



Research Articles

Penggunaan spektrofotometer Uv-Vis untuk analisis nutrisi fosfat pada sedimen dalam rangka pengembangan modul praktikum oseanografi kimia

Novi Angraini^{1*}, Fitri Yanti²

¹Jurusan Ilmu Kelautan, FMIPA Universitas Sriwijaya

²Program Studi Ilmu Farmasi, FMIPA Universitas Sriwijaya

Received 20 Desember 2020; Accepted 9 Mei 2021; Published 31 Mei 2021

<p>Keywords: UV-Vis Spectrophotometer; Phosphate; Sediment; Bray & Kurtz; Chemical Oceanography</p>	<p>ABSTRACT: Practicum of chemical oceanography at the Oceanography and Instrumentation Laboratory of the Marine Sciences Department, FMIPA Sriwijaya University, are just about the analysis of nutrients found in water, both river and sea water. Therefore, this research was conducted in order to develop a chemical oceanography practicum module regarding nutrient analysis by adding material on the analysis of nutrient phosphate content in sediments using a UV-Vis Spectrophotometer. The method used is the Bray and Kurtz method which refers to the water and soil analysis procedure by Dr. R.G Menon, 1973. From the research conducted, it was found that the correlation coefficient data on the linearity of the calibration curve was 0.9992. The phosphate level in the sediment sample was 0.7115 mg/L with LoD value of 0.0097 mg/L and a LoQ value of 0.0325 mg/L. % RSD is 0.25 % with an accuracy of 94 %. Based on the data obtained, it can be concluded that the Bray & Kurtz method can be used in chemical oceanography practicum for phosphate analysis in sediments. @2021 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University</p>
<p>Kata Kunci: Spektrofotometer UV-Vis; Fosfat; Sedimen; Bray & Kurtz; Oseanografi Kimia</p>	<p>ABSTRAK: Praktikum oseanografi kimia di Laboratorium Oseanografi dan Instrumentasi Jurusan Ilmu Kelautan FMIPA Universitas Sriwijaya baru mengenai analisis nutrisi yang terdapat pada air baik air sungai maupun air laut. Maka dari itu, penelitian ini dilakukan dalam rangka pengembangan modul praktikum oseanografi kimia mengenai analisis nutrisi yaitu dengan menambahkan materi tentang analisis kandungan nutrisi fosfat pada sedimen dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Metode yang digunakan adalah metode Bray dan Kurtz yang mengacu pada prosedur analisis air dan tanah oleh Dr. R.G Menon, 1973. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan data koefisien korelasi pada linieritas kurva kalibrasi sebesar 0.9992. Kadar fosfat pada sampel sedimen sebesar 0.7115 mg/L dengan nilai LoD sebesar 0.0097 mg/L dan dan LoQ sebesar 0.0325 mg/L. % RSD sebesar 0.25 % dengan akurasi 94 %. Berdasarkan data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa metode Bray dan Kurtz ini dapat digunakan pada praktikum oseanografi kimia untuk analisis fosfat pada sedimen. @2021 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University</p>

* Corresponding author.

E-mail address: angraininovi311@gmail.com

PENDAHULUAN

Penelitian di bidang kelautan/oseanografi saat ini terus berkembang. Berbagai macam bidang ilmu kelautan pun makin meluas. Salah satunya adalah oseanografi kimia. Oseanografi kimia merupakan ilmu yang membahas mengenai kandungan bahan kimia yang terdapat di dalam air laut, dinamika bahan kimia di laut, pengaruh bahan kimia bagi makhluk hidup di laut, dan sebagainya ⁽¹⁾. Bahan kimia yang terkandung dalam perairan dapat menjadi bahan yang dibutuhkan bagi keberlangsungan hidup mikroorganisme tetapi dapat juga mengganggu keseimbangan kehidupan mikroorganisme di perairan pada jumlah yang berlebihan. Unsur kimia yang menjadi perhatian penting pada lingkungan perairan adalah nitrogen dan fosfor. Menurut ⁽²⁾, nitrogen dan fosfor memiliki peran besar bagi pertumbuhan biota laut seperti alga atau fitoplakton dan dapat menjadi indikator dalam menentukan kualitas dan tingkat kesuburan pada perairan. Untuk menganalisis kandungan/kadar nutrisi nitrogen atau fosfor dapat digunakan berbagai macam peralatan/instrumen laboratorium salah satunya spektrofotometer Uv-Vis.

