

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Gambaran Daerah Penelitian.

Secara geografis Kotamadya Dumai terletak pada 1°34'25" sampai 1°44'08" Lintang Utara dan 101°23'03" sampai 101°29'05" Bujur Timur (Lampiran 1). Umumnya memiliki topografi yang relatif datar dengan kemiringan 3% dan ketinggian 5 meter dari permukaan laut (Putra, 1999). Beberapa bagian dari wilayah ini merupakan perairan dan daratan.

Salah satu bagian perairannya adalah perairan pantai Dumai Barat. Perairan ini merupakan bagian dari perairan Selat Rupa yang relatif terlindung oleh pulau-pulau kecil seperti pulau Rupa, pulau Rampang, dan pulau Payung. Sedangkan di wilayah daratan Dumai terdapat dua buah sungai yang bermuara menuju perairan pantai Dumai Barat, yaitu sungai Mesjid dan sungai Dumai. III terdapat aktivitas industri yang cukup padat. Industri tersebut diantaranya pengumpulan dan pengapalan minyak PT Caltex Pacific Indonesia, Pertamina UP II Dumai, kilang minyak kelapa sawit PT Bukit Kapur Reksa, PT Sarana Sawitindo Utama, yang dapat menjadi sumber logam Pb. Industri lain yang juga terdapat di daerah ini adalah PT KI Dumai mengelola pupuk NPK yang dapat menjadi sumber logam Cd.

3.2. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah rajungan, sedimen, es batu, akuades (*deionized*), larutan standar Pb, larutan standar Cd, Alkohol 70%, Alkohol analitik, asam nitrat pekat (HNO_3), asam fluorida (HF), asam klorida (HCl), dan asam perklorat (HClO_4).

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *atomic absorption spectrometer* (AAS) tipe *unicam*, Eykman grab, desikator, oven, Freezer, hot plate, beker glass atau gelas ukur 100 ml, tabung reaksi, timbangan analitik, meteran, kotak es (es box), kantong plastik, pipit tetes, erlemeyer 100 ml dan 1000 ml, beker teflon, cawan petri, cawan arloji, pisau dari bahan plastik atau *stainless steel*, gunting, botol polietilen, dan kertas saring nucleopore yang berukuran $0,45 \mu\text{m}$. Alat-alat pengukur kualitas air terdiri dari: DO meter, pH meter, hand refraktometer, thermometer, tali, bola, Sechi disk, dan stopwath.

3.3. Metode

Penelitian ini menggunakan metode survei. Pengambilan sampel dilakukan secara *purposif sampling* pada tiga stasiun (Lampiran 2) di sepanjang perairan pantai Dumai Barat, Provinsi Riau berdasarkan aktivitas manusia yang terdapat di masing-masing stasiun tersebut.

Stasiun I berada 1,5 km dari pelabuhan Marine Station UNRI ke arah Timur, pada stasiun ini terdapat aktivitas nelayan, memiliki vegetasi mangrove yang luas, dan terdapat sungai Mesjid. Stasiun II berada pada jarak ± 4 km dari stasiun I, pada

kawasan ini terdapat aktivitas kapal-kapal nelayan dan galangan kapal. Stasiun III terletak paling timur ± 4 km dari kawasan stasiun II, terdapat aktivitas industri yang cukup padat. Industri tersebut diantaranya pengumpulan dan pengapalan minyak PT Caltex Pacific Indonesia, Pertamina UP II Dumai, kilang minyak kelapa sawit PT Bukit Kapur Reksa, PT Sarana Sawitindo Utama, yang dapat menjadi sumber logam Pb. Industri lain yang juga terdapat di daerah ini adalah PT KI Dumai mengelola pupuk NPK yang dapat menjadi sumber logam Cd. Stasiun II dan stasiun III memiliki substrat lumpur pasiran yang lebih didominasi oleh fraksi lumpur.

