

HUBUNGAN KONSENTRASI MAGNESIUM DENGAN
PENYERAPAN FOSFOR DALAM BENTUK FOSFAT
PADA SEDIMEN KALSIMUM KARBONAT
DI PERAIRAN UJUNG PANDANG



PERPUSTAKAAN PUSAT UNIV. HASANUDDIN

Tgl. terima	16-02-93
Asal dari	-
Penyakunya	1 (satu) eksemplar
harga	Hadiah
No. inventaris	93 20 08 0086
No. Kite	

Oleh

DWI JULI PUSPITASARI ✓

89 03 701

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1993

17

SKRIPSI

OLEH

DWI JULI PUSPITASARI

89 03 701



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1993

HUBUNGAN KONSENTRASI MAGNESIUM DENGAN PENYERAPAN FOSFOR
DALAM BENTUK FOSFAT PADA SEDIMEN KALSIMUM KARBONAT
DI PERAIRAN UJUNG PANDANG

OLEH

DWI JULI PUSPITASARI

89 03 701

Skripsi untuk Melengkapi Tugas dan
Memenuhi Syarat untuk Memperoleh
Gelar Sarjana

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1993

HUBUNGAN KONSENTRASI MAGNESIUM DENGAN PENYERAPAN FOSFOR
DALAM BENTUK FOSFAT PADA SEDIMEN KALSIMUM KARBONAT
DI PERAIRAN UJUNG PANDANG

Disetujui Oleh


Pembimbing Utama


(Dr. Alfian Noor, MSc.)

Pembimbing Pertama

(Drs. Paul Erftemeijer)

Pembimbing Kedua


(Drs. Syarifuddin Liong)

Pada Tanggal : Juli 1993

Panitia Ujian Sarjana
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin

Tim Penguji

Dr. A. S. Kumanireng	(Ketua)
Drs. M. Syahrul M. Agr.	(Sekretaris)
Dr. Alfian Noor, MSc.	(Ex Officio)
Drs. Paul Erftemeijer	(Ex Officio)
Drs. Syarifuddin Liong	(Ex Officio)
Dr. M. Noor Jalaluddin	(Anggota)
Dr. Ambo Upe	(Anggota)

Kupersembahkan Untuk :

Ayahanda dan Ibunda tercinta

A. Kamsuri

Siti Rahayu

Serta saudara - saudaraku tersayang

Drs. Agus Indra Jaya

Wisnu Hendra Wijaya

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah Rabbul Alamin, karena telah diberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penelitian sebagai tugas akhir ini dapat diselesaikan dan juga penulisan laporan hasil penelitian dapat diwujudkan dalam bentuk skripsi.

Dengan selesainya penelitian ini, penulis ingin menyampaikan penghargaan dan ucapan terima kasih yang setulus - tulusnya kepada Bapak Dr. Alfian Noor, MSc. selaku pembimbing utama, Bapak Drs. Paul Erftemeijer sebagai pembimbing pertama, dan Bapak Drs. Syarifuddin Liong sebagai pembimbing kedua atas segala bimbingan yang diberikan sejak penulis menuntut ilmu dan melakukan penelitian hingga akhir penulisan laporan ini.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan pula kepada :

1. Bapak Dr. M. Noor Jalaluddin sebagai koordinator skripsi yang telah banyak menyempurnakan laporan penelitian ini.

2. Tim penguji : Bapak Dr. A. S. Kumanireng (ketua), Drs. M. Syahrul, M.Agr. (sekretaris), Dr. M. Noor Jalaluddin (anggota), dan Dr. Ambo Upe (anggota) pada Ujian Sarjana.
3. Bapak Dr. Alfian Noor, MSc. sebagai Ketua Jurusan Kimia yang senantiasa memberikan perhatian kepada penulis.
4. Segenap staf dosen dan pegawai Jurusan Kimia atas bantuan moril maupun materil kepada penulis.
5. Yayasan SUPERSEMAR yang telah memberikan bantuan kepada penulis.
5. Teman - teman di Jurusan Kimia yang telah banyak memberikan bantuan kepada penulis.

Akhirnya kepada kedua orang tua tercinta A. Kamsuri dan Siti Rahayu yang senantiasa memberikan doa restu, bimbingan dengan penuh kasih sayang serta tanggung jawab yang tak akan dilupakan penulis selama hayatnya.

Sesungguhnya semua ini terwujud atas petunjuk Allah SWT dan semoga karya ini dapat memberikan manfaat. Amin.

Ujung Pandang, 5 April 1993

penulis

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh konsentrasi ion magnesium terhadap penyerapan fosfat pada sedimen kalsium karbonat di Perairan Ujung Pandang. Metode yang digunakan adalah reduksi asam askorbat dan contoh dianalisis secara spektrofotometer UV - VIS. Kadar magnesium dalam air laut dan air interstisial sedimen dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom.

Hasil analisis kadar magnesium dalam "air interstisial" sedimen menunjukkan pada kedalaman hingga 6 cm dari permukaan sedimen kadar magnesium mengalami kenaikan, sedang kedalaman lebih daripada 6 cm, kadar magnesium menurun.

Hasil analisis penyerapan fosfat menunjukkan bahwa magnesium dapat mempengaruhi penyerapan fosfat oleh sedimen kalsium karbonat. Sedimen kalsium karbonat menyerap fosfat lebih sedikit daripada yang diserap kalsium karbonat murni.

ABSTRACT

The investigation on the effect of the magnesium ion to the phosphate absorption in the carbonated calcium sediment has been carried out in Ujung Pandang coastal area. Method used is the ascorbic acid reduction and the sample was analyzed by the means of UV - VIS spectrophotometry. The content of magnesium in sea water and sediment interstitial water, are firstly analyzed using atomic absorption spectrophotometer.

The content of magnesium has been increased until 6 cm depth from sediment surface. At depth more than 6 cm, magnesium content was decreased.

From the result of the phosphate absorption analysis it can be shown that magnesium can effect the absorption of the phosphate by carbonate calcium sediment. Calcium carbonated sediment absorps less phosphate than pure calcium carbonate.

DAFTAR ISI

	halaman
Halaman Depan	i
Halaman Judul	ii
Halaman Pengesahan	iii
Halaman Panitia Penguji	iv
UCAPAN TERIMA KASIH	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
DAFTAR LAMBANG DAN ARTINYA	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Penelitian	1
B. Maksud Dan Tujuan Penelitian ...	3
1. Maksud penelitian	3
2. Tujuan penelitian	4
C. Manfaat Penelitian	4

BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
A. Magnesium	5
B. Fosfor	7
C. Pengaruh Magnesium Terhadap Penyerapan Fosfat Oleh Kalsium Karbonat	9
D. Spektrofotometer Serapan Atom	11
1. Hubungan antara absorpsi dengan konsentrasi	12
2. Peralatan SSA	13
3. Gangguan - gangguan pada SSA	14
4. Tahapan penting dalam metode Spektrofotometri Serapan atom	16
5. Keunggulan dan kelemahan dalam metode Spektrofotometri Serapan Atom	18
E. Spektrofotometer UV - VIS	19

1. Instrumentasi dalam	
Spektrofotometer UV - VIS ...	22
2. Keuntungan dan kelemahan alat	
Spektrofotometer UV - VIS ...	24
BAB III POLA PENELITIAN	25
A. Penentuan Lokasi Pengambilan	
Contoh	25
B. Pengambilan Contoh	26
C. Perlakuan Contoh	26
1. Penyiapan contoh untuk	
analisis magnesium	26
2. Penyiapan contoh untuk	
Analisis ion fosfat	27
D. Analisis Kadar	27
1. Kadar magnesium	27
2. Kadar ion fosfat	28
E. Analisis Data	28
1. Analisis data magnesium	28
2. Analisis data ion fosfat	29
F. Penarikan Kesimpulan	29

BAB IV ALAT, BAHAN, DAN PROSEDUR ANALISIS .	30
A. Alat - Alat Yang Digunakan	30
B. Bahan - Bahan Yang Digunakan ...	31
C. Prosedur Analisis	32
1. Analisis magnesium	32
2. Analisis ion fosfat	34
3. Analisis data	41
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	46
A. Magnesium	46
B. Ion Fosfat	49
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	54
A. Kesimpulan	54
B. Saran	54
DAFTAR PUSTAKA	56

DAFTAR TABEL

TABEL	halaman
1. Kadar magnesium dalam berbagai kedalaman sedimen dan air kolom	47
2. Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan setelah diaduk bersama dengan kalsium karbonat murni selama 24 jam	49
3. Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan setelah diaduk bersama dengan sedimen kalsium karbonat selama 24 jam	50

DAFTAR LAMBANG DAN ARTINYA

Lambang

$^{\circ}\text{C}$: derajat celcius
cm	: sentimeter
g	: gram
g/l	: gram per liter
Ksp	: hasil kali kelarutan
M	: molaritas
m	: meter
ml	: mililiter
p.a	: pro analisis
ppm	: 1 bagian per sejuta
SSA	: Spektrofotometer Serapan Atom
μM	: mikromolar
UV - VIS	: ultra lembayung dan tampak

BAB I

PENDAHULUAN



A. Latar Belakang Penelitian

Laut yang menutupi sebagian besar bumi ini kaya akan sumber daya hayati dan non hayati. Sumber daya hayati yang terdiri atas hewan dan tumbuh - tumbuhan laut membutuhkan nutrisi untuk kelangsungan hidupnya. Pada tumbuhan laut yaitu organisme fototrop nutrisi bersama - sama dengan sinar matahari akan menghasilkan fotosintesis. Proses mana dapat mendukung semua kehidupan di bumi.

Fosfor merupakan salah satu mikronutrien bagi organisme laut. Dalam lingkungan laut fosfor dapat mengalami suatu siklus yang meliputi interaksi antara satu organisme dengan organisme lainnya, maupun antara organisme dengan lingkungannya. Fosfor yang masuk ke laut dapat berasal dari endapan pantai atau pupuk pertanian yang terbawa oleh sungai menuju ke laut. Untuk daerah yang jauh dari pantai, jumlah pemasukan fosfor dari sumber tersebut sangat kecil.

sehingga siklus fosfor penting untuk mempertahankan persediaan fosfor bagi organisme laut tersebut.⁷⁾

Dalam siklus fosfor, partikulat fosfor mengalami pengendapan atau terabsorpsi ke sedimen.⁷⁾ Kalsium karbonat sebagai suatu sedimen laut menyerap fosfat. Penyerapan ini menyebabkan terbentuknya mineral fosfat yaitu apatit tetapi penyerapan tersebut terganggu dengan adanya ion magnesium dalam larutan.¹⁰⁾ Hal mana dapat menghambat penyerapan nutrisi oleh organisme laut, sehingga dapat mempengaruhi pertumbuhan organisme tersebut.

Lokasi penelitian adalah Perairan Ujung Pandang sekitar Pulau Barrang Lompo. Perairan tersebut letaknya jauh dari pantai, sehingga pemasukan fosfor yang ada sebagian besar berasal dari siklus fosfor. Hal ini yang menyebabkan pada daerah tersebut jumlah fosfor sedikit. Contoh yang diambil berupa sedimen permukaan di mana sedimen merupakan bagian dari lingkungan laut dan merupakan tempat akumulasi komponen organik dan anorganik.

