

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

A Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat kuantitatif dan menggunakan metode eksperimen dengan desain D-Optimal yang diimplementasikan melalui perangkat lunak *Design Expert*. Pendekatan ini bertujuan untuk mengevaluasi dampak dari variasi konsentrasi arang aktif tempurung kelapa, waktu kontak, dan pH terhadap penurunan kadar timbal (Pb) dalam Jamu Asam Urat.

B Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah Jamu Asam Urat yang beredar di Kecamatan Sampung, Kabupaten Ponorogo. Penelitian ini akan berfokus pada analisis kadar timbal (Pb) dalam Jamu Asam Urat tersebut, serta pengujian efektivitas arang aktif tempurung kelapa sebagai adsorben untuk menurunkan kadar timbal.

C Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah seluruh Jamu Asam Urat yang beredar di Kecamatan Sampung, Kabupaten Ponorogo yang dijual di toko-toko ataupun market yang menjual Jamu Asam Urat dengan Produsen yang sama.

Sampel yang akan diambil dalam penelitian ini adalah sejumlah Jamu Asam Urat yang diambil secara acak dari populasi.

D Variabel Penelitian

1. Variabel independen dalam penelitian ini yaitu waktu kontak, pH dan kadar adsorben.
2. Variabel dependen dalam penelitian ini yaitu kadar logam timbal (Pb) dalam jamu asam urat setelah proses adsorpsi
3. Variabel Kontrol dalam penelitian ini yaitu suhu ruangan, metode analisis, penimbangan jamu asam urat dan sumber arang aktif

E Definisi Operasional Utama

1. Logam Berat Timbal (Pb)

Logam berat timbal (Pb) adalah zat pencemar yang terkandung dalam jamu asam urat dan akan diukur konsentrasinya sebelum dan

setelah perlakuan dengan arang aktif tempurung kelapa. Satuan pengukuran adalah miligram per liter (mg/L).

2. Jamu Asam Urat

Jamu asam urat adalah produk herbal tradisional yang digunakan untuk mengobati atau mencegah penyakit asam urat. Jamu asam urat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah jamu yang mengandung logam berat timbal (Pb).

3. Arang Aktif Tempurung Kelapa

Arang aktif tempurung kelapa adalah bahan adsorben yang akan digunakan untuk mengoptimalkan pengurangan kadar logam berat timbal (Pb) dalam jamu asam urat. Karakteristik arang aktif tempurung kelapa yang akan diukur meliputi uji kadar air dan uji kadar abu.

4. Optimasi Penurunan

Optimasi penurunan adalah proses untuk mendapatkan kondisi terbaik dalam menurunkan kadar logam berat timbal (Pb) dalam jamu asam urat menggunakan arang aktif tempurung kelapa. Kondisi terbaik ini akan ditentukan berdasarkan analisis data yang diperoleh dari penelitian dengan melihat pengaruh waktu kontak, kadar adsorben dan pH.

F Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Oven, neraca analitik, cawan porselen, mortal, furnace, ayakan ukuran 30-40 mesh, krusibel porselen, desikator, kaca arloi, botol semprot, pipet tetes, pipet volume, erlenmeyer, gelas kimia, blender, kertas saring, loyang dan AAS.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah jamu asam urat, alkohol, aquadest, tempurung kelapa, HNO₃, NaOH, HCl, Larutan Standart Pb.

G Jalannya Penelitian

1. Sampel Pengujian

Jamu asam urat diambil dari toko yang beredar di Kecamatan Sampung Kabupaten Ponorogo

2. Pembuatan Karbon Aktif

Tempurung kelapa yang telah dipakai oleh pedagang di kumpulkan sebanyak 1 kg. Kemudian di bersihkan dan dikeringkan setelah itu tempurung kelapa di hancurkan kecil-kecil dan diarangkan di furnace. Kemudian tempurung kelapa yang sudah menjadi arang di diayak menggunakan ayakan 30-4- mesh. Selanjutnya karbon yang telah terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C kemudian disimpan dalam desikator sebelum diaktifkan. Selanjutnya karbon diaktifkan secara kimia yaitu 100 g karbon direndam kedalam 500 ml larutan NaOH 30% selama 24 jam kemudian ditiriskan. Setelah itu disaring dan dibilas dengan aquadest berulang-ulang hingga sesuai dengan pH yang dibutuhkan. Kemudian karbon yang telah teraktivasi dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam lalu dimasukkan ke dalam desikator untuk proses pendinginan.

