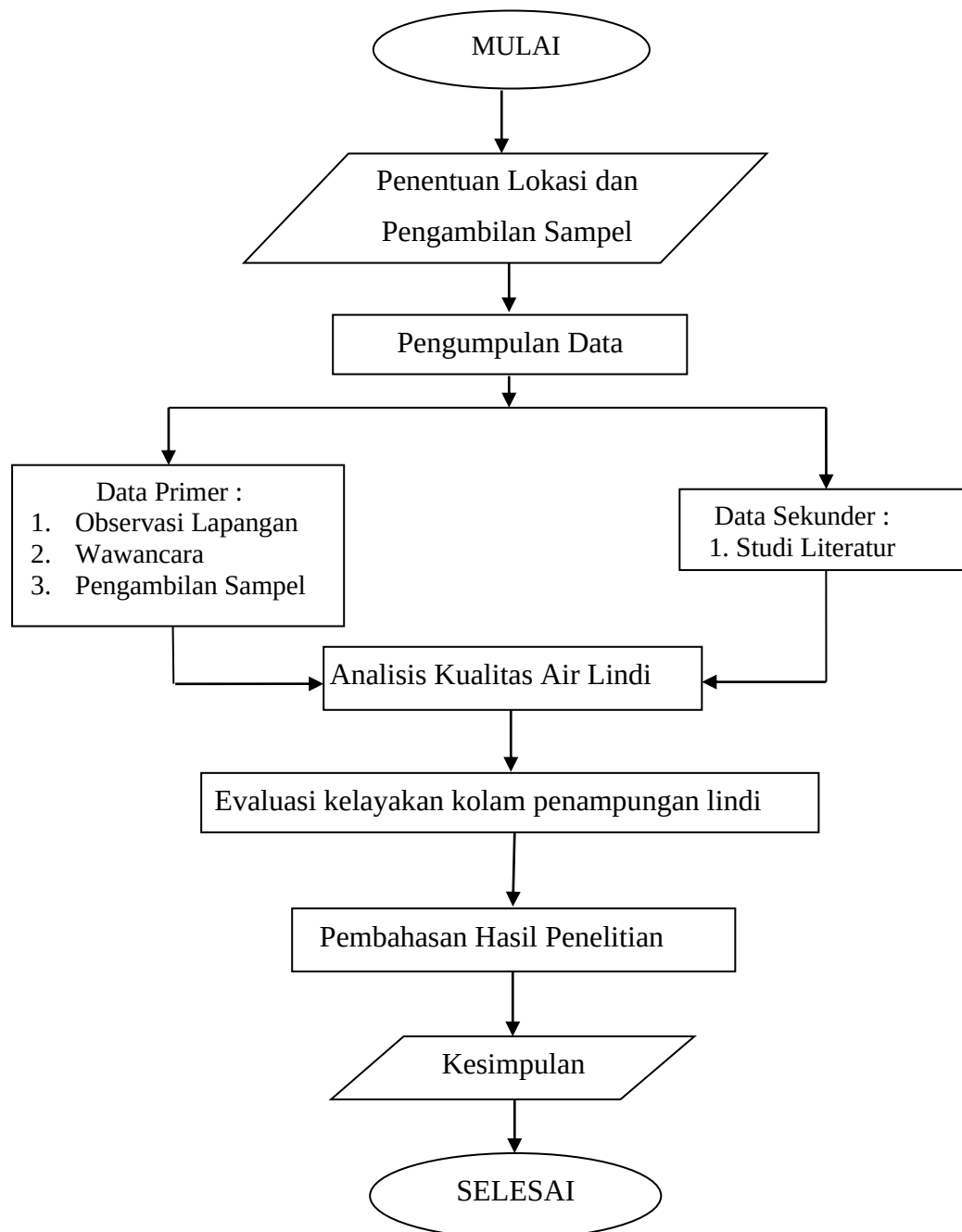


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

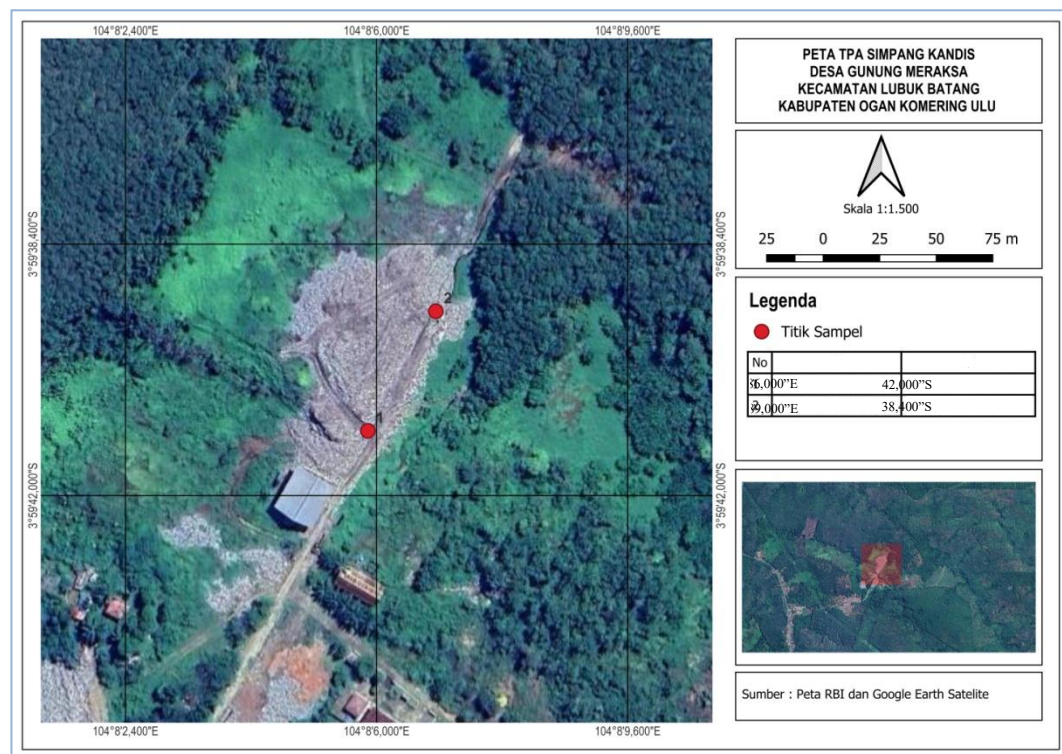


Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

3.2.1 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian dilakukan pada lingkup TPA Simpang Kandis yang berada di Desa Gunung Meraksa, Kecamatan Lubuk Batang, Kabupaten Ogan Komering Ulu. Peta lokasi penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1 berikut:



Gambar 3.2 Lokasi Penelitian

3.2.2 Waktu Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Oktober – Desember tahun 2024. Jadwal penelitian dapat dilihat pada Tabel 3.1 dibawah ini :

Tabel 3.1 Jadwal Penelitian

No	Jenis Penelitian	Tahun 2024												2025			
		Oktober				November				Desember				Januari			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1.	Pengusulan Judul Skripsi																
2.	Penyusunan Proposal Skripsi																
3.	Seminar Proposal Skripsi																
4.	Observasi dan Pengumpulan Data																
5.	Penyusunan Skripsi																
6.	Ujian Skripsi																

3.3 Metode Pengambilan Sampel Limbah Cair

Pengambilan sampel dilakukan dengan pengambilan sesaat atau *grab sampling* (SNI-6989.59:2008) dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Pengambilan Sampel yang diuji di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup dan Pertanahan UPTD Laboratorium Lingkungan Sumatera Selatan, diambil pada waktu pagi hari di genangan air lindi TPA Simpang Kandis pada hari Senin 2 Desember 2024, antara pukul 09.30 sampai 10.30 WIB. Sedangkan pengambilan sampel yang diuji di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Baturaja, diambil pada waktu sore hari di tempat yang sama dengan pengambilan pertama, pada hari Minggu 15 Desember 2024, antara pukul 16.00 sampai 17.00 WIB.
2. Sampel diambil dengan sekop kecil dan dimasukkan ke dalam wadah berkapasitas 1 liter yang kategorinya disesuaikan dengan SNI 6989.69:2008 yang dijelaskan dengan rincian pada Lampiran II.

