#### **BAB III**

#### METODE PENELITIAN

#### A. Jenis Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian lapangan yang dilanjutkan dengan analisis di laboratorium. Penelitian ini didukung oleh penelitian deskriptif dengan pendekatan kuantitatif dan kualitatif. Penelitian deskriptif yaitu menganalisis dan menyajikan data secara sistematik sehingga dapat lebih mudah untuk dipahami dan disimpulkan.<sup>1</sup>

Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen laboratorium. Metode eksperimen adalah suatu penelitian yang berusaha mencari pengaruh variabel tertentu terhadap variabel yang lain dalam kondisi yang terkontrol secara ketat.<sup>2</sup> Metode eksperimen digunakan untuk mengumpulkan data berkaitan dengan eksperimen di lapangan yang kemudian hasilnya dilanjutkan dengan analisis di laboratorium.

## B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang pada 13-18 Mei 2013. Penentuan titik pengamatan pada lokasi penelitian didasarkan pada besarnya intensitas pembuangan limbah industri pertamina. Lokasi pengambilan sampel terdiri dari enam titik pengamatan.

#### C. Populasi dan Sampel

Populasi adalah keseluruhan objek yang diteliti sedangkan sampel adalah sebagian kecil objek yang diteliti. Populasi dari penelitian ini yaitu sungai Donan pada radius 2 km dari PT Pertamina dan sampel penelitian ini yaitu air limbah sungai Donan sebanyak 250 ml yang diambil pada enam titik.

#### D. Sumber Data

Data yang digunakan sebagai data pendukung dari hasil penelitian, yaitu:

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Suranto, Metodologi Penelitian, (Semarang: Gyyas Putra, 2009), hlm. 25.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Riduwan, *Belajar Mudah Penelitian*, (Bandung : Alfabeta, 2004), hlm. 50.

# 1. Data primer

Data primer didapatkan dari hasil tinjauan lapangan berupa pengambilan sampel air sungai dan pengukuran kondisi fisika dan kimia perairan sungai Donan, serta dari hasil eksperimen.

#### 2. Data sekunder.

Data sekunder diperoleh dari berbagai sumber seperti hasil penelitian terdahulu, hasil studi pustaka, laporan, jurnal, skripsi, dan tesis.

### E. Metode Pengumpulan Data

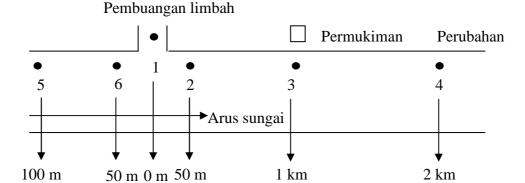
## 1. Penentuan titik sampel air sungai

Sebelum pengambilan sampel air sungai terlebih dahulu dilakukan penentuan titik sampel air yang dilakukan berdasarkan metode "*sampling purposive*" yaitu tata cara pengambilan titik sampel air berdasarkan adanya beberapa pertimbangan yang dilakukan oleh peneliti.<sup>3</sup> Adapun pertimbangan peneliti adalah pertimbangan sumber kegiatan yang diduga memberikan beban pencemaran.

Pengambilan sampel dilakukan di daerah sebelum ada kegiatan yang memberikan beban pencemaran yaitu titik 5 dengan jarak 100 m dan titik 6 dengan jarak 50 m sebelum pertamina adalah sebagai perbandingan kadar kromium di titik sesudah pembungan limbah cair pertamina, pengambilan sampel tepat di daerah buangan air limbah dengan jarak 0 m, pengambilan sampel dalam kepekatan masih tinggi dengan jarak 50 m sesudah pembuangan limbah cair pertamina, pengambilan sampel di tengah yang didasarkan pada banyaknya kegiatan dan permukiman yang diduga memberikan kontribusi pada terjadinya pencemaran dengan jarak 1000 m dan pengambilan sampel tepat pada perubahanan warna dengan jarak 2000 m dimana titik ini didasarkan pada pertimbangan bahwa daerah buangan limbah dan di tengah akan membawa dampak di daerah tersebut. Gambar pengambilan titik sampel air limbah dapat dilihat pada gambar 1. berikut:

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Riduwan, *Belajar Mudah Penelitian*, hlm. 63.

Gambar 1. Pengambilan Titik Sampel Air Limbah



## 2. Pengambilan sampel kualitas air sungai

Pengambilan sampel air dilakukan secara "*grab sample*" yaitu metode pengambilan sampel dengan cara sampel diambil secara langsung dari badan air yang sedang dipantau.<sup>4</sup> Pengambilan sampel air dilakukan di enam titik. Sampel ini hanya menggambarkan karakteristik pada saat pengambilan sampel, sehingga jumlah sampel air yang diambil sebanyak 250 mL menggunakan gayung plastik bertangkai dimasukkan ke dalam botol polietilen yang sudah disterilkan dan dilanjutkan ekstraksi sampel dengan penambahan asam sulfat pekat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) kemudian dimasukkan ke dalam *coolbox*.