3. Uji Karakteristik Adsorben

3.1 Uji Kadar Air. Sebanyak 0,5gram adsorben ditimbang kemudian dimasukkan dalam oven 105 °C selama 1 jam. Kemudian, dimasukkan dalam desikator sampai diperoleh berat konstan

3.2 Kadar Abu. Sebanyak 0,5gram adsorben ditimbang dan dimasukkan ke furnace pada kadar adsorben 500 ° C selama 3 jam kemudian dimasukkan dalam desikator dan ditimbang hingga diperoleh bobot konstan.

4. Uji Penurunna Logam Berat Timbal (Pb)

4.1 Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm. Sebanyak 250 mg $Pb(NO_3)_2$ ditimbang dan dilarutkan dengan sedikit akuades. Setelah larut dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Pb^{2+} . Larutan Pb^{2+} dibuat dengan mengalurkan seri kadar. larutan Pb^{2+} Larutan induk Pb^{2+} 1000 ppm diambil masing-masing dengan kurva baku 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm, 9 ppm, 10 ppm dan ditentukan absorbansinya dengan AAS pada Panjang gelombang 283,3 nm.

4.3 Adsorbsi Tempurung Kelapa Terhadap Ion Pb^{2+} . Proses dimulai dengan penimbangan 2 gram sampel jamu yang akan dianalisis. Sampel ini dimasukkan ke dalam Erlenmeyer berkapasitas 100 mL, di mana proses ekstraksi logam berat akan dilakukan. Selanjutnya, 20 mL asam nitrat pekat (HNO_3) Setelah penambahan asam, sampel ditempatkan di atas pemanas listrik (Gerhardt) dan dipanaskan hingga

mendidih selama sekitar 10 menit. Setelah mendidih, pemanas dimatikan dan sebanyak 5 tetes hidrogen peroksida (H_2O_2) 30% ditambahkan ke dalam larutan. Penambahan H_2O_2 . Proses pemanasan dilanjutkan, dan H_2O_2 ditambahkan sedikit demi sedikit hingga mencapai total 4 mL. Setelah larutan jernih, Sampel diturunkan dari pemanas dan didinginkan. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42 Filtrat yang dihasilkan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan aquadest hingga mencapai tanda batas. Larutan siap dicek kadar pada instrument AAS.

Tabel 3. Optimasi

RUN	Waktu Kontak (Menit)	pH	Kadar Adsorben (gram)
1.	60	3.5	8
2.	60	3.5	8
3.	30	4	8
4.	90	4	8
5.	60	3.5	8
6.	30	3.5	10
7.	60	3	6
8.	30	3	8
9.	90	3	8
10.	60	3.5	8
11.	60	3	10
12.	60	3.5	8
13.	90	3.5	10
14.	60	4	10
15.	90	3.5	6
16.	30	3.5	6
17.	60	4	6