3.4 Metode Pengujian Sampel

Dalam penelitian ini parameter yang akan diuji adalah zat organik dan logam berat. Zat organik yang akan dianalisa antara lain *Power of Hydrogen* (pH), *Biological Oxygen Demand* (BOD), *Chemical Oxygen Demand* (COD), *Total Suspended Solid* (TSS). Sedangkan logam berat yang diuji antara lain Nitrogen Total (N-Total), dan Kadmium (Cd). Metode dan prinsip pengujian sampel dapat dilihat pada Tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.2 Metode dan Prinsip Pengujian Sampel

Parameter	Satuan	Acuan	Metode
pH	-	SNI-06-6989,11-2004	Potensiometrik/ pH meter
BOD	mg/L	SNI-6989.72-2009	Titration iodometry using amylum
COD	mg/L	SNI-6989.73-2009	Reflux closed by spectrophotometry
TSS	mg/L	SNI-06-6989,3-2004	Gravimetry
Total Nitrogen	mg/L	JIS K 0102 Butir 45.2-2002	Spectrophotometry
Kadmium	mg/L	SNI 6989.84:2019	Spectrophotometry absorption Atom (SSA)

3.5 Metode Pengumpulan Data

Metode yang digunakan dalam pengumpulan data yaitu meliputi pengambilan sampel, observasi lapangan dan wawancara. Sampel yang diambil yaitu berupa sampel air lindi. Observasi lapangan yang dilakukan yaitu dengan melakukan evaluasi kelayakan kolam penampungan air lindi. Data primer yang

diambil adalah wawancara dengan pengelola TPA untuk memperoleh informasi yang ada di TPA Simpang Kandis. Selain itu, ada juga data pendukung yang didapatkan dari berbagai literasi berupa buku, jurnal, artikel ilmiah maupun literasi lainnya.

3.6 Metode Analisis Data

Metode analisis data dalam penelitian ini akan dilakukan untuk mengukur kualitas air lindi yang dihasilkan oleh Tempat Pemrosesan Akhir (TPA) sampah Simpang Kandis, Kabupaten OKU berdasarkan parameter kimia yang ada di dalam air lindi dan membandingkannya dengan Baku Mutu Air Lindi Menurut Peraturan Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan No. 59 Tahun 2016. Serta mengevaluasi kelayakan kolam penampungan air lindi yang ada di TPA tersebut berdasarkan Peraturan Menteri Pekerjaan Umum No. 3 Tahun 2013. Sampel pada rentang waktu yang telah ditentukan dibawa ke laboratorium untuk di analisis kadar parameter pH, BOD, COD, TSS, N-Total, dan Kadmium. Tempat pengujian pH, BOD, COD dan TSS dilakukan pada Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Baturaja. Sedangkan untuk parameter N-Total dan Kadmium di laboratorium Dinas Lingkungan Hidup dan Pertanian UPTD Laboratorium Lingkungan Sumatera Selatan. Data yang diperoleh akan dianalisis untuk menentukan kualitas air lindi dan kondisi kelayakan kolam penampungan, kemudian digunakan untuk memberikan rekomendasi pengelolaan lingkungan yang lebih baik.

3.6.1 Pengukuran pH (SNI 06-6989.11:2004)

pH dari sampel air akan diukur menggunakan pH meter. Cara mengukur pH akan dijelaskan lebih rinci sebagai berikut :

1. Dikeringkan elektroda menggunakan tisu setelah dibilas menggunakan aquades.
2. Dimasukkan elektroda ke dalam sampel uji.
3. Elektroda dicelupkan ke dalam sampel hingga pembacaan tetap pada pH meter dan dicatat hasilnya.

3.6.2 Pengukuran BOD (SNI.6989.72-2009)

BOD dari sampel air akan dibaca dengan menggunakan metode winkler.

