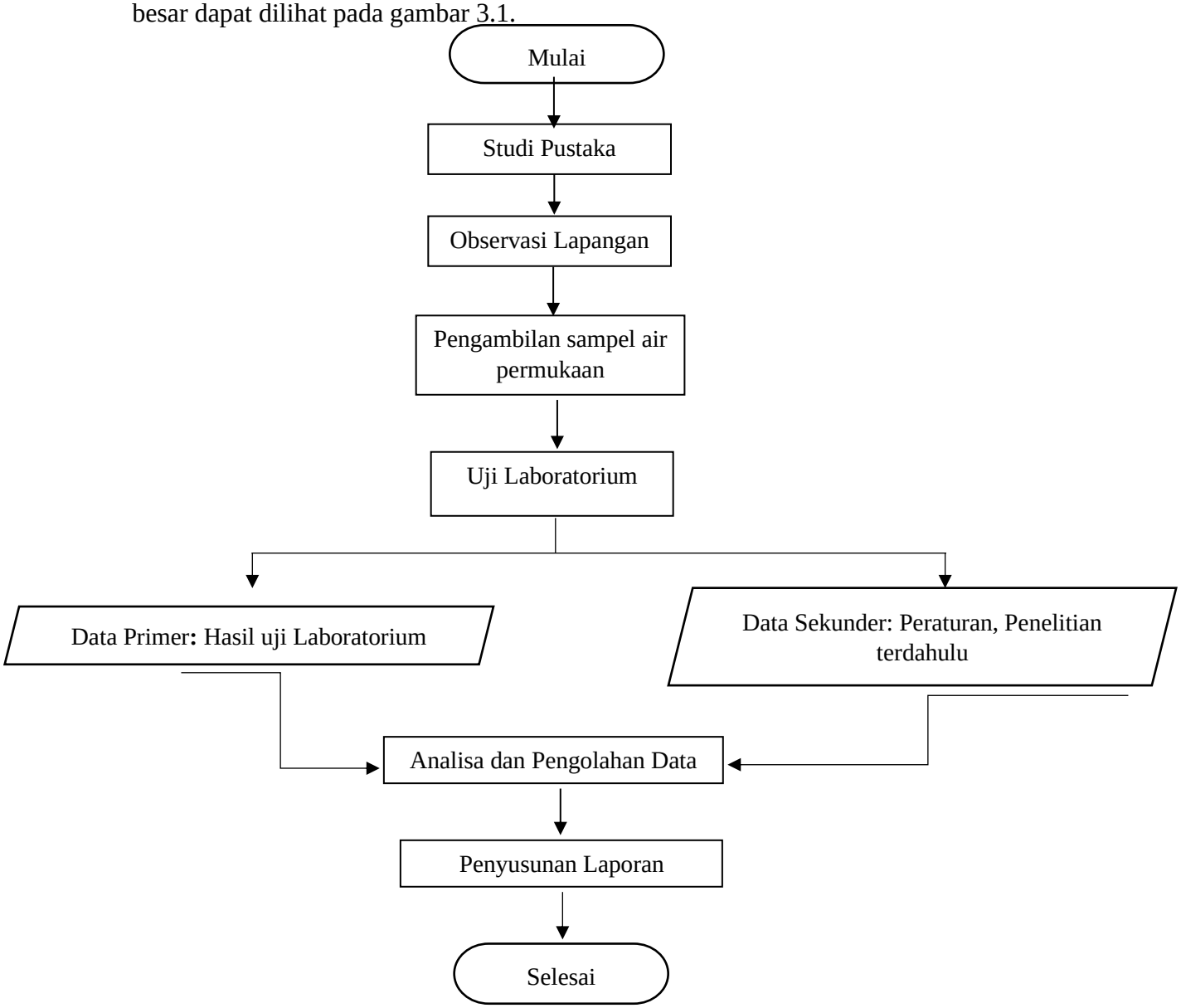
BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