Sampel rajungan yang diambil mempunyai lebar karapaks rata-rata ± 10 cm, merupakan ukuran rajungan konsumsi. Rajungan diperoleh melalui nelayan tradisional, dimasukkan ke dalam kantong plastik dan ditempatkan ke dalam kotak es. Sedangkan pengambilan sampel sedimen dilakukan dengan menggunakan Eykman grab yang terbuat dari bahan *stainless steel*. Sampel yang diambil merupakan sedimen yang tidak bersentuhan langsung dengan dinding Eykman grab. Kemudian sampel tersebut dimasukkan ke dalam kantong plastik, dan disimpan ke dalam termos es. Kandungan logam Cd pada rajungan mewakili sampel yang berpindah-pindah. Sedangkan kandungan logam Cd pada sedimen mewakili sampel yang bersifat menetap. Selanjutnya sampel yang didapat dianalisis di Laboratorium untuk menentukan kandungan logam berat Cd dengan menggunakan AAS.

3.4. Prosedur Penelitian

Pengukuran kandungan logam berat pada sampel dilakukan dengan metode basah. Menurut Hutagalung (1997), untuk menentukan kandungan logam berat pada biota dilakukan beberapa tahap cara kerja yaitu: pembuatan larutan sampel, pembuatan larutan blanko, pembuatan larutan standar dan pemeriksaan sampel dengan AAS.

3.4.1. Pembuatan Larutan Sampel

Pembuatan larutan sampel dilakukan dengan dua tahap yaitu: destruksi sampel dan penyaringan sampel.

3.4.1.1. Destruksi Sampel Rajungan

Rajungan yang diperoleh dimasukkan ke dalam termos es, dibawa ke laboratorium dan diawetkan ke dalam freezer. Bagian organ tubuh yang akan didestruksi yaitu daging (merupakan organ dikonsumsi). Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 150°C selama 24 jam selanjutnya didinginkan ke dalam desikator. Sebanyak ± 2 g dari setiap daging rajungan dimasukkan ke dalam beker teflon yang mempunyai penutup. Total sampel yang dianalisis sebanyak 15 sampel (3 stasiun x 1 bagian daging x 5 ulangan).

Sampel dalam beker teflon ditambahkan dengan HClO_4 pekat sebanyak 1,5 ml dan HNO_3 pekat sebanyak 3,5 ml. Sampel dipanaskan ke dalam oven pada suhu 65°C selama 150 menit sampai larutan menjadi jernih. Selanjutnya larutan ditambahkan

akuades sebanyak 3 ml dan dipanaskan kembali sampai larutan hampir kering kemudian didinginkan pada suhu ruang. Larutan sampel ditambah HNO₃ pekat sebanyak 1 ml dan akuades sebanyak 9 ml kemudian dikocok pelan-pelan.

3.4.1.2. Destruksi Sampel Sedimen

Sedimen yang diperoleh di lapangan dimasukkan ke dalam termos es untuk dibawa ke laboratorium. Di laboratorium, sampel dimasukkan ke dalam beker teflon, dikeringkan dalam oven pada suhu 150°C selama 24 jam dan didinginkan dalam desikator. Sebanyak \pm 15 g sampel dimasukkan ke dalam tabung sentrifus dan ditambahkan akuades sebanyak 500 ml. Larutan sedimen disentrifus dengan kecepatan 2000 rpm selama 30 menit. Selanjutnya bagian fase air hasil sentrifus dipisahkan. Sedangkan bagian sampel hasil sentrifus yang tersisa dikeringkan. Sebanyak 1 g sampel dimasukkan ke dalam beker teflon yang memiliki penutup. Total sampel yang dianalisis sebanyak 15 sampel (3 stasiun x 5 ulangan).

Sampel dalam beker teflon ditambah dengan larutan akua regia (gabungan larutan HCl pekat dan HNO₃ pekat dengan perbandingan 3 : 1) sebanyak 5 ml. Kemudian ditambahkan larutan HF sebanyak 6 ml dan dipanaskan dalam oven pada suhu 130°C sampai larutan hampir kering. Setelah itu dikeringkan pada suhu ruang lalu ditambahkan akuades sebanyak 9 ml dan HNO₃ pekat sebanyak 1 ml, lalu dikocok pelan-pelan.

