



UNIVERSITAS INDONESIA

**SPESIASI LOGAM BERAT Pb DAN Cr DENGAN
METODE EKSTRAKSI BERTAHAP DAN MIGRASINYA DARI
SEDIMEN PERAIRAN TELUK JAKARTA MENGGUNAKAN
METODE *DIFFUSIVE GRADIENT IN THIN FILM (DGT)***

Tesis

Doharman Panjaitan

0806421703

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM MAGISTER KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**SPESIASI LOGAM BERAT Pb DAN Cr DENGAN
METODE EKSTRAKSI BERTAHAP DAN MIGRASINYA DARI
SEDIMEN PERAIRAN TELUK JAKARTA MENGGUNAKAN
METODE *DIFFUSIVE GRADIENT IN THIN FILM (DGT)***

TESIS

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
magister sains**

**DOHARMAN PANJAITAN
0806421703**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2010**

PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.



Nama : DOHARMAN PANJAITAN

NPM : 0806421703

Tanda Tangan :

Tanggal : Desember 2010

HALAMAN PERSETUJUAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : DOHARMAN PANJAITAN
NPM : 0806421703
Program Studi : MAGISTER KIMIA
Judul Tesis : **Spesiasi Logam Berat Pb dan Cr dengan Metode Ekstraksi Bertahap dan Migrasinya dari Sedimen Perairan Teluk Jakarta Menggunakan Metode Diffusive Gradient in Thin Film (DGT)**

Tesis ini disetujui untuk dipertahankan di hadapan Dewan Pengaji sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

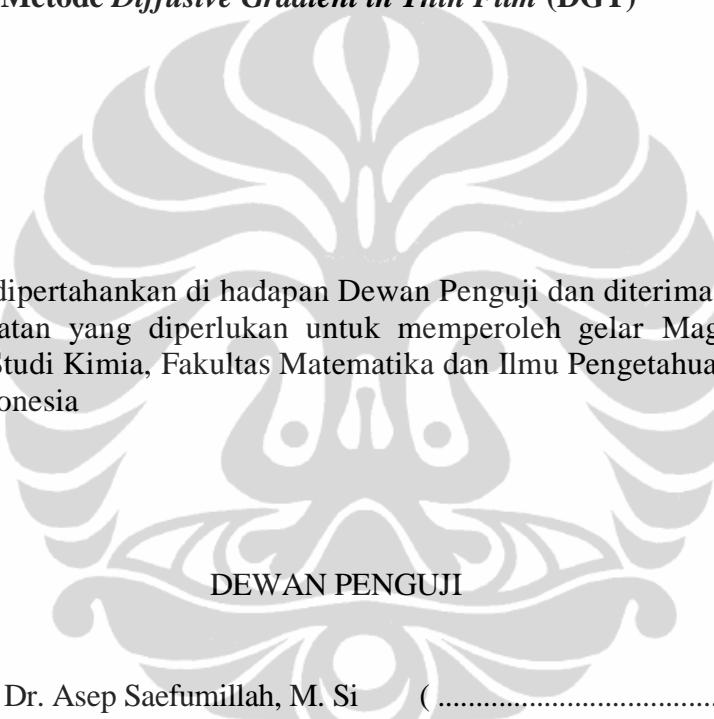
Depok, 29 Desember 2010
Pembimbing,

Dr. Asep Saefumillah, M. Si

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : DOHARMAN PANJAITAN
NPM : 0806421703
Program Studi : MAGISTER KIMIA
Judul Tesis : **Spesiasi Logam Berat Pb dan Cr dengan Metode Ekstraksi Bertahap dan Migrasinya dari Sedimen Perairan Teluk Jakarta Menggunakan Metode Diffusive Gradient in Thin Film (DGT)**

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Pengaji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia



Pembimbing : Dr. Asep Saefumillah, M. Si (.....)
Pengaji : Prof. Dr. Soleh Kosela, M. Sc (.....)
Pengaji : Dr. Ridla Bakri, M. Sc (.....)
Pengaji : Dr. Heri Cahyana, M. Sc (.....)
Pengaji : Dr. Ivandini Tribidasari, M. Sc (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 6 Januari 2011

KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan Tesis ini. Penulisan Tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikannya. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Dr. Asep Saefumillah, M. Sc, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
- (2) Ibu Dra. Noverita Takarina M. Sc, yang telah banyak membantu dalam usaha pinjaman alat dan petunjuk sampling yang saya perlukan;
- (3) Dr. Riwandi Sihombing, M. Sc sebagai dosen pembimbing akademik, yang banyak memberi arahan semasa perkuliahan;
- (4) Dikmenti yang telah memberi beasiswa selama pendidikan;
- (5) Yayasan Bunda Hati Kudus, yang telah memberi dispensasi waktu mengajar, sehingga saya dapat menyelesaikan perkuliahan;
- (6) Istri dan anak-anak saya yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral; dan
- (7) Teman-teman guru kelompok S-2 Kimia yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Doharman Panjaitan
NPM : 0808421703
Program Studi : S2
Departemen : Kimia
Fakultas : MIPA
Jenis karya : Tesis

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul : Spesiasi dan Migrasi Logam Berat Pb dan Cr dari Sedimen Perairan Teluk Jakarta dengan Metode Ekstraksi Bertahap dan DGT.

Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Desember 2010
Yang menyatakan

(Doharman Paanjaitan)

ABSTRAK

Nama : Doharman Panjaitan
Program Studi : S-2 Kimia
Judul : Spesiasi Logam Berat Pb dan Cr dengan Metode Ekstraksi Bertahap dan Migrasinya dari Sedimen Perairan Teluk Jakarta Menggunakan Metode *Diffusive Gradient in Thin Film* (DGT)

Spesiasi logam berat Pb dan Cr dengan metode ekstraksi bertahap dan migrasinya dari sedimen perairan teluk Jakarta menggunakan metode *Diffusive Gradient in Thin Film* (DGT), telah dilakukan di laboratorium Departemen Kimia UI, dengan sampel sedimen dari Cengkareng Drain, Kapuk, Jakarta Utara. Hasil penelitian logam berat dengan Ekstraksi bertahap diperoleh, logam Pb antara 43,473 ppm hingga 58,123 ppm, logam Cr 20,763 ppm hingga 30.219 ppm. Distribusi logam berat Pb dalam sedimen berupa senyawa karbonat \pm 6 % , 5,5% oksida Mn, 21,779% oksida Fe, 29,624% dalam senyawa organik dan fraksi sisa 36,879%. Distribusi logam Cr 4,183% berupa senyawa karbonat, 4,325% terikat dalam oksida Mn , 23,713% terikat dalam oksida Fe, 30,827% terikat dalam senyawa organik dan 36,325% dalam fraksi residu. Hasil penelitian migrasi logam berat Pb dari sedimen ke badan air pada kondisi oxic penggelaran 1 hari berkisar 0,0108 ppm sampai 0,1314 ppm, pada penggelaran 4 hari diperoleh 0,042 ppm hingga 0,081 ppm. Untuk kondisi anoxic penggelaran 1 hari diperoleh 2,444 ppm , 3 hari 0,320 ppm dan 5 hari 3,432 ppm. Migrasi logam berat Cr pada kondisi oxic penggelaran 1 hari diperoleh berkisar 0,1413 ppm hingga 0,3431 ppm, 4 hari berkisar 0,0012 ppm hingga 0,0084 ppm. Untuk kondisi anoxic penggelaran 1 hari 1,5792 ppm , 3 hari 0,0545 ppm dan 5 hari 2,9629 ppm. Pengukuran dengan DGT strip gel pada kondisi anoxic, diperoleh distribusi logam berat Pb berada pada kedalaman 1-5 cm dengan kadar 0,1279 ppm hingga 3,1977 ppm dan logam berat Cr berdistribusi pada kadar 2,6649 ppm hingga 7,2668 ppm.Dari hasil ini diperoleh gambaran bahwa ketersediaan konsentrasi logam berat dalam sedimen cukup memungkinkan adanya migrasi logam ke badan air.

Kata Kunci : *Sedimen, Logam Pb dan Cr, Spesiasi, Ekstraksi bertahap, Migrasi, dan Diffusive Gradient in Thin Film (DGT)*

ABSTRACT

Name : Doharman Panjaitan

Study Program: S-2 Chemistry

Title : Heavy Metal speciation of Pb and Cr by Sequential Extraction and Migration from Sediment to the waters of Jakarta Gulf Using Diffusive Gradient in Thin Films (DGT) Method

Heavy metal speciation of Pb and Cr by sequential extraction and migration from sediments into the waters of Jakarta Gulf using *Diffusive Gradient in Thin Films* (DGT) method has been conducted using sediment samples from Cengkareng Drain Kapuk- North Jakarta. The extraction of heavy metals concentration, with sequential extraction for total Pb (sum of each fractions) is between 43.473 to 58.123 ppm, whereas for total Cr (sum of total fraction) is between 20.763 ppm to 30,219 ppm. The distribution of Pb in sediments adsorbed in carbonate compounds is about 6%, manganese oxides is about 5,5%, iron oxides is about 21,779%, 29,624% in organic compounds and the residual fraction is about 36,879%. The Distribution of Cr in sedimen absorbed in carbonate compounds is about 4,183%, in manganese oxides is about 4,325%, in iron oxides ia about 23,713%, 30,827% bound in organic compounds and the residual fraction is about 36,325%. The results of DGT experiments to study the migration of Pb from sediment into water column in experimental chambers show that for deployment of 1st day in oxic conditions is in the range between 0.0108 ppm to 0.1314 ppm, and 0.042 ppm to 0.081 ppm for the 4th day. Under anoxic condition the results show that the metal concentration on the DGT resin is 2.444 ppm, 0.320 ppm and 3.432 ppm, on the 1st, 3rd and 5th day incubation period respectively. The results for migration of Cr from sediment into water column in experimental chambers show that for deployment time of 1st day incubation oxic conditions is in the range between 0.3431 ppm up to 0.1413 ppm, and 0.0012 ppm to 0.0084 ppm for the 4th day. Under anoxic conditions the result show that the metal concentration on the DGT resin is 1.5792 ppm, 0.0545 ppm and 2.9629 ppm on the 1st, 3rd, and 5th day incubation period respectively. The Measurements of metal concentration by DGT gel strip in anoxic conditions, show that the distribution of Pb at a depth of 1-5 cm in the range of 0.1279 ppm to 3.1977 ppm, whereas Cr concentration is between 2.6649 ppm levels up to 7.2668 ppm. This results show the availability of heavy metal concentrations in sediment which allow for migration of metals into water bodies.

Keywords: *Sediment, heavy metals Pb and Cr, speciation, sequential extraction migration and Diffusive Gradient in Thin Films (DGT)*

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS.....	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
KATA PENGANTAR.....	vi
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH ...	viii
ABSTRAK	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
1. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Batasan Penelitian	2
1.3 Masalah Penelitian	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Metode Penelitian	3
1.6 Hipotesis Penelitian	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sedimen	4
2.2 Logam berat	5
2.2.1 Logam Berat di Perairan Estuari	6
2.2.2 Logam Timbal	8
2.2.2.1 Reaksi Kimia Logam Timbal	9
2.2.2.2 Logam Timbal di Sedimen	10
2.2.3 Logam Kromium	11
2.2.3.1 Reaksi Kimia Kromium	12
2.2.3.2 Logam Kromium dalam Sedimen	13
2.3 Spesiasi Logam	14
2.4 Ekstraksi Bertahap	14
2.4.1 Keunggulan dan Kelemahan Ekstraksi Bertahap....	18
2.5 Diffusive Gradient in tin Film (DGT)	19
2.5.1 DGT sebagai Perangkat Analisis dan Spesiasi Logam	20
2.5.2 Prinsip Kerja DGT dalam Menganalisis Logam	21
2.5.3 Tata Cara Penggunaan DGT dalam Mengukur Logam	23
2.5.4 Perhitungan konsentrasi logam dalam DGT	24
2.5.5 Keunggulan Pengukuran Logam dengan DGT	24
2.5.6 Bioavailabilitas DGT	26
2.6 Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)	26
2.6.1 Komponen Dasar	27
2.6.2 Hubungan antara Serapan Atom dengan Konsentrasi ...	28

3. METODE PENELITIAN	
3.1 Desain Penelitian	29
3.2 Metode Penelitian	29
3.3 Alat dan Bahan	31
3.3.1 Alat	31
3.3.2 Bahan	31
3.4 Pengambilan Sampel	31
3.5 Karakterisasi Sedimen	32
3.6 Ekstraksi Bertahap	32
3.6.1 Ekstraksi bertahap	32
3.6.2 Larutan Blanko	35
3.6.3 Larutan Baku	35
3.7 Prosedur Penggelaran DGT	
3.7.1 Penggelaran DGT Disk Gel	35
3.7.2 Penggelaran DGT Strip Gel	36
3.8 Tata cara Menganalisa DGT	36
3.9 Pengujian Kadar Logam Pb dan Cr dengan AAS	37
4. PEMBAHASAN...	
4.1 Hasil Penelitian Karakteristik Sedimen	38
4.2 Hasil Uji Ekastraksi Bertahap	39
4.2.1 Kadar Logam Pb dan Cr dalam Sedimen	39
4.2.2 Distribusi Logam berat Pb dan Cr dalam Sedimen	41
4.3 Hasil Penentuan Migrasi Logam Pb dan Cr dari Sedimen ke badan air	45
4.3.1 Penggelaran DGT Disk kondisi Oxic dengan Spike ion logam Pb^{2+} dan Cr^{3+} 100, 300 dan 500 ppm	46
4.3.2. Penggelaran DGT Disk kondisi anoxic (deaerasi gas N_2)	49
4.4 Hasil Penentuan Migrasi logam berat Pb dan Cr pada berbagai ke dalaman Sedimen	51
4.5 Bioavailabilitas dalam DGT	53
5. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR REFERENSI	57

DAFTAR GAMBAR

1. Gambar 2.1 Alat DGT model Disk gel	19
2. Gambar 2.2 Alat DGT model Strip gel	19
3. Gambar 2.3 Struktur Iminodiasetat	20
4. Gambar 2.4 Struktur polimer Chelex-100	20
5. Gambar 2.5 Skema Representasi perangkat DGT dalam kontak dengan Sedimen	22
6. Gambar 2.6 Skema representasi perakitan perangkat DGT	23
7. Gambar 3.1 Skema Desain Penelitian	30
8. Gambar 4.1 Diagram Kadar Logam Pb dan Cr dalam Sedimen	39
9. Gambar 4.2. Diagram komposisi logam berat Pb dalam sedimen...	44
10. Gambar 4.3 Diagram komposisi logam berat Cr dalam sedimen	45
11. Gambar 4.4 Diagram Migrasi Logam Pb kondisi oxic penggelaran 1 hari	46
12. Gambar 4.5 Diagram Migrasi logam Cr kondisi oxic penggelaran 1 hari	47
13. Gambar 4.6 Diagram Migrasi Logam Pb dari Sedimen ke badan Air kondisi oxic	48
14. Gambar 4.7 Diagram Migrasi Logam Cr dari Sedimen ke badan air kondisi oxic	48
15. Gambar 4.8 Diagram migrasi Logam Pb dari Sedimen ke badan air	49
16. Gambar 4.9 Diagram migrasi logam Cr dari sedimen ke badan air	50
17. Gambar 4.10 Grafik Migrasi logam berat Pb pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N ₂ selama 5 hari	52
18. Gambar 4.11 Migrasi logam berat Cr pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N ₂ selama 5 hari	53

DAFTAR TABEL

1. Tabel 2.1. Toksisitas beberapa logam berat	7
2. Tabel 2.2 Sifat fisik Timbal	8
3. Tabel 2.3 Kelimpahan Timbal di Alam	9
4. Tabel 2.4. Sifat Fisik Cr	11
5. Tabel 2.5 Kelimpahan Logam Berat Cr di Alam Semesta	12
6. Tabel 2.6 Kelimpahan Kromium di Alam	12
7. Tabel 4.1 Sifat fisik air laut	38
8. Tabel 4.2 Karakteristik sedimen	38
9. Tabel 4.3 Kadar Unsur Runutan dalam Sedimen	38
10. Tabel 4.4. Kadar Logam berat Pb dan Cr dalam air laut	39
11. Tabel 4.5 Kadar logam Pb dalam sedimen.	40
12. Tabel 4.6 Kadar logam Cr dalam sedimen	41
13. Tabel 4.7 Kadar logam Pb dalam sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi	43
14. Tabel 4.8 Kadar logam Cr dalam sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi	44
15. Tabel 4.9 Penggelaran DGT disk 1 hari	46
16. Tabel 4.10 Migrasi logam Pb dan Cr kondisi oxic Penggelaran DGT disk 4 hari	47
17. Tabel 4.11 Migrasi Logam Pb dan Cr dari sedimen ke badan air, penggelaran DGT Disk gel 1-5 hari pada kondisi anoxic	49
18. Tabel 4.12. Migrasi logam berat Pb pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N ₂ selama 5 hari...	51
19. Tabel 4.13 Migrasi logam berat Cr pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N ₂ selama 5 hari....	52

DAFTAR LAMPIRAN

1. Lampiran 1. Tabel Koefisien Diffusif DGT	60
2. Lampiran 2. Data Karakteristik Sedimen dan air laut	61
3. Lampiran 3 Hasil dan Pengolahan data Penelitian Ekstraksi bertahap...	63
4. Lampiran 4 Cara Perhitungan Migrasi Logam Berat Pb dan Cr dari Sedimen ke Badan Air	75
5. Lampiran 5 Data Penelitian Migrasi Logam Pb dan Cr dari Sedimen ke badan Air	76
6. Lampiran 6 Data Penelitian Distribusi Logam Berat Pb dan Cr pada kedalaman Sedimen.....	89
7. Lampiran 7 Data Uji Runutan dengan XRF	93
8. Lampiran 8 Peta Lokasi Sampling	95
9. Lampiran 9 Foto – foto Penelitian	96



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahaya yang ditimbulkan logam berat merupakan isu lingkungan yang sangat menonjol saat ini. Berbagai limbah berbahaya dihasilkan dalam kegiatan manusia, dengan kadar yang beragam masuk ke perairan dan menimbulkan masalah penanganannya. Bentuk limbah padat menimbulkan pengaruh relatif lokal, tetapi apabila bentuk limbah cair atau yang dapat menguap pengaruhnya lebih luas, dan kontaminasinya lebih sukar dicegah.

Secara geografis, Pesisir Teluk Jakarta terletak pada $106^{\circ}33' BT$ hingga $107^{\circ}03' BT$ dengan garis lintang $5^{\circ}48'30'' LS$ dan $6^{\circ}10'30'' LS$. Sedikitnya ada 13 sungai bermuara ke Teluk Jakarta yang terbentang di sepanjang pesisir Pantai Utara Jakarta, mulai dari Tanjung Kait hingga Karawang dengan panjang ± 89 km. Khususnya sepanjang daerah aliran sungai yang bermuara ke Cengkareng Drain antara lain kali Angke dan Daan Mogot banyak terdapat industri dan beberapa diantaranya menggunakan logam berat dalam proses produksinya, yang memanfaatkan sungai sungai sebagai tempat pembuangan limbah. Sebagaimana diketahui bahwa estuaria atau muara sungai adalah sebagai tempat penimbunan terbesar dari logam berat hingga menimbulkan masalah lingkungan yang kompleks.

Studi tentang kadar logam berat di Perairan Teluk Jakarta pertama kali dikemukakan oleh Yatim dan kawan-kawannya pada tahun 1979. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa kadar logam berat dalam air di Teluk Jakarta sudah tergolong tinggi, bahkan di beberapa lokasi seperti Muara Angke dan Untung Jawa kadar logam beratnya cenderung meningkat. (Hutagalung 1997)

Hasil penelitian Endang Rohyatun dan Hutagalung (1997) di perairan Muara Angke menunjukkan bahwa air laut, udang, kerang-kerangan dan beberapa jenis ikan yang hidup di Muara Angke telah tercemar oleh merkuri, timbal dan kadmium. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan logam berat di barat teluk lebih tinggi dibandingkan di bagian timur teluk.

Tingginya kadar logam berat dalam sedimen di perairan bagian Barat Teluk Jakarta menunjukkan bahwa terjadi akumulasi dalam sedimen, terlihat bahwa bagian Barat Teluk umumnya mempunyai karakter sedimen yang berupa lumpur halus dengan permukaan hitam abu-abu dan berbau busuk, Abdul Rozak dan Endang Rochyatun (2007). Pada tahun 2007 hasil penelitian Noverita menunjukkan bahwa kadar logam berat di Sedimen perairan teluk Jakarta sudah sangat tinggi.

Fakta-fakta tersebut menjadi latar belakang untuk mengkaji kembali kadar logam berat di sedimen Teluk Jakarta, dengan metode Ekstraksi bertahap hingga pengukuran migrasi logam dari sedimen ke badan air dengan metode Diffusive Gradient in Thin Film (DGT). Metode DGT sendiri di Indonesia belum banyak dipergunakan untuk analisa migrasi logam.

1.2 Batasan Penelitian

Penelitian spesiasi dan migrasi logam berat Pb dan Cr dilakukan di laboratorium kimia Universitas Indonesia dan sampel sedimen diambil dari lokasi sampling Muara Cengkareng Drain Kapuk Jakarta Utara.

1.3 Masalah Penelitian

Permasalahan yang akan dikaji dalam penelitian ini adalah sebagai berikut;

- Bagaimana distribusi spesies logam berat Pb dan Cr di Sedimen.
- Berapa persen kadar logam berat Pb dan Cr dalam Sedimen yang berasal dari Muara Cengkareng Drain.
- Bagaimana migrasi logam berat Pb dan Cr dari Sedimen ke badan air.

1.4 Tujuan Penelitian

Sesuai dengan permasalahan yang dikaji, penelitian ini bertujuan untuk ;

- Mengetahui distribusi spesis logam berat Pb dan Cr serta kadarnya di sedimen yang berasal dari Muara Cengkareng Drain.
- Mengetahui migrasi logam berat Pb dan Cr dari sedimen ke badan air.

1.5 Metode Penelitian

Penelitian dilakukan dengan metoda kombinasi :

- Spesiasi logam Pb dan Cr dilakukan dengan metode ekstraksi bertahap (*sequential extraction*) penentuan kadar dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS).
- Migrasi logam Pb dan Cr dari sedimen ke badan air dilakukan dengan metode DGT dilanjutkan pengujian kadar logam dengan AAS.

1.6 Hipotesis

Diperkirakan bahwa kandungan logam berat Pb dan Cr di sedimen terdistribusi dalam fraksi logam yang berbeda-beda. Karena itu dimungkinkan untuk melihat potensi migrasi logam dari fraksi yang mudah lepas dari sedimen ke badan air dengan metode DGT.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sedimen

Secara umum definisi sedimentasi adalah proses pembentukan sedimen atau batuan sedimen yang diakibatkan oleh pengendapan dari material pembentuk pada suatu tempat yang disebut dengan lingkungan pengendapan berupa sungai, muara, danau, delta, laut dangkal sampai laut dalam.

Menurut Pipkin (1977) sedimen adalah pecahan, mineral, atau material organik yang terbaawa dari berbagai sumber dan diendapkan oleh media udara, angin, es, atau oleh air dan juga termasuk di dalamnya material yang diendapkan dari material yang melayang dalam air atau dalam bentuk larutan kimia.

Sedangkan Gross (1990) mendefinisikan sedimen laut sebagai akumulasi dari mineral dan pecahan-pecahan batuan yang bercampur dengan hancuran cangkang dan tulang dari organisme laut serta beberapa partikel lain yang terbentuk lewat proses pelapukan (reaksi kimia) yang terjadi di dalam laut.

Sedimen yang dijumpai di dasar lautan dapat berasal dari beberapa sumber yang dapat dibedakan menjadi ;

- *Lithogenous sedimen* yaitu sedimen yang berasal dari erosi pantai dan material hasil erosi daerah hulu. Material ini dapat sampai ke dasar laut melalui proses mekanik, yaitu terbawa oleh arus sungai dan atau arus laut dan akan terendapkan jika energi tertransforkan telah melemah.
- *Biogeneuos sedimen* yaitu sedimen yang bersumber dari sisa-sisa organisme yang hidup seperti cangkang dan rangka biota laut serta bahan-bahan organik yang mengalami dekomposisi.
- *Hidrogenous sedimen* yaitu sedimen yang terbentuk karena adanya reaksi kimia di dalam air laut dan membentuk partikel yang tidak larut dalam air laut sehingga akan tenggelam ke dasar laut, sebagai contoh dan sedimen jenis ini adalah magnetit, phosphorit dan glaukonit.
- *Cosmogerous sedimen* yaitu sedimen yang bersal dari berbagai sumber dan masuk ke laut melalui jalur media udara/angin. Sedimen jenis ini dapat

bersumber dari luar angkasa, aktifitas gunung api atau berbagai partikel darat yang terbawa angin saat musim kering dan angin bertiup kuat.

Dalam suatu proses sedimentasi, zat-zat yang masuk ke laut terlibat proses biologi dan kimia sepanjang kedalaman laut dan berakhir menjadi sedimen. Sebagian sedimen mengalami erosi dan tersuspensi kembali oleh arus bawah sebelum kemudian jatuh kembali dan tertimbun.

Cara transfortasi sedimen dalam aliran air dibedakan menjadi ; Pertama sedimen merayap (*bed load*) yaitu material yang terangkut secara menggeser atau menggelinding di dasar aliran. Kedua sedimen loncat (*saltation load*) yaitu material yang berpindah dengan cara meloncat bertumpu pada dasar aliran, yang ketiga sedimen layang (*suspended load*) yaitu material yang terbawa arus dengan cara melayang-layang dalam air.

Transfor sedimen pantai banyak menimbulkan fenomena perubahan dasar perairan seperti pendangkalan muara sungai, erosi pantai, perubahan garis pantai dan sebagainya. Fenomena ini biasanya merupakan permasalahan terutama pada daerah pelabuhan sehingga prediksinya sangat diperlukan dalam perencanaan ataupun penentuan metode penanggulangan.

2.2 Logam Berat

Logam berat merupakan unsur kimia yang berpotensi menimbulkan masalah pencemaran lingkungan terutama yang berkaitan erat dengan kesehatan manusia. Terdapat 80 unsur dari 109 unsur yang telah teridentifikasi, dinyatakan ke dalam jenis logam berat. Sifat kimia logam berat juga dinyatakan mewakili sebagian besar golongan kimia organik. Logam berat biasanya didefinisikan berdasarkan sifat-sifat fisiknya dalam keadaan padat dengan karakteristik sebagai berikut; Memiliki rapatan relatif (spesifikasi gravitasi) yang sangat besar atau lebih dari 4, mempunyai nomor atom 22-34 dan 40-50 serta unsur-unsur lantanida dan aktinida, mempunyai respon biokimia khas/spesifik pada organisme hidup.

Logam berat adalah komponen alamiah lingkungan yang mendapatkan perhatian berlebih, hal ini karena logam berat masuk ke dalam tanah dalam jumlah yang semakin meningkat dan juga bahaya yang mungkin ditimbulkan. Menurut Darmono (1995) daftar urutan toksisitas logam paling tinggi ke paling rendah

terhadap manusia yang mengkonsumsi ikan adalah sebagai berikut $Hg^{2+} > Cd^{2+} > Ag^{2+} > Ni^{2+} > Pb^{2+} > As^{2+} > Cr^{2+} > Sn^{2+} > Zn^{2+}$. Menurut Kementerian Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup (1990) sifat toksitas logam berat dapat dikelompokan ke dalam 3 kelompok, yaitu :

- a. Bersifat toksik tinggi yang terdiri dari unsur-unsur Hg, Cd, Pb, Cu, dan Zn.
- b. Bersifat toksik sedang terdiri dari unsur-unsur Cr, Ni, dan Co.
- c. Bersifat toksik rendah terdiri atas unsur Mn dan Fe.

Kenyataannya adalah pengertian logam berat juga dimasukkan pada unsur-unsur metalloid yang mempunyai sifat berbahaya seperti logam berat yaitu As.

Adanya logam berat di perairan, dapat berbahaya secara langsung terhadap kehidupan organisme, dan berpengaruh secara tidak langsung terhadap kesehatan manusia. Hal ini berkaitan dengan sifat-sifat logam berat yaitu :

- Sulit didegradasi, sehingga mudah terakumulasi dalam lingkungan perairan dan keberadaannya secara alami sulit terurai.
- Dapat terakumulasi dalam organisme termasuk kerang dan ikan, lalu akan membahayakan kesehatan manusia yang mengkonsumsi organisme tersebut.
- Mudah terakumulasi di sedimen, sehingga konsentrasi selalu lebih tinggi dari konsentrasi logam dalam air.

Disamping itu sedimen mudah tersuspensi karena pergerakan massa air yang akan melarutkan kembali logam yang dikandungnya ke dalam air, sehingga menjadi sumber pencemar potensial dalam skala waktu tertentu.

2.2.1 Logam Berat di Perairan Estuari

Secara alami logam mengalami siklus perputaran dari kerak bumi ke lapisan tanah, ke dalam makhluk hidup, ke dalam kolom air, mengendap dan akhirnya kembali lagi ke dalam kerak bumi, tetapi kandungan alamiah logam berubah-ubah tergantung pada kadar pencemaran yang dihasilkan manusia maupun karena erosi alami. Pencemaran akibat aktivitas manusia lebih banyak berpengaruh dibandingkan pencemaran secara alami.

Dalam lingkungan perairan, bentuk logam antara lain berupa ion-ion bebas, pasangan ion organik, dan ion kompleks. Kelarutan logam dalam air dikontrol oleh pH air. Kenaikan pH menurunkan kelarutan logam dalam air,

karena kenaikan pH mengubah kestabilan dari bentuk karbonat menjadi hidroksida yang membentuk ikatan dengan partikel pada badan air, sehingga akan mengendap membentuk lumpur.(Palar, 1994). Di dalam zona estuari dan aliran estuari yang terkena pengaruh pasang surut, terjadi mobilisasi logam berat antara sedimen dan kolom air. Hal itu menunjukkan bahwa ion-ion logam berat yang sebagian besar terikat pada lumpur di dasar perairan tidak menyebar hingga ke laut lepas. Logam berat yang terlarut dalam air akan berpindah ke sedimen jika berikatan dengan materi organik bebas atau materi organik yang melapisi permukaan sedimen, dan penyerapan langsung oleh permukaan partikel sedimen. Materi organik dalam sedimen dan kapasitas penyerapan logam sangat berhubungan dengan ukuran partikel dan luas permukaan penyerapan, sehingga konsentrasi logam dalam sedimen biasanya dipengaruhi ukuran partikel dalam sedimen.

