

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Pada penelitian ini merupakan penelitian yang bersifat eksperimental, yaitu dengan memberikan perlakuan pada objek yang diamati dan analisis secara kuantitatif, analisis kuantitatif digunakan untuk mengetahui kadar cemaran logam berat timbal (Pb) yang terkandung pada sampel kupang yang dianalisis.

3.2 Waktu dan Tempat

Pengambilan sampel dilakukan di titik Laut Kraton Kabupaten Pasuruan. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang dan Laboratorium Kimia Poltekkes Kemenkes Malang pada bulan Januari tahun 2022

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah labu ukur, beaker glass, pipet volume, pipet mikro, neraca analitik, microwave, kertas saring Whatmann No.41, penangas air, cooler box, wadah sampel, saringan, spektrofotometri serapan atom (SSA).

3.3.2 Bahan

Bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah kupang, arang aktif, standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, HNO_3 pekat 65% p.a, H_2O_2 pekat 30% p.a

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah perlakuan yang berbeda-beda dengan variasi penambahan arang aktif terhadap sampel

3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar timbal pada sampel kupang yang diamati.

3.4.3 Variabel Kontrol

Variabel kontrol dalam penelitian kali ini adalah suhu dalam perebusan dan lama waktu perebusan

3.5 Definisi Operasional

Variabel				Definisi Operasional	Alat Ukur	Skala Ukur
Terikat	Bebas	Kontrol				
		Suhu	Waktu			
Kadar Timbal pada Sampel Kupang	-	-	-	Penentuan kadar timbal pada sampel kupang tanpa perebusan	- Timbangan Analitik - Spektrofotometri serapan Atom (SSA)	Ratio
Kadar Timbal pada Sampel Kupang	Penambahan arang aktif: 0 gram, 5 gram, dan 10 gram	100°C	30 menit	Penentuan kadar timbal pada sampel kupang dengan perebusan dan variasi penambahan arang aktif	- Timbangan Analitik - Termometer - Stopwatch - Spektrofotometri serapan Atom (SSA)	Ratio

3.6 Metode Kerja

3.6.1 Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel kupang diambil pada satu titik di wilayah salah satu pesisir bagian utara Kabupaten Pasuruan

3.6.2 Preparasi sampel

3.6.2.1 Preparasi Sampel Tanpa Perlakuan

Dibersihkan sampel kupang dan dipisahkan daging kupang dari cangkangnya. Ditimbang daging kupang ± 100

gram, kemudian dihaluskan daging kupang dengan blender hingga homogen.

Selanjutnya timbang sampel kupang ± 5 gram dan masukkan kedalam tabung vessel dan tambahkan 7 ml asam nitrat (HNO_3) pekat 65% p.a dan 1 mL hydrogen peroksida (H_2O_2) pekat 30 % p.a (sehingga total volume 8 ml) kemudian dimasukkan ke dalam microwave dan didestruksi \pm selama 30 menit. Hasil destruksi yang didapatkan dipindahkan kedalam labu ukur 50 ml dan di tambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Dan kemudian disaring (jika diperlukan).

3.6.2.2 Preparasi Sampel dengan Perlakuan

Preparasi sampel dilakukan dengan mula-mula membersihkan sampel kupang dan dipisahkan dagingkupang dari cangkangnya. Perlakuan perebusan diawali dengan memanaskan akuades hingga mendidih ($\pm 100^\circ \text{C}$). Kemudian memasukan kupang dan arang aktif secara bersamaan untuk direbus selama 30 menit dengan variasi penambahan arang aktif 0 gram, 5 gram, dan 10 gram. Massa sampel kupang yang digunakan untuk masing-masing perebusan adalah 100 gram. Hasil perebusan kupang dipisahkan dari air dan arang aktif hingga diperoleh filtrat air hasil perebusan dan sampel kupang yang telah direbus.

