

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode deskriptif kuantitatif yang bertujuan untuk mengukur dan mendeskripsikan kandungan logam berat timbal (Pb) dan tembaga (Cu) pada sedimen di perairan pesisir Pulau Kalih Selatan dan Pulau Panjang, Banten. Penelitian deskriptif digunakan untuk menggambarkan fenomena alamiah yang terjadi dilapangan berdasarkan hasil pengukuran. Data yang diperoleh melalui analisis laboratorium disajikan dalam bentuk angka yang kemudian diinterpretasikan untuk memahami tingkat pencemaran logam berat di lokasi penelitian. Pendekatan kuantitatif digunakan untuk memastikan hasil penelitian bersifat objektif, terukur, dan dapat dibandingkan dengan standar baku mutu lingkungan.

3.2 Populasi dan Sampel Penelitian

3.2.1 Populasi

Populasi merupakan keseluruhan kelompok atau elemen yang memiliki karakteristik tertentu sesuai dengan fokus penelitian (Asrulla *et al.*, 2023). Populasi dalam penelitian ini adalah seluruh sedimen yang terdapat di perairan Pulau Kalih Selatan dan Pulau Panjang, Banten.

3.2.2 Sampel

Sampel merupakan bagian dari populasi yang dipilih untuk diteliti, berfungsi sebagai sumber data yang mewakili populasi secara keseluruhan (Asrulla *et al.*, 2023). Sampel pada penelitian ini yaitu sedimen yang diambil dari beberapa titik di perairan Pulau Kalih Selatan dan Pulau Panjang.

3.3 Lokasi dan Waktu

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2024. Sampel sedimen diambil di perairan Pulau Kalih Selatan dan Pulau Panjang. Preparasi sampel dan analisis menggunakan *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (F-AAS)

dilakukan di Laboratorium Pusat Riset Iklim dan Atmosfer (PRIMA) Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Prof. Dr. Samaun Samadikun Bandung.

3.4 Alat dan Bahan

Alat dan bahan beserta kegunaannya yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada tabel 3.1 sebagai berikut.

Tabel 3.1 Alat dan Bahan

| No | Alat dan Bahan | Kegunaan |
|-----|----------------------------|--|
| 1. | <i>Water Quality Meter</i> | Mengukur suhu, salinitas, pH, dan DO |
| 2. | Plastik sampel | Sebagai tempat penyimpanan sampel sedimen |
| 3. | Grab sampler | Mengambil sampel sedimen di dalam perairan |
| 4. | Spidol | Untuk memberi kode pada plastik sampel |
| 5. | Sekop | Mengambil sampel sedimen di pesisir |
| 6. | GPS Handled | Menentukan titik lokasi penelitian |
| 7. | Erlenmeyer | Tempat pencampuran larutan |
| 8. | Sampel sedimen | Sebagai bahan yang akan diuji |
| 9. | Gelas beker | Wadah larutan ketika destruksi sampel |
| 10. | Gelas ukur | Mengukur banyaknya larutan |
| 11. | Cawan porselin | Wadah sampel ketika pengeringan |
| 12. | Oven | Digunakan untuk mengeringkan sampel |
| 13. | Pipet ukur | Mengambil larutan |
| 14. | Timbangan analitik | Menimbang sampel |
| 15. | Alat FAAS | Alat pengujian logam berat |
| 16. | Aquades | Digunakan untuk pembersihan sampel |
| 17. | Asam nitrat | Digunakan ketika destruksi sampel |
| 18. | Asam klorida | Digunakan ketika destruksi sampel |
| 19. | Pipet tetes | Untuk mengambil cairan kimia |
| 20. | Lumpang | Untuk menghaluskan sampel |
| 21. | Sieve 100 mesh | Mengayakan tekstur sedimen |
| 22. | Kertas saring | Untuk menyaring ekstrak sampel |

| | | |
|-----|----------------|--|
| 23. | Corong gelas | Alat bantu untuk menyaring larutan |
| 24. | Hotplate stire | Sebagai pemanas sampel yang akan dicampurkan |

3.5 Metode Penelitian

Prosedur kerja pada penelitian ini yakni meliputi skema kerja umum yaitu pengambilan sampel, preparasi sampel, digesti basah sampel sedimen, pembuatan larutan standar 100 ppm logam Pb dan Cu, serta penentuan konsentrasi.