Dalam sedimen terdapat pula "air interstisial" yaitu air yang terkurung dalam pori - pori selama pembentukan sedimen. "Air interstisial" sedimen tersebut kaya akan komponen anorganik akibat adanya presipitasi zat - zat kimia yang berlangsung dalam waktu lama.

Penelitian ini menggunakan cara analisis Spektrofotometri UV - VIS dengan metode reduksi asam askorbat. Kadar magnesium dalam air laut dan "air interstisial" sedimen terlebih dahulu dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Dari hasil analisis ini diharapkan dapat memberikan informasi pengaruh konsentrasi magnesium terhadap penyerapan fosfat oleh sedimen kalsium karbonat di Perairan Ujung Pandang.

B. Maksud Dan Tujuan Penelitian

1. Maksud penelitian

Penelitian ini bermaksud mempelajari peranan konsentrasi ion magnesium terhadap penyerapan fosfat oleh sedimen kalsium karbonat di Perairan Ujung Pandang.

2. Tujuan penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. mengukur konsentrasi ion magnesium dalam air laut dan "air interstisial" sedimen,
- b. untuk mengetahui hubungan konsentrasi ion magnesium dengan penyerapan ion fosfat pada sedimen kalsium karbonat dan kalsium karbonat murni,
- c. membandingkan banyaknya ion fosfat yang dapat diserap oleh sedimen kalsium karbonat dengan kalsium karbonat murni.

C. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi adanya ion magnesium dalam air laut yang dapat menghalangi penyerapan ion fosfat sebagai mikronutrien oleh sedimen kalsium karbonat.

Dalam air laut terdapat kesetimbangan :



$$\text{Ksp CaCO}_3 = (\text{Ca}^{2+}) \times (\text{CO}_3^{2-}) = 10^{-8}$$

$$\text{Ksp MgCO}_3 = (\text{Mg}^{2+}) \times (\text{CO}_3^{2-}) = 10^{-4} \quad 7)$$

Kelarutan kalsium karbonat di dalam laut dipengaruhi oleh pembentukan kompleks anorganik CO_3^{2-} dengan Mg^{2+} dan dengan Na^+ . Dari total CO_3^{2-} dalam air laut 75% berada dalam bentuk kompleks MgCO_3 terlarut dan 15% sebagai NaCO_3^+ . Ini berarti dalam laut hanya ada 10% CO_3^{2-} yang ada untuk pembentukan CaCO_3 .¹⁰⁾ Kalsium karbonat pada umumnya terdapat dalam bentuk kalsit, yang merupakan penyerap penting ortofosfat pada tanah - tanah *calcereous*.¹¹⁾

Magnesium yang berasal dari sungai yang dialirkan menuju ke laut jika bertemu dengan kalsium, akan membentuk mineral dolomit dengan rumus kimia $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$. Endapan kalsium karbonat yang berasal

Ion ortofosfat ini terdiri atas asam fosfat dan hasil disosiasinya (H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , dan PO_4^{3-}). HPO_4^{2-} merupakan ion utama dalam air laut, kemudian PO_4^{3-} dan H_2PO_4^- , sedangkan fosfat dalam bentuk H_3PO_4 konsentrasinya sangat kecil sehingga dapat diabaikan.^{7,17)}

Fosfor organik terlarut adalah fosfor yang terikat pada senyawa - senyawa organik dan kebanyakan berada dalam bentuk koloid. Senyawa ini seperti ester fosfat organik yang berasal dari organisme hidup. Fraksi ini di samping merupakan hasil ekskresi juga terbentuk dari hasil "autolisis" organisme yang mati. Fosfor terdapat pula dalam bentuk polifosfat, yang merupakan senyawa polimer dari ortofosfat dan memiliki berat molekul yang bervariasi. Senyawa ini terdiri atas heksametafosfat (PO_3)⁶⁻, tripolifosfat (P_3O_{10})³⁻, dan pirofosfat (P_2O_7)⁴⁻. Senyawa - senyawa tersebut disintesis oleh organisme hidup. Walaupun polifosfat banyak terdapat dalam sel, tetapi hanya sedikit ditemukan secara alami dalam air laut.¹⁷⁾

Sifat fosfat di laut berhubungan erat dengan organisme laut. Studi unsur fosfor dalam lingkungan laut adalah mengenai pembentukan kalsium fosfat, karena pengendapan secara langsung apatit dan penggantian karbonat dengan fosfat dalam kalsium karbonat terjadi dalam lingkungan laut.⁸⁾ Proses penyerapan fosfat oleh kalsium karbonat meliputi 2 macam reaksi yaitu reaksi absorpsi dan presipitasi.¹⁾ Penyerapan ion fosfat oleh kalsium karbonat menuju pembentukan apatit. Pembentukan apatit yang hampir sempurna terjadi dari pelarutan kalsium karbonat dan akumulasi fosfat yang disebabkan oleh rendahnya kelarutan kalsium fosfat. Dalam air laut mineral apatit cenderung berada dalam bentuk mineral hidroksiapatit dan karbonat fluoroapatit.⁸⁾

C. Pengaruh Magnesium Terhadap Penyerapan Fosfat Oleh Kalsium Karbonat

Magnesium dapat menambah kelarutan dari kalsium karbonat melalui pembentukan pasangan ion sebagai $MgCO_3$ yang terlarut dan dengan penyerapan pada struktur kristal. Magnesium mengontrol

penyerapan fosfor, juga mempengaruhi pengendapan dan pelarutan kalsium karbonat.¹⁸

Kuo dan Milkelsen (1979) melaporkan bahwa magnesium dapat mempengaruhi penyerapan fosfat oleh kalsium karbonat melalui penghambatan nukleasi dan pertumbuhan kristal dari endapan fosfat.¹⁹ Kitano, Yasushi, dan Dogaki (1977) pernah melakukan percobaan pengaruh ion magnesium terhadap adsorpsi ion fosfat oleh suspensi kalsium karbonat. Mereka membuat larutan yang mengandung CaCO_3 , NaH_2PO_4 , NaCl , dan NaF . Kemudian 0 - 1,5 g/l kadar Mg^{2+} yang bervariasi disuspensikan ke dalam 100 ml larutan di atas. Ternyata kadar fosfat dalam larutan berkurang setelah diaduk selama 1 sampai 2 hari pada suhu 25°C dan diperoleh grafik di mana semakin tinggi konsentrasi Mg^{2+} yang ditambahkan dalam larutan semakin berkurang kadar PO_4^{3-} dalam larutan.²⁰ Dengan cara yang sama tetapi CaCO_3 murni diganti dengan sedimen CaCO_3 dan disesuaikan dengan kondisi laut, akan dilihat pengaruh kadar Mg^{2+} terhadap penyerapan fosfat di laut.



D. Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) adalah alat yang memanfaatkan fenomena serapan cahaya sebagai dasar pengukurannya, dimana terjadi perubahan molekuler contoh menjadi partikel - partikel atom.⁴⁾ Bila larutan logam disemprotkan dalam nyala, unsur logam akan mengalami disosiasi karena panas dan direduksi menjadi atom. Dalam keadaan ini hampir semua atom berada dalam keadaan dasar dengan konfigurasi elektron yang paling stabil.

Jika atom logam dalam keadaan dasar ini disinari dengan cahaya, atom tersebut menyerap sebagian dari cahaya yang mempunyai panjang gelombang spesifik untuk atom unsur tersebut, dan atom mengalami eksitasi. Jumlah cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi unsur logam yang ditentukan. Ini merupakan dasar kerja alat SSA. Dalam cara analisis ini digunakan lampu katoda berongga yang memancarkan spektrum emisi spesifik terhadap unsur yang diukur.⁵⁾

Untuk membebaskan atom - atom dari persenyawaannya dibutuhkan sejumlah energi yang umumnya diperoleh dari nyala pembakaran. Untuk itu diperlukan kombinasi bahan bakar seperti gas asetilen - nitrogen oksida dengan suhu maksimum 3000°C , asetilen - udara dengan suhu 2300°C , dan udara - propana dengan suhu 1800°C . Pada umumnya pemilihan kombinasi gas pengoksida - gas bahan bakar tergantung pada suhu yang diperlukan untuk mendisosiasikan senyawa - senyawa dan sifat - sifat kimia unsur yang akan dianalisis. ⁴⁾

1. Hubungan antara absorpsi dengan konsentrasi

Atom - atom unsur logam dapat menyerap sinar dengan panjang gelombang tertentu. Penyerapan ini sebanding dengan konsentrasi atom dalam nyala. Dengan mengukur penyerapan cahaya oleh atom - atom dalam nyala maka konsentrasi unsur logam dalam contoh dapat ditentukan. Hubungan antara penyerapan cahaya dan konsentrasi dinyatakan oleh hukum Lambert - Beer :

$$P = P_0 \cdot e^{-abc}$$

$$A = \log \frac{P_0}{P} = abc$$

dimana: P = intensitas cahaya yang diserap sampai pada detektor.

P_0 = intensitas cahaya dari sumber cahaya

A = absorban

a = suatu konstanta

b = panjang medium absorpsi

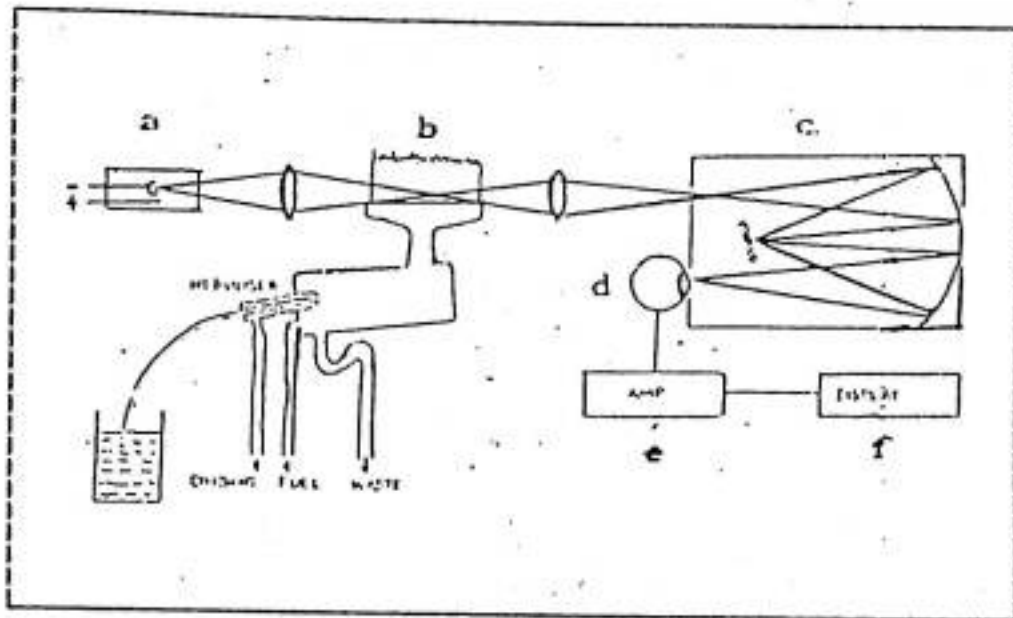
c = konsentrasi

2. Peralatan SSA

Instrumentasi SSA secara garis besarnya terdiri atas 5 komponen yaitu :

- a. Sumber cahaya yang mengemisikan spektrum unsur tertentu yang berasal dari lampu katoda berongga.
- b. "Sel cuplikan" berupa nyala api tempat dihasilkan atom unsur contoh.
- c. Monokromator.
- d. Detektor.
- e. Amplifier.

f. Pembacaan

Gambar I. Skema diagram SSA⁵⁾

3. Gangguan - gangguan pada SSA.

Gangguan dalam SSA adalah peristiwa yang menyebabkan pembacaan serapan atom unsur yang diukur menjadi lebih kecil atau lebih besar daripada serapan yang sebenarnya dari contoh.

