

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni sampai dengan bulan Oktober 2011, pengambilan sampel dilakukan di Sungai Way Kuala Bandar Lampung, preparasi sampel dilakukan di laboratorium Kimia Analitik dan laboratorium Kimia Organik jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung, dan analisa sampel dilakukan di laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia dan laboratorium Biomassa Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan**

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

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel ikan (insang, daging, isi perut),  $\text{HNO}_3$  pekat,  $\text{HNO}_3$  1 N, dan akuades.

## C. Prosedur Penelitian

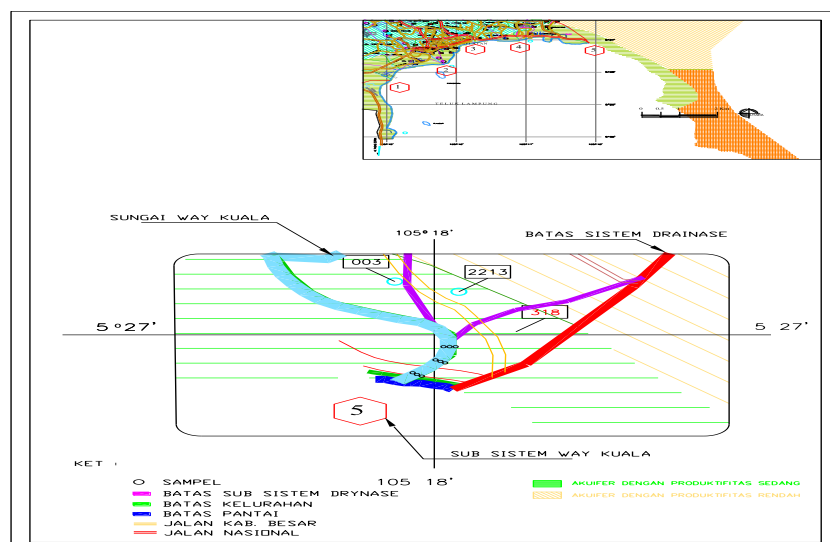
### 1. Metode Pengambilan Sampel

#### a. Sampel Air

Sampel air diambil di bagian muara sungai pada 9 titik, sampel air diambil dengan menggunakan botol, kemudian ditetesi beberapa tetes  $\text{HNO}_3$  pekat setelah itu disimpan sampai proses selanjutnya. Sampel air yang telah diambil kemudian dilakukan pengukuran di laboratorium, pengukuran yang dilakukan adalah uji kualitas air dengan parameter analisa kadar logam berat Pb dan Cd, temperatur, DO, COD, BOD dan pH.

#### b. Sampel Ikan

Sampel ikan diambil pada daerah sepanjang muara sungai Way Kuala Bandar Lampung menggunakan alat pancing. Sampel ikan yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam wadah sampai proses selanjutnya.



**Gambar 3.** Lokasi Pengambilan Sampel  
(Novita, 2010)

## 2. Preparasi Sampel

### a. Sampel Air

Sampel air disaring dengan menggunakan kertas saring kemudian dimasukkan dalam wadah botol plastik yang sudah disiapkan, filtrat hasil penyaringan dianalisa dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

### b. Sampel Ikan

Sampel ikan mula-mula dipisahkan antara bagian insang, daging dan isi perut, kemudian dicuci dan dibilas dengan menggunakan akuades. Sampel ikan (insang, daging dan isi perut) kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 40-80°C sampai didapat berat yang konstan. Setelah didapatkan sampel yang kering kemudian digerus, dan diayak hingga 100 mesh setelah itu ditimbang dengan teliti 5 g sampel daging, 2 g sampel insang dan 2 g sampel isi perut.

- Sampel Daging

5 g sampel daging dimasukan kedalam Erlenmeyer dan didestruksi dengan menggunakan HNO<sub>3</sub> pekat sebanyak 20 ml, kemudian didiamkan beberapa saat ± 30 menit kemudian disaring , setelah itu ditambahkan 10 ml aquades. Endapan hasil penyaringan dicuci dengan aquades lima kali pengulangan setiap pengulangan 10 ml hingga pH berkisar 2-3. kemudian filtrat hasil penyaringan dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

- Sampel Insang dan Isi Perut

2 g sampel (insang dan isi perut) dimasukan kedalam Erlenmeyer dan didestruksi dengan menggunakan HNO<sub>3</sub> pekat sebanyak 15 ml, kemudian didiamkan

beberapa saat  $\pm$  30 menit kemudian disaring , setelah itu ditambahkan 10 ml aquades. Endapan hasil penyaringan dicuci dengan aquades tiga kali pengulangan setiap pengulangan 10 ml hingga pH berkisar 2-3. Filtrat hasil penyaringan dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

### **3. Penentuan Konsentrasi Pb dan Cd pada Ikan dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).**

Penentuan konsentrasi logam Pb dan Cd pada sampel dilakukan dengan teknik kurva kalibrasi. 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 Cd dalam sampel kering dapat ditentukan dengan persamaan berikut (Siaka, 2008):

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

Keterangan :

M : Konsentrasi logam dalam sampel (mg/Kg)

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

V : Volume larutan sampel (mL)

B : Bobot sampel (g)

F : Faktor Pengenceran

#### 4. Validasi Metode

Pada penelitian kajian kandungan logam berat Pb dan Cd Pada Ikan di Muara Sungai Way Kuala Bandar Lampung menggunakan tiga validasi metode yaitu limit deteksi, presisi(ketelitian) dan akurasi (ketepatan).

##### a. Limit Deteksi

Pada penelitian ini batas deteksi ditentukan dengan mengukur respon blanko sebanyak 5 kali dan dihitung simpangan baku respon blanko. Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit pada sampel yang dapat dideteksi dengan memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko (Harmita, 2004).

$$Q = \frac{k \times Sb}{SI}$$

Keterangan :

Q : LOD (limit deteksi)

K : 3 (ketetapan limit deteksi)

Sb : simpangan baku respon analitik dari blanko

SI : arah garis linier (kepekaan arah) dari kurva antar respon terhadap konsentrasi = *slope* (b pada persamaan garis  $y = a + bx$ )

### b. Presisi (ketelitian)

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel yang diambil (Harmita, 2004). Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 4 kali pengulangan. Dari nilai absorbansi tersebut kemudian ditentukan nilai konsentrasi (persamaan regresi larutan standar), lalu nilai simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) dapat ditentukan. Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan simpangan baku relatif (RSD) <5 % (Christian, 1994).

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

Keterangan :

SD : Standar Deviasi (simpangan baku)

M : Konsentrasi hasil analisa

n : Jumlah pengulangan analisis

$\bar{M}$  : konsentrasi rata-rata hasil analisis (Harmita, 2004).

### c. Akurasi (Ketepatan)

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya (harmita, 2004). Ketepatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Pada penelitian ini, persen perolehan kembali ditentukan dengan cara menambahkan larutan

standar pada larutan sampel untuk ditentukan absorbansinya kemudian dibandingkan dengan blanko (tanpa penambahan larutan standar).

$$\text{Persen perolehan kembali} = \frac{(C_F - C_A)}{C^*A} \times 100 \%$$

Keterangan :

$C_F$  : konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

$C_A$  : konsentrasi sampel sebenarnya

$C^*A$  : konsentrasi analit yang ditambahkan