

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pendekatan dan Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian deskriptif dengan pendekatan kuantitatif. Penelitian ini mendeskripsikan kadar timbal (Pb) pada air dan daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) di waduk Sutami, Kecamatan Sumber Pucung.

3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April 2023. Pengambilan sampel dilakukan di Waduk Sutami, Kecamatan Sumber Pucung. Pengujian kandungan timbal (Pb) dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Brawijaya dengan menggunakan AAS (Atomic Absorbtion Spectrofotometer/ Spektrofotometer Serapan Atom).

3.3 Populasi, Teknik Sampling dan Sampel

3.3.1 Populasi

Populasi dalam penelitian ini adalah ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) di waduk Sutami Kecamatan Sumber Pucung Kabupaten Malang.

3.3.2 Teknik Sampling

Teknik pengambilan sampel ikan dan teknik pengambilan plot untuk sampel air pada penelitian ini adalah Simple Purposive sampling. Teknik penentuan sampel dengan pertimbangan tertentu dalam (Sugiyono, 2016). Teknik purposive sampling sesuai untuk digunakan untuk penelitian kuantitatif, atau penelitian-penelitian yang tidak melakukan generalisasi (Mutiarati, 2019). Ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) diambil dari waduk Sutami Kecamatan Sumber Pucung dan disimpan pada suhu es sebelum dianalisis kadar timbal (Pb) nya.

3.3.3 Sampel

Sampel dalam penelitian ini yakni bagian daging daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) di waduk Sutami Kecamatan Sumber Pucung Kabupaten Malang dan sampel air di waduk Sutami Kecamatan Sumber Pucung Kabupaten.

3.4 Variabel Penelitian

Variabel dari penelitian ini adalah logam berat timbal (Pb) pada air dan ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*).

1.4.1 Jenis Variabel Penelitian

Jenis variabel dalam penelitian ini mengacu pada variabel tunggal, yakni logam berat timbal (Pb) pada air waduk dan ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*).

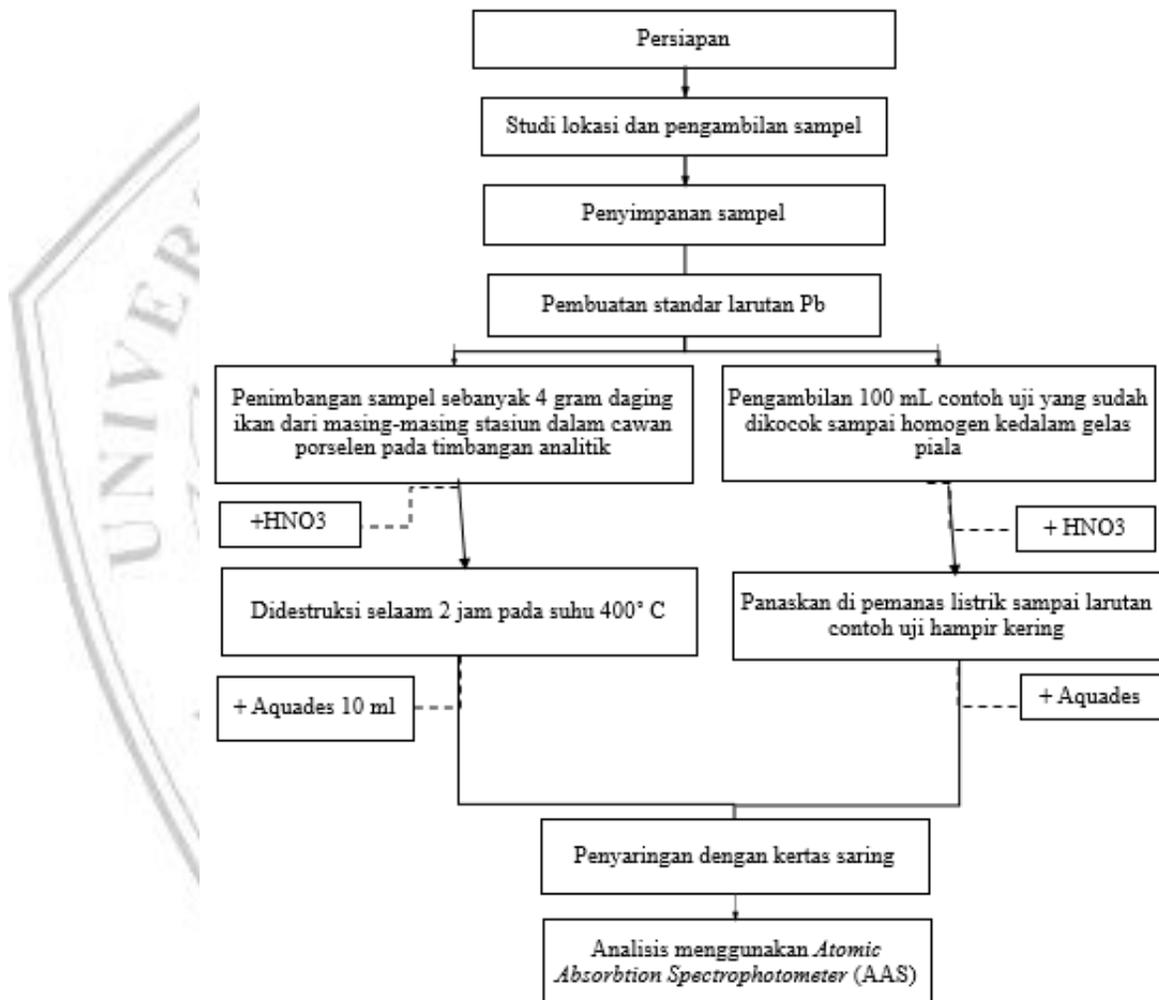
1.4.2 Definisi Operasional Variable

Setiap variabel dalam penelitian ini perlu didefinisikan untuk menghindari kesalahan. Adapun operasional variabel tersebut, yaitu:

1. Ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) merupakan ikan yang diambil dari waduk Sutami kecamatan Sumber Pucung. Ikan yang diperoleh dimasukkan ke dalam cool box kemudian dianalisis di Laboratorium Kimia Universitas Brawijaya Malang.
2. Kandungan timbal (Pb) penelitian ini adalah kadar Pb yang terkandung pada daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) yang diukur kadarnya menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).
3. Waduk Sutami kecamatan Sumber Pucung merupakan salah satu tempat budidaya ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*).