Selanjutnya timbang masing masing sampel kupang ± 5 gram dan masukkan kedalam tabung vessel dan tambahkan 7 ml asam nitrat (HNO_3) pekat 65% p.a dan 1 mL hydrogen peroksida (H_2O_2) pekat 30 % p.a (sehingga total volume 8 ml) kemudian dimasukkan kedalam microwave dan didestruksi \pm selama 30 menit. Hasil destruksi yang didapatkan dipindahkan kedalam labu ukur 50 ml dan di tambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Dan kemudian disaring (jika diperlukan).

3.6.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi Timbal (Pb)

Membuat larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm kemudian diencerkan menjadi 10 ppm dengan cara memipet larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm sebanyak 1 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Dari larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppm, kemudian diencerkan kembali menjadi larutan standar kerja yaitu 0,5 ppm; 1 ppm; 2.5 ppm; 5 ppm; dan 10 ppm dengan memipet larutan sebanyak 50 μL , 100 μL , 250 μL , 500 μL , dan 1000 μL kedalam labu ukur 10 mL. Kemudian, masing-masing larutan standar kerja Pb diukur nilai absorbansi menggunakan instrument SSA dengan panjang gelombang 217 nm.

3.6.4 Penentuan Kadar Timbal pada Sampel

Untuk menentukan kadar timbal pada sampel kupang mula-mula dilakukan pengukuran larutan standar kerja yang sebelumnya telah dibuat dengan konsentrasi yaitu 0,5 ppm; 1 ppm; 2.5 ppm; 5 ppm; dan 10 ppm, diperoleh kurva kalibrasi dari larutan standar kerja yang digunakan untuk menghitung kadar timbal dengan persamaan yaitu $y = bx + a$. Setelah itu dilakukan pengukuran serapan sampel. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan instrument spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Masing-masing sampel dilakukan replikasi dua kali.

3.6.5 Penentuan Kadar Timbal pada Air Sisa Rebusan Kupang

Kadar timbal (Pb) pada air sisa rebusan kupang dianalisis dengan instrument spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Data konsentrasi yang diperoleh dibandingkan dengan konsentrasi air sisa rebusan kupang dengan penambahan arang aktif.

3.6.6 Perhitungan Kadar Timbal

Perhitungan kadar timbal dilakukan dengan cara memasukkan data yang diperoleh dari pengukuran serapan larutan standar, kemudian didapatkan kurva kalibrasi dari masing-masing nilai absorbansi sebagai sumbu Y dan konsentrasi larutan standar (ppm) sebagai

sumbu X. Konsentrasi larutan sampel dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi larutan standar Pb.

3.7 Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

Data kadar cemaran logam timbal yang diperoleh dari hasil penelitian yang diuji secara kuantitatif, disajikan dalam bentuk tabel dan dianalisa secara deskriptif yaitu dengan mengkaji dari hasil percobaan secara eksperimental dan membandingkan hasil antara kadar logam timbal pada kupang yang dianalisis sebagai kontrol positif dengan kadar logam timbal pada kupang yang dianalisis dengan perlakuan, dengan memperhatikan variabel yang digunakan yaitu variasi waktu perebusan dan variasi massa penambahan arang aktif.

3.7.1 Data yang didapatkan akan disajikan berupa tabel, sebagai berikut:

No	Perlakuan	Kadar Timbal pada Sampel (mg/kg)	Rata-rata Kadar Timbal (mg/kg)	Keterangan
1	Tanpa Perlakuan			
2	Perlakuan 1			
3	Perlakuan 2			
4	Perlakuan 3			

TM : Tidak memenuhi syarat PerkaBPOM tahun 2018 (<0,2 mg/kg)

3.7.2 Perhitungan

a. Perhitungan kadar logam dalam sampel digunakan rumus:

$$\text{Konsentrasi logam Pb (mg/kg)} = \frac{C \times V \times Fp}{W}$$

Keterangan :

C : konsentrasi sampel ppm (mg/L)

V : volume akhir larutan sampel yang disiapkan (ml) diubah dalam satuan liter (L)

Fp : faktor pengenceran (jika ada)

W : berat sampel dalam satuan (kg)

(SNI 2354.5:2011)