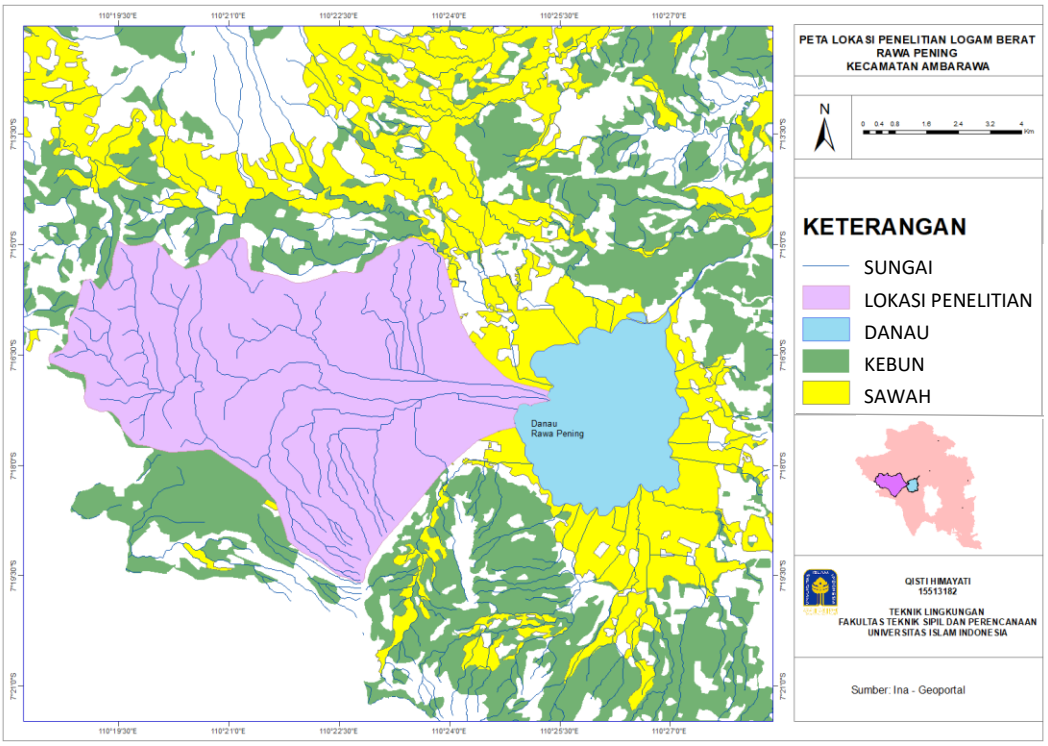
Penelitian ini meliputi analisis kadar logam berat timbal (Pb), kadmium (Cd), tembaga (Cu) dan besi (Fe) pada air permukaan di daerah Rawa Pening. Secara garis besar dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3. 1 Diagram Alir Kerangka Penelitian

3.2 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pengambilan sampel dilakukan sebanyak 4 kali pada bulan April-Juli. Lokasi penelitian dilaksanakan di Sungai Galeh dan Sungai Torong yang terletak pada Sub-DAS Galeh dan Sub-DAS Torong, berlokasi di sebelah barat Danau Rawa Pening, Kecamatan Ambarawa, Kabupaten Semarang, Jawa Tengah. Secara lebih jelas batas lokasi penelitian dapat dilihat pada gambar 3.2.



Gambar 3. 2 Peta Lokasi Penelitian

3.3 Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini dianalisis banyaknya konsentrasi logam berat yang terkandung pada air permukaan di Rawa Pening. Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah variable tetap dan bebas.

A. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas. Variabel terikat pada penelitian ini adalah kadar Pb, Cd, Cu dan Fe pada air sungai.

