

TUGAS AKHIR

**ANALISIS KOMPOSISI MINERAL DAN KANDUNGAN BESI (Fe) PADA
SEDIMEN SUNGAI MENGGUNAKAN METODE XRD DAN AAS
(STUDI KASUS : SEGMENT SUNGAI DELI, MEDAN)**

*Diajukan Untuk Memenuhi Syarat-Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Teknik Sipil Pada Fakultas Teknik
Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara*

Disusun Oleh:

SANDHI DWI PRIHASETYO

2207210117



UMSU
Unggul | Cerdas | Terpercaya

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK SIPIL

UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SUMATERA UTARA

2026

LEMBAR PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir ini diajukan oleh:

Nama : Sandhi Dwi Prihasetyo
NPM : 2207210117
Program Studi : Teknik Sipil
Judul Skripsi : Analisis Komposisi Mineral Dan Kandungan Besi (Fe)
Pada Sedimen Sungai Menggunakan Metode XRD Dan
AAS (STUDI KASUS : SEGMENT SUNGAI DELI,
MEDAN)

DISETUJUI UNTUK DISAMPAIKAN KEPADA
PANITIA UJIAN SKRIPSI

Medan, 19 Agustus 2026

Dosen Pembimbing



Yunita Pane, ST., M.Si

LEMBAR PENGESAHAN

Tugas Akhir ini diajukan oleh:

Nama : SANDHI DWI PRIHASETYO
NPM : 2207210117
Program Studi : Teknik Sipil
Judul Skripsi : Analisis Komposisi Mineral Dan Kandungan Besi (Fe)
Pada Sedimen Sungai Menggunakan Metode XRD Dan
AAS (STUDI KASUS : SEGMENT SUNGAI DELI,
MEDAN)
Bidang Ilmu : Transportasi

Telah berhasil di pertahankan di hadapan Tim Penguji dan di terima sebagai salah satu syarat yang di perlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Sipil, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara.

Medan, 19 Agustus 2026

Mengetahui dan menyetujui:
Dosen Pembimbing



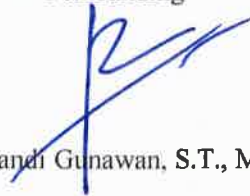
Yunita Pane, S.T., M.Si

Dosen Pembimbing I/Penguji



Sayed Iskandar Muda, S.T., M.T

Dosen Pembimbing II/Penguji



Randi Gunawan, S.T., M.Si

Ketua Program Studi Teknik Sipil



Josef Hadipramana, S.T., M.Sc., Ph.D

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Lengkap : Sandhi Dwi Prihasetyo

NPM : 2207210117

Fakultas : Teknik

Program Studi : Teknik Sipil

Menyatakan dengan sesungguhnya dan sejujurnya, bahwa laporan Tugas Akhir saya yang berjudul: “Analisis Komposisi Mineral Dan Kandungan Besi (Fe) Pada Sedimen Sungai Menggunakan Metode XRD Dan AAS (STUDI KASUS : SEGMENT SUNGAI DELI, MEDAN)”

Bukan merupakan plagiarisme, pencurian hasil karya orang lain, hasil kerja orang lain untuk kepentingan saya karena hubungan material dan non material, ataupun segala kemungkinan lain, yang pada hakekatnya bukan merupakan karya tulis Tugas Akhir saya secara orisinal dan otentik.

Bila kemudian hari diduga kuat dan ketidaksesuaian antara fakta dengan kenyataan ini, saya bersedia diproses oleh Tim Fakultas yang dibentuk untuk melakukan verifikasi, dengan sanksi terberat berupa pembatalan kelulusan/kesarjanaan saya.

Demikian Surat Pernyataan ini saya buat dengan kesadaran sendiri dan tidak atas tekanan ataupun paksaan dari pihak manapun demi menegakkan integritas akademik di Program Studi Teknik Sipil, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara

Medan, 19 Agustus 2026



Sandhi Dwi Prihasetyo

KATA PENGANTAR

Assalamu'Alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.

Alhamdulillahirabbil'alamin, dengan nama Allah Yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang. Segala puji dan syukur saya ucapkan sebagai penulis kepada kehadiran Allah SWT yang telah memberikan karunia dan nikmat yang tiada terkira. Salah satu karunia tersebut adalah berhasilnya penulis dalam menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul “Analisis Komposisi Mineral Dan Kandungan Besi (Fe) Pada Sedimen Sungai Menggunakan Metode XRD Dan AAS (Studi Kasus : Segmen Sungai Deli Medan)”, sebagai syarat untuk meraih gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Sipil, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara (UMSU), Medan.

Banyak pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan laporan Tugas Akhir: untuk itu penulis mengatakan rasa terimakasih yang tulus kepada:

1. Ibu Yunita Pane, S.T., M.Si selaku Dosen Pembimbing yang telah berkenan untuk mencurahkan waktu, motivasi, memberikan saran, nasihat, dan selalu bertanya kabar terkait tugas akhir, yang membuat penulis terpacu untuk menyelesaikan laporan Tugas Akhir tepat waktu.
2. Bapak Sayed Iskandar Muda, S.T., M.T selaku dosen Pembimbing 1 yang telah memberikan koreksi dan saran demi kesempurnaan penulisan dan penyusunan laporan Tugas Akhir.
3. Bapak Randi Gunawan, S.T., M.Si selaku dosen Pembimbing 2 yang telah memberikan koreksi dan saran demi kesempurnaan penulisan dan penyusunan laporan Tugas Akhir.
4. Bapak Josef Hadipramana, S.T., M.Si., Ph.D., selaku Ketua Program Studi Teknik Sipil, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara.
5. Ibu Rizki Efrida, S.T., M.T., selaku Sekretaris Program Studi Teknik Sipil, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara.
6. Bapak Dr. Ade Faisal, S.T., M.Sc., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara.
7. Seluruh Dosen di Program Studi Teknik Sipil, Universitas Muhammadiyah

Sumatera Utara yang telah memberikan banyak ilmu teknik sipil kepada penulis.

8. Bapak/Ibu Staf Administrasi di Biro Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Sumatera Utara.
9. Kepada yang tercinta orang tua penulis Ayahanda Junaidi S.E, M.AP. dan Ibunda Susi Agustina terima kasih selalu mengapresiasi segala pencapaian anaknya, menjadi orang tua terbaik dihidup penulis, memberikan semangat tiada henti, dan melangitkan doa-doa baik yang tak pernah putus sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini.
10. Kepada kakak saya Oetari Dwitya Larasati S.T tercinta dan abang ipar saya M. Rendi Rezeky S.I.Kom, terima kasih atas kasih sayang, perhatian, dukungan, dan semangat yang selalu diberikan kepada saya. Kehadiran serta nasihat yang diberikan menjadi motivasi dan kekuatan bagi saya dalam menjalani setiap proses hingga saat ini. Semoga kakak dan abang ipar selalu diberikan kesehatan, kebahagiaan, kelancaran dalam setiap urusan, serta keberkahan dalam kehidupan. Semoga kita selalu saling menyayangi, mendukung, dan menjadi kebanggaan bagi keluarga.
11. Kepada Cut Rafifah Syakiraah S.E. yang selalu menemani dan memberikan dukungan tanpa henti. Terima kasih telah menjadi tempat berbagi cerita, penyemangat di saat lelah, dan alasan untuk terus percaya bahwa penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir ini, terima kasih telah hadir dan menjadi bagian dari perjalanan ini.
12. Kepada sahabat saya, M. Cevin Hutajulu, yang telah menemani perjalanan saya sejak masa Sekolah Menengah Atas hingga sampai pada tahap penyelesaian pendidikan S1. Terima kasih atas kebersamaan, dukungan, bantuan, dan semangat yang telah diberikan selama perjalanan ini. Banyak cerita, pengalaman, dan kenangan yang telah kita lalui bersama, baik selama masa SMA maupun selama menempuh pendidikan di perguruan tinggi. Kehadiranmu menjadi salah satu bagian yang berarti dalam perjalanan panjang ini. Semoga segala usaha dan perjuangan yang kita lakukan dapat membawa kita menuju keberhasilan, serta semoga Allah senantiasa memberikan kemudahan, kelancaran, dan keberkahan dalam setiap langkah kita untuk

meraih cita-cita di masa depan.

13. Kepada sahabat-sahabat saya, M. Cevin Hutajulu, Hilmy Zaky Abyan, MHD Tata Nur Ikhsan, terima kasih telah menjadi bagian penting dalam perjalanan panjang selama masa perkuliahan hingga terselesaikannya tugas akhir ini. Terima kasih atas kebersamaan, dukungan, bantuan, canda tawa, serta berbagai cerita yang telah kita lalui bersama. Kehadiran kalian telah memberikan warna dan kenangan berharga yang akan selalu saya ingat. Semoga Allah SWT senantiasa memudahkan setiap langkah kita dan membawa kita menuju kesuksesan serta cita-cita yang selama ini kita impikan.

Laporan Tugas Akhir ini masih jauh dari kata sempurna untuk itu penulis berharap kritikan dan masukan yang konstruktif untuk menjadi bahan pembelajaran untuk penulis dimasa depan.

Semoga Tugas Akhir bisa memberikan manfaat bagi kita semua terutama bagi penulis dan juga bagi teman-teman mahasiswa Teknik Sipil khususnya. Aamiin.

Wassalamu'Alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.

Medan, 19 Agustus 2026

SANDHI DWI PRIHASETYO

2207210117

ABSTRAK

ANALISIS KOMPOSISI MINERAL DAN KANDUNGAN BESI (Fe) PADA SEDIMEN SUNGAI MENGGUNAKAN METODE XRD DAN AAS

(STUDI KASUS : SEGMENT SUNGAI DELI, MEDAN)

Sandhi Dwi Prihasetyo

2207210117

Yunita Pane, S.T., M.Si

Penelitian ini mengkaji kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Deli, Kota Medan, melalui pendekatan gabungan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Analisis XRD terhadap sampel sedimen dari tiga titik sepanjang segmen sungai menunjukkan bahwa koninckite $[(\text{Fe},\text{Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ merupakan satu-satunya fase mineral kristalin yang secara eksplisit mengandung unsur Fe. *Koninckite* adalah mineral fosfat sekunder terhidrasi yang terbentuk dari reaksi ion Fe dan Al dengan senyawa fosfat pada kondisi lingkungan yang cenderung asam, diduga berasal dari pelapukan mineral primer pembawa besi dan/atau masukan fosfat dari limpasan pertanian maupun limbah domestik. Puncak utama *koninckite* muncul konsisten pada $2\theta \approx 10-11^\circ$ di ketiga titik, dengan faktor kecocokan (Y) tertinggi pada Titik 1 ($\approx 61,60\%$), diikuti Titik 3 ($\approx 52,12\%$), dan terendah pada Titik 2 ($\approx 40,62\%$), menunjukkan variasi kandungan Fe kristalin yang relatif kecil antar titik. Karena XRD bersifat semi-kuantitatif dan hanya mendeteksi fase kristalin, kandungan Fe total dikonfirmasi menggunakan AAS, yang menunjukkan kadar Fe sebesar 9,92% (Titik 1), 6,69% (Titik 2), dan 1,71% (Titik 3) — pola penurunan yang searah dengan hasil XRD namun dengan selisih nilai yang jauh lebih besar. Perbedaan ini mengindikasikan bahwa sebagian besar Fe dalam sedimen berada dalam bentuk amorf atau teradsorpsi pada permukaan mineral lempung, sehingga tidak terdeteksi oleh XRD. Dengan demikian, *koninckite* hanya merepresentasikan sebagian kecil dari total Fe dalam sedimen, dan kombinasi XRD-AAS diperlukan untuk memperoleh gambaran menyeluruh mengenai keberadaan Fe, baik dalam bentuk kristalin maupun non-kristalin.

