

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Desain penelitian adalah desain penelitian yang bertindak sebagai pedoman untuk melakukan proses penelitian. Desain penelitian bertujuan untuk memberikan panduan yang jelas dan terstruktur tentang bagaimana peneliti dapat melakukan penelitiannya. Desain penelitian ini menggunakan pendekatan kuantitatif karena gejala yang diamati dapat diubah menjadi angka-angka dan dianalisis menggunakan data statistik. Metode kuantitatif adalah prosedur pengambilan sampel yang biasanya dilakukan secara acak, dan pengumpulan data yang bersifat kuantitatif atau statistik untuk tujuan pengujian hipotesis yang diberikan (Sugiyono, 2013). Jenis penelitian yang digunakan yaitu penelitian deskriptif dimaksudkan untuk menjelaskan, meringkas kondisi, menggambarkan situasi, fenomena, atau berbagai variabel penelitian setelah peristiwa sebagaimana adanya yang dapat di foto, diwawancarai, diobservasi, diamati serta yang dapat diungkapkan melalui bahan dokumenter. Penelitian deskriptif yang ditujukan untuk menggambarkan kandungan dan kadar logam berat pada kerang darah di Perairan Teluk Lada Kabupaten Pandeglang Provinsi Banten.

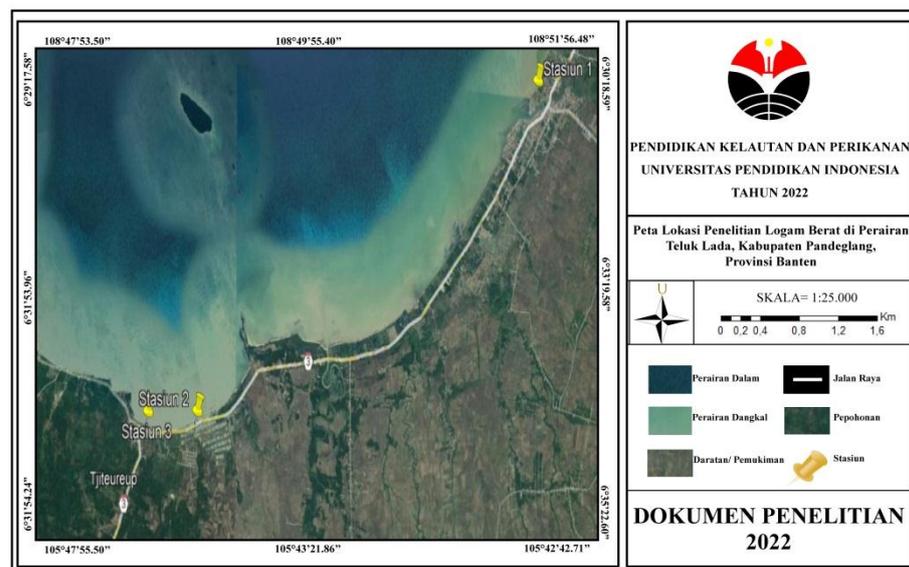
Metode pengambilan sampel yang digunakan yaitu *Purposive Sampling* dengan memperhatikan jarak. *Purposive Sampling Method* digunakan dalam penelitian yang dipicu oleh teknik ini dengan memperhitungkan penentuan sampel tertentu, karena sampel yang ada tidak memiliki semua kriteria yang diperlukan untuk tujuan penelitian (Sugiyono, 2017). Kriteria yang digunakan yaitu memperhatikan jarak antara lokasi penelitian.

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Desember 2021 hingga Februari 2022 di kawasan Perairan Teluk Lada Kabupaten Pandeglang Provinsi Banten yang terbagi dalam tiga titik stasiun dengan masing-masing koordinat. Stasiun 1 di Sidamukti Panimbang dengan titik koordinat 6°29'17.58"S, 105°47'55.50"E.