Ada 5 klasifikasi gangguan yaitu :

a. Gangguan spektral.

Gangguan ini timbul bila serapan atau emisi zat pengganggu mempengaruhi atau dekat sekali dengan serapan atau emisi dari zat yang akan diukur.

b. Gangguan kimia.

Gangguan ini merupakan hasil dari berbagai proses kimia yang terjadi selama proses atomisasi, sehingga dapat mengubah karakteristik serapan dari zat yang akan diukur.

c. Gangguan ionisasi.

Gangguan ini terjadi bila unsur mempunyai energi ionisasi rendah yang mungkin terjadi pada suhu yang tinggi. Ion-ion ini tidak mengabsorpsi cahaya yang datang, sehingga cahaya yang digunakan tidak lagi menjadi ukuran untuk konsentrasi logam semula.

d. Gangguan matriks.

Gangguan ini dapat terjadi bila karakteristik fisis seperti kekentalan, tegangan permukaan, berat jenis, tekanan uap pelarut, dan karakteristik nyala dari larutan contoh berbeda dengan larutan standar.

e. Gangguan serapan dasar.

Gangguan ini dapat berasal dari penghamburan cahaya oleh partikel-partikel dan penyerapan

molekul oleh molekul yang masih ada dalam proses nyala.

4. Tahapan penting dalam metode Spektrofotometri Serapan atom

Ada dua tahapan penting dalam metode ini yaitu :

a. Penyiapan contoh.

Penyiapan contoh merupakan tahapan yang sangat menentukan keberhasilan metode ini.

Ada beberapa hal yang harus diperhatikan yaitu :

1). Jenis - jenis unsur yang akan ditentukan.

Setiap unsur mempunyai karakteristik tersendiri. Baik ditinjau dari sifat kimia atau keterkaitannya dengan gangguan - gangguan yang mungkin dijumpai pada saat analisis.

2). Sifat fisis contoh.

Sifat ini akan menentukan proses penguraian (dekomposisi) dan pelarutan. Proses penguraian dan pelarutan suatu contoh harus mempertimbangkan sifat kimia unsur - unsur

yang akan ditetapkan, agar proses tersebut dapat berlangsung dengan baik tanpa mengubah atom dan merusak unsur - unsur yang akan ditetapkan.

b. Pembuatan kurva kalibrasi.

Untuk mendapatkan hasil kurva kalibrasi yang sesuai dengan perumusan hukum Lambert - Beer, maka ada dua hal yang harus diperhatikan :

1). Kondisi parameter analitiknya.

Tiap unsur mempunyai kondisi parameter analitik yang khas, seperti panjang gelombang, slit width, rentang daerah serapan, dan sebagainya.

2). Jenis - jenis unsur dan sifat - sifat fisis contoh.

Dalam metode ini sering digunakan larutan baku yang terdiri atas beberapa unsur, maka perlu diperhatikan keterkaitan dengan jenis gangguan yang mungkin terjadi. Susunan matriks dari contoh juga sangat menentukan keberhasilan analisis. Biasanya

perlu dilakukan penambahan larutan contoh kedalam larutan baku (metode addisi standar).

5. Keunggulan dan kelemahan metode Spektrofotometri Serapan Atom

a. Keunggulan

1). Kepekaan yang tinggi.

Metode ini mempunyai kepekaan yang tinggi karena dapat mengukur kadar logam pada tingkat dibawah 1 ppm. Alat SSA Shimadzu AA - 640 - 13 ini dapat mengukur unsur - unsur tertentu hingga tingkat ppb.

2). Selektivitas yang tinggi.

Metode ini cukup tinggi selektivitasnya, sehingga dapat menentukan beberapa unsur sekaligus dalam suatu larutan contoh tanpa perlu pemisahan.

3). Pengerjaan dan pemeliharaan alat SSA tidak memerlukan keterampilan yang tinggi.

4). Ketelitian dan ketepatan.

Ketelitian SSA baik karena gangguan - gangguan dalam pengukuran lebih kecil

bila dibandingkan dengan cara instrumen lainnya dan spektrofotometri biasa.

b. Kelemahan

- 1). Gangguan - gangguan yang sering terjadi terutama gangguan kimia yang mekanismenya masih rumit. Untuk itu perlu dipelajari dan dipahami lebih mendalam untuk dapat mengatasinya.
- 2). Karena beberapa nyala lebih tepat untuk beberapa unsur tertentu, maka bertambahnya contoh yang akan ditentukan memerlukan suatu penukaran terhadap sumber sinar, setting, nyala, pembakar, dan sumber arus.
- 3). Gangguan spektral kadang - kadang dapat memberikan kesulitan yang cukup berarti.

E. Spektrofotometer UV - VIS ¹²⁾

Spektrofotometer UV - VIS adalah alat yang memanfaatkan interaksi antara cahaya elektromagnet dengan benda atau obyek (dalam hal ini spesis kimia), di mana dihasilkan suatu pengamatan dalam

bentuk spektrum yang merupakan fungsi antara sifat radiasi yang dapat diukur dengan frekuensi radiasi.

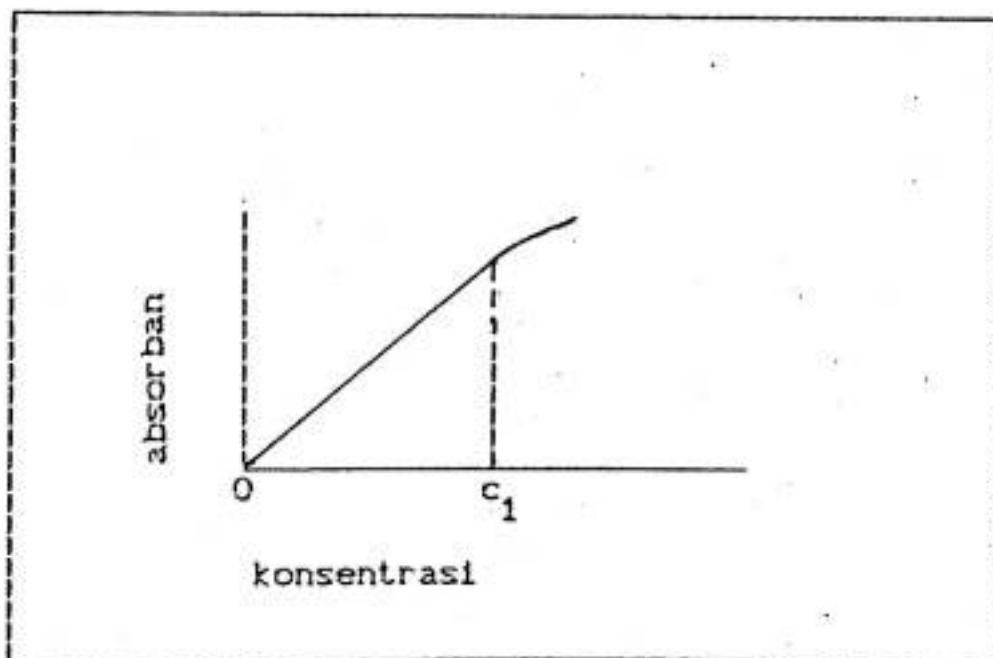
Serapan radiasi sinar ultra lembayung dan tampak biasanya menyangkut kenaikan suatu molekul dari satu atau beberapa tingkat vibrasi dalam tingkat elektronik dasar ke suatu tingkat vibrasi dari suatu tingkat elektronik tereksitasi. Setiap transisi ini bersesuaian dengan sejumlah tertentu perubahan energi dan hanya dapat disebabkan oleh serapan suatu foton yang mempunyai sejumlah energi tersebut.

Tingkat serapan tergantung pada jumlah pertemuan antara foton dan spesis kimia yang mampu menyerap molekul tersebut. Karena foton melalui suatu medium, kecepatan terserapnya tergantung pada jumlah tumbukan foton dan penyerapnya yang pada gilirannya tergantung pada kuat cahaya dan konsentrasi spesis contoh. Hubungan tersebut diatur dalam hukum Lambert - Beer dengan persamaan :

$$P = P_0 e^{-abc}$$

$$A = \text{Log} \frac{P_0}{P} = a b c$$

Daya laku hukum Lambert - Beer dapat diuji untuk suatu sistem tertentu. Jika orang mengukur serapan dari contoh yang konsentrasi spesis penyerapnya diketahui, suatu alur data percobaan dalam bentuk absorban A terhadap konsentrasi akan menghasilkan sebuah garis lurus yang melalui titik - titik pertemuan kedua variabel tersebut asalkan hukum Lambert - Beer dipatuhi.



Gambar II. Plot Hukum Lambert - Beer atau kurva kerja

Ada 3 macam penyimpangan yang mungkin yaitu :

- a. Penyimpangan nyata.

Penyimpangan ini muncul akibat perubahan indeks bias dari suatu medium yang terjadi karena

variasi dalam konsentrasi komponen - komponen yang dianalisis.

b. Penyimpangan kimia.

Penyimpangan yang disebabkan oleh pergeseran kedudukan kesetimbangan kimia atau fisika yang menyangkut spesies penyerap.

c. Penyimpangan instrumental.