Spektrofotometer Uv-Vis digunakan untuk analisis fosfat pada sedimen melalui interaksi antara interaksi antara cahaya/sinar pada panjang gelombang tertentu dengan materi yang berupa molekul atau atom. Cahaya/sinar dapat berupa cahaya visible (tampak), cahaya ultraviolet (tidak tampak), dan infrared sedangkan materi dapat berupa molekul atau atom dengan elektron valensi. Cahaya yang berasal dari suatu sumber disebut juga radiasi elektromagnetik. Interaksi antara cahaya atau radiasi elektromagnetik dengan materi dapat terjadi secara emisi, absorpsi, dan hamburan sehingga biasa dikenal adanya spektroskopi emisi, spektroskopi absorpsi dan spektroskopi hamburan. Spektrofotometer Uv-Vis menggunakan interaksi absorpsi. Secara sederhana, spektrofotometer Uv-Vis terdiri dari :

1. Sumber Cahaya, berupa cahaya polikromatis dari lampu Tungsten/Wolfram pada daerah Visible (400-800 nm) dan lampu Deuterium pada daerah Ultraviolet (0-400 nm) ⁽³⁾.
2. Monokromator untuk menyeleksi untuk menyeleksi panjang gelombang.
3. Kuvet/sel sampel sebagai tempat sampel. Berbentuk persegi panjang lebar 1 cm, memiliki permukaan lurus dan sejajar secara optis, transparan, tidak bereaksi terhadap bahan kimia,

tidak mudah rapuh, dan memiliki bentuk yang sederhana namun solid ⁽⁴⁾.

4. Detektor untuk menangkap sinar yang melewati sampel.
5. Read Out yaitu suatu sistem yang menangkap isyarat listrik yang berasal dari detektor dan mengeluarkannya dalam bentuk angka transmittan atau absorptansi yang ditampilkan pada display alat ⁽⁵⁾.

Fosfat pada Sedimen

Unsur hara/nutrien merupakan unsur-unsur dalam jumlah sedikit yang dibutuhkan oleh fitoplankton laut untuk proses pertumbuhan. Pertumbuhan dan penyebaran fitoplankton dalam air sangat dipengaruhi oleh konsentrasi unsur hara dimana sel akan dapat membelah sehingga populasi sel dapat meningkat. Jumlah unsur hara yang berlebihan dapat menyebabkan dampak negatif terhadap kehidupan biota laut didalamnya. Unsur hara utama yang dibutuhkan adalah N (Nitrogen,) P (Fosfat), Si (Silikat) ⁽⁶⁾.

Nitrat dan fosfat adalah unsur hara yang memegang peranan penting dalam pertumbuhan dan metabolisme tumbuhan dan menjadi salah satu indikator untuk menentukan kualitas dan kesuburan suatu perairan ⁽²⁾. Dalam penelitian ini akan dibahas mengenai nutrisi fosfat. Fosfat pada sedimen perairan berasal dari proses penguraian bahan-bahan organik dari tanaman atau hewan yang sudah mati dan hancur yang tumbuh disekitar sedimen itu berada. Pada lingkungan estuari dimana arus sungai dan arus pasang surut bertemu, sedimen akan bersifat dinamis dengan mengalami pengikisan, perpindahan, dan pengendapan ⁽⁷⁾. Hal ini akan menyebabkan kandungan nutrisi fosfat pada sedimen akan berubah-ubah.

