

BAB III METEDOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu Dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli-September 2023. Pengambilan sampel dilakukan pada Tempat Pembuangan Akhir (TPA) sampah Jatiwaringin Kecamatan Mauk Kabupaten Tangerang. Pengujian sampel dilakukan di Dinas Lingkungan Hidup dan Kebersihan (DLHK) dan BBTCL PP Kelas 1 Palembang.

3.2 Alat Dan Bahan

3.2.1. Alat

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala, lampu katoda berongga (Hollow Cathode Lamp/HCL) sesuai dengan logam berat yang akan diuji burner sesuai dengan gas oksidan yang digunakan dan spektrometer emisi atom *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES), digestion vessels 250 ml, kaca arloji, oven pengering, termomrter (minimal 125⁰C), alat sentrifugasi dan tabung sentrifugasi, timbangan analitik dengan keterbacaan 0,01 g dan ketrebacaan 0,1 mg, lempeng pemanas atau pemanas listrik, gelas ukur berbagai ukuran, pipet volumetrik berbagai ukuran, gelas piala dan labu ukur 100 ml dan 1000 ml, pH meter, botol wlinker,kuvet, COD reaktor, magnetic stirrer, lemari inkubasi, DO meter,

3.2.1. Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel air lindi, sedimen, air bebas mineral atau aquades, asam nitrat (HNO_3) pekat, asam perklorat pekat HClO_4 , digestin solution, asam sulfat, asam sulfamate, larutan baku hydrogen ftalat, larutan buffer fosfat, larutan magnesium sulfat, larutan kalsium klorida, larutan feri klorida, larutan suspense bibit mikroba, larutan pengencer, larutan glukosa-asam glutamate, larutan asam dan basa 1N, inhibitor nitrifikasi allylthiourea (ATU), asam asetat, larutan kalium iodide 10%, larutan indikator amilum (kanji), media lauryl tryptos broth (LTB), media brilliant Green Lactose Bile Broth (BGLB), EC Broth, EC Broth with mug, larutan pengencer (Nacl), alcohol 70%, tisu, logam induk kadmium (Cd) dan logam induk tembaga (Cu).

3.3 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian kuantitatif menggunakan pendekatan deskriptif analitik yaitu suatu metode penelitian yang berfungsi untuk mendeskripsikan atau memberikan gambaran suatu objek yang diteliti melalui data atau sampel yang telah dikumpulkan sebagaimana adanya. Penelitian yang dilakukan dengan pengambilan sampel air lindi dan sedimannya dan pengujian laboratorium untuk menentukan kadar kandungan logam berat Timbal (Pb) dan kromium (Cr) pada air lindi dan sedimannya di lingkungan sekitar tempat pembuangan akhir (TPA) Jatiwaringin Kabupaten Tangerang dengan menggunakan SSA (Spektrofotometer Serapan Atom). Menurut (Nasution, 2017) Skenario, gejala, atau masalah dijelaskan dengan deskriptif analitik, yang juga

memberikan informasi tentang data, keadaan, atau kejadian.

3.4 Sampel Penelitian

Adapun sampel air lindi dan sedimen akan diambil di beberapa titik wilayah lingkungan sekitar tempat pembuangan akhir (TPA) jatiwaringin dengan metode *proposive sampling* yaitu sampling dipilih dengan pertimbangan tertentu , kemudian sampel telah diambil dimasukkan kedalam botol yang tidak tembus cahaya.(Made et al., 2015)

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Lokasi Titik Sampel

Sample Survey Method digunakan untuk menentukan lokasi sampel air lindi dan sedimen, yang membagi wilayah penelitian menjadi segmen-segmen atau titik-titik yang diinginkan untuk mencerminkan populasi penelitian. Titik pengambilan sampel air lindi dan sedimannya ditentukan oleh kemudahan akses, biaya, dan waktu dalam penelitian (SNI 6989.57:2008).

