

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1. Tempat dan Waktu

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Fisika Tanah Fakultas Pertanian, Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Brawijaya Malang, dan Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang pada bulan Maret - Juni 2013.

#### 3.2. Bahan dan Alat

##### 3.2.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah air sungai tercemar lumpur Lapindo, akuades,  $\text{HNO}_3$ , tanaman kayu apu dan pupuk NPK cair. Sampel air terkontaminasi lumpur Lapindo sebagai media tanam diambil dari Sungai Porong dalam radius 15 m dari input pembuangan lumpur. Lokasi pengambilan sampel tersebut berjarak 4 km dari pusat semburan lumpur. Dari studi pendahuluan, diketahui lokasi ini memiliki kadar logam kadmium yang masih diatas standar baku mutu. Tanaman Kayu apu dengan daun yang baik, segar dan tidak menguning (ukuran seragam, panjang  $\pm 5$  cm) diambil dari daerah Porong Hulu. Pupuk NPK cair yang digunakan memiliki proporsi N, P, dan K 9:1:4.

##### 3.2.2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bak percobaan berbahan plastik dengan diameter 30 cm dan tinggi 15 cm, yang digunakan sebagai tempat media tanam, drum sebagai wadah untuk membawa media tanam (air) ke tempat penelitian, botol sebagai wadah untuk membawa media tanam ke tempat analisis, dan timbangan analitik untuk mengukur bobot kering tanaman Kayu apu. Alat-alat analisis kualitas air yaitu suhu, pH, DO, BOD, dan COD untuk pengukuran kualitas air. Alat yang digunakan dalam analisis laboratorium antara lain, timbangan, cawan petri, saringan, autoklaf, beaker glass, stopwatch, cutter, pinset, penggaris, pipet kertas, kaca objek, pengaduk, sentrifuge, botol plastik, shaker, gelas ukur, labu ukur, erlenmeyer dan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS).

### 3.3. Perlakuan dan Rancangan Penelitian

Perlakuan yang diuji coba dalam penelitian ini adalah (1) jumlah tanaman kayu apu (10 dan 20 tanaman per bak), (2) dosis pupuk NPK cair (1,25 ml/l), dan (3) satu kontrol (media tanam tanpa kayu apu) (Tabel 1). Lima perlakuan disusun dalam Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan tiga ulangan.

Tabel 1. Perlakuan Penelitian

No	Kode	Deskripsi
1.	K	Kontrol (Media tanam tanpa tanaman kayu apu)
2.	A1	Media tanam (air) + 10 tanaman kayu apu
3.	A2	Media tanam (air) + 20 tanaman kayu apu
4.	A3	Media tanam (air) + 10 tanaman kayu apu + NPK cair 1,25 ml/l
5.	A4	Media tanam (air) + 20 tanaman kayu apu + NPK cair 1,25 ml/l

### 3.4. Pelaksanaan Penelitian

#### 3.4.1. Analisis Awal Sampel Air

##### (1) Kadar kadmium

Kadar awal kadmium dalam sampel air sungai diukur dengan menggunakan *vogel quantitative method*, yakni memasukkan sampel cair ke dalam beaker glass 50 ml, lalu menambahkan HNO<sub>3</sub> encer 2,5 N sebanyak  $\pm$  10-15 ml. Memanaskan sampai mendidih dan mendinginkannya. Mengeringkan sampel tersebut ke dalam labu ukur 50 ml dan menambahkan akuades sampai tanda batas, dan dikocok hingga homogen. Dilanjutkan dengan menganalisa menggunakan mesin AAS dengan panjang gelombang 540 nm dan mencatat nilai absorbansinya. Hasil analisis awal menunjukkan bahwa kadar logam berat kadmium yang terdapat di Sungai Porong yaitu 0,2 ppm. Menurut keputusan MenKes No. 907/2002 kadar kadmium yang diperbolehkan berada dalam perairan yaitu 0,003 ppm.

##### (2) Suhu

Alat yang digunakan untuk mengukur suhu dalam penelitian ini adalah thermometer digital. Prosedur pengukuran suhu yakni mencelupkan termometer digital ke dalam air, ditunggu beberapa saat sampai angka dalam monitor stabil pada angka tertentu, kemudian mencatat nilai yang muncul pada monitor ( $^{\circ}$ C).

