

BAB IV

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan yaitu penelitian observasional dengan pendekatan deskriptif, yaitu penelitian yang meliputi observasi lapangan, pengambilan sampel dan dilanjutkan dengan pemeriksaan laboratorium, analisis data serta penyusunan laporan hasil penelitian sehingga dapat mengetahui kandungan logam berat Kromium (Cr) pada air dan sedimen di perairan Teluk Kendari.

B. Tempat Dan Waktu Penelitian

1. Tempat penelitian

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap, yaitu:

- a. Lokasi pengambilan sampel air dan sedimen yang diteliti, diambil di perairan Teluk Kendari.
- b. Identifikasi logam berat Kromium (Cr) pada sampel air dan sedimen dilaksanakan di Laboratorium Biomolekuler Dan Lingkungan Fakultas MIPA Universitas Haluoleo.

2. Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada tanggal 29 Maret – 12 Juni 2023.

C. Bahan Uji

Bahan uji dalam penelitian ini adalah air dan sedimen yang diambil dari titik-titik di wilayah bagian timur perairan Teluk Kendari yaitu pulau Bungkutoko dengan 3 titik stasiun pengambilan sampel yaitu, Spot Kendari X, Pelabuhan Y, dan PT. Z. Sampel yang diambil dari setiap stasiun sebanyak 3 sampel yaitu pada bagian hulu, tengah, dan hilir. Sehingga total sampel yang diambil adalah sebanyak 9 sampel untuk masing-masing air dan sedimen.

D. Prosedur Pengumpulan Data

Data yang dikumpulkan dari awal penyusunan karya tulis ilmiah ini adalah data yang dikumpulkan berasal dari observasi awal, jurnal penelitian, skripsi, dan *study literature* yang mendukung penyusunan karya tulis ilmiah ini. Data yang diperoleh diolah dan dicatat.

E. Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Botol kaca gelap : digunakan sebagai wadah sampel air
2. Plastik *ziplock* : digunakan sebagai wadah sampel sedimen
3. *Sediment coring* : digunakan untuk mengambil sampel sedimen
4. Alat tulis : digunakan untuk menandai identitas sampel
5. Kertas label : digunakan sebagai tempat untuk menulis identitas sampel
6. Kamera : digunakan sebagai alat dokumentasi

F. Prosedur Kerja

1. Pra analitik

a. Metode pemeriksaan dan prinsipnya

Metode yang digunakan adalah metode kuantitatif dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Shimadzu AA-7000. Prinsipnya adalah adanya penguapan sampel, yang kemudian logam di dalamnya diubah menjadi bebas. Atom tersebut akan mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur logam berat Kromium (Cr). Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang 359,3 nm.

b. Teknik pengambilan sampel

Pengambilan sampel air laut dan sedimen dilakukan pada saat surut terendah, di mana sebelum pengambilan sampel terlebih dahulu menyesuaikan dengan pasang surut pada perairan dengan menggunakan aplikasi pasang surut air laut. Sampel air sebanyak \pm 150 mL diambil dari setiap stasiun dengan cara memasukkan mulut botol sampel dari atas permukaan air hingga air masuk ke dalam botol sampel, botol sampel dinaikkan sampai air terisi penuh kemudian botol ditutup dan diberi label. Berdasarkan kriteria yang telah ditetapkan (SNI 6964.8:2015), sampel air diambil untuk setiap titik

(jarak antar titik di setiap lokasi ± 50 meter yaitu hulu, tengah, dan hilir) pada kedalaman 10-20 cm dari permukaan yang telah ditentukan, sejauh ± 100 meter dari garis pantai yang bertujuan untuk melihat kondisi akumulasi logam berat sehingga data yang diperoleh benar-benar valid.

Sampel sedimen diambil sebanyak ± 50 gram dari masing-masing titik dengan kedalaman sekitar 5-10 cm dari permukaan sedimen dengan menggunakan *sediment coring*. Kemudian sedimen dimasukkan ke dalam plastik *ziplock* dan diberi label agar tidak tertukar antara satu sampel dengan sampel yang lainnya.

c. Persiapan alat dan bahan

1) Alat :

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Shimadzu AA-7000
- *Sediment coring*
- Botol kaca gelap
- Plastik *ziplock*
- Kertas label
- Alat tulis
- Kamera
- Neraca analitik
- Lemari asam
- *Hotplate*
- Erlenmeyer
- Gelas ukur 100 mL
- *Beaker glass*
- Spatula logam
- Corong

2) Bahan :

- Sampel air
- Sampel sedimen

- Aquadest
- Larutan HNO₃
- Larutan standar Cr
- Kertas saring *Whatman*

d. Preparasi sampel

Sampel air laut disaring terlebih dahulu sebelum dilakukan analisis selanjutnya. Sampel sedimen diproses dengan destruksi basah yakni dilakukan dengan cara melarutkan sebanyak 1 gram sampel dengan larutan HNO₃p.a. 65% sebanyak 9 mL dan dipanaskan di atas *hotplate* selama 1 jam dalam lemari asam. Kemudian mendinginkan larutan sampai suhu ruang dan mengencerkan dengan aquadest sebanyak 20 mL. selanjutnya analisis sampel dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom.