Metodetersebut akan dijelaskan lebih rinci sebagai berikut :

1. Pembuatan larutan nutrisi (larutan buffer fosfat)
 - a. Dilarutkan 1,7 g amonium klorida (NH_4Cl). 21,75 g dikalium hidrogen fosfat (K_2HPO_4), 8,5 g kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) dan 33,4 g dinatrium hidrogen fosfat heptahidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).
 - b. Diencerkan sampai 1 liter setelah dimasukkan air bebas mineral.
2. Pembuatan larutan nutrisi (larutan magnesium sulfat)

Diencerkan sampai 1 liter setelah dilarutkan 22,5 g magnesium sulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dengan air bebas mineral.
3. Pembuatan larutan nutrisi (kalsium klorida)

Diencerkan sampai 1 liter setelah dilarutkan 27,5 g magnesium sulfat (CaCl_2) anhidrat dengan air bebas mineral.
4. Pembuatan larutan nutrisi (larutan feri klorida)

Diencerkan sampai 1 liter setelah dilarutkan 0,25 g feri klorida ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dengan air bebas mineral.

5. Pembuatan larutan air pengencer
 - a. Dari bibit mikroba (limbah domestik) lalu diambil supermatan.
 - b. Supermatan dilakukan aerasi segera, sampai akan digunakan.
6. Pembuatan larutan air pengencer
 - a. Disiapkan minimal 7,5 mg/L air bebas mineral yang jenuh oksigen.
 - b. Disiapkan botol gelas yang bersih untuk memasukkannya.
 - c. Diatur suhunya pada kisaran $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.
 - d. Air bebas mineral jenuh oksigen ditambahkan ke dalam setiap 1 liter.
 - e. Larutan nutrisi yang terdiri dari larutan bufer fosfat MgSO_4 , CaCl_2 dan FeCl_3 dimasukkan ke dalam masing-masing 1 mL.
 - f. Dalam setiap 1 liter air bebas mineral ditambahkan bibit mikroba.
 - g. Pembuatan larutan glutamat dan asam glukosa
7. Pada suhu 103°C dikeringkan glukosa dan asam glutamat selama 1 jam.
 - a. Ditimbang 150 mg asam glutamat dan 150 mg glukosa.
 - b. Dilarutkan dengan air bebas mineral sampai 1 liter.
8. Pembuatan larutan asam dan basa (larutan asam sulfat)
 - a. Sambil diaduk, sedikit demi sedikit ditambahkan 28 mL H_2SO_4 pekat ke dalam ± 800 mL air bebas mineral.
 - b. Diencerkan dengan air bebas mineral sampai 1 liter.
9. Pembuatan larutan asam dan basa (larutan natrium hidroksida)

Dalam air bebas mineral dilarutkan 40 g NaOH sampai 1 liter.
10. Pembuatan larutan natrium sulfit

Larutan ini disiapkan segera saat akan digunakan dengan cara dalam 1 liter

air bebas mineral dilarutkan 1,575 g Na_2SO_3 .

11. Pembuatan larutan inhibitor nitrifikasi allylthiourea (ATU) ($\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{S}$)

- a. Dalam 500 mL air bebas mineral dilarutkan 2,0 g ATU ($\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{S}$).
- b. Air bebas mineral sebanyak 1 liter akan ditambahkan.
- c. Pada suhu 4°C larutan akan disimpan.

12. Pembuatan larutan asam asetat

Dengan 250 mL air bebas mineral diencerkan 250 mL asam asetat (CH_3COOH) glasial (massa jenis 1,049).

13. Pembuatan larutan kalium iodida 10%

Dengan air bebas mineral 100 mL dilarutkan 10 g kalium iodida (KI).

14. Pembuatan larutan indikator amilum (kanji)

- a. Dalam 100 mL air bebas mineral dimasukkan 2 g kanji dan $\pm 0,2$ g asam salisilat.
- b. Dipanaskan hingga larut sambil diaduk.