3.4.1.3. Penyaringan Sampel Rajungan dan Sedimen.

Penyaringan sampel hasil destruksi, masing-masing dilakukan dengan menggunakan kertas saring Whattman yang berpori-pori 0,45 μm . Hal ini bertujuan untuk menghindari penyumbatan pipa kapiler pada alat AAS, saat proses analisis logam berat berlangsung. Larutan yang telah disaring siap untuk dianalisis dengan AAS tipe *Unicam*.

3.4.2. Pembuatan Larutan Blanko

Pembuatan larutan blanko bertujuan untuk mendapatkan pengukuran yang benar-benar dari sampel yang dianalisis. Di duga bahan-bahan pereaksi yang digunakan pada proses destruksi, dan penyaringan kemungkinan terdapat logam berat yang terkontaminasi meskipun dalam jumlah yang sedikit.

Hasil pengukuran dengan AAS tipe *unicam* pada sampel akan dikurangi dengan hasil pengukuran larutan blanko. Proses pembuatan larutan blanko sama halnya dengan prosedur pembuatan larutan sampel, hanya saja daging rajungan yang digunakan pada pembuatan larutan sampel diganti dengan akuades.

3.4.3. Pembuatan Larutan Standar

Larutan standar dibuat dengan melarutkan 1,5985 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam 100 ml HNO_3 dan secara terpisah di larutkan 2,7440 g $\text{CdCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml HCl 0,1%. Masing-masing larutan ditepatkan volumenya di dalam labu ukur 1000 ml dengan menambahkan akuades, sehingga didapat larutan standar Pb dan Cd dengan

konsentrasi 1000 ppm. Larutan standar 100 ppm dibuat dengan mengencerkan sebanyak 10 ml larutan induk 1000 ppm dengan akuades, kemudian ditepatkan volumenya 100 ml. Dilakukan pengenceran 10 ml larutan standar 100 ppm dengan akuades, kemudian ditepatkan volumenya 100 ml sehingga didapat larutan standar 10 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar Pb dengan konsentrasi 10; 7,0; 5,0; 3,0; 1,0; 0,5 ppm dan larutan standar Cd dengan konsentrasi 1,5; 1,0; 0,5; 0,25; 0,1; 0,05 ppm. Pembuatan larutan standar ini bertujuan untuk menentukan pembentukan kurva standar, yaitu kurva yang menggambarkan hubungan konsentrasi larutan standar dengan nilai hasil absorbansi AAS.

3.4.4. Pemeriksaan Sampel Dengan AAS

Pengukuran kadar logam Pb dan Cd dengan AAS tipe *unicam* merupakan salah satu teknik analisis kuantitatif yang sensitif, karena mampu mendeteksi residu logam berat sampai dengan jumlah yang sangat kecil (ppm). Alat ini dilengkapi dengan katoda yang berbentuk cekung sebagai sumber energi. Lampu dilapisi logam unsur yang akan dianalisis, sehingga untuk mengukur logam berat Pb dan Cd digunakan lampu katoda yang dilapisi logam Pb dan Cd pula.

Hasil pengukuran yang diperoleh dari AAS berupa absorbansi larutan sampel dan larutan standar, hasilnya dimasukkan dalam rumus perhitungan untuk memperoleh kadar logam berat yang sesungguhnya dari sampel.

3.5. Uji Regresi Linear

Untuk mengamati hubungan larutan standar logam berat (Pb dan Cd) terhadap absorbansi larutan sampel rajungan dan sedimen hasil pengukuran AAS, digunakan uji regresi linear sederhana menurut Hadi (2000) dan Hutagalung (1997), yang menjelaskan dalam penentuan kadar logam berat dengan menggunakan *atomic absorption spectrometer* (AAS) didasarkan pada hukum Lambert-Beer dengan persamaannya: $Y = a + bX$

Dimana: Y = Absorbansi larutan sampel (ppm).

a = Bilangan konstan.

b = Koefisien arah regresi linear.