Metode Bray and Kurtz

Metode Bray and Kurtz diperkenalkan oleh Roger Bray dan Touby Kurtz melalui stasiun percobaan Pertanian Illionis pada tahun 1945. Dari penelitian inilah dapat diketahui bahwa fosfor hasil ekstraksi mempunyai hubungan terhadap hasil tanaman yang ditanam pada tanah yang netral sampai tanah yang sangat asam. Pada tanah yang bersifat asam, P yang terdapat pada Aluminium Fosfat akan lebih mudah larut oleh florida dari larutan ekstraksi Bray and Kurtz dengan cara pembentukan kompleks Al-F untuk

menurunkan aktivitas Al di dalam larutan. Selain itu florida juga efektif untuk mencegah proses adsorpsi P oleh koloid tanah. Metode Bray and Kurtz kurang efektif jika digunakan untuk analisis kandungan fosfat pada tanah yang mengandung batuan fosfat, hal ini karena larutan Bray and Kurtz akan melarutkan P yang terkandung dalam tanah tersebut sehingga hasil pengukuran P-nya akan tinggi. Metode Bray and Kurtz biasanya digunakan pada tanah yang bersifat asam dengan $\text{pH} < 5.5^{(8)}$.

BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat yang dipakai pada penelitian ini adalah Spektrofotometer UV-Vis, neraca analitik, hot plate, labu ukur dan pipet ukur kelas A dari Pyrex, Iwaki. Bahan yang dipakai antara lain Ammonium Fluoride (NH_4F), Hydrochloride Acid (HCl), Ammonium Molybdat, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Kalium dihidrogen fosfat anhidrat, Kertas saring whatman, dan Akuades bebas fosfat

Prosedur Penelitian

Pengujian metode fosfat metode Bray & Kurtz

Pengujian metode uji fosfat dilakukan dengan menggunakan metode Bray & Kurtz dengan reagen PA (campuran larutan NH_4F 1 N dan HCl 0.5 N), larutan PB (campuran ammonium molybdat dengan HCl 10 N) dan larutan stano ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)⁽⁹⁾. Panjang gelombang maksimum dan kurva kalibrasi diukur dari larutan standar KH_2PO_4 dengan variasi konsentrasi dari 0 ppm sampai 0.9 ppm dengan interval 0.1. Kadar fosfat pada sampel sedimen dihitung dengan memplotkan data absorbansi fosfat sedimen pada kurva kalibrasi yang diperoleh dan dihitung dengan menggunakan rumus berikut :

$$\text{Kadar Fosfat (mg/L)} = C \times fP$$

dimana

C : kadar fosfat dari hasil pengukuran alat (mg/L)

fP : faktor pengenceran

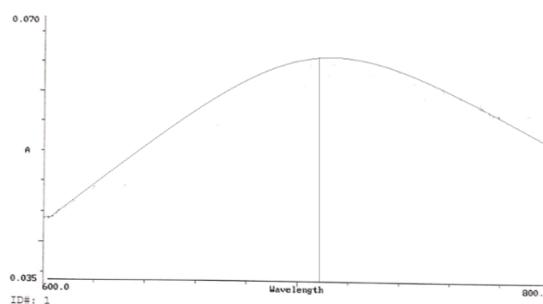
Verifikasi

Verifikasi dilakukan dengan mengukur linieritas, sensitifitas, LoD, LoQ, Presisi dan Akurasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur satu konsentrasi tengah pada suatu deret standar⁽¹⁰⁾. Dari beberapa kali pengulangan pengukuran, didapatkan panjang gelombang maksimum adalah 710 nm sesuai dengan gambar 1.

