

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan sampel

1. Populasi

Menurut Sudjana (2000) Populasi adalah kumpulan yang lengkap dari seluruh elemen yang sejenis dan dapat dibedakan menjadi obyek penelitian. Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah sediaan air isi ulang dalam kemasan galon yang beredar di Kelurahan Mojosongo, Kecamatan Jebres, Surakarta.

2. Sampel

Menurut Suharsini Arikunto (2002) Sampel adalah sebagian atau wakil populasi yang diteliti. Sampel yang diambil dari depot air minum isi ulang Kelurahan Mojosongo bagian utara, barat, timur, selatan secara acak dengan kode sampel A,B,C,D,E.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama dalam penelitian dalam penelitian ini air isi ulang dalam kemasan galon sampel A,B,C,D,E yang beredar di Kelurahan Mojosongo, Surakarta.

2. Klarifikasi Variabel Utama.

Variabel bebas adalah variabel yang sengaja diubah untuk dipelajari pengaruhnya terhadap variabel tergantung, mana variabel bebas dalam penelitian ini adalah air minum isi ulang kemasan galon sampel A,B,C,D dan E yang tersebar di Kelurahan Mojosongo, Surakarta.

Variabel kendali merupakan variabel yang mempengaruhi variabel tergantung sehingga perlu dinetralisir atau ditetapkan kualitasnya agar hasil yang didapatkan tidak tersebar dan dapat diulangi oleh penelitian lain secara tepat yang digunakan. Variabel kendali dalam penelitian ini adalah volume sampel, pelarut, konsentrasi sampel, destruksi, larutan jernih, tembaga (Cu), spektrofotometer serapan atom, dan kondisi penelitian.

Variabel tergantung pada penelitian ini adalah kadar logam berat tembaga (Cu) pada sampel air isi ulang dalam kemasan galon di Kelurahan Mojosongo, Surakarta.

3. Definisi Operasional Variabel Utama

Pada penelitian ini, definisi operasional variabel utama adalah batasan atau penjelasan dari variabel yang dipilih oleh peneliti untuk membantu peneliti lain yang ingin melakukan penelitian dengan menggunakan variable yang sama. Definisi operasional Variabel yang pertama, air adalah kebutuhan yang dikonsumsi manusia dijual di Kelurahan Mojosongo, Surakarta.

Definisi operasional Variabel yang kedua, destruksi basah yaitu suatu cara untuk menguraikan sampel menggunakan pelarut asam nitrat (HNO_3).

Definisi Operasional Variabel yang ketiga, larutan jernih larutan yang tidak mengandung zat tambahan atau zat lainnya.

Definisi Operasional Variabel yang keempat, batas ambang cemaran logam Tembaga (Cu) menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.492/MENKES/PER/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air minum batasan maksimum Tembaga (Cu) yaitu 2 mg/L.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Pada Penelitian ini menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), Mikro pipet, pipet tetes, botol sampel, lemari asam, neraca analitik, batang pengaduk, vial, kertas saring whatman no.42, corong kaca, labu ukur 100 ml, 50 ml, lap dan tissue.

2. Bahan

. Pada penelitian ini menggunakan bahan yaitu : sampel A,B,C,D,E air isi ulang kemasan galon yang beredar di Kelurahan Mojosongo, Kecamatan Jebres, Surakarta. Larutan asam HNO_3 , aquabidestilata, larutan baku Tembaga (Cu) 100 mg/L

D. Jalan Penelitian

1. Preparasi Sampel

Pada penelitian ini preparasi sampel dengan cara destruksi basah yang dilakukan mengambil sampel air isi ulang galon 50 ml masukkan ke dalam

beaker glass 100 ml, ditambahkan larutan asam HNO_3 5 ml, dipanaskan hingga mendidih (proses dilakukan hingga asap hilang) . Destruksi dihentikan jika larutan bewarna jernih larutan diamkan sampai dingin, Di masukkan dalam labu ukur 10 ml, ditambahkan aquabidestilata sampai tanda batas, disaring dengan kertas saring whatman no.42, dimasukkan dalam vial.

2. Pembuatan Larutan Stok Baku Tembaga (Cu)

Pembuatan sebanyak 10 ml larutan standart tembaga (Cu) 1000 mg/L dimasukkan dalam labu ukur 100 ml ditambahkan aquabidestilata sampai tanda batas, sehingga didapatkan larutan baku Tembaga (Cu) 100 mg/L (SNI 3554 - 2015).