Kata Kunci: *koninckite*, besi (Fe), sedimen sungai, XRD, AAS, Sungai Deli

ABSTRACT

ANALYSIS OF MINERAL COMPOSITION AND IRON (Fe) CONTENT IN RIVER SEDIMENTS USING XRD AND AAS METHODS

(CASE STUDY: A SEGMENT OF THE DELI RIVER, MEDAN)

Sandhi Dwi Prihasetyo

2207210117

Yunita Pane, S.T., M.Si

This study examines the iron (Fe) content in sediments of the Deli River, Medan City, using a combined X-Ray Diffraction (XRD) and Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) approach. XRD analysis of sediment samples from three points along the river segment identified koninckite $[(\text{Fe},\text{Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ as the only crystalline mineral phase explicitly containing Fe. Koninckite is a secondary hydrated phosphate mineral formed through the reaction of Fe and Al ions with phosphate compounds under acidic conditions, likely originating from the weathering of primary Fe-bearing minerals and/or phosphate input from agricultural runoff or domestic waste. Its main peak appeared consistently at $2\theta \approx 10\text{--}11^\circ$ across all three points, with the highest match factor (Y) at Point 1 ($\approx 61.60\%$), followed by Point 3 ($\approx 52.12\%$), and the lowest at Point 2 ($\approx 40.62\%$), indicating relatively small variation in crystalline Fe content between points. Since XRD is only semi-quantitative and detects crystalline phases alone, total Fe content was confirmed using AAS, which showed Fe levels of 9.92% (Point 1), 6.69% (Point 2), and 1.71% (Point 3) — a decreasing trend consistent with the XRD results but with a much larger difference in magnitude. This discrepancy suggests that most of the Fe in the sediment exists in amorphous form or is adsorbed onto clay mineral surfaces, and thus undetectable by XRD. Koninckite therefore represents only a small fraction of the total Fe in the sediment, and the combined XRD-AAS approach is necessary to obtain a comprehensive picture of Fe presence in both crystalline and non-crystalline forms.

Keywords: koninckite, iron (Fe), river sediment, XRD, AAS, Deli River

DAFTAR ISI

TUGAS AKHIR	1
LEMBAR PERSETUJUAN PEMBIMBING	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Ruang Lingkup	3
1.5 Manfaat penelitian	3
1.6 Sistematika Penulisan	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Sungai dan Sedimen Sungai	6
2.2 Karakteristik Sedimen Sungai	7
2.3 Mineral dan Komposisi Mineral dalam Sedimen	9

2.4 Unsur Besi (Fe) dalam Sedimen Sungai	10
2.5 Metode Analisis Komposisi Mineral Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)	2
2.6 Metode Analisis Kandungan Besi (Fe) Menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)	5
2.7 Hubungan Komposisi Mineral dengan Kandungan Besi (Fe)	7
2.8 Penelitian Terdahulu	9
2.9. Kerangka Pemikiran	22
BAB 3 METODE PENELITIAN	23
3.1 Bagan Alir	23
3.2 Lokasi Penelitian	25
3.3 Populasi dan Sampel	28
3.4 Data Penelitian	28
3.4.1 Jenis dan Sumber Data	29
3.4.2 Teknik Pengumpulan Data	29
3.5 Variabel Penelitian	30
3.6 Metode Analisis Data	31
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Prinsip dan Prosedur Analisis XRD	33
4.2 Komposisi Mineral Sedimen Sungai Berdasarkan Data XRD	33
4.2.1 Titik 1	34
4.2.2 Titik 2	37
4.2.3 Titik 3	41
4.2.4 Rekapitulasi dan Perbandingan Komposisi Mineral Antar Titik	43
4.3 Identifikasi Kandungan Besi (Fe) Berdasarkan Data XRD	45

4.3.1 Karakteristik Puncak Koninckite pada Tiap Titik	46
4.3.2 Keterbatasan Analisis XRD dalam Penentuan Kandungan Fe	47
4.4 Ringkasan Hasil Analisis XRD	47
4.5 Hasil Analisis Kandungan Besi (Fe) Menggunakan Metode AAS	48
4.5.1 Hasil Uji Kadar Fe pada Tiap Titik	48
4.6 Perbandingan Hasil Identifikasi Fe Melalui XRD dan AAS	51
4.6.1 Pembahasan Perbandingan	54
4.7 Ringkasan Akhir	55
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	62
5.1 Kesimpulan	62
5.2 Saran	63
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN	68

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1: Hasil identifikasi fase mineral pada sedimen sungai – Titik 1	32
Tabel 4. 2: Hasil identifikasi fase mineral pada sedimen sungai – Titik 2	35
Tabel 4. 3: Hasil identifikasi fase mineral pada sedimen sungai – Titik 3	38
Tabel 4. 4: Rekapitulasi nilai faktor kecocokan (Y, %) tiap fase mineral pada tiga titik sedimen sungai	39
Tabel 4. 5: Hasil uji kadar besi (Fe) sedimen sungai menggunakan metode AAS (LP-BSPJI Medan)	44
Tabel 4. 6: Rekapitulasi perbandingan indikasi Fe dari XRD dan AAS	47

DAFTAR GAMBAR

Gambar 3. 1: Bagan Alir

23

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sungai merupakan salah satu komponen utama dalam sistem lingkungan perairan yang memiliki peran strategis dalam mendukung kehidupan manusia dan ekosistem. Sungai berfungsi sebagai sumber air, media transportasi alami, serta sebagai bagian dari system drainase wilayah. Selain itu, sungai juga berperan sebagai tempat terakumulasinya material hasil proses pelapukan batuan, erosi tanah, serta berbagai aktivitas antropogenik yang terjadi di daerah aliran sungai (DAS). Material tersebut umumnya terendapkan dalam bentuk sedimen dasar sungai.

Sedimen sungai tidak hanya berfungsi sebagai hasil akhir dari proses hidrologi dan geomorfologi, tetapi juga berperan sebagai media penyimpan berbagai unsur kimia, termasuk mineral dan logam. Komposisi dan karakteristik sedimen sungai dapat merekam kondisi lingkungan dalam jangka waktu tertentu, sehingga sering digunakan sebagai indikator kualitas lingkungan perairan. Berbagai penelitian menunjukkan bahwa kandungan logam dalam sedimen umumnya lebih tinggi dibandingkan dengan kolom air, karena logam cenderung berasosiasi dengan partikel padat, khususnya sedimen berbutir halus.

Salah satu unsur logam yang umumnya ditentukan dalam sedimen sungai adalah besi (Fe). Besi secara alami berasal dari pelapukan batuan yang mengandung mineral besi, seperti magnetit dan hematit. Namun, kandungan besi dalam sedimen juga dapat dipengaruhi oleh aktivitas manusia, seperti kegiatan industri, pertanian, serta pembuangan limbah domestik. Dalam konsentrasi tertentu, besi merupakan unsur esensial bagi organisme, tetapi pada kadar yang tinggi dapat mempengaruhi kualitas lingkungan perairan dan berpotensi menimbulkan gangguan terhadap ekosistem akuatik.

Sungai Deli merupakan salah satu sungai utama di Provinsi Sumatera Utara yang melintasi kawasan perkotaan Kota Medan dengan tingkat aktivitas manusia

yang tinggi. Sepanjang aliran Sungai Deli terdapat kawasan permukiman padat, perdagangan, dan industri, yang berpotensi memberikan masukan material sedimen dan unsur logam ke dalam sistem sungai. Kondisi tersebut menyebabkan terjadinya akumulasi sedimen pada beberapa segmen sungai yang diduga memiliki variasi komposisi mineral dan kandungan besi (Fe).

Hingga saat ini, data ilmiah yang secara khusus membahas komposisi mineral dan kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Deli masih terbatas, khususnya yang mengombinasikan analisis mineralogi dan analisis geokimia secara kuantitatif. Oleh karena itu, diperlukan penelitian yang sistematis untuk mengkaji karakteristik sedimen Sungai Deli melalui analisis komposisi mineral menggunakan *metode X-Ray Diffraction* (XRD) serta analisis kandungan besi (Fe) menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan gambaran kondisi sedimen Sungai Deli secara ilmiah dan menjadi dasar dalam evaluasi kualitas lingkungan perairan.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang yang telah dijelaskan sebelumnya, maka rumusan masalah dalam penelitian ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik dan komposisi mineral yang terdapat pada sedimen Sungai Deli berdasarkan hasil analisis menggunakan *X-RAY Diffraction* (XRD)?
2. Bagaimana kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Deli berdasarkan hasil pengujian menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS)?
3. Bagaimana hubungan antara komposisi mineral sedimen dengan kandungan besi (Fe) pada segmen Sungai Deli yang diteliti serta dampaknya terhadap kondisi lingkungan sungai?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh pemahaman yang lebih mendalam mengenai karakteristik sedimen Sedimen Deli, khususnya terkait komposisi mineral dan kandungan besi (Fe), melalui analisis laboratorium menggunakan

metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Secara khusus, tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi karakteristik dan komposisi mineral yang terdapat pada sedimen Sungai Deli berdasarkan hasil analisis menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Menentukan kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Deli berdasarkan hasil pengujian menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS)
3. Menganalisis hubungan antara komposisi mineral sedimen dengan kandungan besi (Fe) pada segmen Sungai Deli yang diteliti serta dampaknya terhadap kondisi lingkungan sungai.

1.4 Ruang Lingkup

Penelitian ini memiliki ruang lingkup sebagai berikut:

1. Penelitian difokuskan pada identifikasi jenis serta komposisi mineral penyusun sedimen sungai pada segmen Sungai Deli, Kota Medan, yang ditentukan berdasarkan hasil analisis menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Analisis kandungan unsur besi (Fe) dalam sedimen sungai dilakukan menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS), yang digunakan sebagai salah satu parameter untuk menggambarkan kondisi geokimia sedimen.
3. Data yang digunakan dalam penelitian ini meliputi informasi jenis mineral hasil identifikasi XRD serta data konsentrasi unsur besi (Fe) dalam sedimen yang diperoleh dari hasil pengukuran menggunakan AAS.

1.5 Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut

1. Menambah pemahaman ilmiah mengenai karakteristik sedimen sungai, khususnya terkait komposisi mineral dan kandungan unsur besi (Fe) pada sedimen sungai.

2. Memberikan gambaran mengenai keterkaitan antara komposisi mineral sedimen hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan kandungan besi (Fe) yang diperoleh melalui metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS)
3. Menjadi referensi ilmiah bagi penelitian selanjutnya yang berfokus pada kajian mineralogi sedimen, geokimia lingkungan, serta analisis logam berat pada sistem perairan sungai.
4. Mendukung pengembangan kajian teori dan metode analisis sedimen sungai yang lebih komprehensif, khususnya dalam pemanfaatan kombinasi metode XRD dan AAS dalam penelitian lingkungan.
5. Menjadi bahan pertimbangan bagi instansi terkait, seperti dinas lingkungan hidup dan pengelola sumber daya air, dalam mengevaluasi kondisi daerah aliran sungai (DAS).

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan Tugas Akhir ini disusun untuk memberikan menyeluruh mengenai isi dan tahapan penelitian. Adapun sistematika penulisan proposal ini terdiri atas lima bab sebagai berikut:

BAB I PENDAHULUAN

Bab ini memuat uraian mengenai latar belakang penelitian, perumusan masalah, ruang lingkup penelitian, tujuan dan manfaat penelitian, serta sistematika penulisan skripsi.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini mengulas teori dan konsep dasar yang berkaitan dengan penelitian, antara lain pengertian sungai dan sedimen sungai, karakteristik sedimen, komposisi mineral, keberadaan unsur besi (Fe) dalam sedimen, serta prinsip kerja metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) sebagai landasan analisis.

BAB III METODE PENELITIAN

Bab ini menjelaskan metode yang digunakan dalam penelitian, meliputi lokasi dan waktu penelitian, jenis dan sumber data, teknik pengambilan sampel sedimen, metode analisis komposisi mineral menggunakan XRD, metode analisis kandungan besi (Fe) menggunakan AAS, serta tahapan pelaksanaan penelitian secara keseluruhan

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini menyajikan hasil analisis komposisi mineral sedimen berdasarkan metode XRD serta hasil analisis kandungan besi (Fe) menggunakan metode AAS.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

Bab ini berisi kesimpulan yang diperoleh berdasarkan hasil penelitian serta saran yang dapat dijadikan pertimbangan untuk penelitian selanjutnya maupun upaya pengelolaan kualitas lingkungan sungai.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sungai dan Sedimen Sungai

Sungai merupakan salah satu komponen utama dalam sistem hidrologi yang memiliki peranan penting dalam siklus hidrologi, proses pengangkutan material, serta menjaga keseimbangan ekosistem lingkungan. Berdasarkan peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 38 Tahun 2011 tentang sungai, sungai didefinisikan sebagai alur atau wadah air alami dan buatan beserta air di dalamnya, mulai dari hulu hingga muara, yang dibatasi oleh sempadan sungai. Dalam kajian hidrologi, sungai juga dipandang sebagai saluran alami yang berfungsi menyalurkan air dari daerah tangkapan hujan menuju badan air penerima seperti danau atau lautan, sekaligus membawa berbagai material terlarut maupun tersuspensi yang berasal dari daerah aliran sungai (DAS) (Ito et al., 2023).

