

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Juni sampai dengan bulan Oktober 2011 di Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia dan Laboratorium Mikrobiologi Jurusan Biologi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung serta 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) Perkin Elmer 3100[®], *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, HNO₃ pekat, HNO₃ 1 N, HCl pekat dan akuades.

C. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan HNO₃ 1 M

Sebanyak 31,25 mL HNO₃ pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas meniskus dan dihomogenkan.

2. Metode Pengambilan Sampel

Metode pengambilan sampel dibagi menjadi dua tahap, diantaranya adalah :

a. Persiapan Pengambilan Sampel

Sebelum melakukan pengambilan sampel, semua wadah dicuci dengan sabun dan dibilas merata dengan air sampai busanya habis, kemudian dibilas dengan HNO₃ 1M untuk menghilangkan kontaminasi logam yang menempel dalam wadah sampel. Proses pengeringan dan penyimpanan dilakukan dalam keadaan tertutup sampai digunakan (Sulistiani, 2009).

b. Pengambilan Sampel

Sampel sedimen diambil di bagian muara sungai pada 10 titik dengan pengulangan empat kali. Sedimen diambil dengan menggunakan *eckmen grab*, kemudian didinginkan sampai proses selanjutnya.

3. Proses Pengambilan Sampel Sedimen

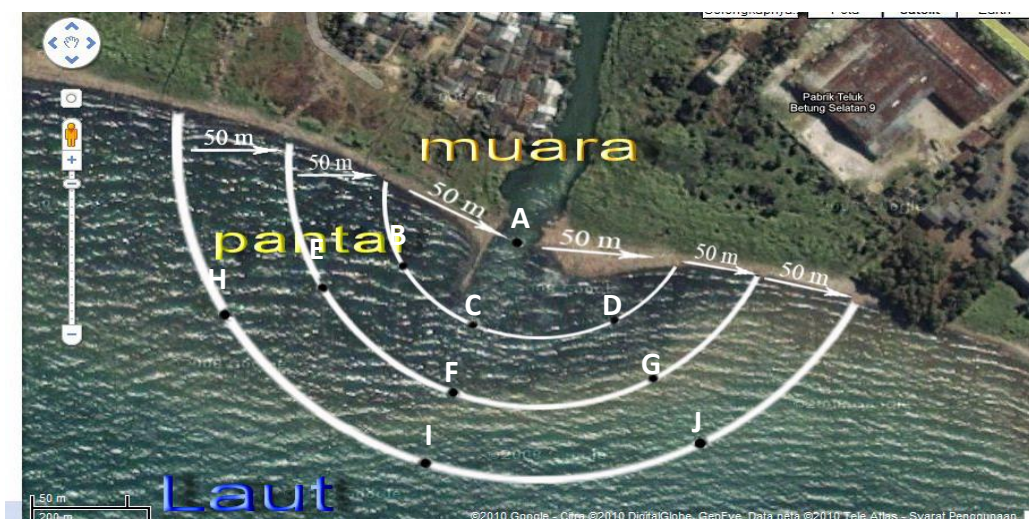
Pengambilan sampel pada sedimen dilakukan sebanyak sepuluh titik seperti pada (Gambar 2) dengan satu titik tepat di mulut muara dan sembilan titik yang lainnya dilakukan pada pesisir pantai sekitar muara menggunakan alat *Eckman Grab*.

Berikut adalah gambar alat *eckman grab* yang digunakan.



Gambar 1. *Eckman Grab* Wildco Wildlife Supply Company

Proses pengambilan sampel dilakukan sebanyak dua kali, yaitu pada minggu ke dua di bulan Maret dan minggu ke tiga di bulan Mei hal ini disebabkan karena pada saat pengambilan sampel, kondisi iklim di kota Bandar Lampung sedang mengalami musim badai. Pengambilan sampel pertama dilakukan pada 5 titik lokasi, yaitu pada titik A, G, H, I, dan J, sedangkan pengambilan sampel yang kedua dilakukan pada titik B, C, D, E, dan F.



Gambar 2. Lokasi titik pengambilan sampel

Penentuan titik sampel dilakukan secara *Stratified Sampling*, yaitu proses pengambilan sampel yang dilakukan pada titik-titik yang telah ditentukan secara terstruktur pada pesisir pantai Way Kuala yaitu dengan menggunakan teknologi *google earth* yang berfungsi sebagai penghitung jarak dari setiap titik untuk memperoleh ketepatan dalam pengambilan sampel. Penentuan titik sampel bertujuan untuk mengetahui kandungan sebaran logam berat pada bibir muara maupun pada pesisir pantai Way Kuala. Perairan pantai Way Kuala merupakan muara dari sungai Way Kuala yang kualitas airnya sangat dipengaruhi oleh berbagai kegiatan di sekitar sungai. Pada tiap titik pengambilan sampel dilakukan pengulangan sebanyak empat kali.