Penentuan lokasi sampel di TPA Jatiwaringin dibagi menjadi 3 yakni bagian hulu, bagian tengah, dan bagian hilir yang mana pada setiap titiknya terdapat 3 pengulangan.. Secara geografis terletak pada koordinat 6°06'06 LS Dan 106°32'45 BT pada bagian hulu. Koordinat pengambilan sampel dibagian tengah adalah 6°06'07 LS dan 106°32'44 BT. Koordinat pengambilan sampel dibagian hilir adalah 6°06'10 LS dan 106°32'34 BT

Pada titik sampel pertama yaitu bagian hulu ditandai dengan kode sampel ULU1,ULU2,ULU3 dengan jarak per sampelnya berkisar 1 meter. Kemudian pada titik sampel kedua yaitu pada bagian tengah berjarak 50 meter dari titik sampel pertama yaitu bagian hulu. Pada titik sampel kedua yaitu bagian tengah ditandai dengan kode sampel TGH1,TGH2,TGH3 yang mana jarak per sampelnya berkisar 1 meter. Selanjutnya pada titik sampel ketiga yaitu bagian hilir berjarak 50 meter dari titik kedua yaitu bagian tengah. Pada titik sampel ketiga yaitu bagian hilir ditandai dengan kode sampel ILIR1,ILIR2,ILIR3. Titik koordinat lokasi pengambilan sampel di TPA Jatiwaringin dapat dilihat pada tabel 3.5.1.

Tabel 3.5.1. Titik lokasi pengambilan sampel

Kode Sampel	Lokasi	Titik Koordinat	Keterangan
ULU1	Bagian Hulu 1	6°06'04"S 106°32'45"E	Lokasi sampel ULU 1;2;3 pada area pengambilan sampel berjarak antara 1-2 meter
ULU2	Bagian Hulu 2	6°06'04"S 106°32'45"E	
ULU3	Bagian Hulu 3	6°06'05"S 106°32'45"E	
TGH1	Bagian Tengah 1	6°06'06"S 106°32'45"E	Lokasi sampel TGH 1;2;3 pada area pengambilan sampel berjarak antara 1-2 meter
TGH2	Bagian Tengah 2	6°06'06"S 106°32'45"E	
TGH3	Bagian Tengah 3	6°06'07"S 106°32'45"E	
ILIR1	Bagian Hilir 1	6°06'09"S 106°32'42"E	Lokasi sampel ILIR 1;2;3 pada area pengambilan sampel berjarak antara 1-2 meter
ILIR2	Bagian Hilir 2	6°06'09"S 106°32'41"E	
ILIR3	Bagian Hilir 3	6°06'08"S 106°32'41"E	



Gambar 3.5.1 Peta Ruang Lingkup Wilayah Penelitian

3.5.2 Pemeriksaan Sampel Sedimen Air Lindi

3.5.2.1. Prosedur pengambilan sampel (Dodiy, 2021)

Dengan dibersihkan dan diratakan terlebih dahulu permukaan tanahnya dari rumput atau serasah. Kemudian tanahnya digali lalu, masukkan ke dalam plastik ziplock kemudian di tutup, apabila sudah langsung diberi label pada tanahnya, dengan sebanyak 10 titik dengan mengambil sampel ± 1 m dari tempat pembuangan akhir (TPA) Jatiwaringin.

3.5.2.2. Prosedur kerja Analisa sampel berdasarkan SNI 06-6992.5-2004

1. Timbang sampel ± 3 gram dan masukkan ke dalam erlenyemer 250ml.
2. Gunakan batang pengaduk untuk menambahkan 25 ml air suling dan aduk.
3. Tambahkan 5-10ml larutan HNO_3 pekat, aduk hingga tercampur rata dan masukkan batu didih secukupnya.
4. Panaskan diatas pemanas listrik pada suhu 105°C - 120°C sampai volume sampel tinggal ± 10 ml.
5. Keluarkan sampel, biarkan dingin, lalu tambahkan 1-3 ml asam perklorat HClO_4 pekat dan 5 ml asam nitrat pekat HNO_3 melalui gelas Erlenmeyer setetes demi setetes.
6. Lalu panaskan kembali sampai keluar asap putih dan larutan sampel mulai jernih.
7. Dinginkan sampel kemudian saring dan masukkan kedalam labu ukur 100ml kemudian tambahkan air suling sampai tanda tera.
8. Masukkan sampel ke dalam spektrofotometer serapan atom (AAS) dengan panjang gelombang 324,7 nm dan lakukan pengukuran.