Sedimen sungai merupakan material padat yang berasal dari hasil pelapukan dan erosi batuan serta tanah wilayah hulu, yang kemudian diangkut oleh aliran sungai dan diendapkan di dasar maupun sepanjang alur sungai. Proses terbentuknya sedimen diawali oleh pelapukan batuan induk, baik secara fisik, kimia, maupun biologis. Material hasil pelapukan tersebut selanjutnya mengalami erosi akibat pengaruh curah hujan, aliran permukaan, serta aktivitas manusia, kemudian terbawa oleh aliran sungai melalui proses transportasi. Pada kondisi tertentu, seperti saat kecepatan dan energi aliran menurun, material yang terbawa tersebut akan mengendap dan membentuk sedimen sungai (Effendy & Dibyosaputro, 2015).

Ditinjau dari mekanisme pengangkutannya, sedimen sungai secara umum dibedakan menjadi dua jenis, yaitu sedimen dasar (*bed load*) dan sedimen tersuspensi (*suspended load*). Sedimen dasar umumnya terdiri dari material berukuran relatif kasar, seperti pasir dan kerikil, yang bergerak di sepanjang dasar sungai dengan cara menggelinding, melompat, atau terseret oleh aliran. Sementara itu, sedimen tersuspensi tersusun atas partikel-partikel halus seperti lanau dan lempung

yang melayang di dalam kolom air akibat turbolensi aliran, sehingga dapat terbawa hingga jarak yang cukup jauh sebelum akhirnya mengalami pengendapan (Chandrasekaran et al., 2021).

Sedimen sungai memiliki peranan penting sebagai indikator kondisi lingkungan perairan. Hal ini berkaitan dengan kemampuan sedimen dalam mengkumulasi berbagai unsur kimia, mineral, serta logam berat yang berasal dari proses alami maupun aktivitas antropogenik. Logam berat yang masuk ke dalam badan sungai cenderung terikat dan teradsorpsi pada partikel sedimen, khususnya sedimen berukuran halus yang memiliki luas permukaan serta kapasitas adsorpsi yang relatif tinggi. Oleh karena itu, sedimen sering dijadikan media yang lebih representatif tinggi. Oleh karena itu, sedimen sering dijadikan media yang lebih representatif dalam kajian pencemaran perairan dibandingkan dengan air sungai (Mariyanto dkk., 2019)

Salah satu unsur logam yang umum dijumpai dalam sedimen sungai adalah besi (Fe). Besi merupakan unsur yang secara alami terdapat dalam batuan dan tanah, namun keberadaannya dalam sedimen dapat mengalami peningkatan akibat pengaruh aktivitas manusia, seperti kegiatan industri, pertambangan, serta pembuangan limbah domestik. Akumulasi besi dan mineral lainnya dalam sedimen sungai dapat mencerminkan kondisi geologi daerah aliran sungai sekaligus tingkat tekanan lingkungan yang terjadi. Oleh karena itu, analisis sedimen sungai menjadi penting untuk mengetahui komposisi mineral dan kandungan logam, termasuk besi (Fe), sebagai dasar dalam evaluasi kualitas lingkungan perairan sungai (Wibowo dkk., 2022)

2.2 Karakteristik Sedimen Sungai

Karakteristik sedimen sungai merupakan salah satu aspek penting yang perlu diperhatikan dalam penelitian yang berkaitan dengan analisis mineral dan kandungan logam. Karakteristik tersebut mencakup sifat fisik dan kimia sedimen yang memengaruhi kemampuan sedimen dalam mengikat, menyimpan, serta mengakumulasi mineral dan logam berat. Perbedaan karakteristik sedimen di sepanjang alur sungai dapat mencerminkan variasi kondisi hidrodinamika, sumber material sedimen, serta pengaruh aktivitas manusia di daerah aliran Sungai (Zhang dkk., 2025).

Salah satu karakteristik utama sedimen sungai adalah ukuran butir. Berdasarkan ukuran partikelnya, sedimen umumnya diklasifikasikan menjadi pasir, lanau, dan lempung. Sedimen berukuran pasir memiliki diameter butir yang relatif besar dan umumnya terendapkan pada bagian sungai dengan energi aliran yang tinggi. Sebaliknya, sedimen lanau dan lempung memiliki ukuran butir yang lebih halus dan cenderung terakumulasi pada daerah dengan kecepatan aliran rendah, seperti bagian tengah hingga hilir sungai atau pada zona-zona genangan. Ukuran butir sedimen sangat berpengaruh terhadap sifat fisik dan kimia sedimen, khususnya terkait dengan kemampuan sedimen dalam mengadsorpsi unsur-unsur kimia (Sudarningsih dkk., 2023)

Selain ukuran butir, karakteristik fisik sedimen sungai meliputi warna, kepadatan, porositas, dan kandungan air. Warna sedimen sering dimanfaatkan sebagai indikator awal keberadaan mineral tertentu, misalnya warna kemerahan atau kecokelatan yang dapat menunjukkan adanya oksida besi. Kepadatan dan porositas sedimen berperan dalam mengontrol sirkulasi air pori serta proses perpindahan unsur kimia di dalam sedimen. Sementara itu, karakteristik kimia sedimen mencakup nilai pH, kandungan bahan organik, kapasitas tukar kation, serta komposisi mineral penyusun sedimen. Sifat-sifat kimia tersebut berpengaruh terhadap proses pengikatan, dan stabilisasi logam berat di dalam sedimen (Fitri dkk., t.t.)

Ukuran butir sedimen memiliki keterkaitan yang erat dengan kandungan mineral dan logam besi (Fe). Sedimen berukuran halus, khususnya lanau dan lempung, umumnya memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan sedimen berukuran kasar. Luas permukaan yang besar memungkinkan terjadinya proses adsorpsi logam yang lebih insentif, sehingga kandungan logam besi cenderung lebih tinggi pada fraksi sedimen halus. Selain itu, keberadaan mineral lempung dan oksida besi pada sedimen halus berperan sebagai media pengikat utama bagi unsur (Fe) dan logam lainnya. Oleh karena itu, distribusi ukuran butir sedimen menjadi faktor penting dalam interpretasi hasil analisis mineral dan kandungan logam besi (Sandu dkk., 2021).

Karakteristik sedimen sungai juga dipengaruhi oleh kondisi lingkungan perairan, seperti kecepatan arus, tingkat erosi, serta aktivitas manusia disekitarnya.

Kecepatan arus sungai menentukan kemampuan aliran dalam mengangkut dan mengendapkan material sedimen, sehingga berpengaruh terhadap sebaran ukuran butir di sepanjang alur sungai. Proses erosi di daerah hulu dan tebing sungai meningkatkan suplai material sedimen ke badan sungai. Di sisi lain, aktivitas manusia seperti pembangunan infrastruktur, kegiatan pertanian, industri, dan pembuangan limbah dapat mengubah karakteristik fisik dan kimia sedimen, termasuk meningkatkan kandungan logam besi akibat masuknya material pencemar. Dengan demikian, karakteristik sedimen sungai tidak hanya mencerminkan kondisi alamiah suatu perairan, tetapi juga menggambarkan tingkat tekanan lingkungan yang terjadi di wilayah tersebut (Szabó dkk., 2025)

2.3 Mineral dan Komposisi Mineral dalam Sedimen

Mineral merupakan komponen utama penyusun sedimen sungai dan menjadi dasar dalam kajian mineralogi sedimen. Secara umum, mineral dapat didefinisikan sebagai zat pada anorganik yang terbentuk secara alami, memiliki komposisi kimia tertentu, serta susunan kristal yang teratur. Dalam sedimen sungai, mineral-mineral tersebut berasal dari batuan induk yang mengalami proses pelapukan dan erosi, kemudian diangkut serta diendapkan oleh aliran sungai. Analisis komposisi mineral sedimen menjadi penting karena dapat memberikan informasi mengenai sumber material sedimen, proses geologi yang berlangsung, serta potensi keberadaan unsur-unsur kimia tertentu, termasuk logam besi (Fe) (Pratap, 2024).

Berdasarkan asal-usulnya, mineral penyusun sedimen sungai dapat dikelompokkan menjadi mineral primer dan mineral sekunder. Mineral primer merupakan mineral yang berasal langsung dari batuan induk dan relatif lebih tahan terhadap proses pelapukan. Beberapa mineral primer yang umum dijumpai dalam sedimen sungai antara lain kuarsa dan feldspar. Kuarsa dikenal sebagai mineral yang sangat stabil secara kimia dan mekanik, sehingga sering mendominasi fraksi pasir pada sedimen sungai. Feldspar memiliki tingkat kestabilan yang lebih rendah dibandingkan kuarsa, namun masih sering ditemukan, terutama pada sedimen yang berasal dari batuan beku atau metamorf dan belum mengalami pelapukan lanjutan secara intensif (Babu dkk., 2021).

Selain mineral primer, sedimen sungai juga mengandung mineral sekunder yang terbentuk akibat proses pelapukan dan alterasi mineral primer. Mineral sekunder yang umum dijumpai meliputi mineral lempung dan oksidasi besi. Mineral lempung terbentuk dari hasil pelapukan kimia feldspar dan mineral silikat lainnya, serta umumnya terdapat pada fraksi sedimen berukuran halus seperti lanau dan lempung. Oksidasi besi, seperti hematit dan goetit, terbentuk melalui proses oksidasi dan presipitasi unsur besi yang dilepaskan selama pelapukan batuan. Keberadaan mineral sekunder tersebut berpengaruh besar terhadap sifat kimia sedimen, terutama dalam hal kemampuan sedimen mengikat dan menyimpan unsur logam (Odewumi, 2025).

Pembentukan mineral penyusun sedimen sungai tidak terlepas dari proses pelapukan batuan yang terjadi di daerah aliran sungai. Pelapukan fisik menyebabkan batuan terfragmentasi menjadi ukuran yang lebih kecil tanpa mengubah komposisi mineralnya. Sementara itu, pelapukan kimia mengakibatkan perubahan struktur dan komposisi mineral melalui reaksi dengan air serta zat-zat terlarut. Pelapukan biologis juga berperan melalui aktivitas organisme yang dapat mempercepat proses pelapukan. Interaksi dari ketiga jenis pelapukan tersebut menghasilkan variasi mineral yang kemudian tertransportsi dan terakumulasi sebagai sedimen sungai, bergantung pada kondisi lingkungan dan energi aliran (Singh dkk., 2017).

Mineral dalam sedimen sungai berperan penting sebagai pembawa unsur besi (Fe). Unsur Fe dapat hadir sebagai bagian dari struktur kristal mineral tertentu, khususnya pada mineral oksida besi, maupun terikat pada permukaan mineral lempung. Mineral oksida besi merupakan fase utama yang menyimpan Fe dalam jumlah relative besar, sedangkan mineral lempung dengan luas permukaan yang tinggi maupun mengadsorpsi Fe baik secara fisik maupun kimia. Dengan demikian, komposisi mineral sedimen sungai sangat memengaruhi distribusi dan konsentrasi unsur besi, sehingga analisis mineralogi menjadi langkah penting dalam memahami kandungan Fe serta karakteristik geokimia sedimen sungai.

2.4 Unsur Besi (Fe) dalam Sedimen Sungai

Besi (Fe) merupakan salah satu unsur logam yang paling melimpah di kerak bumi dan memiliki peranan penting dalam sistem lingkungan perairan, khususnya

pada sedimen sungai. Dalam kajian geokimia lingkungan, unsur Fe sering menjadi perhatian utama karena keberadaannya yang dominan, sifat kimia yang relative reaktif, serta kemampuannya untuk berasosiasi dengan berbagai mineral dan senyawa lain di dalam sedimen. Oleh karena itu, analisis kandungan besi dalam sedimen sungai menjadi relevan untuk memahami komposisi mineral, kondisi geokimia perairan, serta pengaruh aktivitas manusia terhadap lingkungan Sungai (Chang dkk., 2025).

Secara umum, besi merupakan unsur logam transisi dengan nomor atom 26 yang memiliki karakteristik fisik dan kimia tertentu, Besi bewarna abu-abu keperakan, beesifat kuat, dan mudah mengalami proses oksidasi. Daru segi kimia, unsur Fe bersifat reaktif terhadap oksigen dan air, sehingga cenderung membentuk senyawa oksida dan hidroksida. Sifat ini menyebabkan besi jarang dijumpai dalam bentuk unsur bebas di alam, melainkan lebih sering ditemukan sebagai bagian dari mineral, baik mineral primer maupun mineral sekunder yang menyusun sedimen Sungai (Xu dkk., 2022).

