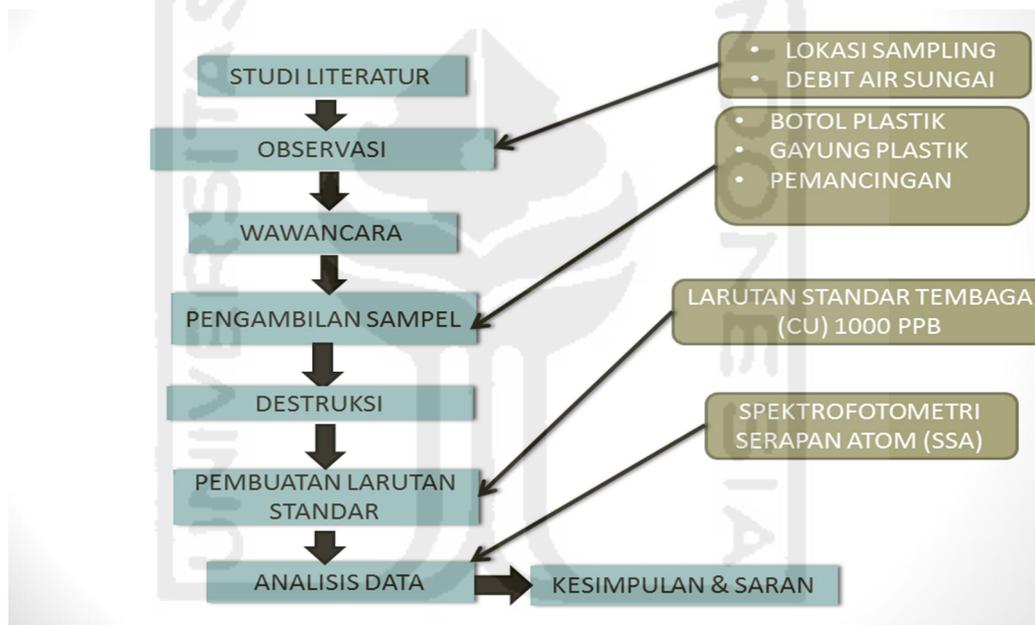


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Metode penelitian secara umum yakni tentang analisis penyebaran logam berat tembaga pada air tanah dan aliran sungai di sekitar industri kerajinan perak kotagede daerah istimewa Yogyakarta, dapat dijelaskan melalui Gambar 3.1 sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian Secara Keseluruhan

3.2. Metode Pengumpulan dan Pengolahan Data

Metode penelitian ini terdiri dari dua tahap yaitu metode pengumpulan data dan pengolahan data. Metode pengumpulan data didapat dari pengujian laboratorium yaitu dengan pengujian sampel berupa air sungai, air sumur, sedimen, dan biota (ikan). Metode pengumpulan data untuk destruksi sampel cair mengacu pada SNI 6989.6:2009 tentang Cara uji Tembaga, sedangkan untuk sedimen dan biota mengacu pada metode destruksi Sampel padat (sedimen dan ikan) yakni *The Aqua Regia Digestion Method U.S.A EPA (Environmental*

3.5. Variabel Penelitian

Variabel adalah karakteristik yang dapat diukur baik secara numerik, maupun kategori pada umumnya, untuk mengukur ada tidaknya beda antara kelompok variabel yang disebut bebas, tetap, dan perancu/penganggu. Pada penelitian ini masing-masing variabel dikelompokkan sebagai berikut :

1. Variabel Tetap

- Kadar tembaga pada air sungai
- Kadar tembaga pada air sumur
- Kadar tembaga pada sedimen
- Kadar tembaga pada biota (ikan)