3.5.2.3. Prosedur kerja Analisa sampel berdasarkan SNI 06-6992.4-2004

1. Timbang sampel ± 3 gram dan masukkan ke dalam erlenyemer 250ml.

2. Gunakan batang pengaduk untuk menambahkan 25 ml air suling dan aduk.
3. Tambahkan 5-10ml larutan HNO_3 pekat, aduk hingga tercampur rata dan masukkan batu didih secukupnya.
4. Panaskan diatas pemanas listrik pada suhu 105°C - 120°C sampai volume sampel tinggal $\pm 10\text{ml}$.
5. Keluarkan sampel, biarkan dingin, lalu tambahkan 1-3 ml asam perklorat HClO_4 pekat dan 5 ml asam nitrat pekat HNO_3 melalui gelas Erlenmeyer setetes demi setetes.
6. Lalu panaskan kembali sampai keluar asap putih dan larutan sampel mulai jernih.
7. Dinginkan sampel kemudian saring dan masukkan kedalam labu ukur 100ml kemudian tambahkan air suling sampai tanda tera.
8. Masukkan sampel ke dalam spektrofotometer serapan atom (AAS) dengan panjang gelombang 228,8 nm dan lakukan pengukuran.

3.5.2 Pemeriksaan Sampel Air lindi

3.5.2.1 Prosedur Pengambilan Air

Diambil pada sampel air lindi diberbagai titik dengan menggunakan botol kaca hitam atau botol polietilen. Sampel belum bisa dianalisa langsung, maka dilakukan pengawetan, dengan melakukan menambahkan HNO_3 pekat sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimal 6 bulan.

3.5.2.2 Prosedur Kerja Uji Timbal (Pb) Berdasarkan SNI 6989.6:2009

1. sekitar Siapkan alat dan bahan.

2. Masukkan 100 ml sampel yang sudah dihomogen kedalam gelas piala atau Erlenmeyer.
3. Tambahkan 5 ml asam nitrat pekat (HNO₃) dan panaskan campuran secara perlahan di atas pemanas listrik hingga mencapai 15-20 ml. Jika campuran tidak jernih, masukan lagi 5 ml HNO₃ pekat dan ulangi proses sampai semua logam larut. Sampel kemudian harus mengendap sebagai zat berwarna terang atau bening.
4. Tuang sampel uji ke dalam labu takar 50 mL (saring bila diperlukan), kemudian masukan air bebas mineral sampai tepat mencapai tanda batas.
5. Konfigurasi menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP- OES)
6. Gunakan menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP- OES) untuk mengukur sampel pada panjang gelombang idealnya 228,8 nm.

3.5.2.2 Prosedur Kerja Uji Kromium (Cr) Berdasarkan SNI

6989.6:2009

1. Siapkan alat dan bahan
2. Masukkan 100 ml sampel yang sudah dihomogen kedalam gelas piala atau Erlenmeyer

3. Tambahkan 5 ml asam nitrat pekat (HNO_3) dan panaskan campuran secara perlahan di atas pemanas listrik hingga mencapai 15-20 ml. Jika campuran tidak jernih, masukan lagi 5 ml HNO_3 pekat dan ulangi proses sampai semua logam larut. Sampel kemudian harus mengendap sebagai zat berwarna terang atau bening.
4. Tuang sampel uji ke dalam labu takar 50 mL (saring bila diperlukan), kemudian masukan air bebas mineral sampai tepat mencapai tanda batas.
5. Konfigurasi menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP- OES).
6. Gunakan menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP- OES) untuk mengukur sampel pada panjang gelombang idealnya sekitar 324,7 nm.

3. 5.2.3 Prosedur Kerja Uji Ph berdasarkan SNI 06-6989.11:2004

- 1) Keringkan dengan kertas tisu selanjutnya bilas elektroda dengan air suling.
- 2) Bilas elektroda dengan contoh uji.
- 3) Celupkan elektroda ke dalam contoh uji sampai pH meter menunjukkan pembacaan yang tetap.
- 4) Catat hasil pembacaan skala atau angka pada tampilan dari pH meter

3. 5.2.4 Prosedur kerja uji Suhu berdasarkan SNI 06-6989.23:2005

- 1) termometer langsung dicelupkan ke dalam contoh uji dan biarkan 2 menit sampai dengan 5 menit sampai termometer menunjukkan nilai yang stabil.
- 2) Catat pembacaan skala termometer tanpa mengangkat lebih dahulu termometer dari air.

