

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah penelitian deskriptif dengan desain komparatif. Penelitian dengan metode deskriptif ini menganalisis secara kualitatif dan kuantitatif kadar logam Cd(II) pada air sumur penduduk di sekitar Tempat Pembuangan Akhir Mrican, Jenangan, Ponorogo dan hasil kadar yang didapat dari analisis dibandingkan dengan standart Permenkes Nomor 32 Tahun 2017 Air untuk Higiene Sanitasi dan Permenkes Nomor 492 Tahun 2010 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Februari 2021. Pengambilan sampel dilakukan di Desa Mrican, Kecamatan Jenangan, Kabupaten Ponorogo. Preparasi sampel dan uji laboratorium dilakukan di Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang dan Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah botol kaca 300 mL, pipet tetes, *beaker glass*, labu ukur, pipet volume, bola hisap, corong gelas, spatula, neraca analitik, erlenmeyer, kaca arloji, labu semprot, *hot plate*, seperangkat alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), dan lampu holow katoda Cd.

3.3.2 Bahan

Bahan yang dibutuhkan pada penelitian ini adalah air sumur dengan variasi jarak dari lokasi Tempat Pembuangan Akhir, air bebas mineral, asam nitrat (HNO_3) pekat p.a, gas etilen tekanan minimum 100

psi, larutan pengencer HNO_3 0,05 M, udara tekan HP atau udara tekan dari kompresor.

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jarak titik pengambilan air sumur dari lokasi Tempat Pembuangan Akhir. Variasi dari jarak sumur yang akan diteliti adalah 50 meter, 100 meter, dan 150 meter dari lokasi Tempat Pembuangan Akhir Mrican.

3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar logam Kadmium yang terdapat dalam air sumur pada jarak 50 meter, 100 meter dan 150 meter dari lokasi Tempat Pembuangan Akhir.

3.5 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3.1 Definisi Operasional

Variabel	Definisi Operasional	Parameter	Alat Ukur	Kriteria
Kadar logam kadmium	Kadar logam kadmium yang terdapat dalam air sumur di sekitar Tempat Pembuangan Akhir Mrican yang dinyatakan dalam satuan mg/L atau ppm.	pada jarak 50 meter, 100 meter, dan 150 meter dari lokasi Tempat Pembuangan Akhir.	Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	Memenuhi syarat apabila kadar logam kadmium dalam sampel $\leq 0,005$ mg/L untuk keperluan higiene sanitasi (Permenkes RI No. 32 Tahun 2017) dan $\leq 0,003$ mg/L untuk keperluan air minum (Permenkes RI No. 492 Tahun 2010)

3.6 Metode Analisis

3.6.1 Teknik Pengambilan Sampel (Nasution & Silaban, 2017)

Pengambilan sampel air sumur dilakukan pada setiap jarak yang telah ditentukan yaitu 50 meter, 100 meter, dan 150 meter dari lokasi TPA Mrican. Pada setiap jarak yang telah ditentukan diambil sampel dari 3 titik sumur dengan jarak yang sama. Sampel air ditampung pada satu ember plastik kemudian diaduk agar homogen, sehingga sampel air yang dianalisis diharapkan mewakili badan air. Volume sampel air untuk analisis logam berat kadmium diambil 300 mL dengan wadah botol kaca putih.

3.6.2 Persiapan Pengujian (SNI 06-6989.16-2009 Badan Standar Nasional, 2009)

3.6.2.1 Preparasi sampel

Sampel sebanyak 50 mL dikocok hingga homogen dan dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL atau erlenmeyer 100 mL. Sampel kemudian ditambahkan dengan 5 mL asam nitrat (HNO_3) pekat dan tutup dengan kaca arloji. Sampel dipanaskan diatas *hot plate* sampai volume larutan sampel 15 sampai 20 mL. Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasan ke dalam gelas beker. Selanjutnya sampel dipindahkan dalam labu ukur 50 mL melalui kertas saring. Larutan sampel kemudian diencerkan dengan air bebas mineral hingga tanda batas.

3.6.2.2 Pembuatan Larutan Pengencer HNO_3 0,05 M

Dilutkan 3,5 mL asam nitrat pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas beker.

3.6.2.3 Pembuatan Larutan Baku Induk Cd(II) 100 mg/L

Sebanyak 10 ml larutan baku induk Cd 1000 mg/L dipipet dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 4 mL HNO_3 pekat sampai larut. Ditambahkan 8 mL HNO_3 pekat dan air bebas mineral hingga tepat tanda batas.

3.6.2.4 Pembuatan Larutan Baku antara Cd(II) 10 mg/L

Dipipet sebanyak 10 mL larutan baku induk Cd(II) 100 mg/L dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan larutan baku dengan larutan pengencer sampai tanda batas.

3.6.2.5 Pembuatan Larutan Baku Kerja Cd(II)

Dipipet larutan baku 10 mg/L sebanyak 1 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL, mL, 10 mL, 20 mL, dan 40 mL masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan larutan pengencer hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan baku kerja Cd(II) dengan konsentrasi 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L; 1 mg/L; 2 mg/L; dan 4 mg/L.

3.6.3 Analisis Kualitatif (Svehla, 1989)

Dipipet 5 mL sampel ke dalam 2 seri tabung reaksi kemudian ditambahkan tetes demi tetes larutan NaOH 1M pada tabung seri 1 dan NH₄OH pada tabung seri ke 2. Hasil positif sampel mengandung logam kadmium ditandai dengan terbentuknya endapan Cd(OH)₂ berwarna putih.

