

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Jenis penelitian ini yaitu deskriptif. Penelitian deskriptif ini untuk mengetahui adanya kandungan logam berat timbal (Pb) pada kupang (*Mytilus edulis*) di Pantai Kenjeran melalui pemeriksaan secara kuantitatif.

#### **3.2 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Februari hingga Maret 2021 di Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang.

#### **3.3 Alat dan Bahan**

##### **3.3.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah coolbox, neraca analitik, labu takar, pipet volume, bola hisap, gelas beaker, microwave, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

##### **3.3.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  p.a,  $\text{HNO}_3$  0,1 M,  $\text{HNO}_3$  65%,  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%, aquadest, dan sampel kupang (*Mytilus edulis*) Pantai Kenjeran.

#### **3.4 Variabel Penelitian**

##### **3.4.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas pada penelitian ini adalah adalah kupang (*Mytilus edulis*) dengan variasi titik pengambilan sampel yang dibagi menjadi 3 stasiun :

Stasiun I di bawah jembatan baru

Stasiun II di dekat pemukiman penduduk

Stasiun III di dekat tempat wisata kenjeran lama

### 3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel kupang (*Mytilus edulis*).

### 3.5 Definisi Operasional Variabel

**Tabel 3.1 Definisi Operasional Variabel**

Variabel	Definisi Operasional	Parameter	Alat ukur	Kriteria
Kadar timbal dalam kupang ( <i>Mytilus edulis</i> ) di Pantai Kenjeran	Menentukan kadar logam berat timbal (Pb) dalam kupang ( <i>Mytilus edulis</i> ) di Pantai Kenjeran pada pengambilan minggu 1, 2,3, dan 4 yang dinyatakan dalam satuan mg/kg atau ppm	Jumlah logam berat timbal dalam setiap sampel yang dianalisis	Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	Memenuhi syarat apabila batas maksimum logam berat timbal (Pb) dalam sampel yaitu 1,5 mg/kg untuk kekerangan (bivalve), moluska, dan teripang (SNI 7387 Tahun 2009).

### 3.6 Prosedur Penelitian

#### 3.6.1 Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan di pesisir Pantai Kenjeran, Surabaya dengan lokasi sesuai stasiun yang telah ditentukan. Sampel kupang yang telah diambil dimasukkan ke dalam plastik yang telah diberi label dan disimpan coolbox supaya tidak terkontaminasi. Pengambilan sampel dilakukan sebanyak 3 kali dari setiap stasiun.

### 3.6.2 Pembuatan larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 M

Pembuatan larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 M dilakukan dengan cara mengencerkan larutan HNO<sub>3</sub> 65% dengan air diionisasi dan ditambahkan hingga 100 mL dalam labu takar.

### 3.6.3 Pembuatan larutan standar Pb 1000 ppm

Pembuatan larutan standar Pb 1000 ppm dilakukan dengan cara menimbang Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sebanyak 100 mg dan dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 M sebanyak 100 mL dalam labu takar 100 mL.

### 3.6.4 Pembuatan larutan standar Pb 100 ppm

Pembuatan larutan standar Pb 100 ppm dilakukan dengan cara memipet sebanyak 1 mL dari larutan standar Pb 1000 ppm dan dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 M dalam labu takar 10 mL.

### 3.6.5 Pembuatan larutan standar kerja Pb

Pembuatan larutan standar kerja Pb dengan variasi konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm dan 10 ppm dengan cara memipet sebanyak 0,1 mL; 0,2 mL; 0,4 mL; 0,6 mL; 0,8 mL; dan 1 mL dari larutan standar Pb 100 ppm lalu masing-masing konsentrasi dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 M dalam labu takar 10 mL.

### 3.6.6 Pembuatan kurva kalibrasi baku timbal (Pb)

Diinjeksikan larutan standar kerja Pb 1 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm dan 10 ppm ke dalam Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

### 3.6.7 Preparasi sampel

Ditimbang sampel kupang sebanyak 2 gram ke dalam gelas beaker. Kemudian, ditambahkan 5 mL HNO<sub>3</sub> 65% dan 2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Setelah itu, diencerkan menggunakan aquadest sebanyak 2 kali. Selanjutnya, dilakukan destruksi dengan *microwave* selama 30 menit. Kemudian, larutan hasil

destruksi disaring menggunakan whattman 42 dan diambil filtrat sebagai larutan uji.

### 3.6.8 Penentuan kadar timbal (Pb) dalam sampel

Diukur absorbansi larutan sampel dalam Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm. Selanjutnya, dihitung kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel dalam satuan mg/kg atau ppm.

## 3.7 Pengolahan dan Penyajian Data

### 3.7.1 Pengolahan data

Data yang diperoleh yaitu absorbansi larutan standar dan dibuat kurva kalibrasi dengan memasukkan masing-masing konsentrasi (ppm) larutan standar sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y. Konsentrasi larutan sampel dihitung berdasarkan kurva kalibrasi larutan standar Pb. Kadar logam berat timbal dalam sampel dapat dihitung menggunakan rumus (SNI 2354.5:2011) :

$$\text{Kadar logam berat Pb } (\mu\text{g/g}) = \frac{C \times V \times Fp}{W}$$

Keterangan :

C : Konsentrasi sampel dalam ppm (mg/L) dan dikonversi ke dalam ppb ( $\mu\text{g/L}$ )

V : Volume akhir larutan (mL) dikonversi ke dalam satuan liter (L)

Fp : Faktor pengenceran (jika ada)

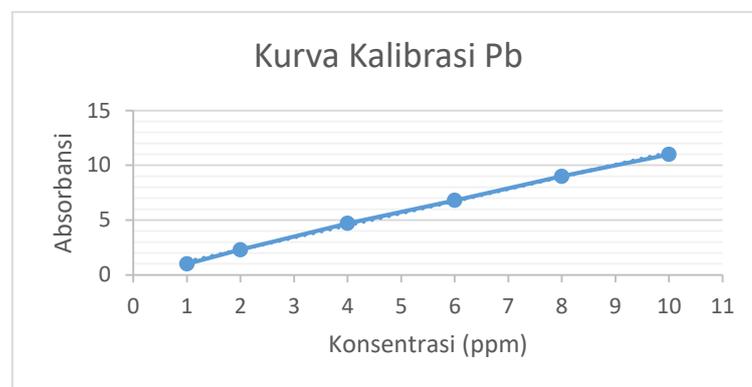
W : Berat sampel (g)

### 3.7.2 Penyajian data

Data yang telah diperoleh disajikan dalam bentuk tabel dan kurva sebagai berikut :

Tabel 3.2 Penyajian data absorbansi larutan standar timbal (Pb)

No	Larutan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	Standar 1		
2	Standar 2		
3	Standar 3		
4	Standar 4		
5	Standar 5		



Gambar 3.1 Penyajian kurva

Tabel 3.3 Penyajian data kadar logam berat timbal (Pb) dalam kupang

Stasiun	Kadar logam Pb (mg/kg)			
	Titik 1	Titik 2	Titik 3	Rata-rata
I				
II				
III				