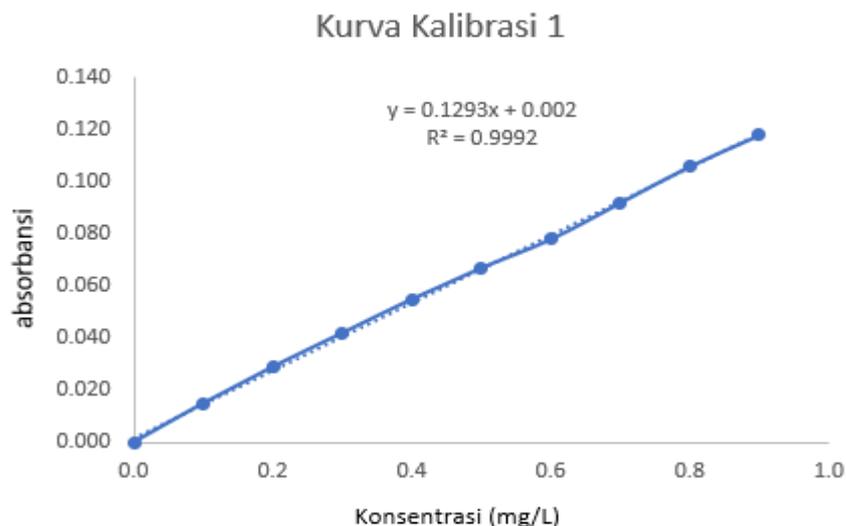


Gambar 1. Panjang gelombang maksimum

Pada daerah tampak dari spektrum, warna yang menyerap panjang gelombang tertentu akan berbeda dengan warna yang dapat dilihat secara langsung. Hal ini karena adanya pengaruh dari warna komplementer. Untuk larutan kompleks fosfat yang memiliki warna komplementer Biru-hijau memiliki rentang panjang gelombang antara 610 – 750 nm⁽¹¹⁾. Berdasarkan hal tersebut, panjang gelombang maksimum dari pengukuran masuk ke dalam rentang untuk warna komplementer biru-hijau.

Penentuan Kurva Kalibrasi, Linieritas dan Sensitifitas

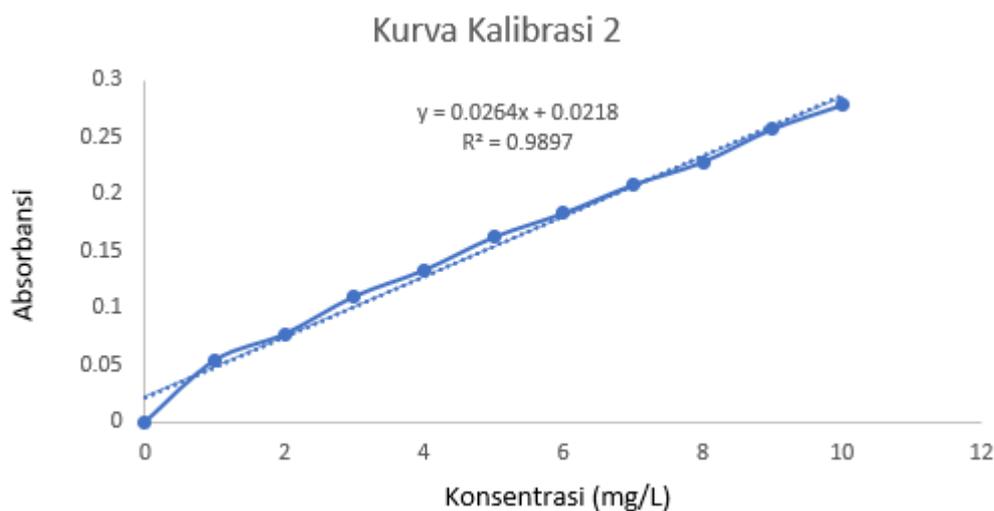
Penentuan kurva kalibrasi dilakukan dengan membuat dua deret standar dengan variasi konsentrasi larutan standar 0.1 mg/L – 0.9 mg/L dan 1.0 mg/L – 10.0 mg/L. Hasil dari pengukuran kurva standar ditunjukkan pada gambar 2. dan gambar 3. dibawah ini.



Gambar 2. Kurva Kalibrasi pada konsentrasi 0.1 mg/L – 0.9 mg/L

Pada gambar 2. terlihat bahwa pada rentang variasi konsentrasi larutan standar 0.1 mg/L sampai dengan 0.9 mg/L diperoleh persamaan regresi linier $y = 0.1293x + 0.0020$. Dari persamaan linier tersebut diperoleh nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar

0.9992 dan nilai koefisien korelasi 0.9995. Menurut ⁽¹²⁾, nilai koefisien determinasi yang memenuhi persyaratan adalah > 0.997 . maka nilai R^2 pada gambar 2. memenuhi syarat linieritas.