3.5.1 Metode Pengambilan Sampel

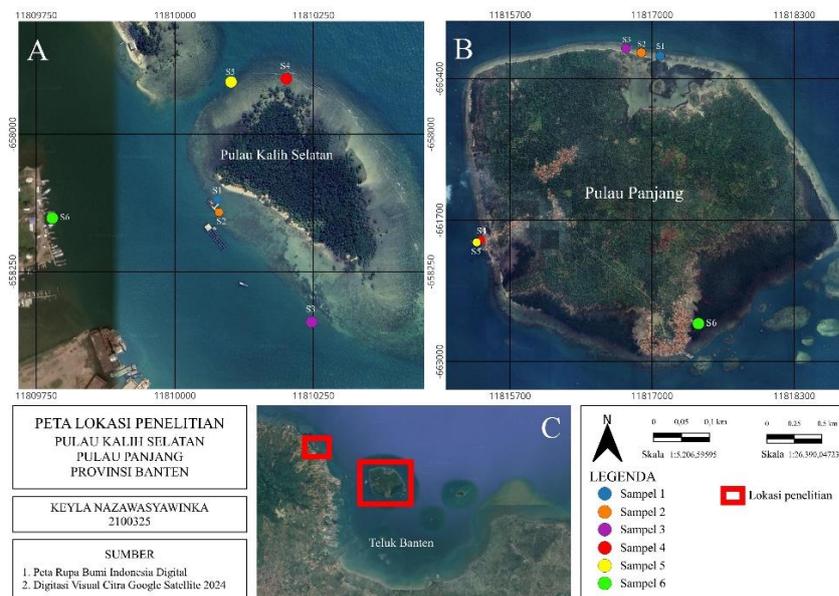
Pengambilan sampel dilakukan dengan metode *purposive sampling* yaitu berdasarkan kondisi lingkungan dan adanya sumber pencemar (Hidayati *et al.*, 2014). Pengambilan sampel sedimen dilakukan secara *in situ* di perairan Pulau Kalih Selatan dan Pulau Panjang. Sampel sedimen diambil menggunakan *grab sampler* dan sekop hingga kurang lebih 1 kg kemudian dimasukkan ke dalam plastik sampel yang sudah diberi kode. Data parameter kualitas air diambil menggunakan *Water Quality Meter*. Titik koordinat lokasi pengambilan sampel tertera pada Tabel 3.2 dan Tabel 3.3. Lokasi sampling penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.2.

Tabel 3.2 Lokasi Pengambilan Sampel Sedimen di Pulau Kalih Selatan

| Sampel | Lintang | Bujur |
|--------|------------|--------------|
| 1 | 5°54'05" | 106°05'30" |
| 2 | 5°54'06" | 106°05'30" |
| 3 | 5°54'14.0" | 106°05'36.3" |
| 4 | 5°53'58" | 106°05'34" |
| 5 | 5°53'58.2" | 106°05'31.7" |
| 6 | 5°54'07" | 106°05'20" |

Tabel 3.3 Lokasi Pengambilan Sampel Sedimen di Pulau Panjang

| Sampel | Lintang | Bujur |
|--------|-------------|---------------|
| 1 | 5°55'11" | 106°09'11" |
| 2 | 5°55'11.35" | 106°09'09.46" |
| 3 | 5°55'12.51" | 106°09'15.95" |
| 4 | 5°56'06" | 106°08'24" |
| 5 | 5°56'06" | 106°08'23" |
| 6 | 5°56'30" | 106°09'27" |