B. Variabel Bebas

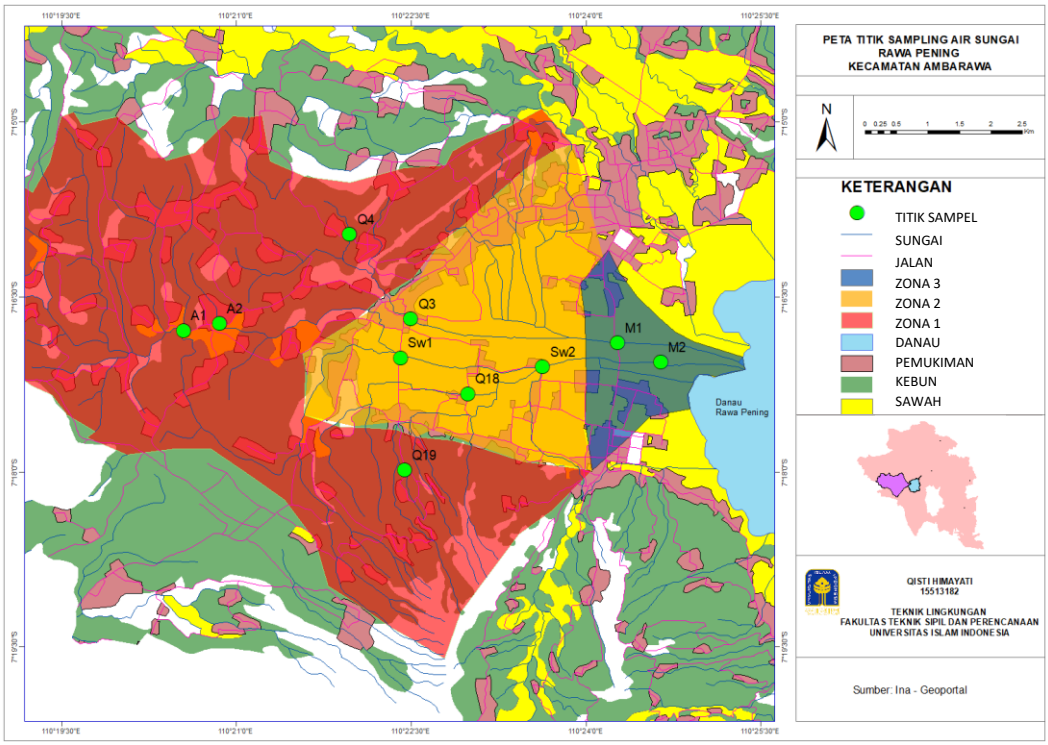
Variabel bebas adalah variabel yang mempengaruhi perubahan variabel terikat. Variabel bebas pada penelitian ini adalah segala kegiatan yang dilakukan dan limbah yang dihasilkan pada masing-masing zona sampling.

3.4 Lokasi dan Metode Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel air sungai dilakukan pada Sungai Galeh dan Sungai Torong yang berada di sebelah barat Danau Rawa Pening. daerah tersebut dibagi menjadi 3 zona berdasarkan perbedaan elevasi dan peruntukan penggunaan lahannya. Zona 1 merupakan lahan yang masih alami, terdapat perkebunan dan belum terdapat banyak pemukiman, memiliki elevasi sekitar 600-700 m. Zona 2 merupakan lahan pertanian dan perkebunan yang didominasi oleh persawahan dan mulai banyak ditemukan pemukiman, memiliki elevasi sekitar 40-500. Sedangkan zona 3 merupakan daerah rawa yang sudah banyak ditemukan pemukiman dan segala macam kegiatan manusia, memiliki elevasi 350-450 m.

Titik pengambilan sampel ditentukan dengan metode *purposive sampling*, yaitu penentuan lokasi berdasarkan pertimbangan satu atau beberapa hal, sebagaimana yang telah dijelaskan bahwa adanya pembagian zona, maka titik sampel ditentukan berdasarkan perbedaan pembagian zona tersebut. Selain itu juga berdasarkan sungai yang memiliki akses jalan yang mudah. Hal tersebut dikarenakan kondisi lokasi yang masih didominasi oleh hutan, pertanian dan rawa yang membuat medannya tidak mudah untuk dilalui kendaraan. Banyaknya titik sampel yang diambil berjumlah 10 titik yang tersebar dalam 3 zona, diantaranya adalah 4 titik pada zona 1, 4 titik pada zona 2 dan 2 titik pada zona 3. Jumlah sampel yang hanya 10 dikarenakan kondisi akses jalan yang sulit dilalui dan saat sampling sudah memasuki musim kemarau maka tidak banyak ditemukan sungai yang masih terdapat airnya. Jumlah titik

sampling yang hanya 10 akan berpengaruh terhadap kurang beragamnya data dari setiap titik di lokasi penelitian. Lokasi titik sampel dapat dilihat pada gambar 3.3.



Gambar 3. 3 Peta Titik Sampling

Pengambilan sampel air sungai dilakukan menggunakan metode *grab sampling*, yaitu pengambilan sampel yang dikumpulkan pada satu tempat dan satu saat saja, dengan cara sampel diambil secara langsung dari badan air yang sedang dipantau. Volume sampel air yang diambil sebanyak 1,5 liter pada setiap titik. Metode pengambilan sampel air permukaan mengacu pada SNI 6989.57:2008 tentang Metode Pengambilan Contoh Air Permukaan. Langkah pertama yaitu mencuci botol plastik dan tutupnya dengan deterjen, kemudian bilas dengan air bersih. Setelah itu bilas lagi dengan asam nitrat (HNO_3) 1:1, kemudian bilas lagi dengan air bebas analit (aquades) sebanyak 3 kali dan biarkan mengering, setelah kering tutup botol dengan rapat.