**(3) pH**

Nilai pH dapat diukur dengan menggunakan pH meter. Tahapan mengukur pH yakni mengkalibrasi elektroda dengan akuades, lalu mencelupkan elektroda ke dalam air sampai kedalaman yang dikehendaki hingga nilai pH nya stabil/tidak berubah, kemudian mencatat nilai pH nya.

**(4) DO (*Dissolved Oxygen*)**

Untuk menentukan nilai DO, yaitu dengan cara memasukkan elektroda pada larutan kurang lebih 4 cm di bawah permukaannya hingga sensor suhu terendam sehingga membran elektroda tetap mendapat aliran air. Kemudian menggerakkan elektroda ke dalam air dengan gerakan ke atas dan ke bawah, atau mengaduk dengan larutan magnetis. Kemudian, untuk menentukan hasil dengan cara mengetahui persentase (%) kejenuhan.

**(4) BOD (*Biological Oxygen Demand*)**

Tahapan pengukuran kadar BOD yaitu, mengambil sampel air sebanyak 500 ml dan diencerkan di beaker glass dengan air suling yang sudah diaerasi selama 2 jam, hingga volumenya menjadi 2000 ml. Membagi sampel menjadi 2 botol winkler, karena sampel yang diamati yakni sampel hari ke 0 dan 10 HST. Botol tersebut diberi label, misal BOD hari ke 0 dan BOD 10 HST. Menambahkan 1 ml  $MnSO_4$  dan 1 ml alkali iodide azida ke dalam botol winkler BOD hari ke 0, sedangkan botol winkler lainnya dimasukkan ke dalam inkubator. Menutup botol winkler BOD hari ke 0 dan dikocok hingga homogen dan terbentuk gumpalan yang sempurna, dan membiarkan gumpalan tersebut mengendap 5 sampai 10 menit. Dilanjutkan dengan menambahkan 5 ml  $H_2SO_4$  pekat, menghomogenkan hingga endapan terlarut sempurna. Lalu mengambil 50 ml sampel dengan pipet dan memasukkannya ke dalam Erlenmeyer 150 ml. Meneteskan indikator amilum berwarna biru, lalu mentitrasi sampel dengan larutan  $Na_2SO_3$  sampai warna biru tepat hilang, dan mencatat volume  $Na_2SO_3$  yang digunakan. Begitu juga botol winkler lainnya diukur nilai DO nya sesuai tahapan tersebut. Kemudian dilanjutkan dengan menghitung kadar oksigen terlarut dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Oksigen Terlarut (mg/l)} = \frac{1000 \times V_2 \times N}{V_2 - 2} \times 8$$

Keterangan:

- $V_1$  = Volume  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang digunakan untuk titrasi  
 $N_{\text{thio}}$  = Konsentrasi larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   
 $V_2$  = Volume sampel air yang diperiksa

Setelah didapatkan nilai kadar oksigen terlarut pada botol winkler BOD 0 hari dan BOD 5 hari maka nilai BODnya merupakan selisih nilai kadar oksigen dari kedua botol tersebut (mg/l) kemudian dikalikan faktor 5.

#### (5) COD (*Chemical Oxygen Demand*)

Pengukuran nilai COD dengan tahapan yaitu menimbang 0,2 g  $\text{HgSO}_4$  (*Qury Silver Sulfat*). Kemudian memasukkan  $\text{HgSO}_4$  ke dalam tabung reaksi berulir, lalu menambahkan 10 ml sampel (air). Setelah itu menambahkan 5 ml larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ke dalam sampel (jika sampel berubah warna menjadi hijau maka sampel harus diencerkan). Selanjutnya memasukkan tabung ulir yang telah berisi sampel ke dalam oven dengan suhu  $135^\circ\text{C}$  selama 1-2 jam. Setelah di oven, memindahkan larutan ke dalam erlenmeyer 100 ml dan bilas tabung reaksi dengan 20 ml aquades. Kemudian ditambahkan 3 tetes indikator ferroin dan dilanjutkan dengan titrasi dengan FAS sampai sampel berubah warna menjadi merah di akhir titrasi, kemudian mencatat volume *ferro amonium sulfat* yang digunakan dalam titrasi. Selain itu juga membuat “Blanko” menggunakan akuades. Kemudian dilanjutkan dengan menghitung nilai COD menggunakan rumus:

$$\text{COD (mg/l)} = \frac{1000}{\text{Volume sampel}} \times (A - B) \times N \times 8$$