Salah satu contoh pencemaran logam berat adalah pencemaran merkuri (Hg) di Teluk Minamata Jepang pada tahun 1953 dan 1961 menunjukkan bahwa pembuangan limbah yang mengandung logam berat seperti Hg dalam jumlah relatif kecil dapat menyebabkan pencemaran yang membahayakan kesehatan manusia karena bioakumulasi dan biomagnifikasi terjadi dalam organisme melalui rantai makanan, sehingga keluarga nelayan yang mengkonsumsi ikan menderita keracunan hebat. Toksisitas logam berat bagi makhluk hidup tergantung pada jenis logam, bentuknya dan organisme target yang terkena. Jenis dan bentuk logam yang paling toksik adalah logam Pb, Cd dan Hg yang berikatan dengan senyawa organik sebagai mana ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Toksisitas beberapa logam berat

Logam berat	Kisaran lingkup racun (ppb)
As / Arsen	3.000 – 60.000
Pb / Timah hitam (anorganik)	1.000 – 100.000
Pb / Timah hitam (organik)	0,02 – 300
Zn / Seng	200 – 20.000
Cu / Tembaga	20 – 100.000
Cd / Kadmium	0,1 – 50
Hg / Air raksa (anorganik)	5 – 4.000
Hg / Air raksa (organik)	0,2 – 8.000

(Sumber : Wilson, 1988 dalam Lembaga Kajian Ekologi dan Konservasi Lahan Basah. 2001)

Manusia adalah yang paling bertanggung jawab terhadap mobilisasi, perpindahan dan akumulasi logam berat di lingkungan. Melalui berbagai kegiatan industri logam berat masuk ke atmosfer, tanah dan perairan melebihi kemampuan alamiah untuk memprosesnya. Logam berat tersebut masuk ke ekosistem tanah dalam bentuk organik maupun anorganik.

2.2.2 Logam Timbal (Pb)

Berdasarkan toksitas logam berat, timbal adalah salah satu logam yang memiliki toksitas yang paling besar, namun demikian timbal sangat banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari dan industri. Sifat fisik logam timbal dinyatakan dalam Tabel 2.2 berikut.

Tabel 2.2. Sifat fisik Timbal

No	Sifat	Keterangan
1.	Symbol	Pb
2.	Nomor Atom	82
3.	Berat atom	207,2
4.	Kepadatan	11.34g/cm ³
5.	Melting Point	327 derajat C
6.	Titik Didih	2022K (1749 ° C)
7.	Suhu Superkonduktor	7.2K (-265,9 ° C)
8.	Ketersediaan	foil, butir, ingot, bubuk, batang, sheet, dan kawat

(Sumber ; Freshney.org , 2009, Tabel Periodik, v3.8c)

Keberadaan timbal jarang ditemukan dalam keadaan bebas di alam. Mineral timbal utama adalah *Galena* (timah sulfida, PbS). Timbal juga ditemukan dalam bijih dengan seng, perak dan (yang paling berlimpah) tembaga.

Kelimpahan timbal di alam semesta tergolong cukup banyak dan yang paling banyak di dalam kulit bumi, seperti terlihat dalam Tabel berikut.

Tabel 2.3. Kelimpahan Timbal di Alam

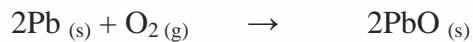
(Sumber ; Freshney.org , 2009, Tabel Periodik, v3.8c)

Dalam kehidupan sehari-hari timbal digunakan dalam solder, sebagai agen pewarna keramik glazes (merah dan kuning), melindungi terhadap radiasi, atap, dalam baterai dan amunisi.

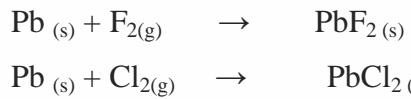
Logam timbal sangat beracun, namun efeknya akumulatif dan paling sering berkembang setelah diperpanjang (eksposur). Timbal mempengaruhi sistem syaraf, menyebabkan keterbelakangan mental atau gangguan saraf lainnya. Hal ini juga mempengaruhi organ-organ lain dari tubuh. Orang yang menderita keracunan timbal mungkin menunjukkan kelemahan, cacat umum, gangguan syaraf dan akhirnya kematian. Pada abad ke dua puluh, penggunaan timbal dalam pigmen cat berakhir karena bahaya keracunan timbal, terutama untuk anak-anak.

2.2.2.1 Reaksi Kimia Logam Timbal (Pb)

Beberapa reaksi kimia timbal yang dapat digunakan untuk memprediksi senyawa timbal dalam sedimen ; dengan air permukaan Pb ditutupi oleh lapisan tipis oksida yang berarti tidak akan bereaksi dalam kondisi normal. Dengan udara tidak bereaksi dan dengan oksigen hanya terjadi pada pemanasan 600-800 ° C yang berarti tidak bereaksi dengan oksigen di udara.



Dengan halogen logam timbal bereaksi keras dengan fluor pada suhu kamar dan klorin pada pemanasan membentuk dihalides beracun.



Dengan asam permukaan timbal dilindungi oleh lapisan tipis timah oksida yang menjadikan dasar timbal tidak larut dalam asam sulfat, dan sebagainya. Dalam kasus terakhir, nitrogen oksida terbentuk bersama-sama dengan timah (II) nitrat. Dengan basa, timbal perlahan-lahan larut dalam alkali dingin untuk membentuk plumbites.

2.2.2.2 Logam Pb dalam sedimen

Logam berat Pb dapat masuk ke dalam perairan secara alamiah dan sebagai dampak aktivitas manusia. Secara alamiah logam berat Pb masuk ke badan perairan melalui pengkristalan di udara dengan bantuan air hujan. Disamping itu, proses korosifikasi mineral dari batuan akibat hembusan gelombang dan air. Logam berat Pb yang masuk ke dalam badan perairan sebagai dampak dari aktifitas manusia ada bermacam bentuk, diantaranya adalah air buangan limbah industri yang berkaitan dengan Pb seperti PbCrO_4 , $\text{Pb(OH)}_2\cdot2\text{PbCO}_3$, Pb_3O_4 dari industri cat, $\text{Pb(CH}_3\text{COO})_2$ dan Pb-Silikat dari industri keramik, pertambangan bijih timah dan buangan sisa industri baterai berupa PbO_4 .

Senyawa logam berat Pb yang ada dalam badan perairan dapat ditemukan dalam bentuk ion-ion divalent (Pb^{2+}) atau ion-ion tetravalent (Pb^{4+}) keduanya berbeda dalam hal toksisitas. Konsentrasi ion-ion Pb yang melebihi ambang batas dapat membunuh biota pada perairan tersebut. Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan oleh Murphy P. M (1979), diketahui bahwa biota perairan seperti *Crustacea* akan mengalami kematian setelah 245 jam, bila konsentrasi Pb dalam perairan $2,75 - 49 \text{ mg/L}$. Sedangkan untuk biota *insecta* akan mengalami kematian bila konsentrasi Pb dalam perairan tempat hidupnya berkisar $3,5 - 64 \text{ mg/L}$.

Pengamatan kadar logam berat dalam air laut Teluk Jakarta telah dilakukan pada bulan Mei 2004. Logam berat yang diteliti adalah Hg, Pb, Cd, Cu, dan Ni. Pengamatan dilakukan di tiga lokasi yaitu Pantai Ancol, Muara sungai Dadap, dan

Cilincing. Konsentrasi logam Pb yang diperoleh berturut-turut adalah 0.001 ppm, 0.0027 ppm dan 0.002 ppm.(Edward dan Lestari, 2004)

2.2.3 Logam Kromium (Cr)

Untuk mengetahui tentang logam kromium berikut dituliskan sifat fisik sebagaimana yang terdapat dalam Tabel 2.5

Tabel 2.4. Sifat Fisik Cr

No	Sifat	Keterangan
1.	Symbol	Cr
2.	Atom Nomor	24
3.	Berat Atom	51,9961
4.	Kepadatan	7,19 g / cc
5.	Melting Point	1907 derajat C

(Sumber ; Freshney.org , 2009, Tabel Periodik, v3.8c)

Logam kromium tidak terdapat dalam keadaan bebas di alam. *Kromit* [Fe, Mg (CrO₄)] adalah mineral yang paling penting. Bijih kromium ditambang di Afrika Selatan, Zimbabwe, Finlandia, India, Kazakihstan dan Filipina. Produksi di seluruh dunia pada tahun 2006 adalah 19,2 juta ton. Cadangan diperkirakan lebih dari 1 milyar ton.

Logam kromium banyak digunakan untuk membuat stainless steel. Juga digunakan pada mobil plating untuk bagian magnetic tape, peralatan, pisau, kamuflase cat, stereo, dan laser. Memberikan warna pada batu mirah dan zamrud. Kromium (VI) oksida (CrO₃) digunakan untuk pembuatan pita magnetik, dimana coercivity lebih tinggi dari pada besi oksida. Namun harus diperhatikan kromium dapat bertindak sebagai karsinogen bila dalam bentuk bubuk.

Logam kromium dan senyawa kromium (III) biasanya tidak dianggap sebagai bahaya kesehatan, tapi senyawa hexavalent kromium (VI) bisa beracun jika tertelan atau terhirup secara langsung. Dosis senyawa kromiun (VI) yang mematikan adalah sekitar satu setengah sendok teh. Kebanyakan senyawa kromium (VI) menyebabkan iritasi mata, kulit dan selaput lendir. Paparan kronis senyawa kromium (VI) dapat menyebabkan cedera mata permanen, kecuali jika

benar diperlakukan. Organisasi Kesehatan Dunia merekomendasikan konsentrasi maksimum yang diperbolehkan dalam air minum untuk krom (VI) adalah 0,05 miligram per liter.

Kelimpahan logam kromium di alam cukup banyak sebagaimana yang terungkap dalam Tabel 2.6.

Tabel 2.5. Kelimpahan Logam Berat Cr di Alam Semesta

(Sumber ; Freshney.org , 2009, Tabel Periodik, v3.8c)

2.2.3.1 Reaksi Kimia Kromium (Cr)

Logam kromium tergolong kurang reaktif, beberapa reaksi kimia logam kromium; dengan air tidak bereaksi demikian juga dengan udara atau oksigen pada suhu kamar. Terhadap halogen logam kromium bereaksi secara langsung dengan fluor pada 400°C , dan 200-300 atmosfer untuk membentuk kromium (VI) fluoride ;



Di bawah kondisi yang kurang ekstrim, kromium (V) fluorida terbentuk.



Di bawah kondisi masih ringan, logam kromium bereaksi dengan halogen membentuk kromium (III) trihalides.





Logam kromium larut dalam asam klorida encer untuk membentuk solusi berisi aquated Cr (II) ion bersama dengan gas hidrogen



Hasil yang sama terlihat untuk asam sulfat tetapi sampel kromium murni dapat lebih bertahan. Logam kromium tidak bereaksi dengan asam nitrat.

2.2.3.2 Logam Cr dalam sedimen

Kromium mempunyai penyebaran yang sangat luas di alam. Pada badan perairan kromium dapat masuk melalui 2 cara yaitu secara alamiah dan non alamiah. Masuknya kromium secara alamiah dapat terjadi karena beberapa faktor fisika antara lain erosi. Secara non alamiah kromium masuk pada suatu lingkungan perairan terutama merupakan efek sampingan dari suatu aktivitas yang dilakukan manusia, kegiatan pabrik seperti elektroplating, penyamaan kulit, pabrik tekstil, cat dan buangan limbah rumah tangga.

Perilaku spesies kromium di lingkungan sangat rumit dan dapat diringkas sesuai dengan siklus biogeokimia. Karena bentuk kimia Cr, kondisi mobilitas dan bioavailabilitasnya, mengakibatkan Cr (III) relatif inert dan mudah teradsorpsi pada fase padat menunjukkan bahwa Cr (III) dapat membentuk kompleks dengan ligan organik, larut dan kemudian bisa ada di perairan alami. Cr (VI) dapat hadir dalam bentuk mineral padat, berasosiasi dengan kation yang berbeda. Ini merupakan senyawa yang berbeda ditandai dengan berbagai kelarutan, dengan timbal, kalsium, dan barium kromat menjadi yang paling larut sedangkan dikromat pada umumnya, sangat larut. Pada tanah yang bermuatan negatif, mineral tanah liat mendominasi anion Cr (VI) yang ditolak oleh muatan negatif partikel tanah membuat kromium hexavalen cukup mobile. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa Cr (VI) lebih mobile dan akibatnya lebih bioavailable dibandingkan dengan Cr (III) dalam sistem tanah - air. (N. Unceta, 2010)

Pada kisaran pH 3-5, metode DGT memungkinkan pengukuran monomer sederhana spesies Cr (III) (yaitu Cr^{3+} , Cr(OH)_2 , Cr(OH)_2) yang berada dalam

keseimbangan labil dengan Cr (III) dalam larutan massal. Produk hidrolisis monomer Cr (III) mengalami reaksi kesetimbangan dinamis dengan Cr^{3+} untuk pertukaran proton berlangsung pada skala waktu mikrodetik. Pada $\text{pH} > 5$, metode yang berpotensi dapat mengukur polynuclear spesies Cr (III). (L. Giusti, 2004)

Berdasarkan Kriteria kualitas air dari Menteri Lingkungan Hidup, kadar maksimum dari kromium pada perairan Golongan A, B dan C nilainya adalah 0,050 ppm (Peraturan Pemerintah R.I. No: 82 tahun 2001). Sedangkan menurut baku mutu air laut untuk biota laut kandungan kromium pada perairan laut maksimum 0.005 ppm. (Kepmen LH, 2004).

2.3 Spesiasi Logam

Spesiasi secara umum merupakan proses pemisahan dengan teknik pembagian tahapan proses yang dilakukan untuk memberikan spesifitas maupun selektifitas agar didapatkan metode yang cukup baik untuk pemisahan logam dari sedimen. Spesiasi yang diterapkan dalam penelitian ini adalah metode ekstraksi bertahap.

2.4 Ekstraksi Bertahap

Metode ekstraksi bertahap banyak digunakan di laboratorium karena mudah dan sederhana dalam pengeraannya, dapat diterapkan dalam analisis individual dan kelompok serta hasil yang diperoleh lebih baik. Pada ekstraksi larutan, sampel yang akan diekstraksi ditempatkan dalam corong pisah kemudian ditambahkan sedikit pelarut pengekstraksi yang tidak saling campur dan dilakukan pengocokan. Kesempurnaan ekstraksi bergantung pada banyaknya pengulangan ekstraksi dengan jumlah volume sesedikit mungkin.

Faktor yang mempengaruhi keberhasilan suatu ekstraksi, yaitu bahan kimia yang digunakan sebagai pengekstrak, efisiensi ekstraksi dan efek parameter penelitian, serta tiga faktor lain yang perlu diketahui, tahapan dari masing-masing pengeraaan, efek matriks yang spesifik seperti kontaminasi, pH buffer, readsorpsi dan heterogenitas yang berkaitan secara fisik pada fraksi padatan.(Hlavay, J. 2004)

Metode ekstraksi bertahap menggunakan reagen yang sesuai sebagai pengekstrak sampel, dimana jumlah tahapan dan pemilihan reagen yang spesifik pada masing-masing fraksi bergantung pada hasil yang ingin dicapai dan juga karakteristik fisik dari sampel. Perlakuan ekstraksi sedimen harus lebih hati-hati karena mengandung senyawa yang rumit dan kompleks seperti halnya sampel lingkungan lainnya.

Semua faktor di atas harus dipertimbangkan secara kritis ketika memilih sebuah pereaksi untuk melakukan pemeriksaan khusus. Skema fraksi ekstraksi berurutan meliputi:

- Fraksi Tukar: Sebagian besar protokol yang direkomendasikan berusaha untuk perlakuan pertama menggantikan bagian logam sebagai entitas yang terpisah menggunakan $MgCl_2$ atau NH_4Ac ($pH = 7$).
- Ikatan senyawa karbonat: Penghapusan karbonat menggunakan HAc , dengan atau tanpa buffer oleh $NaAc$ ($pH 5$).
- Fraksi mudah direduksi: $NH_2OH.HCl$ pada $pH 2$ umumnya digunakan, tetapi prosedur yang berbeda dalam rincian operasional minor seperti padat / rasio solusi, waktu perawatan, dan prosedur pencucian.
- Oxidizable oksida dan fraksi sulfida: H_2O_2/NH_4Ac yang paling sering digunakan.
- Sisa mineral: campuran asam kuat diterapkan ($HF/HClO_4/HNO_3$) untuk mencuci semua sisa logam.

Fraksi-fraksi dari prosedur ekstraksi bertahap dapat dibagi menjadi langkah-langkah berikut:

- Fraksi Mobile: fraksi ini termasuk yang larut dalam air dan mudah ditukar (adsorpsi nonspesifik) logam dan kompleks Metallo-organik mudah larut. Bahan kimia yang digunakan untuk fraksi ini umumnya dalam salah satu dari kelompok berikut :

 1. Air atau larutan garam sangat encer (kekuatan < ionik 0,01 mol / l),
 2. Larutan garam netral tanpa kapasitas pH buffer (misalnya, $CaCl_2$, $NaNO_3$),
 3. Larutan garam dengan kapasitas pH buffer (misalnya, NH_4Ac),
 4. Senyawa agen kompleks organik (misalnya, DTPA, EDTA).

- Fraksi *Mobilizable*: fraksi ini berisi khusus terikat, permukaan tersumbat spesies (kadang juga spesies terikat CaCO_3 dan kompleks Metallo-organik dengan kelompok ikatan lemah).
- Fraksi terikat karbonat: Untuk membubarkan elemen terikat pada karbonat, umumnya buffer solusi (misalnya, HAc / NaAc; pH = 4.75) digunakan. Zeien et al. mengusulkan untuk membubarkan karbonat dengan menambahkan setara jumlah HCl diencerkan menjadi 1 mol / 1 $\text{NH}_4\text{Ac}/\text{Hac}$, menangani khusus teradsorpsi dan permukaan tersumbat jejak fraksi elemen tanah dengan 5% m / m karbonat.
- Fraksi terikat organik: Berbagai pendekatan pembubaran terikat organik unsur-unsur yang dikenal: (i) rilis oleh oksidasi, (ii) rilis oleh disolusi, dan (iii) penambahan bersaing ligan. Berbagai metode ekstrak fraksi organik terikat sebelum fraksi oksida, sebelum fraksi yang terikat karbonat atau langsung setelah fraksi-terikat karbonat atau setelah oksida-terikat fraksi. Fraksi organik sendiri lagi terikat dapat dibagi sampai dengan tiga fraksi terpisah.
- Fraksi terikat oksida Mn: fraksi ini sensitif terhadap prosedur pengeringan sebelum ekstraksi. Fraksi yang paling rentan terhadap perubahan pE dan pH. Obligasi runutan logam untuk Mn-oksida mungkin dengan mudah dimobilisasi pada perubahan kondisi lingkungan. fraksi ini harus dipisahkan sebelum oksida Fe atau Al.
- Fraksi terikat oksida Fe dan Al: Dalam fraksi ini, fraksi terikat Fe juga dapat dibedakan dalam bentuk amorf dan kristalin
- Sisa fraksi: fraksi ini terutama berisi kristal-terikat jejak logam dan paling sering dilarutkan dengan asam terkonsentrasi tinggi dan prosedur pencernaan khusus.

Berbagai macam prosedur ekstraksi tersedia untuk logam yang berbeda dan variasi ekstraksi dimanfaatkan karena kondisi sedimen dan komposisi tanah yang bervariasi. Poin-poin berikut ini harus dipertimbangkan ketika merancang prosedur ekstraksi yang memadai:

- Pereaksi: menyangkut gangguan kimia dan fisik baik dalam langkah ekstraksi dan analisis masing-masing.
- Langkah ekstraksi: menyangkut selektivitas, proses readsorsi, dan proses redistribusi. Jika menggunakan pereaksi tunggal untuk langkah-langkah yang

berbeda pemilihannya sehubungan dengan kapasitas pertukaran ion atau pengurangan /kapasitas oksidasi, setiap langkah harus dirancang secara individual dengan pertimbangan khusus.

- Konsentrasi bahan kimia: Efisiensi ekstraktan untuk membubarkan atau desorbsi jejak logam dari sedimen dan tanah biasanya akan meningkat dengan meningkatnya konsentrasi atau kekuatan ion. Hukum termodinamika memprediksi efisiensi dari ekstraktan untuk membubarkan atau desorbsi jejak logam dari sampel padat.
- pH ekstraksi: Pereaksi dengan kapasitas buffer besar atau pereaksi tanpa kapasitas buffer dapat digunakan.
- Larutan / rasio padat dan kapasitas ekstraksi: Jumlah relatif ekstraktan yang ditambahkan ke sedimen dan tanah akan memiliki berbagai implikasi pada hasil. Pada dasarnya, Wenzel et al. membedakan menjadi empat kasus, misalnya,
 - (1) pembubaran senyawa logam murni menurut produk kelarutan,
 - (2) pertukaran ion murni oleh 0,1-1 mol / l larutan garam netral, atau
 - (3) oleh air atau larutan garam netral sangat encer ($<<0,1$ mol / l), dan
 - (4) kombinasi dari (1) dengan baik (2) atau (3).
- Waktu ekstraksi dan batch proses: Pengaruh waktu ekstraksi berhubungan dengan kinetika reaksi antara sampel padat dan ekstraktan. Ekstraksi mungkin terutama didasarkan baik pada desorpsi atau reaksi pembubaran. Untuk desorpsi kation logam dari sistem tanah heterogen, Sparks mengidentifikasi empat pertimbangan menentukan langkah, misalnya, (i) difusi kation bebas dalam ruang larutan, (ii) difusi film, (iii) difusi partikel, dan (iv) reaksi desorpsi.

Dengan demikian, tingkat reaksi pertukaran ion kebanyakan film dan/atau partikel difusi dikontrol. Kuat pencampuran, pengadukan, atau getaran berpengaruh secara signifikan terhadap proses ini. Film difusi biasanya mendominasi dengan partikel kecil, sedangkan difusi partikel biasanya terbatas pada tingkat partikel besar. Pengenceran larutan biasanya mendukung proses pengendalian difusi film. Waktu untuk mencapai kesetimbangan pertukaran ion pada tanah bervariasi antara beberapa detik dan hari serta dipengaruhi oleh sifat tanah. Untuk pembubaran mineral, pada dasarnya tiga langkah pengendalian telah diidentifikasi, misalnya, (i) pengangkutan zat terlarut jauh dari kristal

terlarut (kinetika transport-terkontrol), (ii) permukaan kinetika reaksi yang dikontrol di mana ion yang terlepas dari permukaan kristal, dan (iii) kombinasi dari keduanya. Batch proses (misalnya, aduk atau gemitar) meningkatkan laju reaksi transportasi yang dikendalikan, sementara mereka tidak mempengaruhi reaksi permukaan yang dikontrol. Goncangan dan proses batch lain dapat meningkatkan pembubaran garam mudah larut lebih efektif, tetapi tidak akan mempengaruhi laju kelarutan mineral kurang larut. Percobaan yang dilaporkan oleh beberapa penulis umumnya menunjukkan peningkatan kadar logam dengan waktu ekstraksi seperti yang diharapkan dari teori kinetika reaksi.

- Suhu Ekstraksi: Dalam rentang suhu ekstraksi normal (20-25 °C atau suhu kamar), pengaruh suhu pada kemampuan logam untuk terakstraksi biasanya kecil, tetapi harus dipertimbangkan untuk interpretasi perbedaan yang kecil tersebut. Akhirnya, seluruh prosedur harus dioptimalkan berkaitan dengan selektivitas, kesederhanaan, dan reproduktifitas. (Hlavay. J et. al.2004)

Atas dasar prosedur ekstraksi akan diperoleh gambaran kadar, dan distribusi logam yang menjadi target dalam sampel.

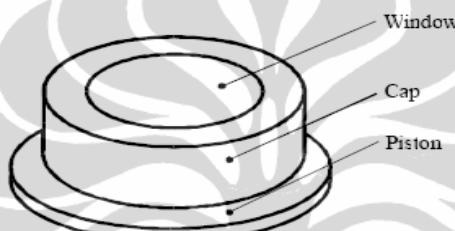
2.4.1 Keunggulan dan kelemahan Ekstraksi bertahap

Analisis logam dengan ekstraksi merupakan tahap pemekatan runutan dari sampel, sehingga dengan memperhatikan faktor yang mempengaruhi keberhasilan ekstraksi di atas, kadar runutan dalam ekstrak dapat diperoleh secara maksimal. Namun menjadi suatu kelemahan karena dilakukan dalam waktu yang cukup lama, membutuhkan jenis reagan yang cukup banyak.

Kurangnya spesifisitas pada fraksi tertentu oleh ekstraktan bisa memobilisasi unsur yang terkait dengan fase padat lainnya dari pada fase sasaran ekstraksi (Kirk G. Scheckel. et. Al, 2003). Kelompok studi lingkungan Eropa menyelidiki untuk analisis tanah dan sedimen, penyebab kesalahan dalam menguji sering terjadi untuk versi yang dioptimalkan didasarkan pada proses pencucian atau prosedur ekstraksi (*misalnya*, bahan referensi dari protokol dalam studi laboratorium yang memungkinkan adanya kation baru dalam endapan dan tanah sebelum prosedur ekstraksi tunggal atau berurutan).(A. G Rauret et. al. 1998).

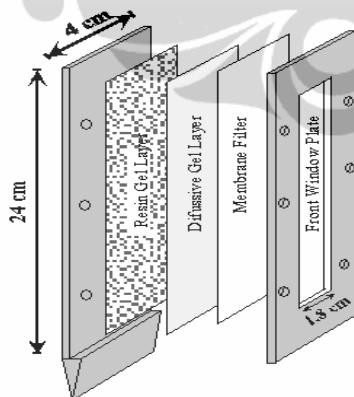
2.5 DGT

DGT atau Diffusive Gradient in Thin Film, adalah suatu metode pengukuran yang ditemukan di Lancaster oleh Bill Davison dan Hao Zhang. DGT adalah perangkat sederhana terbuat dari plastik yang diisi dengan resin gel atau filter difusif. Produk DGT terdapat dua macam yaitu gel disk (gel cakram) dan gel strip. Gel yang digunakan dalam DGT jenis gel disk terdapat enam macam seperti , *diffusive gel* (open pore), *restriced gel* (untuk mengukur senyawa anorganik labil), chelex gel (untuk logam), Fe-oksida gel (untuk fosfor), AMP gel (untuk C), AGI gel (untuk sulfida).



Gambar 2.1 Alat DGT model Disk gel

Sedangkan gel yang digunakan pada DGT model gel strip, ada lima macam, di antaranya, *diffusive gel* (open pore), *chelex gel* (untuk logam), Fe-oksida gel (untuk fosfor), AMP gel (untuk C), AGI gel (untuk sulfida).



Gambar 2.2 Alat DGT model Strip gel

DGT dapat digunakan untuk berbagai tujuan, seperti mengamati (waktu rata-rata konsentrasi), spesiasi (senyawa anorganik atau organik), fluks dalam sedimen dan tanah, konstanta kinetik dan termodinamik, dan pengukuran resolusi spasial tinggi. Penggunaan resin dan difusif gel disesuaikan dengan kebutuhan penelitian.

2.5.1 DGT Sebagai Perangkat Analisis dan Spesiasi Logam

Penelitian penggunaan DGT sebagai analisis karakterisasi, spesiasi dan migrasi logam telah banyak dilakukan. Penelitian meliputi air limbah rumah tangga, air limbah pabrik, pertambangan, air laut, biota laut dan sedimen.

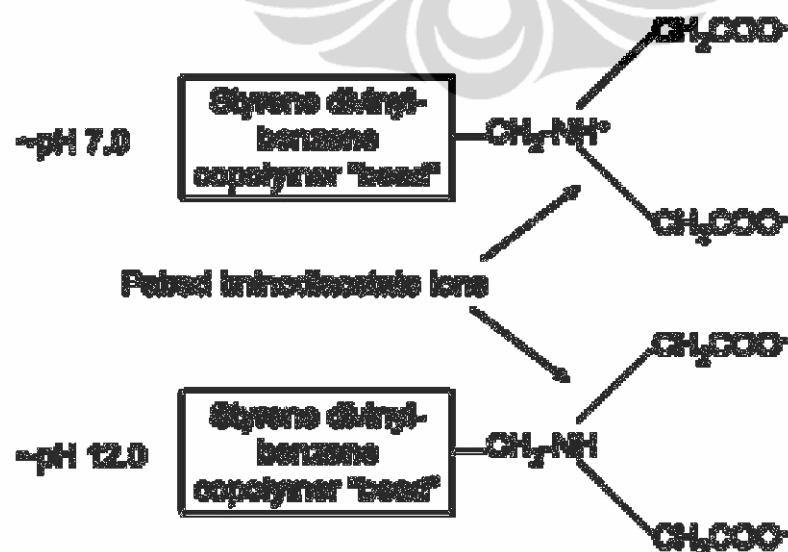
DGT model disk adalah suatu alat sederhana terbuat dari plastik berbentuk bulat dengan diameter 2,5 cm yang dapat diisi dengan lapisan resin chelex yang diresapi hidrogel untuk mengumpulkan logam. Ion harus berdifusi melalui filter. Proses difusi ion melalui filter adalah pembentukan gradien konsentrasi yang konstan dalam lapisan resin yang menjadi dasar untuk mengukur logam dalam larutan secara kuantitatif tanpa membutuhkan kalibrasi terpisah. Massa logam pada lapisan resin diukur setelah direndam dengan asam, pengukuran dapat dilakukan dengan AAS.

Resin yang digunakan sebagai adsorben logam adalah chelex-100 yaitu berupa sorben polimer yang mengandung gugus iminodiasetat.

Chelex-100 berperan sebagai resin khelat yang dapat mengikat banyak unsur runutan logam dan juga berperan sebagai resin penukar ion.



Gambar 2.3 Gugus iminodiasetat



Gambar 2.4 Struktur polimer Chelex-100

Hidrogel sebagai pengumpul logam terbuat dari senyawa Acrylamide 40% dan cross-linker 0,3 % (senyawanya tidak diketahui, dipatenkan oleh DGT Research Ltd, Skelmorlie, Bay Horse Rd, Quernmore, Lancaster LA2 0QJ, UK). Filter sebagai penyaring partikel kasar terbuat dari serat sellulosa.

