

BAB III

METODE PENELITIAN

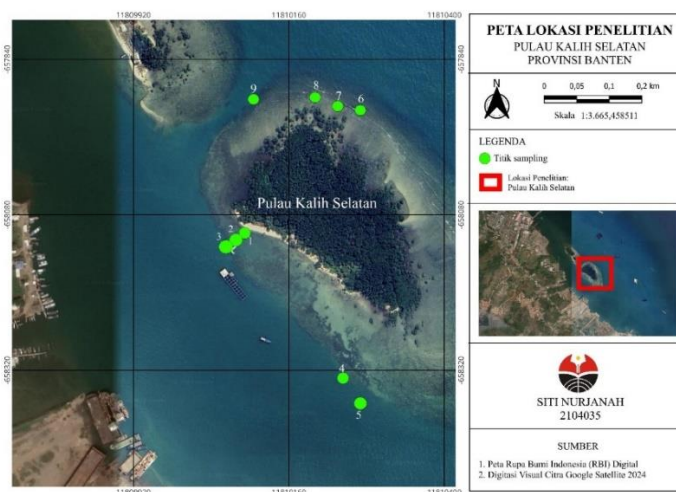
3.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan pendekatan kuantitatif karena suatu kondisi yang diamati dapat diubah menjadi angka-angka dan dianalisis menggunakan data statistik. Jenis penelitian ini yaitu penelitian deskriptif. Hasil yang diperoleh dicatat secara deskriptif untuk menjelaskan, meringkas kondisi, menggambarkan situasi atau fenomena yang diamati. Jenis penelitian deskriptif dengan pendekatan kuantitatif adalah bentuk analisis statistik yang bertujuan untuk menggambarkan, merangkum, dan menganalisis data numerik sehingga interpretasi dan pengambilan keputusan berdasarkan data yang tersedia (Aziza, 2023).

Penelitian ini memiliki 9 titik di perairan Pulau Kalih Selatan secara *purposive sampling* berdasarkan jarak dari Keramba Jaring Apung dan arah arus yang diduga membawa zat pencemar logam berat besi dari daratan utama.

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di perairan Pulau Kalih Selatan, Kabupaten Serang, Provinsi Banten pada bulan September 2024, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.2. Koordinat dari setiap pengambilan sampel sedimen dicatat dengan bantuan GPS (*Global Positioning System*), yang terdapat pada Tabel 3.1.



Gambar 3.1 Peta Penelitian Perairan Pulau Kalih Selatan

Tabel 3.1 Koordinat Lokasi Pengambilan Sampel di Pulau Kalih Selatan

Kode Sampel	Letak Geografis		Jenis Substrat	Kondisi Lingkungan
	Lintang Selatan	Bujur Timur		
1	5°54'05"	106°05'30"	Pasir halus	Bibir pantai
2	5°54'05"	106°05'29"	Pasir halus	Dermaga
3	5°54'05.7"	106°05'30.2"	Pasir berlumpur	KJA
4	5°54'12.9"	106°05'35.9"	Pasir	Aktivitas perkapalan
5	5°54'14.0"	106°05'36.3"	Pasir halus	Aktivitas perkapalan
6	5°53'59"	106°05'35"	Pasir	Ekosistem mangrove
7	5°53'59"	106°05'34"	Pasir	Ekosistem mangrove
8	5°53'58"	106°05'34"	Pasir	Ekosistem mangrove
9	5°53'58.2"	106°05'31.7"	Pasir	Ekosistem terumbu karang

3.3 Instrumen Penelitian

3.3.1 Alat Pengambilan Sampel

Alat yang digunakan pada proses pengambilan sampel air maupun sedimen, yakni:

- Global Positioning System* (GPS) untuk menentukan koordinat lokasi pengambilan sampel,
- Water Quality Monitor* (WQM) untuk mengukur parameter kualitas air,
- Grab sampler* untuk mengambil sampel sedimen dari dasar perairan,
- Ziplock plastic* ukuran 1 liter untuk menyimpan sampel sedimen,
- Container box* untuk menyimpan sampel sedimen,
- Aquades sebagai stabilisasi sensor-sensor alat WQM, dan
- Spidol permanen untuk mencatat kode sampel.

