

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Jenis Penelitian**

Jenis Penelitian ini adalah deskriptif kuantitatif dengan pendekatan eksperimen laboratorium untuk menganalisis kandungan merkuri (Hg) 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. Sampel yang diteliti di ambil dari perairan Teluk Kendari.
- b. Pemeriksaan Merkuri (Hg) secara kuantitatif pada sampel air dan sedimen di dilaksanakan di Laboratorium Biomolekuler dan Lingkungan, Fakultas MIPA, Universitas Haluoleo Kendari.

##### **2. Waktu Penelitian**

Penelitian ini telah dilaksanakan pada 3 Maret- 12 Juni 2023.

#### **C. Bahan Uji**

Bahan uji dalam penelitian ini adalah air dan sedimen yang di ambil dari titik- titik di Wilayah bagian Barat perairan Teluk Kendari pada dua kecamatan, yaitu Kecamatan Mandonga dan Kecamatan Kambu, dengan 3 titik pengambilan sampel yaitu Stasiun I Jembatan Triping (belakang bengkel mobil dan motor), Stasiun II Kawasan Mangrove (belakang Rumah Makan MK), dan Stasiun III bongkar muat disekitar MA. Dalam 1 stasiun diambil sebanyak 3 sampel yaitu pada bagian hulu, tengah, dan hilir. Sehingga jumlah total sampling adalah 9 sampel.

#### **D. Prosedur Pengumpulan Data**

##### **1. Kuesioner**

Kuesioner merupakan metode pengumpulan data dalam penelitian dengan cara memberikan formulir yang berisi pertanyaan- pertanyaan kepada responden.

## 2. Izin Penelitian

Penelitian ini akan dimulai setelah mendapatkan izin dari institusi tempat yang akan diteliti.

## 3. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan oleh peneliti sendiri.

## 4. Pengumpulan Sampel

Penelitian ini menggunakan teknik pengambilan sampel pada air dan sedimen, dengan menggunakan metode pertimbangan (*Clustar Sampling Method*).

### **E. Instrumen Penelitian**

#### 1. Instrumen Pengambilan Data

Instrumen pengambilan data yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

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

#### 2. Instrumen Pemeriksaan Laboratorium

##### 1. Prosedur Pemeriksaan Merkuri (Hg) Pada Air

###### a. Pra Analitik

- 1) Metode : Spektrofotometer Serapan Atom AA7000
- 2) Prinsip : Adanya penguapan sampel, yang kemudian logam di dalamnya diubah menjadi bebas. Atom tersebut akan mengabsorbansi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur logam berat Merkuri (Hg). Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang 253,7 nm
- 3) Persiapan Sampel : Berdasarkan kriteria yang telah ditetapkan (SNI 6964,8:2015), sampel air di ambil sebanyak  $\pm 150$  ml untuk setiap titik (dengan jarak antar titik disetiap lokasi

minimum 50 meter) pada kedalaman 10-20 cm dari permukaan yang telah ditentukan dan diambil sejauh  $\pm 100$  meter dari garis pantai, air laut diambil pada saat surut didasarkan pada aplikasi pasang surut air laut, setelah sampel air diambil harus dimasukkan kedalam botol berwarna gelap.

4) Persiapan Alat :

- a) Spektrofotometer Serapan Atom AA7000
- b) Corong
- c) *Hotplate*
- d) Erlenmeyer
- e) Gelas ukur
- f) Gelas kimia
- g) Botol berwarna gelap

5) Persiapan Bahan :

- a) Air laut
- b) Kertas label
- c) Kertas saring

b. Analitik

1) Prosedur Kerja Pemeriksaan Merkuri Pada Air Metode Spektrofotometer Serapan Atom

- a) Untuk penyiapan sampel Merkuri sampel air masing-masing diambil sebanyak 50 ml.
- b) Kemudian homogenkan setiap sampel.
- c) Selanjutnya masukkan sampel ke dalam erlenmeyer sebanyak 20 mL dengan menggunakan corong yang telah dilapisi dengan kertas saring *whatman*.
- d) Sampel uji siap di ukur dengan penentuan konsentrasi menggunakan instrumen Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang Merkuri 253,7 nm.

2) Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan berikut:

- a) Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran merkuri.

**Catatan 1** Salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitivitas.

**Catatan 2** Tambahkan matrix modifier dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang di gunakan.

- b) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
- c) Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 253,7 nm, kemudian catat.
- d) Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
- e) Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya.
- f) Jika koefisien korelasi regresi linier ( $r$ ) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien  $r \geq 0,995$ .

### 3) Cara uji

Uji kadar merkuri dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 253,7 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran.
- b) Catat hasil pengukuran.

### 4) Perhitungan

Kadar logam merkuri (Hg) dihitung sebagai berikut:

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

**Keterangan:**

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

fp adalah faktor pengenceran.

c. Pasca Analitik

Baku mutu air berdasarkan Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 51, Tahun 2004 Tentang Baku Mutu Air Laut, konsentrasi Merkuri (Hg) pada air 0.002 mg/L, jika tidak melebihi ambang batas tersebut maka dapat disimpulkan bahwa air laut di wilayah Teluk Kendari bagian barat tidak tercemar oleh logam berat Merkuri (Hg).

2. Prosedur Pemeriksaan Merkuri (Hg) Pada Sedimen

a. Pra Analitik

- 1) Metode : Spektrofotometer Serapan Atom AA7000
- 2) Prinsip : Adanya penguapan sampel, yang kemudian logam di dalamnya diubah menjadi bebas. Atom tersebut akan mengabsorbansi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur logam berat Mekuiri (Hg). Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang 253,7 nm.
- 3) Persiapan Sampel : Sampel sedimen diambil sebanyak  $\pm$  100 gram dari masing- masing titik dengan kedalaman sekitar 5-10 cm dari permukaan laut menggunakan alat *coring sediment*, sampel sedimen diambil pada saat surut didasarkan pada aplikasi pasang surut perairan, kemudian sampel sedimen yang telah diambil harus dimasukkan ke dalam plastik *ziplock* kemudian diberi label.
- 4) Persiapan Alat :
  - a) Spektrofotometer Serapan Atom AA7000
  - b) Neraca analitik
  - c) Wadah sampel (plastik *ziplock*)
  - d) Gelas ukur
  - e) Gelas kimia
  - f) Lemari asam

- g) Spatula laboratorium
  - h) Corong
  - i) Hot plate
  - j) Erlenmeyer
- 5) Persiapan Bahan :
- a) Sampel sedimen di perairan Teluk Kendari
  - b) Larutan  $\text{HNO}_3$  pekat
  - c) Larutan standar Hg
  - d) Aquades
  - e) Kertas label
  - f) Kertas saring
- b. Analitik
- 1) Prosedur Kerja Pemeriksaan Merkuri Pada Sedimen Metode Spektrofotometer Serapan Atom AA7000.
    - a) Sebelum melakukan pengambilan sampel, semua wadah dicuci dengan sabun dan dibilas merata dengan air hingga bersih.
    - b) Proses sampel sedimen diambil pada 3 titik berbeda, Jembatan Triping (belakang bengkel motor dan mobil), Kawasan Mangrove (belakang WMMK), dan bongkar muat sekitaran MA.
    - c) Sampel sedimen masing- masing diambil sebanyak 1 gram dimasukkan kedalam erlenmeyer.
    - d) Kemudian pindahkan sampel ke dalam lemari asam dan lakukan distruksi basah.
    - e) Sampel di larutkan dengan asam pekat  $\text{HNO}_3$  sebanyak 9 ml kemudian dipanaskan diatas *hotplate*.
    - f) Setelah didiamkan selama 1 jam, dinginkan sampel hingga suhu ruang, lalu tambahkan 20 mL aquades.
    - g) Selanjutnya homogenkan sampel.