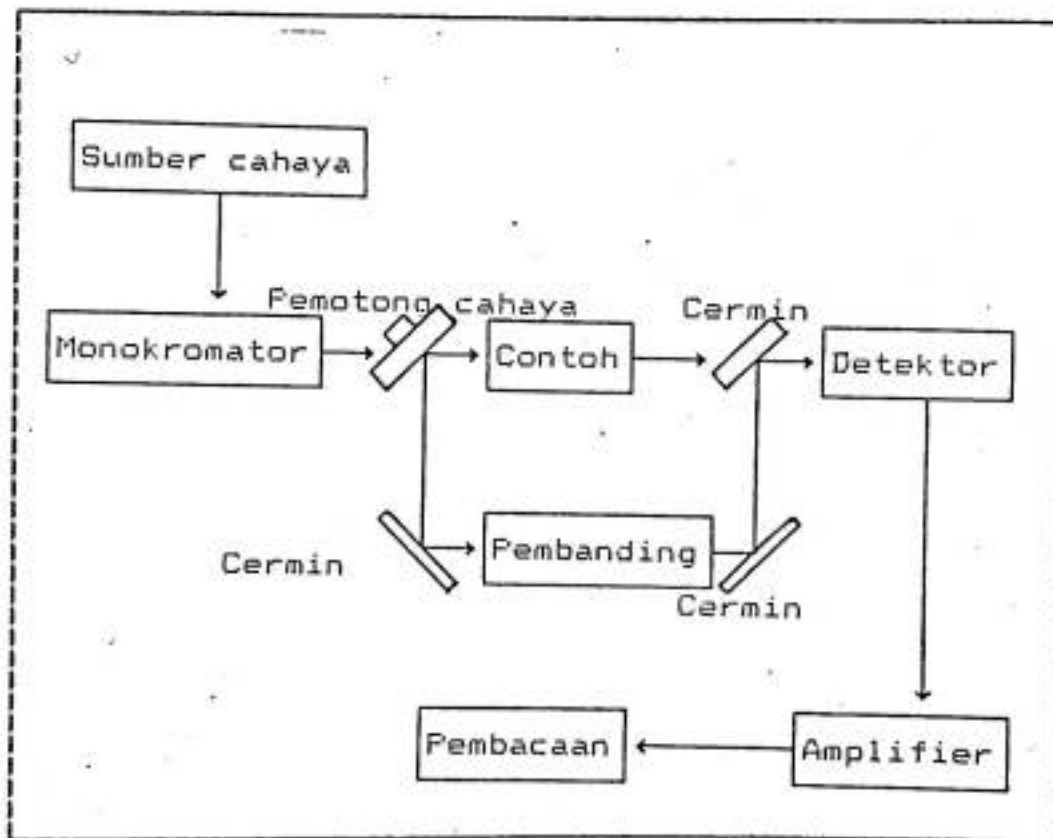
Penyimpangan yang timbul akibat adanya penggunaan radiasi yang tidak monokromatis.

1. Instrumentasi dalam Spektrofotometer UV-VIS

Bilamana sinar ultra lembayung dan sinar tampak berinteraksi dengan atom, molekul, atau ion akan terjadi transisi elektron pada kulit terluar. Elektron ini berperan dalam ikatan kimia, maka pengamatan spektroskopi yang dilakukan di daerah ultra lembayung dan tampak kadang - kadang bisa dihubungkan dengan karakteristik struktur molekul atau penggabungan atom - atomnya. Sistem instrumentasi Spektrofotometer UV - VIS yaitu :

- a. Sumber cahaya yaitu : lampu tungsten untuk cahaya tampak dan deuterium untuk sinar ultra lembayung.

- b. Cermin pemantul.
- c. Monokromator.
- d. Kompartemen sel.
- e. Detektor.
- f. Amplifier.
- g. Pembacaan.



Gambar III.-Diagram skematik Spektrofotometer
UV - VIS^{a)}

2. Keuntungan dan kelemahan Spektrofotometer UV-VIS

a. Keuntungan

1). Kepekaannya yang sangat tinggi.

Alat ini dapat menentukan suatu contoh dengan konsentrasi kurang daripada 10^{-7} M.

2). Cepat dan mudah.

Dapat menganalisis 10 contoh dalam waktu 1 menit. Juga mudah melakukan otomatisasi spektrofotometri mulai dari pemasukan contoh sampai perhitungan akhir konsentrasi beberapa konstituen dalam satu contoh.

3). Dapat memberikan data analitik dan informasi fundamental tentang struktur molekul dan sifat ikatan kimia.

b. Kelemahan

1). Ketidakpatuhan cara analisis terhadap hukum Lambert - Beer.

2). Kesalahan instrumental seperti variasi sumber tegangan, respon detektor, bising listrik, dan pendudukan wadah.

3). Kesalahan manusia seperti pembacaan serapan atau transmitans.

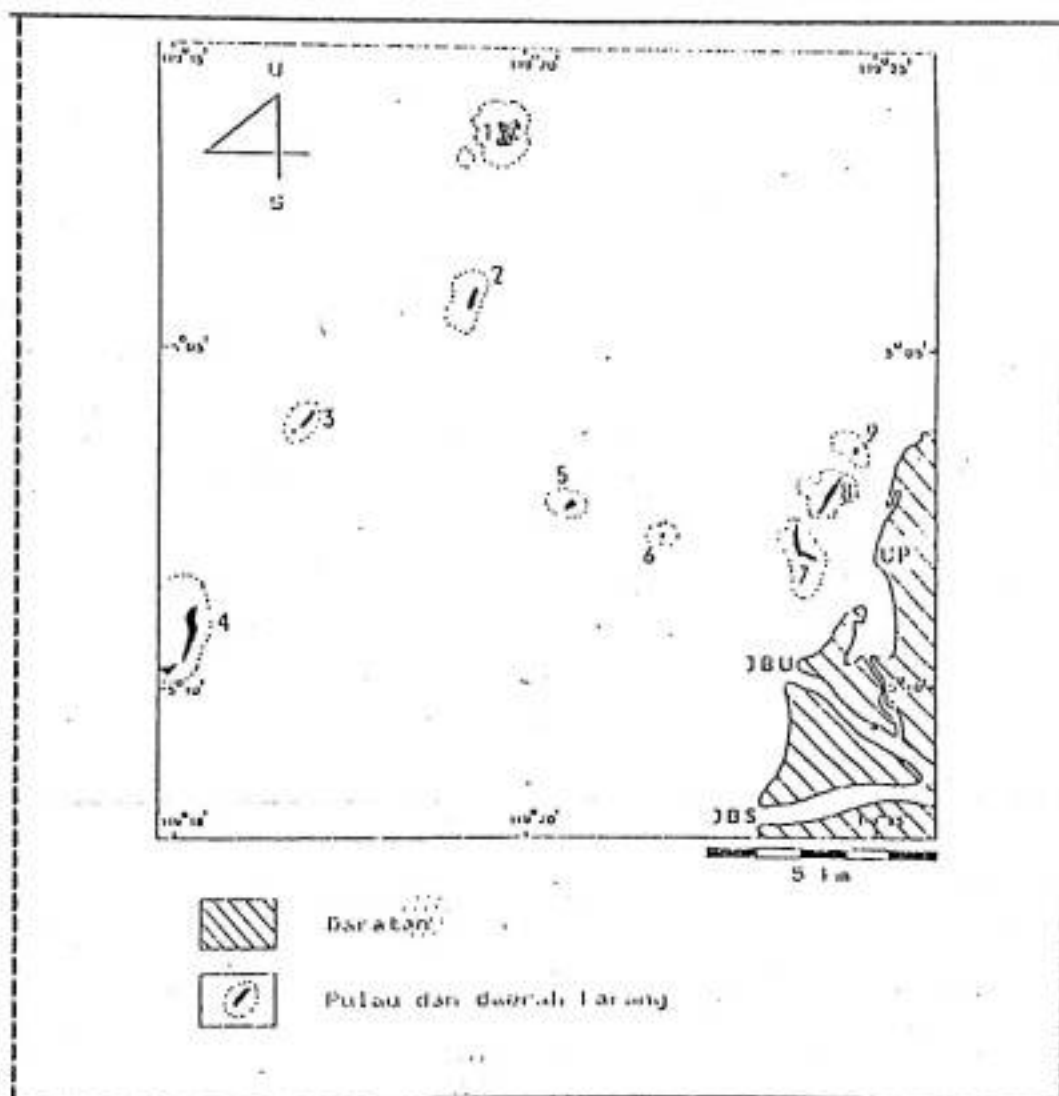
BAB III

POLA PENELITIAN



A. Penentuan Lokasi Pengambilan Contoh

Lokasi pengambilan contoh di Perairan Ujung Pandang, sekitar Pulau Barrang Lompo. Contoh diambil pada kedalaman 0,5 - 1 m dari permukaan.



Gambar IV. Lokasi pengambilan contoh¹⁹⁾

Keterangan gambar pada Lampiran 9

B. Pengambilan Contoh

Contoh sedimen sebanyak 12 diambil dengan alat berbentuk tabung silinder kaca berskala yang disebut *core* dengan diameter 6 cm, sedangkan 1 contoh sedimen diambil menggunakan sekop. Setelah itu ke-12 contoh sedimen dipotong masing - masing dengan ketebalan 0 - 2 cm, 2 - 4 cm, 4 - 6 cm, 6 - 8 cm, dan 8 - 10 cm, kemudian dimasukkan ke dalam 5 buah wadah yang terbuat dari plastik.

Contoh air kolom diambil 2 botol.

C. Perlakuan Contoh

1. Penyiapan contoh untuk analisis magnesium

a. Pemisahan "air interstisial" sedimen dan penyaringan air laut

"Air interstisial" ditarik dari sedimen dengan bantuan gas nitrogen pada tekanan rendah dan menggunakan alat *Sartorius Membran Filter GMBH* dan kertas saring *Schleicher dan Schuell* dengan ukuran pori 0,45 mikron. Filtrat yang diperoleh disaring dengan *Sartorius Minisart NML* dengan ukuran pori 0,2 mikron

untuk memperoleh hasil yang siap untuk dianalisis.

Air kolom yang diambil, kemudian disaring dengan menggunakan penyaring *Sartorius Minisart NML* untuk memperoleh hasil yang siap untuk dianalisis.

2. Penyiapan contoh untuk analisis ion fosfat

Contoh sedimen yang diambil menggunakan sekop dicuci dengan cara sebagai berikut :

- a. Sedimen dibersihkan dari kotoran - kotoran, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari.
- b. Sedimen dimasukkan ke dalam botol polietilen.
- c. Tambahkan 500 ml aqua demineralisasi.
- d. Kocok dengan pengocok otomatis selama 4 jam.
- e. Kemudian ganti airnya.
- f. Lakukan cara yang sama sebanyak 7 kali.
- g. Sedimen dikeringkan pada oven dengan suhu 150°C .

D. Analisis Kadar

1. Kadar magnesium

a. Pengerjaan contoh

Contoh diencerkan dengan HCl 1%.

b. Analisis dengan SSA.

Contoh yang berbentuk larutan dianalisis dengan menggunakan SSA. Larutan standar dan blanko memakai pengencer yang sama dengan contoh.

2. Kadar ion fosfat

a. Pengerjaan contoh.

Contoh dianalisis menggunakan cara reduksi asam askorbat dengan metode addisi standar, di mana larutan contoh ditambahkan standar.

b. Analisis dengan Spektrofotometri UV - VIS.

Contoh yang berbentuk larutan dianalisis dengan alat Spektrofotometer UV - VIS. Blanko dibuat dengan tidak menambahkan standar dan contoh.

E. Analisis Data

1. Analisis data magnesium.

Dari hasil analisis standar, dibuat kurva kalibrasi dengan menggunakan persamaan garis regresi. Kurva ini digunakan untuk menentukan kadar contoh dengan cara memplotkan absorbans yang diamati pada kurva tersebut.