Gambar 3.1 Peta Lokasi Pengambilan Sampel Sedimen

3.5.2 Pengeringan Sampel

Sampel sedimen basah ditimbang sebanyak 20 gram kemudian disimpan di atas cawan petri lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 17 jam hingga beratnya konstan. Sampel yang sudah kering selanjutnya digerus menggunakan mortar dan diayak menggunakan *test sieve* berukuran 100 mesh untuk memisahkan limbah berukuran besar hingga didapatkan sampel sedimen yang lebih halus. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam plastik zip transparan sesuai dengan kode sampel. Sampel sedimen halus yang sudah dimasukkan ke dalam plastik zip selanjutnya siap untuk digesti basah.

3.5.3 Digesti Basah

Sampel sedimen kering ditimbang sebanyak 4 gram untuk logam berat Pb dan 2 gram untuk logam berat Cu menggunakan timbangan analitik lalu dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 ml dan dilarutkan dengan larutan aquaregia dari HCl dan HNO_3 dengan perbandingan 3:1 sebanyak 20 ml di dalam lemari asam. Campuran kemudian dipanaskan di atas *hot plate* dengan suhu 200°C hingga pelarut tersisa sedikit kental dan bening. Larutan sampel hasil digesti kemudian didinginkan pada suhu ruang lalu ditambahkan aquabides secukupnya dan dihomogenkan, kemudian disaring ke dalam labu ukur 50 ml menggunakan kertas

saring Whatman 41. Filtrat kemudian diencerkan menggunakan aquabides hingga tanda batas dan dihomogenkan lalu diberi label sesuai kode sampel.

3.6 Pembuatan Larutan

3.6.1 Larutan HNO₃ 1M

Larutan HNO₃ 65% dipipet sebanyak 69,50 mL ke dalam labu ukur 1 liter yang telah diisi aquades sebanyak 500 ml, kemudian ditambahkan kembali aquades hingga tanda batas lalu diaduk agar homogen dan diberi label.

3.6.2 Larutan Standar Pb dan Cu 100 ppm

Larutan stok Pb dan Cu 1000 ppm dipipet sebanyak 10 ml menggunakan pipet volume dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Larutan kemudian diencerkan menggunakan HNO₃ hingga tanda batas lalu dihomogenkan dan diberi label.

3.7 Penentuan Konsentrasi Logam

3.7.1 Penentuan Konsentrasi Pb

Pembuatan larutan seri standar Pb dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 ppm dilakukan dengan cara memipet larutan standar Pb 100 ppm menggunakan mikro pipet secara berturut-turut 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,125 mL ke dalam labu ukur 25 mL kemudian ditambahkan larutan HNO₃ 1M hingga tanda batas dan dihomogenkan. Larutan standar kemudian dipindahkan ke dalam *test tube* dan diberi label untuk selanjutnya diuji menggunakan alat AAS pada panjang gelombang maksimum 283,3 nm.

3.7.2 Penentuan Konsentrasi Cu

Pembuatan larutan seri standar Cu dengan konsentrasi 0,15; 0,2; 0,3; 0,4; 0,45 ppm dilakukan dengan cara memipet larutan standar Cu 100 ppm menggunakan mikro pipet secara berturut-turut 0,0375; 0,05; 0,075; 0,1; 0,1125 mL ke dalam labu ukur 25 mL kemudian ditambahkan larutan HNO₃ 1M hingga tanda batas dan dihomogenkan. Larutan standar kemudian dipindahkan ke dalam *test tube* dan diberi label untuk selanjutnya diuji menggunakan alat AAS pada panjang gelombang maksimum 324,7 nm.

3.8 Analisis Data

3.8.1 Perhitungan Konsentrasi Logam Berat

Kandungan logam berat Pb dan Cu akan dibandingkan dengan standar baku mutu yang ditetapkan oleh *Swedish Environmental Protection Agency* (SEPA, 2000). Acuan pedoman mutu sedimen ini dilakukan karena Indonesia belum memiliki pedoman kandungan konsentrasi logam berat dalam sedimen, dan baku mutu SEPA (2000) sudah banyak digunakan untuk penelitian di negara iklim tropis seperti Indonesia, seperti penelitian oleh Maulina *et al.* (2024), Aphrodita *et al.* (2022), Rizkiana *et al.* (2017).

