

BAB IV

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan yaitu penelitian deskriptif dengan pendekatan observasional dengan teknik wawancara serta uji laboratorium untuk mengetahui kadar timbal (Pb) dalam urin Operator Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) Bonggoeya Kota Kendari.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

1. Tempat Penelitian

- a. Tempat pengambilan sampel urin operator di SPBU Bonggoeya Kota Kendari
- b. Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Biomolekuler dan Lingkungan Fakultas MIPA Universitas Haluoleo.

2. Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan 30 Mei – 26 Juni 2024.

C. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi dalam penelitian ini adalah seluruh Operator Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) yang berada SPBU Bonggoeya Kota Kendari. Jumlah Operator SPBU Bonggoeya adalah 20 orang.

2. Sampel

Pada Penelitian ini, sampel adalah urin sewaktu pada Operator Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) Bonggoeya Kota Kendari berjumlah 17 orang karena 3 orang tidak bersedia dalam pengambilan sampel (2 orang cuti dan 1 orang tidak berkenan). Teknik yang digunakan adalah teknik total *sampling* yakni seluruh populasi penelitian dijadikan sebagai objek pengamatan.

D. Prosedur Pengumpulan Data

Prosedur pengumpulan data dimulai dari observasi awal, pengumpulan jurnal, studi literatur dan pencatatan hasil pemeriksaan timbal (Pb).

E. Instrumen Penelitian

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Alat dan bahan
2. *Informed consent*

F. Prosedur Kerja

a) Pra analitik

1. Persiapan Sampel

Tidak ada persiapan khusus

2. Persiapan alat dan bahan

1) Alat

Atomic Absorption Spektrometer (AAS) AA-7000, erlenmeyer 250 ml, hotplat, pot urin 50 ml, batang pengaduk, labu ukur 50 ml.

2) Bahan

Sampel urin, aquades, asam nitrat (HNO_3), aquades, larutan standar timbal (Pb).

3. Metode pemeriksaan dan prinsipnya

Metode yang digunakan adalah metode kuantitatif dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Sedangkan prinsipnya adalah analit logam timbal dalam nyala udara-asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

b) Analitik

a. Pembuatan Larutan Baku Logam Timbal (Pb) 100 Pb/L

1. Timbang 0,16 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, masukkan kedalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan sedikit HNO_3 1:1 (≈ 100 mg Pb/L)
2. Tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan air bebas mineral hingga tepat pada tanda tera kemudian homogenkan
3. Hitung Kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan

- b. Pembuatan Larutan Baku Logam Timbal (Pb) 10 mg Pb/L
 1. Pipet 10 ml larutan induk 10 mg Pb/L, masukkan kedalam labu ukur 100 ml
 2. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan
- c. Pembuatan Larutan Kerja Timbal (Pb)

Buat deret larutan kerja dengan satu blanko dan minimal tiga kadar yang berbeda secara proposional dan berada pada rentang pengukuran.
- d. Pembuatan Kurva kalibrasi
 1. Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran timbal.
 2. Aspirasikan larutan blanko kedalam SSA, kemudian atur serapan hingga nol.
 3. Aspirasikan larutan kerja satu persatu kedalam SSA, lalu ukur serapannya pada Panjang gelombang 283 atau 217 nm, kemudian catat.
 4. Lakukan pembiasaan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
 5. Buat kalibrasi dari data diatas pada larutan kerja, dan tentukan persamaan garis lurus nya.
 6. Jika koefisien korelasi regresi linier (r) > dari 0,995 periksa kondisi alat dan ulangi dari larutan blanko sampai dengan larutan kerja hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.
- e. Preparasi Sampel dengan Destruksi Basah
 1. Dipipet sampel urin sebanyak 1 mL lalu masukan pada Erlenmeyer 250 ml. Kemudian ditambahkan 9 mL HNO₃ 65%
 2. Dipanaskan pada *hot plate* selama 1 jam dengan suhu 250°C sampai volume sampel tersisa 1-2 ml.
 3. Ditambahkan kembali 20 ml aquades dalam sampel kemudian homogenkan.