2. Variabel Bebas

- Jarak antara titik sampling

3.6. Alat dan Bahan Penelitian

A. Alat Penelitian

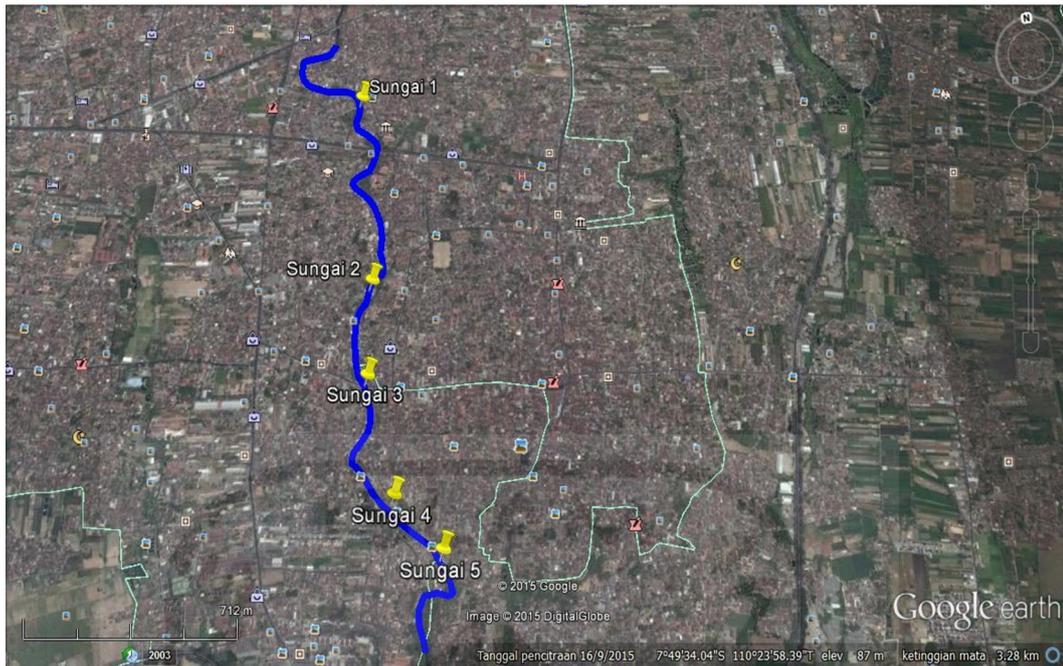
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: Spektrometri Serapan Atom (SSA), *current meter*, pipet ukur 5 ml, 10 ml dan 20 ml, labu ukur 100 ml dan 250 ml, pipet tetes, corong gelas, kompor listrik, *hotplate*, botol plastik, gelas ukur 100 ml, *beaker glass* 500 ml, timba plastik, *erlenmeyer* 100 ml, tabung reaksi, kertas saring, *krustang*, cawan, dan oven.

B. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan yaitu: sampel air sumur, air sungai, sedimen, dan biota di aliran sungai di sekitar industri kerajinan perak Kotagede, aquades, asam nitrat (HNO₃) 65% p.a (*Merck*), HCL, larutan standar tembaga 1000 ppm p.a (*Merck*), dan *aluminium foil*.