15. Prosedur kerja pengujian BOD

- a. Ditandai masing-masing kedua botol DO dengan label A_1 dan A_2
- b. Dalam masing-masing botol DO (A_1 dan A_2) dimasukkan larutan contoh uji yang telah diencerkan hingga 1 L sampai meluap, masing-masing botol kemudian secara hati-hati ditutup untuk menghindari terbentuknya gelembung udara.
- c. Disekitar mulut botol DO yang telah ditutup tambahkan air bebas mineral dan lakukan pengocokkan beberapa kali.
- d. Diletakkan dalam lemari inkubator $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ botol A_2 selama 5 hari.

- e. DO meter yang sudah terkalibrasi digunakan untuk pengukuran oksigen terlarut terhadap larutan botol A₁. Pengukuran oksigen terlarut pada nol hari harus dilakukan paling lama 30 menit setelah pengenceran. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari (A₁).
- f. Untuk botol A₂ yang telah diinkubasi 5 hari ± 6 jam diulangi pengerjaan seperti butir (e). Hasil pengukuran yang diperoleh merupakan nilai oksigen terlarut 5 hari (A₂).
- g. Untuk penetapan blanko dengan menggunakan larutan pengencer tanpa contoh uji dilakukan pengerjaan butir (a) sampai (f). Nilai oksigen terlarut nol hari (B₁) dan nilai oksigen terlarut 5 hari (B₂) merupakan hasil pengukuran yang diperoleh.
- h. Untuk penetapan kontrol standar dengan menggunakan larutan glukosaasam glutamat dilakukan pengerjaan butir (a) sampai (f). Nilai oksigen terlarut nol hari (C₁) dan nilai oksigen terlarut 5 hari (C₂) merupakan hasil pengukuran yang diperoleh.
- i. Terhadap beberapa macam pengenceran contoh uji dilakukan kembali pengerjaan butir (a) sampai (f).

16. Perhitungan

Nilai BOD contoh uji dapat dihitung sebagai berikut :

$$BOD_5 = \frac{(A_1 - A_2) - \left(\frac{(B_1 - B_2)}{VB} \right) VC}{P}$$

Dengan pengertian :

BOD₅ : nilai BOD₅ contoh uji (mg/L)

- A_1 : kadar oksigen terlarut contoh uji sebelum inkubasi (0 hari) (mg/L)
 A_2 : kadar oksigen terlarut contoh uji setelah inkubasi 5 hari (mg/L)
 B_1 : kadar oksigen terlarut blanko sebelum inkubasi (0 hari) (mg/L)
 B_2 : kadar oksigen terlarut blanko sebelum inkubasi 5 hari (mg/L)
 V_B : volume suspensi mikroba (mL) dalam botol DO blanko
 V_C : volume suspensi mikroba dalam botol contoh uji
 P : perbandingan volume contoh uji (V_1) per volume total (V_2).

3.6.3 Pengukuran COD (SNI-6989.73-2009)

COD dari sampel air akan di baca dengan menggunakan metode refluks tertutup secara titrimetri. Metode tersebut akan dijelaskan lebih rinci sebagai berikut:

1. Pembuatan larutan pereaksi asam sulfat

Didalam 1000 mL H_2SO_4 pekat dilarutkan 10,12 g serbuk atau kristal Ag_2SO_4 kemudian aduk hingga merata.

2. Pembuatan larutan baku kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) 0,01667M ($\approx 0,1N$) (digestion solution)

a. Didalam air bebas organik 500 mL dilarutkan 4,903 g $K_2Cr_2O_7$ yang telah dikeringkan pada suhu $150^\circ C$ selama 2 jam.

b. Ditambahkan 33,3 g $HgSO_4$ dan 167 mL H_2SO_4 pekat.

c. Diencerkan sampai 1000 mL dan dinginkan pada suhu ruang.

3. Pembuatan larutan indikator ferroin

Diencerkan air bebas organik 100 mL kemudian dilarutkan 1,485 g 1,10 phenanthrolin monohidrat dan 695 mg $FeSO_4 \cdot 7H_2O$.