Stasiun 2 di Sobang dengan titik koordinat $6^{\circ}31'53.96''\text{S}$, $105^{\circ}43'21.86''\text{E}$. Stasiun 3 di Citereup dengan titik koordinat $6^{\circ}31'54.24''\text{S}$, $105^{\circ}42'42.61''\text{E}$. Lokasi penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1

Preparasi sampel dan pengujian kandungan serta kadar logam berat pada air laut dan kerang darah (*Anadara granosa*) dilakukan di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Dan Kehutanan KP3B Serang dan Laboratorium Sumberdaya Kelautan dan Perikanan Universitas Pendidikan Indonesia Kampus Daerah di Serang.



Gambar 3.1 Peta Lokasi Penelitian Perairan Teluk Lada Panimbang

3.3 Populasi dan Sampel

3.3.1 Populasi

Populasi merupakan area generalisasi yang terdiri atas obyek atau subyek yang mempunyai sifat kualitas dan karakteristik tertentu yang ditetapkan oleh peneliti untuk diselidiki dan ditentukan untuk menarik kesimpulannya (Sugiyono, 2013). Penelitian ini menggunakan populasi kerang darah yang ada di Perairan Teluk Lada Panimbang Kabupaten Pandeglang Provinsi Banten.

3.3.2 Sampel

Sampel adalah bagian dari jumlah dan karakteristik yang dimiliki oleh populasi tersebut (Sugiyono, 2013). Penelitian ini menggunakan kerang daerah sebagai sampel yang bertujuan untuk mengetahui kandungan dan kadar logam berat. Teknik pengambilan sampel air dan kerang memperhatikan jarak antara lokasi penelitian. Sampel kerang darah yang digunakan pada penelitian sebanyak 10 kerang setiap stasiun nya. Cara pengambilan sampel kerang darah pada setiap stasiun menggunakan metode sapuan (*swept area*) dengan alat tangkap penggaruk. Pengoperasiannya dengan cara ditarik di atas permukaan dasar perairan hingga kedalaman tertentu, kerang yang tergarukkan masuk ke dalam kantong (Puspito, 2012).

3.4 Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian merupakan alat untuk mengukur fenomena alam dan sosial yang diamati (Sugiono, 2015). Instrumen penelitian ini merupakan alat bantu yang digunakan untuk mengumpulkan data dalam kegiatan penelitian dan untuk mempermudah kegiatan tersebut menjadi lebih sistematis. Instrumen dalam penelitian ini menggunakan alat bantu *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) yang dilakukan di Dinas Lingkungan Hidup Dan Kehutanan KP3B Serang. *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) merupakan alat yang menggunakan metode analisis untuk menetapkan unsur logam dan metaloid berdasarkan penyerapan (*absorpsi*) radiasi gelombang elektromagnetik oleh atom bebas dari unsur tersebut.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Penentuan Lokasi

Penentuan lokasi didasarkan pada sebaran kerang darah (*Anadara granosa*) yang ada di wilayah Perairan Teluk Lada Panimbang. Maka dilakukan penyebaran titik stasiun, dalam hal ini ditentukan 3 stasiun pengambilan sampel air laut dan kerang darah (*Anadara granosa*) diantaranya yaitu :

Stasiun 1 : Sidamukti Panimbang dengan titik koordinat $6^{\circ}29'17.58''S$, $105^{\circ}47'55.50''E$.

Stasiun 2 : Sobang dengan titik koordinat $6^{\circ}31'53.96''S$, $105^{\circ}43'21.86''E$.

Stasiun 3: Citereup dengan titik koordinat $6^{\circ}31'54.24''S$, $105^{\circ}42'42.61''E$.

3.5.2 Pengambilan Data

Data yang dikumpulkan meliputi data primer dan sekunder. Data primer diambil dari hasil pengukuran di lapangan secara langsung (*in situ*) di Perairan Teluk Lada Panimbang yaitu pengukuran suhu. Sampel air laut akan dianalisis kandungan logam berat seperti Timbal (Pb), Kadmium (Cd) dan Besi (Fe) dengan menggunakan analisa *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Data primer diukur di tiga stasiun dengan percobaan 2 kali dalam satu bulan. Prosedur pengambilan data tersebut adalah sebagai berikut :

a. Metode Pengambilan Air Laut dan Kerang Darah

Pengambilan air laut dengan cara sederhana. Alat yang diperlukan hanya botol kosong yang berukuran 600 ml yang sudah dicuci bersih. Cara pengambilannya secara langsung dengan teknik horizontal.