2.5.2 Prinsip Kerja DGT dalam Menganalisis Logam

Penerapan DGT dalam sedimen dan tanah dapat dibagi menjadi dua jenis, ditandai dengan tujuan yang berbeda dan metodologi:

1. Sistem Homogen (atau penyebaran bulk).

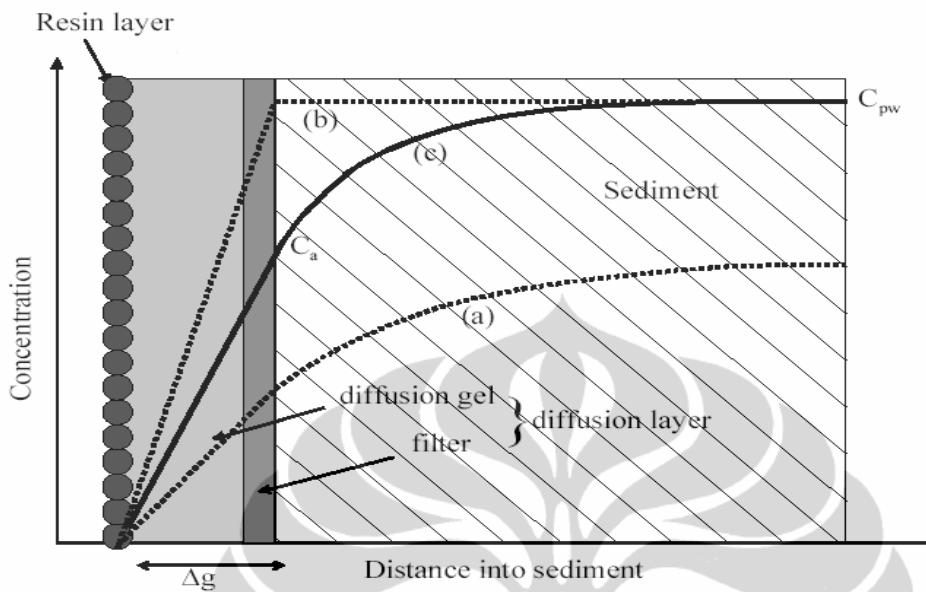
Tujuannya adalah untuk mengukur langsung fluks ke perangkat DGT dan menafsirkannya sebagai konsentrasi efektif yang dialami oleh perangkat. DGT juga dapat digunakan untuk menyelidiki secara kuantitatif kandungan logam dalam sedimen. Hal ini dicapai dengan menggabungkan pengukuran DGT yang dilakukan pada waktu yang berbeda atau dengan berbagai ketebalan lapisan gel dalam endapan (idealnya tercampur rata), dengan pengukuran air pori independen dan menggunakan model interaksi sedimen air agar sesuai dengan hasilnya.

2. Sistem Heterogen (atau penyebaran resolusi tinggi).

Sistem ini bertujuan lebih konvensional yaitu digunakan dalam pengukuran DGT in situ untuk menggambarkan profil vertikal dan atau horizontal konsentrasi air pori pada resolusi sangat tinggi.

Dalam sistem homogen maupun heterogen diperlukan homogenitas sedimen dan kondisi anoxic yang bertujuan untuk mengurangi kadar oksigen dalam badan air, sehingga diharapkan terjadi regulasi senyawa logam berat (senyawa yang mudah teroksidasi) dalam sedimen dan juga mengurangi ion-ion pengganggu yang dapat menghambat migrasi logam dari sedimen dan zat padat dalam air.

Analisa prinsip kerja DGT diilustrasikan seperti gambar 2.5



Gambar 2.5 Skema sistem kerja DGT dalam sedimen

Keterangan: (a) penyimpangan, (b) lanjutan, (c) kelanjutan yang sering ditemukan,
 (Ca) konsentrasi air pori antara permukaan sedimen dengan DGT,
 (C_{pw})konsentrasi air pori

Interpretasi pengukuran DGT dalam sedimen perlu mempertimbangkan perbedaan signifikan dari penggunaannya.

1. Karena kurangnya pasokan, sehingga konsentrasi ion-ion logam dalam air pori menjadi habis, dinyatakan sebagai kasus (a) dan (c) dalam gambar 2.5. Jika pasokan ion-ion logam tidak terjadi dari sedimen ke badan air (Ca) maka akan terjadi difusi dari lapisan gel ke badan air, sehingga konsentrasi ion logam dalam perangkat DGT akan menurun seiring dengan waktu penggelaran.
2. Jika diasumsikan pasokan ion-ion logam dari sedimen ke badan air (Ca) selama penggelaran berlangsung konstan, maka pengembangan selanjutnya adalah konsentrasi air pori interfasial antara DGT dan sedimen diasumsikan pada keadaan steady state, maka Ca dihitung sebagai massa logam yang diadsorbsi oleh DGT (persamaan 1. Sub 2.5.3) sebagai M_{DGT} . Oleh karena itu konsentrasi terukur dalam perangkat DGT (C_{DGT} persamaan 2 sub 2.5.3) adalah konsentrasi ion pori dekat dengan DGT. Dan C_{DGT} adalah konsentrasi rata-rata Ca selama penggelaran.

Dalam prakteknya kondisi steady state tidak terjadi selama penggelaran (Ca selalu berubah selama waktu penggelaran) dan terjadi perbedaan yang cukup besar antara Ca dan DGT terukur. Oleh sebab itu untuk selanjutnya istilah C_{DGT} dinyatakan sebagai konsentrasi DGT terukur yang setara dengan konsentrasi rata-rata air pori interfasial dengan waktu penyebaran.(Harper et.al dalam Hao Zhang)

2.5.3 Tata Cara Penggunaan DGT dalam Mengukur Logam

a. Penyimpanan bahan

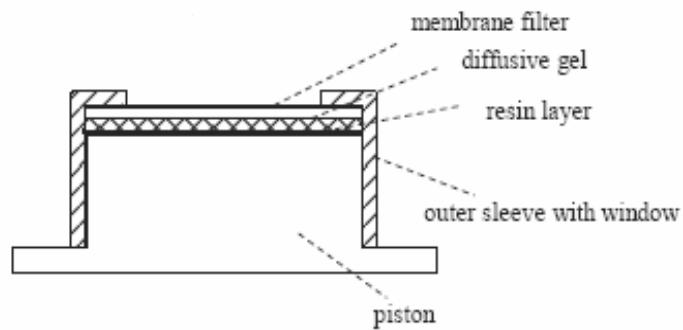
Sebelum digunakan chelex-100 disimpan dalam MQ atau air bebas ion dalam lemari es (4°C), sedangkan difusif gel disimpan dalam $0,01 - 0,1 \text{ M NaNO}_3$ (atau NaCl) pada suhu kamar. Bahan dapat disimpan dalam kondisi tersebut selama 12 bulan.

b. Pemotongan gel disk

Gel dipotong berbentuk cakram dengan diameter 2,5 cm, menggunakan pemotong gel (sterilin tabung) langsung ke gel.

c. Perakitan perangkat DGT

Prosedur perakitan DGT sebelum penggelaran dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut, membran filter disk ($d = 2,5 \text{ cm}$) dibasahi dengan aqua bidest (air bebas ion), atur membran dan gel penyaring pada dasar perangkat DGT, seperti ditunjukkan pada gambar 3.2, tempatkan Chelex gel pada dasar pertama dan pastikan resin sisi menghadap ke atas, kemudian tempatkan gel yang banyak di atas Chelex gel diikuti oleh membran penyaring. Hati-hati meletakkan tutup dan pastikan dalam posisi horizontal, kemudian tekan ke bawah sampai dasar.



Gambar 2.6 Skema representasi perakitan perangkat DGT

(sumber ; Hao Zhang, 2001)

2.5.3 Perhitungan Konsentrasi logam dalam DGT

Cara menghitung konsentrasi adalah sebagai berikut :

- a. Pertama menghitung massa logam. Massa logam dalam resin gel (M) dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan ;

dimana Ce adalah konsentrasi logam dalam larutan 1M HNO₃ elution (dalam µg / l), V_{HNO₃} adalah volume HNO₃ ditambahkan ke resin gel, V_{gel} adalah volume resin gel, biasanya 0,16 ml, fe adalah faktor elution untuk setiap logam, biasanya 0,8.

- b. Konsentrasi logam diukur oleh DGT (C_{DGT}) dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan ;

di mana Δg adalah ketebalan difusif gel (0.8 mm) ditambah ketebalan membran penyaring (0,13 mm), D adalah koefisien difusi logam pada gel (lihat lampiran 1 Tabel 2), t adalah waktu penyebaran dan A adalah luas penampang ($A = 3,14 \text{ cm}^2$).

- c. Bandingkan C_{DGT} dengan konsentrasi larutan rendaman dianalisis dalam sampel yang diambil selama percobaan. Apabila perbedaan berada dalam jarak 10%, baik. Tetapi jika ada perbedaan besar, percobaan ulang dilakukan lagi.(Hao Zhang, 2001)

2.5.4 Keunggulan Pengukuran Logam dengan DGT

Beberapa keunggulan pengukuran dengan menggunakan teknik DGT dibandingkan dengan teknik sorben lain adalah :

- a. Dapat mengukur kadar diatas nilai ambang yang rendah dengan pre konsentrasi yang baik sekali memberikan sensitivitas 10 – 12 mol/ liter, dengan pemasangan dua unit DGT yang berbeda ketebalan lapisan secara paralel memungkinkan pengukuran yang akurat di bawah kondisi aliran rendah.
 - b. DGT memberikan konsentrasi rata-rata waktu yang ideal untuk pemantauan.
 - c. DGT dapat mengukur semua spesies yang berada dalam kesetimbangan dengan spesies yang dapat terikat ke agen pengikat. Misalnya Cu^{2+} mengikat chelex resin. Cu dalam air ada sebagai spesies anorganik (misalnya $CuOH^+$ dan $CuCO_3$) dan sebagai kompleks organik yang dapat terdisosiasi. Dengan menggunakan berbagai

jenis gel untuk lapisan difusif, spesies anorganik dalam larutan dapat diukur secara terpisah dari spesies organik.

Ada beberapa pendapat yang menunjukkan bahwa akan terjadi masalah ketika melakukan pengukuran pada larutan sangat encer dengan jumlah ion kurang dari 0,2 mmol. Rentang pH yang dapat digunakan tergantung pada spesies yang diukur. Kebanyakan logam diukur hingga pH 11, di atas pH tersebut ada masalah stabilitas gel.

Terdapat beberapa logam yang dapat diukur pada pH antara 8 – 11 berdasarkan pertimbangan adsorpsi dan kelarutan. Batas bawah pH tersebut ditentukan oleh persaingan antara logam dan ion hidrogen untuk mengikat gel. Cd mengikat relatif lemah dan dapat diukur pada pH 4,5. Cu mengikat sangat kuat dan dapat diukur pada pH 2. DGT dapat mengukur konsentrasi logam dalam perairan, dengan konsentrasi maksimum yang dapat diukur bergantung pada kapasitas resin.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh H. A Menginstu (2009) terhadap limbah tambang emas diperoleh bahwa perangkat DGT menunjukkan potensi besar dalam memantau pencemaran air tambang secara akurat dan dengan biaya lebih rendah.. Samplers DGT menunjukkan potensi besar untuk mengawasi evolusi spesies tercemar logam di sepanjang sungai dan mungkin menentukan sumber pencemaran. Karena kemudahan pada penyebaran dan biaya instalasi yang relatif rendah, perangkat DGT dapat digelar pada lokasi kedalaman yang dipilih dan untuk menguji risiko adanya pencemaran sumber daya permukaan dan air tanah yang penting terhadap pasokan air kepada masyarakat.

Penelitian lain yang menggunakan DGT dilakukan oleh H. Docekalova untuk mengukur kadar merkuri dalam air sungai. Dari tinjauan yang dilakukannya perlu suatu pertimbangan selektifitas gel yang digunakan dalam DGT terhadap jenis logam yang akan ditentukan.

Pada tahun 2002 penggunaan DGT dalam penelitian spesiasi logam Cr dilakukan oleh H. Ernstberger et.al, mereka menyatakan jumlah kromium yang dielusi bisa dipertanggungjawabkan oleh kesetimbangan difusional sederhana antara gel dengan resin.

2.5.5 Bioavailabilitas DGT

DGT menurunkan konsentrasi ion-ion logam dalam badan air, maka respon sedimen adalah memasok kembali ion-ion logam yang bersumber dari spesies labil dalam larutan dan sedimen. Atas dasar konsep ini diasumsikan, konsentrasi terukur dari DGT adalah konsentrasi efektif yaitu konsentrasi ion-ion logam yang dapat terlepas dari fraksi labil dalam sedimen, juga dapat sebagai konsentrasi efektif yang dapat terserap oleh biota dalam air laut.

Perangkat DGT memungkinkan penentuan jenis biologam yang tersedia secara akurat, yang tidak dapat dideteksi atau diukur dalam tingkat konsentrasi yang lebih tinggi (*bioavailable*) oleh grab sampler konvensional. Total konsentrasi terukur dari sampel yang diambil tidak selalu mewakili jumlah logam berbahaya yang terdapat dalam organisme.(H. A. Menginstu, 2009)

2.6 Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)

Dalam menganalisa sampel, Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) memanfaatkan interaksi radiasi elektromagnetik dengan elektron dari atom atau molekul.

Cuplikan dibakar dalam nyala, sehingga terbentuk atom-atom netral dari unsur yang akan dianalisis dalam tingkat energi dasar (*ground state*). Suatu energi radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu dikenakan pada atom-atom tersebut. Sebagian dari radiasi elektromagnetik itu diserap oleh atom-atom unsur dalam nyala, dan sebagian lagi diteruskan. Rasio energi yang diserap dengan yang diteruskan dapat dibaca sebagai persen transmiten atau absorban

Perhitungan secara kuantitatif dari perubahan radiasi elektromagnetik tersebut dengan menggunakan instrumentasi optik merupakan basis dari spektroskopi. Seperti lazimnya metoda atau teknik pengukuran, proses perhitungan akan melibatkan serentetan kejadian terpadu. Pertama zat yang akan diukur diidentifikasi (berupa atom atau molekul) kemudian dibuat interaksi antara radiasi elektromagnetik pada suatu panjang gelombang dengan jenis zat tersebut. Informasi dari zat kemudian ditransmisikan ke photodetektor yang bertindak sebagai transducer yang merubah besaran tersebut menjadi besaran listrik agar

mudah diidentifikasi. Dengan kata lain secara kuantitatif energi yang diserap oleh zat akan identik dengan jumlah zat perkandungan zat tersebut, sedangkan secara kualitatif panjang gelombang dimana energi dapat diserap akan menunjukkan jenis zatnya.

2.6.1 Komponen Dasar

Komponen AAS adalah :

1. *Sumber Cahaya*, Sumber cahaya/radiasi yang akan memancarkan sinar radiasi elektromagnet pada panjang gelombang yang diinginkan. Pada umumnya sumber yang digunakan dalam instrument AAS yaitu sumber kontinyu. Sumber radiasi yang kini banyak dipakai adalah *Hallow Cathode Lamp* (HCL) atau lampu ketoda berongga.
2. *Atomizer*, yang terdiri dari :
 - a. *Nebulizer*, yaitu alat yang langsung kontak dengan larutan sampel, biasanya mangandung asam. Nebulizer berfungsi untuk mengubah larutan menjadi aerosol. Sistem *Nebulizer Burner* adalah jantungnya AAS, karena disinilah efisiensi pengatoman ditentukan, jadi akan langsung berpengaruh terhadap kepekaan analisis.
 - b. *Spray Chamber*, yaitu bagian alat dalam AAS yang berfungsi untuk membuat campuran sehomogen mungkin antara gas oksigen, bahan bakar, serta aerosol yang mengandung sampel sebelum mencapai burner (nyala). Bentuk spray chamber sangat mempengaruhi kepekaan analisis yang dapat dicapai. Spray chamber mengubah butir-butir cairan yang lebih besar dari 5 mikron akan mengembun kembali dan dibuang melalui katup pembuangan. Butir-butir yang kecil akan menghasilkan kepekaan lebih tinggi karena lebih mudah diuapkan pelarutnya dan lebih mudah untuk diatomisasikan.
 - c. *Burner*, dimana bentuknya harus dapat mencegah bahaya *Blow Back* (masuknya nyala ke dalam spray chamber). Burner harus selalu bersih untuk menjamin kepekaan tinggi dan presisi yang baik. Populasi atom terbanyak berada dalam nyala 0,5 - 1 cm dari dasar nyala.

3. *Sistem Optik*, yang berfungsi mengumpulkan cahaya dari sumbernya, melewatkannya ke sampel kemudian ke monokromator. Sistem optik dapat berupa single beam maupun double beam.
4. *Monokromator*, fungsi monokromator dalam alat ini bukan untuk mengubah cahaya dari sumber sinar, tetapi untuk cahaya dari nyala pembakaranya menjadi sinar monokromatis.
5. *Detektor*, tipe detektor pada AAS biasanya memakai tabung photomultiplier. Tenaga listrik yang dihasilkan dari detektor kemudian diteruskan ke amplifier setelah itu baru diteruskan ke sistem pembacaan. Skala yang dibaca dalam satuan %T atau absorbansi yang dapat dibaca dalam layar monitor.

2.6.2 Hubungan antara Serapan Atom dengan Konsentrasi

Jika seberkas cahaya tepat mengenai suatu medium yang mengandung atom-atom dalam keadaan dasar dari suatu unsur, maka sebagian cahaya ini akan diabsorbsi. Banyaknya cahaya yang diabsorbsi sebanding dengan banyaknya atom-atom dalam keadaan dasar.

$$\begin{aligned} \ln I_t / I_o &= k b C \\ 2.303 \log I_t / I_o &= -k b C \\ \log I_t / I_o &= k / 2.303 b C \\ &= -\epsilon b C \end{aligned}$$

ϵ adalah absorbansia molar, k merupakan konstanta, dan b adalah panjang nyala api. Jika konsentrasi (C) dalam satuan g/L maka ϵ dapat diganti dengan a yang disebut sebagai absorbansia spesifik. Transmitans adalah perbandingan intensitas cahaya yang ditransmisikan ketika melewati sample (I_t) dengan intensitas cahaya mula-mula sebelum melewati sample (I_o).

$$T = I_t / I_o$$

$$\log T = -\epsilon b C$$

- log T disebut juga sebagai A = absorbansi, sehingga :

$$-\log T = A = \epsilon b C$$

Persamaan ini disebut hukum Lambert-Beer.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

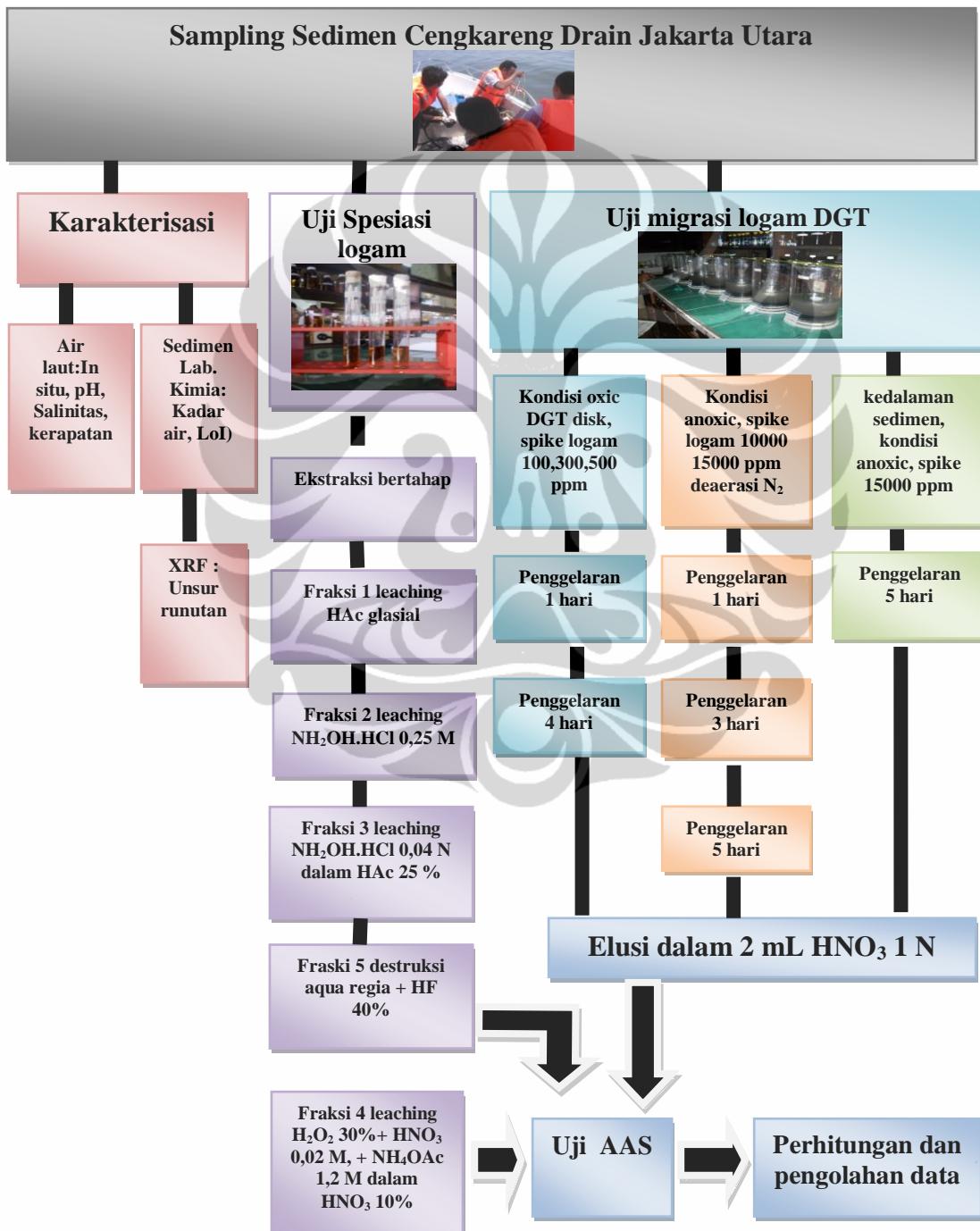
Muara sungai yang dipilih sebagai lokasi penelitian adalah muara sungai yang diperkirakan mendapat beban pencemaran industri paling banyak, yaitu Cengkareng Drain. Sedimen diambil dengan menggunakan Pietrson Grab dengan kedalaman 10-15 cm di 3 titik yaitu bagian tengah, bagian kanan dan bagian kiri muara. Sedimen yang diperoleh diperlakukan dengan menggunakan ekstraksi bertahap (5 tahapan). Contoh sedimen yang diolah/preparasi sebanyak 60 sampel terdiri dari 1 muara x 3 titik sampel x 2 logam berat x 5 tahapan ekstraksi/fraksi. Hasil keseluruhan yang diperoleh digunakan sebagai data awal kandungan logam berat dalam sedimen, yang selanjutnya dilakukan pengukuran migrasi logam berat dari sedimen ke perairan dengan menggunakan metode DGT.

3.2 Metode Penelitian

Ada tiga metode yang digunakan yaitu;

1. Spesiasi logam berat Pb dan Cr dengan ekstraksi bertahap (*sequential extraction*) dengan mengadopsi metode Tessier yang sudah dimodifikasi, dimana prinsip dari ekstraksi bertahap ini adalah berdasarkan pada pemikiran bahwa reagen tertentu akan spesifik terhadap fase-fase tertentu dan mekanisme tertentu pula. Metode ini digunakan untuk menentukan distribusi logam berat diantara berbagai macam substrat logam berat dalam sedimen baik berupa senyawa organik maupun anorganik.
2. Analisis kandungan logam berat Pb dan Cr dengan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). AAS yang digunakan adalah seri AA-6300, dengan ketelitian untuk logam Pb dan Cr adalah 0,1 ppm per gram sampel sedimen. Dengan panjang gelombang untuk logam Pb 2170 nm dan logam Cr 3579 nm.
3. Pengujian migrasi logam berat dari sedimen ke perairan menggunakan DGT. DGT yang digunakan ada dua jenis yaitu DGT disk dan DGT strip. Pengujian migrasi dengan DGT disk menggunakan dua variasi dan kondisi yaitu spike logam dengan konsentrasi 100 ppm, 300 ppm dan 500 ppm pada kondisi oxic untuk

penggelaran 1 dan 4 hari. Variasi yang ke dua spike logam dengan konsentrasi 10000 ppm dan 15000 ppm pada kondisi anoxic menggunakan deaerasi gas N₂. Pengujian migrasi logam pada kedalaman sedimen menggunakan DGT strip, spike logam berkonsentrasi 15000 ppm, pada kondisi anoxic dengan deaerasi gas N₂. Skema desain penelitian sebagai berikut :



Gambar 3.1 Skema Desain Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah alat dan bahan yang ada di laboratorium departemen kimia, dan sebagian dari laboratorium Departemen Kelautan FMIPA Universitas Indonesia.

3.3.1 Alat

Dalam melakukan penelitian ini alat-alat yang digunakan antara lain, Sentrifuge dengan kecepatan 1000 – 10000 rpm, tabung sentrifuse, Tabung reaksi, labu ukur 100 mL, Pipet ukur 0,5 mL, Pipet gondok (1 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL , 25 mL), Beaker teflon 500 mL, Oven, AAS (AA-6300), Hot plate, water batch, DGT disk, DGT strip, Tabung penggelaran, Benang nilon, Peietersen Grab, box ice, Lumpang + mortar dan spatula kaca.

3.3.2 Bahan

Bahan yang diperlukan untuk penelitian ini yaitu Aquabides, Asam asetat glasial (p.a Merk), Hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)(p.a Merk), Peroksida air (H_2O_2) 30 %, Asam nitrat (HNO_3) 63 %, Aguaregia, Larutan Na-Asetat 1,2 M, Larutan HF 40 % (p.a Merk), Larutan baku Pb 0; 0,5 ; 1 ; 2,5 ; 4 dan 5 ppm, Larutan baku Cr 0 ; 0,5 ; 1 ; 2,5 ; 4 dan 5 ppm, Na-nitrat (p.a Merk), Natrium klorida (p.a Merk), Gas N_2 HP.

3.4 Pengambilan Sampel

Dengan menggunakan alat Pietersen Grab, sampel sedimen diambil dari lokasi sampling Cengkareng Drain pada tiga titik ordinat. Titik sampel 1 ditandai sebagai CD1 pada $06^\circ 05'45,4''$ LU dan $106^\circ 45' 17,1''$ BT. Titik sampel 2 ditandai sebagai CD2 pada $06^\circ 05' 24,9''$ LU dan $106^\circ 45' 51,0''$ BT. Titik sampel 3 ditandai sebagai CD3 pada $06^\circ 04' 0,70''$ LU dan $106^\circ 45' 0,92''$ BT. Sampel dibungkus dengan kantong plastik, dan disimpan dalam box ice agar tetap dingin untuk mengurangi oksidasi logam berat sebelum diuji di laboratorium.

3.5 Karakterisasi

Karakterisasi menyangkut sifat fisik air laut yaitu suhu, pH, salinitas, kedalaman dan kerapatan dilakukan *in situ* menggunakan refraktometer. Karakter sedimen yang meliputi kadar air, *lost of ignition*, kadar runutan dalam sedimen dilakukan di laboratorium, dengan prosedur sebagai berikut;

3.5.1. Kadar air.

Sebanyak $150 \pm 0,0002$ g sediment basah, dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam, setelah dingin ditimbang kembali.
perhitungan dengan persamaan:

$$\text{kadar air} = \frac{\text{berat sedimen basah} - \text{berat sedimen kering}}{\text{berat sedimen basah}} \times 100 \dots\dots\dots \quad (3)$$

3.5.2. Lost of Ignition (LoI)

Sedimen kering ditimbang sebanyak $1 \pm 0,0002$ g, dipanaskan dalam tanur pada suhu 550°C selama 24 jam, setelah dingin ditimbang kembali
Perhitungan :

$$\text{LoI} = \frac{\text{berat sedimen kering} - \text{berat sedimen } (550^{\circ}\text{C})}{\text{1 gram sampel}} \times 100 \dots\dots\dots \quad (4)$$

3.5.3. Kadar Runutan dalam Sedimen

Pengukuran kadar runutan dalam sedimen dilakukan dengan X-ray-Fluorescence di laboratorium Program Studi Ilmu Material Pascasarjana FMIPA Universitas Indonesia, dengan kondisi voltase $30,0\text{ kV}$, arus $0,01\text{ mA}$ dan waktu pengujian 180 s.

3.6 Ekstraksi Bertahap

3.6.1 Ekstraksi Bertahap (Larutan Uji)

Metode ekstraksi bertahap yang diterapkan dalam penelitian ini adalah kombinasi metode yang diusulkan oleh Tessier et.al dan Solomon et.al, dimana fraksi 1 (Tessier) diganti dengan fraksi 1 (Solomon) (J.Hlavay, 2004).