#### 3. Pengukuran parameter fisika dan kimia

Eksperimen, observasi dan pengukuran langsung di lapangan (*insitu*) dilakukan pada ekstraksi sampel dan terhadap parameter suhu, pH, kekeruhan, warna, rasa, dan bau. Analisis logam berat dengan AAS dilakukan di Laboratorium Kimia (*exsitu*) Universitas Negeri Semarang. Parameter fisika dan kimia disajikan pada Tabel 5. berikut:

Tabel 5. Pengukuran Parameter Fisika dan Kimia

Parameter	Satuan	Metode/alat	Analisis
pН	-	Indikator pH universal	Insitu
Suhu	(°C)	Thermometer air raksa	Insitu
Kekeruhan	-	Pengamatan	Insitu
Warna, rasa	-	Pengamatan	Insitu

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Hefni Effendi, *Telaah Kualitas Air*, (Yogyakarta: Kanisius, 2003), hlm. 16.

dan bau			
Cr total	Mg/l	AAS	Exsitu
		(SNI 06- 6989-17. 2004)	(laboratorium)

# F. Uji Laboratorium

## 1. Ekstraksi pelarut Asam Sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) sampel air limbah Cr

Analisis logam berat Cr untuk sampel air didasarkan pada APHA/AWWA/WEF Standard Methods, 20<sup>th</sup> Edition, 2001, yaitu sampel air dilakukan dengan ekstraksi pelarut asam sulfat pekat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Limabelas ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ditambahkan ke dalam 250 ml sampel air dalam gelas beker kemudian dipanaskan hingga 25 ml. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 50 ml yang sebelumnya larutan tersebut telah didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring kemudian diencerkan dengan aquades hingga mencapai tanda batas. Larutan dipindahkan kembali ke dalam botol polietilen yang sudah disterilkan dan disimpan dalam *coolbox*. Besarnya konsentrasi logam berat dianalisis dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry (AAS), tipe flame*.

# 2. Prosedur uji sampel air limbah Cr

## a. Prinsip kerja

Penambahan asam sulfat pekat bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan zat pengganggu yang terdapat dalam sampel uji air limbah dengan bantuan pemanas listrik. Pengukuran dengan AAS menggunakan gas asetilen,  $C_2H_2$ .

#### b. Alat

- 1) AAS (Atomic Absorption Spectrofotometer)
- 2) Lampu hollow katoda Cr
- 3) Gelas piala 250 ml
- 4) Pipet ukur 2ml; 10 ml; 20 ml; 30 ml; 40 ml dan 50 ml
- 5) Labu ukur 100 ml
- 6) Corong gelas
- 7) Erlenmeyer
- 8) Pemanas listrik

- 9) Kertas saring Whatman 40, dengan ukuran pori  $\theta$  0,42 µm
- 10) Labu semprot

#### c. Bahan

- 1) Air suling
- 2) Asam Sulfat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 3) Larutan standar logam Cr
- 4) Gas asetilen, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>
- d. Pembuatan larutan baku logam Cr 10 ppm
  - 1) Pipet 50 ml larutan standar logam Cr 100 ppm ke dalam labu ukur 500 ml
  - 2) Tambahkan larutan pengencer sampai tanda batas
- e. Pembuatan larutan kerja logam Cr
  - 1) Pipet 0 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 ml; 5 ml larutan baku Cr 10 ppm masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml
  - 2) Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi logam Cr 0,0 ppm; 0,01 ppm; 0,02 ppm; 0,03 ppm; 0,04 ppm; 0,05 ppm.

#### f. Analisis AAS

- 1) Optimalkan alat AAS sesuai petunjuk penggunaan alat
- 2) Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 357,9 nm
- 3) Kuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi
- 4) Lanjutkan dengan pengukuran sampel uji yang sudah dipersiapkan Sumber: (SNI 06-6989. 17-2004)

## G. Analisis Data

Analisis data merupakan proses telaah dan pencarian makna dari data yang diperoleh untuk menemukan jawaban dari masalah penelitian. Analisis data meliputi analisis yang didasarkan pada APHA/AWWA/WEF Standard Methods, 20<sup>th</sup> Edition, 2001, yaitu sampel air dilakukan metode ekstraksi pelarut dengan

pelarut asam sulfat pekat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan analisis kualitas air melalui parameter suhu, pH, warna, rasa, dan bau.

Analisis konsentrasi logam berat Cr untuk sampel air dianalisis dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry (AAS), tipe flame.* Penentuan konsentrasi logam Cr dianalisis menggunakan analisis regresi sederhana.

Analisis regresi berguna untuk mendapatkan hubungan fungsional antara dua variabel atau lebih. Konsentrasi suatu senyawa atau unsur dapat dihitung dari persamaan regresi yang diukur pada sampel dengan absorbansi maksimum maka diperoleh persamaan garis:<sup>5</sup>

$$Y = aX + b$$

Keterangan:

Y = Absorbansi

X = Konsentrasi (ppm)

a = Bilangan konstan

b = Koefisien arah regresi linier

Dimana,

$$a = \frac{\sum \{(X - Xrat)(Y - Yrat)\}}{\sum (X - Xrat)^2}$$

$$b = Yrat - b(Xrat)$$

Keterangan:

a = Slope

b = Intersep

Yrat = Absorbansi Rata-rata

Xrat = Konsentrasi Rata-rata (ppm)

Untuk mengetahui apakah persamaan tersebut dapat dipakai sebagai perhitungan penetapan konsentrasi larutan, maka selanjutnya menentukan harga koefisien koordinasi (r) dengan rumus:

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Meilia Nur Indah Susanti, *Statistika Deskriptif dan Induktif,* (Yogyakarta: Graha Ilmu, 2010), hlm. 180-181.

$$r = \frac{\sum \{(X - Xrat)(Y - Yrat)\}}{\sqrt{\left\{\sum (X - Xrat)^{2}\right\}\left\{\sum (Y - Yrat)^{2}\right\}}}$$

Jika r mendekati 1, maka kurva dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi logam berat Cr yang terkandung di dalam air.