

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April sampai dengan bulan Juli 2014 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, Oven, pH-meter, termometer, saringan mess ukuran 150, mortar dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel sedimen, HCl pekat, HNO₃ pekat, HNO₃ 1 N , Ni(NO₃)₂ · 4 H₂O , Cd(NO₃)₂·4H₂O 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 Ni 1000 ppm.

Sebanyak 0,43 gram $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

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

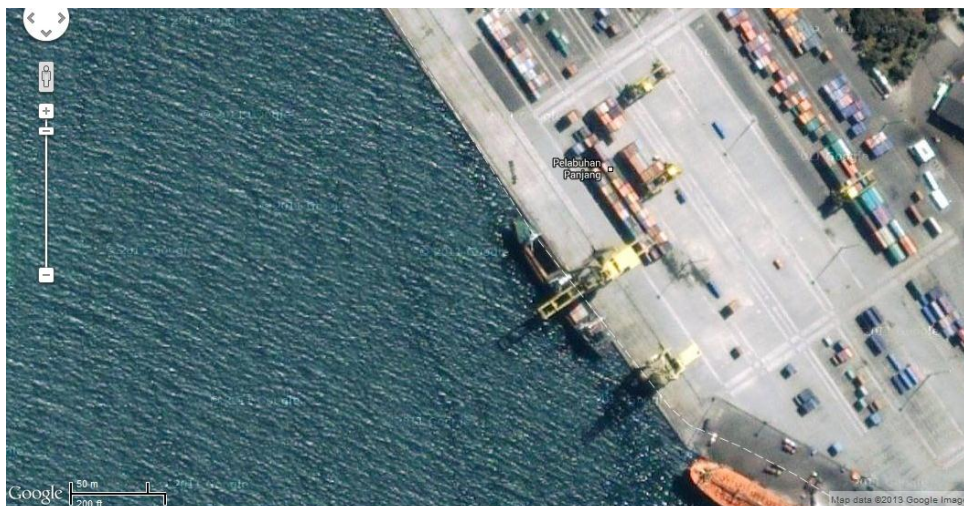
a. Persiapan Pengambilan Sampel

Sebelum melakukan pengambilan sampel, semua wadah dicuci dengan sabun dan dibilas merata dengan air sampai busanya habis, kemudian dicuci 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

Penentuan titik sampel 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 ada jaminan bahwa tidak ada populasi yang terabaikan. Pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan perahu nelayan menuju lokasi pengambilan sampel. Sampel sedimen diambil di bagian tepi pelabuhan yang berjarak 50 - 200 m dari pinggir pelabuhan pada 9 titik dengan empat kali pengulangan pengambilan sampel sedimen diambil dengan menggunakan *eckman grab* dan dimasukkan kedalam plastik transparan, selanjutnya disimpan dalam *coolbox*. Kemudian sampel sedimen dibawa ke laboratorium untuk dianalisis. Lokasi pengambilan sampel sedimen di Pelabuhan Panjang dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Lokasi Pengambilan Sampel

3. Preparasi Sampel

a. Preparasi Sampel Untuk Menentukan Kadar Logam Cd

Sedimen basah dikeringkan dalam oven 110 °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 elenmeyer kemudian ditambahkan 30 ml HNO₃ 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 dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom

c. Preparasi Sampel Untuk Menentukan Kadar Logam Ni

Sedimen basah dikeringkan dalam oven 110 °C hingga diperoleh berat konstan. Sedimen kering dihaluskan dan disaring dengan ukuran pori 125 mesh, kemudian ditimbang dengan teliti 20 g. Sedimen yang telah dihaluskan dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan HCl dan HNO₃ 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 diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan kadar logam Ni.

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

Penentuan konsentrasi logam Cd dan Ni pada sampel dilakukan dengan teknik kurva kalibrasi. Masing-masing konsentrasi larutan standar, serapannya diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada kondisi optimum. Dari grafik kurva standar terdapat korelasi antara Konsentrasi (x) dengan Absorbansi (y). Dengan menggunakan persamaan regresi linier maka konsentrasi dari sampel dapat diketahui :

$$y = a + bx \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan :

y : Absorbansi Sampel x : Konsentrasi dari kurva kalibrasi
a : *Intersep* b : *Slope*

Setelah konsentrasi dari kurva kalibrasi atau C_{reg} diketahui dari persamaan 1, maka konsentrasi sebenarnya dari Cd dan Ni 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 : Bobot sampel (g)
F : Faktor Pengenceran

5. Validasi Metode

Penelitian ini menggunakan 4 validasi metode yaitu limit deteksi, presisi, akurasi dan Linearitas.

a. Limit Deteksi

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

b. Presisi

Presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 4 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang diperoleh 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 yaitu dengan perolehan simpangan baku relatif (RSD) <5 % (Christian, 1994).

c. 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.

d. Linieritas

Linieritas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda –beda. Data yang diperoleh selanjutnya diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai slope, intersep, dan koefisien korelasinya.