2. Analisis data ion fosfat

Konsentrasi fosfor dari contoh dihitung dengan menggunakan persamaan addisi standar.

F. Penarikan Kesimpulan

Dari seluruh hasil pekerjaan di atas dapat ditarik kesimpulan.

BAB IV

ALAT, BAHAN, DAN PROSEDUR ANALISIS

A. Alat - Alat Yang Digunakan

1. SSA merk Shimadzu AAS AA - 640 - 13
2. Spektrofotometer UV - VIS merk Shimadzu UV - 240
3. Lampu katoda berongga untuk logam magnesium merk Hamamatsu Photonic Kok
4. Gelas piala 50 ml, 100 ml, 400 ml merk Pyrex, USA
5. Pipet gondok 1 ml, 5 ml, 10 ml merk Fisher Brand
6. Pipet ukur 1 ml, 2 ml, 10 ml, 25 ml merk Pyrex, USA
7. Pipet ukur mikro 0,1 ml merk Fisher Brand
8. Labu ukur 25 ml, 50 ml, 100 ml, 500 ml, 1000 ml merk Pyrex, USA
9. Gelas ukur 50 ml merk Pyrex, USA
10. Batang pengaduk
11. Pipet tetes
12. Labu semprot plastik
13. Botol polietilen 25 ml, 300 ml
14. Corong
15. Karet pengisap

16. Kertas tissue
17. Neraca analitik merk Mettler PM 200
18. Kertas Saring merk Schleicher dan Schuell dan merk Sartorius Minisart NML
19. Peralatan press merk Sartorius Membran Filter GMBH
20. Alat untuk mengambil sampel core
21. Spoit merk Pneumatische Spritze Antlia
22. Pengocok otomatis

B. Bahan - Bahan Yang Digunakan

- | | |
|-------------------------------|----------|
| 1. Asam klorida p.a | E. Merck |
| 2. Logam magnesium | |
| 3. Magnesium sulfat dehidrat | E. Merck |
| 4. Ammonium para molibdat | E. Merck |
| 5. Asam sulfat p.a | E. Merck |
| 6. Asam askorbat | E. Merck |
| 7. Kalium antimonil - tartrat | E. Merck |
| 8. Natrium klorida | E. Merck |
| 9. Asam borat | E. Merck |
| 10. Kalium klorida | E. Merck |
| 11. Natrium hidrogen karbonat | E. Merck |
| 12. Kalium dihidrogen fosfat | E. Merck |

13. Aqua demineralisasi
14. Udara
15. Gas asetilen
16. Gas nitrogen

C. Prosedur Analisis

1. Analisis magnesium

a. Pembuatan larutan contoh

- 1). Pipet masing - masing 0,05 ml sampel.
Masukkan ke dalam labu takar 100 ml.
Encerkan dan tepatkan volumenya dengan
HCl 1% hingga tanda batas.
- 2). Pembuatan larutan standar dan blanko
gunakan larutan pengencer yang sama dengan
contoh.

b. Pembuatan larutan standar²⁾

- 1). Pembuatan larutan baku Mg 1000 ppm.
Timbang dengan teliti 0,100 g logam Mg.
Larutkan dengan sedikit mungkin HCl
(1+1). Masukkan ke dalam labu takar 100
ml. Tepatkan volumenya dengan HCl 1%
hingga tanda batas.

2). Pembuatan larutan Mg 50 ppm.

Pipet 5 ml larutan baku 1000 ppm. Masukkan ke dalam labu takar 100 ml. Encerkan dan tepatkan volumenya hingga tanda batas.

3). Pembuatan deret standar.

Dari larutan standar 50 ppm, buat deret standar sebagai berikut: 0,05 ; 0,08 ; 0,1 ; 0,2 ; dan 0,4 ppm.

c. Pengukuran dengan alat SSA

1). Nyalakan alat SSA dengan kondisi analisis

logam Mg adalah :

Panjang gelombang	285,2 nm
Arus lampu	5 mA
Lebar celah	3,8 A
Tinggi nyala	5 nm
Laju aliran udara	10 l/menit
Laju aliran asetilen	4 l/menit
Tinggi larutan	5 cm

d. Teknik kurva kalibrasi dalam metode

Spektrofotometri Serapan Atom

1). Siapkan deret standar.

2). Siapkan pula larutan contoh.

- 3). Aspirasikan larutan blanko ke dalam nyala udara - asetilen, kemudian nolkan dengan menekan tombol zero set.
- 4). Aspirasikan deret larutan standar ke dalam nyala menurut bertambahnya konsentrasi.
- 5). Catat nilai - nilai absorbans dari setiap larutan standar (minimal 3 kali pengukuran).
- 6). Aspirasikan larutan blanko lagi.
- 7). Aspirasikan larutan contoh dan catat nilai - nilai absorbansnya (minimal 3 kali pengukuran)
- 8). Nilai - nilai absorbans dari deret larutan standar dialurkan terhadap konsentrasi.

2. Analisis ion fosfat

a. Penyiapan contoh

- 1). Pembuatan larutan $P - PO_4^{-3}$ 1000 μM .

Timbang dengan teliti 0,136 g kalium dihidrogen fosfat. Larutkan dengan aqua demineralisasi. Masukkan ke dalam labu takar 1000 ml. Encerkan dan tepatkan

volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

2). Pembuatan larutan P - PO_4^{-3} 50 μM .

Pipet 25 ml larutan P- PO_4^{-3} 1000 μM .

Masukkan ke dalam labu takar 500 ml.

Encerkan dan tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

3). Pembuatan larutan Mg^{2+} 5 g/l.

Timbang dengan teliti 25,625 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Larutkan dengan aqua demineralisasi.

Masukkan ke dalam labu takar 500 ml.

Encerkan dan tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi.

4). Pembuatan air laut buatan¹²⁾

Timbang dengan teliti:

natrium klorida	25,43 g
kalium klorida	0,70 g
asam borat	0,03 g
natrium hidrogen karbonat	0,20 g

Larutkan dengan aqua demineralisasi.

Masukkan ke dalam labu takar 1000 ml.



Tepatkan volumenya hingga tanda batas dengan aqua demineralisasi.

b. Perlakuan contoh

- 1). Timbang dengan teliti 0,200 gram kalsium karbonat murni. Masukkan masing - masing ke dalam 8 botol polietilen.
- 2). Pada masing - masing botol tambahkan 5 ml larutan P - PO_4^{-3} 50 μM
- 3). Tambahkan konsentrasi larutan magnesium yang bervariasi yaitu : 0,0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 ; 1,2 ; dan 1,4 g/l pada masing - masing botol.
- 3). Tambahkan air laut buatan hingga 50 ml.
- 4). Tutup botol dan goyang dengan pengocok otomatis selama 24 jam pada temperatur kamar.
- 5). Lakukan cara yang sama untuk sedimen kalsium karbonat di mana 8 botol ditambahkan 5 μM larutan P - PO_4^{-3} dan 8 botol tidak ditambahkan 5 μM larutan P - PO_4^{-3} .

c. Pembuatan reagen ¹⁰⁾

1). Larutan ammonium paramolibdat.

Timbang 15,000 g ammonium paramolibdat.
Larutkan dengan aqua demineralisasi.
Masukkan ke dalam labu labu takar 500 ml.
Encerkan dan tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

2). Larutan asam sulfat.

Tambahkan 14 ml asam sulfat p.a ke 50 ml aqua demineralisasi ke dalam labu takar 100 ml. Encerkan dan tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

3). Larutan asam askorbat.

Timbang 2,700 g asam askorbat. Larutkan dengan aqua demineralisasi. Masukkan ke dalam labu takar 50 ml. Encerkan dan tepatkan volumenya hingga tanda batas dengan aqua demineralisasi.

4). Larutan kalium antimonil - tartrat

Timbang dengan teliti 0,340 g kalium antimonil tartrat. Larutkan dengan aqua

demineralisasi. Masukkan ke dalam labu takar 50 ml. Encerkan dan tepatkan volumenya hingga tanda batas dengan aqua demineralisasi.

5). Reagen campuran.

Campurkan 20 ml larutan ammonium paramolibdat, 50 ml asam sulfat, 20 ml asam askorbat, dan 10 ml kalium antimonil - tartrat.

d. Pembuatan larutan standar

1). Pembuatan larutan persediaan $P - PO_4^{-3}$ 1000 ppm.

Timbang dengan teliti 0,4387 g kalium dihidrogen fosfat. Larutkan dengan aqua demineralisasi. Masukkan ke dalam labu

takar 1000 ml. Encerkan dan tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

2). Pembuatan larutan $P - PO_4^{-3}$ 50 ppm

Pipet 5 ml larutan $P - PO_4^{-3}$ dari larutan persediaan 1000 ppm. Masukkan ke dalam labu

takar 100 ml. Encerkan dan tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

3). Pembuatan standar 0,5 ppm $P - PO_4^{-3}$.

Pipet 1 ml larutan $P - PO_4^{-3}$ dari larutan standar $P - PO_4^{-3}$ 50 ppm. Masukkan ke dalam labu takar 100 ml. Tambahkan 10 ml reagen campuran. Cukupkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

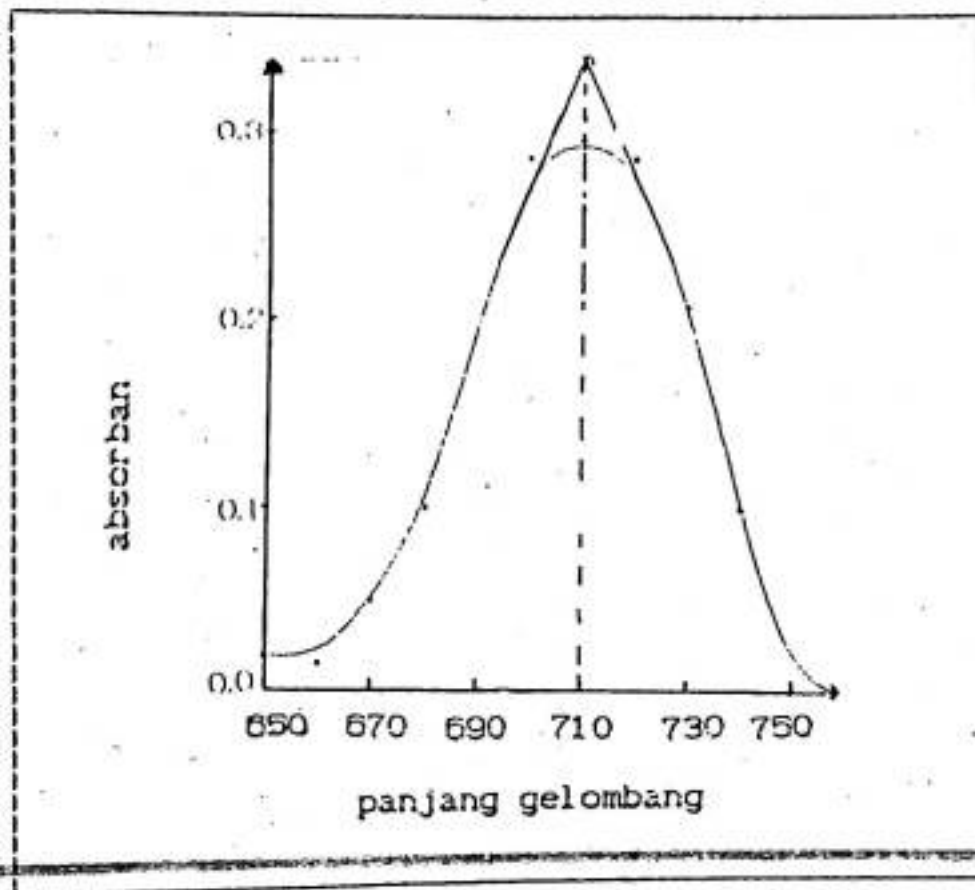
e. Analisis contoh

1). Pipet masing - masing 10 ml contoh. Masukkan ke dalam labu takar 25 ml. Tambahkan 0,5 ppm $P - PO_4^{-3}$. Tambahkan 2,5 ml reagen campuran. Tepatkan volumenya dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

2). Blanko dibuat dengan menambahkan 2,5 ml reagen campuran ke dalam labu takar 25 ml. Volumenya ditepatkan dengan aqua demineralisasi hingga tanda batas.

f. Pengukuran dengan alat Spektrofotometer UV - VIS

1). Nyalakan Spektrofotometer UV - VIS dengan panjang gelombang 710 nm.



