

## **BAB IV METODE PENELITIAN**

### **A. Jenis Penelitian**

Jenis penelitian yang diterapkan dalam penelitian ini adalah penelitian observasional dengan pendekatan deskriptif. Penelitian ini mencakup observasi lapangan, pengambilan sampel, pemeriksaan laboratorium, analisis data, serta penyusunan laporan hasil penelitian. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kandungan logam berat cromium (Cr) dalam urin masyarakat sekitar Teluk Kendari dan risiko kesehatan akibat paparan logam berat cromium (Cr) pada masyarakat yang mengkonsumsi kerang (*Bivalvia*).

### **B. Tempat Dan Waktu Penelitian**

#### **1. Tempat Pengambilan Sampel**

Lokasi pengambilan sampel urin yang diteliti telah diambil pada masyarakat sekitar Teluk Kendari bagian Timur yakni Kelurahan Bungkutoko yang mengkonsumsi kerang (*Bivalvia*).

#### **2. Tempat Penelitian**

Identifikasi logam berat cromium (Cr) pada sampel urin telah dilaksanakan di Laboratorium Biomolekuler Dan Lingkungan Fakultas MIPA Universitas Haluoleo.

#### **3. Waktu Penelitian**

Penelitian ini telah dilaksanakan pada 29 Mei-27 Juni 2024.

### **C. Populasi Dan Sampel**

#### **1. Populasi**

Populasi pada penelitian ini adalah masyarakat sekitar Teluk Kendari bagian Timur yakni Kelurahan Bungkutoko yang mengkonsumsi kerang (*Bivalvia*) yang berjumlah 2.312 orang.

#### **1. Sampel**

Sampel yang digunakan pada penelitian ini merupakan urin masyarakat sekitar Teluk Kendari bagian Timur yakni Kelurahan Bungkutoko yang mengkonsumsi kerang darah (*Bivalvia*). Pengambilan

sampel dilakukan pada 3 RW yang terdapat di Kelurahan Bungkutoko yakni RW 001 RT 002 sebanyak 4 orang, RW 001 RT 003 sebanyak 17 orang, RW 002 RT 004 sebanyak 5 orang, RW 002 RT 005 sebanyak 1 orang dan RW 003 RT 012 sebanyak 4 orang yang diambil dengan teknik *accidental sampling* yang dihitung menggunakan rumus slovin dengan signifikansi sebesar 18% (0,18). maka jumlah sampel yang harus diambil adalah :

$$n = \frac{N}{1 + N(\alpha)^2}$$

$$n = \frac{2.312}{1 + 2.312 (0,18)^2}$$

$$n = \frac{2.312}{2.313 (0,0324)}$$

$$n = \frac{2.312}{74,9412}$$

$$n = 30,8$$

$$n = 31$$

Setelah dihitung menggunakan rumus slovin yang memiliki tingkat signifikansi 18% (0,18), maka jumlah sampel minimal yang harus diambil adalah sebanyak 31 sampel dengan kriteria sebagai berikut :

**a. Kriteria Inklusi**

- a) Masyarakat sekitar teluk Kendari yakni Kelurahan Bungkutoko.
- b) Berjenis kelamin laki-laki dan perempuan.
- c) Mengonsumsi kerang (*Bivalvia*).
- d) Dalam keadaan sehat dan bersedia menjadi responden dalam penelitian.

**b. Kriteria Eksklusi**

Kriteria eksklusi pada penelitian ini adalah masyarakat yang tidak mengonsumsi kerang dalam kurun waktu <1 bulan.

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

Pengumpulan data dilakukan melalui berbagai metode, termasuk observasi, kuesioner, wawancara dengan masyarakat, pengumpulan jurnal, studi literature serta pemeriksaan laboratorium.

#### **E. Prosedur Penelitian**

##### **1. Pra Analitik**

###### **a. Metode**

Metode yang digunakan adalah metode kuantitatif dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

###### **b. Prinsip Pemeriksaan**

Prinsip metode pada pemeriksaan ini adalah adanya penguapan sampel yang kemudian analit logam cromium (Cr) dalam nyala udara-asetilen diubah menjadi atom-atom bebas. Atom tersebut akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang 359,3 nm.

###### **c. Persiapan Pasien**

Pada pemeriksaan ini tidak membutuhkan persiapan apapun.