3.3.2 Alat Preparasi, Digesti dan Pengujian Logam Berat pada Sedimen

Alat yang digunakan pada proses preparasi, digesti, dan pengujian logam berat pada sedimen, yakni:

- Neraca analitik digital untuk menimbang sampel sedimen basah dan kering,
- Cawan petri sebagai wadah untuk menyimpan sampel saat proses pengeringan,
- Oven untuk mengeringkan sampel sedimen hingga kadar air berkurang,
- Alu dan mortar untuk menghaluskan sampel sedimen kering,

- e. *Sieve shaker* 100 mesh untuk memisahkan sampel sedimen kering berdasarkan ukuran partikel,
- f. Gelas ukur 25 ml sebagai wadah untuk mencampurkan larutan HNO_3 pekat dan larutan HCl pekat,
- g. Labu erlenmayer ukuran 100 ml sebagai wadah untuk mencampurkan sampel sedimen halus dengan larutan aquaregia,
- h. Pipet tetes untuk memipet aquades dalam proses pengenceran,
- i. Mikro pipet untuk memipet larutan sampel dan larutan deret standar ke dalam tabung reaksi plastik,
- j. *Beaker glass* ukuran 1 liter sebagai wadah untuk membuat larutan HNO_3 1 M,
- k. *Beaker glass* ukuran 250 ml sebagai tempat untuk menyimpan larutan asam,
- l. *Hotplate steerer* untuk memanaskan larutan campuran aquaregia dengan larutan sampel,
- m. Labu ukur 100 ml sebagai wadah filtrat dalam proses pengenceran,
- n. Kertas saring Whatman 41 untuk menyaring partikel padat dari larutan sehingga diperoleh filtrat yang siap untuk dianalisis,
- o. Batang pengaduk untuk mengaduk larutan asam agar homogen,
- p. Corong untuk memindahkan larutan atau menyaring sampel menggunakan kertas saring ke dalam labu ukur
- q. Tabung reaksi plastik untuk menyimpan larutan sampel dan larutan seri standar Fe,
- r. Rak tabung reaksi untuk menyimpan tabung reaksi plastik,
- s. *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS) merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis logam berat besi pada larutan sampel, dan
- t. *Hollow cathode lamp* sebagai sumber cahaya dalam pengujian sampel pada alat AAS.

3.3.3 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yakni:

- a. Sampel sedimen pada masing-masing titik sebagai subjek penelitian yang dianalisis untuk mengetahui kandungan logam berat di dalamnya,

- b. Asam nitrat (HNO_3) sebagai larutan pengoksidasi utama yang mengoksidasi bahan organik dan melarutkan logam,
- c. Asam klorida (HCl) sebagai larutan yang berfungsi memutuskan ikatan antara logam,
- d. Aquades merupakan air murni untuk mengencerkan larutan sampel dan membilas peralatan laboratorium,
- e. Alkohol 96% untuk membersihkan dan mensterilkan peralatan laboratorium, dan
- f. Larutan standar Fe sebagai pembanding untuk kalibrasi alat AAS dalam menentukan konsentrasi Fe pada larutan sampel.

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur kerja dalam penelitian ini mencakup rangkaian skema kerja umum, yaitu pengambilan sampel, preparasi sampel, proses digesti basah pada sedimen, pembuatan larutan standar 100 ppm untuk logam Fe, serta analisis konsentrasi dan tingkat pencemaran logam Fe. Analisis pada sampel sedimen mengacu pada SNI 8910:2021.

3.4.1 Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel sedimen dilakukan 9 titik yang mewakili seluruh perairan Pulau Kalih Selatan. Sedangkan sampel air dilakukan uji parameter fisika dan kimia air seperti suhu, salinitas, pH, dan kadar oksigen terlarut. Uji parameter kualitas air dilakukan secara *in situ* menggunakan WQM di setiap titik pengambilan sampel sedimen. Sedangkan sampel sedimen diambil pada setiap stasiun menggunakan *grab sampler*. Prosedur pengambilan sampel menggunakan *grab sampler* dimulai dengan mengikat *grab sampler* menggunakan tali, kemudian dijatuhkan hingga mencapai dasar perairan. Setelah itu, *grab sampler* kemudian ditarik kembali ke atas permukaan air. Sampel sedimen kemudian dimasukkan ke dalam plastik sampel dengan ukuran 1 liter lalu ditiriskan hingga kadar air berkurang, lalu dilabeli dengan kode sampel. Sampel sedimen selanjutnya disimpan dalam box yang selanjutnya dilakukan proses preparasi sampel.