Proses ekstraksi bertahap diterapkan pada semua sampel. Perlakuan pertama adalah mengeringkan contoh sedimen di oven selama 24 jam dengan suhu 105°C untuk memastikan sedimen kering. Tiap gram sampel akan mengalami perlakuan sebagai berikut :

a. Leaching dengan Asam asetat glasial



Dinyatakan sebagai *fraksi 1*, dengan prosedur ; 1 g ($1,000 \pm 0,002$ g) contoh sedimen ditimbang dan dimasukkan ke dalam tabung sentrifuge 15 mL. Ditambahkan 5 mL asam asetat glasial. Dikocok selama 2 menit, disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm, tutup tabung dibuka perlahan, kemudian didekantasi larutan dari tabung sentrifuge ke tabung uji.(tandai tabung uji analisis leach asam lemah), tabung residu tutup kembali untuk pencucian selanjutnya, serta tutup juga tabung uji untuk analisa Pb dan Cr. Residu dicuci dalam tabung sentrifugasi dengan aquabides sebanyak 50 ml dan kocok selama 2 menit. Lakukan sentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm, dekantasi air dari tabung dan buang airnya. Sedimen dicuci lagi dalam tabung sentrifugasi dengan aquabides sebanyak 15 mL dan lakukan pengocokan selama 2 menit, lakukan sentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm, Dekantasi air dari tabung reaksi dan buang airnya, untuk persiapan fraksi 2.

b. Leaching Hidroksilamin Hidroklorida



Dinyatakan sebagai *fraksi 2* dengan prosedur sebagai berikut; Kedalam tabung contoh (residu fraksi 1) ditambahkan 20 mL 0,25 M hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) lalu dilakukan pengocokan selama 2 menit dan dibiarkan selama semalam. Sentrifugasi sampel selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Tutup tabung dibuka perlahan, kemudian dekantasi larutan dari tabung sentrifuge ke tabung uji.(tandai tabung uji analisa leach hidroksilamin hidroklorida). Tabung residu tutup kembali untuk pencucian selanjutnya, serta tutup juga tabung uji untuk analisa Pb dan Cr. Residu dicuci dalam tabung sentrifugasi dengan aquabides sebanyak 15 mL dan kocok selama 2 menit. Lakukan sentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Dekantasi air dari tabung dan buang airnya. Cuci lagi sedimen dalam tabung sentrifugasi dengan aquabides sebanyak 50 ml dan lakukan pengocokan selama 2 menit. Lakukan sentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Dekantasi air dari tabung reaksi dan buang airnya, sedimen dikeringkan lagi di oven 80 °C selama 1 jam, untuk persiapan fraksi 3.

c. Leaching Hidrosilamin Hidroklorida Panas



Dinyatakan sebagai *fraksi 3*, dengan langkah kerja sebagai berikut; ke dalam tabung contoh (residu fraksi 2) di tambahkan 20 mL 0,04 M hidrosilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) yang telah dilarutkan dalam 25 % asam asetat glasial, lalu dilakukan pengocokan selama 2 menit. Dipanaskan dalam waterbath $80 \pm 2^\circ\text{C}$ selama 24 jam. Dibiarkan dingin pada suhu ruang, lalu disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Tutup tabung dibuka perlahan, kemudian didekantasi larutan dari tabung sentrifuge ke tabung uji. (tandai tabung uji analisis hidrosilamin hidroklorida panas). Tabung residu tutup kembali untuk pencucian selanjutnya, serta tutup juga tabung uji untuk analisa Pb dan Cr. Residu dicuci dalam tabung sentrifugasi dengan aquabides sebanyak 15 mL dan kocok selama 2 menit. Lakukan sentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Dekantasi air dari tabung dan buang airnya. Sedimen dikeringkan lagi di oven 80°C selama 1 hari untuk persiapan fraksi 5.

d. Leaching dengan H_2O_2



Dinyatakan sebagai *fraksi 4*, dengan langkah kerja sebagai berikut; sebanyak 1 g aliquot sedimen dalam tabung sentrifugasi ditambahkan 3 mL 0,02 M HNO_3 dan 2 mL H_2O_2 30 %, tabung sentrifugasi dikocok sampai reaksi berhenti. Tabung ditutup, dipanaskan dalam hot plate selama ± 2 jam, dibiarkan dingin, kemudian ditambahkan 3 mL H_2O_2 30 %, kocok sampai reaksi berhenti. Dipanaskan lagi selama ± 3 jam. Didinginkan, lalu ditambah 5 mL 1,2 M NH_4Oac dalam 10 % HNO_3 , dikocok sampai homogen, larutan disentirfuge pada suhu $\pm 10^\circ\text{C}$ selama 5 – 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm, supermatant di masukkan dalam labu ukur 25 mL untuk pengujian logam Pb dan Cr.

e. Destruksi



Dinyatakan sebagai *fraksi 5*, dengan langkah kerja sebagai berikut; sebanyak 0,5 g residu dari fraksi 3 dimasukkan ke dalam teflon bomb lalu ditambahkan 1 mL aguaregia ($\text{HCl} : \text{HNO}_3 = 3:1$) dipanaskan sampai hampir kering dan ditambahkan 6 mL HF 40% ke tiap teflon bomb. Dilakukan berulang-

ulang sampai semua sedimen larut, filtrat yang dihasilkan dianalisis untuk menentukan kadar logam Pb dan Cr dengan uji AAS.

3.6.2 Larutan Blanko

Dibuat sama dengan prosedur larutan uji tanpa menggunakan sampel sedimen.

3.6.3 Larutan Baku

1. Larutan Baku Pb

Dibuat dengan mengencerkan 10 mL larutan induk 1000 ppm dalam labu ukur hingga volume 100 mL, hasilnya adalah larutan baku 100 ppm. Kemudian dari larutan baku 100 ppm ini dibuat larutan baku dengan konsentrasi masing-masing, 0 ; 0,5 ; 1 ; 2,5 ; 4 ; 5 ppm.

2. Larutan Baku Cr

Dibuat dengan mengencerkan 10 mL larutan induk 1000 ppm, dalam labu ukur 100 ml hingga tepat batas garis, sehingga diperoleh larutan baku dengan konsentrasi 100 ppm. Kemudian dari larutan baku 100 ppm dibuat larutan baku dengan konsentrasi masing-masing 0; 0,5 ; 1 ; 2,5 ; 4 ; 5 ppm.

3.7 Prosedur Penggelaran DGT

3.7.1 Penggelaran DGT Disk dengan Spike ion Logam Pb^{2+} dan Cr^{3+} pada kondisi oxic.

Penggelaran DGT dilakukan dalam laboratorium, dengan menggunakan tabung. Sebanyak 4 buah tabung penggelaran masing-masing diisi dengan sedimen dari tiga titik sampel yang sudah dihomogenkan sebanyak $500 \pm 0,0002$ g. lalu spike larutan ion logam Pb^{2+} dan Cr^{3+} (0 ppm tabung 1, 100 ppm tabung 2, 300 ppm tabung 3 dan 500 ppm tabung 4). Untuk sedimen yang sudah dispike dengan larutan ion logam Pb^{2+} dan Cr^{3+} , masing-masing ditambahkan air laut sebanyak 1000 mL.

Penggelaran DGT disk dilakukan dengan prosedur sebagai berikut :

Pasangkan senar kail ke lubang pada dasar DGT, atau pasangkan DGT pada suatu dudukan yang sesuai kemudian segera masukan dalam perairan. Pastikan bahwa seluruh unit DGT sepenuhnya terendam selama masa penggelaran (1 hari). Siapkan catatan waktu ke menit terdekat dan suhu air selama penggelaran. Prosedur yang sama dilakukan untuk penggelaran 4 hari.

3.7.2 Penggelaran DGT Disk dengan Spike ion Logam Pb²⁺ dan Cr³⁺ pada Kondisi Anoxic (deaerasi gas N₂)

Tabung penggelaran disiapkan sebanyak 3 buah. Seperti prosedur awal (3.7.1) sedimen dispike dengan konsentrasi 0 ppm (tabung 1), 10000 ppm (tabung 2) dan 15000 ppm (tabung 3). Setelah air laut ditambahkan (1000 mL) dilakukan deaerasi gas N₂ selama 24 jam. Penggelaran dilakukan seperti prosedur 3.7.1 dengan variasi waktu, 1 hari (\pm 24 jam), 3 hari (\pm 72 jam) dan 5 hari (\pm 120 jam).

3.7.3 Penggelaran DGT Strip

Media penggelaran dibuat dengan tabung berdiameter 10 cm. Sedimen dari tiga titik sampel diaduk secara merata sebelum diisi kedalam tabung. Sedimen diisi sebanyak $1250 \pm 0,0002$ g, agar ketinggian sedimen dapat menanam strip. Untuk media penggelaran, sedimen dispike dengan larutan ion logam Pb²⁺ dan Cr³⁺ 15000 ppm. Sebelum penggelaran DGT strip dilakukan deaerasi gas N₂ selama 24 jam. Sebanyak 250 mL air laut ditambahkan dengan hati-hati.

Penggelaran DGT strip dilakukan dengan prosedur sebagai berikut ; Sebelum DGT strip ditanam dalam sedimen, tandai strip dengan ukuran cm, untuk mengetahui analisis kedalaman sedimen. Lakukan pegelaran dan pastikan DGT strip tertanam di sedimen dan keseluruhannya terendam dalam air laut. Penggelaran dilakukan untuk waktu 5 hari (\pm 120 jam)

3.8 Tata cara Menganalisa DGT

Untuk menganalisa sampel dari DGT dilakukan dengan prosedur berikut : Resin gel setelah penyebaran diambil dengan cara memutar sekrup tutup, maka tutup akan pecah. Tutup yang rusak dibersihkan, kemudian lepaskan filter dan

lapisan gel, lapisan paling bawah adalah resin gel. Resin gel ditempatkan dalam tabung sampel yang bersih dan menambahkan 1 mL larutan 1 M HNO_3 . Resin gel harus sepenuhnya terendam dalam larutan HNO_3 . Larutan rendaman dibiarkan paling tidak selama 24 jam sebelum analisa. Setelah itu resin gel dipipet dari sampel tabung dan diencerkan minimal 5 kali dengan aquadest.(Hao Zhang, 2003)

3.9 Pengujian kadar logam Pb dan Cr dengan AAS

Sampel uji yang diperoleh dari perlakuan ekstraksi dan DGT dilakukan pengujian dengan AAS di laboratorium afiliasi departemen kimia Universitas Indonesia. Dengan cara sebagai berikut; Pengujian larutan standart untuk memperoleh kalibrasi regresi linear, pengujian larutan blanko, pengujian sampel. Data yang diperoleh berupa absorbansi dan konsentrasi alat.

Data konsentrasi alat yang diperoleh dari hasil pengujian dengan AAS dihitung dengan persamaan regresi linear kalibrasi larutan standar sebagai berikut

$$\text{ppm alat} = \frac{Y+a}{b} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

$$\text{ppm sampel} = \frac{(\text{ppm alat} \times \text{FP} \times \text{volume asam})}{\text{berat sedimen}} \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

Keterangan : Y = absorbansi sampel; a dan b = nilai regresi linear

FP = faktor pengenceran.

BAB 4

PEMBAHASAN

4.1 Hasil uji Karakteristik Air laut dan Sedimen

Hasil pengukuran sifat fisik air secara in situ yang meliputi suhu, pH, salinitas dan kerapatan air laut, diperoleh sebagai berikut :

Tabel 4.1 Sifat fisik air laut

No	Parameter	satuan
1	Suhu	28 – 30 °C
2	pH	6,8 – 7,0
3	Salinitas	24 – 27 ‰
4	Kerapatan	1,015 – 1,019 gL ⁻¹

Hasil uji laboratorium terhadap kadar air, Los of Ignition (LoI), diperoleh sebagai berikut:

Tabel 4.2 Karakteristik sedimen

No	Parameter	Satuan (%)		
		CD 1	CD 2	CD 3
1.	Kadar air	58,29	62,16	59,61
2.	Lost of Ignition (Loi)	14,22	13,92	13,72

Hasil Uji X-ray Fluorescence terhadap runutan dalam Sedimen, diperoleh sebagai berikut:

Tabel 4.3 Kadar Unsur Runutan dalam Sedimen

No	Nomor Atom	Rumus kimia	wt (%)	at/mol (%)	Rumus kimia	wt (%)	at/mol (%)
1	13	Al ₂ O ₃	234,909	185,855	Al	193,484	242,965
2	14	SiO ₂	425,486	571,260	Si	343,135	413,950
3	15	P ₂ O ₅	Td	-	P	td	-
4	16	S	23,705	59,639	S	45,843	48,442
5	17	Cl ₂ O ₇	107,649	47,480	Cl	82,845	79,175
6	19	K ₂ O	0,9306	0,7969	K	15,884	13,764
7	20	CaO	17,154	24,676	Ca	25,567	21,614
8	22	TiO ₂	15,281	15,428	Ti	19,597	13,862
9	23	V ₂ O ₃	0,0995	0,0536	V	0,1457	0,0969
10	25	MnO ₂	0,8388	0,7784	Mn	12,210	0,7531
11	26	Fe ₂ O ₃	157,126	7.9374	Fe	259,977	157,728

Hasil uji laboratorium terhadap kadar logam berat Pb dan Cr dalam air laut sebelum penggelaran DGT diperoleh sebagai berikut:

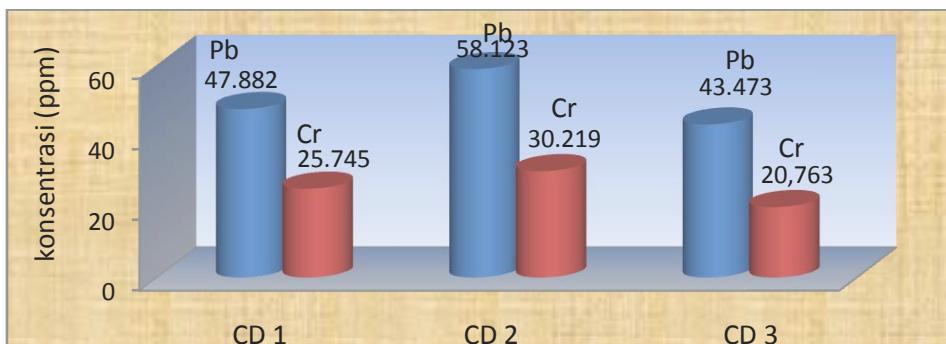
Tabel 4.4 Kadar Logam berat Pb dan Cr dalam air laut

No	Titik sampel	Pb (ppm)	Cr (ppm)
1	CD 1	0.325	Tidak terdeteksi
2	CD 2	0.200	Tidak terdeteksi
3	CD 3	0.287	Tidak terdeteksi

4.2 Hasil uji Ekstraksi Bertahap

4.2.1 Kadar Logam Pb dan Cr dalam Sedimen

Berdasarkan penelitian dengan metode ekstraksi bertahap diperoleh hasil kadar logam Pb berkisar antara 20 – 67 ppm masih tergolong normal karena menurut Reseau National d'Observation Thayib dan Rozak, kadar normal Pb dalam sedimen yang tidak terkontaminasi berkisar antara 10 - 70 ppm. Distribusi logam dalam sedimen hampir merata untuk setiap titik sampel. Namun pada perlakuan yang kedua diperoleh hasil yang menurun dibandingkan perlakuan 1 dan 3 untuk CD 2 (Tabel 4.5), analisa standart deviasi untuk setiap perlakuan terjadi penyimpangan yang cukup besar pada perlakuan 2 dan pada fraksi 4 dan 5. Walaupun demikian rata-rata kadar logam Pb dalam sedimen tertinggi diperoleh pada CD 2. Hasil penelitian oleh Abdul Rozak dan Rochyatun tahun 2003 diperoleh bahwa kadar logam Pb di sedimen perairan teluk Jakarta berkisar antara 6,74 - 50,53 ppm, dari rata-rata kadar logam Pb dalam sedimen, hasil ini masih dalam rentang yang sama. Untuk kadar logam Pb dalam air laut diperoleh berkisar antara 0,2 – 0,325 ppm (Tabel 4.3).



Gambar 4.1 Diagram Kadar Logam Pb dan Cr dalam Sedimen

Tabel 4.5. Data kadar logam Pb dalam sedimen

No	Ekstraksi	CD 1 (ppm)			Rata-rata	SD
		P1	P2	P 3		
1	f1	2.462	1.776	5.713	3.317	2.10
2	f2	4.178	0.626	2.000	2.268	1.79
3	f3	17.907	7.265	10.569	11.914	5.45
4	f4	29.681	6.717	14.854	17.084	11.64
5	f5	10.446	9.172	20.282	13.300	6.08
6	Jumlah	64.674	25.555	53.418	47.882	
CD 2 (ppm)						
1	f1	2.537	1.888	5.570	3.332	1.97
2	f2	3.283	1.413	4.571	3.089	1.59
3	f3	10.147	9.065	14.283	11.165	2.75
4	f4	24.831	4.089	8.170	12.363	10.99
5	f5	27.010	42.373	15.140	28.174	13.65
6	Jumlah	67.807	58.828	47.733	58.123	
CD 3 (ppm)						
1	f1	1.641	1.719	4.428	2.596	1.59
2	f2	4.327	0.050	4.285	2.887	2.46
3	f3	10.595	7.265	10.569	9.476	1.92
4	f4	24.055	6.421	14.111	14.862	8.84
5	f5	10.296	5.239	25.423	13.653	10.50
6	Jumlah	50.915	20.693	58.817	43.475	

Kadar logam Cr dalam sedimen berkisar antara 20,7 – 30,2 ppm (Tabel 4.6), dari hasil ini kadar logam Cr tertinggi diperoleh pada CD 2 dan terendah pada CD 3. Analisa standart deviasi setiap perlakuan tidak menunjukkan penyimpangan yang terlalu jauh. Hasil penelitian Endang Rochyatun pada tahun 1996 sekitar 48,09 – 69,08 ppm, keadaan ini menunjukkan bahwa kadar logam Cr dalam sedimen menunjukkan penurunan. Perbedaan ini disebabkan pereaksi yang digunakan untuk fraksi sisa. Kadarnya dalam air laut tidak terdeteksi, nilai ambang batas logam Cr dalam perairan yang ditetapkan adalah 0,05 ppm (Peraturan Pemerintah RI No. 82 Tahun 2001). Kadar rata-rata logam berat Pb dan Cr dinyatakan dalam gambar 4.1.

Tabel 4.6 Data kadar logam Cr dalam sedimen

No	Ekstraksi	CD 1 (ppm)			Rata-rata	SD
		P 1	P 2	P 3		
1	f1	1.483	1.859	1.291	1.544	0.29
2	f2	0.828	2.110	0.327	1.088	0.92
3	f3	5.447	5.753	5.126	5.442	0.31
4	f4	16.583	3.786	8.507	9.625	6.47
5	f5	8.734	8.568	6.835	8.046	1.05
6	Jumlah	33.075	22.076	22.085	25.745	
CD 2 (ppm)						
1	f1	1.310	1.619	1.218	1.382	0.21
2	f2	0.989	1.944	0.364	1.099	0.80
3	f3	4.045	9.965	12.688	8.900	4.42
4	f4	11.653	3.372	5.719	6.915	4.27
5	f5	9.998	11.195	14.579	11.924	2.38
6	Jumlah	27.996	28.094	34.568	30.219	
CD 3 (ppm)						
1	f1	0.356	1.209	0.727	0.764	0.43
2	f2	0.989	1.897	0.509	1.131	0.70
3	f3	2.460	5.209	3.890	3.853	1.38
4	f4	6.275	6.886	8.177	7.113	0.97
5	f5	7.378	8.947	7.381	7.902	0.91
6	Jumlah	17.457	24.148	20.684	20.763	

4.2.2 Distribusi Logam berat Pb dan Cr dalam Sedimen

Berdasarkan jenis pereaksi yang digunakan untuk setiap tahapan ekstraksi (fraksi) diperoleh data seperti pada Tabel 4.7 untuk logam Pb dan Tabel 4.8 untuk logam Cr.

a. Fraksi 1. Leaching asam asetat glasial.

Hasil ekstraksi dengan asam asetat glasial (CH_3COOH) sebagai pembubaran logam senyawa karbonat dan metallo organik diperoleh kadar logam Pb sebesar 3,082 ppm, atau 6,185 %, untuk berat Cr sebesar 1,23 ppm atau 4,810 %.

Distribusinya hampir merata untuk setiap titik sampel dan untuk logam Cr terendah pada CD 3.

Penggunaan asam asetat glasial pada fraksi ini diharapkan logam Pb dan Cr yang terikat dalam bentuk karbonat dapat larut tanpa merusak spesi lain yang terdapat dalam sedimen. Reaksi yang terjadi pada fraksi ini secara umum adalah:



Keterangan: L²⁺ adalah logam target

Secara alamiah reaksi ini dapat berlangsung yang disebabkan oleh adanya perubahan kondisi lingkungannya seperti, pH, gelombang laut, dan lain-lain. Sehingga fraksi ini tergolong mudah terlepas ke badan air (available).

b. Fraksi 2. Leaching NH₂OH.HCl 0,25 M

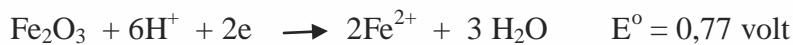
Ekstraksi dengan hidroksilamin hidroklorida bertujuan untuk pembubaran logam dalam senyawa yang tertutup oleh lapisan permukaan karbonat. Kelompok senyawa logam ini adalah kelompok senyawa logam yang secara potensial dapat direduksi atau dikatakan terikat lapisan oksida Mn. Pada fraksi ini diperoleh kadar logam Pb 2,748 ppm atau 5,515 % dan untuk logam Cr 1,106 ppm atau 4,325 %. Penggunaan reagen NH₂OH.HCl 0,25 M adalah untuk membedakan fraksi logam yang mudah tereduksi tanpa harus penambahan asam. Reaksi yang diharapkan terjadi pada fraksi ini adalah mereduksi lapisan oksida Mn.



Fraksi ini tergolong available karena rentan terhadap perubahan pH dan pE yang selalu terjadi pada kondisi yang alamiah.

c. Fraksi 3. Leaching NH₂OH.HCl 0,04 M dalam HOAc 25% dengan pemanasan (80 °C, 24 jam)

Hasil ekstraksi hidroksilamin hidroklorida dalam asam asetat glasial 25 % diperoleh logam Pb sebanyak 10,825 ppm atau 21,779 % terikat pada senyawa oksida Fe, untuk logam Cr 6,065 ppm atau 23,713 %. Fraksi ini terikat kuat dalam sedimen namun dapat menjadi available dengan perubahan kondisi lingkungan baik fisik maupun kimia. Penggunaan NH₂OH.HCl 0,04 M dalam asam asetat menunjukkan bahwa faksi ini secara potensial lebih sukar direduksi dibanding oksida Mn, sehingga dengan penambahan asam diharapkan dapat terjadi reduksi menurut reaksi:



Selektifitas rekasi ini adalah untuk melarutkan logam-logam Pb dan Cr yang terikat dalam oksida Fe amorf dan kristalin, jadi reduksinya bertujuan untuk memutuskan ikata amorf dan kristalin oksida Fe agar logam-logam yang terjerat di dalamnya dapat terlepas.

d. Fraksi 4. Leaching H_2O_2 30 % dalam HNO_3 1 M dengan buffer NH_4Ac 1,2 M.

Dari ekstraksi untuk fraksi ini 14,770 ppm atau 29,642 %, untuk logam Cr 7,884 ppm atau 30,827 % terikat dalam senyawa organik atau dalam bentuk sulfida.

Logam-logam yang terikat dengan materi organik dan sulfida ini dapat dilepaskan dengan kondisi teroksidasi. Oksidator yang paling dianjurkan adalah H_2O_2 .

Penambahan NH_4OAc adalah untuk mengadsorbsi logam yang sudah terlepas dari ikatan senyawa organik sehingga dilarutkan. Hasil dari fraksi ini tergolong unavailable, karena dalam sedimen kandungan senyawa organik berupa humit, asam humat cukup tinggi dan terikat kuat dalam sedimen.

e. Fraksi 5. Destruksi total dengan $\text{HNO}_3 + \text{HCl}$ pekat (1:3) + HF 40%

Destruksi ini merupakan fraksi sisa yaitu logam yang terikat kuat dalam bentuk oksida dan kristalin dari silika yang merupakan komponen dasar sedimen. Hasil yang diperoleh kadar logam Pb sebesar 18,376 ppm atau 36,879%, dan logam Cr 9,290 ppm atau 36,325%. Senyawa ini stabil dan terikat kuat dalam sedimen (unavailable). Penggunaan aqua regia adalah untuk mereduksi semua jejak logam yang terdapat dalam sedimen (fraksi sisa) dan HF bertujuan untuk melarutkan silika, sehingga logam-logam yang terjerat di dalamnya dapat terlarutkan.

Tabel 4.7. Kadar logam Pb dalam sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi.

No	Ekastra ksi	CD 1 (ppm)	SD n=3	CD 2 (ppm)	SD n=3	CD 3 (ppm)	SD n=3	Rata- rata (ppm)	Kompo sisi (%)
1	f1	3.317	2.10	3.332	1.97	2.596	1.59	3.082	6.185
2	f2	2.268	1.79	3.089	1.59	2.887	2.46	2.748	5.515
3	f3	11.914	5.45	11.165	2.75	9.476	1.92	10.852	21.779
4	f4	17.084	11.64	12.363	10.99	14.862	8.84	14.770	29.642
5	f5	13.300	6.08	28.174	13.65	13.653	10.50	18.376	36.879
6	Jumlah							49.827	

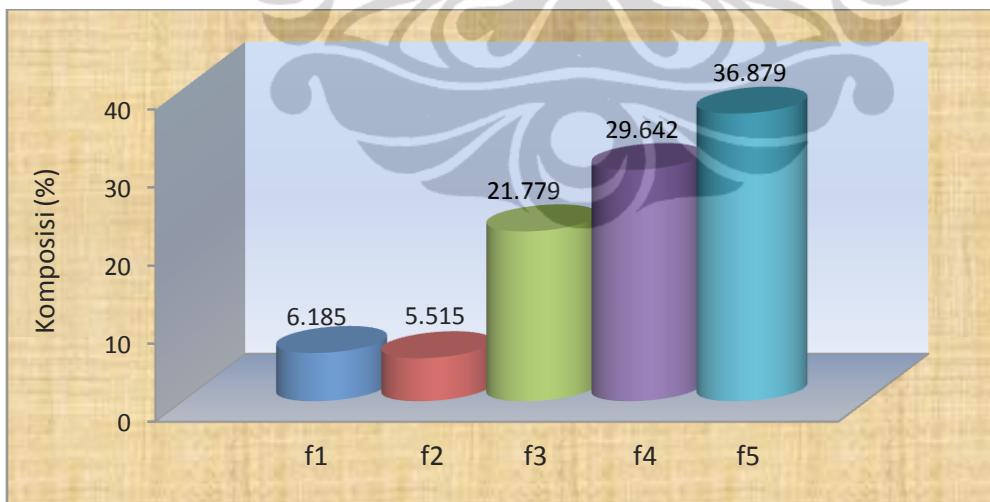
Keterangan : perhitungan diperoleh dari rata-rata setiap fraksi pada 3 kali perlakuan.

Tabel 4.8. Kadar logam Cr dalam sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi

No	Ekstraksi	CD 1 (ppm)	SD n=3	CD 2 (ppm)	SD n=3	CD 3 (ppm)	SD n=3	Rata-rata (ppm)	Komposisi (%)
1	f1	1.544	0.29	1.382	0.21	0.764	0.43	1.230	4.810
2	f2	1.088	0.92	1.099	0.80	1.131	0.70	1.106	4.325
3	f3	5.442	0.31	8.900	4.42	3.853	1.38	6.065	23.713
4	f4	9.625	6.47	6.915	4.27	7.113	0.97	7.884	30.827
5	f5	8.046	1.05	11.924	2.38	7.902	0.91	9.290	36.325
6	jumlah							25.576	

Keterangan : perhitungan diperoleh dari rata-rata setiap fraksi pada 3 kali perlakuan

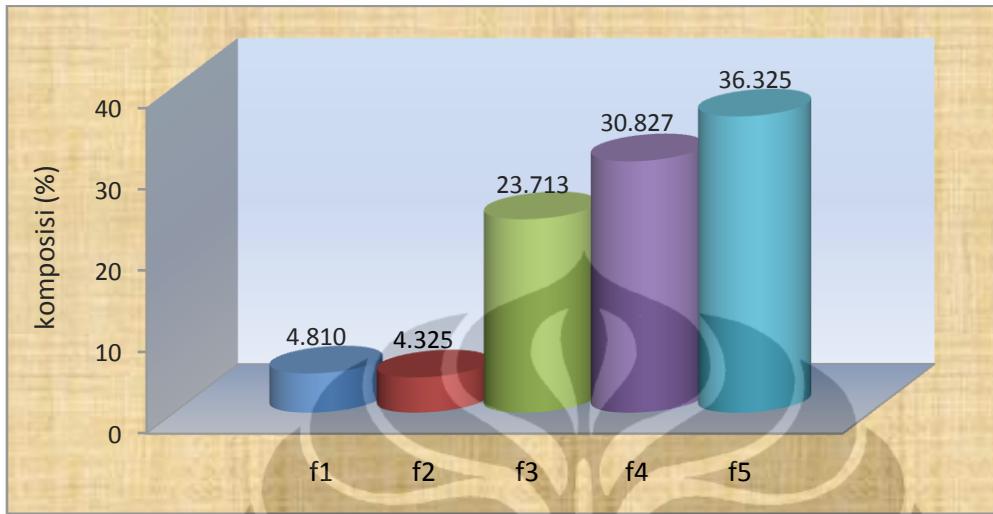
Dari hasil yang diperoleh pada setiap tahapan ekstraksi (fraksi),(gambar 4.2) distribusi logam berat Pb dalam sedimen dinyatakan sebagai berikut; 6,185 % dalam senyawa karbonat (fraksi 1), 5,515% dalam senyawa oksida Mn (fraksi 2), 21,779% terikat dalam senyawa oksida Fe (fraksi 3), 29,624% dalam senyawa organik atau sulfida (fraksi 4) dan 36,879% dalam terikat dalam residu yaitu silika (fraksi 5). Sedangkan untuk logam berat Cr (gambar 4.3) 4,183% terikat dalam senyawa karbonat (fraksi 1), 4,325% dalam senyawa oksida Mn (fraksi2), 23,713% dalam senyawa oksida Fe (fraksi 3), 30,827% dalam senyawa organik atau sulfida (fraksi 4) dan 36,325% terikat kuat dalam senyawa residu dan silika (fraksi 5).



Gambar 4.2. Diagram komposisi logam berat Pb dalam sedimen

Pemahaman tentang hasil ini adalah bahwa logam berat Pb dalam sedimen 6,185% bersifat available (fraksi 1), 27,294% intermediate (dapat bersifat available dipengaruhi kondisi lingkungan)(fraksi 2+3) dan 66,521% unavailable (fraksi 4+ 5).

Logam berat Cr 4,810% bersifat available (fraksi 1), 28,038% intermediate (fraksi 2+3) dan 67,152% unavailable (fraksi 4+5).



Gambar 4.3. Diagram komposisi logam berat Cr dalam sedimen

Hasil distribusi logam ini ada relevansinya terhadap runutan yang terdapat dalam sedimen. Pada karekteristik sedimen (Tabel 4.3) diuraikan kadar silika dan oksida Al (fraksi residu) > oksida Fe (fraksi 3) > oksida Mn (fraksi 2) total karbon tidak diukur.