###### **d. Persiapan Alat Dan Bahan**

###### **1. Persiapan alat**

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala, lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) krom, gelas piala 100 mL dan 250 mL, pipet volumetric 10,0 mL dan 50,0 mL, Erlenmeyer 100 mL, Labu ukur 50,0 mL, 100,0 mL dan 1000 mL, corong gelas, kaca arloji, pemanas listrik, saringan membrane dengan ketelitian pori 0,45  $\mu\text{m}$ , Timbangan analit dengan ketelitian 0,0001 g dan Labu semprot.

###### **2. Persiapan Bahan**

Air bebas mineral, asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat p.a, krom trioksida ( $\text{CrO}_3$ ) HP dengan tekanan minimum 100 psi, larutan

pengencer  $\text{HNO}_3$  0,05 M (Larutkan 3,5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala), larutan pencuci  $\text{HNO}_3$  5% (v/v) (Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan), udara tekan HP atau udara dari komputer.

## 2. Analitik

### a. Persiapan pengujian

**Siapkan contoh uji dengan tahapan sebagai berikut:**

- 1) Homogenkan sampel uji, lalu pipet 50,0 mL kemudian masukkan ke dalam gelas piala 100 mL atau erlenmeyer 100 mL.
- 2) Tambahkan 5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat, jika menggunakan erlenmeyer gunakan corong sebagai penutup dan jika menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji.
- 3) Panaskan perlahan hingga volume sampel tersisa sekitar 15 mL hingga 20 mL.
- 4) Jika proses destruksi belum sempurna (larutan masih keruh), tambahkan lagi 5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat. Tutup kembali dengan kaca arloji untuk gelas piala atau corong untuk erlenmeyer dan panaskan lagi (hindari mendidih)
- 5) Ulangi proses ini secara berulang sampai semua logam terlarut, yang ditandai dengan endapan dalam sampel yang berubah menjadi agak putih atau jernih.
- 6) Bilas kaca arloji dan tambahkan air bilasannya ke dalam gelas piala
- 7) Pindahkan sampel uji ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring jika perlu) dan tambahkan air bebas mineral hingga mencapai tanda tera dan dihomogenkan
- 8) Contoh uji siap diukur serapannya.

Untuk pembuatan larutan baku dan larutan kerja logam cromium (Cr) dapat dilihat sebagai berikut:

- 1) Proses pembuatan larutan baku logam cromium (Cr) dengan konsentrasi 100 mg Cr/L
  - a) Larutkan sekitar  $\pm 0,192$  g  $\text{CrO}_3$  atau  $\pm 0,282$  g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dalam air bebas mineral dalam labu ukur 1000,0 mL sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 100 mg Cr/L.
  - b) Tambahkan 10 mL  $\text{HNO}_3$  pekat, kemudian encerkan dengan air bebas mineral hingga mencapai tanda tera pada labu ukur, lalu homogenkan.
  - c) Hitung konsentrasi kromium berdasarkan hasil penimbangan bahan.

**Catatan** : larutan ini juga dapat dibuat menggunakan larutan standar dengan konsentrasi 1000 mg Cr/L yang sudah tersedia secara komersial.

- 2) Pembuatan larutan baku logam cromium (Cr) konsentrasi 10 mg Cr/L
  - a) Pipet sebanyak 10,0 mL larutan standar cromium (Cr) dengan konsentrasi 100 mg/L ke dalam labu ukur 100,0 mL.
  - b) Encerkan larutan dengan air hingga mencapai tanda tera pada labu ukur, lalu homogenkan.
- 3) Pembuatan larutan kerja logam cromium (Cr)

Siapkan serangkaian larutan kerja yang mencakup 1 blanko dan minimal 3 larutan dengan konsentrasi berbeda secara proporsional yang berada dalam rentang pengukuran.

## **b. Pembuatan kurva kalibrasi dan Cara uji**

### **1) Pembuatan kurva kalibrasi**

Tahapan pembuatan kurva kalibrasi dilakukan sebagai berikut: sebagai berikut:

- a) Operasikan alat dan lakukan optimasi sesuai dengan panduan penggunaan untuk pengukuran total cromium (Cr).

**Catatan 1** : salah satu metode optimasi alat adalah melalui pengujian sensitifitas.

**Catatan 2 :** tambahkan matrix modifier atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan instruksi SSA yang digunakan

**Catatan 3 :** jika diperlukan tambahkan 0,5 mL larutan hydrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) 30% (v/v) ke dalam 50 mL sampel uji dan larutan standar untuk meningkatkan sensitifitas.

