

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan April sampai dengan bulan Juli 2014 di laboratorium Kimia Analitik 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, *eckmen grab* Wildco Wildlife Supply Company[®], *orbital shaker* gallenhamp[®], neraca analitik, botol sampel, kertas saring, pH-meter, termometer, oven, saringan 150 mess, mortar dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel sedimen, HNO₃ pekat, HCL pekat, HNO₃ 1N, MnCl₂·4H₂O, CrCl₃·6H₂O dan akuades.

C. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan HNO₃ 1N

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

b. Larutan induk Cr³⁺ 1000 ppm

Sebanyak 0,5124 gram CrCl₃·6H₂O dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

c. Larutan induk Mn²⁺ 1000 ppm

Sebanyak 0,3602 gram MnCl₂·4H₂O 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 dicuci dengan HNO₃ 1N untuk menghilangkan kontaminasi logam yang menempel dalam wadah sampel. Proses pengeringan dan penyimpanan dilakukan dalam keadaan tertutup sampai digunakan (Sulistiani, 2009).

b. Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel sedimen dilakukan secara *Stratified Sampling*, proses pengambilan sampel dilakukan pada titik-titik yang telah ditentukan secara terstruktur (Novita, 2010). Keunggulan dari metode ini yaitu sampel dapat terambil dari semua populasi yang ada, sehingga tidak ada populasi yang terabaikan. Sampel sedimen diambil pada 9 titik yakni titik A_x , A_y , A_z , B_x , B_y , B_z , C_x dan C_y 2 kali pengulangan dan titik C_x dan C_y 2 kali pengulangan dengan menggunakan *eckmen grab*. Pada saat pengambilan sampel sedimen dilakukan pengukuran temperatur dan pH. Lokasi pengambilan sampel di Pelabuhan Panjang disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Lokasi pengambilan sampel

3. Preparasi Sampel

a. Preparasi Sampel Untuk Penentuan Konsentrasi Logam Cr

Sedimen basah dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam kemudian digerus. Ditimbang dengan teliti 20 gram sedimen yang telah digerus. Sedimen yang telah digerus dimasukkan ke dalam elenmeyer kemudian ditambahkan 25 ml HNO_3 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 lima kali pengulangan. Filtrat yang dihasilkan kemudian dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan kadar logam Cr.

b. Preparasi Sampel Untuk Penentuan Konsentrasi Logam Mn

Sedimen basah dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam kemudian digerus. Ditimbang dengan teliti 20 g sedimen yang telah digerus. Sedimen yang telah digerus dimasukkan ke dalam elenmeyer kemudian ditambahkan campuran 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 100 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 di ukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan kadar logam Mn.

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

Penentuan konsentrasi logam Cr dan Mn 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 logam Cr dan Mn 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

5. Validasi Metode

Penelitian ini menggunakan 4 validasi metode yaitu limit deteksi, presisi, kecermatan dan linieritas.

a. Limit Deteksi

Pada penelitian ini batas deteksi ditentukan dengan mengukur respon blanko sebanyak 5 kali dan dihitung simpangan baku respon blanko.

b. Presisi (ketelitian)

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).

c. Kecermatan (Akurasi)

Kecermatan 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 konsentrasi sampel yang sebenarnya (tanpa penambahan larutan standar).

d. Linieritas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon baik secara langsung maupun dengan bantuan transformasi matematika, menghasilkan suatu hubungan yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Harmita, 2004).