Perhitungan konsentrasi logam dihitung dalam persamaan:

$$\text{Konsentrasi Logam} = \frac{C \times V \times F}{B}$$

Keterangan:

C = Konsentrasi AAS (mg/L)

V = Volume larutan (L)

F = Faktor pengenceran

B = Berat sampel (gram)

3.8.2 Perhitungan Nilai Pencemaran

Penilaian pencemaran logam berat dihitung menggunakan analisis Faktor Kontaminasi (*Contamination Factor/CF*). Nilai CF diperoleh dengan menghitung rasio konsentrasi masing-masing elemen dalam sedimen terhadap nilai *background value* (Li *et al.*, 2017; Ahmed *et al.*, 2018; Alahabadi & Malvandi, 2018).

$$CF = \frac{C_n}{B_n}$$

Keterangan:

C_n = konsentrasi logam x dalam sampel sedimen (mg/kg)

B_n = konsentrasi normal logam x di alam (*background*)

Interpretasi CF menurut Hakanson (1980), dikelompokkan menjadi tingkat terkontaminasi rendah (CF<1), terkontaminasi sedang (1<CF<3), terkontaminasi cukup tinggi (3<CF<6), dan terkontaminasi sangat tinggi (CF≥6).

Penentuan tingkat kontaminasi logam berat dalam sedimen menggunakan Indeks Geo-akumulasi (Wu *et al.*, 2014; Alahabadi & Malvandi, 2018).

$$I_{geo} = \frac{\text{Log}_2(Cn)}{1,5(Bn)}$$

Keterangan:

Cn = konsentrasi logam x dalam sampel sedimen (mg/kg)

Bn = konsentrasi normal logam x di alam (*background*)

1,5 = konstanta

Tingkat kontaminasi logam berat pada Indeks Geo-akumulasi dibagi dalam tujuh kelas yaitu Tidak Tercemar ($I_{geo} \leq 0$), Tidak tercemar hingga tercemar sedang ($0 < I_{geo} < 1$), Tercemar sedang ($1 < I_{geo} < 2$), Tercemar sedang hingga berat/ parah ($2 < I_{geo} < 3$), Tercemar berat/parah ($3 < I_{geo} < 4$), Tercemar berat/parah hingga sangat berat ($4 < I_{geo} < 5$), dan Tercemar sangat berat ($5 > I_{Geo}$).

3.8.3 Perhitungan Uji Korelasi

Analisis korelasi dilakukan untuk mengetahui sejauh mana hubungan antara logam berat dengan parameter kualitas air. Proses analisis ini dilakukan dengan bantuan perangkat lunak SPSS versi 26. Tujuan utama dari uji korelasi adalah untuk menilai nilai signifikansi (p-value), kekuatan hubungan (koefisien korelasi), serta arah hubungan (positif atau negatif). Pengambilan keputusan mengenai adanya hubungan antara parameter tersebut didasarkan pada nilai signifikansi dan besar kecilnya koefisien korelasi, yang diinterpretasikan pada Tabel 3.4 (Sugiyono, 2017).

Tabel 3.4 Interpretasi Hasil Uji Korelasi

| Parameter | Nilai | Interpretasi |
|-----------------------|--------------|--|
| R value | $P < 0,05$ | Ada hubungan yang signifikan antara kedua variabel yang diuji. |
| | $P > 0,05$ | Tidak ada hubungan yang signifikan antara kedua variabel yang diuji. |
| Kekuatan Korelasi (R) | 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) | Hubungan searah: jika satu variabel meningkat, variabel lain juga meningkat. |
| | - (negatif) | Hubungan berlawanan: jika satu variabel meningkat, variabel lain menurun. |