4. Pembuatan larutan baku Ferro Ammonium Sulfat (FAS) 0,05 M

- a. Dalam 300 mL air bebas organik dilarutkan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 19,6 g.
 - b. Ditambahkan 20 mL H_2SO_4 pekat.
 - c. Ditempatkan sampai 1000 mL lalu dinginkan.
5. Pembuatan larutan asam sulfamat ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)
- Untuk setiap mg $\text{NO}_2\text{-N}$ yang ada dalam contoh uji ditambahkan 10 mg asam sulfamat.
6. Pembuatan larutan baku Kalium Hidrogen Flatamat ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$, KHP) $\approx \text{COD } 500 \text{ mg O}_2/\text{L}$
- a. Dikeringkan sampai berat konstan pada suhu 110°C KHP yang telah digerus perlahan.
 - b. Didalam air bebas organik 1000 mL dilarutkan 425 mg KHP.
 - c. Dapat digunakan sampai 1 minggu selama tidak ada pertumbuhan mikroba apabila disimpan dalam kondisi dingin pada temperatur $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.
7. Prosedur kerja pengujian COD
- a. Dipipet volume contoh uji ditambahkan digestion solution ditambahkan larutan pereaksi asam sulfat ke dalam tabung atau ampul, seperti yang dinyatakan dalam tabel 3. tambahkan larutan pereaksi asam sulfat ke dalam tabung atau ampul, seperti yang dinyatakan dalam tabel dibawah:

Tabel 3.3 contoh uji dan larutan pereaksi untuk bermacam-macam digestion vessel

Digestion vessel	Contoh uji (mL)	Digestion solution (mL)	Larutan pereaksi asam sulfat (mL)	Total volume (mL)
Tabung kultur 16 x 100 mm	2,50	1,50	3,5	7,5
20 x 150 mm	5,00	3,00	7,0	15,0
25 x 150 mm	10,00	6,00	14,0	30,0
Standar ampul : 10 mL	2,50	1,50	3,5	7,5

- b. Ditutup dan homogenkan dengan cara tabung dikocok perlahan.
- c. Dilakukan digestion tabung selama 2 jam pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu 150°C.
- d. Direfluk sampai suhu ruang dan didinginkan perlahan-lahan contoh uji. Contoh uji dibuka untuk mencegah adanya tekanan gas saat pendinginan sesekali ditutup.
- e. Untuk titrasidipindahkan secara kuantitatif contoh uji dari tube atau ampul ke dalam Erlenmeyer.
- f. Dicatat volume larutan FAS yang digunakan setelah ditambahkan indikator ferroin 0,05 mL- 0,1 mL atau 1- 2 tetes dan aduk dengan pengaduk magnetik sambil dititrasidengan larutan baku FAS 0,05 M sampai terjadi perubahan warna yang jelas dari hijau-biru menjadi coklat-kemerahan.
- g. Dicatat volumelarutan FAS yang digunakan setelah dilakukan langkah (a) sampai (f) terhadap air bebas organik sebagai blanko.

h. Perhitungan

Nilai COD contoh uji dapat dihitung sebagai berikut:

$$\text{COD mg/L} = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{mL \text{ contoh uji}}$$

Dengan M adalah molaritas larutan FAS dan 8000 adalah berat miliequivalent oksigen x 1000 mL/L, COD adalah nilai contoh uji (mg/L), A adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blanko (mL) dan B adalah volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk contoh uji (mL).

3.6.4 Pengukuran TSS (SNI-06-6989,3-2004)

TSS dari sampel air akan dibaca dengan menggunakan metode gravimetri.

Metode tersebut akan dijelaskan lebih rinci sebagai berikut :

1. Persiapan kertas saring atau cawan *Gooch*

- a) Letakkan kertas saring pada peralatan filtrasi. Pasang vakum dan wadah pencuci dengan air suling berlebih 20mL. Lanjutkan penyedotan untuk menghilangkan semua sisa air, matikan vakum, dan hentikan pencucian.
- b) Pindahkan kertas saring dari peralatan filtrasi ke wadah timbang aluminium. Jika digunakan cawan *Gooch* dapat langsung dikeringkan.
- c) Keringkan dalam oven pada suhu 103°C sampai dengan 105°C selama 1 jam, dinginkan dalam desikator kemudian timbang.
- d) Ulangi langkah pada butir c) sampai diperoleh berat konstan atau sampai perubahan berat lebih kecil dari 4% terhadap penimbangan sebelumnya atau lebih kecil dari 0,5 mg.