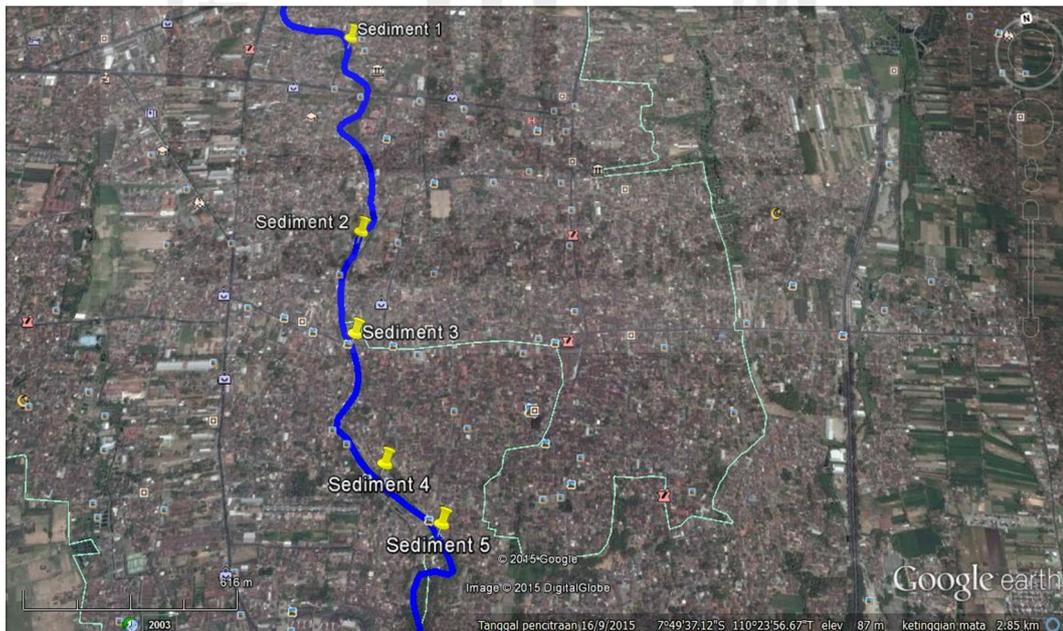
3.7. Pengambilan Data

Lokasi pengambilan sampel dilakukan di sekitar Kotagede. Pengambilan sampel air sungai diambil mulai 0 m (lokasi 1), 918 m (lokasi 1-2), 313 m (lokasi 2-3), 51 4m (lokasi 3-4) dan 217 m (Lokasi 4-5). Gambar lokasi pengambilan sampel air sungai Gajah Wong dijelaskan pada Gambar 3.3.



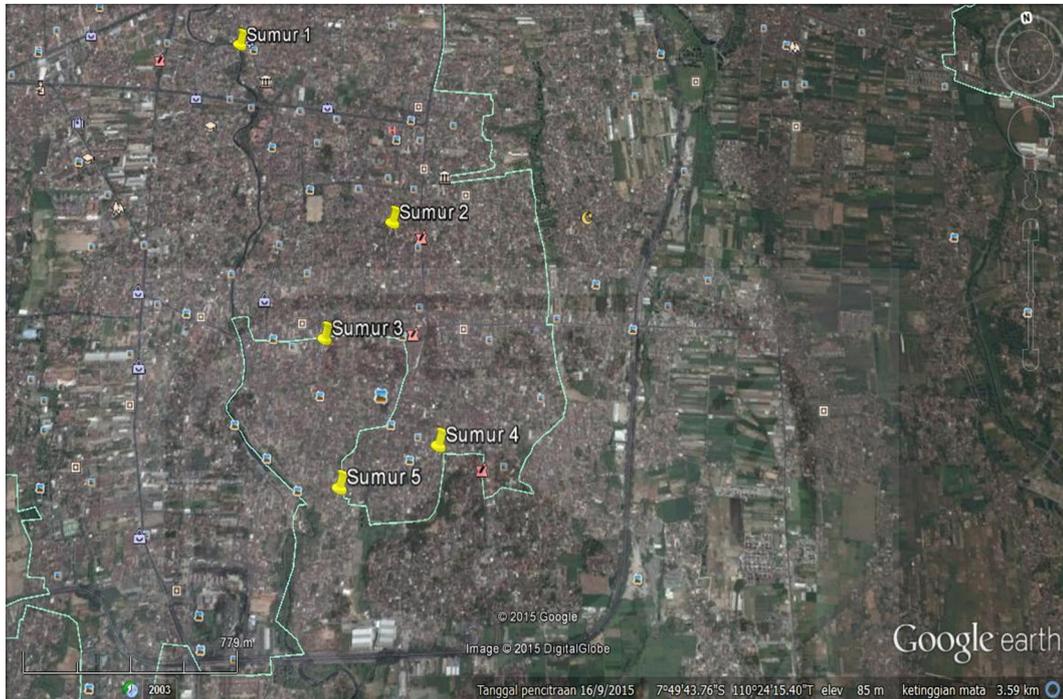
Gambar 3.3 Lokasi Titik Sampling Sungai (Sumber: *Google Earth*)

Kemudian sampel sedimen diambil mulai jarak 0 m (lokasi 1), 813 m (lokasi 1-2), 348 m (lokasi 2-3), 498 m (lokasi 3-4), 231 m (lokasi 4-5). Gambar lokasi pengambilan sampel sedimen sungai Gajah Wong dijelaskan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Lokasi Titik Sampling Sedimen (Sumber: *Google Earth*)