3. 5.2.5 Prosedur Kerja Uji DO

Sampel sebanyak 100 mL dimasukan ke dalam gelas piala, kemudian dimasukan alat DO meter dan dibiarkan alat menunjukan nilai pembacaan yang stabil, dicatat nilai DO yang teramati.

3. 5.2.6 Prosedur Kerja Uji TDS

Elektroda dibilas dengan air suling terlebih dahulu sebanyak 3 kali, kemudian dimasukkan ke dalam contoh uji sampai alat pengukur residu terlarut menunjukkan pembacaan yang tepat.

3. 5. 2.7 Posedur Kerja BOD

Lihat suhu ruangan, lihat DO tabel untuk menentukan delta DO untuk menghitung volume sampel yang akan dimasukan, kemudian masukan sampel sesuai dengan volume yang sudah dihitung, tambahkan 1 ml seed, tambahkan larutan pengencer, tambahkan $MnSO_4$ 1 ml, tambahkan AIA 1 ml, kemudian

homogenkan, lalu tambahkan H₂SO₄ 1 ml setelah itu homogenkan kembali, buang 50 ml sampel dan 50 ml nya kemudian dititrasi.

3. 5. 2.8 Prosdur kerja COD

Sampel sebanyak 2,5 mL dipipet dan ditambahkan pencerna 1,5 mL dan preaksi sulfat 3,5 mL lalu direfluks selama 2 jam pada suhu 150°C kemudian dinginkan pada suhu ruang. Dibaca dengan spektrofotometer pada serapan 420nm untuk kadar COD yang rendah atau 600nm untuk kadar COD yang tinggi

3.6 Analisis Data

Analisis data dilakukan dengan tiga (3) tahap. Tahap 1 menggunakan nilai pencemaran logam Timbal (Pb) dan Kromium (Cr) pada air lindi. Tahap 2 menentukan bahan pencemaran lingkungan menggunakan rumus *Enrichment factors* (EF). Dan tahap 3 menggunakan uji Bivariat menggunakan software *Statistical Product And Service Solutions* (SPSS) dengan metode Uji Regresi Linear Berganda untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi logam berat Timbal (Pb) dan Kromium (Cr) terhadap parameter penunjang lainnya (Suhu, Ph, TDS, DO, COD, dan BOD).

3.6.1 Perhitungan Beban Pencemaran

Analisis beban pencemaran lingkungan akibat logam berat Timbal (Pb) dan Kromium (Cr) di wilayah tersebut menggunakan *Enrichment factors* (EF). *Enrichment factors* atau faktor pencemaran dapat digunakan

untuk menentukan tingkat pencemaran akibat aktivitas manusia (Alahabadi, 2018)

$$EF = \frac{(C_n / C_{ref})}{(B_n / B_{ref})}$$

Dimana :

EF : Enrichment Factors atau Faktor Pencemaran

C_n : Konsentrasi Logam Berat pada sampel

C_{ref} : Konsentrasi logam berat dalam sampel sedimen

B_n : Konsentrasi nilai normal logam berat di alam

B_{ref} : Konsentrasi nilai baku mutu di alam

Untuk mengetahui besaran kontaminasi dapat dilihat dari Interpretasi Hasil Pada Tabel 3.6.1 Sebagai Berikut:

Tabel 3.6.1 Interpretasi Hasil Pada Nilai *Enrichment factors* (EF)

Nilai Pengayaan (EF)	Kategori Pengayaan
<2	Pencemaran rendah
2 – 5	Pencemaran sedang
5 – 20	Pencemaran cukup
20 – 40	Pencemaran tinggi
> 40	Pencemaran sangat tinggi

Selanjutnya data ditampilkan dalam bentuk tabel distribusi frekuensi untuk melihat gambar tingkat pencemaran logam berat Timbal (Pb) dan Kromium (Cr) pada air lindi tempat pembuangan akhir (TPA) Jatiwaringin Kabupaten Tangerang.