2. Analitik

a. Persiapan sampel uji

- Sampel air laut
 - 1) Sampel masing-masing diambil sebanyak 50 mL.
 - 2) Kemudian homogenkan setiap sampel.
 - 3) Selanjutnya masukkan sampel ke dalam erlenmeyer sebanyak 20 mL dengan menggunakan corong yang telah dilapisi dengan kertas saring *Whatman*.
 - 4) Sampel uji siap diukur ke dalam alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 359,3 nm.
- Sampel sedimen
 - 1) Sampel sedimen masing-masing diambil sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
 - 2) Kemudian pindahkan sampel ke dalam lemari asam dan lakukan destruksi basah.
 - 3) Sampel dilarutkan dengan HNO₃ kemudian dipanaskan di atas *hotplate*.

- 4) Dinginkan sampel hingga suhu ruang dan tambahkan aquadest sebanyak 20 mL.
 - 5) Selanjutnya homogenkan sampel.
 - 6) Masukkan sampel ke dalam erlenmeyer dengan menggunakan corong yang telah dilapisi dengan kertas saring *Whatman*.
 - 7) Sampel uji siap diukur ke dalam alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 359,3 nm.
- b. Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi
- Pembuatan kurva kalibrasi
 - 1) Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran Kromium.
Catatan 1 : salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitivitas.
Catatan 2 : tambahkan matrix modifier dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.
 - 2) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
 - 3) Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 359,3 nm, kemudian catat.
 - 4) Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
 - 5) Buat kurva kalibrasi dari data, dan tentukan persamaan garis lurusnya.
 - 6) Jika koefisien korelasi regresi linear (r) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah 1 sampai 3 hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

- Cara uji
 - 1) Aspirasikan sampel uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 359,3 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran.
 - 2) Catat hasil pengukuran.

- Perhitungan

Kadar logam Kromium (Cr) dihitung sebagai berikut :

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

Keterangan :

C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L).

fp adalah faktor pengenceran.

3. Pasca analitik

a. Air

- Ambang batas : 0,002 mg/L

b. Sedimen

- Ambang batas : 260 mg/Kg

G. Jenis Data

1. Data Primer

Data primer pada penelitian ini ialah data dari hasil observasi secara langsung di lokasi penelitian dalam mendukung penelitian. Data lainnya diperoleh dari pemeriksaan sampel di Laboratorium Biomolekuler Dan Lingkungan Fakultas MIPA Universitas Haluoleo dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

2. Data Sekunder

Data sekunder pada penelitian ini ialah data yang dikumpulkan dari hasil penelitian sebelumnya, seperti dari data *survey* awal, skripsi, jurnal penelitian yang berhubungan dengan logam berat Kromium (Cr), literatur, dan dari buku-buku yang bisa digunakan sebagai acuan dalam penelitian ini.

H. Pengolahan Data

Dalam penelitian yang akan dilakukan, ada beberapa tahapan dalam pengolahan data, yaitu:

1. Pemeriksaan data (*editing*) bertujuan untuk memeriksa data yang telah dikumpulkan.
2. Pengkodean data (*coding*) bertujuan untuk memberikan kode pada setiap data yang telah terkumpul disetiap instrumen penelitian sehingga dapat memudahkan dalam menganalisa data.
3. Mentabulasi (*tabulating*) yaitu memasukkan data yang telah dikelompokkan ke dalam tabel agar mudah dipahami dan diuraikan.

I. Analisis Data

Analisis data yang digunakan pada penelitian ini adalah deskriptif kuantitatif yang diperoleh dari hasil pengukuran dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) berupa konsentrasi larutan sampel kemudian dikonversi ke satuan mg/L (sampel air) dan mg/Kg (sampel sedimen) untuk mengetahui tingkat konsentrasi logam berat Kromium. Kemudian hasil analisis logam berat Kromium (Cr) pada air di perairan Teluk Kendari dibandingkan dengan baku mutu berdasarkan Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 51 Tahun 2004 tentang Baku Mutu untuk Wisata Bahari yaitu sebesar 0,002 mg/L. Sedangkan hasil analisis logam berat Kromium (Cr) pada sedimen dibandingkan dengan baku mutu yang dikeluarkan oleh WAC 173-204-320 (*Marine sediment quality standards*) Tahun 2013 yaitu sebesar 260 mg/Kg.

J. Penyajian Data

Data yang diperoleh dari penelitian ini disajikan dalam bentuk tabel dan diuraikan dalam bentuk narasi.

K. Etika Penelitian

Tujuan dari adanya etika penelitian yaitu untuk melindungi hak-hak peneliti, sehingga pada penelitian ini sangat ditekankan tentang etika, meliputi:

1. Kerahasiaan (*Confidentiality*)

Peneliti menjaga kerahasiaan berupa informasi dan hal-hal penting seperti tidak menyebutkan nama asli dari setiap stasiun penelitian, karena data atau informasi yang dikumpulkan akan menjadi jaminan kerahasiaan peneliti, yang digunakan pada pemberian laporan dari hasil penelitian.

2. Memperhitungkan manfaat dan kerugian yang ditimbulkan (*Balancing harms and benefits*)

Sebuah penelitian sekiranya memperoleh sebuah manfaat bagi masyarakat pada umumnya, dan khususnya bagi subjek penelitian. Peneliti hendaknya meminimalisir dampak yang merugikan bagi subjek penelitian.