- h) Masukkan sampel kedalam erlenmeyer dengan menggunakan corong yang telah dilapisi dengan kertas saring *whatman*.
- i) Sampel uji siap di ukur dengan penentuan konsentrasi menggunakan instrumen Spektrofotometer Serapan Atom AA7000 pada panjang gelombang Merkuri 253,7 nm.

## 2) Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan berikut:

- a) Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran merkuri.

**Catatan 1** Salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitivitas.

**Catatan 2** Tambahkan matrix modifier dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang di gunakan.

- b) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
- c) Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 253,7 nm, kemudian catat.
- d) Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
- e) Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya.
- f) Jika koefisien korelasi regresi linier ( $r$ )  $< 0,995$ , periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien  $r \geq 0,995$ .

## 3) Cara uji

Uji kadar merkuri dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 253,7 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran.
- b) Catat hasil pengukuran.

## 4) Perhitungan

Kadar logam merkuri (Hg) dihitung sebagai berikut:

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

**Keterangan:**

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

fp adalah faktor pengenceran.

## c. Pasca Analitik

Baku mutu sedimen berdasarkan WAC 173-204-320, tentang *Marine sediment quality standards Mercury*, 2013, konsentrasi Merkuri (Hg) pada sedimen 0,41 mg/kg, jika tidak melebihi ambang batas tersebut maka dapat disimpulkan bahwa sedimen di wilayah Teluk Kendari bagian barat tidak tercemar oleh logam berat Merkuri (Hg).

**F. Jenis Data**

## 1. Data Primer

Data primer adalah data yang diperoleh dari observasi langsung dilokasi penelitian dalam mendukung penelitian.

## 2. Data Sekunder

Data sekunder yang dikumpulkan dari hasil penelitian sebelumnya seperti dari data *survey* awal, skripsi, karya tulis ilmiah, jurnal. Literatur, dan dari buku-buku yang bisa digunakan sebagai acuan dalam penelitian ini.

**G. Pengolahan Data**

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

1. Pemeriksaan data (*editing*), tahap pengecekan kelengkapan data yang telah dikumpulkan.
2. Pengkodean data (*coding*), memberikan kode pada wadah sampel air dan sedimen yang akan diteliti sehingga mempermudah menganalisis sampel.
3. Tabulasi data (*tabulating*), tahap pembuatan tabel yang berisi data yang sudah dikelompokkan agar mudah dipahami.

## H. Analisis Data

Analisis data dalam penelitian ini berupa data analisis kandungan Merkuri (Hg) serta analisis yang dilakukan secara deskriptif, dengan uji kuantitatif kandungan Merkuri (Hg) untuk mengetahui adanya logam berat yang tercemar di perairan Teluk Kendari menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom AA7000.

Untuk melihat kondisi pencemaran logam berat pada air dan sedimen di perairan Teluk Kendari maka hasil analisis logam berat merkuri (Hg) dibandingkan dengan baku mutu berdasarkan Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 51 Tahun 2004 tentang Baku Mutu Air Laut. Hasil analisis logam berat merkuri (Hg) dengan sedimen dibandingkan dengan baku mutu yang telah dikeluarkan oleh (WAC 173-204-320, tentang *Marine sediment quality standards Mercury*, 2013).

## I. Penyajian Data

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

## J. Etika Penelitian

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

### 1. Kerahasiaan (*Confidentiality*)

Menjaga kerahasiaan peneliti berupa informasi dan hal-hal penting, karena data atau informasi yang di kumpulkan akan menjadi jaminan kerahasiaan peneliti, baik itu secara kelompok dan informasi tertentu yang digunakan pada pemberian laporan hasil penelitian.

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

Sebuah penelitian hendaknya memperoleh manfaat semaksimal mungkin bagi masyarakat pada umumnya, dan subjek penelitian pada khususnya. Peneliti hendaknya berusaha meminimalisasi dampak yang merugikan bagi subjek.