X = Kandungan logam berat larutan sampel (ppm).

Dengan memasukkan nilai absorbansi larutan sampel ke dalam persamaan garis dari larutan standar, maka kadar logam berat dalam sampel dapat diketahui.

3.6. Perhitungan Kandungan Logam Berat (Pb dan Cd)

Data hasil pengukuran kandungan logam berat (Pb dan Cd) pada daging rajungan dan sedimen ditabulasikan. Perhitungan konsentrasi logam berat (Pb dan Cd) dari sampel dilakukan menurut rumus yang dipakai oleh Razak (1988) dalam Amin (1997), yaitu sebagai berikut :

$$K = \frac{DxB}{A}$$

Dimana : K = Konsentrasi sebenarnya dari sampel (ppm)
D = Konsentrasi logam berat pada larutan sampel berdasarkan nilai absorbansi AAS (ppm)
B = Volume larutan sampel (ml)
A = Berat sampel yang didestruksi (g)

3.7. Uji Analisis Variansi (ANOVA)

Data kandungan logam berat Pb dan Cd pada daging rajungan dan sedimen yang diperoleh, dianalisis dengan menggunakan uji ANOVA yang terdapat pada program SPSS.

3.8. Uji Analisis Korelasi

Untuk melihat keeratan hubungan antara kandungan logam berat Pb dan Cd pada rajungan dengan sedimen masing-masing stasiun digunakan koefisien korelasi Pearson yang terdapat pada program SPSS. Menurut Wijaya (2000), koefisien korelasi dapat pula dihitung dengan menggunakan rumus :

$$r = \frac{n\sum XY - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[n(\sum X^2 - (\sum X)^2)][n\sum Y^2 - (\sum Y)^2]}}$$

Dimana; r = Koefisien korelasi.

n = Jumlah ulangan.

X = Kandungan logam berat pada sedimen (ppm).

Y = Kandungan logam berat pada rajungan (ppm).

Sedangkan variasi nilai r menurut Riduwan (2003), sebagai berikut:

1. 0,00 – 0,199 = hubungan sangat rendah.
2. 0,20 – 0,399 = hubungan rendah.
3. 0,40 – 0,599 = hubungan cukup.
4. 0,50 – 0,799 = hubungan kuat.
5. 0,80 – 1,00 = hubungan sangat kuat.

Untuk melihat berapa besar pengaruh antara variabel X terhadap variabel Y ditentukan dengan rumus koefisien determinan sebagai berikut:

$$KP = r^2 \times 100 \%$$

Dimana : KP = Besarnya nilai koefisien penentu.

r = Koefisien korelasi.

Untuk menguji hipotesis, secara statistik digunakan uji t dimana nilai t_{hitung} diperoleh melalui rumus:

dimana : r = Koefisien korelasi

n = jumlah ulangan tiap stasiun.

Sedangkan nilai t_{tabel} dilihat dari tabel distribusi student's t pada tingkat pada taraf 0,05. Untuk menentukan hipotesis diterima atau ditolak maka dapat dilihat berdasarkan uji t yaitu :

$$t_{hitung} = \frac{r\sqrt{n-1}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Jika $t_{hitung} < t_{tabel}$ H_0 diterima (korelasi tidak signifikan).

Jika $t_{hitung} > t_{tabel}$ H_1 diterima (korelasi signifikan).

3.9. Penentuan Keamanan Logam Berat Pb dan Cd Pada Rajungan

Data yang diperoleh ditabulasikan dan digambarkan ke dalam bentuk histogram. Selanjutnya data dibandingkan dengan peraturan pemerintah *dalam* Toharmat (1993), yang menetapkan batas maksimum konsentrasi Pb dalam bahan makanan segar hasil laut adalah 2,0 ppm dan Cd sebesar 0,2 ppm (No 881/Kpts/TP.270/8/96).