2. Lakukan penyaringan dengan peralatan vakum. Basahi saringan dengan sedikit air suling.

3. Aduk contoh uji dengan pengaduk magnetik untuk memperoleh contoh uji yang lebih homogen
4. Pipet contoh uji dengan volume tertentu, pada waktu contoh diaduk dengan pengaduk magnetik.
5. Cuci kertas saring atau saringan dengan 3 x 10 Ml air suling, berikan kering sempurna, dan lanjutkan penyaringan dengan vakum selama 3 menit agar diperoleh penyaringan sempurna. Contoh uji dengan padatan terlarut yang tinggi memerlukan pencucian tambahan.
6. Pindahkan kertas saring secara hati-hati dari peralatan penyaring dan pindahkan ke wadah timbang aluminium sebagai penyangga. Jika digunakan cawan *Gooch* pindahkan cawan dari rangkaian alatnya.
7. Keringkan dalam oven setidaknya selama 1 jam pada suhu 103°C sampai dengan 105°C, dinginkan dalam desikator untuk menyeimbangkan suhu dan timbang.
8. Ulangi tahapan pengeringan, pendinginan dalam desikator, dan lakukan penimbangan sampai diperoleh berat konstan atau sampai perubahan berat lebih kecil dari 4% terhadap penimbangan sebelumnya atau lebih kecil dari 0,5mg.
9. Perhitungan

$$\text{Mg TSS per liter} = \frac{(A-B) \times 100}{\text{Volume contoh uji, mL}}$$

Dengan pengertian :

A : berat kertas saring + residu kering, mg

B : berat kertas saring, mg.

3.6.5 Pengukuran N-Total (JIS K 0102 Butir 45.2-2002)

N-Total dari sampel air akan dibaca dengan menggunakan metode spektrofotometri. Metode tersebut akan dijelaskan lebih rinci sebagai berikut :

1. Pembuatan larutan induk nitrogen 100 mg/NL
 - a. Larutkan 0,722 gram bubuk kalium nitrat KNO_3 (yang sudah dipanaskan pada temperatur $105^\circ\text{--}110^\circ\text{C}$ selama 3 jam dan dinginkan dalam desikator)
 - b. Tepatkan sampai tepat tanda tera. Simpan dalam botol gelas borosilikat berwarna gelap pada temperatur 4°C
2. Pembuatan larutan baku nitrogen 20 mg N/L
 - a. Pipet 10 ml larutan induk nitrogen 100mg N/L kedalam labu ukur 50 ml
 - b. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera
 - c. Dibuat pada saat akan digunakan
3. Pembuatan larutan kerja
 - a. Pipet 0,0;0,5;1,0;2,0;3,0; dan 3,0 mL larutan baku 20 mg N/L kedalam labu ukur 50 mL. Encerkan masing-masing larutan tersebut dengan air suling, lalu tepatkan sampai tanda tera.
 - b. Larutan kerja tersebut mengandung 0,0;0,2;0,4;0,8;1,2; dan 2,0 mg N/L
4. Pembuatan kurva kalibrasi
 - a. Ambil masing-masing 50ml larutan kerja total Nitrogen, masukkan

dalam botol dekomposising tahan panas 100 mL.

- b. Tambahkan 10 mL larutan $\text{NaOH-K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, segera tutup dan kocok.
- c. Masukkan ke dalam autoklaf dan panaskan pada temperatur 120°C selama 30 menit.
- d. Keluarkan botol dan dinginkan. Saring dan tampung filtratnya.
- e. Pipet 25 mL filtrat kedalam gelas piala 50 ml.
- f. Tambahkan 5 mL larutan HCL (1 + 500).
- g. Ukur absorbsinya dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 220 nm, dengan refernce (zero adjustment) air suling.