Gambar 3. Kurva Kalibrasi pada konsentrasi 1.0 mg/L – 10.0 mg/L

Pada gambar 3. dengan rentang konsentrasi larutan standar 1.0 mg/L sampai dengan 10.0 mg/L diperoleh nilai koefisien determinasi sebesar 0.9897 dan nilai koefisien korelasi sebesar 0.9948. Nilai tersebut belum memenuhi syarat linieritas. Dari kedua kurva tersebut dapat dinyatakan bahwa linieritas yang baik diperoleh pada rentang konsentrasi larutan standar antara 0.1 mg/L sampai dengan 0.9 mg/L dengan R^2 0.9992. Pada persamaan regresi yang didapat dari kurva kalibrasi 1 diperoleh nilai slope sebesar 0,1293. Nilai slope ini menyatakan sensitifitas

alat yang menunjukkan kenaikan respon alat terhadap variabel. Semakin besar nilai slope menunjukkan bahwa alat tersebut memiliki respon yang semakin sensitif terhadap analit dimana adanya perubahan kecil saja dari konsentrasi dapat terdeteksi lebih tinggi jika dibandingkan dengan instrumen lain yang mempunyai nilai slope yang lebih kecil ⁽¹³⁾.

Dari linieritas kurva kalibrasi ditentukan kadar fosfat pada sampel sedimen dengan menggunakan rumus persamaan regresi yang didapat dari kurva kalibrasi 1. Dari perhitungan didapatkan konsentrasi

fosfat pada sampel sedimen sebesar 0.7115 mg/L dengan absorbansi 0.094.

Penentuan LoD dan LoQ

Jumlah terkecil analit yang terdapat di dalam sampel yang masih dapat di deteksi oleh alat dan memberikan respon yang signifikan jika dibandingkan dengan blanko disebut Limit of Detection/LOD. Sedangkan Limit of Quantitation/LOQ merupakan konsentrasi terkecil analit yang terdapat didalam sampel yang masih memenuhi kriteria cermat dan seksama ⁽¹²⁾. Penentuan LOD dan LOQ dilakukan dengan pengukuran absorbansi larutan blanko tanpa analit sebanyak 10 kali pengulangan. LoD dan LoQ dihitung dengan rumus berikut :

$$\delta = \frac{\sqrt{\sum(y-\bar{y})^2}}{n-1}$$

$$\text{LoD} = \frac{3\delta}{\text{slope}}$$

$$\text{LoQ} = \frac{10\delta}{\text{slope}}$$

Data pengukuran LOD dan LOQ dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Metode	LoD (mg/L)	LoQ (mg/L)
Spektrofotometer UV-Vis	0.0097	0.0325

Dari tabel 1 diperoleh LoD sebesar 0.0097 mg/L. Nilai ini menunjukkan jumlah analit terkecil yang masih dapat dideteksi oleh instrumen. Jadi untuk analisis kadar fosfat pada sampel sedimen dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis serapannya masih dapat terbaca pada batas limit 0.0097. Sedangkan nilai LoQ diperoleh 0.0325 mg/L. Nilai ini menunjukkan kuantitas terkecil analit yang masih memenuhi kriteria cermat dan seksama. Kedua nilai LoD dan LoQ dihitung menggunakan statistika melalui garis regresi linier yang didapat dari kurva kalibrasi. Kedua nilai tersebut menunjukkan batas terkecil analit yang masih dapat dideteksi oleh instrumen spektrofotometer UV-Vis.

Presisi

Pada penelitian ini presisi yang dilakukan adalah repeatability (keterulangan) dimana metode dilakukan berulang kali oleh analis yang sama, kondisi sama, dan dalam interval waktu yang pendek.

Repeatability dinyatakan dengan % RSD untuk melihat ketelitian dari metode. % RSD dihitung dengan rumus :

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum(y-\bar{y})^2}{n-1}}$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{\delta}{\sum y} \times 100 \%$$

dimana : δ = standar deviasi

RSD = simpangan baku relatif

Menurut ⁽¹²⁾, % RSD memenuhi syarat keberterimaan jika < 2 %. Dari data perhitungan didapatkan % RSD sebesar 0.25 %. Nilai yang dihasilkan cukup besar, namun masih memenuhi syarat keberterimaan untuk presisi yaitu < 2 %.