3.5 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian dilakukan sesuai Standar Nasional Indonesia yang berlaku. Menggunakan SNI 06-6989.8-2004 yang berjudul Air dan air limbah – Bagian 8: Cara uji timbal (Pb) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala, dan menggunakan SNI 2354.5:2011 yang berjudul Penentuan kadar logam berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada produk perikanan.



Gambar 3.1 Prosedur Penelitian

3.5.1 Persiapan Penelitian

Adapaun alat yang digunakan dalam penelitian adalah col boox, kertas label, plastik, oven memert, panci pengukus, spektrofotometer serapan atom, mortal martil, kertas saring whatman no.41, hot plate, timbangan analitik, plastik tutup, tanur dan cawan porselen. Lampu hollow katoda Pb, gelas piala 250 mL, labu ukur 100 mL, corong gelas, pemanas listrik, kertas saring whatman 40 (ukuran pori θ 0.42 μm), labu semprot. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*), air waduk, Aquades, NO_3 dan HNO_3 .

3.5.2 Rancangan Percobaan.

3.5.2.1 Pengukuran Kadar Timbal Pada Sampel Ikan

- a. Sampel daging ikan diambil 4 gram lalu diletakkan di cawan porselen dan timbang beratnya.
- b. Buat control positif Pb
- c. Sampel kemudian diabukan dengan tanur bersuhu 400°C selama 2 jam.
- d. Selanjutnya sampel didinginkan.
- e. Setelah dingin sampel ditambah larutan dan aquades sebanyak 10ml.
- f. Sampel dipanaskan di atas hot plate \pm 5ml. Kemudian didinginkan.
- g. Sampel disaring menggunakan kertas saring dan dimasukkan dalam labu takar 25 ml.
- h. Sampel siap dianalisis dengan menggunakan SSA.

1.5.2.2 Pengukuran Kadar Timbal Pada Sampel Air

- a. 100 mL sampel yang sudah dikocok sampai homogen dimasukkan kedalam gelas piala.
- b. Tambahkan 5 mL asam nitrat.
- c. Panaskan di pemanas listrik sampai larutan contoh uji hampir kering.

- d. Ditambahkan 50 mL air suling, masukan ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan ditepatkan 100 mL dengan air suling.

3.5.2.3 Pengukuran Dengan SSA

- a. Lampu katoda hampa (Hallow cathode) khusus untuk analisa logam berat timbal (Pb) dipasang dan dihidupkan.
- b. Spektrum pancaran lampu diinput dan dipilih panjang gelombang yang paling peka. Menurut Fatmawati et al. (2019) logam berat timbal (Pb) menggunakan panjang gelombang 283,3 nm
- c. Udara sekitar 16 dialirkan, lalu dialirkan gas asetilene 4 kemudian dinyalakan.
- d. Jarum spektrofotometer menjadi 0% T diatur dan ditutup sehingga tidak ada berkas sinar yang masuk.
- e. Jarum 100% T diatur, kemudian larutan blanko dinyalakan dan jarum 27diatur ke angka 100.
- f. Larutan sampel dialirkan lewat tabung kapiler dan serapan sinarnya dicatat.

3.5.2 Teknik Pengumpulan Data

Pengumpulan data yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan metode observasi tidak langsung. Observasi tidak langsung dilakukan dengan pengamatan di laboratorium, meliputi identifikasi kandungan dan kadar timbal pada air dan daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*). Pengujian kadar timbal (Pb) pada daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) setiap sampel di ulang sebanyak 2x. Data yang diperoleh akan dicatat dalam bentuk tabel (Lampiran) sesuai dari hasil instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Shimadzu AA6200 yang mengacu pada SNI 06.6989.45:2005 tentang cara uji plumbum.

3.6 Metode Analisis Data

Analisis kandungan timbal pada sampel penelitian menggunakan metode Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS), kadar logam Pb pada sampel diperoleh dengan menggunakan rumus perhitungan berikut:

- Konsentrasi logam timbal (Pb) pada daging ikan

$$\text{Konsentrasi Pb} = \frac{(D - E) \times Fp \times V}{W}$$

Keterangan :

D : Konsentrasi contoh mg/l dari hasil pembacaan AAS

E : Konsentrasi blanko contoh mg/l dari hasil pembacaan AAS

Fp : Faktor pengenceran

V : Volume akhir larutan contoh yang disiapkan (ml), harus diubah ke dalam satuan liter.

W : Berat contoh (g)

- Konsentrasi logam timbal (Pb) pada air

$$Pb \left(\frac{mg}{l} \right) = C \times fp$$

Keterangan:

C : Konsentrasi yang didapat hasil pengukuran (mg/L);

Fp : Faktor pengenceran.

Hasil yang didapatkan dari pengujian timbal (Pb) pada sampel daging ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) akan dibandingkan dengan batas maksimum cemaran timbal dalam pangan pada ikan dan hasil olahnya tercantum dalam Badan Standardisasi Nasional tahun 2009 sebesar 0,03mg/k