

BAB IV METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah penelitian deskriptif kuantitatif yaitu untuk mengetahui kadar Nikel (Ni) yang terkandung pada air dan sedimen di Perairan Teluk Kendari dengan menggunakan metode Spektrofotometer Serapa Atom.

B. Tempat Dan Waktu penelitian

1. Tempat Penelitian

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap yaitu :

- a. Lokasi pengambilan sampel air dan sedimen, sampel yang telah diteliti di ambil dari Perairan Teluk Kendari.
- b. Pemeriksaan Nikel (Ni) secara kuantitatif pada Air dan Sedimen yang telah dilaksanakan dilaboratorium Biomolekuler dan Lingkungan, Fakultas MIPA, Universitas Haluoleo Kendari.

2. Waktu penelitian

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

C. Bahan Uji

Bahan uji dalam penelitian ini adalah Air dan sedimen yang diambil dari titik-titik di Wilayah bagian Utara perairan Teluk Kendari pada dua Kecamatan yaitu Kecamatan Kendari Barat dan Kecamatan Kendari dengan 3 titik pengambilan sampel yaitu, Pelabuhan W, Pelabuhan KP, dan PT. DS. Dimana , dimana dalam 1 stasiun diambil sebanyak 3 sampel yaitu pada bagian hulu, tengah, dan hilir. Sehingga total sampling adalah 9 sampel.

D. Prosedur Pengumpulan Data

1. Izin Penelitian

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

2. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan oleh penelitian sendiri.

3. Pengumpulan Sampel

Penelitian ini menggunakan teknik pengambilan sampel pada air dan sedimen yaitu menggunakan metode pertimbangan (*Clustar Sampling Methode*).

E. Instrumen Penelitian

1. Instrumen Pengambilan Data

Instrumen pengambilan data dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Perlengkapan Dokumentasi
- b. Perlengkapan Alat Tulis
- c. Kertas label
- d. Botol kaca gelap dan kantung plastik

2. Instrumen Pemeriksaan Laboratorium

1. Prosedur Pemeriksaan Nikel Pada Air

a. Pra Analitik

1) Metode : Spektrofotometer Serapan Atom

2) Prinsip : absorpsi cahaya oleh atom atom yang menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang Nikel 232,0 nm (SNI 6989.18:2009).

3) Persiapan Sampel : berdasarkan kriteria yang telah ditetapkan (SNI 6964.8:2015), sampel air diambil sebanyak ± 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 ± 100 dari garis pantai menggunakan gayung plastic bertangkai setelah diambil sampel air yang diambil harus dimasukkan kedalam botol berwarna gelap.

4) Persiapan Alat :

- a) Spektrofotometer
- b) Beaker glass
- c) Erlenmeyer

- d) Botol berwarna gelap
- e) Corong

5) Persiapan Bahan :

- a) Air laut di Teluk Kendari
- b) Larutan Standar Nikel
- c) Kertas Label
- d) Kertas Saring

b. Analitik

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

- a) Sampel air masing-masing diambil sebanyak 50 ml.
- b) Kemudian homogenkan setiap sampel
- c) Lalu masukkan sampel ke dalam Erlenmeyer sebanyak 20 ml dengan menggunakan corong yang telah dilapisi dengan kertas saring.
- d) Ukur sampel uji dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 232.0 nm.

2) Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan berikut:

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

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 232,0 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 nikel dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 232,0 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran.
- b) Catat hasil pengukuran.

4) Perhitungan

Kadar logam nikel (Ni) dihitung sebagai berikut:

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

Keterangan:

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

fp adalah faktor pengenceran.

c. Pasca Analitik

Hasil yang didapatkan setelah sampel air diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, kemudian disesuaikan dengan Kriteria Objektif berdasarkan Berdasarkan baku mutu, kadar Ni dalam air laut adalah 0,075 ppm yang telah ditetapkan oleh KMNKLH No. 51 tahun 2004, jika melebihi ambang batas maka air tersebut berbahaya dan tidak dapat digunakan.

