

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi merupakan objek atau subjek penelitian yang diambil pada wilayah dan waktu dengan kualitas tertentu yang akan diamati. Populasi dalam penelitian ini berupa subjek yaitu sumur bor yang di Desa Lewokeleng.

Sampel merupakan bagian dari populasi yang dijadikan objek penelitian karena dianggap telah mewakili populasi. Pengambilan sampel pada penelitian ini dilakukan secara purposive sampling yang merupakan teknik atau metode pengambilan sampel berdasarkan pertimbangan tertentu. Sampel dalam penelitian ini merupakan air tumpungan dari sumur bor yang berwarna kuning dan keruh.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama dalam penelitian ini adalah tiga sampel air tumpungan yang diperoleh dari sumur bor dan digunakan oleh masyarakat dalam kehidupan sehari-hari.

2. Klasifikasi Variabel Utama

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah air sumur bor. Variabel bebas merupakan variabel yang mempengaruhi perubahan atau timbulnya variabel terikat. Sedangkan variabel terikat merupakan variabel yang dipengaruhi atau yang menjadi akibat dari adanya variabel bebas sehingga dalam penelitian ini yang menjadi variabel terikat adalah kadar logam berat dalam air sumur bor.

3. Definisi Operasional Variabel Utama

Definisi operasional merupakan rumusan mengenai kasus dan atau variabel yang akan dicari untuk dapat ditemukan dalam penelitian di dunia nyata atau di lapangan yang dapat dialami (Sigit, 2003:16)

Pertama, air sumur bor merupakan air yang diperoleh dari dalam tanah melalui proses pengeboran dengan kedalaman tertentu.

Kedua, timbal (Pb) merupakan logam berat yang dapat terkandung dalam air dengan konsentrasi lebih dari 0,01 mg/L dapat membahayakan tubuh.

Ketiga, spektrofotometri serapan atom adalah metode yang digunakan dalam menganalisa kandungan logam dengan menyerap

energi radiasi pada atom-atom yang memiliki panjang gelombang 283,3 nm.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), gelas piala / beker gelas 100 ml, pipet volumetrik 5 ml dan 1 ml, labu ukur 50 ml, corong gelas, kaca arloji, pemanas listrik, pipet tetes, botol kaca, saringan membrane *whatman* no.42.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Aquabidest, Asam nitrat (HNO_3) pekat, larutan standar logam timbal, Kalium Iodide (KI), Ammonia, sampel air sumur bor.

D. Teknik Sampling

Pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan teknik purposive sampling yang merupakan teknik atau metode pengambilan sampel berdasarkan pertimbangan tertentu yaitu dengan melihat warna air yang agak kuning dan keruh, memiliki bau dan rasa yang mengganggu. Sampel di ambil pada tiga lokasi sumur, dimana lokasi yang pertama berjarak antara 100-200 meter dari rumah warga, sampel air pada lokasi pertama memiliki kedalaman sumur sekitar 13 meter. Sampel pada lokasi sumur yang kedua berjarak sekitar 300 meter dari sumur yang pertama dan berada pada lahan pertanian, dengan kedalaman sumur sekitar 10 meter. Sedangkan sampel ketiga diambil dari lokasi yang berjarak sekitar 2 kilometer dari lokasi sumur pertama dan kedua serta berjarak 500 meter dari pabrik aspal, dengan kedalaman sumur sekitar 11 meter. Pengambilan sampel dilakukan berdasarkan kriteria inklusi dan ekslusi yaitu:

1. Kriteria Inklusi

Air sumur bor yang digunakan sebagai tempat pengambilan sumber air bersih oleh masyarakat desa Lewokeleng untuk kebutuhan sehari-hari

Warna kuning dan keruh, serta bau dan rasa yang mengganggu

Air yang ditampung terlebih dahulu dalam penampungan

Adanya aktivitas tertentu seperti pabrik, rumah tangga dan pertanian disekitar lokasi pertanian

2. Kriteria Eksklusi

Air yang tidak digunakan masyarakat desa Lewokeleng sebagai sumber air bersih

E. Jalannya Penelitian

1. Pengambilan Sampel

Sampel air diambil dari sumur bor yang digunakan oleh masyarakat Desa Lewokeleng yang berjumlah 3 sumur. Sampel diambil dari kran atau mulut pompa tempat keluarnya air, air sampel yang keluar dibuang terlebih dahulu selama kurang lebih 3 menit. sampel dari masing-masing sumur diambil sebanyak 600 ml, kemudian dimasukkan dalam boto-botol plastik yang sebelumnya sudah dibilas menggunakan air sampel.

2. Preparasi Sampel Air Sumur Bor

Masukan 50 mL sampel air yang sudah dikocok sampai homogen kedalam gelas piala 100 mL. Tambahkan 5 mL HNO₃ pekat, tutup menggunakan kaca arloji. Panaskan perlakan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL-20 mL. Proses ini dilakukan sampai semua logam larut dan contoh uji menjadi jernih. Bilas kaca arloji dan masukan air bilasan kedalam gelas piala. Setelah proses destruksi selesai selanjutnya pindahkan sampel air kedalam labu ukur 50 mL dan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.42, kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

3. Analisa Kualitatif

Analisa kualitatif dilakukan dengan cara mengambil 1 ml sampel hasil destruksi kemudian dimasukan ke dalam tabung reaksi yang selanjutnya ditambahkan sebanyak 1-3 tetes masing-masing reagen (KI dan Amonia) dengan hasil positif mengandung timbal (Pb) jika terbentuk endapan kuning bila ditambahkan larutan KI dan terbentuk endapan putih bila ditambahkan larutan Amonia.

