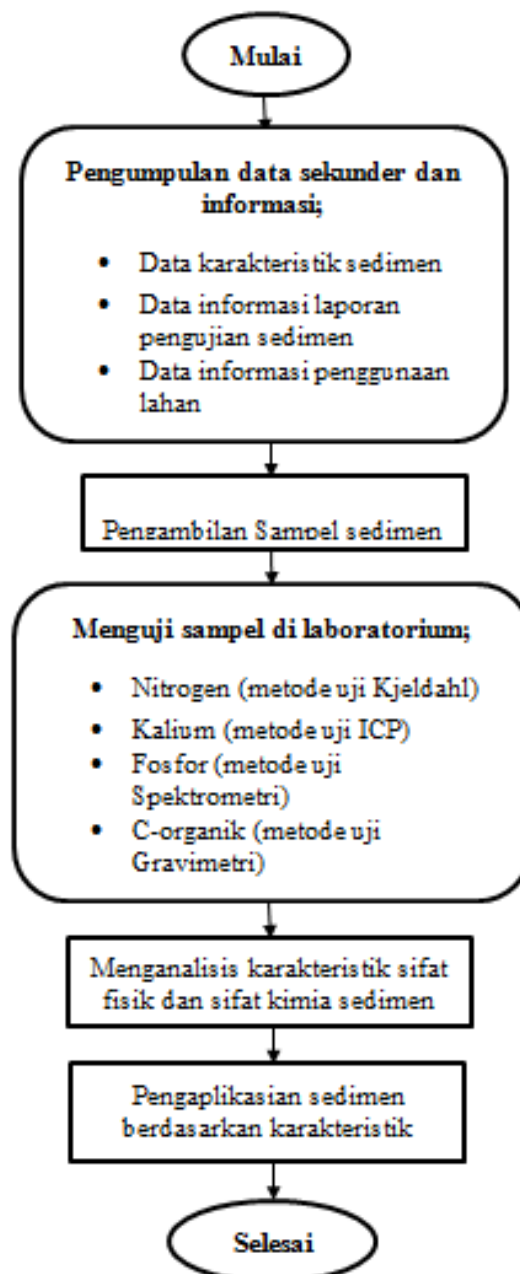


BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Kerangka Penelitian

Dalam pemanfaatan sedimen metode penelitian dengan mengumpulkan data sekunder dan melakukan pengujian laboratorium untuk mengetahui kandungan unsur hara makro pada sedimen dan pengaplikasian sedimen yang dilakukan. Berikut alur metode penelitian:



3.2 Waktu dan Tempat

Penelitian dilaksanakan pada bulan Mei-Juli 2018. Analisis Nitrogen, fosfor, Kalium, C-organik dan pH dilakukan di laboratorium pengujian LPPT - Universitas Gajah Mada.

3.3 Alat dan Bahan

Alat –Alat yang digunakan dalam laboratorium adalah tabung kjedahl, timbangan, cawan petri, tabung reaksi, erlenmeyer, furnace, pipet, dan spektrometer panjang gelombang 430nm dan bahan yang digunakan adalah sampel sedimen waduk Mrica.

3.4 Metode Penelitian

Sampel sedimen yang sudah di keringkan selama 5 hari dan diayak dengan ukuran saringan 40mm kemudian dilakukan analisis parameter kimia dan sedimen tersebut. Analisis-analisis yang dilakukan adalah:

1) Nitrogen Total (N)

Pengukuran jumlah nitrogen total dengan menggunakan metode Kjeldahl. Prosedurnya adalah menimbang ± 1 gram sampel dimasukkan dalam tabung kjedahl, kemudian tambahkan K_2SO_4 3,5 g ; $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 0,1 g ; 12 ml $H_2SO_4(p)$ lalu panaskan dalam almari asam pada instrument *Automatic Digestion Unit*. Hasil destruksi dipindahkan dalam *Automatic Distillation and Titration System* dan pastikan semua reagen H_3BO_3 4%, NaOH 35%, HCL 0,2 N dan aquadest telah tersedia. Kemudian analisis destilasi dan titrasi pada alat.