Dalam sedimen sungai, Besi umumnya hadir dalam dua bentuk valensi utama, yaitu besi bervalensi dua (Fe^{2+}) dan besi bervalensi tiga (Fe^{3+}). Fe^{2+} biasanya dijumpai pada kondisi lingkungan yang bersifat reduktif atau miskin oksigen, seperti pada sedimen yang tertutup endapan tebal atau memiliki kandungan bahan organik yang tinggi. Sebaliknya, Fe^{3+} lebih dominan pada kondisi oksidatif, terutama pada sedimen yang berinteraksi langsung dengan oksigen terlarut. Kedua bentuk valensi besi tersebut dapat saling berubah melalui proses oksidasi dan reduksi yang dipengaruhi oleh kondisi redoks, nilai pH, serta aktivitas mikroorganisme. Perubahan bentuk valensi ini berpengaruh terhadap kelarutan, mobilitas, dan akumulasi Fe di dalam sedimen sungai (Siddique dkk., 2025).

Sumber unsur besi dalam sedimen sungai berasal dari proses alami aktivitas antropogenik. Secara alami, Fe dilepaskan ke lingkungan melalui pelapukan batuan yang mengandung mineral besi, seperti mineral silikat, oksida besi, dan mineral sulfida. Proses pelapukan dan erosi di daerah aliran sungai akan mengangkut unsur Fe bersama material sedimen menuju badan sungai, kemudian diendapkan sesuai dengan kondisi hidrodinamika aliran. Kandungan Fe yang bersifat alami dalam

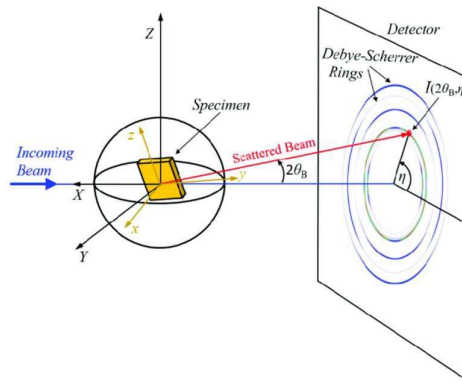
sedimen umumnya mencerminkan kondisi geologi dan jenis batuan induk di wilayah tersebut (Hassaan & El Nemr, 2021).

Selain sumber alami, keberadaan Fe dalam sedimen juga dipengaruhi oleh aktivitas manusia. Sumber antropogenik besi antara lain berasal dari limbah industri, buangan domestik, kegiatan pertambangan, serta limpasan permukaan dari kawasan perkotaan dan pertanian. Masukan Fe dari aktivitas tersebut dapat meningkatkan konsentrasi besi dalam sedimen secara signifikan dan berpotensi mengubah keseimbangan geokimia perairan sungai. Akumulasi Fe yang berasal dari sumber antropogenik sering dijadikan indikator adanya tekanan lingkungan atau pencemaran di suatu wilayah perairan (Bijaksana dkk., 2019).

Keberadaan unsur besi dalam sedimen sungai dapat memberikan dampak yang beragam terhadap lingkungan perairan. Pada konsentrasi tertentu, Fe merupakan unsur esensial yang dibutuhkan oleh organisme akuatik dalam proses metabolisme. Namun, pada konsentrasi yang berlebihan, besi dapat menurunkan kualitas perairan, memengaruhi warna dan kekeruhan air, serta mengganggu kehidupan organisme air. Selain itu, senyawa besi dalam sedimen dapat berinteraksi dengan unsur dan logam lain, sehingga memengaruhi tingkat ketersediaan dan mobilitas pencemar di lingkungan perairan. Oleh karena itu, kajian mengenai kandungan dan bentuk unsur Fe dalam sedimen sungai menjadi penting sebagai dasar evaluasi kondisi lingkungan dan pengelolaan kualitas perairan sungai (Didik dkk., 2021).

2.5 Metode Analisis Komposisi Mineral Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode analisis yang banyak digunakan dalam kajian mineralogi untuk mengidentifikasi dan menentukan komposisi mineral pada material padat, termasuk sedimen sungai. Metode ini diterapkan dalam penelitian geologi, geokimia, dan lingkungan karena kemampuannya dalam menjalani fase mineral kristalin secara akurat serta bersifat non-destruktif. Dalam penelitian sedimen sungai, analisis XRD berperan penting untuk mengetahui jenis mineral penyusun sedimen yang berkaitan langsung dengan sumber material sedimen serta keberadaan unsur logam tertentu, seperti besi (Fe) (Yolanda dkk., 2019).



Gambar 2.1: Skema Geometri Pengukuran *X-Ray Diffraction* (XRD)

Secara umum, XRD merupakan metode analisis yang memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan struktur kristal mineral. Ketika sinar-X dengan panjang gelombang tertentu diarahkan ke sampel yang bersifat kristalin, sinar tersebut akan berinteraksi dengan bidang-bidang kristal dan mengalami difraksi. Pola difraksi yang dihasilkan bersifat khas untuk setiap jenis mineral, sehingga dapat digunakan sebagai dasar dalam identifikasi mineral penyusun sedimen. Keunikan pola difraksi ini disebabkan oleh perbedaan susunan atom serta jarak antar bidang kristal pada masing-masing mineral (Komunikasi dkk., 2026).

Prinsip kerja XRD didasarkan pada fenomena difraksi sinar-X yang dijelaskan melalui Hukum Bragg. Hukum Bragg menyatakan bahwa difraksi maksimum akan terjadi apabila sinar-X yang dipantulkan oleh bidang kristal memenuhi kondisi kesesuaian lintasan gelombang. Secara matematis, Hukum *Bragg* dinyatakan sebagai berikut:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Dengan keterangan:

n = bilangan bulat (orde difraksi),

λ = panjang gelombang sinar-X (Å),

d = jarak antar bidang kristal (Å),

θ = sudut difraksi (°).

Berdasarkan persamaan tersebut, jarak antar bidang kristal (*d-spacing*) suatu mineral dapat dihitung apabila nilai panjang gelombang sinar-X dan sudut difraksi diketahui. Nilai *d-spacing* ini menjadi parameter utama dalam proses identifikasi mineral, karena setiap mineral memiliki jarak antar bidang kristal yang khas dan bersifat unik (Umi Ramadhani Samosir & Juliani, 2023).

Data hasil analisis XRD disajikan dalam bentuk difraktogram, yaitu grafis yang menunjukkan hubungan antara intensitas sinar-X yang terdifraksi dengan sudut difraksi (2θ). Posisi puncak difraksi berkaitan langsung dengan nilai jarak antar bidang kristal, sedangkan intensitas puncak menggambarkan kontribusi relatif bidang kristal terhadap proses difraksi. Hubungan intensitas relatif suatu puncak dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$I_{\text{rel}} = \frac{I}{I_{\text{maks}}} \times 100\%$$

dengan keterangan:

I_{rel} = intensitas relatif,

I = intensitas puncak tertentu,

I_{maks} = intensitas puncak maksimum.

Melalui analisis posisi puncak difraksi (nilai 2θ dan *d-spacing*) serta intensitas relatifnya, jenis mineral dalam sedimen dapat diidentifikasi secara kualitatif dengan membandingkan difraktogram hasil pengujian terhadap data standar mineral. Dalam beberapa kasus, perbandingan intensitas puncak juga dapat digunakan untuk memperkirakan kandungan relatif mineral secara semi-kuantitatif.

Metode XRD memiliki sejumlah keunggulan dalam analisis mineral sedimen. Keunggulan utama metode ini adalah kemampuannya dalam mengidentifikasi mineral kristalin secara spesifik, waktu analisis yang relative cepat, serta tidak merusak sampel yang dianalisis. Selain itu, XRD mampu menganalisis campuran beberapa mineral dalam satu sampel secara simultan. Namun demikian, metode XRD juga memiliki keterbatasan, antara lain kurang sensitif terhadap fase amorf dan mineral dengan tingkat kristalinitas rendah, serta

keterbatasan dalam lanjutan. Faktor preparasi sampel yang kurang homogen juga dapat memengaruhi intensitas puncak difraksi yang dihasilkan.

Dalam analisis sedimen sungai, metode XRD umumnya digunakan untuk mengidentifikasi mineral-mineral penyusun utama seperti kuarsa, feldspar, dan mineral lempung. Selain itu, mineral oksida besi seperti hematit dan geotit juga sering terdeteksi menggunakan metode ini. Identifikasi mineral-mineral tersebut penting karena berkaitan langsung dengan sumber material sedimen, proses pelapukan batuan, serta potensi keberadaan unsur besi (Fe) dalam sedimen. Dengan demikian, metode XRD menjadi salah satu metode utama dalam analisis komposisi mineral sedimen sungai sebagai bagian dari evaluasi kondisi geokimia dan lingkungan perairan.

2.6 Metode Analisis Kandungan Besi (Fe) Menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS)

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) merupakan salah satu metode analisis instrumental yang banyak digunakan untuk menentukan kandungan unsur logam dalam berbagai jenis sampel, termasuk sedimen sungai. Metode ini dikenal memiliki tingkat ketelitian dan sensitivitas yang tinggi, sehingga mampu menganalisis unsur logam pada konsentrasi rendah hingga sedang. Dalam penelitian lingkungan, AAS sering dimanfaatkan untuk analisis logam berat karena dapat menghasilkan data kuantitatif yang akurat, termasuk dalam penentuan kadar unsur besi (Fe) di dalam sedimen (Colombi dkk., 2025).

Secara umum, AAS didefinisikan sebagai metode analisis yang didasarkan pada kemampuan atom bebas suatu unsur untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada Panjang gelombang tertentu. Setiap unsur memiliki Panjang gelombang serapan yang khas, sehingga besarnya radiasi yang diserap oleh atom unsur tersebut dapat digunakan sebagai dasar untuk identifikasi dan penentuan konsentrasinya. Hubungan antara intensitas radiasi yang diserap dengan konsentrasi unsur dinyatakan melalui Hukum *Lambert-Beer*, yang secara matematis dituliskan sebagai:

$$A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad 2.1$$

dengan keterangan:

A = absorbansi,

I_0 = intensitas radiasi awal,

I = intensitas radiasi setelah melewati sampel.

Nilai absorbansi tersebut berbanding lurus dengan konsentrasi unsur dalam sampel sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$A = s \cdot b \cdot c \quad 2.2$$

di mana:

s = koefisien absorptivitas molar

b = panjang lintasan cahaya,

c = konsentrasi unsur logam.

Prinsip kerja AAS didasarkan pada proses atomisasi, yaitu perubahan unsur logam yang semula berada dalam bentuk senyawa menjadi atom bebas. Sampel yang telah dipreparasi dalam bentuk larutan disemprotkan ke dalam sistem atomisasi, yang umumnya menggunakan nyala api (*flame AAS*) atau tungku grafit (*graphite furnace AAS*). Atom-atom Fe bebas yang terbentuk kemudian akan menyerap radiasi cahaya yang dipancarkan oleh lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*) khusus untuk unsur Fe. Besarnya radiasi yang diserap sebanding dengan jumlah atom Fe yang berada dalam lintasan Cahaya, sehingga konsentrasi Fe dalam sampel dapat ditentukan berdasarkan nilai absorbansi yang terukur.

Analisis kandungan Fe menggunakan metode AAS meliputi beberapa tahapan, yaitu preparasi sampel, pengukuran, dan pengolahan data. Sedimen sungai terlebih dahulu dikeringkan dan dihaluskan, kemudian dilakukan proses destruksi menggunakan pereaksi asam tertentu untuk melarutkan unsur Fe ke dalam bentuk larutan. Selanjutnya, larutan sampel dianalisis menggunakan AAS pada panjang gelombang karakteristik unsur Fe. Penentuan konsentrasi Fe dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi, yaitu hubungan linier antara nilai absorbansi dan konsentrasi larutan standar, yang dinyatakan dalam persamaan :

$$y = a x + b$$

2.3

di mana:

y = absorbansi,

x = konsentrasi Fe,

a = kemiringan (*slope*) kurva,

b = intersep.

Konsentrasi Fe dalam sampel kemudian dihitung berdasarkan persamaan tersebut dengan memperhitungkan faktor pengenceran dan berat sampel awal, sehingga kadar Fe dalam sedimen dapat dinyatakan dalam satuan tertentu, seperti mg/kg.

Metode AAS memiliki beberapa keunggulan dalam analisis kandungan Fe pada sedimen sungai, antara lain sensitivitas yang tinggi, ketelitian dan akurasi yang baik, serta kemampuan untuk menganalisis unsur logam secara spesifik. Selain itu, metode ini relatif cepat dan telah banyak digunakan dalam penelitian lingkungan. Namun demikian AAS juga memiliki keterbatasan, seperti potensi gangguan matriks sampel, ketergantungan pada proses preparasi yang tepat, serta keterbatasan dalam analisis multiunsur secara simultan.