Berdasarkan paparan distribusi logam dalam sedimen ini dimungkinkan potensi yang cukup besar terjadinya migrasi logam berat dari sedimen ke badan air (air laut). Dan atas dasar asumsi ini pula, maka logam berat yang terdapat dalam badan air sebagian besar berasal dari luar lingkungan perairan yang masuk ke estuaria.

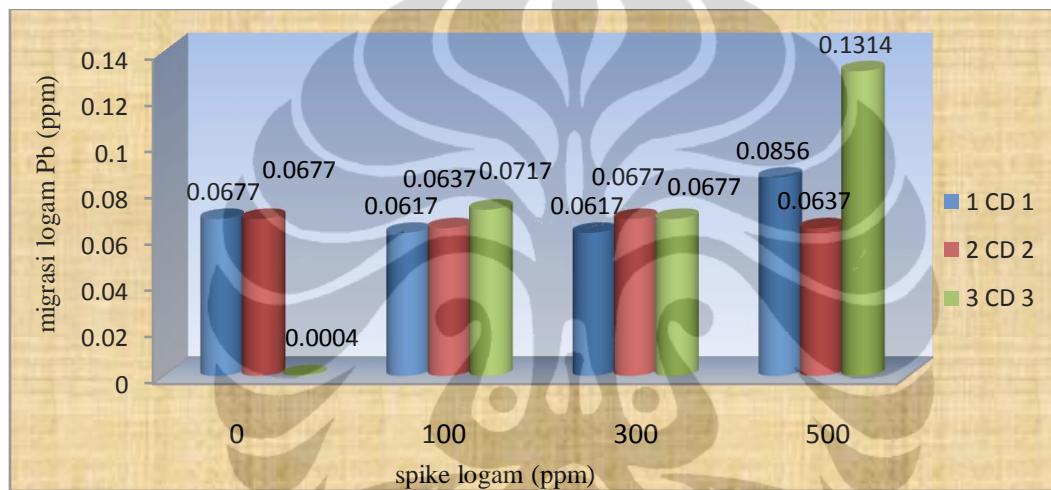
4.3 Hasil Penentuan Migrasi logam Pb dan Cr dari Sedimen ke badan air

Berdasarkan gambaran distribusi logam berat dengan metode ekstraksi di atas, migrasi logam berat dari sedimen ke badan air dapat terjadi. Berikut adalah hasil pengukuran dengan DGT disk diperoleh data kadar logam Pb dan Cr dalam air laut, dengan variasi waktu dan spike ion-ion logam yang sudah ditentukan.

4.3.1 Penggelaran DGT Disk kondisi Oxic dengan Spike ion logam Pb^{2+} dan Cr^{3+} 100, 300 dan 500 ppm.

a. Penggelaran 1 hari

Berdasarkan data yang diperoleh pada penggelaran DGT selama 24 jam, migrasi logam Pb dari sedimen ke badan air berkisar antara 0,0667 ppm hingga 0,1314 ppm, spike larutan ion logam Pb^{2+} yang bertujuan menjamin ketersediaan konsentrasi dalam sedimen dan badan air tidak menunjukkan peningkatan migrasi logam dari sedimen ke badan air.



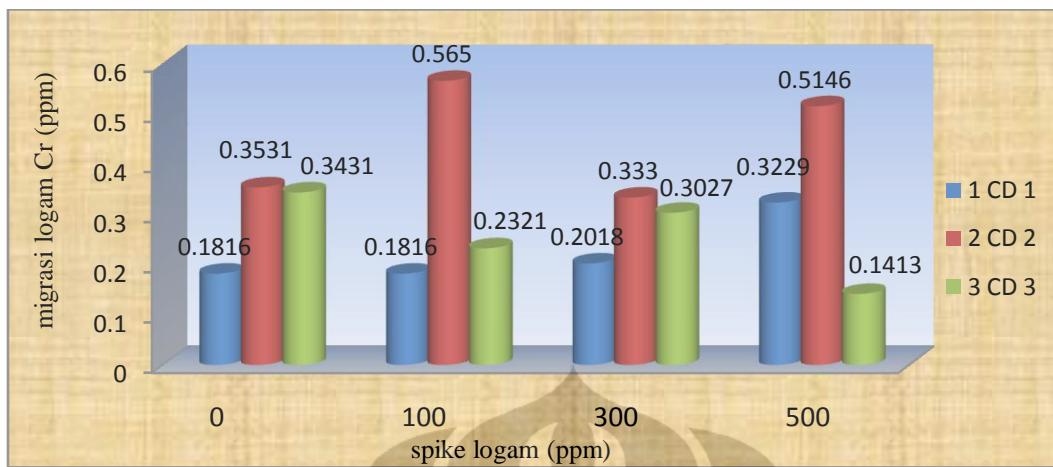
Gambar 4.4 Diagram Migrasi Logam Pb kondisi oxic penggelaran 1 hari

Hal yang sama terjadi pada migrasi logam Cr ke badan air, spike ion logam Cr^{3+} ke dalam sedimen tidak menunjang migrasi yang lebih besar. Migrasi logam Cr ke badan air berkisar antara 0,1816 ppm hingga 0,5650 ppm dan hasil ini lebih tinggi dibanding logam Pb, seperti yang diperoleh dalam Tabel 4.9 berikut.

Tabel 4.9 Migrasi logam Pb dan Cr ke badan Air Penggelaran DGT disk 1 hari

No	Titik Sampel	Logam Pb (ppm)				Logam Cr (ppm)			
		0	100	300	500	0	100	300	500
1	CD 1	0.0677	0.0617	0.0617	0.0856	0.1816	0.1816	0.2018	0.3229
2	CD 2	0.0677	0.0637	0.0677	0.0637	0.3531	0.5650	0.3330	0.5146
3	CD 3	0.0004	0.0717	0.0677	0.1314	0.3431	0.2321	0.3027	0.1413

Keterangan : Kadar diperoleh dari perhitungan C_{DGT} (persamaan 2 sub. 2.5.3)



Gambar 4.5 Diagram Migrasi logam Cr kondisi oxic penggelaran 1 hari

b. Penggelaran 4 hari

Pada penggelaran 4 hari, migrasi logam Pb ke badan air berkisar antara 0,028 ppm hingga 0,081 ppm, spike ion logam Pb^{2+} ke dalam sedimen tidak begitu berpengaruh terhadap migrasi logam Pb ke badan air.

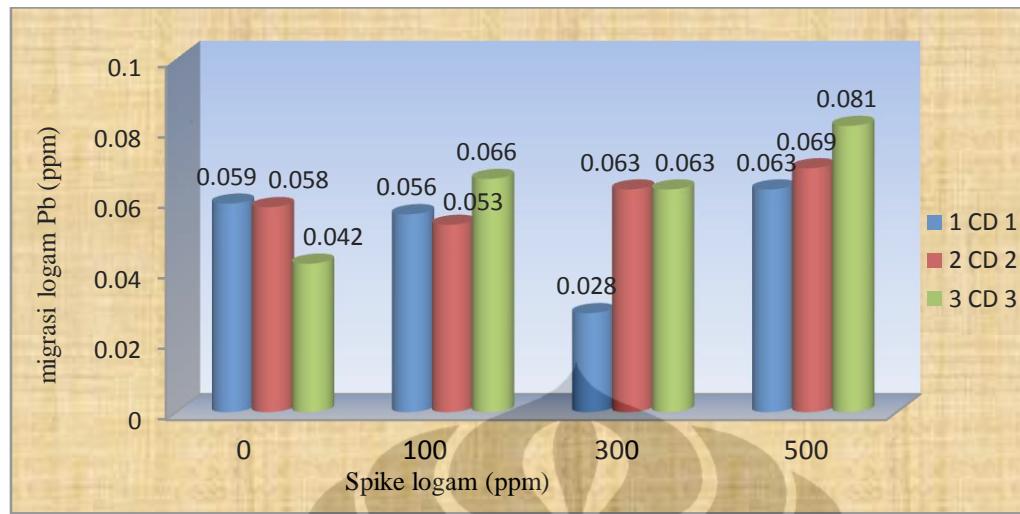
Migrasi logam Cr ke badan air berkisar antara 0,0012 ppm hingga 0,0085 ppm, data menunjukkan penurunan migrasi logam Cr ke badan air dibandingkan pada penggelaran 1 hari.

Kenyataan ini menggambarkan bahwa terjadi kejemuhan dalam difusif gel mengakibatkan konsentrasi logam Pb dan Cr yang terukur dalam DGT dengan rata-rata waktu penggelaran menunjukkan penurunan. Seperti data yang ditunjukkan dalam Tabel 4.10 berikut. Namun konsentrasi efektif (C_e) yang diserap oleh DGT selama rentang waktu penggelaran tidak menunjukkan pertambahan yang berarti (lampiran Tabel 30 dan Tabel 32).

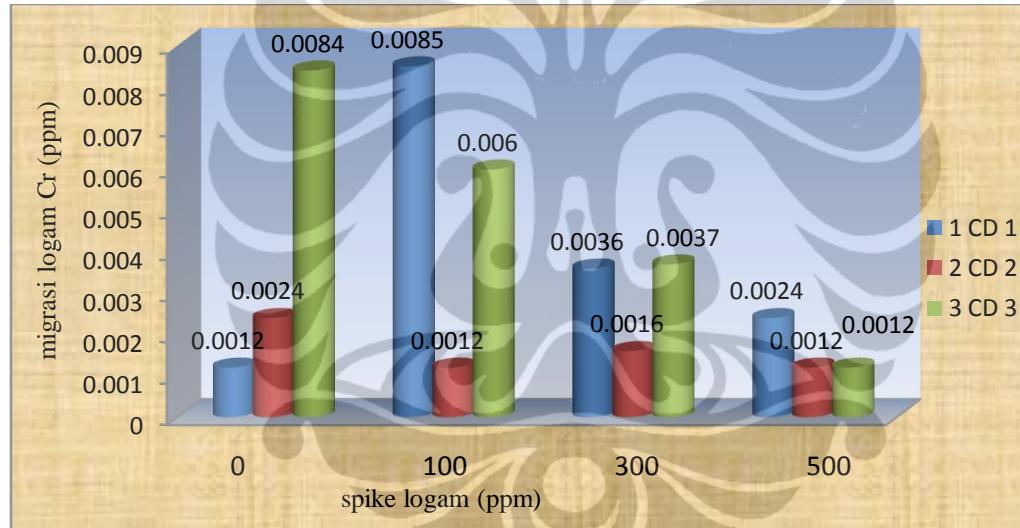
Tabel 4.10 Migrasi logam Pb dan Cr kondisi oxic Penggelaran DGT disk 4 hari

No	Titik Sampel	Logam Pb (ppm)				Logam Cr (ppm)			
		0	100	300	500	0	100	300	500
1	CD 1	0.059	0.056	0.028	0.063	0.0012	0.0085	0.0036	0.0024
2	CD 2	0.058	0.053	0.063	0.069	0.0024	0.0012	0.0016	0.0012
3	CD 3	0.042	0.066	0.063	0.081	0.0084	0.0060	0.0037	0.0012

Keterangan : Kadar diperoleh dari perhitungan C_{DGT} (persamaan 2 sub. 2.5.3)



Gambar 4.6 Diagram Migrasi Logam Pb dari Sedimen ke badan Air kondisi oxic



Gambar 4.7 Diagram Migrasi Logam Cr dari Sedimen ke badan air kondisi oxic

Asumsi lain yang dapat dikatakan kadar oksigen terlarut dan ion-ion pengganggu yang ada dalam air laut juga berpengaruh terhadap kelarutan logam berat Pb dan Cr dari sedimen ke badan air, bahwa pada kondisi ini (Tabel4.3) mengarahkan reaksi kesetimbangan ke pengendapan. Hasil penelitian yang dilakukan oleh A. Setiadi dan J. M. Manik (1994) menunjukkan kecepatan sedimentasi dipengaruhi oleh kadar oksigen terlarut dalam air, yang berarti bila kadar oksigen terlarut tinggi, maka kesetimbangan reaksi berlangsung ke arah pengendapan. Hasil logam Pb lebih rendah dari logam Cr, yang mempengaruhi adalah terjadinya pembentukan koloid ion-ion Pb

yang terlarut dengan klorida yang terdapat dalam badan air, sebagai bahan perbandingan bahwa kadar Cl dalam sedimen cukup banyak (Tabel 4.3).

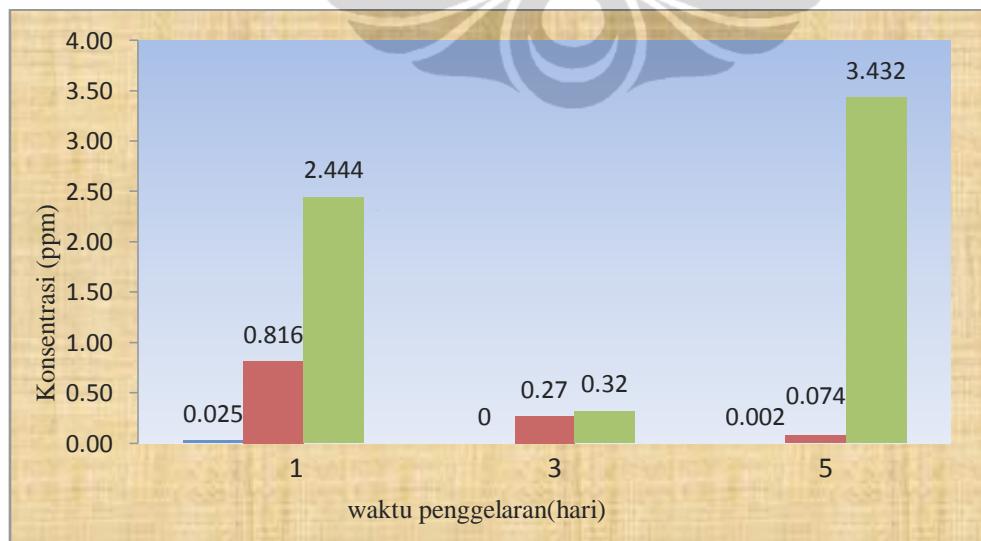
4.3.2. Penggelaran DGT Disk kondisi anoxic (deaerasi gas N₂)

Seperti yang telah diasumsikan di atas, adanya ion-ion pengganggu dan oksigen terlarut dalam air laut serta homogenitas sedimen turut mempengaruhi migrasi logam berat dari sedimen ke badan air. Untuk mengurangi faktor pengganggu tersebut dilakukan proses dearasi gas N₂.

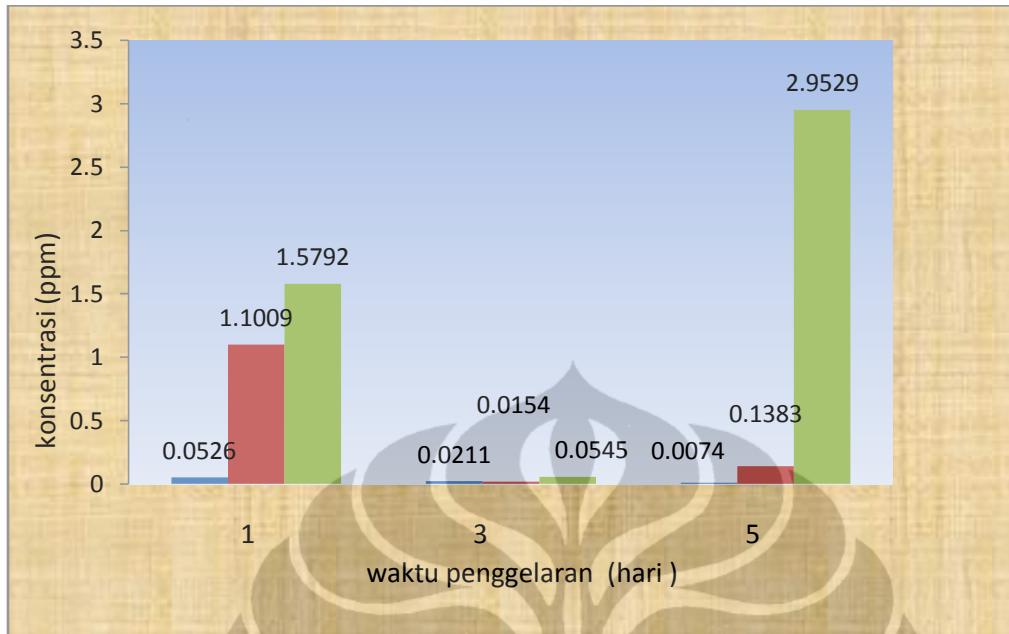
Data yang diperoleh menunjukkan adanya pengaruh pengurangan kadar oksigen, ion-ion pengganggu dalam air laut serta homogenitas sedimen terhadap migrasi logam berat Pb dan Cr ke badan air. Seperti data dalam Tabel 4.11.

Tabel 4.11 Migrasi Logam Pb dan Cr dari sedimen ke badan air, penggelaran DGT Disk gel 1-5 hari

Sampel	Logam Pb (ppm)			Logam Cr (ppm)		
	1 hari	3 hari	5 hari	1 hari	3 hari	5 hari
0	0.025	0.000	0.002	0.0526	0.0211	0.0074
10000	0.816	0.270	0.074	1.1009	0.0154	0.1383
15000	2.444	0.320	3.432	1.5792	0.0545	2.9529



Gambar 4.8 Diagram migrasi Logam Pb dari Sedimen ke badan air



Gambar 4.9 Diagram migrasi logam Cr dari sedimen ke badan air

Pada kondisi kurang oksigen (anoxic) kadar dan migrasi logam Pb terjadi peningkatan, migrasi logam Pb dari sedimen ke badan air berkisar antara 0,025 ppm hingga 3,432 ppm, namun terjadi tren menurun pada hari ketiga lalu meningkat di hari kelima, bahkan penggelaran yang tidak disuntik larutan ion Pb^{2+} dan disuntik 10000 ppm mengalami penurunan sampai hari kelima. Tren yang sama terjadi untuk logam Cr. Migrasi logam Cr ke badan air berkisar antara 0,02 ppm sampai 2,9529 ppm. Ketebalan difusi gel juga hendaknya dipertimbangkan untuk mencegah kejemuhan agar hasil pengukuran diperoleh dengan DGT lebih signifikan.

4.4 Hasil Penentuan Migrasi logam berat Pb dan Cr pada berbagai kedalaman Sedimen

Pengukuran migrasi logam berat Pb dan Cr dalam berbagai kedalaman menggunakan DGT strip gel, dengan inkubasi gas N_2 dan di gelar selama 5 hari.

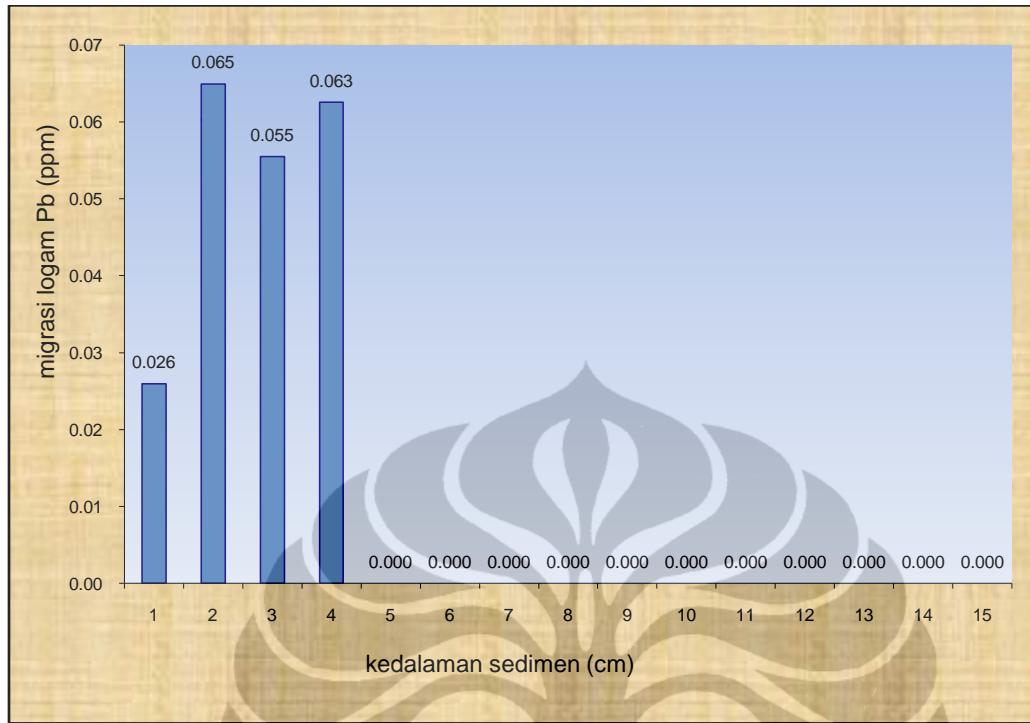
Penggelaran DGT Strip Gel dilakukan dengan kondisi sebagai berikut; Berat sedimen = 1000 g, spike larutan logam Cr dan Pb 15000 ppm 100 ml, tinggi sedimen setelah dicampur larutan logam 20 cm. Sebelum DGT digelar, sedimen diaerasi dengan gas N_2 selama 24 jam, lalu ditambahkan air laut 250 ml yang pH nya 7,9.

Selama penggelaran pH air laut diukur dengan pH indikator dan dicatat; hari pertama 7,9, kedua 7,9 , ketiga 6,0 , keempat 5,0 dan hari kelima 5,0 diperoleh data sebagai berikut.

Tabel 4.13. Migrasi logam berat Pb pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N₂ selama 5 hari.

No	Kedalaman (cm)	(Ce) ($10^3 \mu\text{g.L}^{-1}$)	M _{DGT} (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	1	1.2791	3.4535	0.026
2	2	3.1977	8.6337	0.065
3	3	2.7326	7.3779	0.055
4	4	3.0814	8.3198	0.063
5	5	td	td	td
6	6	td	td	td
7	7	td	td	td
8	8	td	td	td
9	9	td	td	td
10	10	td	td	td
11	11	td	td	td
12	12	td	td	td
13	13	td	td	td
14	14	td	td	td
15	15	td	td	td

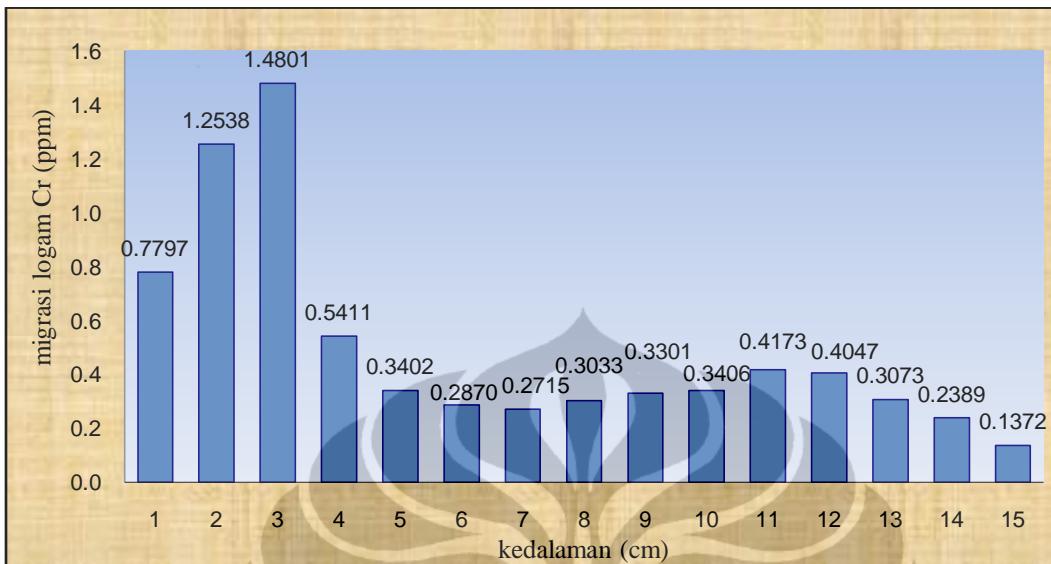
Catatan : tidak terdeteksi karena keterbatasan pembacaan alat.



Gambar 4.10 Grafik Migrasi logam berat Pb pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N₂ selama 5 hari

Tabel 4.14 Migrasi logam berat Cr pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N₂ selama 5 hari.

No	Kedalaman (cm)	(Ce) (.10 ³ µg.L ⁻¹)	M _{DGT} (µg)	C _{DGT} (ppm)
1	1	38.3957	103.6684	0.7797
2	2	61.7469	166.7166	1.2538
3	3	72.8877	196.7968	1.4801
4	4	26.6488	71.9519	0.5411
5	5	16.7558	45.2406	0.3402
6	6	14.1355	38.1658	0.2870
7	7	13.3690	36.0963	0.2715
8	8	14.9376	40.3316	0.3033
9	9	16.2567	43.8930	0.3301
10	10	16.7736	45.2888	0.3406
11	11	20.5526	55.4920	0.4173
12	12	19.9287	53.8075	0.4047
13	13	15.1337	40.8610	0.3073
14	14	11.7647	31.7647	0.2389
15	15	6.7558	18.2406	0.1372



Gambar 4.11 Migrasi logam berat Cr pada berbagai kedalaman Sedimen penggelaran DGT Strip gel Inkubasi gas N₂ selama 5 hari

Berdasarkan data penelitian diatas bahwa logam Pb terdistribusi pada permukaan yaitu pada kedalaman 1 cm sampai 4 cm, sehingga dapat dikatakan logam Pb mengalami migrasi dari kedalaman ke permukaan, yang dipengaruhi kondisi anoxic (deaerasi gas N₂), regulasi ini diperkirakan terjadi kelarutan garam timbal karbonat dalam sedimen terbukti dari perubahan pH air laut selama penggelaran. Migrasi logam Pb ke badan air berkisar antara 0,026 ppm hingga 0,066 ppm dan kadar logam dalam air laut berkisar 235,2326 ppm (Tabel 47 Lampiran 2).

Distribusi logam berat Cr dalam sedimen lebih bervariasi, tetapi tetap terlihat adanya migrasi ke badan air dan permukaan sedimen, ini ditunjukkan oleh kadar yang cukup tinggi pada permukaan sedimen dan air laut. Migrasi logam berat Cr ke badan air berkisar antara 0,7797 ppm hingga 1,4801 ppm. Kadarnya dalam air laut 180, 930 ppm (Tabel 50 lampiran 2).

4.5. Bioavailabilitas Logam dalam DGT

Migrasi logam Pb dan Cr dari sedimen ke badan air terjadi dengan lambat, dari uji dengan DGT diperoleh hasil C_{DGT} disk tanpa spike larutan ion-ion logam,

pada penggelaran 1 hari dan 4 hari tidak menunjukkan perubahan migrasi yang berarti (Tabel 4.9 dan 4.10). Peningkatan migrasi logam terjadi pada penggelaran DGT disk dengan deaerasi dengan gas N₂ (kondisi anoxic). Logam-logam terangkat ke permukaan dan badan air untuk teroksidasi.

Tingginya konsentrasi logam Pb dalam air laut setelah penggelaran menyatakan bahwa ketersediaan ion logam Pb²⁺ dalam badan air cukup menjamin terjadinya adsorbsi oleh difusif gel pada DGT, sehingga diharapkan pertukaran ion dari difusif gel ke resin berlangsung kontinu, kadar logam dalam resin (Ce) cukup menggambarkan availabilitas logam dari sedimen ke badan air dan zat padat yang ada dalam air, yang selanjutnya digunakan sebagai sebagai bioavailabilitas logam berat terhadap mikroorganisme maupun biota dalam lingkungan air. Hal lain yang dapat dikatakan bahwa berdasarkan prinsip kerja perangkat DGT, untuk tujuan bioavailabilitas adalah bahwa konsentrasi efektif merupakan jumlah logam yang dapat terlalui oleh serat sellulosa dan diserap oleh difusif gel, menggambarkan kemungkinan terburuk yang dapat terjadi bagi biota dan mikroorganisme yang hidup di perairan.

Penggunaan DGT dapat menjadi alat menjanjikan untuk mempelajari konsentrasi bioavailable logam tetapi harus digunakan dengan hati-hati di bawah pH asam. Selain itu, dimungkinkan untuk mengubah waktu penyebaran perangkat DGT untuk waktu yang lebih pendek dalam tailing dengan kadar logam dalam larutan tanah. Ketebalan difusi gel juga bisa digunakan untuk mencegah kejemuhan dan perolehan hasil yang lebih berarti (Héctor Miguel Conesa et.al, 2009)

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan analisis hasil penelitian dapat dinyatakan bahwa, dalam sedimen kadar logam berat Pb berkisar antara 20 – 67 ppm. Kadar logam berat Cr berkisar antara 20,7 – 30,2 ppm.

Distribusi logam berat Pb dalam sedimen berupa senyawa karbonat 6,185% bersifat available, 27,294% intermediate (dapat bersifat available dipengaruhi kondisi lingkungan) dan 66,521% unavailable. Logam berat Cr 4,810% bersifat available, 28,038% intermediate dan 67,152% unavailable.

Migrasi logam berat Pb dan Cr dari sedimen ke badan air atau sebaliknya berlangsung ke arah pengendapan atau sedimentasi, sehingga pencemaran logam berat di perairan disebabkan oleh limbah yang masuk ke perairan melalui sungai.

Variasi kondisi oxic dan anoxic menunjukkan bahwa migrasi logam berat ke badan air dipengaruhi kondisi lingkungan perairan. Namun demikian adanya migrasi logam berat Pb dan Cr dari sedimen ke badan air, cukup signifikan untuk mempengaruhi naiknya konsentrasi logam berat tersebut dalam air laut, sehingga dari simulasi pengukuran DGT menunjukkan bioavailabilitas logam berat Pb dan Cr dapat mengancam kehidupan biota yang terdapat di dalamnya. Sebagai fakta bahwa sejak sampling, sangat sedikit ditemukan biota dalam sedimen.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada penelitian ini, diharapkan dapat dilakukan penelitian lanjutan dalam bentuk:

Penggunaan metode ekstraksi bertahap lain agar dapat diperoleh gambaran yang lebih tentang kadar dan distribusi logam berat dalam lingkungan perairan.

Perlu dilakukan homogenitas sampel sedimen yang lebih baik sebelum penggelaran perangkat DGT dan ditindaklanjuti dengan penelitian dearasi udara untuk membandingkan migrasi pada kondisi oxic dan anoxic secara lebih baik.