Tabel 3. Penentuan Titik Koordinat dan Letak Geografi Titik Pengambilan Sampel dengan menggunakan teknologi *google earth*.

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

Keterangan : X° = Titik Koordinat berdasarkan derajat

Y' = Menandakan Waktu dalam satuan menit

Z'' = Menandakan Waktu dalam satuan detik

4. Preparasi Sampel

Sampel yang telah disiapkan kemudian dikeringkan. Proses pengeringan sampel dilakukan dengan 2 tahap, yaitu tahap pengeringan di bawah sinar matahari langsung dan tahap ke dua dengan menggunakan oven pada temperatur 120°C. Kedua tahap proses pengeringan tersebut dilakukan karena sampel sedimen yang didapatkan banyak mengandung air sehingga dengan dua tahap pengeringan akan lebih cepat diperoleh sedimen kering. Sedimen yang telah kering selanjutnya digerus hingga halus kemudian disaring menggunakan ayakan 125 mesh. Sedimen halus yang didapatkan akan memudahkan proses peleburan (*leaching*).

Pada penelitian ini proses peleburan dilakukan dengan menggunakan HNO₃ pekat dan aqua regia, hal ini dilakukan karena asam nitrat dalam keadaan panas merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir semua logam dan dapat mencegah pengendapan unsur serta dapat memutuskan ikatan antara logam dengan senyawa organik pada sampel. Peleburan sampel sedimen dilakukan pada suasana asam, yaitu pH berkisar antara 2 sampai 3. Pada pH yang basa kelarutan logam dalam air kecil sehingga logam cenderung mengendap, berikatan dengan senyawa organik dan anorganik sehingga perlu dilakukan pengasaman untuk meningkatkan kelarutan logam dalam air. Setelah dilakukan preparasi sampel, kemudian filtrat yang dihasilkan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

Adapun tahapan dalam proses peleburan sampel, yaitu :

a. Peleburan Sampel Untuk Menentukan Kadar Logam Cu

Sedimen basah dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam kemudian digerus menggunakan mortar. Petimbang dengan teliti 20 g sedimen yang telah digerus lalu dimasukkan ke dalam elenmeyer kemudian ditambahkan 25 ml HNO_3 pekat 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 lima kali pengulangan sampai pH berkisar 2-3. Filtrat yang dihasilkan kemudian diukur dengan SSA untuk menentukan kadar logam Cu.

b. Peleburan Sampel Untuk Menentukan Kadar Logam Mn

Sedimen basah dikeringkan dalam oven 110°C hingga diperoleh berat konstan sebanyak 20 gr sedimen kering ditimbang dengan teliti kemudian digerus menggunakan mortar, lalu dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan HCl dan HNO_3 dengan perbandingan 3:1 dan total jumlah volume 25 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 5 mL akuades sebanyak lima kali pengulangan. Filtrat yang dihasilkan kemudian diukur dengan SSA untuk menentukan kadar logam Mn.

5. Penentuan Konsentrasi Logam Mn dan Cu pada Sedimen dengan SSA

Penentuan konsentrasi logam Mn dan Cu pada sampel dilakukan dengan teknik kurva kalibrasi. Masing-masing konsentrasi standar, serapannya diukur dengan SSA pada kondisi optimum yang didapat dari manual alat. Grafik kurva standar memberikan korelasi antara Konsentrasi (x) dengan Absorbansi (y). Berdasarkan persamaan regresi linier tersebut maka konsentrasi dari sampel dapat diketahui:

$$y : a + bx$$

Keterangan :

y	: Absorbansi Sampel
b	: <i>Slope</i>
x	: Konsentrasi sampel
a	: <i>Intersep</i>

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

$$M : \frac{C_{reg} \times V \times F}{B}$$

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

6. Validasi Metode

Penelitian mengenai Kajian Sebaran Logam Berat Mn dan Cu pada sedimen di Muara Sungai Way Kuala Bandar Lampung menggunakan validasi metode

Presisi (ketelitian) yaitu penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 4 kali pengulangan. Absorbansi yang diperoleh, digunakan untuk menentukan nilai 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 RSD $< 5\%$ (Christian, 1994).