3.5 Metode Pengujian Logam Berat

Metode Pengujian sampel dilakukan menggunakan instrumen Spektofotometri Serapan Atom (SSA) yang mengacu pada SNI 06.6989.45:2005 tentang Cara Uji Timbal, SNI 06.6989.16:2004 tentang Cara Uji Kadmium, SNI 6989.6:2009 tentang Cara Uji Tembaga, dan SNI 06.6989.4:2004 tentang Cara Uji Besi. Konsentrasi logam berat (x) pada larutan sampel ditentukan dengan mensubtitusikan nilai absorbansi sampel pada persamaan regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi yakni variable y, dengan rumus y = bx+a. Kemudian membandingkan data konsentrasi yang diperoleh dengan baku mutu yang ditetapkan sesuai Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air dan Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 416 Tahun 1990 Tentang Syarat-syarat dan Pengawasan Kualitas Air.

3.6 Pengukuran Logam Berat dalam Air

3.6.1 Persiapan Sampel

Langkah-langkah untuk melakukan pengujian logam berat timbal (SNI 6989.8:2009), Kadmium (SNI 06.6989.16:2004), Tembaga (SNI 6989.6:2009) dan besi (SNI 06.6989.4:2004) dalam air adalah sebagai berikut:

1. Mengambil sampel air permukaan sebanyak 50 ml, lalu memasukkannya ke dalam gelas piala 100 ml atau erlenmeyer 100 ml.
2. Menambahkan 5 ml HNO_3 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 (belum jernih), maka ditambahkan lagi 5 ml HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup erlenmeyer dengan corong dan panaskan lagi. 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. Memindahkan sampel air ke dalam labu ukur 50 ml (saring bila perlu) dan tambahkan aquades sampai tanda batas lalu dihomogenkan.
6. Menguji dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), dengan Panjang gelombang 283,3 nm (Pb); 228,8 nm (Cd); 324,7 nm (Cu) dan 248,3 nm (Fe).

2.6.2 Pembuatan Larutan Standar

Larutan baku 10 mg/L didapatkan dari mengambil larutan standar logam 1000 mg/L sebanyak 10 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan air suling hingga tanda tera dan dihomogenkan. Setelah itu mengambil lagi larutan yang telah diencerkan tadi sebanyak 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL, menambahkan air suling hingga tanda tera dan dihomogenkan. Setelah pengenceran yang dilakukan, dibuat larutan standar logam pada konsentrasi yang berbeda pada setiap logamnya.

2.6.3 Pengukuran Absorbansi dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri Serapan Atom dioperasikan sesuai petunjuk penggunaan alat., kemudian dilakukan pengukuran absorbansi larutan timbal, cadmium, tembaga dan besi 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 timbal, kadmium dan besi, maka selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi larutan sampel dengan SSA untuk logam timbal, kadmium dan besi yang terkandung dalam sampel. Konsentrasi logam berat pada larutan sampel ditentukan dengan mensubtitusikan nilai absorbansi sampel pada persamaan regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi yakni variable y. Untuk mencari nilai konsentrasi larutan sampel dapat diperoleh dari perhitungan di bawah ini.

$$Y = bx + a$$

Dimana:

y = nilai absorbansi	b = kemiringan lereng	a = intersep
x = konsentrasi larutan sampel	x = (y – a) / b	bx = y – a

Setelah didapatkan hasil konsentrasi, dikalikan lagi dengan faktor pemekatan atau faktor pengenceran yang dilakukan di laboratorium yang bertujuan agar sampel dapat dibaca oleh alat, sehingga didapatkan hasil konsentrasi akhir.

3.7 Sistem Informasi Geografis (SIG)

Pemetaan lokasi penelitian, zona, titik sampling dan persebaran logam berat menggunakan *software* pendukung *Geographic Information System (GIS)* yaitu ArcGis. Selanjutnya membuat batasan area penelitian menggunakan polygon, sedangkan untuk membuat garis sungai maupun jalan menggunakan polyline yang terdapat pada ArcCatalog Pada persebaran logam, konsentrasi logam di setiap titik sampling yang telah dianalasis disusun kedalam microsoft excel beserta koordinat, disimpan pada microsoft excel dalam bentuk X dan Y, dan ekspor ke ArcGis agar dapat ditampilkan pada peta untuk mengetahui titik sampel. Data hasil analisis logam berat ditampilkan pada peta dengan memperlihatkan tinggi rendahnya konsentrasi logam dengan menampilkan diagram batang pada setiap titik.

Halaman ini sengaja dikosongka