

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1 Jenis Penelitian**

Jenis penelitian yang digunakan merupakan penelitian deskriptif yaitu mengumpulkan fakta-fakta yang ada sehingga memberikan gambaran yang jelas mengenai objek yang diteliti untuk mengetahui ada atau tidaknya kadar timbal (Pb) yang terkandung dalam kerang darah (*Anadara granosa*) di Pantai Kenjeran Surabaya menggunakan instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (Zellatifanny et al., 2018).

### **3.2 Waktu dan Tempat Penelitian**

Waktu penelitian dilakukan pada tanggal 26 Maret 2024 sampai 5 April 2024. Preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Analisis Obat dan Narkoba Poltekkes Kemenkes Malang dan pengujian pengukuran kadar logam berat menggunakan instrumen dilakukan di Laboratorium Instrument Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

### **3.3 Alat dan Bahan**

#### **3.3.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik ohaus pioneer, labu ukur 50 ml (pyrex), kertas label, kantong plastik, *coolbox* styrofoam box GG (Panjang 38 cm × Lebar 25 cm × Tinggi 16 cm), pipet ukur 10 ml (pyrex), gelas beaker 250 ml (Pyrex), corong (pyrex) diameter 75 mm, lemari asam, Aluminium foil (Best Fresh), pisau, chopper stainless, tabung polystyrene 50 ml (onemed), bola hisap, batang pengaduk, spatula, pipet tetes, *hotplate*, Spektrofotometer Serapan Atom (merek VARIAN tipe AA240).

#### **3.3.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah standar Pb nitrat padatan, asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) 65% pekat, hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 30% pekat, Larutan standar Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 1000 ppm (yang sudah beli jadi sebanyak 500 mL), Akuabides, kertas saring whattman 42, dan Sampel kerang darah (*Anadara granosa*) di Pantai Kenjeran Surabaya.

### 3.4 Variabel Penelitian

#### 3.4.1 Variabel Bebas (Independent variabel)

Variabel bebas penelitian ini adalah kerang darah (*Anadara granosa*) dengan variasi lokasi titik pengambilan sampel yaitu lokasi  $1 \pm 4$  km dari tempat berlabuh nelayan, lokasi  $2 \pm 6$  km dari tempat berlabuh nelayan, dan lokasi  $3 \pm 10$  km dari tempat berlabuh nelayan.



**Gambar 3. 1 Lokasi Titik Pengambilan Sampel**

#### 3.4.2 Variabel Terikat (Dependent variabel)

Variabel terikat penelitian ini adalah kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel kerang darah (*Anadara granosa*).

### 3.5 Definisi Operasional

No.	Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala Ukur
1.	Kadar logam timbal (Pb) dalam kerang darah ( <i>Anadara granosa</i> ) di Pantai Kenjeran Surabaya (Dependent)	Menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam kerang darah ( <i>Anadara granosa</i> )	Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	Pengukuran menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) didapatkan dalam bentuk konsentrasi (ppm)	Rasio
2.	Kerang darah ( <i>Anadara granosa</i> ) di Pantai Kenjeran Surabaya (Independent)	Mendapatkan beberapa variasi titik pengambilan sampel Kerang darah ( <i>Anadara granosa</i> )	Observasi	Di dapatkan sampel Kerang darah ( <i>Anadara granosa</i> ) dalam bentuk mg/kg	Nominal

### 3.6 Prosedur Penelitian

#### 3.6.1 Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan di Pantai Kenjeran (kota surabaya, provinsi jawa timur) dengan menggunakan metode purposive random sampling berdasarkan informasi nelayan setempat dengan mempertimbangkan kelimpahan kerang darah, kerang darah yang diambil dalam keadaan segar ditangkap saat air laut mengalami surut. Sampel kerang darah yang telah diambil dimasukkan ke dalam plastik yang telah diberi label dan disimpan *coolbox* styrofoam box (Panjang 38 cm × Lebar 25 cm × Tinggi 16 cm) bertujuan untuk mempertahankan

sampel pada kondisi aslinya. Pengambilan sampel dilakukan sebanyak 3 kali replikasi pada setiap lokasi.