Selanjutnya sampel sumur diambil mulai jarak 0 m (lokasi 1), 980 m (lokasi 1-2) , 575m (lokasi 2-3), 621m (lokasi 3-4), dan 422 m (lokasi 4-5). Daerah pengambilan sampel air sumur di Kotagede dijelaskan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Lokasi Titik Sampling Sumur (Sumber: Google Earth)

Terakhir diambil sampel biota pada aliran sungai yang diambil disekitar bendungan Mrican. Kondisi sungai Gajah Wong dapat dilihat pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Kondisi Sungai di Sekitar Kotagede

Lokasi pengambilan sampel ditentukan berdasarkan hasil *survey* lokasi *outlet* untuk sampel sungai dan sedimen. Sampel biota berupa ikan diambil dari hasil pemancingan warga, sedangkan sampel sumur berdasarkan adanya indikasi sebaran pencemar logam di sekitar lingkungan pengrajin perak. Kode sampel dan jarak lokasi titik sampling dijelaskan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Jarak Lokasi Titik Sampling

No.	Lokasi	Kode Sampel	Jarak (meter)
1	Sungai	Su1	0 (lokasi 1)
2		Su2	918 (lokasi 1-2)
3		Su3	313 (lokasi 2-3)
4		Su4	514 (lokasi 3-4)
5		Su5	217 (lokasi 4-5)
6	Sedimen	Sdm1	0 (lokasi 1)
7		Sdm2	813 (lokasi 1-2)
8		Sdm3	348 (lokasi 2-3)
9		Sdm4	498 (lokasi 3-4)
10		Sdm5	231 (lokasi 4-5)
11	Sumur	Sm1	0 (lokasi 1)
12		Sm2	980 (lokasi 1-2)
13		Sm3	575 (lokasi 2-3)
14		Sm4	621 (lokasi 3-4)
15		Sm5	422 (lokasi 4-5)
16	Biota	Biota	(lokasi di bendungan mrican)

3.8. Metode Pengambilan Sampel

3.8.1. Pengambilan Sampel Air

Langkah awal dilakukan dengan membilas botol plastik dengan air yang akan diambil sampel. Ini dilakukan agar botol plastik tersebut tidak terkontaminasi zat apapun. Kemudian mengambil sampel air sungai pada sungai Gajah Wong dan air sumur diambil pada keran air yang berada di rumah warga sebanyak 1 L. Air yang diambil dimasukkan ke dalam botol plastik. Setelah itu botol plastik ditutup rapat. Botol plastik yang berisi sampel diberi kode menggunakan kertas label agar tidak tertukar antara satu sampel dengan sampel yang lain. Kemudian menganalisa sampel di laboratorium.

3.8.2. Pengambilan Sampel Sedimen

Pengambilan Sampel sedimen dilakukan dengan menggunakan gayung berbahan plastik agar tidak terkontaminasi zat apapun. Kemudian sedimen yang berada dipinggir dan tengah sungai diambil dengan menggunakan gayung, dan di saring untuk mengurangi kadar air yang ada pada sedimen. Kemudian sampel sedimen dimasukkan ke dalam plastik sampel kemudian diberi label agar tidak tertukar antara satu sampel dengan sampel yang lain.

3.8.3. Pengambilan Sampel Biota

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel biota air berupa ikan Tawes Beles (*Barbonymus gonionotus*) yang diambil pada satu titik lokasi di aliran sungai di sekitar industri kerajinan perak Kotagede. Sampel diambil dari hasil pemancingan warga sekitar yang berada di bendungan Mrican sungai Gajah Wong.

3.9. Pengukuran Logam Berat dalam Air

Pertama - tama sebelum melakukan pengujian analisi logam berat pada air, sampel air diawetkan dengan menambahkan 5 ml HNO₃. Kemudian menggunakan kertas lakmus untuk mengukur pH hingga 2. Tujuannya agar sampel air dapat bertahan selama 6 bulan. Adapun langkah pengujian sebagai berikut :

1. Mengambil sampel air sumur dan air sungai sebanyak 50 ml, lalu memasukkannya ke dalam gelas piala 100 ml atau *erlenmeyer* 100 ml.
2. Menambahkan 5 ml HNO₃ pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup.
3. Memanaskan perlahan - lahan sampai sisa volumenya 15 ml - 20 ml.
4. Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka ditambahkan lagi 5 ml HNO₃ pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Melakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih.
5. Membilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya dengan *aquades* ke dalam gelas piala atau *erlenmeyer*.
6. Memindahkan sampel air ke dalam labu ukur 50 ml (saring bila perlu) dan tambahkan *aquades* sampai tanda batas lalu dihomogenkan.
7. Menguji dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) *Graphite Furnace* dengan mengacu kepada SNI 6989.6:2009 mengenai cara uji tembaga.