Keterangan:

- $A$  = Volume *ferro amonium sulfat* yang digunakan dalam titrasi Blanko  
 $B$  = Volume *ferro amonium sulfat* yang digunakan dalam titrasi sampel air  
 $N$  = Normalitas *ferro amonium sulfat*  
 $8$  = Berat ekuivalen oksigen

### 3.4.2. Aklimatisasi Tanaman Kayu apu

Kayu apu yang telah dipilih kemudian diaklimatisasi selama 5 hari. Aklimatisasi ini menggunakan media tanam akuades dan digunakan sebagai stok kultur yang selanjutnya siap dipakai untuk percobaan. Tanaman diaklimatisasi dengan tujuan agar dapat menyesuaikan diri dengan lingkungan barunya, dan untuk mengurangi logam serta kotoran dalam jaringan akar sehingga diharapkan tanaman dapat menyerap dalam kondisi optimal (Ulfin dan Widya, 2005).

### 3.4.3. Penanaman dan Pengamatan Pertumbuhan Tanaman Kayu apu

Kayu apu yang telah melalui proses aklimatisasi yang jumlahnya telah ditentukan berdasarkan perlakuan, kemudian ditanam ke dalam bak percobaan telah di isi 6 liter sampel air Sungai Porong, dan ditambah dengan pupuk NPK cair sebanyak 1,25 ml/l. Tanaman ditumbuhkan selama 10 hari. Dasar pertimbangan 10 hari karena kayu apu tidak dapat digunakan sebagai absorben pada pengolahan limbah jangka panjang (Mahdian dan Saadi, 2008). Menurut Suryati dan Priyanto (2003), kayu apu dapat menurunkan konsentrasi kadmium dalam waktu penyerapan hanya 8 hari.

Pengukuran parameter meliputi kadar Cd, pH, suhu, DO, BOD, COD media tanam dengan metode seperti yang disajikan pada Sub Bab 3.4.1. Kadar Cd diukur pada 2, 4, 6, 8 dan 10 HST, sedangkan pH, suhu, DO, COD dan BOD hanya diukur pada 10 HST. Pada saat panen (10 HST) diukur bobot kering daun dan akar tanaman kayu apu serta kadar Cd dalam tanaman. Metode analisis logam kadmium pada sampel padat (kayu apu) yakni mengambil sampel tanaman, kemudian menimbang dan mengeringkannya dalam oven dengan suhu 105°C. Setelah kering dilakukan penimbangan lagi untuk mengetahui berat keringnya. Selanjutnya sampel tersebut diabukan dalam *muffle furnace* dengan suhu 500°C sampai menjadi abu, kemudian di destruksi dengan menambahkan asam nitrat pekat dan dipanaskan sampai larut. Setelah di destruksi, disaring lalu dimasukkan ke dalam labu ukur dan diencerkan sampai tanda tera. Larutan tersebut siap untuk dianalisa kadar logamnya dengan menggunakan AAS.

- Akumulasi kadmium dalam daun dan akar tanaman (mg/kg berat kering) = Kadar kadmium dalam daun/akar x Bobot kering daun/akar tanaman
- Efisiensi akumulasi kadmium oleh kayu apu =  $\frac{\text{Akumulasi kadmium}}{\text{Kandungan kadmium awal}} \times 100\%$

Keterangan :

Akumulasi kadmium = konsentrasi kadmium dalam jaringan tanaman  
Kandungan Cd awal = Jumlah kadmium awal pada 0 HST: 0,2 mg/l = 1.2 mg (dalam 6 liter)

### 3.5. Analisis Data

Data kuantitatif hasil penelitian dianalisis secara statistik dengan menggunakan analisis keragaman pada taraf 5% untuk mengetahui pengaruh perlakuan. Untuk membandingkan perbedaan pengaruh masing-masing perlakuan dilanjutkan dengan uji Duncan.