Gambar V. Hasil optimasi panjang gelombang yang digunakan

- 2). Siapkan larutan contoh.
- 3). Siapkan blanko.

- 4). Siapkan standar
- 5). Masukkan larutan blanko pada kuvet dan ukur serapannya.
- 6). Masukkan standar dan ukur serapannya.
- 7). Masukkan masing - masing contoh dan ukur serapannya.
- 8). Konsentrasi $P - PO_4^{-3}$ pada contoh dihitung dengan metode addisi standar.

3. Analisis data

a. Pengukuran kadar magnesium

Dari hasil pengukuran deret larutan standar di atas dapat dibuat kurva baku untuk logam magnesium. Untuk menarik garis lurus pada grafik antara absorbans versus konsentrasi perlu bantuan persamaan garis regresi. Sumbu x

adalah konsentrasi dalam ppm dan sumbu y adalah

absorbans (A). Persamaan garis regresi adalah :

$$Y = a X + b$$

di mana $a = \text{suatu konstanta}$

$$b = \text{tg } \alpha$$

Nilai - nilai a dan b dapat dihitung dengan memakai rumus :

$$a = \frac{(\sum y - b) \sum x}{n}$$

$$b = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

Bila nilai - nilai tersebut telah didapatkan, maka absorbans dan konsentrasi diuji korelasinya dengan menggunakan persamaan koefisien korelasi berikut :

$$r = \frac{\sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{\{n \sum x^2 - (\sum x)^2\} \{n \sum y^2 - (\sum y)^2\}}}$$

Nilai r secara teori bisa :

= + 1 ; berarti ada korelasi positif

= 0 ; berarti tidak ada korelasi

~~= - 1 ; berarti ada korelasi negatif~~

Dalam prakteknya nilai r tidak tepat sama dengan nilai - nilai tersebut di atas. Oleh sebab itu perlu diuji dengan pertolongan daftar r (Lampiran 3). Ini dapat dilakukan pada P tertentu dengan derajat bebas :

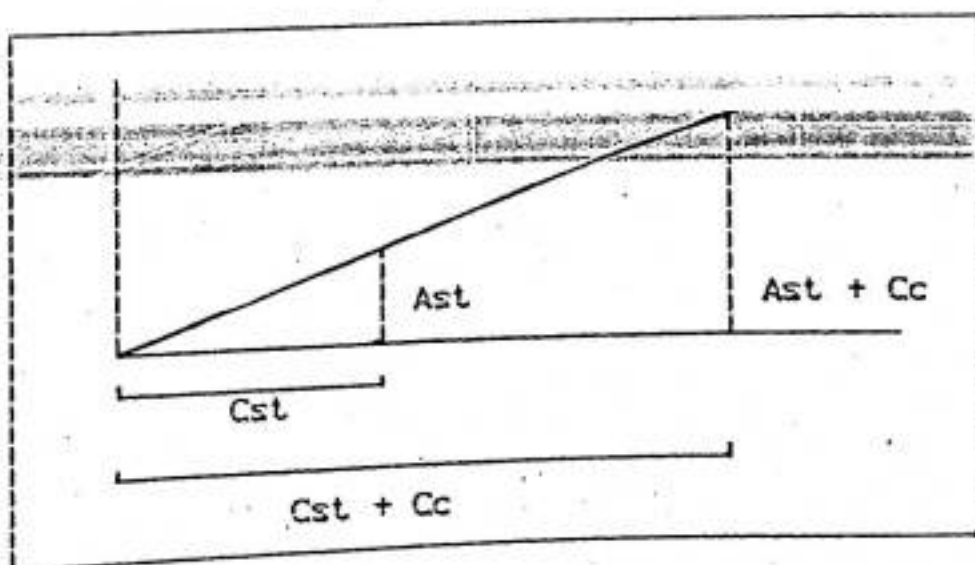
$$DB = N - 2$$

di mana N adalah jumlah pasangan.

Apabila nilai r yang dihitung lebih kecil daripada yang terdapat dalam tabel pada P tertentu, maka ini berarti tidak ada korelasi. Sebaliknya jika nilai r yang dihitung lebih besar daripada r di tabel berarti ada korelasi.¹⁴⁾

b. Penentuan kadar ion fosfat

Pada penentuan kadar ion fosfat digunakan persamaan addisi standar. Metode ini digunakan untuk pengukuran kadar yang lebih rendah daripada kadar pengukuran minimum. Kadar dihitung berdasarkan persamaan segitiga sebangun yaitu :



Gambar VI. Persamaan segitiga sebangun,

$$\frac{A_{st}}{A_{st+c}} = \frac{C_{st}}{C_{st} + C_c}$$

$$C_c = \left[\frac{A_{st+c}}{A_{st}} - 1 \right] \times C_{st}$$

dimana C_c = konsentrasi contoh

C_{st} = konsentrasi standar

A_{st} = absorban standar

$A_{(st+c)}$ = absorban campuran standar dan contoh

c. Pembuatan kurva non linier

Pada penentuan penyerapan ion fosfat oleh kalsium karbonat murni dan sedimen kalsium karbonat, kurva yang diperoleh tidak memperlihatkan hubungan yang linier, sehingga digunakan persamaan regresi non linier model parabola kubik. Persamaan untuk model ini adalah :

$$\hat{Y} = a + bX + cX^2 + dX^3$$

dengan koefisien a, b, c, dan d dihitung dari

data hasil pengamatan. Sistem persamaan yang harus diselesaikan untuk menentukan a, b, c, dan d adalah :

$$\sum Y_1 = n a + b \sum X + c \sum X^2 + d \sum X^3$$

$$\sum X_1 Y_1 = a \sum X + b \sum X^2 + c \sum X^3 + d \sum X^4$$

$$\sum X_1 Y_1^2 = a \sum X^2 + b \sum X^3 + c \sum X^4 + d \sum X^5$$

$$\sum X_1 Y_1^3 = a \sum X^3 + b \sum X^4 + c \sum X^5 + d \sum X^6$$

Untuk mengukur derajat hubungan antara kadar kadar Mg^{2+} (X) dan kadar fosfat (Y) digunakan persamaan indeks determinasi (I) dengan rumus :

$$I = \frac{(\sum (Y_1 - \bar{Y})^2 - \sum (Y_1 - \hat{Y}_1)^2)}{(\sum (Y_1 - \bar{Y})^2)}$$

Dimana \bar{Y} menyatakan rata - rata untuk data variabel Y dan $\hat{Y} = f(x)$

Secara umum berlaku $0 < I < 1$. Nilai I mendekati 1, titik - titik diagram mendekati garis regresi dan sebaliknya I mendekati 0, titik - titik diagram jauh dari garis regresi. ¹⁴⁾

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari analisis magnesium yang terdapat pada "air interstisial" sedimen pada berbagai kedalaman dan air kolom dapat dilihat pada Tabel 1. Besarnya kadar ion fosfat yang diserap kalsium karbonat dapat dilihat pada Tabel 2 dan 3. Di bawah ini hasil - hasil tersebut akan dibahas satu per satu.

A. Magnesium

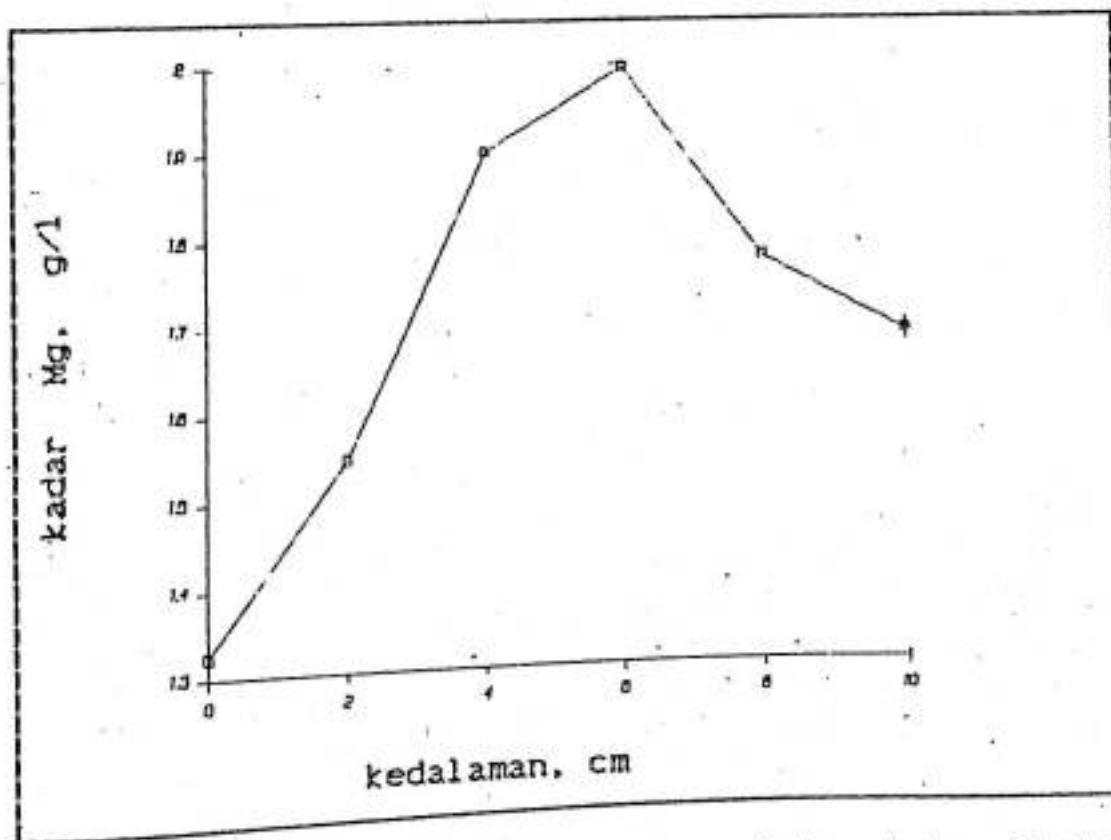
Hasil analisis kadar magnesium pada "air interstisial" sedimen dan air kolom menunjukkan bahwa kadar magnesium terendah pada ketebalan 0 - 2 cm dari permukaan sedimen. Selanjutnya kadar tersebut cenderung naik hingga kedalaman 6 cm dari permukaan sedimen. Untuk kedalaman lebih daripada 6 cm, kadar magnesium mengalami penurunan. Hasil tersebut dapat dilihat pada Tabel di bawah ini :