3.10. Pengukuran Logam Berat dalam Sedimen

Analisis logam berat pada sedimen dilakukan dengan teknik destruksi *Aqua Regia*. Adapun langkah pengujian sebagai berikut :

1. Mengeringkan sampel sedimen dengan menggunakan oven selama kurang lebih 3 jam.
2. Setelah sampel kering dihaluskan dengan digerus lalu dihomogenkan.
3. Menimbang sampel sebanyak 2g dengan menggunakan neraca analitik.
4. Mendestruksi dengan *Aqua Regia* (HNO₃: HCL.1 : 3) 20 ml di atas *hotplate* dengan suhu 140⁰C selama 3 jam kemudian, didiamkan 30 menit. Setelah itu disaring dengan menggunakan kertas saring.
5. Menambahkan *aquades* sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

6. Menguji dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) *Graphite Furnace*.

3.11. Pengukuran Logam Berat dalam Biota (Ikan)

Analisis logam berat pada biota (ikan) sama seperti analisis logam berat pada sedimen, yaitu dilakukan dengan teknik destruksi *Aqua Regia*. Sebelum di uji ikan diawetkan terlebih dahulu di dalam *frezeer*. Adapun langkah pengujian sebagai berikut :

1. Membersihkan sisik ikan dan insangnya, kemudian mengambil daging dan hatinya lalu dikeringkan dengan oven selama kurang lebih 3 jam.
2. Membuang tulang - tulang ikan, kemudian menghaluskan dengan digerus lalu dihomogenkan.
3. Menimbang sampel sebanyak 2g dengan neraca analitik.
4. Mendestruksi dengan *Aqua Regia* (HNO_3 : HCL .1 : 3) 20 ml di atas *hotplate* dengan suhu 140°C selama 3 jam, kemudian didiamkan 30 menit. Setelah itu disaring dengan menggunakan kertas saring.
5. Menambahkan *aquades* sampai tanda batas ke dalam labu ukur 100 ml lalu dihomogenkan.
6. Menguji dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) *Graphite Furnace*.

3.12. Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Tembaga dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Alat SSA dioperasikan sesuai petunjuk penggunaan alat. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi larutan tembaga yang telah dibuat pada panjang gelombang masing - masing logam. Setelah itu dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi. Kurva kalibrasi dibuat dengan menyalurkan konsentrasi larutan standar sebagai sumbu x diplot terhadap absorbansinya sebagai sumbu y. Sehingga persamaan regresi linier diketahui dengan rumus.

Setelah dilakukan pengukuran absorbansi larutan Tembaga, maka selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi larutan sampel dengan SSA untuk logam tembaga yang dikandung sampel. Konsentrasi larutan sampel ditentukan

dengan mensubstitusikan nilai absorbansi sampel pada persamaan regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi yakni variable y .

$$y = bx + a$$

Dimana:

y = nilai absorbansi

$$bx = y - a$$

b = kemiringan lereng

$$x = (y - a) / b$$

x = konsentrasi larutan sampel

a = intersep

Untuk mencari nilai x , yaitu : $y = bx + a$

Sehingga akan diperoleh konsentrasi larutan sampel.

3.13. Pembuatan Larutan Standar Tembaga

Larutan standar tembaga 10 ppb dibuat dengan cara mengambil menggunakan pipet ukur 2,5 mL larutan standar tembaga 1000 ppb p.a (Merck) ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan *aquades* sampai tanda batas. Kemudian memipet 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL larutan standar tembaga 10 ppm ke dalam labu ukur 100 mL dan masing -masing larutan diencerkan dengan *aquades* sampai tanda batas. Sehingga akan diperoleh larutan standar tembaga dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, dan 4 ppm, dan 5 ppm.