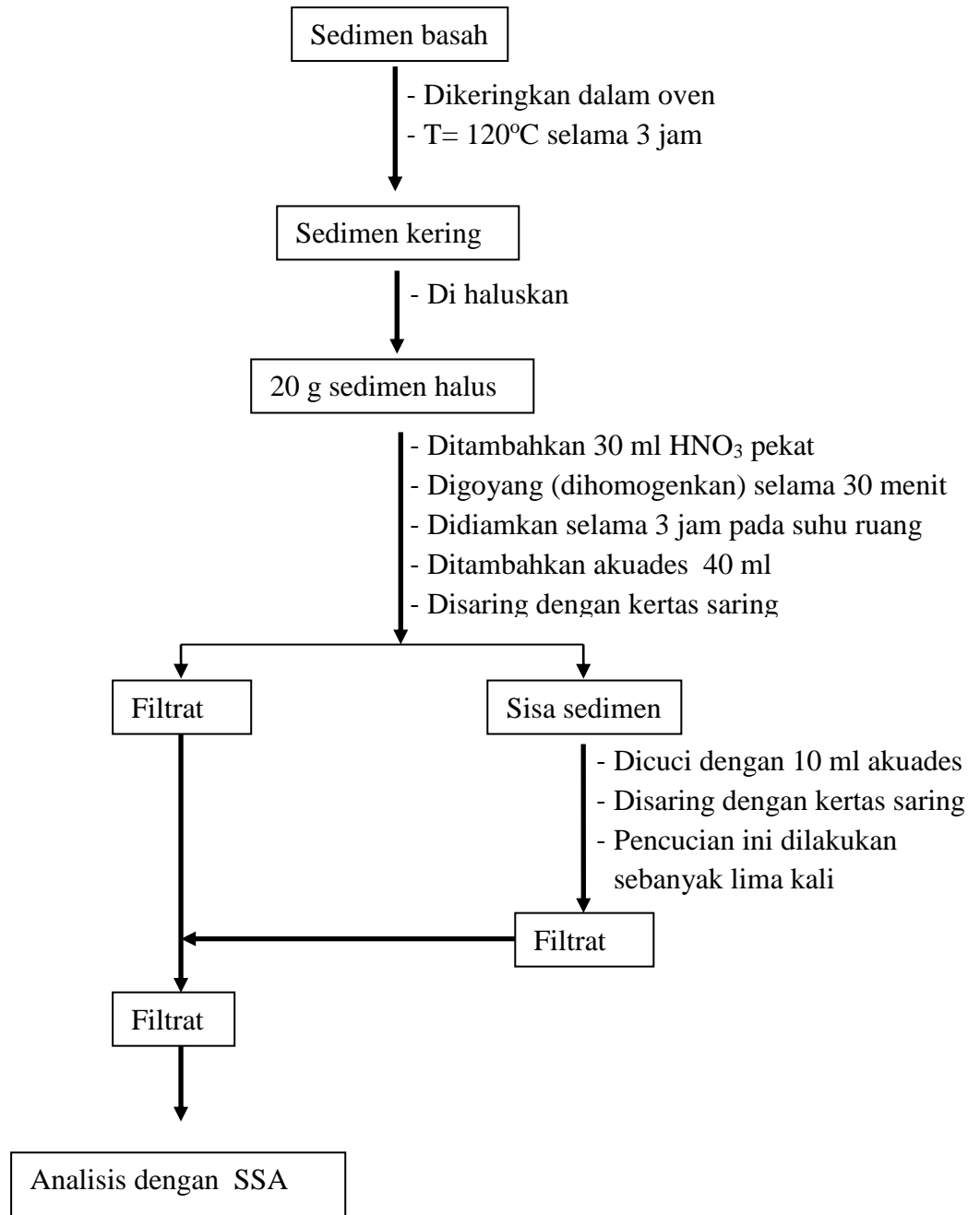
$$RSD = \frac{SD}{\bar{M}} \times 100 \%$$

Keterangan :