Penggunaan DGT sebagai instrument analisis dan spesiasi logam, sangat perlu dikembangkan di Indonesia, karena penggunaanya praktis, dan memiliki kemampuan akurat untuk deteksi logam dengan konsentrasi rendah serta memprediksi bioavailabilitas logam berat dalam air.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdul Rozak, dan Endang Rochyatun, (2007). *Pemantauan Kadar Logam Berat Dalam Sedimen Di Perairan Teluk Jakarta*, Kelompok Penelitian Pencemaran Laut, Bidang Dinamika Laut, Pusat Penelitian Oseanografi, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Jakarta 14430, Indonesia. Makara Sains Vol.11. No 1, p 28-36.
- Aditya Rahman, (2006). *Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Beberapa Jenis Krustasea Di Pantai Batakan dan Takisung Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan*, Program Studi Biologi FMIPA Universitas Lambung Mangkurat, BIOSCIENTIAE, Volume 3, Nomor 2, Halaman 93-101, <http://www.unlam.ac.id/bioscientiae/>
- Conesa H. M, Schulin R, Nowack B, (2009). *Suitability of using diffusive gradients in thin films (DGT) to study metal bioavailability in mine tailings: possibilities and constraints*. Soil Protection Group, Institute of Terrestrial Ecosystems, ETH Zürich, Universitaetstrasse 16, 8092 Zürich, Switzerland, e-mail: hector.conesa@env.ethz.ch
- Darmono, (1995), Logam Berat dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta
- Davison W. (1991). *Chemical Gradients at the Sediment-Water Interface*, In: *Heavy Metals in the Environment*, J. G. Farmer (Ed), CEP Consultants Ltd, Edinburgh, pp. 563-566.
- Docekalova H, Divis P. (2004). *Application of diffusive gradient in thin films technique (DGT) to measurement of mercury in aquatic systems*, Faculty of Chemistry, Brno University of Technology, Purkyhova 118, 61200 Brno, Czech Republic, p 1178.
- Edward dan Lestari, (2004). *Dampak Pencemaran Logam Berat Terhadap Kualitas Air Laut dan Sumberdaya Perikanan*, (Studi Kasus Kematian Massal Ikan-Ikan di Teluk Jakarta). Kelompok Penelitian Pencemaran Laut, Balai Dinamika Laut, Pusat Penelitian Oseanografi, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Jakarta 14430, Indonesia

- Endang Rochyatun dan Horas P. Hutagalung, (1997). *Kandungan Logam Berat (Pb, Cd, Cu, Cr, Zn, Ni dalam Sedimen di Muara Dadap Teluk Jakarta,* Balitbang Lingkungan Laut, Puslitbang Oseanologi - LIPI, Jakarta.
- Freshney.org , (2009). Periodic Table, v3.8c
- Giusti L. and Barakat S. (2004). *The Monitoring of Cr(III) and Cr(VI) in Natural Water and Synthetic Solutions: and Assessment of Performance of the DGT and DPC Methods*, Centre for Research in Environmental Sciences, Faculty of Applied Sciences, University of the West of England, Bristol, Coldharbour Lane, Bristol BS16 1QY, U.K.
- Hao Zang, (1991). *DGT – for Measurements in Waters, Soils and Sediments*, DGT Resaerch Ltd Skelmorlie Bay Horseroad Querenmore Lancaster LA2 0QJ UK
- Hao Zang, (2001). DGT Research Ltd, Skelmorlie, Quernmore,Lancaster LA2 0QJ, UK. Tel: 44-1524-751451, Fax: 44-1524-751826, e-mail: h.zhang@lancaster.ac.uk
- Ernstberger H., Hao Zhang, W. Davidson, (2002). *Determination of Chromium Speciation in Natural System Using DGT*, Anal Bioanal Chem 373 :873–879 DOI 10.1007/s00216-002-1370-3
- Hlavay Jozsef, Prohaska Thomas, Weisz Marta, Wenzel Walter W, Stingededer Gerhard J.(2004). *Determination of Trace Elemen Bound to Soil and Sediment Fraction*, IUPAC Tehnical Report, Pure Appl. Chem., Vol. 76, No. 2, pp. 415-442, 2004. ©2004 IUPAC
- Ian J. Allan,*ab Jesper Knutsson,c Nathalie Guigues,d Graham A. Mills,e Anne-Marie Fouillacd and Richard Greenwoodb, (2008) , *Chemcatcher_ and DGT passive sampling devices for regulatory monitoring of trace metals in surface water*, journal. DOI: 10.1039/b802581a
- Kirk G. Scheckel, *Christopher A. Impellitteri, and James A. Ryan, (2003). *Assesment of a Sequential Extraction Procedure for Perturbed Lead Contaminated Samples With and Without Phosphorus Amendements*, National Risk Management Research Laboratory, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, OH 45224, Impellitteri.Christopher@epa.gov
- Lee a M, Correa JA, H. Zhang, (2001). *Effective metal concentrations in porewater and seawater labile metal concentrations associated with copper*

- tailings disposal into coastal waters of northern Chile's Atacama region.*
- Departamento de Ecología I and Center for Advanced Studies in Ecology and Biodiversity, Facultad de Ciencias Biológicas, Pontificia Universidad Católica de Chile, Casilla 114-D, Santiago, Chile, UK b Department of Environmental Science, IEENS, Lancaster University, Lancaster LA1 4YQ, UK
- Manik. J. M, dan Sediadi. A. (1994). *Fluktuasi Oksigen Terlarut Dalam Kaitannya Dengan Proses Sedimentasi di Perairan Teluk Ambon Dalam*, Makalah. Balitbang Sumberdaya Laut, Puslitbang Oseanologi, LIPI. Serpong.
- Mengistu, H.A, (2009). *Application of DGT Samplers in Monitoring of Mine Waters of Witwatersrand Goldfield, RSA*. Council for Geoscience Pretoria, Gauteng, RSA; E-mail: hmengistu@geoscience.org.za
- Nanik Heru Suprapti, (2008). *Kandungan Chromium pada Perairan, Sedimen dan Kerang Darah(Anadara granosa) di Wilayah Pantai Sekitar Muara Sungai Sayung, Desa Morosari Kabupaten Demak, Jawa Tengah*, Laboratorium Ekologi dan Biosistematis Jurusan Biologi FMIPA Undip, BIOMA, Desember 2008 ,Vol. 10, No. 2, Hal. 53-56
- Noviantini Ariana, (2007). *Spesiasi Logam Berat Pb dan Cr di Sedimen Muara Kamal, Muara Karang dan Cengkareng Drain*, Skripsi, Universitas Indonesia, Depok.
- Palar, Heryando. (2005). *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Edisi ke empat. Rhineka Cipta, Jakarta. Hal. 36-37.
- Rauret G, Lopez-Sanchez J. F," Sahuquillo A., Rubio R, C. Davidson, Ure A. and Quevauviller Ph. (1998). *Improvement of the BCR three step sequential extraction procedure prior to the certification of new sediment and soil reference materials*.
- Departamento de Química Analítica, Universidad de Barcelona, 647 Avenida Diagonal, E-08034 Barcelona, Spain. Department of Pure and Applied Chemistry, University of Strathclyde, Cathedral Street, Glasgow, UK G1 1XL. European Commission, Standards, Measurements and Testing Programme, 200 Rue de la Loi, B-1049 Brussels, Belgium.
- Unceta N, Séby F, Malherbe J, Donard O. F. X, (2010). *Chromium speciation in solid matrices and regulation: a review* Anal Bioanal Chem 397:1097–1111 DOI 10.1007/s00216-009-3417-1.

Lampiran 1. Koefisien difusi ion logam dalam DGT pada suhu berbeda

Table 1. Diffusion coefficients of metal ions in the DGT gel (15% acrylamide & 0.3%cross-linker) at different temperatures from 1 to 35°C

Temp °C	Ag	D (E-6 cm ² /sec)									
		Al	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	Zn
1	6.58	2.22	2.84	2.77	2.84	2.36	2.91	2.85	2.73	2.69	3.75
2	6.83	2.30	2.95	2.88	2.45	3.02	2.96	2.83	2.80	3.89	2.94
3	7.09	2.39	3.06	2.99	2.54	3.13	3.07	2.94	2.90	4.04	3.05
4	7.35	2.48	3.18	3.10	2.63	3.25	3.18	3.05	3.01	4.19	3.17
5	7.62	2.57	3.29	3.21	2.73	3.36	3.30	3.16	3.12	4.34	3.28
6	7.89	2.66	3.41	3.32	2.82	3.48	3.42	3.27	3.23	4.49	3.40
7	8.17	2.75	3.53	3.44	2.92	3.61	3.54	3.39	3.34	4.65	3.52
8	8.45	2.85	3.65	3.56	3.02	3.73	3.66	3.50	3.46	4.81	3.64
9	8.74	2.94	3.78	3.68	3.13	3.86	3.79	3.62	3.58	4.98	3.77
10	9.04	3.04	3.90	3.80	3.23	3.99	3.91	3.74	3.70	5.14	3.89
11	9.34	3.14	4.03	3.93	3.34	4.12	4.04	3.87	3.82	5.31	4.02
12	9.64	3.25	4.16	4.06	3.45	4.26	4.18	4.00	3.94	5.49	4.15
13	9.95	3.35	4.30	4.19	3.56	4.39	4.31	4.12	4.07	5.67	4.29
14	10.27	3.46	4.43	4.32	3.67	4.53	4.45	4.26	4.20	5.85	4.42
15	10.59	3.57	4.57	4.46	3.79	4.68	4.59	4.39	4.33	6.03	4.56
16	10.92	3.68	4.72	4.60	3.91	4.82	4.73	4.52	4.47	6.21	4.70
17	11.25	3.79	4.86	4.74	4.03	4.97	4.87	4.66	4.60	6.40	4.85
18	11.59	3.90	5.01	4.88	4.15	5.12	5.02	4.80	4.74	6.60	4.99
19	11.93	4.02	5.15	5.02	4.27	5.27	5.17	4.95	4.88	6.79	5.14
20	12.28	4.14	5.30	5.17	4.39	5.42	5.32	5.09	5.02	6.99	5.29
21	12.64	4.26	5.46	5.32	4.52	5.58	5.47	5.24	5.17	7.19	5.44
22	13.00	4.38	5.61	5.47	4.65	5.74	5.63	5.39	5.32	7.40	5.60
23	13.36	4.50	5.77	5.63	4.78	5.90	5.79	5.54	5.47	7.61	5.76
24	13.73	4.62	5.93	5.78	4.91	6.06	5.95	5.69	5.62	7.82	5.92
25	14.11	4.75	6.09	5.94	5.05	6.23	6.11	5.85	5.77	8.03	6.08
26	14.49	4.88	6.26	6.10	5.19	6.40	6.28	6.01	5.93	8.25	6.24
27	14.88	5.01	6.43	6.27	5.32	6.57	6.45	6.17	6.09	8.47	6.41
28	15.27	5.14	6.60	6.43	5.47	6.74	6.62	6.33	6.25	8.69	6.58
29	15.67	5.28	6.77	6.60	5.61	6.92	6.79	6.50	6.41	8.92	6.75
30	16.08	5.41	6.94	6.77	5.75	7.10	6.96	6.66	6.58	9.15	6.92
31	16.49	5.55	7.12	6.94	5.90	7.28	7.14	6.83	6.74	9.39	7.10
32	16.90	5.69	7.30	7.12	6.05	7.46	7.32	7.00	6.91	9.62	7.28
33	17.32	5.83	7.48	7.29	6.20	7.65	7.50	7.18	7.09	9.86	7.46
34	17.75	5.98	7.67	7.47	6.35	7.84	7.69	7.36	7.26	10.10	7.64
35	18.18	6.12	7.83	7.85	7.66	6.51	8.03	7.87	7.53	7.44	10.35

Prepared by Hao Zhang, DGT Research Ltd, Skelmore, Quernmore, Lancaster

LA2 0QJ, UK tel: 44-1524-751451, fax: 44 1524 751826, e-mail:

h.zhang@lancaster.ac.uk

Lampiran 2. Data Karakteristik Sedimen

1. Data Pengukuran pH, Salinitas dan Kerapatan secara in situ

Pengukuran dilakukan dengan alat refraktometer.

No	Titik Sampel	Pengukuran			
		pH	Salinitas (o/oo)	Kerapatan (g/L)	Kedalaman (m)
1	CD 1	6,8	24	1,07	3
2	CD 2	6,8	26	1,015	6
3	CD 3	6,9	27	1,019	5,5

2. Data Pengukuran kadar air dalam sedimen.

Pengukuran dilakukan dengan memanaskan sampel pada suhu 105 °C selama 24 jam, dengan data sebagai berikut;

Berat basah ; CD 1 = $150 \pm 0,02$ g, CD 2 = $150 \pm 0,02$ g, CD 3 = $150 \pm 0,02$ g

Berat kering; CD 1 = $62,57 \pm 0,02$ g, CD 2= $56,76 \pm 0,02$ g, CD 3 = $60,59 \pm 0,03$ g

Perhitungan kadar air menggunakan persamaan (3) diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{CD 1} &= (150 - 62,57)/150 \\ &= 0,5829 \times 100 \\ &= 58,29 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{CD 2} &= (150 - 56,76)/150 \\ &= 0,6216 \times 100 \\ &= 62,16 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{CD 3} &= (150 - 60,59)/150 \\ &= 0,5961 \times 100 \\ &= 59,61 \% \end{aligned}$$

3. Data Pengukuran Lost of Ignition (LoI)

Perhitungan LoI menggunakan persamaan (4) diperoleh hasil sebagai berikut; pemanasan 1,0002 g sedimen kering (105 °C, 24 jam) dalam tanur pada suhu 550 °C selama 24 jam, diperoleh data sebagai berikut;

Berat awal CD 1 = 1,0002 g, CD 2= 1,0002 g, CD 3 = 1,0002 g

Berat sesudah ditanur CD1 = 0,858 g, CD 2 = 0,861 g, CD 3 = 0,863 g.

$$\text{LoI} = (1,0002 - 0,858)/1,0002$$

$$= 0,1422 \times 100$$

$$= 14,22 \% \text{ (CD 1)}$$

$$\text{LoI} = (1,0002 - 0,861)/1,0002$$

$$= 0,1392 \times 100$$

$$= 13,92 \% \text{ (CD 2)}$$

$$\text{LoI} = (1,0002 - 0,863)/1,0002$$

$$= 0,1372 \times 100$$

$$= 13,72 \% \text{ (CD 3)}$$

4. Data Pengkuran runutan dalam sedimen.

Diuji dengan XRF pada kondisi voltase 30.0 kV, arus 0,01 mA, waktu pengukuran 180 s. diperoleh data sebagai berikut;

No	Nomor Atom	Rumus kimia	wt (%)	at/mol (%)	Rumus kimia	wt (%)	at/mol (%)
1	13	Al ₂ O ₃	23,4909	18,5855	Al	19,3484	24,2965
2	14	SiO ₂	42,5486	57,1260	Si	34,3135	41,3950
3	15	P ₂ O ₅	Td	-	P	td	-
4	16	S	2,3705	5,9639	S	4,5843	4,8442
5	17	Cl ₂ O ₇	10,7649	4,7480	Cl	8,2845	7,9175
6	19	K ₂ O	0,9306	0,7969	K	1,5884	1,3764
7	20	CaO	1,7154	2,4676	Ca	2,5567	2,1614
8	22	TiO ₂	1,5281	1,5428	Ti	1,9597	1,3862
9	23	V ₂ O ₃	0,0995	0,0536	V	0,1457	0,0969
10	25	MnO ₂	0,8388	0,7784	Mn	1,2210	0,7531
11	26	Fe ₂ O ₃	15,7126	7,9374	Fe	25,9977	15,7728

Catatan: Data grafik uji XRF terlampir

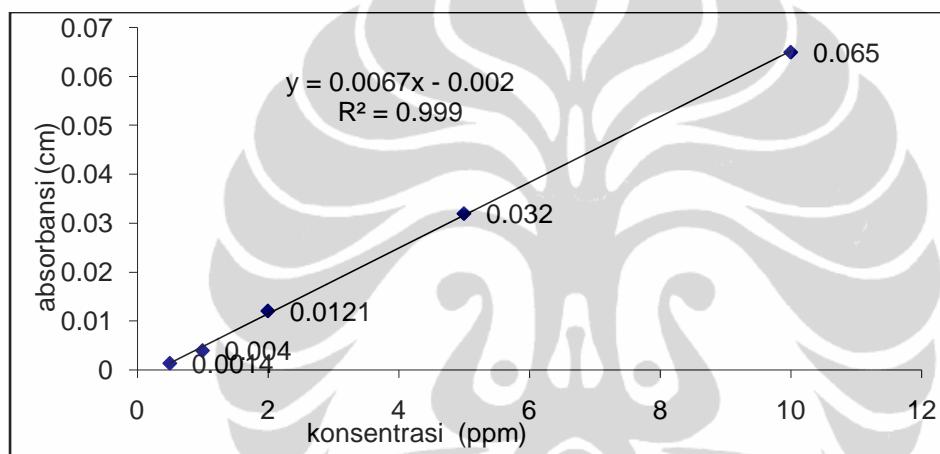
Lampiran 3. Data hasil Pengamatan dan Pengolahan data

1. Data Penelitian Metode Ekstraksi Bertahap

Perlakuan 1.

Tabel 1. Kalibrasi larutan Standar logam Pb

konsentrasi lar. Stdr (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (cm)	blanko	
			abs (cm)	Konsentrasi (ppm)
0.5	0.001	0.508	0.001	0.511
1	0.004	0.896	0.000	0.314
2	0.012	2.105	-0.001	0.229
5	0.032	5.075	-0.002	0.089
10	0.065	10.000	-0.001	0.201



Gambar 1. Grafik kalibrasi larutan standart logam Pb

Konsentrasi alat diperoleh dari perhitungan dengan persamaan regresi linear kalibrasi larutan standart persamaan (7);

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi alat} &= (Y + a) / b \\ &= (0,0013 + 0,002) / 0,006 \\ &= 0,4925 \end{aligned}$$

Tabel 2. Konsentrasi alat logam Pb

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Abs. (cm)	Konsentrasi (ppm)	Abs. (cm)	Konsentrasi (ppm)	Abs. (cm)	Konsentrasi (ppm)
Fraksi 1	0.0013	0.4925	0.0014	0.5075	0.0002	0.3284
Fraksi 2	0.0008	0.4179	0.0002	0.3284	0.0009	0.4328
Fraksi 3	0.01	1.7910	0.0048	1.0149	0.0051	1.0597
Fraksi 4	0.0133	2.2836	0.0108	1.9104	0.0104	1.8507
Fraksi 5	0.005	1.0448	0.0161	2.7015	0.0049	1.0299
total		6.0299		6.4627		4.7015

Konsentrasi sampel dihitung dengan persamaan (8);

Konsentrasi sampel = konsentrasi alat x FP/ 1 gram sedimen

$$= 0,4925 \times 10 / 1 \text{ g}$$

$$= 4,925 \text{ ppm}$$

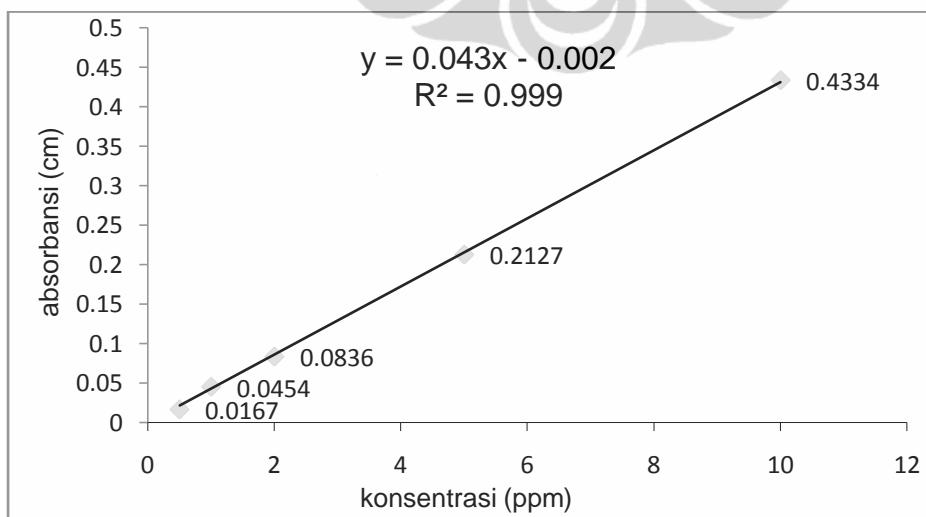
Diperoleh seperti pada tabel berikut :

Tabel 3. Kadar logam Pb dalam sedimen perlakuan 1

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)
fraksi 1	0.4925	4.9254	0.5075	5.0746	0.3284	3.2836
fraksi 2	0.4179	4.1791	0.3284	3.2836	0.4328	4.3284
fraksi 3	1.7910	17.9104	1.0149	10.1493	1.0597	10.5970
fraksi 4	2.2836	22.8358	1.9104	19.1045	1.8507	18.5075
fraksi 5	1.0448	10.4478	2.7015	27.0149	1.0299	10.2985
total		60.2985		64.6269		47.0149

Tabel 4. Kalibrasi larutan standart logam Cr

konsentrasi lar. Stdr (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (cm)	blanko	
			abs (cm)	konsentrasi, (ppm)
0.5	0.0167	0.4437	0.0042	0.1563
1	0.0454	1.1034	0.0009	0.0805
2	0.0836	1.9816	0.0029	0.1264
5	0.2127	4.9494	0.0027	0.1218
10	0.4334	10.023	0.0028	0.1241



Gambar 2. Grafik kalibrasi larutan standar logam Cr perlakuan 1

Dengan persamaan (7) diperoleh konsentrasi alat sebagai berikut :

Tabel 5. Konsentrasi alat logam Cr dalam sediment perlakuan 1

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)
1	0.0103	0.2966	0.0088	0.2621	0.0005	0.0713
2	0.001	0.0828	0.0017	0.0989	0.0017	0.0989
3	0.0211	0.5448	0.015	0.4046	0.0081	0.2460
4	0.0529	1.2759	0.0364	0.8966	0.0184	0.4828
5	0.0354	0.8736	0.0409	1.0000	0.0295	0.7379
total		3.0736		2.6621		1.6368

Dengan persamaan (8) diperoleh hasil ;

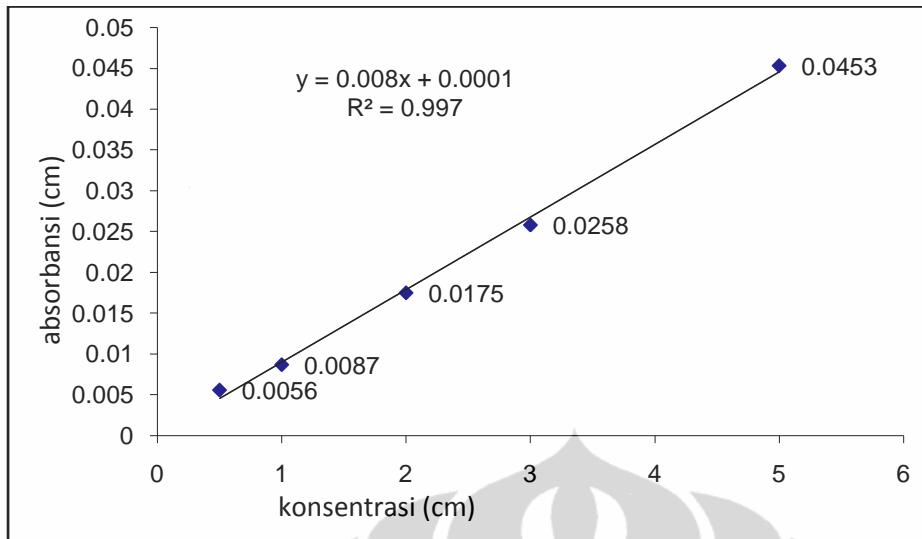
Tabel 6. Kadar logam Cr dalam sediment perlakuan 1

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)
fraksi 1	0.2966	2.9655	0.2621	2.6207	0.0713	0.7126
fraksi 2	0.0828	0.8276	0.0989	0.9885	0.0989	0.9885
fraksi 3	0.5448	5.4483	0.4046	4.0460	0.2460	2.4598
fraksi 4	1.2759	12.7586	0.8966	8.9655	0.4828	4.8276
fraksi 5	0.8736	8.7356	1.0000	10.0000	0.7379	7.3793
total		30.7356		26.6207		16.3678

Perlakuan 2

Tabel 7. Kalibrasi larutan standar logam Pb perlakuan 2

konsentrasi lar. Stdr (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (cm)	blanko	
			absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)
0.5	0.0056	0.614	0.0014	0.0002
1	0.0087	0.9629	0.0000	0.0000
2	0.0175	1.9541	0.0003	0.0000
3	0.0258	2.8875	0.001	0.0001
5	0.0453	5.0822	0.0000	0.0000



Gambar 3. Grafik kalibrasi larutan standar logam Pb perlakuan 2

Dengan perhitungan menggunakan persamaan (7) diperoleh :

Tabel 8. Konsentrasi alat logam Pb dalam sedimen perlakuan 2

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)
1	0.0033	0.3552	0.0035	0.3777	0.0032	0.3439
2	0.0007	0.0626	0.0014	0.1413	0.0001	0.005
3	0.0066	0.7266	0.0082	0.9067	0.0066	0.7266
4	0.0047	0.5168	0.0029	0.3146	0.0045	0.494
5	0.0083	0.9174	0.0378	4.2381	0.0048	0.524
total		2.5786		5.9784		2.0935

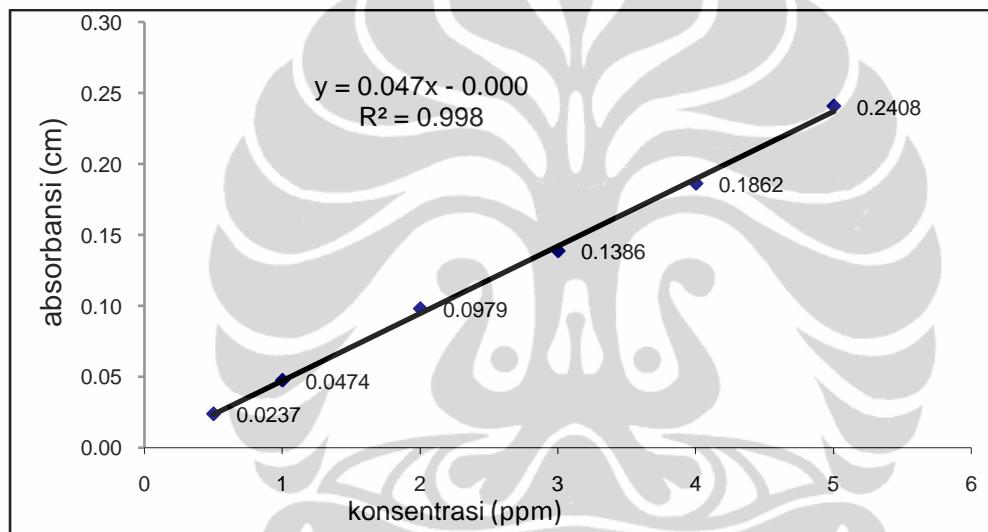
Selanjutnya dengan persamaan (8) diperoleh konsentrasi logam Pb dalam sedimen perlakuan 2.

Tabel 9. Konsentrasi logam Pb dalam sedimen perlakuan 2

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)
fraksi 1	0.3552	3.5520	0.3777	3.7770	0.3439	3.4390
fraksi 2	0.0626	0.6260	0.1413	1.4130	0.005	0.0500
fraksi 3	0.7266	7.2660	0.9067	9.0670	0.7266	7.2660
fraksi 4	0.5168	5.1680	0.3146	3.1460	0.494	4.9400
fraksi 5	0.9174	9.1740	4.2381	42.3810	0.524	5.2400
total		25.7860		59.7840		20.9350

Tabel 10. Kalibrasi larutan standart logam Cr perlakuan 2

konsentrasi lar. Stdr (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (cm)	blanko	
			absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)
0.5	0.0237	0.5128	0.0005	0.0191
1	0.0474	1.0175	0.0008	0.0851
2	0.0979	2.0928	0.0001	0.0014
3	0.1386	2.8531	0.0003	0.0061
4	0.1862	3.888	0.0002	0.0043
5	0.2408	5.1359		



Gambar 4. Grafik kalibrasi larutan standart logam Cr perlakuan 2

Dengan persamaan (7) diperoleh konsentrasi alat logam Cr perlakuan 2

Tabel 11. Konsentrasi alat logam Cr dalam sedimen perlakuan 2

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)
1	0.0082	0.3719	0.0064	0.3293	0.0027	0.2418
2	0.0014	0.211	0.0007	0.1944	0.0005	0.1897
3	0.0168	0.5754	0.0346	0.9967	0.0145	0.521
4	0.0133	0.2913	0.0118	0.2594	0.0245	0.5298
5	0.0287	0.857	0.0398	1.1197	0.0303	0.8949
total		2.3066		2.8995		2.3772

Dengan persamaan (8) diperoleh kadar logam Cr dalam sedimen perlakuan 2

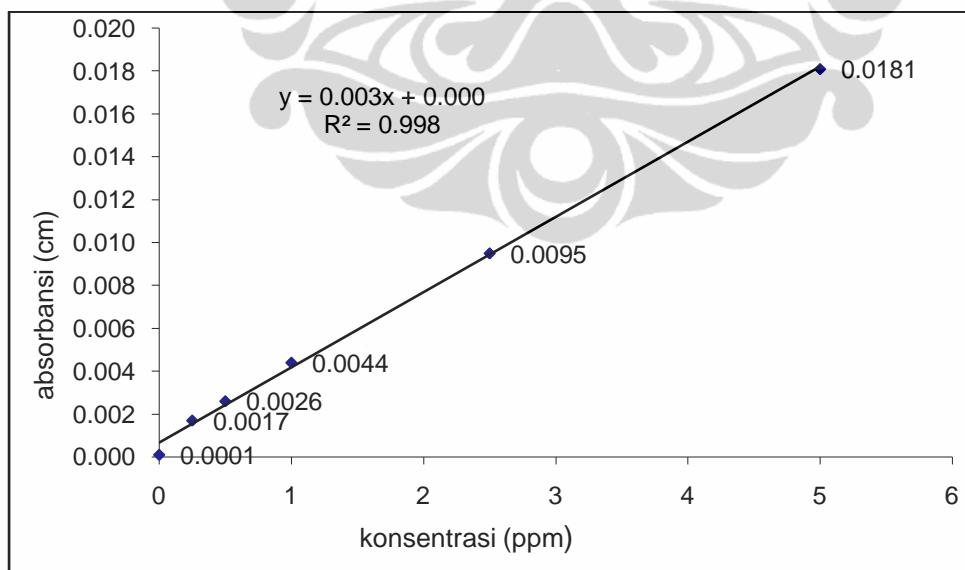
Tabel 12. Konsentrasi logam Cr dalam sedimen perlakuan 2

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)
fraksi 1	0.3719	3.7190	0.3293	3.2930	0.2418	2.4180
fraksi 2	0.211	2.1100	0.1944	1.9440	0.1897	1.8970
fraksi 3	0.5754	5.7540	0.9967	9.9670	0.521	5.2100
fraksi 4	0.2913	2.9130	0.2594	2.5940	0.5298	5.2980
fraksi 5	0.857	8.5700	1.1197	11.1970	0.8949	8.9490
total		23.0660		28.9950		23.7720

Perlakuan 3

Tabel 13. Kalibrasi larutan standar logam Pb perlakuan 3

konsentrasi lar. Stdr (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (cm)	blanko	
			absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)
0	0.0001	0.0714	0.0004	0.0000
0.25	0.0017	0.2857	0.0007	0.0000
0.5	0.0026	0.5429	0.0001	0.0000
1	0.0044	1.0571	0.001	0.0857
2.5	0.0095	2.5143	0.0003	0.0000
5	0.0181	4.9714		



Gambar 5. Grafik kalibrasi larutan standart logam Pb perlakuan 3

Dengan persamaan (7) diperoleh konsentrasi alat logam Pb dalam sediment perlakuan 3.