Tabel 1. Kadar magnesium dalam berbagai kedalaman sedimen dan air kolom

Kedalaman, cm	Kadar Mg, g/l
0 - 2	1,546
2 - 4	1,899
4 - 6	1,996
6 - 8	1,773
8 - 10	1,683
air kolom	1,325

Magnesium sebagai unsur yang terdapat di laut dapat mengalami pengendapan. Pengendapan tersebut dapat berasal dari tumbuh - tumbuhan, hewan - hewan laut yang telah mati, dan dari laut itu sendiri. Pengendapan ini menyebabkan magnesium mengalami difusi dalam sedimen. Pada lapisan atas sedimen sampai 6 cm dari permukaan sedimen, kadar magnesium naik karena struktur permukaan sedimen tidak rapat, sebab masih dipengaruhi oleh gerakan air

laut, sehingga magnesium yang mengalami pengendapan dapat terdifusi dalam sedimen; dan pada kedalaman tersebut banyak mikroorganisme yang apabila mati, skeleton - skeletonnya dapat menjadi sumber adanya magnesium. Pada lapisan yang lebih dalam, struktur sedimen lebih rapat sehingga magnesium sulit terserap ke dalam sedimen. Hal ini yang menyebabkan konsentrasi magnesium turun. Turunnya konsentrasi magnesium dapat pula disebabkan penarikan oleh klorit untuk pembentukan mineral dolomit.



Gambar VII. Kadar magnesium dalam "air interstisial" pada berbagai kedalaman

B. Ion Fosfat

Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan kalsium karbonat murni dapat dilihat pada Tabel di bawah ini :

Tabel 2. Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan setelah diaduk bersama dengan kalsium karbonat murni selama 24 jam

Konsentrasi Mg^{2+} g/l	Kadar P - PO_4^{-3} μM
0,0	5,183
0,2	4,551
0,4	3,792
0,6	3,539
0,8	3,539
1,0	3,918
1,2	4,298
1,4	4,171

Kadar ion fosfat yang diserap kalsium karbonat murni cenderung menurun pada penambahan kadar magnesium 0,0 - 0,8 g/l. Kemudian penambahan 1,0 - 1,2 g/l magnesium, kadar ion fosfat yang diserap naik.

Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan sedimen kalsium karbonat dapat dilihat pada Tabel di bawah ini :

Tabel 3. Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan setelah diaduk bersama dengan sedimen kalsium karbonat selama 24 jam

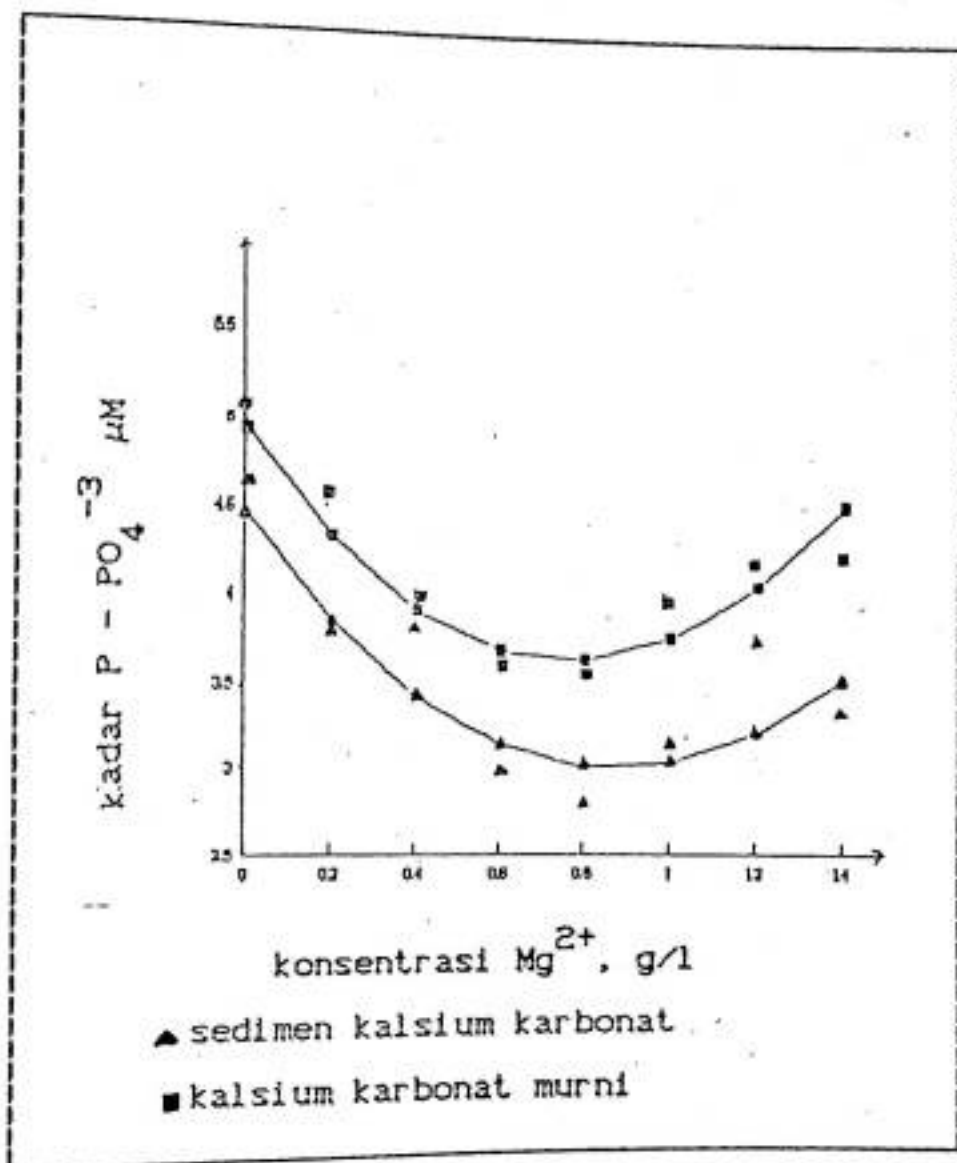
Konsentrasi Mg ²⁺ g/l	Kadar P - PO ₄ ⁻³ μM
0,0	4,551
0,2	3,660
0,4	3,660
0,6	3,033
0,8	2,654
1,0	3,286
1,2	3,540
1,4	3,286

Berdasarkan data yang diperoleh di atas, kemungkinan pengaruh magnesium terhadap penyerapan ion fosfat karena ion magnesium dapat mengurangi aktivitas ion fosfat. Magnesium dapat mengganti kedudukan kalsium pada kalsium karbonat yang dapat terjadi dengan cara seperti berikut ini.

- a. Magnesium lebih reaktif daripada kalsium sehingga magnesium dapat menduduki posisi kalsium pada waktu pengendapan kalsium dengan fosfat membentuk kalsium fosfat.
- b. Ion - ion yang ada dapat menambah hasil kali kelarutan kalsium karbonat. Kemudian hasil kali kelarutan kalsium karbonat akan bertambah secara kontinyu sejalan dengan bertambahnya kadar magnesium yang ditambahkan ke dalam larutan. Hal ini dapat terjadi dengan pertukaran kalsium oleh magnesium pada permukaan kalsium karbonat. Pertukaran ini dapat mempengaruhi posisi adsorpsi, selama ion fosfat mempunyai affinitas yang lebih rendah dengan magnesium daripada dengan kalsium.



Akibatnya adsorpsi ion fosfat oleh kalsium karbonat berkurang.



Gambar VIII. Kadar ion fosfat yang sisa dalam larutan kalsium karbonat murni dan sedimen kalsium karbonat

Persamaan garis :

- sedimen kalsium karbonat :

$$\hat{Y} = 4,451 - 3,346 X + 1,965 X^2 - 0,031 X^3$$

- kalsium karbonat murni

$$\hat{Y} = 4,931 - 3,481 X + 2,411 X^2 - 0,094 X^3$$

Ion Fosfat yang diserap oleh sedimen kalsium karbonat lebih sedikit dibanding kalsium karbonat murni. Kemungkinan karena dalam laut banyak dipengaruhi oleh lingkungan yaitu banyak terdapat ion - ion yang dapat menghambat penyerapan fosfat pada kalsium karbonat.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan :

1. Kadar magnesium dalam air kolom sangat rendah yaitu 1,325 g/l, sedangkan pada "air interstisial" sedimen kadar terendah pada kedalaman 0 - 2 cm yaitu 1,546 g/l, dan kadar tertinggi pada kedalaman 4 - 6 cm dari permukaan sedimen yaitu 1,996 g/l.
2. Magnesium dapat menghambat penyerapan ion fosfat oleh sedimen kalsium karbonat. Kadar ion fosfat yang diserap mengalami penurunan pada penambahan kadar magnesium dari 0 hingga 0,8 g/l.
3. Ion fosfat yang diserap oleh sedimen kalsium karbonat lebih sedikit daripada yang diserap oleh kalsium karbonat murni.

B. Saran

1. Penentuan kadar ion fosfat dilakukan dengan metode addisi standar, karena kadar ion fosfat yang diserap kecil sekali. Untuk memperoleh hasil yang baik, percobaan harus dilakukan berulang - ulang karena perbedaan serapan kecil. Diharapkan adanya

penelitian lanjutan untuk memperoleh metode penentuan kadar yang lebih rendah daripada kadar pengukuran minimum.

2. Diharapkan adanya penelitian lanjutan untuk menghilangkan kadar fosfat yang terdapat dalam sedimen kalsium karbonat, sehingga penentuan penyerapan ion fosfat oleh sedimen kalsium karbonat tidak memerlukan pembanding lagi.
3. Penelitian mengenai faktor - faktor yang mempengaruhi penyerapan unsur hara hendaknya perlu dilakukan, mengingat unsur hara sangat penting untuk kelangsungan hidup tumbuh - tumbuhan laut.