3.4.2 Preparasi Sampel

Preparasi sampel sedimen dilakukan di Laboratorium Kimia Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) KST Samaun Samadikun Cisitua Bandung. Sampel sedimen dilakukan pengeringan terlebih dahulu pada suhu 60°C menggunakan oven selama 17 jam hingga kadar air berkurang. Kemudian sampel kering dihaluskan dengan alu dan diayak dengan *sieve shaker* ukuran 100 mesh. Proses pengayakan ini bertujuan untuk menghilangkan kotoran dan menghasilkan sampel sedimen yang lebih bersih dan memiliki tekstur lebih halus. Sampel sedimen yang halus dimasukkan ke dalam plastik klip dan siap dilakukan proses digesti basah.

3.4.3 Digesti Basah

Dalam penelitian ini, sampel sedimen diproses menggunakan metode digesti basah dengan larutan asam pengoksidasi yang disebut aqua regia. Aqua regia merupakan campuran asam nitrat pekat (HNO_3) dan asam klorida pekat (HCl) dengan rasio 1:3. Larutan ini dipilih karena kemampuannya memutuskan ikatan organo logam dalam sedimen, mengubah logam menjadi senyawa ion. Kelebihan metode digesti basah adalah proses pemecahan ikatan pada sampel berlangsung lebih cepat karena larutan dapat menjangkau seluruh permukaan sampel. Logam atau analit yang menjadi target tetap berada dalam larutan, dan metode ini tidak memerlukan suhu tinggi, sehingga mengurangi risiko kehilangan analit akibat penguapan. HNO_3 bertindak sebagai pengoksidasi utama yang mengoksidasi bahan organik dan komponen sedimen lainnya serta melarutkan logam. HCl berperan dalam memutuskan ikatan antara logam dan zat organik dari proses sedimentasi, membentuk logam anorganik, dan melarutkan sisa-sisa logam yang belum terlarut, sehingga mempercepat proses digesti.

Dalam proses digesti basah, sampel sedimen halus ditimbang seberat 2gram menggunakan timbangan analitik digital, lalu dimasukkan ke dalam gelas Beaker 100 mL dan dilarutkan dengan larutan aqua regia sebanyak 10 mL yang dibuat dari larutan HCl pekat dan HNO_3 pekat dengan perbandingan 3:1. Campuran dipanaskan menggunakan *hot plate steerer* dengan suhu maksimum 250°C dalam lemari asam. Selama proses pemanasan, muncul gelembung udara berwarna kuning oranye yang merupakan gas NO_3 sebagai hasil reaksi dengan larutan HNO_3 .

Kehadiran gas ini menandakan bahwa perombakan zat organik pada sampel berjalan dengan baik. Pemanasan dilakukan untuk mempercepat pemutusan ikatan senyawa pada sampel sehingga proses digesti berlangsung lebih cepat. Proses digesti selesai ketika warna larutan berubah menjadi kuning bening dan larutan kisat 5–10 mL. Gelas beaker kemudian diangkat dan dibiarkan beberapa menit hingga suhunya menurun. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman 41 ke dalam labu ukur berkapasitas 50 mL. Filtrat kemudian diencerkan dengan aquabidest hingga tanda batas. Untuk pengenceran larutan sampel 100 kali dilakukan dengan memipet sebanyak 0,5 mL ke dalam labu ukur 50 mL dan kemudian ditambahkan aquabidest hingga tanda batas. Larutan kemudian dihomogenkan dan diberi label.

3.4.4 Pembuatan Larutan HNO_3 1 M

Sebanyak 69,50 mL larutan HNO_3 65% dipipet ke dalam labu ukur berkapasitas 1 liter yang telah diisi sedikit aquadest, kemudian larutan tersebut dikocok hingga homogen. Selanjutnya, volume larutan ditambahkan aquadest hingga mencapai tanda batas, lalu dikocok agar homogen dan diberi label. Larutan HNO_3 1 M berfungsi sebagai larutan untuk mengencerkan larutan induk Fe dan larutan deret standar Fe.