4. Pembuatan Larutan Standar

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara memipet 1 mL larutan induk timbal (Pb) 1000 ppm, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL menggunakan pipet. Kemudian diencerkan menggunakan Aquabidestilat sampai 100 mL. Larutan konsentrasi 10 ppm diencerkan menjadi 0,025 ppm, 0,05 ppm, 0,1 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, kemudian diukur menggunakan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm (Martines et al., 2019).

5. Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Linieritas merupakan salah satu parameter validasi metode.

Linieritas ditentukan dengan kurva kalibrasi. Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara menghubungkan absorbansi dan sedikitnya lima konsentrasi larutan standar yang berbeda. Koefisien korelasi r digunakan sebagai parameter adanya ketergantungan linier dalam regresi linier. Nilai r mendekati 1 atau sama dengan 1 menunjukkan sensitivitas pengujian, khususnya instrumen yang digunakan. (Firnanda, 2022). Untuk menentukan persamaan garis regresi linear standar dapat dicari dengan rumus $Y = bx + a$.

Keterangan:

Y = Absorbansi Sampel

X = Konsentrasi Sampel

a = Intercept

b = Slope

6. Uji Presisi

Presisi menggambarkan kesalahan acak suatu hasil pengukuran. Kesalahan acak berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan, bervariasi terhadap ruang, dan bersifat sementara. Kesalahan acak sulit untuk dihindari, banyak berhubungan dengan instrumen ukur, prosedur kerja, dan lingkungan. Salah satu kategori presisi yaitu keterulangan (repeatability). Pengulangan mengacu pada keakuratan yang digunakan oleh analis yang sama dalam mengulangi metode tersebut pada interval waktu pendek dan dengan kondisi yang sama. Pengulangan dinilai dengan lengkap dan terpisah dari sampel identik atau sama yang terpisah yang memiliki tingkat kemiripan tertentu (Riyanto, 2014). Nilai presisi ditentukan oleh hasil nilai %RSD yang dapat diperoleh menggunakan rumus

$$\% \text{ RSD} = \frac{\bar{x}}{x} \times 100\%$$

Keterangan:

\bar{x} = Standar Deviasi

x = Nilai rata-rata

RSD = Relative Standard Deviation

7. Uji Akurasi

Akurasi adalah derajat yang menunjukkan tingkat kedekatan konsekuensi evaluasi dengan kandungan analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan karena persentase pemulihan analit yang dimasukkan. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (recovery) analit yang ditambahkan dan hasil analis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematik di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai ketepatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematik tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat, taat atas sesuai prosedur (Harmita, 2004). Nilai persen perolehan % Recovery ada pada rentan 90%-110% sebagai syarat keberterimaan.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{hasil analisa}}{\text{hasil sebenarnya}} \times 100\%$$

8. LOQ dan LOD

Batas deteksi (LOD) adalah parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat atau instrumen untuk mengukur suatu jumlah analit tertentu. Menurut Torowati & Galuh (2014), batas deteksi adalah konsentrasi atau jumlah analit terkecil atau terendah dalam sampel yang masih menunjukkan nilai serapan atau absorbansi pada alat tanpa harus memenuhi kriteria ketelitian dan presisi. Batas kuantifikasi (LOQ) adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur secara akurat dan presisi oleh instrumen tersebut.

Pengujian untuk mengecek nilai LOD dan LOQ dilakukan dengan menyiapkan bahan baku dengan konsentrasi yang sama dengan nilai batas deteksi alat yang diperoleh dari hasil perhitungan. Konsentrasi bahan baku diukur sebanyak tiga kali, dan diamati ada tidaknya sinyal yang diberikan pada setiap pengulangan. Batas deteksi instrumen dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$Sy = \sqrt{\frac{\sum(y - y')^2}{n - 1}}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 Sy}{Sl}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 Sy}{Sl}$$

Keterangan:

LOD : Limit deteksi

LOQ : Limit kuantitas

Sy : Simpang baku residual

Sl : Slope

9. Sensitivitas

Sensitivitas pada spektrofotometri serapan atom (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) mengacu pada kemampuan metode ini untuk mendeteksi jumlah yang sangat rendah dari analit (zat yang sedang diukur) dalam sampel. Semakin sensitif metode, semakin rendah konsentrasi analit yang dapat dideteksi.

Sensitivitas dapat dihitung dengan mengamati kemiringan kurva kalibrasi (gradien) atau dengan menghitung batas deteksi (Limit of Detection, LOD) dan batas kuantifikasi (Limit of Quantification, LOQ). LOD dan LOQ adalah konsentrasi terendah yang dapat dideteksi dan diukur dengan akurasi tertentu oleh metode AAS. Panjang gelombang yang digunakan untuk menentukan konsentrasi timbal yaitu 283,3 nm(Supriyanto & Purwanto, 2010)

F. Analisa Hasil

Pengujian kualitatif dilakukan dengan menggunakan reagen uji yang akan menghasilkan reaksi perubahan warna dan endapan. Uji kuantitatif menggunakan metode spektrofotometri untuk menentukan konsentrasi timbal dalam sampel. Verifikasi metode pada penelitian ini meliputi linieritas, presisi, akurasi, LoD dan LoQ serta sensitivitas. Hasil disajikan dalam bentuk kurva dan tabel yang selanjutnya di deskripsikan.

Penentuan persamaan regresi linear menggunakan hukum Lambert Beer yaitu: $Y = a + bx$

Keterangan :

Y : Absorbansi sampel

a : Intercept

b : Slope

X : Konsentrasi sampel

Penetapan kadar timbal (Pb) dalam sampel menggunakan rumus sebagai berikut : $Pb \text{ (mg/L)} = C \times fp$

Keterangan :

C = kadar yang diperoleh dari hasil pengukuran (mg/L).

fp = faktor pengenceran