Kadar nitrogen dapat dihitung dengan rumus dibawah ini:

$$\%N \text{ (x sampel cair)} = 14,007 \times (T-B) \times N \times 100 / (1000 \times mL)$$

$$\%N \text{ (x sampel padat)} = 14,007 \times (T-B) \times N \times 100 / (1000 \times mL_{sam})$$

$$\% PR = \text{factor} \times \%N$$

2) C- Organik

Pengukuran jumlah C-organik dengan menggunakan metode Gravimetri. Prosedurnya adalah menimbang krus kosong (a), timbang sampel homogen masukkan dalam krus

porcelain (b), panaskan dalam oven suhu 105°C selama 3 jam hingga berat konstan. Kemudian masukkan eksikator, timbang (c) tutup krus porcelain, masukkan dalam furnace panaskan suhu 300°C selama 1,5 jam hingga berat konstan. Masukkan eksikator, timbang (d) tutup krus porcelain masukkan dalam furnace, panaskan suhu 550°C selama 2,5 jam. Masukkan eksikator timbang (e). Kadar c-organik dapat dihitung dengan rumus :

$$a. \text{ Berat Kering (F)} : C - A$$

$$b. \text{ Kadar } 300^\circ\text{C} : \frac{D - A}{F} \times 100 \%$$

$$c. \text{ Kadar } 550^\circ\text{C} : \frac{E - A}{F} \times 100 \%$$

$$d. \text{ Kadar C} : \text{Kadar } 300^\circ\text{C} - \text{Kadar } 550^\circ\text{C}$$

3) Fosfor

Pengukuran Jumlah Fosfor dengan menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis dengan panjang gelombang 430nm. Prosedurnya dengan dua tahapan yaitu preparasi sampel dan pembuatan kurva baku dan persiapan sampel. Pertama dengan menghomogenkan sampel dan menimbang sebanyak ± 1 gram, kemudian ditambahkan 10 ml HNO₃ : HClO₄ (1:1) dipanaskan diatas hot plate hingga jernih dan timbul asap putih lalu saring dan tepatkan 25 ml dengan aquadest. Kedua pembuatan kurva baku dengan membuat larutan kerja PO₄ (ppm) 0; 1; 2; 4; 8; 16; 32 dari larutan baku PO₄ 100 ppm. Memipet 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,6; 3,2; ml + 1 ml larutan AMV, Menepatkan 10 ml dengan aquadest. Kemudian mengambil sampel homogen + 1 ml larutan AMV. Lalu membaca dengan spektro UV pada panjang gelombang 430nm. Kadar fosfor dapat dihitung dengan rumus :

$\text{Kadar PO}_4 \text{ akhir} = \frac{\text{PO}_4 \text{ hasil alat} \times \text{Volume akhir} \times F_p}{\text{Berat sampel (g)}}$
$\text{Kadar P (ppm)} = \text{PO}_4 \text{ akhir} \times \frac{31}{96}$

4) Kalium (K)

Pengukuran Jumlah Phosfor dengan menggunakan *ICP*. Prosedurnya adalah menimbang sampel dengan erlenmeyer kemudian tambahkan 15 ml HNO_3 dan 2 ml HClO_4 lalu destuksi diplate pemanas hingga mendekati kering, tambahkan 25 ml air suling, saring dilabu 100 ml, tambahkan air suling hingga tanda dan baca dengan *ICP*.

5) pH

Pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan pH meter. PH meter yang akan digunakan dikalibrasi terlebih dahulu dengan cara mencelupkan elektroda ke dalam lamtan buffer yang telah diketahui pH-nya. Kemudian elektroda tersebut dibilas dengan aquades dan dicelupkan kembali ke dalam aquades, skala pH meter diatur di angka 7. Selanjutnya elektroda dibilas dengan aquades dan dilap dengan tissue. Setelah dikalibrasi pH meter dapat digunakan untuk mengukur pH sampel, dengan cara mencelupkan elektroda ke dalam sampel yang dimasukkan ke dalam erlenmeyer.

3.5 Metode Analisis

Dalam penelitian ini, analisis dilakukan menggunakan metode deskriptif berdasarkan hasil pengujian karakteristik makro sedimen dan data sekunder lain yang telah dikumpulkan. Dimana data analisi berdasarkan data karakteristik fisik dan kimia sedimen. Penentuan pemanfaatan dan pengaplikasian sedimen berdasarkan permasalahan lingkungan yang terjadi disekitar waduk Mrica. Permasalahan lingkungan yang terjadi disesuaikan dengan karakteristik pada sedimen tersebut.