3.4.5 Pembuatan Larutan Induk Fe 100 ppm dan Larutan Deret Standar Fe

Sebanyak 10 mL larutan stok Fe 1000 ppm diambil menggunakan pipet volume dan dimasukkan ke dalam labu ukur berkapasitas 100 mL sebanyak 10 mL. Selanjutnya larutan diencerkan dengan larutan HNO_3 1 M hingga tanda batas dan dihomogenkan lalu diberi label. Pembuatan larutan deret standar Fe dibuat dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm dari larutan stok Fe 100 ppm. Masing-masing konsentrasi dibuat dengan memipet sebanyak 0,25; 0,5; 1; 2; dan 2,5 mL ke dalam labu ukur 25 mL. Setiap larutan deret standar ditambahkan larutan HNO_3 1M hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.5 Analisis Logam Berat Menggunakan AAS

Larutan sampel dan larutan deret standar dipindahkan ke dalam tabung rekasi plastik ukuran 10 ml. kemudian, masukkan HNO_3 ke dalam tabung reaksi plastik

ukuran 10 ml sebagai larutan blanko. masing-masing larutan disimpan pada tempat *automatic sampler controller* agar terhubung dengan pipa kapiler AAS. Selanjutnya setiap larutan diuji menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) metode *flame* atau api pada panjang gelombang maksimum 248,2 nm.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Analisis Deskriptif

Hasil pengujian logam berat besi yang dilakukan pada sampel sedimen di perairan Pulau Kalih Selatan Banten dihitung menggunakan persamaan rumus berikut untuk memperoleh nilai kadar logam berat pada sampel basah (SNI 8910:2021):

$$\text{Kadar Fe (mg/kg)} = \frac{C \times V \times fp}{W}$$

Keterangan:

- C = Konsentrasi logam dalam perhitungan kurva kalibrasi (ppm)
- V = Volume akhir sampel (mL)
- Fp = Faktor pengenceran
- W = Berat sampel (gram)

Data yang terkumpul berupa angka dianalisis secara statistik untuk melihat perbedaan di setiap lokasi pengambilan sampel dan membandingkan konsentrasi logam besar besi (Fe) dengan standar baku sedimen berdasarkan *Advisory Committee on Environmental Standards* (ACES) (1993) (Persaud *et al.*, 1993). Terdapat tiga kategori dalam baku mutu menurut ACES (1993), yaitu *no effect level*, *lowest effect level*, dan *severe effect level*. *No effect level* adalah batas logam berat dalam sedimen yang tidak membahayakan ikan atau organisme yang hidup di dasar perairan (Persaud *et al.*, 1993). *Lowest effect level* adalah batas kadar yang dapat ditoleransi oleh sebagian organisme dan ekosistem sehingga tidak menimbulkan efek toksik (Maharani, 2024). Sedangkan *severe effect level* adalah tingkat konsentrasi tertinggi dan bersifat toksik bagi organisme di dasar perairan (Persaud *et al.*, 1993). Standar baku mutu logam berat Fe digunakan sebagai acuan perbandingan untuk menentukan apakah logam berat yang ditemukan di lokasi

penelitian telah melebihi baku mutu yang telah ditetapkan atau masih berada dalam ambang batas yang aman. Hasil pengukuran parameter kualitas air dibandingkan dengan baku mutu air laut dalam Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 22 Tahun 2021.

3.6.2 Analisis Korelasi

Analisis korelasi dilakukan untuk mengetahui hubungan antara logam berat Fe pada sedimen dengan parameter kualitas air (suhu, salinitas, pH, dan kadar oksigen terlarut). Analisis korelasi ini menggunakan perangkat lunak SPSS Statistic versi 26. Tujuan uji korelasi yaitu nilai signifikansi (*P value*), kekuatan hubungan, dan arah korelasi. Dasar pengambilan keputusan untuk menilai adanya hubungan antara kadar logam berat Fe dengan parameter kualitas air adalah dengan mengamati taraf signifikansi dan koefisien korelasi (*R*) dengan interpretasi sesuai Tabel 3.2 berikut (Sugiono, 2017).

Tabel 3.2 Parameter Hasil Uji Korelasi dan Interpretasi

Parameter	Nilai	Interpretasi
P value	$P < 0,05$	Terdapat korelasi bermakna antara dua variabel yang diuji.
	$P > 0,05$	Tidak terdapat korelasi bermakna antara dua variabel yang diuji.
Kekuatan korelasi (<i>R</i>)	0,00 – 0,19	Sangat lemah
	0,20 – 0,39	Lemah
	0,40 – 0,59	Sedang
	0,60 – 0,79	Kuat
	0,80 – 1,00	Sangat kuat
Arah korelasi	+ (positif)	Searah, semakin besar nilai satu variabel, semakin besar pula nilai variabel lain.
	- (negatif)	Berlawanan arah, semakin besar nilai satu variabel, semakin kecil pula nilai variabel lain.