Pemilihan metode AAS dalam analisis kandungan besi (Fe) pada sedimen sungai didasarkan pada kesesuaiannya dengan tujuan penelitian. Metode ini mampu menghasilkan data kuantitatif yang akurat mengenai konsentrasi Fe, sehingga efektif digunakan untuk mengevaluasi tingkat akumulasi besi dalam sedimen. Selain itu, AAS telah diakui dan digunakan secara luas dalam penelitian lingkungan, sehingga hasil analisisnya dapat dibandingkan dengan standar baku mutu maupun penelitian terdahulu. Dengan demikian, penggunaan AAS dalam penelitian ini diharapkan dapat memberikan Gambaran yang jelas dan andal mengenai kandungan Fe dalam sedimen sungai.

2.7 Hubungan Komposisi Mineral dengan Kandungan Besi (Fe)

Komposisi mineral dalam sedimen sungai memiliki keterkaitan yang erat dengan kandungan unsur besi (Fe) yang terakumulasi didalamnya. Setiap jenis mineral penyusun sedimen memiliki karakteristik yang berbeda dalam

mengandung, mengikat, dan menyimpan unsur Fe, baik sebagai bagian dari struktur kristal mineral maupun dalam bentuk teradsorpsi pada permukaan mineral. Oleh karena itu, pemahaman mengenai hubungan antara komposisi mineral dan kandungan Fe menjadi penting dalam interpretasi hasil analisis sedimen sungai.

Mineral tertentu, khususnya mineral oksida besi dan mineral lempung, berperan dominan terhadap tingginya kandungan Fe dalam sedimen. Mineral oksida besi seperti hematit dan goetit merupakan fase mineral yang secara langsung mengandung unsur Fe di dalam struktur kristalnya. Keberadaan mineral oksida besi dalam jumlah yang signifikan akan berkontribusi terhadap meningkatnya kandungan Fe total dalam sedimen. Selain itu, mineral lempung memiliki lempung memiliki luas permukaan spesifik yang besar serta kapasitas adsorpsi yang tinggi, sehingga mampu mengikat ion Fe pada permukaannya. Proses adsorpsi ini menyebabkan fraksi lempung berperan sebagai media penyimpan Fe yang efektif, terutama pada sedimen berukuran halus.

Analisis komposisi mineral menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) memberikan informasi mengenai jenis mineral serta kelimpahan relatif mineral penyusun sedimen sungai. Hasil XRD yang menunjukkan dominasi mineral oksida besi atau mineral lempung dapat diinterpretasikan sebagai indikasi awal adanya potensi kandungan Fe yang relatif tinggi dalam sedimen. Sementara itu, analisis kandungan Fe menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) menghasilkan data kuantitatif mengenai konsentrasi Fe yang terakumulasi di dalam sedimen. Hubungan antara komposisi mineral dan kandungan Fe dapat dianalisis melalui XRD dengan nilai konsentrasi Fe yang diperoleh dari hasil analisis AAS.

Interpretasi hasil penelitian dilakukan secara terpadu dengan mengaitkan data mineralogi dan data geokimia. Sedimen yang berdasarkan hasil XRD menunjukkan dominasi mineral oksida besi dan fraksi lempung umumnya memiliki konsentrasi Fe yang lebih tinggi berdasarkan hasil analisis AAS. Sebaliknya, sedimen yang didominasi oleh mineral inert seperti kuarsa cenderung menunjukkan kandungan Fe yang lebih rendah. Pendekatan terpadu antara analisis XRD dan AAS ini memungkinkan pemahaman yang lebih komprehensif mengenai hubungan antara komposisi mineral dan kandungan Fe, sehingga hasil penelitian tidak hanya bersifat

kuantitatif, tetapi juga mampu menjelaskan proses geologi dan kondisi lingkungan yang memengaruhi distribusi unsur besi dalam sedimen sungai.

2.8 Penelitian Terdahulu

Sejumlah penelitian terdahulu menunjukkan bahwa kombinasi metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) merupakan pendekatan yang efektif dalam mengkaji hubungan antara komposisi mineral dan kandungan logam berat dalam sedimen sungai. Metode XRD digunakan untuk mengidentifikasi jenis mineral penyusun sedimen, sedangkan AAS digunakan untuk menentukan konsentrasi logam secara kuantitatif, termasuk unsur besi (Fe).

Penelitian oleh (Odewumi, 2025) dalam jurnal *Discover Geoscience* menggunakan metode XRD untuk mengidentifikasi mineral berat pada sedimen sungai, seperti kuarsa, feldspar, magnetit, dan ilmenit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa keberadaan mineral oksida besi berkontribusi langsung terhadap kandungan Fe dalam sedimen. Studi ini menegaskan bahwa analisis mineralogi melalui XRD penting untuk memahami distribusi unsur Fe dalam sedimen.

Penelitian oleh (Babu dkk., 2021) menganalisis mineralogi dan geokimia sedimen sungai di pesisir timur India menggunakan metode XRD dan analisis kimia. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sedimen didominasi oleh mineral kuarsa, feldspar, serta mineral lempung, yang mencerminkan proses pelapukan dan asal batuan induk. Studi ini menegaskan bahwa identifikasi mineral menggunakan XRD penting untuk memahami sumber dan karakteristik geokimia sedimen.

Penelitian oleh (Sudarningsih dkk., 2023) mengkaji kandungan logam berat serta sifat magnetik sedimen sungai di Kalimantan Selatan. Analisis menunjukkan bahwa unsur Fe merupakan logam dominan dalam sedimen dan berkorelasi dengan keberadaan mineral magnetik. Hasil tersebut menunjukkan adanya keterkaitan antara komposisi mineral dan konsentrasi logam berat dalam sedimen sungai.

Studi lain oleh (Xu dkk., 2022) menganalisis kandungan logam berat dalam sedimen sungai menggunakan pendekatan geokimia dan indeks pencemaran. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Fe termasuk unsur yang memiliki konsentrasi tinggi dalam sedimen dan distribusinya dipengaruhi oleh faktor geologi serta aktivitas

antropogenik. Penelitian ini menegaskan bahwa analisis kuantitatif logam menggunakan metode spektrofotometri seperti AAS penting dalam evaluasi kualitas sedimen.

Selanjutnya, (Hassaan & El Nemr, 2021) menggunakan kombinasi teknik PSA, FTIR, dan XRD untuk mengidentifikasi mineral dalam sedimen Laut Mediterania. Hasil penelitian menunjukkan bahwa mineral oksida besi dan mineral silikat berperan dalam mengontrol distribusi unsur logam dalam sedimen. Penelitian ini memperkuat peran analisis difraksi sinar-X dalam karakterisasi fase mineral penyusun sedimen.

Tabel 1.1: Berikut ini disajikan ringkasan beberapa penelitian terdahulu yang relevan dengan analisis komposisi mineral dan kandungan Fe dalam sedimen sungai.

No	Peneliti & Tahun	Lokasi Penelitian	Metode Analisis	Hasil Utama Penelitian
1	(Babu dkk., 2021)	Sungai pesisir timur India	XRD dan analisis geokimia	Sedimen didominasi kuarsa, feldspar, dan mineral lempung. Komposisi mineral mencerminkan proses pelapukan dan asal batuan induk.
2	(Hassaan & El Nemr, 2021)	Sedimen Laut Mediterania	PSA, FTIR, dan XRD	Teridentifikasi mineral silikat dan oksida besi yang berperan dalam distribusi unsur logam dalam sedimen.
3	(Sudarningsih dkk., 2023)	Sungai Riam Kiwa, Riam Kanan, dan Martapura (Kalimantan Selatan)	AAS dan analisis sifat magnetik	Unsur Fe memiliki konsentrasi tertinggi dibandingkan logam lain dan berkorelasi dengan mineral magnetik dalam sedimen.
4	(Odewumi, 2025)	Sungai di Jos Plateau, Nigeria	XRD	Mineral berat seperti magnetit dan ilmenit teridentifikasi sebagai pembawa unsur Fe dalam sedimen.
5	(Mariyanto dkk., 2019)	Sungai Brantas, Jawa Timur	Analisis magnetik dan geokimia	Kandungan logam berat berkorelasi dengan sifat magnetik sedimen dan keberadaan mineral pembawa Fe.

2.9. Kerangka Pemikiran

Kerangka pemikiran pada penelitian ini disusun untuk menjelaskan alur pemikiran dan tahapan analisis yang dilakukan secara sistematis, mulai dari objek yang diteliti hingga proses interpretasi hasil. Penelitian ini menjadikan sedimen Sungai Deli sebagai objek kajian utama dengan fokus pada identifikasi komposisi mineral penyusunnya serta keterkaitannya dengan kandungan unsur besi (Fe) yang terdapat di dalam sedimen tersebut.

Penelitian diawali dengan pengambilan sampel sedimen Sungai Deli yang kemudian dilakukan karakterisasi awal. Sampel sedimen selanjutnya dianalisis menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui jenis mineral serta kelimpahan relatif mineral penyusun sedimen. Hasil analisis XRD memberikan informasi mineralogi yang mendasar, terutama terkait keberadaan mineral-mineral yang berpotensi sebagai pembawa unsur Fe, seperti mineral oksida besi dan mineral lempung.

Tahap berikutnya adalah analisis kandungan unsur besi (Fe) pada sedimen yang sama menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Metode AAS digunakan untuk memperoleh data kuantitatif mengenai konsentrasi Fe dalam sedimen sungai. Data yang dihasilkan dari analisis ini mencerminkan tingkat akumulasi Fe pada sedimen di lokasi penelitian.

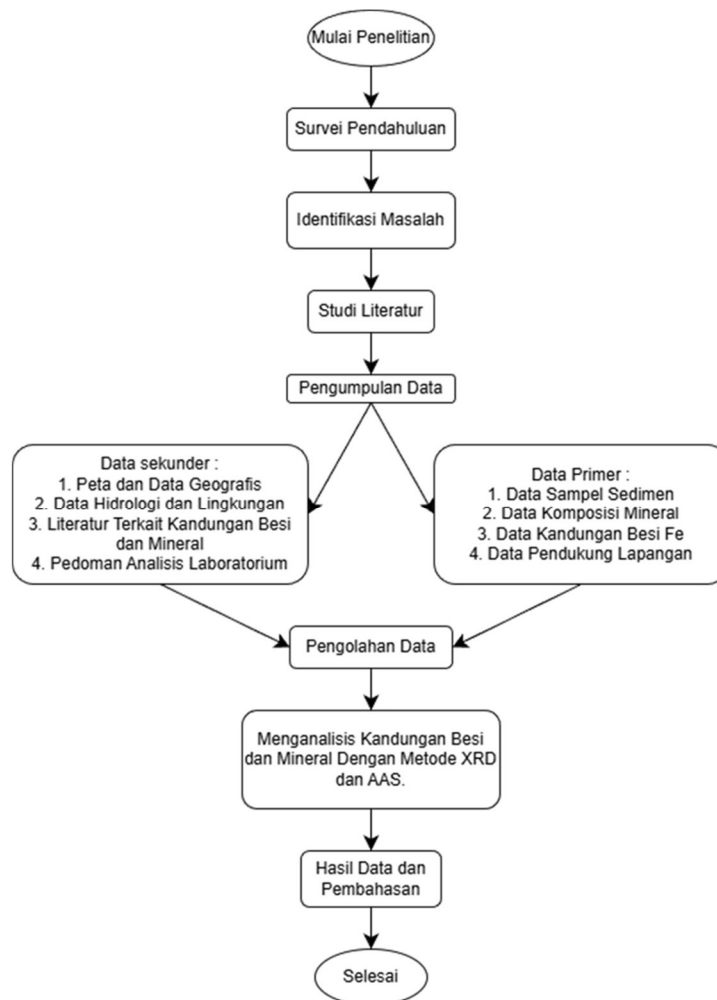
Tahap akhir dalam kerangka pemikiran penelitian ini adalah interpretasi hubungan antara komposisi mineral dan kandungan Fe. Interpretasi dilakukan dengan mengaitkan hasil analisis komposisi mineral berdasarkan XRD dengan hasil analisis konsentrasi Fe yang diperoleh dari AAS. Melalui pendekatan tersebut, dapat dianalisis pengaruh jenis dan kelimpahan mineral tertentu terhadap variasi kandungan Fe dalam sedimen Sungai Deli. Dengan demikian, kerangka pemikiran ini menjadi landasan dalam memahami keterkaitan antara karakteristik mineral sedimen dan distribusi unsur besi, sekaligus mendukung pencapaian tujuan penelitian secara menyeluruh.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Bagan Alir

Tahapan penelitian ini dirancang secara runtut dan disajikan dalam bentuk bagan alir sebagaimana terlihat pada Gambar 3.1. Penyusunan alur tersebut bertujuan agar setiap proses penelitian dilaksanakan secara terarah, sistematis, dan saling berkesinambungan. Melalui bagan alir ini, keseluruhan proses penelitian dapat dipahami dengan lebih jelas, terstruktur, dan mudah diikuti.