Akurasi

Akurasi dilakukan dengan mengukur kadar sampel dan sampel yang telah ditambahkan larutan standar (spike). Selanjutnya dihitung % recovery yang dihasilkan dengan persamaan

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C_{\text{sampel+spike}} - C_{\text{sampel}}}{C_{\text{spike}}} \times 100 \%$$

Berdasarkan ⁽¹⁴⁾, syarat keberterimaan untuk akurasi adalah 80 – 115 %. Dari penelitian yang dilakukan diperoleh nilai % recovery sebesar 94 %. Nilai ini memenuhi syarat keberterimaan untuk akurasi.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, didapat beberapa kesimpulan sebagai berikut :

- Uji linieritas memenuhi syarat keberterimaan pada rentang konsentrasi larutan standar antara 0.1 mg/L sampai dengan 0.9 mg/L dengan persamaan linier $y = 0.1293x + 0.002$, koefisien determinasi 0.9992 dan koefisien korelasi 0.9995.
- Kadar fosfat terukur dalam sampel sedimen adalah sebesar 0.7115 mg/L.
- LOD dan LOQ yang diperoleh berturut-turut adalah 0.0097 mg/L dan 0.0325 mg/L dengan presisi % RSD sebesar 0.25 %.
- Akurasi yang diperoleh hanya 94 %.
- Metode ini dapat digunakan untuk menambah materi praktikum bagi mahasiswa di Jurusan Ilmu Kelautan untuk mata praktikum oseanografi kimia

dengan judul praktikum analisis nutrien fosfat pada sedimen.

REFERENSI

- ¹Lutfi. 2017. *Oseanografi : Pendekatan Dari Ilmu Kimia, Fisika, Biologi, dan Geologi*. Penerbit Leukikaprio, Yogyakarta, 2017. ISBN : 978-602-371-423-0.
- ²Fachrul, M, Haeruman, H & Sitepu, LC. 2005. *Komunitas Fitoplankton Sebagai BioIndikator Kualitas Perairan Teluk Jakarta*. Universitas Indonesia. Jakarta.
- ³Koesmawati, Tiny A. 2017. *Modul Pelatihan Dasar Spektrofotometer Uv-Vis*. Pusat Pengembangan Kompetensi Profesi Indonesia.
- ⁴Suhartati, Tati. 2017. *Dasar-dasar Spektrofotometri Uv-Vis dan Spektrofotometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Cv. Anugrah Utama Raharja. Bandar Lampung
- ⁵Triyati, Ety. 1985. *Spektrofotometer Ultra-Violet dan Sinar Tampak Serta Aplikasinya Dalam Oseanografi*. Jurnal Oseana Volume X No. 1 : 39 – 47.
- ⁶Marlian, Neneng. 2016. *Analisis Variasi Konsentrasi Unsur Hara Nitrogen, Fosfat, dan Silikat di Perairan Meulaboh Aceh Barat*. Aquatic Sciences Journal/Acta Aquatica, 3:1 (April, 2016) : 1-6.
- ⁷Rizal, dkk. *Pendekatan Status Nutrien Pada Sedimen Untuk Mengukur Struktur Komunitas Makrozoobentos Di Wilayah Muara Sungai Dan Pesisir Pantai Rancabuaya, Kabupaten Garut*. Journal Perikanan dan Kelautan Vol. VIII No.2/Des 2017.
- ⁸Ghazaly dkk. 2014. *Uji Metode Olsen dan Bray Dalam Menganalisis Fosfat Tersedia Pada Tanah Sawah Di Desa Konarom Barat Kecamatan Dumoga Utara*. Jurnal MIPA Unsrat Online 3(1)6-10
- ⁹Menon.1973. *A Laboratory Manual For The Analysis Of Soil And Water*. Soil Chemist Food And Agriculture Organization United Nations Development Programme.
- ¹⁰Jannah, Rapsesia Vinatul. 2020. *Perbandingan Metode Potensimetri dan Spektrofotometri Visible Pada Analisis Ion Logam Tembaga (II)*. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
- ¹¹Day, R. A., dan Underwood, A. L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga
- ¹²Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. ISBN 978-Nomor ISBN. Penerbit DEEPUBLISH.
- ¹³Styarini, D. 2011. Validasi Metode Analisis Kimia. *Warta Kimia Analitik*, 19(1): 24–29.
- ¹⁴AOAC. 2010. *Official Methods of Analytical of The Association of The Official Analytical Chemist*. Washington D.C., USA.