H Metode Analisis

1. Linieritas

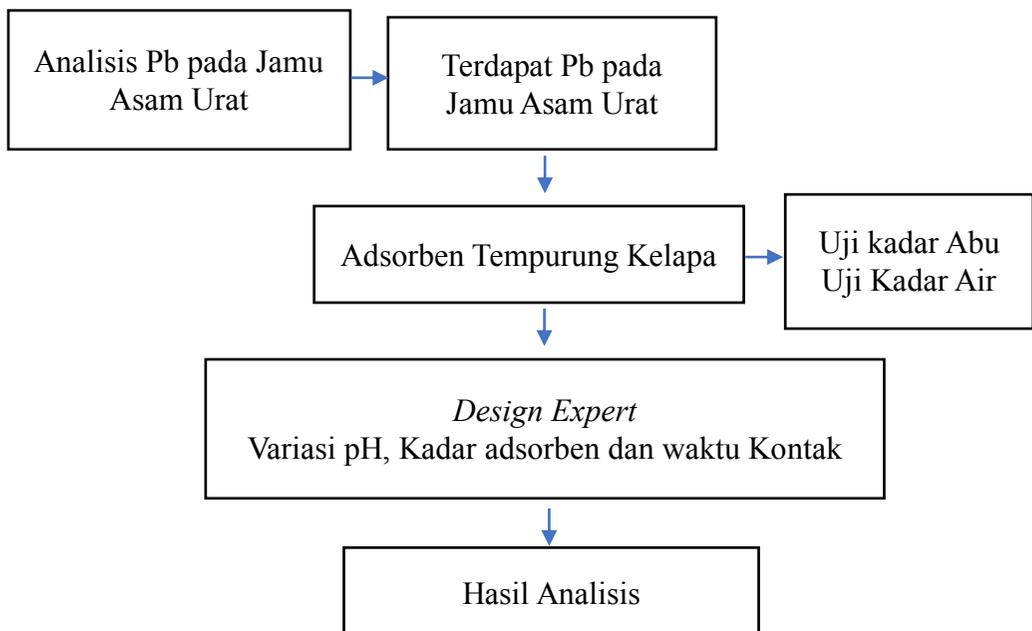
- a. disiapkan larutan kurva baku 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm, 9 ppm dan 10 ppm
- b. diukur absorbansi dari setiap larutan standar menggunakan alat AAS
- c. Plot absorbansi terhadap konsentrasi standar untuk membuat kurva kalibrasi
- d. dihitung koefisien regresi (R^2) untuk menilai linieritas. Nilai R^2 mendekati 1 menunjukkan hubungan linier yang baik.

2. Presisi

- a. dilakukan pengukuran pada larutan standar dengan konsentrasi tetap (misalnya, 7 ppm) sebanyak 5 kali.

- b. dihitung rata-rata, deviasi standar, dan koefisien variasi (CV) dari hasil pengukuran.
 - c. Presisi baik ditunjukkan dengan deviasi standar yang kecil dan CV di bawah 5%
- 3. Akurasi**
- a. Tambahkan jumlah tertentu timbal ke dalam sampel yang diketahui kadar timbalnya untuk membuat larutan spike
 - b. Diukur kadar timbal pada larutan yang telah diperkaya tersebut.
 - c. Bandingkan hasil pengukuran dengan nilai yang diharapkan
 - d. Dihitung persentase pemulihan
 - e. Akurasi baik ditunjukkan dengan persentase pemulihan antara 95-102%.
- 4. LOD dan LOQ**
- a. diukur absorbansi larutan blanko (tanpa timbal) untuk menentukan sinyal dasar.
 - b. LOQ menunjukkan konsentrasi terendah yang dapat diukur dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima.

I Skema Alur Penelitian



Gambar 6. Skema Alur Penelitian

J Analisis Hasil

Dalam penelitian ini, analisis varians (ANOVA) digunakan untuk mengevaluasi pengaruh pH, waktu kontak, dan kadar adsorben terhadap efisiensi penurunan kadar timbal (Pb) dalam Jamu Asam Urat, dengan fokus pada respon "Adsorpsi". Model linier yang diterapkan bertujuan untuk memahami bagaimana ketiga variabel independen tersebut berkontribusi terhadap proses adsorpsi.

Hasil analisis ANOVA menunjukkan adanya variasi yang signifikan dalam data. Dengan membandingkan nilai F-Value dan P-Value, dapat dilihat bahwa jika nilai F-Value lebih besar dari nilai kritis F pada tingkat signifikansi 0.05, maka terdapat pengaruh signifikan dari setidaknya satu variabel independen terhadap adsorpsi. P-Value yang lebih kecil dari 0.05 juga mengindikasikan bahwa variabel tersebut berkontribusi secara signifikan terhadap model.

Koefisien regresi untuk masing-masing variabel memberikan wawasan mengenai arah dan kekuatan pengaruhnya terhadap efisiensi adsorpsi. Misalnya, jika koefisien untuk waktu kontak menunjukkan nilai positif yang signifikan, hal ini berarti bahwa peningkatan waktu kontak akan berkontribusi pada peningkatan efisiensi adsorpsi.