Pengambilan kerang darah pada setiap stasiun menggunakan metode sapuan (*swept area*) dengan alat tangkap penggaruk. Pengoperasiannya dengan cara ditarik di atas permukaan dasar perairan, bagian mulut garuk akan menggaruk permukaan dasar perairan hingga kedalaman tertentu, kerang yang tergarukkan masuk kedalam kantong (Puspito, 2012). Sampel kerang darah yang tertangkap kemudian disortir dan dibersihkan. Sampel kerang darah dimasukkan kedalam plastik *ziplock* serta diberi label. Kemudian masukan ke dalam *freezer* sampai menunggu untuk dianalisis.

b. Pengukuran Parameter Lingkungan

Parameter lingkungan seperti suhu diukur langsung di lokasi penelitian (*in situ*) dengan alat termometer. Pengukuran parameter lingkungan lainnya seperti kekeruhan, salinitas dan pH diukur yang dilakukan di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Dan Kehutanan KP3B Serang.

c. Analisa Kandungan Logam berat Pada Air Laut

Sampel air laut diambil pada titik stasiun yang sama. Uji kandungan logam berat yaitu Timbal (Pb). Kadmium (Cd) dan Besi (Fe) pada air laut

yang telah didapatkan dengan cara yang sederhana lalu dimasukkan kedalam botol yang berukuran 600 ml lalu dibawa ke Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Dan Kehutanan KP3B Serang untuk diuji yang sesuai SNI 06-6989.84-2019 dan menggunakan alat AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*).

Sampel kerang darah yang diambil dari titik stasiun yang sama. Uji kandungan logam berat yaitu Timbal (Pb), Kadmium (Cd) dan Besi (Fe) pada kerang darah yang telah didapatkan disortir dan dibersihkan lalu dimasukkan ke dalam plastik *ziplock* setelah itu dibuat menjadi serbuk dengan cara yang sederhana. Cara penyerbukan sampel kerang darah menggunakan alat Oven Kompor bila sudah terbentuk serbuk lalu diuji dengan metode destruksi asam di Laboratorium Sumberdaya Kelautan dan Perikanan Universitas Pendidikan Indonesia Kampus Serang.

3.6 Analisis Data

Data kandungan logam berat pada air laut dan kerang darah (*Anadara granosa*) dianalisis secara deskriptif. Kandungan logam berat pada air laut diketahui menggunakan alat bantu AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*). Sedangkan untuk mengetahui kandungan logam berat pada kerang darah menggunakan metode destruksi asam yang dilihat dari perubahan warna.

a. *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS)

Atomic Absorption Spectrophotometry atau spektrofotometri serapan atom adalah suatu metode yang digunakan untuk penentuan unsur logam dan metaloid. Mekanisme *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) ini adalah didasarkan pada penguapan larutan sampel, dan logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom menyerap radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan oleh lampu katoda yang mengandung unsur yang diukur.

Prinsip analisis memakai alat *Atomic Absorption Spectrophotometry* adalah nyala api mengandung atom unsur yang akan dianalisis karena larutan sampel tersedot ke dalam nyala api dan unsur-unsur dalam sampel diubah menjadi uap atom. Atom *ground state* ini kemudian menyerap radiasi yang

dipancarkan oleh sumber radiasi yang terbuat dari unsur-unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi adalah sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi oleh atom dalam nyala.

Keunggulan alat *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) yaitu instrumen yang sangat mudah digunakan dan sangat lengkap, cara menganalisis cepat, kinerja baik, gangguan relatif sedikit dan harga instrumen serta biaya perawatan relatif lebih mudah.

Kandungan logam berat pada air laut diukur dengan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) yang dilakukan di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Dan Kehutanan KP3B Serang. Metode ini dilakukan dengan menggunakan prosedur analisis berdasarkan SNI 06-6989.84-2019.