3.6.4 Analisis Kuantitatif dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (SNI 06-6989.16-2009 Badan Standar Nasional, 2009)

3.6.3.1 Standarisasi Instrumen SSA (Nasution & Silaban, 2017)

Dilakukan standarisasi pada instrumen SSA sebelum digunakan untuk pengukuran kadar logam Cd(II) dalam sampel. Instrumen SSA distandarisasi dan dikondisikan seperti pada tabel 3.2.

Tabel 3.2 Kondisi pengoperasian instrumen SSA

No.	Parameter	Ketetapan
1	Panjang gelombang	228,8 nm
2	Celah	0,7 nm
3	Tipe nyala	Udara-asetilen
4	Tipe kalibrasi	Linear

3.6.3.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Diukur larutan blanko ke dalam SSA kemudian diatur serapan hingga nol. Selanjutnya, diukur absorbansi masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 228,8 nm dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Dibuat kurva kalibrasi dengan meplotkan nilai absorbansi yang dihasilkan sebagai sumbu Y dengan konsentrasi larutan baku kerja Cd(II) sebagai sumbu X dan kemudian dapatkan persamaan garis regresi dengan koefisien relasi $r \geq 0,995$.

3.6.3.3 Pengukuran Kadar Logam Cd(II) dalam sampel

Diambil larutan sampel yang telah dipreparasi dan diukur absorbansi sampel pada panjang gelombang 228,8 nm dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Dicatat hasil pengukuran absorbansi.

3.7 Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

3.7.1 Pengolahan Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah absorbansi dan konsentrasi dari masing-masing sampel yang dianalisis.

3.7.2 Penyajian Data

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

Tabel. 3.3 Tabel penyajian data analisis kualitatif logam Cd(II)

Jarak		NaOH 1M	NH ₄ OH 1M
50 m	Titik 1		
	Titik 2		
	Titik 3		
100 m	Titik 1		
	Titik 2		
	Titik 3		
150 m	Titik 1		
	Titik 2		

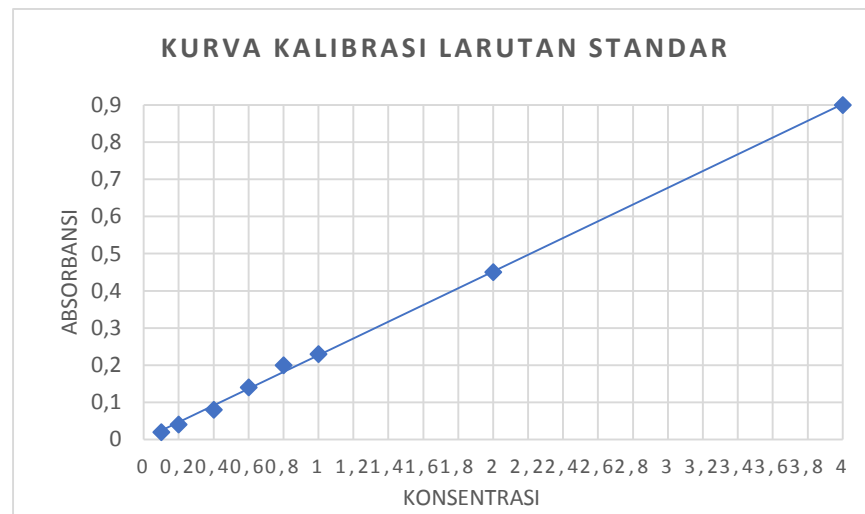
	Titik 3		
--	---------	--	--

Tabel. 3.4 Tabel penyajian data konsentrasi dan absorbansi larutan standar Cd(II)

No	Nama	Konsentrasi	Absorbansi
1	Standar 1	0,1 mg/L	
2	Standar 2	0,2 mg/L	
3	Standar 3	0,4 mg/L	
4	Standar 4	0,6 mg/L	
5	Standar 5	0,8 mg/L	
6	Standar 6	1 mg/L	
7	Standar 7	2 mg/L	
8	Standar 8	4 mg/L	

Tabel. 3.5 Tabel penyajian data analisis kuantitatif logam Cd(II)

No	Jarak		Absorbansi	Kadar Cd (mg/L)	Rata-rata
1	50 m	Titik 1			
		Titik 2			
		Titik 3			
2	100 m	Titik 1			
		Titik 2			
		Titik 3			
3	150 m	Titik 1			
		Titik 2			
		Titik 3			



Gambar 3.1 Contoh Penyajian kurva kalibrasi larutan standar kadmium

3.7.3 Analisis Data

Konsentrasi larutan sampel dihitung berdasarkan kurva kalibrasi larutan standar Cd. Kadar masing-masing sampel yang diperoleh dengan variasi jarak sumur dari TPA kemudian dibandingkan dengan ketentuan yang telah ditetapkan berdasarkan Permenkes RI No. 32 Tahun 2017 dan Permenkes RI No. 42 Tahun 2010. Kadar sampel dihitung menggunakan rumus:

$$Cd \text{ (mg/L)} = C \times fp$$

Dengan pengertian:

C adalah konsentrasi kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)

fp adalah faktor pengenceran yang digunakan

(SNI 06-6989.16-2009 Badan Standar Nasional, 2009)

Data yang diperoleh dari perhitungan dianalisis dengan metode banding nyata One Way Anova yaitu membandingkan kadar Cd(II) pada jarak 50 meter, 100 meter, dan 150 meter dari Lokasi Tempat Pembuangan Akhir Mrican.