DAFTAR PUSTAKA

1. Amer, F., A. A. Mahmoud, dan V. Sebet., "Zeta Potential and Surface Area of CaCO_3 as Related to Phospate Sorption", J. Soil Science of American, 49, 1985, hal. 1137.
2. Annual Book of ASTM Standards, Water and Enviromental Technology, Section 11, Vol. 11.01, Water (1) Amerika Serikat : American Society Fortesting Materials, 1984, hal 368 - 370.
3. Day, A. A. dan A. L. Underwood, Analisa Kimia Kuantitatif, Terjemahan R. Soendoro, Jakarta : Erlangga, 1985, hal. 409.
4. Diananjaya, I., Distribusi Logam Berat Cd, Cu, dan Zn, dalam Sediman Permukaan Laut Dangkal, Skripsi Kesarjanaan, tidak diterbitkan, Ujung Pandang : FMIPA UNHAS, 1989, hal. 9 - 21, 28 - 31.
5. Hadisuwoyo, M., Analisis Spektrofotometri Serapan Atom, Ujung Pandang : Lab. Kimia Analitik, Jurusan Kimia, FMIPA, UNHAS, 1990, hal. 1 - 2, 6 - 7.
6. Heslop, R. B. dan P. L. Robinson, Inorganic Chemistry, Amsterdam : Elsevier Publishing Company, 1960, hal. 252 - 257.

7. Horne, R.A., Marine Chemistry, New York : John Wiley International Science, 1969, hal. 214 - 215, 397.
8. Kitano, Y., M. Okumura, dan D. Masathosi., "Uptake of Phospate Ions by Calcium Carbonate", J. Geochemical, 1977, hal. 368 - 370.
9. Kuo, S. dan Mikelsen S.D., "Effect of Magnesium on Phospate Adsorption by Calcium Carbonate" J. Soil Scienci, 127, USA : The Williams and Wilkins Company, 1979, hal. 65 - 66.
10. Martens, S. C. dan C. R. Harris., "Inhibition of Apatite Precipitation in The Marine Environment by Magnesium Ions", J. Geochemical, Ireland Northern : Pergamon Press, hal. 621 - 624.
11. Martin, D. F., Marine Chemistry, New York : Marcel Dekker, 1972, 2 en edition, Vol. 1, hal. 126 - 129.
12. Noor, A. dan A. Abdullah, Landasan Teori Spektrofotometer Serapan Lembayung Ultra dan Tampak, dalam A. Noor (ed), Spektroskopi Analitik Ujung Pandang : Lab. Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA, UNHAS, 1989, hal. 41 - 42, 51 - 54, 57, 75.
13. Storm, C., "Influence of Rivers System and Hydrodynamic on The Water Quality During on Monsoonal Period", Netherland : Dep. of Physics Univ. of Ultrécht, 1989, hal. 11.

14. Sudjana, Metode Statistika, Bandung : Tarsito, 1992, hal. 212 - 216, 337 - 368.
15. Tait, V. B., Elements of Marine Ecology, Third Edition, London : Butter Worths, 1981, hal. 84.
16. Trudinger, P. A. dan D. J. Swaine, Biogeochemical Cycling of Mineral Forming Elements, Holland : Elsevier Scientific Publishing Company, 1979, hal. 32 - 33.
17. Valiela, I., Marine Ecological Processes, New York : Spiringer Verlag New York Inc, 1984, hal. 312 - 314.
18. Yadav, R. B., V. K. Paliwal, dan N. M. Nimgade., "Effect of Magnesium - Rich Water on Phospate Adsorption by Calcite"; J. Soil Science, 138, USA : The Williams and Wilkins Company, 1984, hal. 156.

Lampiran 1. Hasil pengukuran serapan dan perhitungan kadar pada penentuan magnesium

Kedalaman, cm	Absorban, A°	Kadar Mg, g/l
0 - 2	0,599	1,546
2 - 4	0,740	1,899
4 - 6	0,779	1,998
6 - 8	0,674	1,773
8 - 10	0,654	1,683
air kolom	0,511	1,325

Konsentrasi dari kurva baku = 0,775 mg/l. Contoh diambil 0,05 ml, kemudian diencerkan menjadi 100 ml. Kadar magnesium dalam g/l larutan contoh adalah :

$$\begin{aligned} \text{Kadar Mg} &= 0,775 \text{ mg/l} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{100 \text{ ml}}{0,05 \text{ ml}} \\ &= 1,546 \text{ g/l} \end{aligned}$$

Lampiran 2. Hasil pengukuran serapan dan perhitungan garis regresi magnesium

Konsentrasi, X	Absorban, Y
0,05	0,020
0,05	0,021
0,05	0,022
0,08	0,042
0,08	0,043
0,08	0,043
0,10	0,062
0,10	0,064
0,10	0,064
0,20	0,144
0,20	0,144
0,20	0,144
0,40	0,300
0,40	0,301
0,40	0,299

Persamaan garis regresi :

$$Y = a + b X$$

Dari perhitungan diperoleh hasil yaitu :

$$a = - 0,01841$$

$$b = 0,79887$$

$$r = 0,9998$$

Persamaan garis regresi menjadi :

$$Y = -0,018412 + 0,79887 X$$

Dari hasil uji r pada Lampiran 3 dengan derajat kepercayaan 95% ternyata nilai r hasil perhitungan di atas lebih besar daripada nilai r pada tabel. Dengan demikian terdapat korelasi antara X dan Y.

Lampiran 3. koefisien korelasi r

DB	r				
	0,10	0,05	0,02	0,01	0,001
1	0,988	0,997	0,999	1,000	1,000
2	0,900	0,950	0,980	0,990	0,999
3	0,805	0,878	0,934	0,959	0,992
4	0,729	0,811	0,882	0,917	0,974
5	0,669	0,754	0,833	0,874	0,951
6	0,621	0,707	0,789	0,834	0,925
7	0,582	0,666	0,750	0,798	0,898
8	0,549	0,632	0,716	0,765	0,872
9	0,521	0,602	0,685	0,735	0,847
10	0,497	0,576	0,658	0,708	0,823
11	0,476	0,553	0,634	0,684	0,801
12	0,457	0,532	0,612	0,661	0,780
13	0,441	0,514	0,592	0,641	0,760
14	0,426	0,497	0,574	0,623	0,742
15	0,412	0,482	0,558	0,606	0,725
16	0,400	0,468	0,543	0,590	0,708
17	0,389	0,456	0,528	0,575	0,693
18	0,378	0,444	0,516	0,561	0,679
19	0,369	0,433	0,503	0,549	0,665
20	0,360	0,423	0,492	0,537	0,652

Lampiran 4. Hasil pengukuran serapan dan perhitungan kadar pada penentuan penyerapan ion fosfat oleh CaCO_3 murni

Konsentrasi Mg^{2+} g/l	Absorbans, A°	Kadar P - PO_4^{-3} μM
0,0	0,360	5,183
0,2	0,355	4,551
0,4	0,349	3,792
0,6	0,347	3,539
0,8	0,347	3,539
1,0	0,350	3,918
1,2	0,353	4,298
1,4	0,352	4,171

Serapan larutan standar (kadar fosfat 0,5 ppm P) = 0,319

Pada pengukuran, 10 ml contoh diencerkan sampai 25 ml,

dan dari persamaan perhitungan metode addisi standar

diperoleh :

$$\begin{aligned} \text{Kadar fosfat} &= \frac{25 \text{ ml}}{10 \text{ ml}} \times \left[\frac{0,360}{0,319} - 1 \right] \times 0,5 \times \frac{1000}{31} \mu\text{M P} \\ &= 5,183 \mu\text{M} \end{aligned}$$

Lampiran 5. Hasil pengukuran serapan dan perhitungan kadar pada penentuan serapan ion fosfat oleh sediman CaCO_3

Konsentrasi Mg^{2+} g/l	Absorbans, A°	Kadar P - PO_4^{-3} μM
0,0	0,355	4,551
0,2	0,348	3,660
0,4	0,348	3,660
0,6	0,343	3,033
0,8	0,340	2,654
1,0	0,345	3,286
1,2	0,347	3,540
1,4	0,345	3,286

Serapan larutan standar (kadar fosfat 0,5 ppm P) = 0,319.

Perhitungan kadar seperti pada perhitungan kadar fosfat pada Lampiran 4.

Lampiran 6. Hasil pengukuran serapan dan perhitungan kadar pada penentuan pelepasan ion fosfat oleh sedimen CaCO_3

Konsentrasi Mg^{2+} g/l	Absorbans, A^0	Kadar P - PO_4^{-3} μM
0,2	0,334	2,896
0,4	0,335	2,022
0,6	0,329	1,264
0,8	0,326	0,895
1,0	0,331	1,475
1,2	0,329	1,264
1,4	0,327	1,137

Serapan larutan standar (kadar fosfat 0,5 ppm P) = 0,319

Perhitungan kadar seperti pada perhitungan kadar fosfat

Lampiran 4.

Lampiran 7. Hasil perhitungan besarnya penyerapan ion fosfat oleh sedimen CaCO_3

Konsentrasi Mg^{2+} , g/l	Kadar P - PO_4^{3-} , μM
0,0	4,551
0,2	0,764
0,4	1,638
0,6	1,769
0,8	1,769
1,0	1,811
1,2	2,276
1,4	2,149

Kadar ion fosfat yang tersisa dalam larutan diperoleh dari jumlah antara kadar pada penentuan penyerapan ion fosfat oleh sedimen kalsium karbonat dengan kadar pada penentuan pelepasan ion fosfat oleh sedimen kalsium karbonat

Lampiran 8. Perhitungan persamaan parabola kubik

Dari persamaan regresi non linier diperoleh :

1. CaCO_3 murni

$$32,99 = 8 \quad a + 5,6 \quad b + 5,6 \quad c + 6,272 \quad d$$

$$22,297 = 5,6 \quad a + 5,6 \quad b + 6,272 \quad c + 7,482 \quad d$$

$$22,610 = 5,6 \quad a + 6,272 \quad b + 7,482 \quad c + 9,257 \quad d$$

$$25,646 = 6,272 \quad a + 7,482 \quad b + 9,257 \quad c + 11,813 \quad d$$

dan diperoleh

$$\hat{Y} = 4,931 - 3,481 X + 2,411 X^2 - 0,094 X^3$$

sedangkan nilai $I = 0,83$

2. Sedimen CaCO_3

$$27,670 = 8 \quad a + 5,6 \quad b + 5,6 \quad c + 6,272 \quad d$$

$$18,273 = 5,6 \quad a + 5,6 \quad b + 6,272 \quad c + 7,482 \quad d$$

$$18,347 = 5,6 \quad a + 6,272 \quad b + 7,482 \quad c + 9,257 \quad d$$

$$20,697 = 6,272 \quad a + 7,482 \quad b + 9,257 \quad c + 11,813 \quad d$$

dan diperoleh

$$\hat{Y} = 4,451 - 3,346 X + 1,965 X^2 - 0,031 X^3$$

sedangkan nilai $I = 0,79$

Lampiran 9. Keterangan untuk peta pengambilan contoh

1. Barrang Lompo
2. Barrang Caddi
3. Kodingareng Keke
4. Kodingareng Lompo
5. Samalona
6. Taka Bako
7. Lae - Lae
8. Gusung
9. Kayangan

UP = Ujung Pandang

JBU = Sungai Jeneberang bagian utara

JBS = Sungai Jeneberang bagian selatan