Prosedur Kerja *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) berdasarkan SNI 06-6989.84-2019 :

1. Prinsip

Analit logam tertentu diatomisasi dalam nyala udara-asetilan diubah menjadi bentuk atomnya yang menyerap energi radiasi elektromagnetik dari lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

2. Bahan

- Air bebas mineral
- Asam Nitrat (HNO_3) pekat
- Hidrogen Peroksida (H_2O_2) 30%
- Larutan induk logam besi (Fe) 1000 mg/L
- Larutan induk logam timbal (Pb) 1000 mg/L
- Larutan induk logam kadmium (Cd) 1000 mg/L
- Gas asetilen (C_2H_2) kemurnian tinggi dengan tekanan minimum 689 kPa (100 psi)
- Gas Nitrogen Oxide (N_2O)
- Larutan pengencer HNO_3 : larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat dengan air bebas mineral hingga 1000 mL kemudian homogenkan

- Larutan pencuci HNO_3 5% : tambahkan 50 mL HNO_3 pekat ke dalam gelas piala 1000 mL yang berisi 800 mL air bebasmineral, kemudian tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan
- Media penyaring dengan ukuran pori 0,45 μm
- Udara tekan

3. Peralatan

- AAS-nyala dilengkapi dengan *burner* sesuai dengan gas oksidan yang digunakann
- Lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*, HCl) Fe, Pb, dan Cd
- Gelas piala ukuran 250 mL dan 1000 mL
- Pipet volumetrik (1, 2, 5, 10, 25 dan 100) mL
- Labu ukur (50, 100, dan 1000) mL
- *Erlenmeyer* 250 mL
- Corong gelas
- Kaca arloji
- Pemanas listrik
- Sistem penyaring vakum
- Labu semprot

4. Pengawetan

- Wadah : botol plastik (*polyethylene*) atau botol gelas
- Pengawet : a. untuk logam terlarut, saring dengan media penyaring dengan ukuran 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH < 2
b. Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga pH < 2.
- Lama penyimpanan : 6 bulan
- Kondisi penyimpanan : suhu ruang

5. Persiapan

- a. Persiapan contoh uji logam total dan ekstrak TCLP (destruksi dengan HNO_3)

- Homogenkan contoh uji, ambil secara kuantitatif 100 mL contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 250 mL atau *erlenmeyer* 250 mL
 - Tambahkan 5 mL HNO₃ pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *erlenmeyer* gunakan corong gelas
 - Panaskan perlahan-lahan sampai volumenya berkisar 10 mL – 20 mL, jika destruksi belum sempurna (tidak jernih) maka tambahkan lagi 5 mL HNO₃ pekat
 - Kemudian tutup gelas piala engan kaca arloji atau tutup *erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih.
- b. Pembuatan larutan logam (Fe, Pb dan Cd)
1. Larutan logam Fe
 - Timbang $\pm 0,100$ g logam Fe, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL
 - Tambahkan campuran 10 mL HCl (1+) dan 3 mL HNO₃ pekat sampai larut
 - Tambahkan 5 mL HNO₃ pekat lalu encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda teraHitung kembali kadar Fe berdasarkan hasil penimbangan (1 mL \approx 100 μ g Fe)
 2. Larutan logam Pb
 - Timbang $\pm 0,1598$ g Pb(NO₃)₂ masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Tambahkan sedikit HNO₃ (1+1)
 - Tambahkan 10 mL HNO₃ pekat dan air bebas mineral hingga tepat tanda tera kemudian homogenkan
 - Hitung kembali kadar Pb berdasarkan hasil penimbangan (1 mL \approx 100 μ g Pb)
 3. Larutan logam Cd
 - Timbang $\pm 0,100$ g logam Cd, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL
 - Tambahkan 4 mL HNO₃ pekat sampai larut

