

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2013 sampai dengan bulan Januari 2014 di laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung dan Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

#### B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) GBC X 200<sup>®</sup>, *eackman grab Wildco Wildlife Supply Company*<sup>®</sup>, *orbital shaker*, neraca analitik, ayakan mesh, botol sampel, kertas saring, pH-meter, termometer, mortar dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium.

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel sedimen, HNO<sub>3</sub> pekat grade p.a., dan akuades.

## C. Prosedur kerja

### 1. Pembuatan Larutan HNO<sub>3</sub> 1N

Sebanyak 31,25 mL HNO<sub>3</sub> pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 500 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 HNO<sub>3</sub> 1 N untuk menghilangkan kontaminasi logam yang menempel dalam wadah sampel. Proses pengeringan dan penyimpanan dilakukan dalam keadaan tertutup sampai digunakan (Sulistiani, 2009).

#### b. Pengambilan Sampel

Penentuan titik sampel dilakukan secara *Stratified Sampling*, proses pengambilan sampel dilakukan pada titik-titik yang telah ditentukan secara terstruktur (Setiawan, 2005). Keunggulan dari metode ini yaitu sampel dapat diambil dari semua populasi yang ada, sehingga ada jaminan bahwa tidak ada populasi yang terabaikan. Sampel sedimen diambil pada 9 titik di daerah perairan Pelabuhan Panjang dengan pengulangan 4 kali di setiap titiknya. Pada saat pengambilan sampel sedimen dilakukan pengukuran kedalaman dasar sedimen, temperatur dan keasaman air (pH) dan kuat arus.

### 3. Preparasi Sampel

#### a. Preparasi Sampel untuk Menentukan Konsentrasi Logam Fe

Sedimen basah dikeringkan dalam oven  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam 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 25 ml  $\text{HNO}_3$  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 dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

#### b. Preparasi Sampel untuk Menentukan Konsentrasi Logam Al

Sedimen basah dikeringkan dalam oven  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam 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 25 ml  $\text{HNO}_3$  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 dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

#### 4. Penentuan Konsentrasi Fe dan Al pada Sedimen dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Penentuan konsentrasi logam Fe dan Al 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:

$$y = a+bx \quad (6)$$

Keterangan :  
 y : Absorbansi Sampel  
 b : *Slope*  
 x : Konsentrasi sampel  
 a : Intersep

Setelah konsentrasi pengukuran diketahui, maka konsentrasi sebenarnya dari Al dan Fe dalam sampel kering dapat ditentukan dengan persamaan berikut

(Siaka, 1998) :

$$M = \frac{C_{reg} \cdot V \cdot F}{B} \quad (7)$$

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)  
 jF : Faktor pengenceran

## **5. Kajian Distribusi Logam Al dan Fe**

Pada penelitian ini dilakukan pengkajian terhadap distribusi logam Al dan Fe pada sedimen lumpur laut di perairan Pelabuhan Panjang. Sebelum dilakukan penetapan pengambilan sampel, digunakan GPS untuk menentukan koordinat dari titik pengambilan sampel. Sampel sedimen diambil pada 9 titik pengambilan sampel yang dibagi menjadi tiga zona pengambilan sampel, yaitu zona 1 dengan jarak pengambilan dari bibir pantai 0 – 50 meter, zona 2 dengan jarak pengambilan dari bibir pantai 50 – 150 meter, dan zona 3 dengan jarak pengambilan dari bibir pantai 150 -250 meter. Dengan pembagian zona pada pengambilan sampel sedimen, maka setelah diketahui konsentrasi hasil analisisnya akan diketahui juga distribusi dari masing-masing logam pada sedimen di Pelabuhan Panjang.

## **6. Validasi Metode**

Penelitian mengenai Kajian Sebaran Logam Berat Fe dan Al pada sedimen di Pelabuhan Panjang Bandar Lampung menggunakan 3 validasi metode yaitu limit deteksi, presisi dan kecermatan.

### **a. Linieritas**

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon baik secara langsung terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Pada penelitian ini, linieritas akan dihitung berdasarkan nilai yang didapat dari persamaan kurva respon analit.

b. Limit Deteksi

Pada penelitian ini batas deteksi ditentukan dengan mengukur nilai simpangan baku dari titik dengan konsentrasi terendah yang masih memiliki nilai yang seragam.

c. 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) memenuhi persyaratan horwitz.

d. Kecermatan

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 tanpa penambahan larutan standar. Masing-masing konsentrasi larutan standar yang ditambahkan ke dalam sampel adalah 10 ppm untuk logam Fe dan Al.