- b) Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala dan atur serapan hingga nol.
- c) Aspirasikan larutan kerja secara bergantian ke dalam SSA-nyala, kemudian ukur serapannya pada panjang gelombang 357,9 nm dan catat.
- d) Bilas selang aspirator menggunakan larutan pengencer.
- e) Buat kurva kalibrasi berdasarkan data yang diperoleh dan tentukan persamaan garis lurus nya.
- f) Apabila koefisien korelasi regresi liner ( $r$ ) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah kedua hingga ketiga sampai diperoleh nilai koefisien  $r > 0,995$ .

## 2) Cara uji

Prosedur pengujian kadar logam berat cromium (Cr) dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut;

- a) Aspirasikan sampel uji ke dalam SSA-nyala kemudian ukur serapannya pada panjang gelombang 357,9 nm. Jika diperlukan, lakukan pengenceran.
- b) Catat hasil pengenceran.

## c. Perhitungan

Kadar logam cromium (Cr) total (Cr-T)

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

Keterangan :

C = faktor hasil pengukuran (mg/L)

fp = faktor pengenceran

## 3. Pasca Analitik

Ambang batas cromium (Cr) dalam urin:

0,24-1,8  $\mu\text{g/L}$

#### **F. Instrument Penelitian**

Instrument penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pot sampel : berfungsi sebagai tempat sampel urin
2. Alat tulis : digunakan untuk mencatat dan memberi tanda pada identitas sampel
3. Kertas label : berfungsi sebagai media untuk menulis identitas Sampel
4. Kamera : digunakan sebagai alat dokumentasi
5. *Informed consent* : digunakan sebagai lembar persetujuan subjek
6. Lembar kuesioner : digunakan untuk mengumpulkan data subjek

#### **G. Jenis Data**

##### 1. Data Primer

Penelitian ini menggunakan data primer yang diperoleh melalui observasi langsung di lokasi penelitian untuk mendukung penelitian. Selain itu, data juga dikumpulkan melalui analisis sampel urin di Laboratorium Biomolekuler dan Lingkungan Fakultas MIPA Universitas Halu Oleo menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

##### 2. Data Sekunder

Penelitian ini menggunakan data sekunder yang diperoleh dari berbagai sumber, termasuk penelitian sebelumnya, seperti hasil survey awal, jurnal penelitian yang berkaitan dengan logam berat cromium (Cr), skripsi, literature, serta buku-buku relevan yang dapat digunakan sebagai referensi untuk penelitian ini.

## H. Pengolahan Data

Setelah akumulasi data, untuk memfasilitasi penelitian proses pengolahan data dilanjutkan dengan langkah-langkah berikut:

1. *Editing* merupakan tahap evaluasi data yang bertujuan untuk memverifikasi data yang telah dikumpulkan dari hasil yang telah diperoleh, yaitu konsentrasi logam berat chromium (Cr) dalam urin individu yang mengkonsumsi kerang (*Bivalvia*) dengan menggunakan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).
2. *Coding* adalah proses transformasi data dari bentuk kalimat atau huruf menjadi data numerik atau angka.
3. *Tabulating* adalah proses pembuatan tabel data yang disesuaikan dengan tujuan penelitian, bertujuan untuk memfasilitasi analisis hasil. Dalam konteks penelitian ini, data hasil dikumpulkan dan disajikan dalam bentuk tabel yang disesuaikan dengan variabel yang telah dipilih.

## I. Analisis Data

Analisis data yang diaplikasikan pada penelitian ini merupakan analisis univariat yang dievaluasi secara deskriptif untuk memahami distribusi data.

## J. Penyajian Data

Data yang telah dianalisis dalam penelitian ini dipaparkan dalam bentuk tabel distribusi dan kemudian dijelaskan secara naratif.

## K. Etika Penelitian

Etika penelitian bertujuan untuk melindungi hak-hak subjek penelitian. Dalam penelitian ini, peneliti menekankan beberapa aspek etika antara lain:

1. Tanpa nama (*Anonymity*)

Peneliti tidak mencantumkan nama responden pada lembar data, melainkan hanya memberikan kode pada lembar persetujuan pengambilan sampel urin atau Informed consent.

2. Persetujuan (*Informed Consent*)

Lembar persetujuan diberikan kepada responden yang memenuhi kriteria inklusi. Jika subjek menolak, maka peneliti tidak akan memaksa dan akan menghormati keputusan tersebut.

3. Kerahasiaan (*Confidentiality*)

Kerahasiaan menjamin privasi informasi informasi dan masalah lainnya yang berkaitan dengan penelitian. Peneliti memastikan bahwa informasi yang dikumpulkan tetap dirahasiakan dan hanya kelompok data tertentu yang akan dilaporkan dalam hasil penelitian.