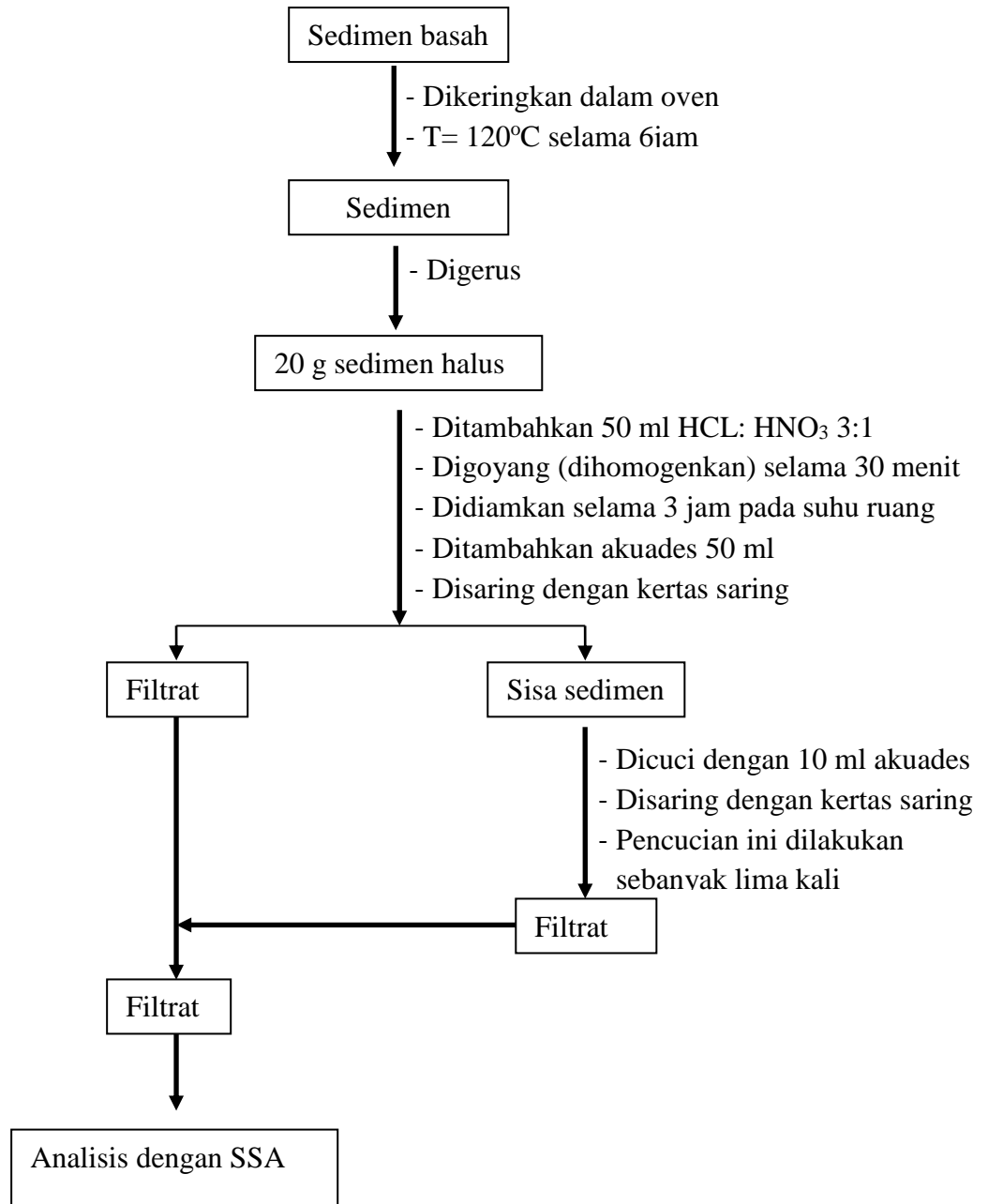
RSD : simpangan baku relatif

\bar{M} : konsentrasi hasil analisis

SD : Standar Deviasi



Gambar 8. Preparasi Sampel Untuk Logam Cd



Gambar 9. Preparasi Sampel Untuk Logam Cr