### **3.6.2 Analisis kadar Pb pada kerang darah (*Anadara granosa*) di Pantai**

#### **Kenjeran Surabaya**

Analisis kadar Pb pada sampel kerang darah (*Anadara granosa*) menggunakan metode uji SNI 2354.5.2011 Cara uji kimia–bagian 5: Penentuan Kadar logam berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Produk Perikanan dengan destruksi basah.

### **3.6.3 Preparasi sampel**

Ditimbang sampel kerang darah sebanyak 2 gram ke dalam gelas beaker. Kemudian, ditambahkan 8 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 65%. Selanjutnya, dilakukan destruksi dengan *hot plate* pada suhu  $100^\circ\text{C}$  sampai larutan sampel berwarna coklat dan muncul gas NO dan  $\text{NO}_2$ . Setelah volume larutan sampel berkurang setengah dari volume awal, larutan sampel diambil dari *hot plate* dan didinginkan  $\pm 15$  menit. Setelah itu ditambahkan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 30% sebanyak 2 ml sambil dilakukan pemanasan kembali pada suhu  $85^\circ\text{C}$  sampai larutan menjadi jernih. Setelah itu larutan sampel dibiarkan sampai suhu ruang dan disaring menggunakan kertas saring whattman 42 dengan dipindahkan ke dalam labu ukur 10 ml lalu ditambahkan aquabides sampai tanda batas.

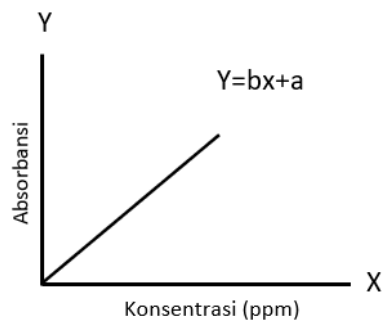
### **3.6.4 Pengukuran kadar timbal (Pb) dalam sampel**

Diukur absorbansi larutan sampel dengan Spektrofotometer Serapan Atom menggunakan panjang gelombang 283,3 nm (Badan Standar Nasional, 2011). Selanjutnya, dihitung kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel dengan satuan mg/kg.

## **3.7 Pengolahan, Penyajian data dan Analisis data**

### **3.7.1 Pengolahan Data**

Data yang diperoleh dari hasil pengukuran yaitu konsentrasi dan absorbansi larutan standar. Kemudian data tersebut diolah menggunakan metode kurva kalibrasi, kurva kalibrasi standar menyatakan adanya hubungan antara sumbu X (konsentrasi) dan sumbu Y (absorbansi). Dari kurva tersebut akan diperoleh persamaan regresi linier dengan menggunakan hukum Lambert-Beer yaitu:



**Gambar 3. 2 Kurva kalibrasi**

Keterangan :

b = Koefisien regresi (*Slope*)

a = Tetapan regresi (*Intersep*)

y = absorbansi sampel

x = konsentrasi sampel (dari instrumen)

Konsentrasi larutan sampel dapat diketahui dengan memasukkan absorbansi larutan sampel kedalam persamaan regresi linier. Untuk memperoleh kadar logam berat Pb dalam sampel , konsentrasi larutan sampel yang diperoleh dalam satuan (ppm) ddimasukan kedalam rumus (SNI 2354:5:2011):

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

Keterangan :

C : Konsentrasi sampel dalam ppm (mg/L)

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

Fp : Faktor pengenceran (jika ada)

W : Berat sampel (kg)

### 3.7.2 Penyajian Data

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

**Tabel 3. 1 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		

**Tabel 3. 2 Penyajian data kadar logam berat timbal (Pb) dalam kerang darah (*Anadara granosa*)**

Lokasi	Kadar logam Pb (mg/kg)				
	Replikasi 1	Replikasi 2	Replikasi 3	Rata-rata	Kesimpulan (MS/TMS)
I					
II					
III					
Kontrol Positif					

MS = Memenuhi Syarat TMS = Tidak Memenuhi Syarat

### 3.7.3 Analisis Data

Analisis data dilakukan berdasarkan data dari hasil pengujian timbal (Pb) secara kuantitatif dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Analisis data dilakukan dengan melihat hasil pemeriksaan melebihi apakah sesuai dengan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) Nomor 9 Tahun 2022.