2. Prosedur Nikel Pada Sedimen

a. Pra Analitik

- 1) Metode : Spektrofotometer Serapan Atom
- 2) Prinsip : Absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya.
- 3) Persiapan Sampel : Sampel sedimen diambil pada saat air surut dengan

melihat pasang surut air laut menggunakan aplikasi High Tide untuk mempermudah pengambilan sampel, kemudian sampel diambil sebanyak ± 100 gram dari masing-masing titik dengan kedalaman sekitar 5-10 cm dari permukaan laut menggunakan alat *coring sedimen* kemudian Sampel sedimen yang telah diambil harus dimasukkan di plastic ziplock kemudian diberi label.

4) Persiapan Alat :

- a) Spektrofotometer Serapan Atom
- b) Neraca analitik
- c) Wadah sampel/ plastic ziplock
- d) Kertas saring
- e) Botol Semprot
- f) Gelas Ukur
- g) Spatula Lab
- h) Hot Plate
- i) Beaker glass
- j) Spidol
- k) Corong

5) Persiapan Bahan :

- a) Sampel Sedimen di Perairan Teluk Kendari
- b) Larutan HNO_3 Pekat
- c) Aquades
- d) Kertas Saring
- e) Larutan Standar Ni
- g) Kertas Label

b. Analitik

1) Prosedur Kerja Pemeriksaan Nikel Pada Air Metode Sepktrofotometer Serapan Atom

- a) Sampel sedimen masing-masing ditimbang sebanyak 1 gram lalu

dimasukkan kedalam Erlenmeyer.

- b) Kemudian pindahkan sampel kedalam lemari asam dan lakukan destruksi selama 1 jam
 - c) Selanjutnya sampel dilarutkan dengan HNO₃ kemudian dipanaskan diatas *hotplate* selama 1 jam di dalam lemari asam.
 - d) Dinginkan sampel hingga suhu ruang lalu tambahkan aquadest sebanyak 20 ml.
 - e) Selanjutnya homogenkan sampel.
 - f) Kemudian masukkan sampel ke dalam Erlenmeyer dengan menggunakan corong yang telah dilapisi dengan kertas saring.
 - g) ukur sampel uji ke dalam alat Spektrofotometer Serapan Atom lihat hasil pada layar komputer dengan panjang gelombang 232,0 nm.
- 2) Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan berikut:

- g) Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran nikel.

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.

- h) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
- i) Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 232,0 nm, kemudian catat.
- j) Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
- k) Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya.
- l) 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 nikel dengan tahapan sebagai berikut:

- c) Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 232,0 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran.
- d) Catat hasil pengukuran.

4) Perhitungan

Kadar logam nikel (Ni) dihitung sebagai berikut:

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

Keterangan:

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

fp adalah faktor pengenceran.

c. Pasca Analitik

Hasil yang didapatkan setelah diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom kemudian disesuaikan dengan Kriteria Objektif berdasarkan *National Sediment Quality* US EPA (2004) menyatakan bahwa ambang batas baku mutu logam berat Nikel yang ada sedimen adalah 23,77-80,07 ppm, jika melebihi ambang batas maka sedimen tersebut berbahaya.

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 litelatur, dan buku-buku yang digunakan sebagai acuan dalam penelitian ini.

G. Pengolahan Data

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

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

H. Analisis Data

Analisis data dalam penelitian ini berupa data analisis kandungan Nikel (Ni) serta analisis yang dilakukan secara Deskriptif Laboratorium yaitu pemeriksaan laboratorium, yang dilakukan dengan uji kuantitatif kandungan Nikel (Ni) untuk mengetahui adanya logam berat yang tercemar di Perairan Teluk Kendari menggunakan spektrofotometer serapan atom. Untuk melihat kondisi pencemaran logam berat pada air dan sedimen diperairan teluk kendari maka hasil analisis logam berat Nikel (Ni) dibandingkan dengan Baku Mutu.

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 sebagai berikut :

1. Kerahasiaan (*confidentially*)

Menjaga kerahasiaan peneliti berupa hal-hal dan informasi penting, karena data atau informasi yang dikumpulkan akan menjamin kerahasiaan peneliti, baik secara kelompok maupun 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 khususnya pada subjek penelitian. Peneliti hendaknya berusaha meminimalisasi dampak merugikan bagi subjek.