f. Cara Kerja Alat

1. Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
2. Menghidupkan alat dan pasang *Hollow Cathode Lamp* (HCL) sesuai dengan unsur timbal (Pb).
3. Mengatur arus *Hollow Cathode Lamp* sesuai dengan yang tertera pada masing-masing *Hollow Cathode Lamp*.
4. Mengatur panjang gelombang pada 283,3 nm.
5. Nyalakan mode energi dengan menekan tombol energi. Atur energi maksimum dengan cara menggeser λ disekitar λ yang telah direkomendasikan serta mengatur posisi memfokuskan sinar dari *Hollow Cathode Lamp*.
6. Setelah tercapai energi maksimum, tekan tombol gain untuk menyimpan energi yang telah diatur.
7. Atur opsi sesuai kondisi timbal (Pb), antara lain:
8. *Integ time* (jarak waktu pembacaan dalam detik)
9. *Replicat* (ulangan pembacaan)
10. Mengecek sistem nebulizer pada alat, yang meliputi, jalannya sinar *Hollow Cathode Lamp*, tinggi burner, saluran kapiler dan kebersihan burner.
11. Membuka gas dan udara tekan selanjutnya diatur kecepatannya pada konsisi standar (gas=2L/menit dan udara=4L/menit).
12. Nyalakan burner dengan terlebih dahulu memutar tombol oxidant keposisi air. Selanjutnya tekan tombol *ignite* sampai burner menyala.
13. Menekan tombol *cont* untuk menampilkan serapan (absorbansi) larutan yang diukur.
14. Siapkan larutan standar untuk optimasi serapan. Optimasi dilakukan dengan mengatur kecepatan alir udara atau gas, lebar, celah, tinggi burner serta kecepatan alir injeksi.
15. Tekan tombol data untuk memulai pengukuran
16. Masukkan selang injeksi kedalam larutan blanko dan tekan tombol *A/Z (auto zero)*.

17. Selanjutnya ukur larutan sampel dengan menekan tombol *read*, setiap kali ganti larutan sampel selang injeksi harus dimasukkan kedalam larutan blanko.
18. Masukkan data konsentrasi standard absorbansi, persamaan regresi dan konsentrasi sampel dapat diketahui (dihitung).
19. Konsentrasi sampel diukur dengan rumus
20.
$$\text{Konsentrasi sampel} = \frac{\text{ppm sampel} \times \text{volume induk} \times \text{pengenceran}}{\text{berat sampel}}$$

Pasca analitik

Normal : $\leq 0,15$ mg/L urin

Tidak normal : $> 0,15$ mg/L urin (MENKES No. 1406/SK/IX, 2002)

g. Jenis data

1. Data Primer

Data primer adalah data yang diperoleh langsung dari Stasiun Pengisian Bahan Umum (SPBU) Bonggoeya Kota Kendari. Data lainnya diperoleh dari pemeriksaan di Laboratorium Kimia Klinik Fakultas MIPA Universitas Haluoleo.

2. Data Sekunder

Data sekunder adalah data yang dikumpulkan dari penelitian- penelitian sebelumnya dari jurnal, karya tulis ilmiah, dan buku yang berhubungan dengan timbal (Pb) yang dijadikan sebagai bahan acuan untuk penelitian ini.

h. Pengolahan Data

Data yang telah dikumpulkan diolah dengan cara manual dengan langkah-
Langkah sebagai berikut :

1. Pemeriksaan data (*Editing*) untuk mengkaji dan meneliti data operator SPBU Bonggoeya (Pb) yang telah diperoleh.
2. Pengkodean data (*Coding*) yaitu memberikan kode pada setiap sampel urin operator SPBU Bonggoeya yang telah dikumpulkan agar memudahkan dalam menganalisis datanya.
3. Mentabulasi (*Tabulating*) yaitu memasukkan data hasil pemeriksaan kadar timbal (Pb) dalam tabel agar mudah di baca dan dipahami.

i. Analisis Data

Analisis data yang digunakan pada penelitian ini yaitu deskriptif kuantitatif dengan melihat kadar timbal (Pb) pada sampel urin Operator Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU). Data-data yang diperoleh dideskripsikan kemudian diolah untuk menjawab rumusan masalah yang ada.

J. Penyajian Data

Data yang diperoleh dari penelitian ini dijadikan dalam bentuk tabel kemudian diuraikan dalam bentuk narasi.

K. Etika Penelitian

Etika Penelitian bertujuan untuk melindungi hak-hak peneliti, Sehingga pada penelitian ini menekankan tentang etika, meliputi :

1. Tanpa Nama (*Anomyty*)

Dilakukan dengan cara tidak menyebutkan nama pada label sampel urin sewaktu pada operator SPBU Bonggoeya Kota Kendari tetapi hanya memberi kode pada sampel agar dapat di tandai.

2. Lembar Persetujuan (*Informed Consent*)

Diberikan kepada operator SPBU Bonggoeya Kota Kendari yang sebagai subjek dalam penelitian ini yang disertai judul “Analisis Kadar Timbal (Pb) Dalam Urin Pada Operator Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) Bonggoeya Kota Kendari Dengan Menggunakan Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)”, bila operator SPBU Bonggoeya Kota Kendari menolak penelitian ini maka peneliti tidak akan memaksakan kehendak dan tetap menghormati hak-hak subjek.

3. Kerahasiaan (*Confidentiality*)

Yaitu menjamin kerahasiaan hasil penelitian tentang kadar timbal dalam urin operator SPBU Bonggoeya Kota Kendari baik dari segi informasi maupun masalah lainnya. Informasi yang dikumpulkan dijamin kerahasiaannya oleh peneliti yang digunakan untuk pemberian laporan hasil penelitian.