- Tambahkan 8 mL HNO₃ pekat dan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, kemudian homogenkan
 - Hitung kadar Cd berdasarkan hasil penimbangan (1 mL ≈ 100 µg Cd)
- c. Pembuatan larutan kerja logam
- Buat deret larutan kerja logam dengan satu blanko dan minimal tiga kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.
- d. Pembuatan kurva kalibrasi
- Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut :
- Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat (*cookbook*) untuk pengukuran logam tertentu
 - Aspirasikan larutan blanko ke dalam AAS-nyala kemudian atur serapan hingga nol
 - Aspirasikan larutan kerja atau satu persatu ke dalam AAS-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang logam tertentu sesuai dengan parameter logam yang dianalisis
 - Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer
 - Buat kurva kalibrasi dari data aspirasi larutan kerja dan tentukan persamaan garis lurus nya
 - Jika koefisien korelasi regresi linier (r) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada aspirasi larutan blanko dan larutan kerja hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.
6. Pengujian
- Uji kadar logam berat dengan tahapan sebagai berikut :
- Aspirasikan contoh uji ke dalam AAS-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang logam tertentu. Bila hasil serapan lebih besar dari kisaran kadar optimum, lakukan pengenceran.
 - Catat hasil pengukuran dan laporkan pengujian.
7. Perhitungan
- Kadar logam dihitung sebagai berikut :

$$\text{Kadar logam (mg/L)} = C \times fp$$

Keterangan : C = kadar logam yang di dapat dari hasil pengukuran (mg/L)

fp = adalah faktor pengenceran.

b. Destruksi Asam

Destruksi adalah suatu metode awal untuk menganalisis logam dengan matriks organik yang melekat pada logam tersebut. Destruksi merupakan langkah penting dalam proses analisis kimia, tahapan yang dilalui yaitu penggerusan sampel, pengayakan sampel dan diikuti dengan tahap destruksi menggunakan asam kuat seperti HNO_3 , HCl , atau campuran HCl dengan HNO_3 dengan perbandingan 3:1 (Hartati, 1995). Pada dasarnya dikenal 2 jenis destruksi yaitu destruksi basah dan destruksi kering, yang masing-masing memiliki kelebihan dan kekurangan (Tunakova *et al*, 2017).

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam kuat baik tunggal maupun dicampur, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut yang dapat digunakan untuk pembuatan destruksi basah antara lain asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat ($HClO_4$) dan asam klorida (HCl) (Rahayu, 2020). Kesempurnaan destruksi ditunjukkan dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi. Hal ini menunjukkan bahwa semua komponen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa organik telah berhasil. Senyawa garam ini bersifat stabil dan dapat disimpan selama beberapa hari. Pelaksanaan kerja destruksi basah secara umum biasanya dilakukan dengan metode Kjeldhal. Perubahan telah dilakukan pada peralatan yang digunakan untuk mengembangkan metode (Nielsen, 2017).

Kandungan logam pada kerang darah diketahui dengan menggunakan metode Destruksi Asam yang ditunjukkan dengan perubahan warna. Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk mengubah sampel menjadi materi yang dapat diukur sehingga kandungan berupa unsur-unsur didalamnya dapat dianalisis. Cara untuk pendestruksian dilakukan pengeringan sampel kerang darah menggunakan oven lalu

dihaluskan sehingga berubah menjadi butiran halus. Setelahnya ditambahkan cairan asam pekat kedalam tabung reaksi yang sudah terisi dengan sampel kerang darah. Cairan asam pekat yang digunakan adalah asam pengoksidasi yaitu HNO_3 65% dan HCl . Destruksi sampel kerang darah dilakukan pemanasan sampel dengan menggunakan hotplate lalu tambahkan dengan asam nitrat sebanyak 1 mL hingga kering. Setelah itu ditambahkan dengan asam klorida sebanyak 10mL hingga ada perubahan warna. Indikator warna untuk logam berat besi yaitu kuning, pada logam berat timbal berwarna orange terang dan logam berat kadmium berwarna orange kemerahan.

Asam nitrat digunakan untuk mempercepat proses detruksi dan oksidator yang kuat sehingga dengan penambahan oksidator ini dapat menurunkan suhu destruksi dengan demikian komponen yang dapat menguap pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik. Asam klorida sebagai oksidator dan dapat mengubah logam menjadi senyawa logam klorida selanjutnya diubah menjadi kompleks anion yang stabil (Rusnawati *et al*, 2018). Fungsi destruksi agar zat-zat organik yang ada dalam sampel terurai sempurna.