Gambar 3.1: Bagan Alir

Tahapan penelitian pada judul “Analisis Komposisi Mineral dan Kandungan Besi (Fe) pada Sedimen Sungai Menggunakan Metode XRD dan AAS (Studi Kasus: Segmen Sungai Deli, Medan)” disusun secara sistematis dan dituangkan dalam bentuk bagan alir sebagaimana ditampilkan pada Gambar 3.1. Bagan alir tersebut dibuat untuk memperjelas urutan pelaksanaan penelitian secara terstruktur, dimulai dari tahap persiapan hingga tahap interpretasi dan penarikan kesimpulan hasil analisis.

Bagan alir penelitian mencakup beberapa tahapan utama. Tahap pertama adalah studi literatur yang dilakukan untuk memperoleh landasan teori mengenai sedimen sungai, komposisi mineral, kandungan logam khususnya besi (Fe), serta prinsip kerja metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Kajian pustaka ini menjadi dasar dalam menentukan pendekatan, teknik analisis, serta metode yang digunakan dalam penelitian.

Tahap selanjutnya adalah pengambilan sampel sedimen pada segmen Sungai Deli, Medan. Pengambilan sampel dilakukan dengan mempertimbangkan kondisi morfologi sungai, kemudahan akses lokasi, serta keterwakilan karakteristik sedimen di lokasi penelitian. Sampel yang dikumpulkan berupa sedimen permukaan, karena lapisan ini merupakan bagian yang paling aktif mengalami interaksi dengan lingkungan perairan dan berpotensi mencerminkan kondisi pencemaran logam.

Sampel yang telah diperoleh kemudian melalui tahap preparasi sebelum dilakukan analisis laboratorium. Analisis komposisi mineral dilakukan menggunakan metode XRD untuk mengidentifikasi jenis dan fase mineral penyusun sedimen. Selanjutnya, analisis kandungan besi (Fe) dilakukan menggunakan metode AAS untuk mengetahui konsentrasi logam besi dalam sampel sedimen secara kuantitatif.

Tahap berikutnya adalah pengolahan dan interpretasi data. Data hasil analisis XRD digunakan untuk menentukan mineral dominan dan mineral penyerta dalam sedimen, sedangkan data AAS digunakan untuk mengetahui kadar besi (Fe). Kedua hasil tersebut dianalisis secara deskriptif untuk melihat hubungan antara komposisi mineral dan kandungan besi dalam sedimen.

Tahap akhir penelitian adalah penarikan kesimpulan yang merangkum hasil identifikasi komposisi mineral dan kadar besi (Fe) pada sedimen Sungai Deli, serta menjelaskan

keterkaitan antara karakteristik mineral dengan potensi akumulasi besi pada sedimen di lokasi penelitian.

3.2 Lokasi Penelitian

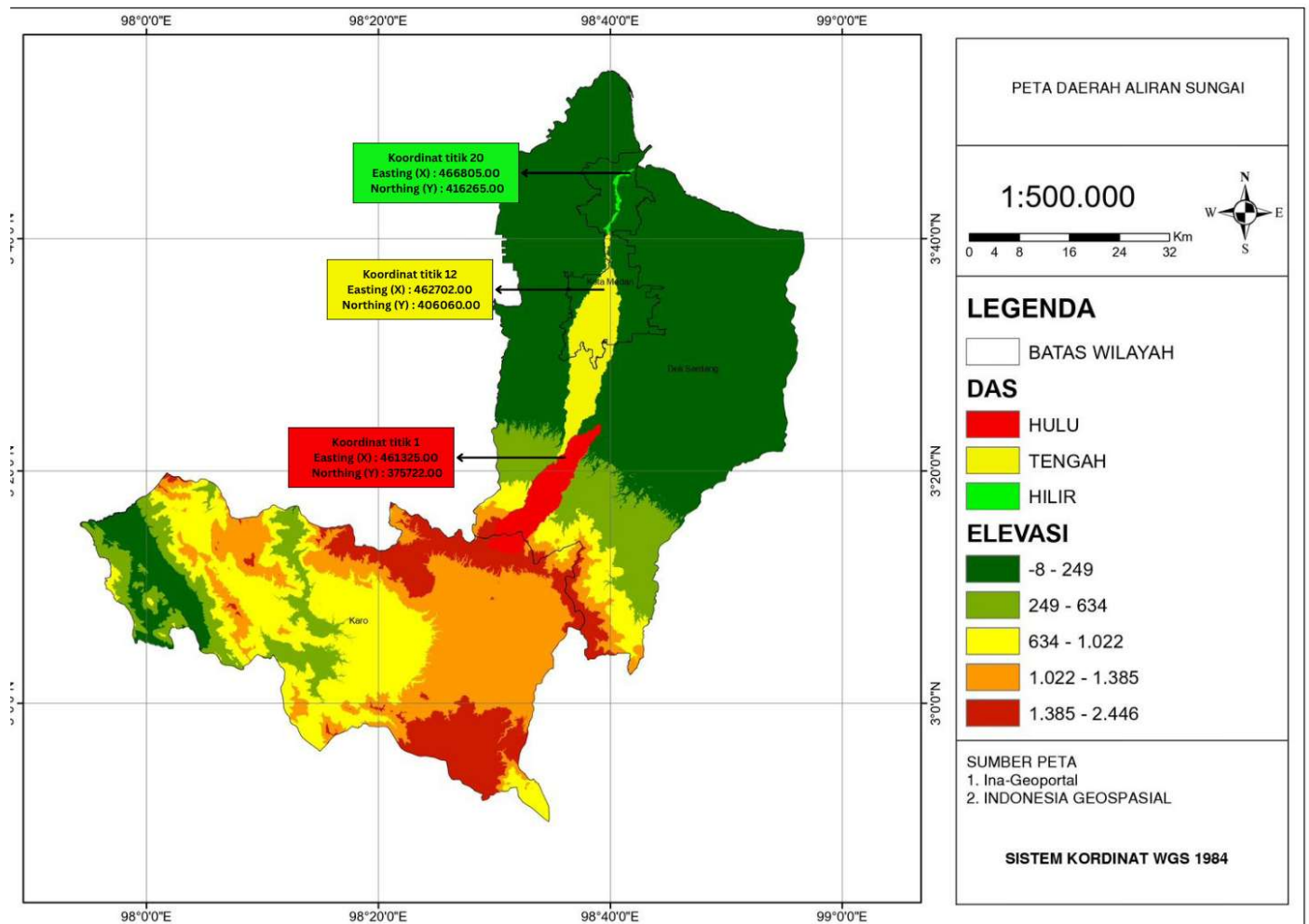
Penelitian ini dilaksanakan di Sungai Sembahe yang dibagi menjadi tiga segmen, yaitu bagian hulu, tengah, dan hilir Pegatalan. Pemilihan lokasi tersebut bertujuan untuk mewakili variasi karakteristik sedimen sepanjang aliran sungai, sehingga dapat menggambarkan kondisi secara menyeluruh dari bagian hulu hingga hilir.

Titik pengambilan sampel sedimen ditentukan pada masing-masing segmen, yaitu di Sungai Sembahe bagian hulu, tengah, dan hilir Pegatalan. Penentuan titik ini didasarkan pada pertimbangan kondisi morfologi sungai, seperti adanya tikungan, perubahan kecepatan aliran, serta zona yang berpotensi mengalami pengendapan sedimen. Area tersebut secara hidrodinamik cenderung menjadi tempat akumulasi sedimen dasar sehingga dianggap representatif untuk dilakukan analisis.

Arah penentuan lokasi penelitian mengikuti alur Sungai Sembahe dari hulu menuju tengah hingga ke hilir Pegatalan. Peta lokasi penelitian digunakan untuk menunjukkan posisi masing-masing titik pengambilan sampel serta memberikan gambaran spasial mengenai kondisi lingkungan di sekitar aliran sungai.

Selain itu, dilakukan dokumentasi lapangan pada setiap lokasi pengambilan sampel untuk merekam kondisi fisik sungai, meliputi bentuk alur, kondisi tebing, serta karakteristik sedimen dasar. Dokumentasi ini berfungsi sebagai data pendukung dalam analisis komposisi mineral dan kandungan besi (Fe) menggunakan metode XRD dan AAS pada sedimen Sungai Sembahe.

A. Sebaran Daerah Aliran Sungai Menggunakan *Arcgis*



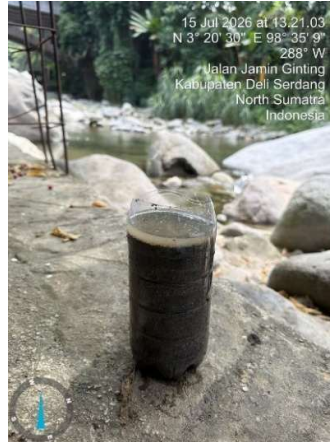
Tabel 3. 1 Titik Koordinat Lokasi

Sampling Station	COORDINATES		ELEVATE	Distance
	Easting (X)	Northing (Y)	(m)	(m)
1	461325.00	375722.00	4	0
12	462702.00	406060.00	3	2099
20	466805.00	416265.00	3	1380

B. Dokumentasi Pengambilan Sampel

Gambar dokumentasi titik lokasi pengambilan sampel.

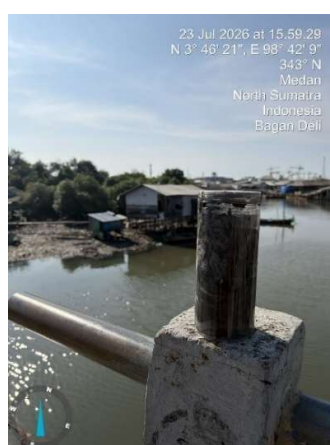
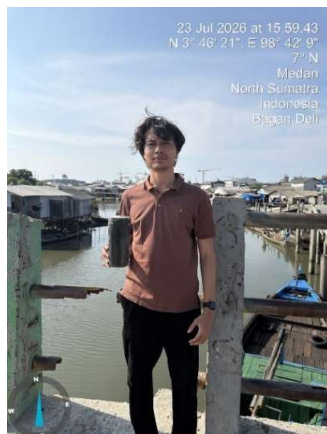
Lokasi Titik I



Lokasi Titik II



Lokasi Titik III



3.3 Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah sedimen dasar yang terdapat di Sungai Sembahe pada segmen hulu, tengah, dan hilir Pegatalan, Provinsi Sumatera Utara. Sedimen dasar dipilih sebagai objek penelitian karena berperan sebagai media akumulasi berbagai material hasil proses pelapukan batuan, transportasi, dan sedimentasi. Selain itu, sedimen juga dapat merekam kondisi lingkungan perairan dalam kurun waktu tertentu, termasuk potensi keberadaan logam seperti besi (Fe).

Sampel penelitian berupa sedimen dasar sungai yang diambil dari beberapa titik pada masing-masing segmen, yaitu bagian hulu, tengah, dan hilir Pegatalan Sungai Sembahe. Pengambilan sampel dilakukan dengan metode *purposive* sampling, yaitu penentuan lokasi secara sengaja berdasarkan pertimbangan kondisi morfologi sungai, karakteristik dasar sungai, serta kemudahan akses menuju lokasi penelitian. Sampel yang digunakan merupakan sedimen permukaan, karena lapisan ini paling aktif berinteraksi dengan air sungai dan proses lingkungan, sehingga dinilai representatif untuk analisis komposisi mineral menggunakan metode XRD dan pengukuran kandungan besi (Fe) menggunakan metode AAS.

3.4 Data Penelitian

Data yang digunakan dalam penelitian ini difokuskan pada komposisi mineral dan kandungan besi (Fe) dalam sedimen Sungai Sembahe pada segmen hulu, tengah, dan hilir Pegatalan. Data tersebut berfungsi sebagai dasar dalam mengidentifikasi karakteristik sedimen serta menganalisis hubungan antara jenis mineral penyusun dengan konsentrasi besi (Fe) yang terkandung di dalamnya. Melalui data yang diperoleh, penelitian ini bertujuan untuk memberikan gambaran ilmiah mengenai kondisi geokimia sedimen serta potensi akumulasi logam besi pada masing-masing segmen sungai.

Data yang terkumpul selanjutnya diolah dan dianalisis secara sistematis untuk memperoleh informasi yang akurat dan dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah. Dengan demikian, data penelitian tidak hanya berfungsi sebagai hasil pengukuran semata, tetapi juga sebagai dasar dalam proses interpretasi dan penarikan kesimpulan.