3. Pembuatan Kurva Baku Tembaga (Cu)

Pembuatan larutan standar Cu 0,025 ; 0,05 ; 0,25 ; 0,5 ; 1,0 ; 3,0 ; 4,0 mg/L. Larutan standard yang sudah dibuat berbagai macam konsentrasi tersebut dibaca serapannya dengan Spektrofotometri Serapan Atom dengan panjang gelombang 324,8 nm (SNI 3554 - 2015).

4. Validasi Metode

4.1.Presisi di buat dengan konsentrasi 0,5 mg/L dari larutan induk Cu 100 mg/L, dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 324,8 nm sebanyak 6 kali pengulangan (SNI 3554 - 2015).

4.2.Akurasi di buat dengan konsentrasi 0,25 ; 0,5 ; 1,0 mg/L, dibaca absorbansinya dengan panjang gelombang 324,8 nm sebanyak 3 kali pengulangan (SNI 3554 - 2015).

4.3.Linearitas uji linearitas pada baku larutan Cu, dengan konsentrasi 0,025 ; 0,05 ; 0,25 ; 0,5 ; 1,0 ; 3,0 ; 4,0 mg/L. Dibaca absorbansinya dengan panjang gelombang 324,8 nm. Sehingga dimasukkan dalam persamaan $y=a+bx$ (SNI 3554 - 2015).

4.4.LOD dapat dilakukan dengan pengujian akurasi dan presisi, kemudian dihitung dalam persamaan (Mulja, 1995) :

$$LOD = \frac{3,3 \times SD}{Slope}$$

4.5.LOQ dapat dilakukan dengan pengujian akurasi dan presisi, kemudian dihitung dalam persamaan (Mulja, 1995) :

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{Slope}$$

5. Penetapan Kadar Sampel

Penetapan kadar sampel dapat dilakukan dengan pengukuran absorbansi sampel dengan panjang gelombang 324,8 nm. Kadar Tembaga (Cu) dapat dihitung dengan persamaan $y=a+bx$ dibagi berat sampel dikali faktor pengenceran.

D. Analisis Data

Data yang diperoleh dari pengukuran sampel air isi ulang kemasan galon dibuat kurva kalibrasi. Konsentasi pada air isi ulang kemasan galon dihitung berdasarkan persamaan regresi linear menggunakan Hukum Lambert beer dengan rumus $y=a+bx$. Di mana x adalah absorbansi sampel, y adalah konsentrasi sampel, b adalah slope (kemiringan) , a adalah intercept.

1. Validasi Metode

1.1.Presisi penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 4 kali pengulangan, lalu dari nilai absorbansi tersebut kemudian ditentukan nilai konsentrasi (menggunakan kurva kalibrasi), nilai simpangan baku (SD) serta nilai relatif standar deviasi (SD) dapat ditentukan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan simpangan baku relatif (RSD) < 15% (AOAC, 1998). Metode ini dengan menggunakan persamaan berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi (Simpangan Baku)

X : Konsentrasi hasil analisis

N : Jumlah Pengulangan analisis

\bar{X} : Konsentrasi rata-rata hasil analisis

1.2.Akurasi persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut (AOAC, 1998) :

$$\text{Persen perolehan kembali} = \frac{Cf - Ca}{Ca^*} \times 100\%$$

Keterangan

Cf : Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

Ca : Konsentrasi sampel sebenarnya

Ca* : Konsentrasi analit yang ditambahkan

1.3.Linearitas data yang diperoleh kemudian diproses menggunakan regresi linier sehingga didapat nilai slope, intersep, dan koefisien korelasi (Harmita, 2004).

1.4.Limit Deteksi dan Limit Kuantifikasi menurut Mulja (1995) Batas deteksi atau limit deteksi (LOD) adalah parameter untuk penentuan sampel dengan kadar yang terkecil dan tetapi masih memberikan tanggapan detector yang berbeda dengan pembanding :

$$1. \text{ LOD} = \frac{3,3 \times SD}{\text{Slope}}$$

Sedangkan limit kuantifikasi (LOQ) adalah kadar terkecil dari suatu sampel yang dapat dianalisis dengan penentuan kuantitatif yang menunjukkan akurasi dan presisi yang memadai :

$$2. \text{ LOQ} = \frac{10 \times SD}{\text{Slope}}$$