Tabel 14. Konsentrasi alat logam Pb dalam sedimen perlakuan 3

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)
1	0.0047	1.1429	0.0046	1.1143	0.0038	0.8857
2	0.0014	0.2000	0.0023	0.4571	0.0022	0.4286
3	0.0044	1.0571	0.0057	1.4286	0.0044	1.0571
4	0.0047	1.1429	0.0029	0.6286	0.0045	1.0857
5	0.0078	2.0286	0.006	1.5143	0.0096	2.5429
Total		5.5714		5.1429		6

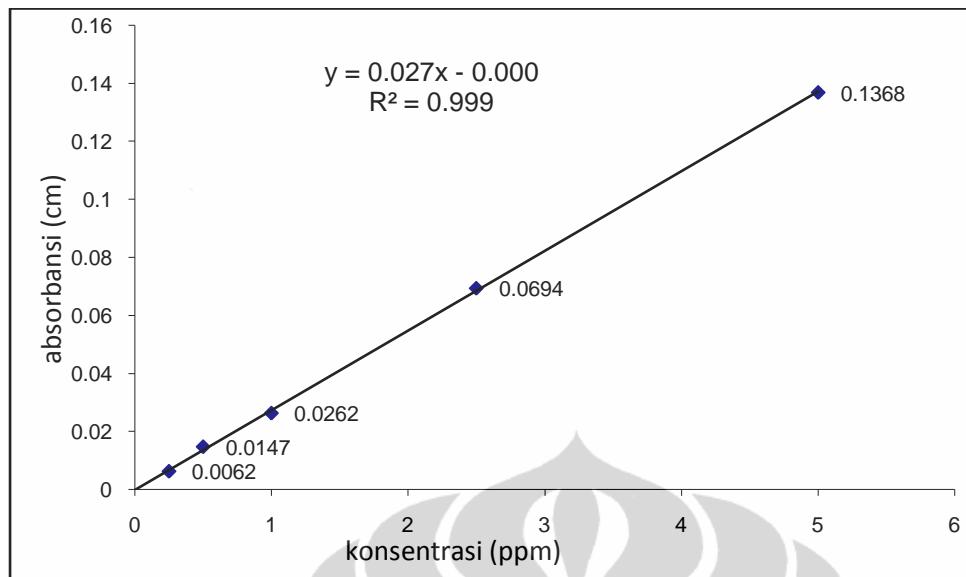
Dengan menggunakan persamaan (8) diperoleh kadar logam Pb dalam sedimen perlakuan 3.

Tabel 15. Kadar logam Pb dalam sedimen perlakuan 3

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)
fraksi 1	1.1429	11.4290	1.1143	11.1430	0.8857	8.8570
fraksi 2	0.2000	2.0000	0.5471	5.4710	0.4286	4.2860
fraksi 3	1.0571	10.5710	1.4286	14.2860	1.0571	10.5710
fraksi 4	1.1429	11.4290	0.6286	6.2860	1.0857	10.8570
fraksi 5	2.2086	22.0860	1.5143	15.1430	2.5429	25.4290
total		57.5150		52.3290		60.0000

Tabel 16. Kalibrasi larutan standart logam Cr perlakuan 3

Konsentrasi Larutan sdrt (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Blanko	
			Absorbansi (ppm)	Konsentrasi (ppm)
0	0.0006	0.0109	0.0006	0.0109
0.25	0.0062	0.2364	0.0009	0.0436
0.5	0.0147	0.5455	0.0002	0.0018
1	0.0262	0.9636	0.0022	0.0909
2.5	0.0694	2.5345	0.0022	0.0909
5	0.1368	4.9855		



Gambar 6. Grafik kalibrasi larutan standart logam Cr perlakuan 3

Dengan persamaan (7) diperoleh konsentrasi alat logam Pb perlakuan 3.

Tabel 17. Konsntrasi alat logam Cr dalam sedimen perlakuan 3

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)
1	0.0068	0.2582	0.0064	0.2436	0.0037	0.1455
2	0.0006	0.0327	0.0007	0.0364	0.0011	0.0509
3	0.0138	0.5127	0.0346	1.2691	0.0104	0.3891
4	0.0177	0.6545	0.0118	0.4400	0.017	0.6291
5	0.0185	0.6836	0.0398	1.4582	0.02	0.7382
total		2.1418		3.4473		1.9527

Dengan persamaan (8) diperoleh kadar logam Cr dalam sedimen perlakuan 3.

Tabel 18. Kadar logam Cr dalam sedimen perlakuan 3

Tahapan Ekstraksi	CD 1		CD 2		CD 3	
	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)	Konsentrasi Alat (ppm)	Konsentrasi Sampel (ppm)
fraksi 1	0.2582	2.5820	0.2436	2.4360	0.1455	1.4550
fraksi 2	0.0327	0.3270	0.0364	0.3640	0.0509	0.5090
fraksi 3	0.5127	5.1270	1.2691	12.6910	0.3891	3.8910
fraksi 4	0.6545	6.5450	0.44	4.4000	0.6291	6.2910
fraksi 5	0.6836	6.8360	1.4582	14.5820	0.7382	7.3820
total		21.4170		34.4730		19.5280

Tabel 19. Resume Kadar Logam Berat Pb dalam Sedimen

Ekstraksi		P1 (ppm)	P2 (ppm)	P3 (ppm)	Rata-rata (ppm)	SDTDE V
CD 1	f1	2.462	1.776	5.713	3.317	2.10
	f2	4.178	0.626	2.000	2.268	1.79
	f3	17.907	7.265	10.569	11.914	5.45
	f4	29.681	6.717	14.854	17.084	11.64
	f5	10.446	9.172	20.282	13.300	6.08
Jumlah		64.674	25.555	53.418	47.882	
CD 2	f1	2.537	1.888	5.570	3.332	1.97
	f2	3.283	1.413	4.571	3.089	1.59
	f3	10.147	9.065	14.283	11.165	2.75
	f4	24.831	4.089	8.170	12.363	10.99
	f5	27.010	42.373	15.140	28.174	13.65
Jumlah		67.807	58.828	47.733	58.123	
CD 3	f1	1.641	1.719	4.428	2.596	1.59
	f2	4.327	0.050	4.285	2.887	2.46
	f3	10.595	7.265	10.569	9.476	1.92
	f4	24.055	6.421	14.111	14.862	8.84
	f5	10.296	5.239	25.423	13.653	10.50
Jumlah		50.915	20.693	58.817	43.475	

Tabel 20. Resume Kadar Logam Berat Cr dalam Sedimen

Ekstraksi		P1 (ppm)	P2 (ppm)	P3 (ppm)	Rata-rata (ppm)	SDTDEV
CD1	f1	1.483	1.859	1.291	1.544	0.29
	f2	0.828	2.110	0.327	1.088	0.92
	f3	5.447	5.753	5.126	5.442	0.31
	f4	16.583	3.786	8.507	9.625	6.47
	f5	8.734	8.568	6.835	8.046	1.05
Jumlah		33.075	22.076	22.085	25.745	
CD2	f1	1.310	1.619	1.218	1.382	0.21
	f2	0.989	1.944	0.364	1.099	0.80
	f3	4.045	9.965	12.688	8.900	4.42
	f4	11.653	3.372	5.719	6.915	4.27
	f5	9.998	11.195	14.579	11.924	2.38
Jumlah		27.996	28.094	34.568	30.219	
CD3	f1	0.356	1.209	0.727	0.764	0.43
	f2	0.989	1.897	0.509	1.131	0.70
	f3	2.460	5.209	3.890	3.853	1.38
	f4	6.275	6.886	8.177	7.113	0.97
	f5	7.378	8.947	7.381	7.902	0.91
Jumlah		17.457	24.148	20.684	20.763	

Resume Kadar Logam Pb dan Cr dalam sedimen berdasarkan titik sampel

Tabel. 21 Kadar logam Pb dalam Sedimen

Perlakuan	CD 1 (ppm)	CD 2 (ppm)	CD 3 (ppm)
1	64.674	67.807	50.915
2	25.555	58.828	20.693
3	53.418	47.733	58.817
Rata-rata	47.882	58.123	43.475

Tabel 22 Kadar logam Cr dalam Sedimen

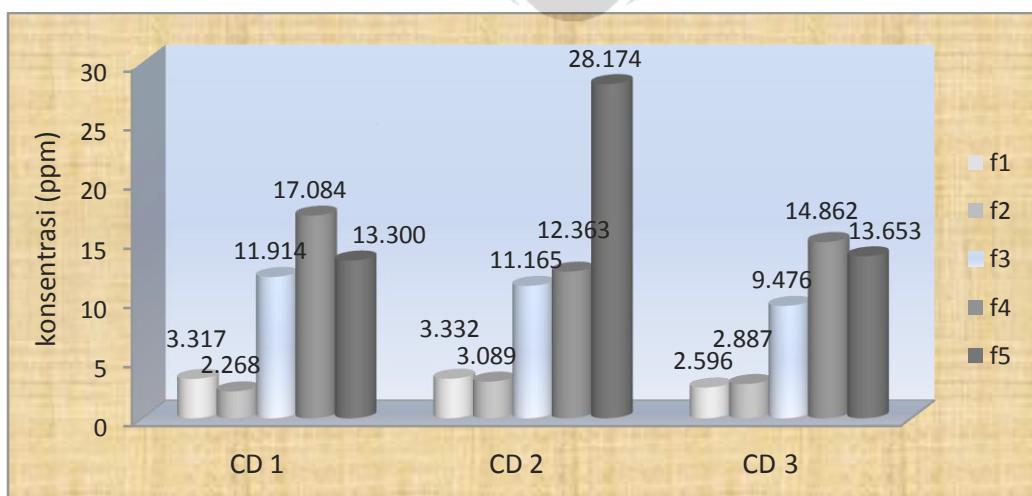
Perlakuan	CD 1 (ppm)	CD 2 (ppm)	CD 3 (ppm)
1	33.075	27.996	17.457
2	22.076	28.094	24.148
3	22.085	34.568	20.684
Rata-rata	25.745	30.219	20.763

2. Kadar Logam Pb dan Cr dalam Sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi

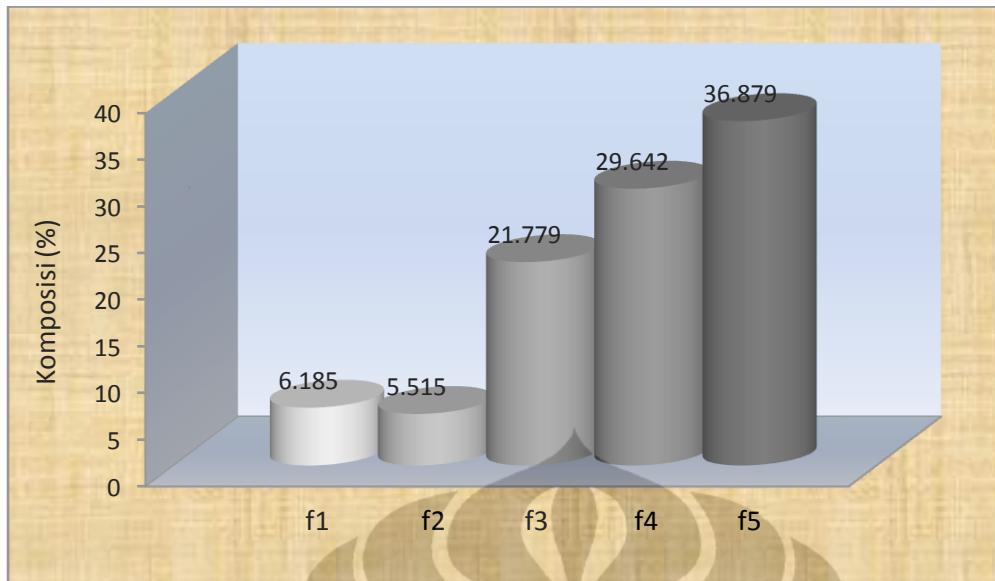
Berdasarkan fraksi pemisahan diperoleh kadar logam sebagai berikut :

Tabel 23. Kadar logam Pb dalam sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi.

No	Ekstraksi	CD 1 (ppm)	SD n=3	CD 2 (ppm)	SD n=3	CD 3 (ppm)	SD n=3	Rata- rata (ppm)	Distribusi (%)
1	f1	3.317	2.10	3.332	1.97	2.596	1.59	3.082	6.185
2	f2	2.268	1.79	3.089	1.59	2.887	2.46	2.748	5.515
3	f3	11.914	5.45	11.165	2.75	9.476	1.92	10.852	21.779
4	f4	17.084	11.64	12.363	10.99	14.862	8.84	14.770	29.642
5	f5	13.300	6.08	28.174	13.65	13.653	10.50	18.376	36.879
6		Jumlah						49.827	



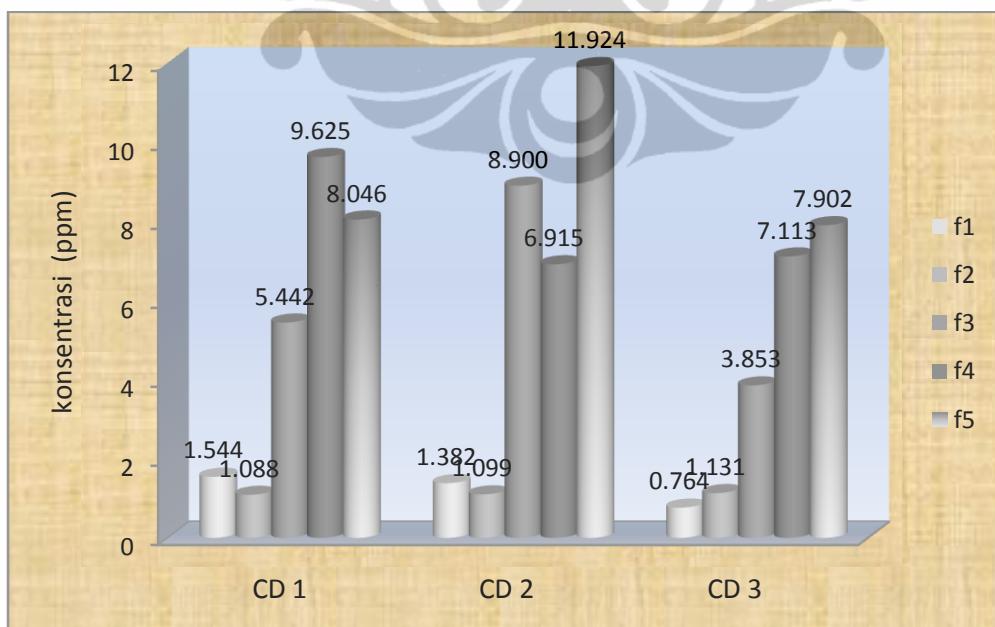
Gambar 7. Diagram kadar logam Pb berdasarkan tahap Ekstrasi



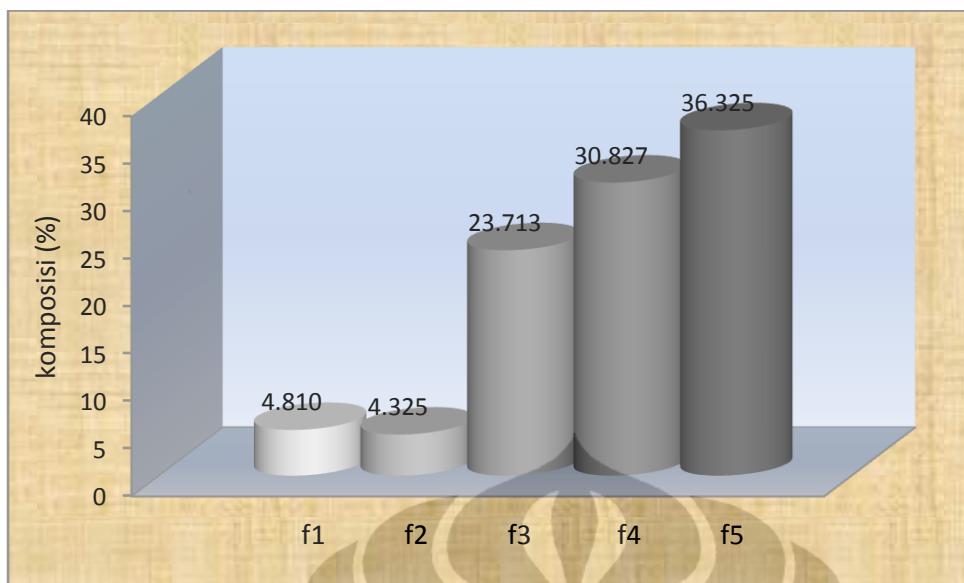
Gambar 8. Diagram komposisi logam berat Pb dalam sedimen

Tabel 24. Kadar logam Cr dalam sedimen berdasarkan tahapan ekstraksi.

No	Ekastraksi	CD 1 (ppm)	SD n=3	CD 2 (ppm)	SD n=3	CD 3 (ppm)	SD n=3	Rata-rata (ppm)	Distribusi (%)
1	f1	1.544	0.29	1.382	0.21	0.764	0.43	1.230	4.810
2	f2	1.088	0.92	1.099	0.80	1.131	0.70	1.106	4.325
3	f3	5.442	0.31	8.900	4.42	3.853	1.38	6.065	23.713
4	f4	9.625	6.47	6.915	4.27	7.113	0.97	7.884	30.827
5	f5	8.046	1.05	11.924	2.38	7.902	0.91	9.290	36.325
6	jumlah							25.576	



Gambar 9. Diagram kadar logam Cr berdasarkan tahap Ekstraksi



Gambar 10. Diagram komposisi logam berat Cr dalam sedimen

Lampiran 4. Cara Perhitungan Migrasi Logam Berat Pb dan Cr dari Sedimen ke Badan Air.

1. Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,025X - 0,003$$

$$X = (0,0004 + 0,003) / 0,025$$

$$= 0,1333 \text{ ppm}$$

2. Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

$$= 0,1333 \text{ ppm} = 0,1333 \cdot 10^3 \mu\text{g/L} \times 5$$

$$= 0,6667 \text{ mg/L} = 0,6667 \cdot 10^3 \mu\text{g/L}$$

3. M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

$$= 0,6667 \cdot 10^3 \mu\text{g L}^{-1} \times (2 + 0,16) \cdot 10^{-3} \text{ L} / 0,8$$

$$= 1,8 \mu\text{g}$$

4. C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

$$= 1,8 \mu\text{g} (0,8 + 0,13) \cdot 10^{-1} \text{ cm} / (8,92 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1} \times 86400 \text{ s} \times 3,14 \text{ cm}^2)$$

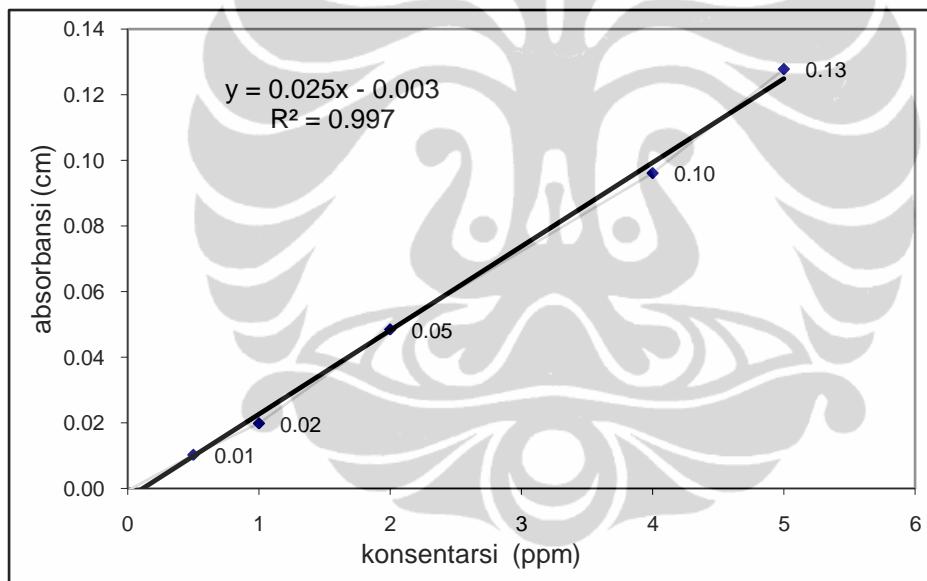
$$= 0,0677 \mu\text{g.cm}^{-3} = 0,0677 \cdot 10^{-3} \text{ mg} / 10^{-3} \text{ dm}^3 = 0,0677 \text{ ppm}$$

Lampiran 5. Data Penelitian Migrasi Logam Pb dan Cr dari Sedimen ke badan Air

3.1 Data Penggelaran DGT Disk 1 hari pada Kondisi Oxic

Tabel. 25 Kalibrasi larutan Standart logam Pb

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.00	0.0941
2	0.5	0.01	0.5176
3	1	0.02	0.8941
4	2	0.05	2.0157
5	4	0.10	3.8863
6	5	0.13	5.1255



Gambar 9. Grafik Kalibrasi larutan Standart logam Pb

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,025X - 0,003$$

$$\begin{aligned} X &= (0,0004 + 0,003) / 0,025 \\ &= 0,1333 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

$$\begin{aligned} &= 0,1333 \text{ ppm} = 0,1333 \cdot 10^3 \mu\text{g/L} \times 5 \\ &= 0,6667 \text{ mg/L} = 0,6667 \cdot 10^3 \mu\text{g L}^{-1} \end{aligned}$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$\begin{aligned} M_{DGT} &= Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe \\ &= 0,6667 \cdot 10^3 \mu\text{g L}^{-1} \times (2 + 0,16) \cdot 10^{-3} \text{ L} / 0,8 \\ &= 1,8 \mu\text{g} \end{aligned}$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$\begin{aligned} C_{DGT} &= M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A) \\ &= 1,8 \mu\text{g} (0,8 + 0,13) \cdot 10^{-1} \text{ cm} / (8,92 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1} \times 86400 \text{ s} \times 3,14 \text{ cm}^2) \\ &= 0,0677 \mu\text{g.cm}^{-3} = 0,0677 \cdot 10^{-3} \text{ mg} / 10^{-3} \text{ dm}^3 = 0,0677 \text{ ppm} \end{aligned}$$

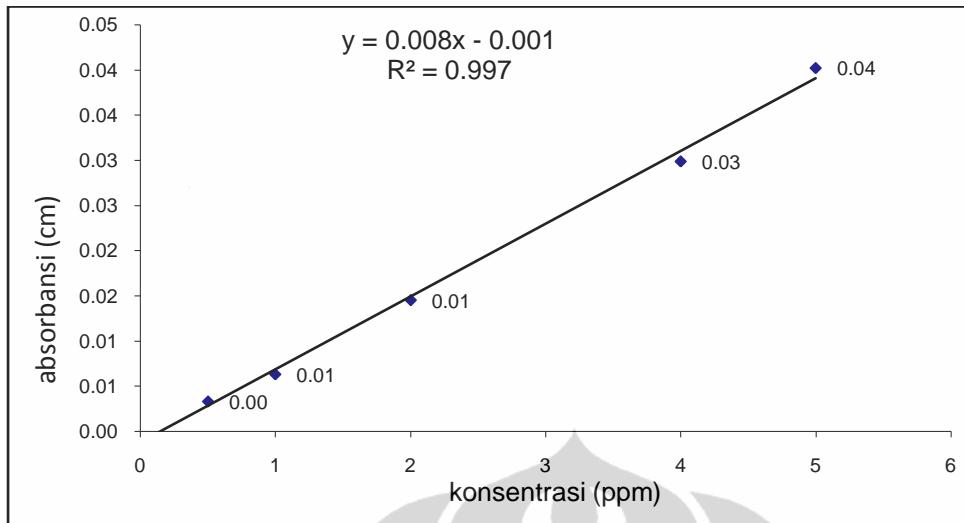
Sehingga diperoleh data sebagai berikut;

Tabel 26. Migrasi logam Pb dari sedimen ke badan air, penggelaran DGT Disk gel 1 hari

sampel	CD 1				
	Absobansi (cm)	kons. Alat (ppm)	Ce ($\cdot 10^3 \mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} (ppm)
0 ppm	0.0004	0.1333	0.6667	1.8000	0.0677
100 ppm	0.0001	0.1216	0.6078	1.6412	0.0617
300 ppm	0.0001	0.1216	0.6078	1.6412	0.0617
500 ppm	0.0013	0.1686	0.8431	2.2765	0.0856
sampel	CD 2				
0 ppm	0.0004	0.1333	0.6667	1.8000	0.0677
100 ppm	0.0002	0.1255	0.6275	1.6941	0.0637
300 ppm	0.0004	0.1333	0.6667	1.8000	0.0677
500 ppm	0.0002	0.1255	0.6275	1.6941	0.0637
sampel	CD 3				
0 ppm	0.0008	0.1490	0.7451	2.0118	0.0757
100 ppm	0.0006	0.1412	0.7059	1.9059	0.0717
300 ppm	0.0004	0.1333	0.6667	1.8000	0.0677
500 ppm	0.0036	0.2588	1.2941	3.4941	0.1314

Tabel 27. Kalibrasi larutan Standart logam Cr Penggelaran DGT Disk gel 1 hari

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.00	0.0750
2	0.5	0.00	0.5625
3	1	0.01	0.9375
4	2	0.01	1.9625
5	4	0.03	3.8875
6	5	0.04	5.1750



Gambar 10. Grafik Kalibrasi larutan Standart logam Cr

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

$$Y = 0,008X + 0,001$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Konsentrasi alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut;

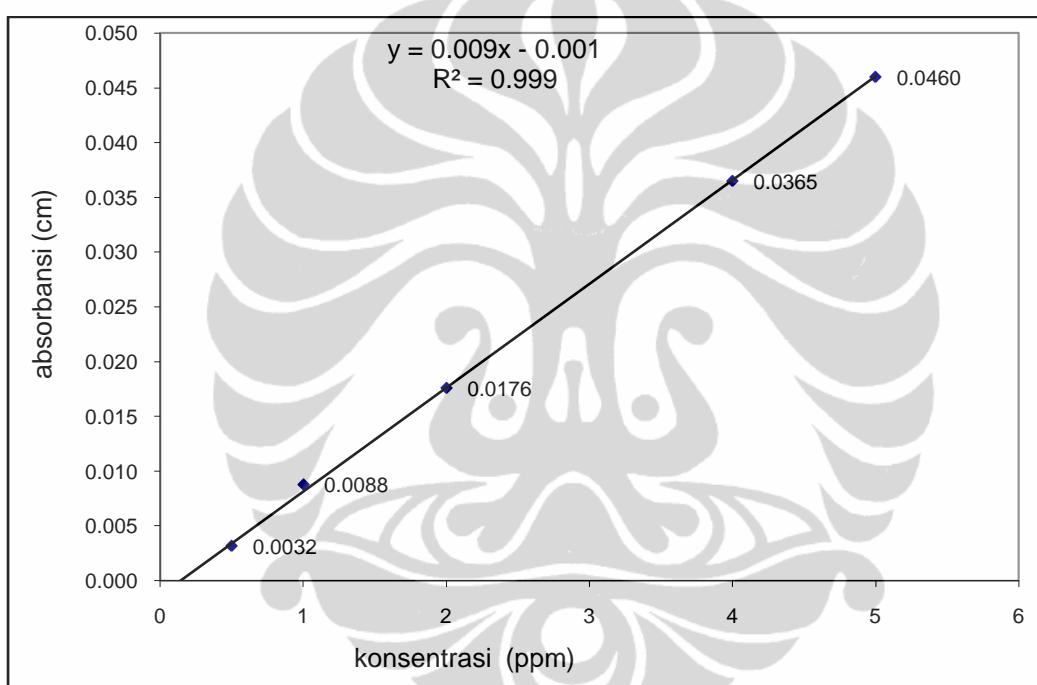
Tabel 28. Migrasi logam Cr penggelaran DGT Disk gel 1 hari

sampel	CD 1				
	Absobansi (cm)	kons. Alat (ppm)	Ce (.10 ³ µg/L)	M (µg)	C _{DGT} (ppm)
0 ppm	0.0006	0.2250	1.1250	3.0375	0.1816
100 ppm	0.0006	0.2250	1.1250	3.0375	0.1816
300 ppm	0.0008	0.2500	1.2500	3.375	0.2018
500 ppm	0.0020	0.4000	2.0000	5.4000	0.3229
sampel	CD 2				
0 ppm	0.0023	0.4375	2.1875	5.9063	0.3531
100 ppm	0.0044	0.7000	3.5000	9.45	0.5650
300 ppm	0.0021	0.4125	2.0625	5.5688	0.3330
500 ppm	0.0039	0.6375	3.1875	8.6063	0.5146
sampel	CD 3				
0 ppm	0.0022	0.4250	2.1250	5.7375	0.3431
100 ppm	0.0011	0.2875	1.4375	3.8813	0.2321
300 ppm	0.0018	0.3750	1.8750	5.0625	0.3027
500 ppm	0.0002	0.1750	0.8750	2.3628	0.1413