5. Cara uji

- a. Ambil 50 mL contoh uji air dan limbah cair masukkan dalam botol dekomposing tahan panas 100 mL.
- b. Tambahkan 10 mL larutan $\text{NaOH-K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, segera tutup dan kocok.
- c. Masukkan kedalam autoklaf dan panaskan pada temperatur 120°C selama 30 menit.
- d. Keluarkan botol dan dinginkan. Saring dan tampung filtratnya.
- e. Pipet 25 mL filtrat kedalam gelas piala 50 mL
- f. Tambahkan 5 mL larutan HCL (1 + 16) dan atur pH antara 2-3
- g. Ukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 220 nm, dengan reference (zero adjusment) air suling.

- h. Lakukan langkah 1) sampai 7) untuk contoh uji dispiki dengan komposisi 45 mL contoh uji dan 5 mL larutan baku 5 mg N/L.

6. Perhitungan

Hitung kadar total nitrogen dalam benda uji dengan menggunakan kurva kalibrasi dan perhatikan hal-hal berikut :

- 1) Selisih kadar maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran duplo adalah 10% rata-ratakan hasilnya.
- 2) Nilai kedapat ulang (% recovery) yang diperbolehkan adalah 80-120%
- 3) Apabila hasil perhitungan kadar total nitrogen lebih besar dari 2,0 mg N/L, ulangi pengujian dengan cara mengencerkan benda uji.

3.6.6 Pengukuran Kadmium (SNI 6989.84:2019)

Kadmium

darisampelairakandibacadenganmenggunakanmetodespektrofotometri.

Metodetersebutakandijelaskanlebihrincisebagai berikut :

1. Persiapan contoh uji logam terlarut dan ekstrak TCLP (destruksi dengan HNO_3 pekat, bila menggunakan *Erlenmeyer* 250 mL.
 - a. Homogenkan contoh uji, ambil secara kuantitatif 100 mL contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 250 mL atau *Erlenmeyer* 250 mL
 - b. Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala , tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong gelas.
 - c. Panaskan perlahan-lahan sampai volumenya berkisar 10 mL – 20

mL; jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat.

- d. Kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih.
- e. Bilas kaca arloji atau corong dengan air bebas mineral dan masukkan air bilasnya ke dalam gelas piala.
- f. Pindahkan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera kemudian homogenkan.
- g. Untuk pengujian logam kromium, tambahkan 1 mL H_2O_2 30% ke dalam 100 mL contoh uji yang telah didestruksi.
- h. Contoh uji siap diukur serapannya.

2. Pembuatan larutan logam (Fe, Mn, Cu, Zn, Pb, Cd, Cr, Ni, Ag, dan Ba)

Buat larutan baku dan larutan kerja sesuai dengan parameter yang akan dianalisis.

3. Pembuatan larutan baku logam 100 mg/L

- a. Pipet 10 mL larutan induk logam 1.000 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL.

- b. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan homogenkan.
4. Pembuatan larutan baku logam 10 mg/L
 - a. Pipet 10 mL larutan baku logam 100 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL.
 - b. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.
5. Pembuatan larutan kerja logam

Buat deret larutan kerja logam dengan 1 (satu) blanko minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.
6. Pembuatan kurva kalibrasi
 - a. Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat (*cookbook*) untuk pengukuran logam tertentu.
 - b. Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
 - c. Aspirasikan larutan kerja satu persatu kedalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang logam tertentu sesuai dengan parameter logam yang dianalisis.
 - d. Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
 - e. Buat kurva kalibrasi dari data dan tentukan persamaan garis lurusnya.

- f. Jika koefisien korelasi regresi linier (r) $< 0,995$, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada sub bab pasal 6 butir b) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

7. Pengujian

- a. Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang tertentu. Bila hasil serapan lebih besar dari kisaran kadar optimum, lakukan pengenceran.
- b. Catat hasil pengukuran dan laporkan hasil pengujian.

8. Perhitungan

Kadar logam dihitung sebagai berikut :

$$\text{Kadar logam (mg/L)} = C \times fp$$

Keterangan :

C : kadar logam yang di dapat dari hasil pengukuran mg/L

fp : faktor pengenceran