3.4.1 Jenis dan Sumber Data

Data penelitian merupakan komponen utama yang sangat menentukan kualitas hasil analisis dan pembahasan. Dalam penelitian ini, data yang digunakan terdiri atas dua jenis, yaitu data primer dan data sekunder.

Data primer adalah data utama yang diperoleh secara langsung dari kegiatan lapangan dan analisis laboratorium. Data ini meliputi hasil pengambilan sampel sedimen dasar sungai pada segmen hulu, tengah, dan hilir Pegatalan Sungai Sembaha. Sampel yang telah dikumpulkan kemudian dianalisis menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi jenis dan fase mineral penyusun sedimen. Hasil analisis XRD memberikan informasi mengenai mineral dominan maupun mineral penyerta yang terdapat dalam sampel.

Selain itu, dilakukan pula analisis kandungan besi (Fe) menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Metode AAS digunakan untuk menentukan kadar Fe secara kuantitatif dalam satuan tertentu sehingga dapat diketahui perbedaan konsentrasi besi pada masing-masing segmen sungai. Kombinasi hasil analisis XRD dan AAS menjadi data utama dalam penelitian ini karena keduanya saling melengkapi dalam menjelaskan karakteristik mineralogi dan kandungan logam dalam sedimen.

Data sekunder merupakan data pendukung yang diperoleh dari berbagai sumber tidak langsung. Data ini meliputi peta lokasi penelitian, informasi umum mengenai kondisi geografis dan hidrologi Sungai Sembaha, serta teori-teori yang berkaitan dengan mineralogi sedimen dan analisis logam berat. Data sekunder juga diperoleh dari jurnal ilmiah, buku referensi, serta hasil penelitian terdahulu yang relevan dengan topik penelitian. Keberadaan data sekunder sangat penting untuk memperkuat landasan teori, membandingkan hasil penelitian, serta mendukung interpretasi data primer.

3.4.2 Teknik Pengumpulan Data

Pengumpulan data primer diawali dengan kegiatan survei lapangan untuk menentukan titik pengambilan sampel yang representatif pada segmen hulu, tengah, dan hilir Pegatalan Sungai Sembaha. Setelah lokasi ditetapkan, dilakukan pengambilan

sampel sedimen dasar sungai menggunakan metode grab sampling. Metode ini dipilih karena efektif untuk mengambil sedimen permukaan yang berada pada lapisan paling atas dasar sungai.

Sedimen permukaan dipilih sebagai sampel penelitian karena lapisan ini merupakan bagian yang paling aktif mengalami interaksi dengan air sungai, proses transportasi material, serta aktivitas lingkungan lainnya. Oleh karena itu, sedimen permukaan dianggap mampu merepresentasikan kondisi aktual komposisi mineral dan kandungan besi (Fe) di lokasi penelitian.

Sampel yang telah diambil kemudian dikemas dan diberi label sesuai dengan lokasi pengambilan sebelum dibawa ke laboratorium untuk dilakukan proses preparasi. Tahap preparasi meliputi pengeringan, penghalusan, dan pengayakan sampel agar memenuhi standar analisis laboratorium. Setelah itu, sampel dianalisis menggunakan metode XRD untuk mengidentifikasi komposisi mineral, dan metode AAS untuk menentukan kadar besi (Fe) secara kuantitatif.

Sementara itu, pengumpulan data sekunder dilakukan melalui studi literatur dengan menelaah berbagai referensi ilmiah yang relevan. Penelusuran data dilakukan secara sistematis untuk memperoleh informasi yang mendukung analisis hasil penelitian. Data sekunder ini digunakan sebagai acuan dalam membahas hasil analisis laboratorium serta dalam menarik kesimpulan yang sesuai dengan tujuan penelitian.

3.5 Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini terdiri atas dua variabel utama yang saling berkaitan, yaitu komposisi mineral sedimen dan kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Sembah di segmen hulu, tengah, dan hilir Pegatalan. Kedua variabel tersebut dipilih karena secara geokimia memiliki hubungan yang erat, di mana jenis dan karakteristik mineral tertentu dapat memengaruhi kemampuan sedimen dalam mengikat dan mengakumulasi unsur logam, termasuk besi.

Variabel pertama adalah komposisi mineral sedimen, yang diidentifikasi melalui analisis mineralogi menggunakan metode *X-Ray Diffraction* (XRD). Analisis ini menghasilkan data berupa pola difraksi yang digunakan untuk menentukan fase mineral

penyusun sedimen. Dari hasil tersebut dapat diketahui mineral dominan dan mineral penyerta yang terdapat pada masing-masing sampel di setiap segmen sungai. Informasi ini penting untuk memahami karakteristik fisik dan kimia sedimen yang berperan dalam proses adsorpsi maupun pengendapan logam.

Variabel kedua adalah kandungan besi (Fe) dalam sedimen, yang diukur secara kuantitatif menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Nilai konsentrasi Fe yang diperoleh mencerminkan tingkat keberadaan unsur besi pada setiap titik pengambilan sampel. Data ini digunakan untuk melihat distribusi kadar Fe di sepanjang aliran sungai, serta untuk membandingkan perbedaan kandungan besi antara segmen hulu, tengah, dan hilir.

Dengan menggabungkan kedua variabel tersebut, penelitian ini bertujuan untuk menganalisis hubungan antara komposisi mineral sedimen dan kandungan besi (Fe), sehingga dapat diketahui apakah karakteristik mineral tertentu berpengaruh terhadap tingginya akumulasi besi dalam sedimen Sungai Sembahe.

3.6 Metode Analisis Data

Metode analisis data dalam penelitian ini dilakukan secara deskriptif kuantitatif dan kualitatif agar hasil yang diperoleh dapat dijelaskan secara menyeluruh. Analisis kualitatif digunakan untuk mengidentifikasi jenis dan karakteristik mineral penyusun sedimen, sedangkan analisis kuantitatif digunakan untuk menentukan konsentrasi besi (Fe) dalam sampel.

Data hasil pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) berupa difraktogram dianalisis dengan cara membandingkan puncak-puncak difraksi yang terbentuk dengan database standar mineral. Proses ini bertujuan untuk menentukan fase kristalin mineral yang terdapat dalam sedimen. Dari hasil identifikasi tersebut, ditentukan mineral dominan dan mineral minor yang menyusun sedimen pada masing-masing segmen sungai.

Selanjutnya, data hasil analisis *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) diolah untuk memperoleh nilai konsentrasi besi (Fe) dalam satuan tertentu. Data kuantitatif ini kemudian disajikan dalam bentuk tabel dan dianalisis untuk melihat pola distribusi kadar Fe dari hulu hingga hilir Pegatalan Sungai Sembahe. Perbandingan antar segmen dilakukan untuk mengetahui adanya perbedaan konsentrasi yang signifikan.

Tahap berikutnya adalah analisis terpadu antara hasil XRD dan AAS. Pada tahap ini dilakukan interpretasi mengenai kemungkinan hubungan antara jenis mineral tertentu dengan kandungan besi yang terukur. Interpretasi dilakukan dengan mengacu pada teori geokimia sedimen serta hasil penelitian terdahulu yang relevan, sehingga pembahasan tidak hanya bersifat deskriptif tetapi juga didukung oleh landasan ilmiah.

Dengan pendekatan analisis tersebut, penelitian ini diharapkan mampu memberikan gambaran yang komprehensif mengenai komposisi mineral dan distribusi kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Sembahe, serta menjelaskan keterkaitan antara karakteristik mineral sedimen dan proses akumulasi besi di lingkungan sungai.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Prinsip dan Prosedur Analisis XRD

Analisis komposisi mineral sedimen sungai dilakukan menggunakan instrumen XRD dengan radiasi Cu-K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) pada rentang sudut difraksi $2\theta = 10^\circ\text{--}90^\circ$, ukuran langkah (*step size*) $0,020^\circ$, dan waktu pencacahan 15,4 detik per langkah pada suhu ruang (25°C). Prinsip dasar metode ini adalah pengukuran pola interferensi sinar-X yang didifraksikan oleh bidang-bidang kristal dalam sampel sesuai Hukum *Bragg* ($n\lambda = 2d \sin\theta$), sehingga setiap fase mineral kristalin akan menghasilkan pola puncak difraksi yang khas pada posisi sudut (2θ) tertentu.

Pola difraktogram yang dihasilkan tiap sampel selanjutnya dicocokkan (*search-match*) dengan basis data *International Centre for Diffraction Data* (ICDD/PDF) untuk mengidentifikasi fase-fase mineral penyusun sedimen. Nilai “Y” yang tertera pada tiap fase merupakan faktor kecocokan (*scale factor*) hasil pencocokan pola referensi terhadap data terukur, yang dapat memberi gambaran kelimpahan relatif suatu fase, namun tidak secara otomatis setara dengan persentase berat (wt%) terkalibrasi kecuali dilakukan analisis kuantitatif lanjutan seperti metode *Rietveld*. Oleh karena itu, nilai Y pada penelitian ini digunakan sebatas pembandingan kualitatif-semi-kuantitatif antar fase dan antar titik sampling.

Sampel sedimen diambil dari tiga titik berbeda di sepanjang aliran sungai (Titik 1, Titik 2, dan Titik 3) untuk melihat variasi spasial komposisi mineral dan indikasi kandungan Fe di sepanjang badan sungai.

4.2 Komposisi Mineral Sedimen Sungai Berdasarkan Data XRD

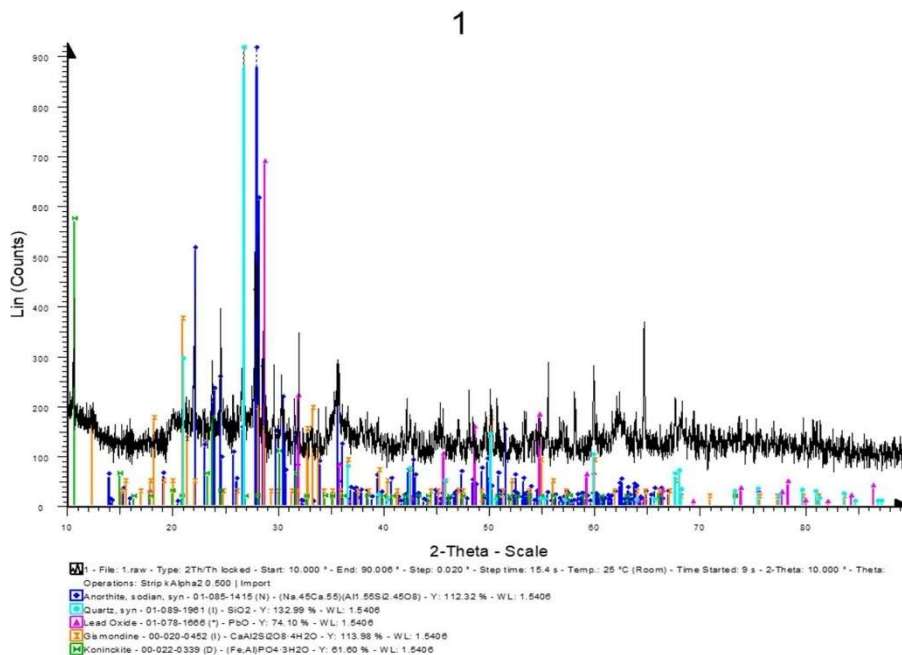
Hasil pencocokan database ICDD menunjukkan bahwa kelima fase mineral yang sama teridentifikasi secara konsisten pada ketiga titik sampling, yaitu *anorthite*, *quartz*,

lead oxide, gismondine, dan koninckite, namun dengan intensitas dan faktor kecocokan (Y) yang berbeda-beda pada tiap titik. Hasil selengkapnya diuraikan sebagai berikut.

4.2.1 Titik 1

Pada Titik 1, fase dengan intensitas dan faktor kecocokan tertinggi adalah kuarsa (SiO_2 , $Y \approx 132,99\%$), diikuti gismondine dan anortit. Kuarsa dan anortit merupakan mineral detritus primer yang umum berasal dari pelapukan batuan induk (granitik/metamorf) di daerah aliran sungai (DAS) bagian hulu.