3.2 Penggelaran DGT Disk tanpa aerasi selama 4 hari.

Tabel 29. Kalibrasi larutan Standart logam Pb

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.0017	0.0316
2	0.5	0.0032	0.4842
3	1	0.0088	1.0737
4	2	0.0176	2.0000
5	4	0.0365	3.9895
6	5	0.0460	4.9895



Gambar 11. Grafik Kalibrasi larutan Standart logam Pb

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,009X + 0,001$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

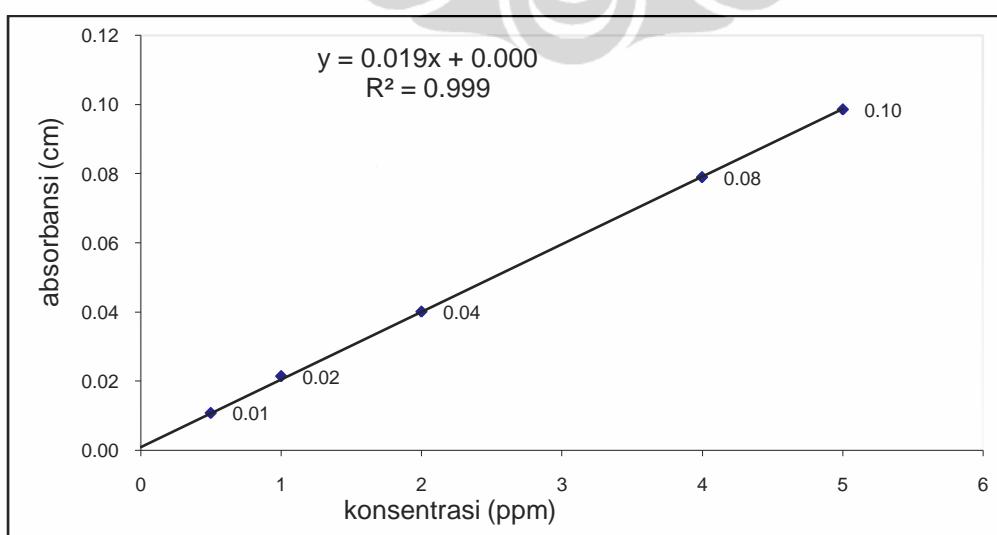
Diperoleh hasil sebagai berikut ;

Tabel 30. Migrasi logam Pb Penggelaran DGT Disk penggelaran 1 hari

sampel	CD 1				
	Absobansi (cm)	kons. Alat (ppm)	Ce (.10 ³ µg/L)	M (µg)	C _{DGT} (ppm)
0 ppm	0.0024	0.4000	2.0000	5.4000	0.059
100 ppm	0.0022	0.3789	1.8945	5.1152	0.056
300 ppm	0.0004	0.1895	0.9475	2.5583	0.028
500 ppm	0.0026	0.4211	2.1055	5.6849	0.063
sampel	CD 2				
0 ppm	0.0023	0.3895	1.9475	5.2583	0.058
100 ppm	0.0020	0.3579	1.7895	4.8317	0.053
300 ppm	0.0026	0.4211	2.1055	5.6849	0.063
500 ppm	0.0030	0.4632	2.3160	6.2532	0.069
sampel	CD 3				
0 ppm	0.0013	0.2842	1.4210	3.8367	0.042
100 ppm	0.0028	0.4421	2.2105	5.9684	0.066
300 ppm	0.0026	0.4211	2.1055	5.6849	0.063
500 ppm	0.0038	0.5474	2.7370	7.3899	0.081

Tabel 31. Kalibrasi larutan Standart logam Cr

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.00	0.0510
2	0.5	0.01	0.5051
3	1	0.02	1.0459
4	2	0.04	2.0000
5	4	0.08	3.9796
6	5	0.10	4.9847



Gambar 12. Grafik Kalibrasi larutan Standart logam Cr

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

$$Y = 0,019X + 0,0000$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Konsentrasi alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut ;

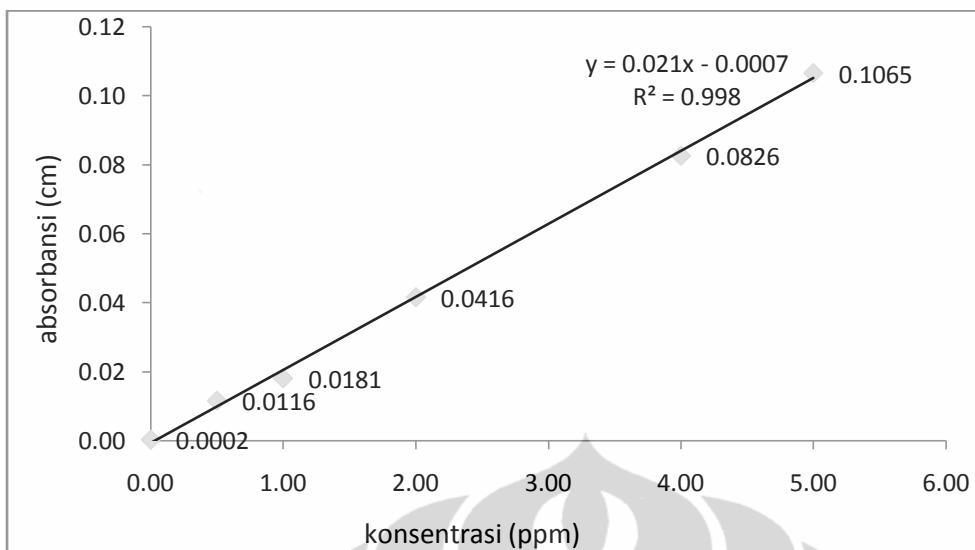
Tabel 32. Migrasi logam Cr dari Sedimen ke badan air Penggelaran DGT Disk penggelaran 4 hari

sampel	CD 1				
	Absobansi (cm)	kons. Alat (ppm)	Ce (.10 ³ µg/L)	M (µg)	C _{DGT} (ppm)
0 ppm	0.001	0.0051	0.0255	0.0689	0.0012
100 ppm	0.0016	0.0357	0.1785	0.48195	0.0085
300 ppm	0.0012	0.0153	0.0765	0.20655	0.0036
500 ppm	0.0011	0.0102	0.0510	0.1377	0.0024
sampel	CD 2				
0 ppm	0.0011	0.0102	0.0510	0.1377	0.0024
100 ppm	0.001	0.0051	0.0255	0.0689	0.0012
300 ppm	0.0013	0.0204	0.1020	0.2754	0.0016
500 ppm	0.0010	0.0051	0.0255	0.0689	0.0012
sampel	CD 3				
0 ppm	0.0016	0.0357	0.1785	0.4820	0.0084
100 ppm	0.0014	0.0255	0.1275	0.3443	0.0060
300 ppm	0.0018	0.0459	0.2295	0.6196	0.0037
500 ppm	0.0010	0.0051	0.0255	0.0689	0.0012

3.3 Penggelaran DGT Disk Deaerasi gas N₂

Tabel 33. Kalibrasi larutan Standart logam Pb

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.0002	0.0236
2	0.5	0.0116	0.5802
3	1	0.0181	0.8868
4	2	0.0416	1.9953
5	4	0.0826	3.9292
6	5	0.1065	5.0566



Gambar 13. Grafik Kalibrasi larutan standart logam Pb

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,021X - 0,000$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut;

Tabel 34. Migrasi Logam Pb dari Sedimen ke badan Air Penggelaran DGT Disk

Aerasi dengan gas N₂ selama 3 hari

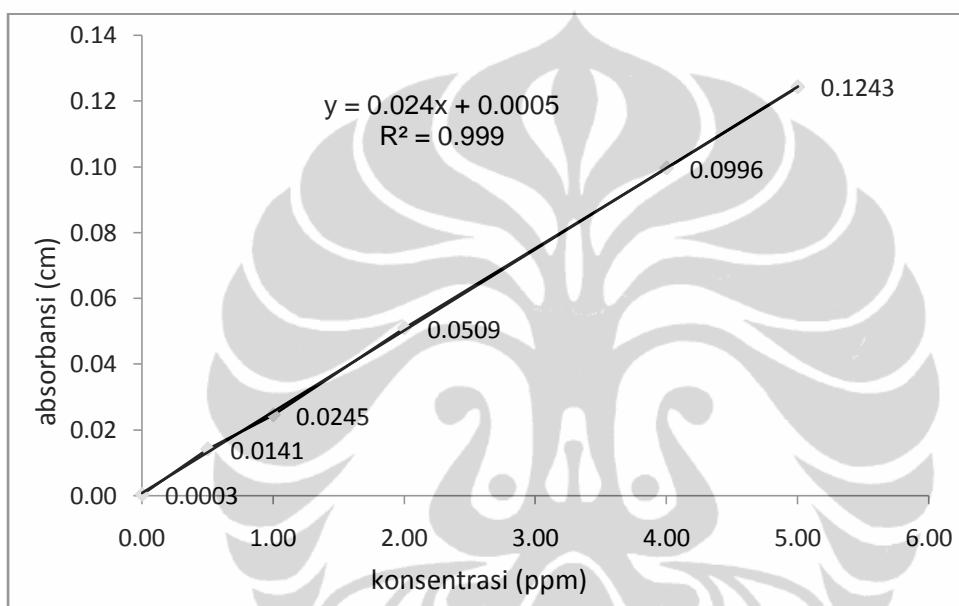
No	Sampel	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	A-0	0.0020	0.1274	0.6368	1.7193	0.022
2	A-500	0.0001	0.0377	0.1887	0.5094	0.006
3	A-5000	0.0006	0.0613	0.3066	0.8278	0.010
4	A-10000	0.0076	0.3915	1.9575	5.2854	0.066

Tabel 35. Kadar logam Pb pada air laut

No	sampel	Absorbansi (cm)	Konsentrasi alat (ppm)
1	A-0	0.0026	0.1557
2	A-500	0.0021	0.1321
3	A-5000	0.0216	1.0519
4	A-10000	0.1927	9.1226

Tabel 36. Kalibrasi larutan Standart logam Cr

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.0003	0.0323
2	0.5	0.0141	0.5484
3	1	0.0245	0.9677
4	2	0.0509	2.0323
5	4	0.0996	3.9960
6	5	0.1243	4.9919



Gambar 14. Grafik Kalibrasi larutan standart logam Cr

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

$$Y = 0,024X + 0,0000$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Konsentrasi alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut;

Tabel 37. Migrasi logam Cr dari Sedimen ke badan air Penggelaran DGT Disk Aerasi dengan Gas N2 selama 3 hari

No	Sampel	Absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C_{DGT} (ppm)
1	A-0	0.1255	5.0403	25.2016	68.0444	1.3561
2	A-500	0.0011	0.0242	0.1210	0.3266	0.0065
3	A-5000	0.0015	0.0403	0.2016	0.5444	0.0108
4	A-10000	0.5479	22.0726	110.3629	297.9798	5.9388

Tabel 35. Kadar logam Cr pada air laut

No	sampel	Absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	A-0	0.0014	0.0363
2	A-500	0.0017	0.0484
3	A-5000	0.0009	0.0161
4	A-10000	0.1436	5.7702

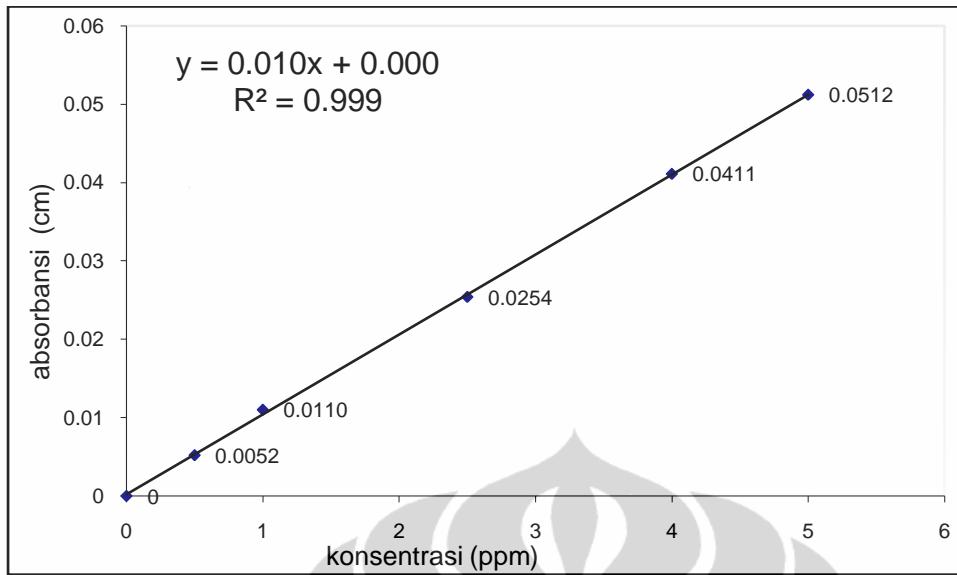
3.4 Penggelaran DGT Disk Aerasi dengan gas N2 selama 1-5 hari

Tabel 38. Kalibrasi larutan Standart Logam Pb

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0	0.0000
2	0.5	0.0052	0.4902
3	1	0.0110	1.0588
4	2.5	0.0254	2.4706
5	4	0.0411	4.0098
6	5	0.0512	5.0000

Tabel 39. Kadar logam Pb dalam Air Laut setelah penggelaran

No	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)
1	0.0007	0.07
2	0.0350	3.5
3	0.0572	5.72



Gambar 15. Grafik Kalibrasi larutan Standart logam Pb

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,010X - 0,000$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut :

Tabel 40. Migrasi logam Pb dari Sedimen ke badab Air penggelaran DGT Disk

Aerasi dengan gas N₂ selama 1 hari

No	SAMPLE	1 HARI				
		Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0	0.0007	0.0490	0.245	0.6615	0.025
2	10000	0.0166	1.6078	8.039	21.7053	0.816
3	15000	0.0493	4.8137	24.0685	64.985	2.444

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,010X - 0,000$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Tabel 41. Migrasi logam Pb dari Sedimen ke badab Air penggelaran DGT Disk aerasi dengan gas N₂ selama 3 hari

No	SAMPLE	3 HARI				
		Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0	0.0002	0.0000	0	0	0.000
2	10000	0.0165	1.5980	7.99	21.573	0.270
3	15000	0.0195	1.8922	9.461	25.5447	0.320

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

$$Y = 0,010X - 0,000$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Kons. Alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut :

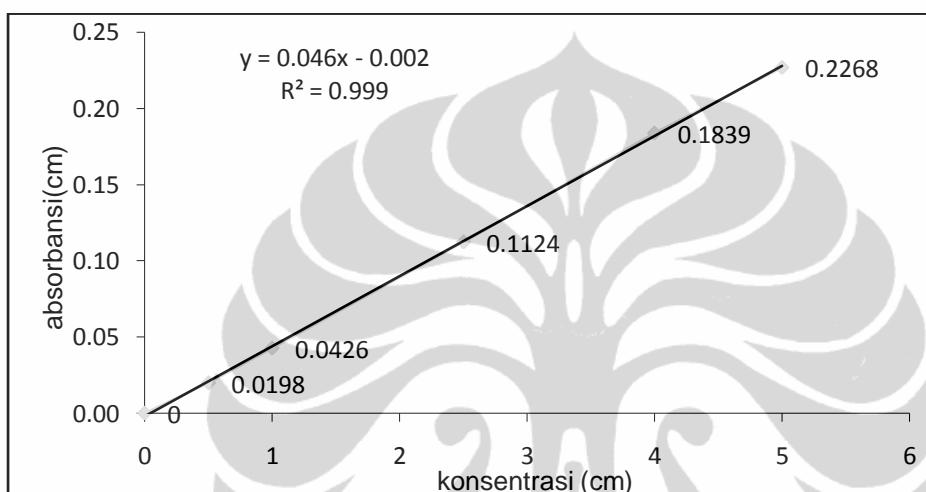
Tabel 42. Migrasi logam Pb dari Sedimen ke badan Air penggelaran DGT Disk

Deaerasi gas N₂ selama 5 hari

No	SAMPLE	5 HARI				
		Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0	0.0004	0.0196	0.098	0.2646	0.002
2	10000	0.0076	0.7255	3.6275	9.7943	0.074
3	15000	0.345	33.8039	169.0195	456.353	3.432

Tabel 43. Larutan standart logam Cr

No	Larutan standar (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0	0.0435
2	0.5	0.0198	0.4696
3	1	0.0426	0.9696
4	2.5	0.1124	2.4870
5	4	0.1839	4.0413
6	5	0.2268	4.9739



Gambar 16. Grafik kalibrasi larutan Standar logam Cr

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

$$Y = 0,046X - 0,002$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Konsentrasi alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Tabel 44. Migrasi logam Cr dari Sedimen ke badan Air Penggelaran DGT Disk

Deaerasi gas N₂ selama 1 hari

No	SAMPLE	1 HARI				
		Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0	0.001	0.0652	0.326	0.8802	0.0526
2	10000	0.061	1.3696	6.8195	18.4127	1.1009
3	15000	0.088	1.9565	9.7825	26.4128	1.5792

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

$$Y = 0,046X - 0,002$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Konsentrasi alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Tabel 45. Migrasi logam Cr dari Sedimen ke badan Air Penggelaran DGT Disk

aerasi dengan gas N2 selama 3 hari

No	SAMPLE	3 HARI				
		Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0	0.0016	0.0783	0.3915	1.0571	0.0211
2	10000	0.0574	1.2913	0.287	0.7749	0.0154
3	15000	0.2024	4.4435	1.012	2.7324	0.0545

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

$$Ce = \text{Konsentrasi alat} \times 5$$

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel 46. Migrasi logam Cr dari Sedimen ke badan Air Penggelaran DGT Disk

aerasi dengan gas N2 selama 5 hari

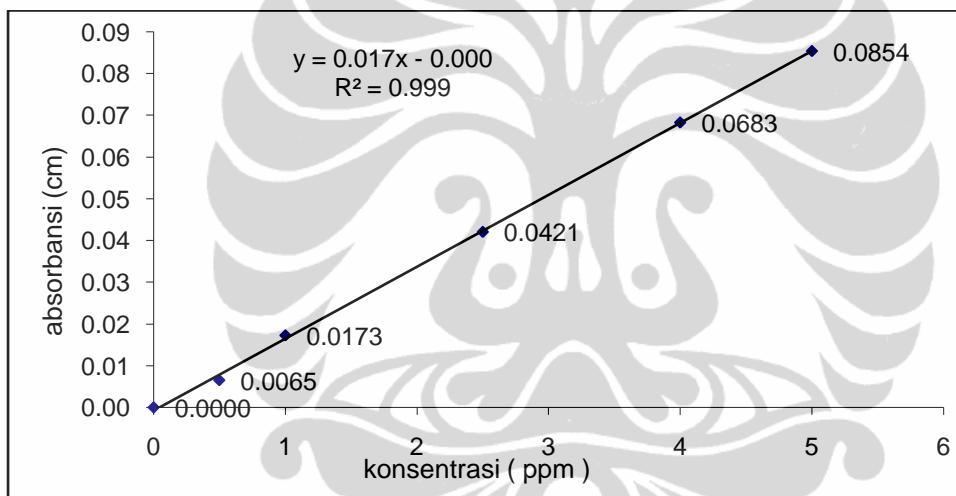
No	SAMPLE	5 HARI				
		Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0	0.0001	0.0457	0.2285	0.617	0.0074
2	10000	0.0374	0.8565	4.2825	11.5628	0.1383
3	15000	0.8394	18.2913	91.4565	246.9326	2.9529

Lampiran 6. Data Penelitian Distribusi Logam Berat Pb dan Cr pada kedalaman Sedimen

5.1 Pagelaran DGT Strip Aerasi dengan gas N2

Tabel 47. Kalibrasi larutan Standart logam Pb

No	Larutan standar (ppm)	Absobansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.0000	0.0407
2	0.5	0.0065	0.4186
3	1	0.0173	1.0465
4	2.5	0.0421	2.4884
5	4	0.0683	4.0116
6	5	0.0854	5.0058



Gambar 17. Grafik kalibrasi larutan Standart logam Pb

Tabel 48. Konsentrasi logam Pb dalam air laut.

No	Absorbansi	konsentrasi alat (ppm)	konsentrasi logam (ppm)
1	0.4555	26.5233	265.2326

Tabel 479. Kadar logam Pb penggelaran dengan DGT Disk

No	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0.0156	0.9477	9.4767	25.5872	0.1924

Perhitungan konsentrasi alat menggunakan persamaan (7)

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

Ce = Kons. Alat x 5

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

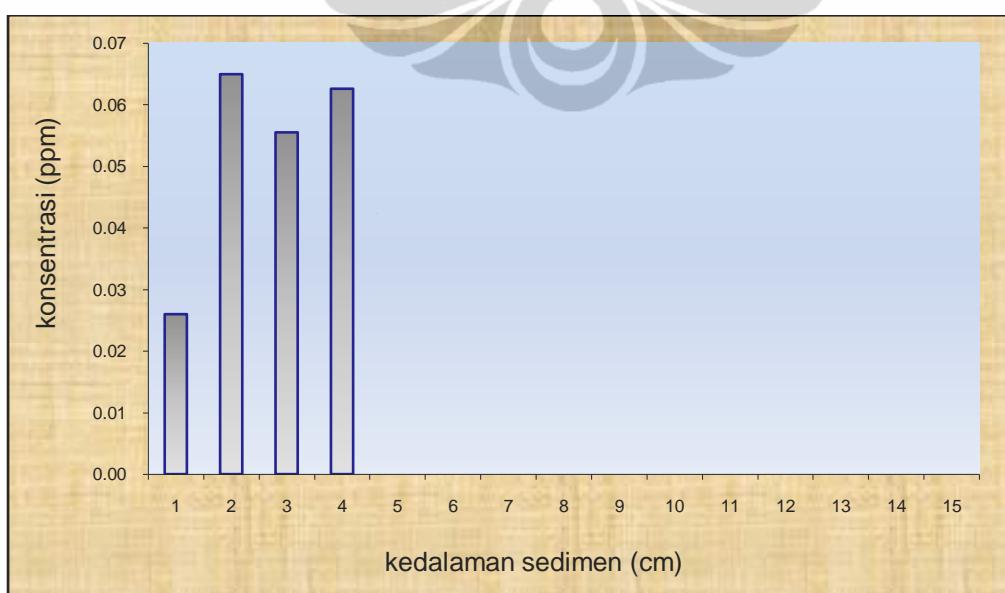
Diperoleh hasil sebagai berikut :

Tabel 50. Kadar dan Migrasi logam Pb Pagelaran DGT Strip aerasi gas N2

selama 5 hari

No	Kedalaman (cm)	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g L}^{-1}$)	M (μg)	C_{DGT} (ppm)
1	1	0.0015	0.128	1.279	3.454	0.026
2	2	0.0048	0.319	3.197	8.634	0.065
3	3	0.004	0.273	2.732	7.378	0.055
4	4	0.0046	0.308	3.081	8.319	0.063
5	5	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
6	6	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
7	7	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
8	8	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
9	9	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
10	10	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.00	0.000	0.000
11	11	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
12	12	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
13	13	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
14	14	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000
15	15	tidak terdeteksi	tidak terdeteksi	0.000	0.000	0.000

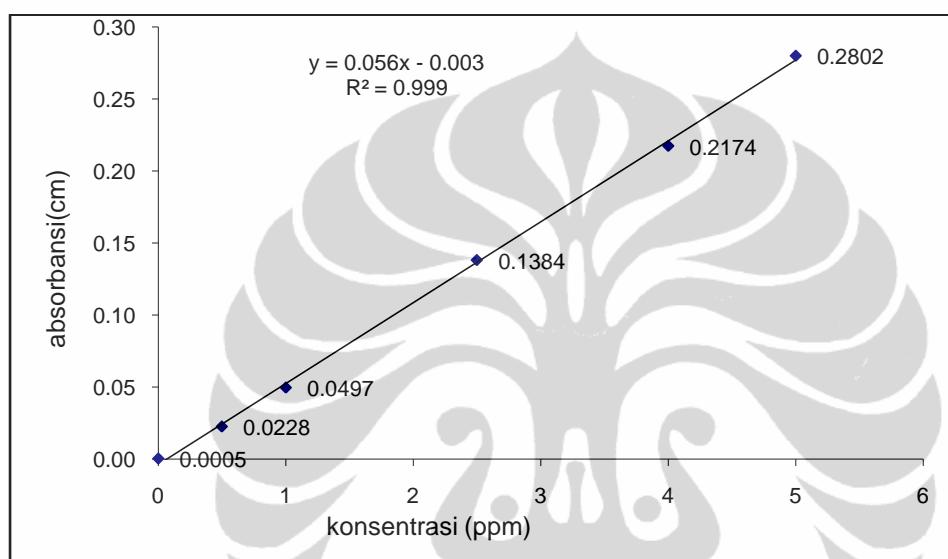
Catatan : tidak terdeteksi, karena keterbatasan pembacaan alat.



Gambar 18. Grafik Migrasi logam Pb dari sedimen pada berbagai kedalaman

Tabel 51. Kalibrasi larutan Standart logam Cr

No	Larutan standar (ppm)	Absorbansi (cm)	konsentrasi (ppm)
1	0	0.0005	0.0713
2	0.5	0.0228	0.4688
3	1	0.0497	0.9483
4	2.5	0.1384	2.5294
5	4	0.2174	3.9376
6	5	0.2802	5.0570



Gambar 19. Grafik kalibrasi larutan standart logam Cr

Tabel 52. Kadar logam Cr dalam air laut setelah penggelaran DGT

No	Absorbansi (cm)	konsentrasi alat (ppm)	konsentrasi logam (ppm)
1	0.3105	18.0930	180.9302

Tabel 53. Kadar logam Cr penggelaran DGT disk 5 hari

No	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	0.4781	8.5847	85.8467	231.7861	1.7432

Konsentrasi alat dihitung dengan persamaan (7)

$$Y = 0,056X - 0,003$$

Ce dihitung dengan perkalian konsentrasi alat dengan faktor pengenceran

Ce = Konsentrasi alat x 5

M_{DGT} dihitung dengan persamaan (1)

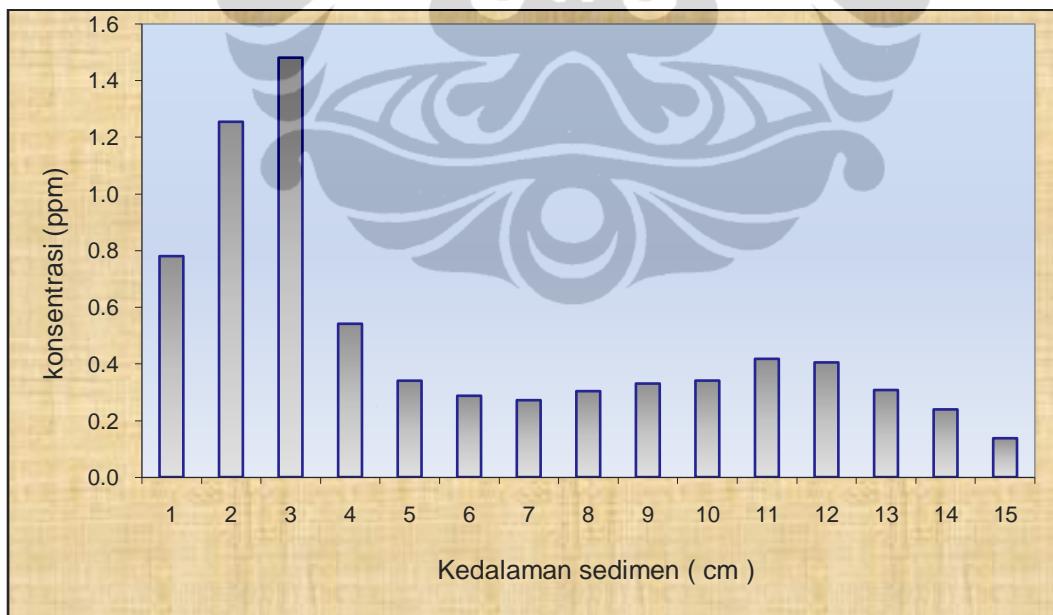
$$M_{DGT} = Ce (V_{HNO_3} + V_{gel}) / fe$$

C_{DGT} dihitung dengan persamaan (2)

$$C_{DGT} = M \cdot \Delta g / (D \cdot t \cdot A)$$

Tabel 54. Kadar logam Cr Pagelaran DGT Strip Aerasi N2 5 hari

No	kedalaman	Absorbansi (cm)	Konsentrasi (ppm)	Ce ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	M (μg)	C _{DGT} (ppm)
1	1	0.2119	3.8396	38.3957	103.6684	0.7797
2	2	0.3429	6.1747	61.7469	166.7166	1.2538
3	3	0.4054	7.2888	72.8877	196.7968	1.4801
4	4	0.146	2.6649	26.6488	71.9519	0.5411
5	5	0.0905	1.6756	16.7558	45.2406	0.3402
6	6	0.0758	1.4135	14.1355	38.1658	0.2870
7	7	0.0715	1.3369	13.3690	36.0963	0.2715
8	8	0.0803	1.4938	14.9376	40.3316	0.3033
9	9	0.0877	1.6257	16.2567	43.8930	0.3301
10	10	0.0906	1.6774	16.7736	45.2888	0.3406
11	11	0.1118	2.0553	20.5526	55.4920	0.4173
12	12	0.1083	1.9929	19.9287	53.8075	0.4047
13	13	0.0814	1.5134	15.1337	40.8610	0.3073
14	14	0.0625	1.1765	11.7647	31.7647	0.2389
15	15	0.0344	0.6756	6.7558	18.2406	0.1372



Gambar 20. Grafik Migrasi logam Cr dari sedimen pada berbagai kedalaman.

Lampiran 7. Data Uji Runutan dengan XRF





Lampiran 8. Peta Lokasi sampling



Lampiran 9. Foto sampling dan Hasil Penelitian



Foto saat sampling di Muara Cengkareng Drain (Doc.pribadi)



Foto perlakuan ekstraksi bertahap. (Doc. Pribadi)



Foto penggelaran DGT Disk (Doc. Pribadi)