Gambar di bawah menunjukkan hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) pada sampel sedimen Titik 1. Pola difraksi ditampilkan dalam hubungan antara intensitas difraksi (*Counts*) pada sumbu vertikal dan sudut 2θ (*2-Theta Scale*) pada sumbu horizontal. Berdasarkan pola difraksi yang diperoleh, terlihat adanya sejumlah puncak difraksi pada berbagai posisi 2θ yang menunjukkan keberadaan beberapa fase mineral dalam sampel sedimen. Identifikasi fase mineral dilakukan dengan mencocokkan posisi dan intensitas puncak difraksi terhadap pola referensi mineral, sehingga dapat diketahui komposisi mineral yang terdapat pada sedimen Titik 1. Hasil XRD ini selanjutnya digunakan untuk memberikan gambaran mengenai karakteristik mineralogi sedimen serta mendukung analisis kandungan unsur besi (Fe) pada lokasi penelitian.



Gambar 4.1: Difraktogram XRD sedimen sungai – Titik 1 ($2\theta = 10\text{--}90^\circ$)

Hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) pada sedimen Titik 1 menunjukkan adanya lima fase mineral, yaitu *Anorthite*, sodian dengan nilai $Y \approx 112,32\%$ yang merupakan mineral *plagioklas feldspar primer*, *Quartz, syn* dengan $Y \approx 132,99\%$ sebagai fase dengan intensitas difraksi tertinggi mencapai sekitar 900 cacah, *Lead Oxide* (PbO) dengan $Y \approx 74,10\%$ yang menunjukkan keberadaan fase pembawa timbal, *Gismondine* dengan $Y \approx 113,98\%$ yang merupakan mineral zeolit sebagai fase sekunder akibat pelapukan atau alterasi, serta *Koninckite* (Fe,Al)PO₄·3H₂O dengan $Y \approx 61,60\%$, yang merupakan fase mineral pembawa Fe dengan puncak menonjol pada 2θ sekitar $10\text{--}11^\circ$ dan intensitas sekitar 600 cacah. Secara keseluruhan, hasil XRD menunjukkan bahwa sedimen Titik 1 memiliki komposisi mineral yang beragam, dengan dominasi fase silikat dan keberadaan *Koninckite* sebagai salah satu mineral yang mengandung unsur Fe.

Tabel 4. 1: Hasil identifikasi fase mineral pada sedimen sungai – Titik 1

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No.PDF (ICDD)	Keterangan
1	<i>Anorthite, sodian</i>	$(\text{Na,Ca})(\text{Al,Si})\text{Si}_2\text{O}_8$	01-085-1415	Y $\approx 112,32\%$; puncak tertinggi kedua, mineral plagioklas feldspar primer
2	<i>Quartz, syn</i>	SiO_2	01-089-1961	Y $\approx 132,99\%$; fase dengan intensitas tertinggi (≈ 900 cacah)
3	<i>Lead Oxide</i>	PbO	01-078-1666	Y $\approx 74,10\%$; terindikasi sebagai kontaminan logam berat
4	<i>Gismondine</i>	$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	00-020-0452	Y $\approx 113,98\%$; mineral zeolit, fase sekunder hasil pelapukan/alterasi
5	<i>Koninckite</i>	$(\text{Fe,Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	00-022-0339	Y $\approx 61,60\%$; fase pembawa Fe, puncak menonjol di $2\theta \approx 10-11^\circ$ (≈ 600 cacah)

A. Contoh Perhitungan Tabel 4.1 – Fokus pada *Koninckite* (Fase Pembawa Fe)

1) Jarak antar bidang kristal (d) – Hukum *Bragg*

$$n\lambda = 2d \sin\theta \rightarrow d = n\lambda / (2 \sin\theta)$$

Pers 4.1

Keterangan:

- n = orde difraksi ($n = 1$)

- λ = panjang gelombang sinar-X Cu-K α = 1,5406 Å
- d = jarak antar bidang kristal (Å)
- θ = setengah sudut difraksi ($^{\circ}$), yaitu $\theta = \frac{1}{2} \times (2\theta)$

Perhitungan puncak *koninckite* di Titik 1 ($2\theta \approx 10,5^{\circ}$):

$$\theta = 10,5^{\circ}/2 = 5,25^{\circ}; \sin 5,25^{\circ} = 0,0915$$

$d = 1,5406 / (2 \times 0,0915) = 1,5406 / 0,1830 = 8,42 \text{ Å}$ cocok dengan referensi *koninckite* 00-022-0339 ($Y \approx 61,60\%$, tertinggi di antara ketiga titik).

2) Kandungan Fe teoretis dalam *koninckite* (stoikiometri)

$$\%Fe = (\text{Ar Fe} / \text{Mr senyawa}) \times 100\%$$

Pers 4.2

Keterangan:

- Ar Fe = massa atom relatif besi = 55,85
- Mr senyawa = massa molar komponen ujung Fe murni $\text{FePO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (g/mol), dihitung dari $\text{Ar Fe} + \text{Ar P} + 4(\text{Ar O}) + 3(2 \times \text{Ar H} + \text{Ar O})$
- %Fe = persentase massa Fe teoretis dalam senyawa

Perhitungan:

$$\text{Ar Fe} = 55,85; \text{Ar P} = 30,97; \text{Ar O} = 16,00; \text{Ar H} = 1,008$$

$$\text{Mr FePO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 55,85 + 30,97 + (4 \times 16,00) + 3 \times (2 \times 1,008 + 16,00) = 55,85 + 30,97 + 64,00 + 54,05 = 204,87 \text{ g/mol}$$

$$\%Fe = (55,85 / 204,87) \times 100\% = 27,26\%$$

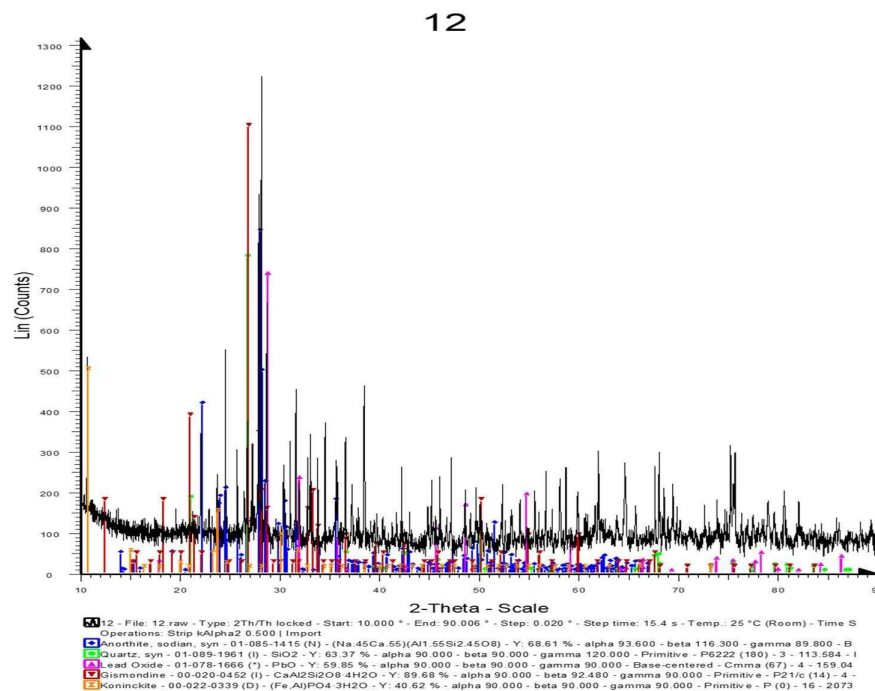
Nilai ini menunjukkan bahwa secara stoikiometri, setiap satuan *koninckite* murni (*end-member* Fe) berpotensi menyumbang $\approx 27,26\%$ massa Fe — dasar teoretis mengapa fase ini digunakan sebagai indikator Fe kristalin pada penelitian ini.

4.2.2 Titik 2

Pada Titik 2, fase paling dominan berubah menjadi gismondine

($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $Y \approx 89,68\%$) dengan intensitas puncak tertinggi ($\approx 1100\text{--}1230$ cacah pada $2\theta \approx 27^\circ$), sementara kuarsa dan anortit relatif menurun dibandingkan Titik 1. Pergeseran dominasi fase ini dapat mengindikasikan perubahan karakter sedimentasi atau intensitas pelapukan/alterasi mineral aluminosilikat di titik tersebut.

Hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) pada sedimen Titik 2 menunjukkan adanya lima fase mineral, yaitu *Anorthite*, *sodian* dengan nilai $Y \approx 68,61\%$ yang merupakan mineral *plagioklas feldspar primer*, *Quartz, syn* dengan $Y \approx 63,37\%$ sebagai salah satu fase mineral silikat, *Lead Oxide (PbO)* dengan $Y \approx 59,94\%$ yang menunjukkan keberadaan fase yang mengandung timbal, *Gismondine* dengan $Y \approx 89,68\%$ yang merupakan mineral zeolit sebagai fase sekunder hasil proses pelapukan atau alterasi, serta *Koninckite* $(\text{Fe,Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dengan $Y \approx 40,62\%$ yang merupakan fase mineral pembawa unsur Fe. Secara keseluruhan, hasil XRD Titik 2 menunjukkan komposisi mineral yang beragam, dengan *Gismondine* memiliki nilai Y tertinggi sebesar $89,68\%$, sedangkan *Koninckite* menunjukkan nilai $40,62\%$ sebagai salah satu mineral yang berkaitan dengan keberadaan Fe pada sedimen.



Gambar 4. 2: Difraktogram XRD sedimen sungai – Titik 2 ($2\theta = 10\text{--}90^\circ$)

Berdasarkan data identifikasi fase mineral pada Titik 2, hasil XRD menunjukkan bahwa sedimen tersusun atas lima fase mineral, yaitu *Anorthite, sodian* dengan nilai $Y \approx 68,61\%$ dan puncak kedua tertinggi sekitar 850 cacah pada $2\theta \approx 28^\circ$, *Quartz, syn* dengan $Y \approx 63,37\%$ dan puncak sekitar 785 cacah pada $2\theta \approx 26^\circ$, Lead Oxide (PbO) dengan $Y \approx 59,85\%$ dan puncak sekitar 730 cacah pada $2\theta \approx 29^\circ$, *Gismondine* dengan $Y \approx 89,68\%$ sebagai fase paling dominan dengan intensitas sekitar 1.100–1.230 cacah pada $2\theta \approx 27^\circ$, serta *Koninckite* (Fe,Al)PO₄·3H₂O dengan $Y \approx 40,62\%$ dan puncak menonjol sekitar 510 cacah pada $2\theta \approx 11^\circ$. Hasil tersebut menunjukkan bahwa *Gismondine* merupakan fase dengan nilai Y tertinggi, sedangkan keberadaan *Koninckite* menunjukkan adanya fase mineral yang mengandung unsur Fe pada sedimen Titik 2.

Tabel 4. 2: Hasil identifikasi fase mineral pada sedimen sungai – Titik 2

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No.PDF (ICDD)	Keterangan
1	<i>Anorthite, sodian</i>	(Na,Ca)(Al,Si)Si ₂ O ₈	01-085-1415	$Y \approx 68,61\%$; puncak kedua tertinggi (≈ 850 cacah, $2\theta \approx 28^\circ$)
2	<i>Quartz, syn</i>	SiO ₂	01-089-1961	$Y \approx 63,37\%$; puncak ≈ 785 cacah pada $2\theta \approx 26^\circ$

3	<i>Lead Oxide</i>	PbO	01-078-1666	Y $\approx$ 59,85%; puncak $\approx$ 730 cacah pada $2\theta \approx 29^\circ$
4	<i>Gismondine</i>	CaAl ₂ Si ₂ O ₈ ·4H ₂ O	00-020-0452	Y $\approx$ 89,68%; fase paling dominan ($\approx$ 1100–1230 cacah, $2\theta \approx 27^\circ$)
5	<i>Koninckite</i>	(Fe,Al)PO ₄ ·3H ₂ O	00-022-0339	Y $\approx$ 40,62%; puncak menonjol di $2\theta \approx 11^\circ$ ($\approx$ 510 cacah)

A. Contoh Perhitungan Tabel 4.2 – Fokus pada *Koninckite* (Fase Pembawa Fe)

Puncak *koninckite* di Titik 2 konsisten muncul pada posisi $2\theta \approx 10\text{--}11^\circ$ (sama seperti Titik 1), sehingga nilai $d \approx 8,42 \text{ \AA}$ (lihat perhitungan *Bragg* pada Tabel 4.1). Yang membedakan antar titik adalah nilai Y (faktor kecocokan), bukan posisi puncaknya.

Perbandingan Y *koninckite* antar titik

$$\Delta Y = Y_1 - Y_2 \quad \% \Delta Y = (\Delta Y / Y_1) \times 100\% \quad \text{Pers 4.1}$$

Keterangan:

- ΔY = selisih faktor kecocokan (poin %)
- Y_1 = nilai Y pada titik pembandingan (di sini Titik 1, sebagai acuan tertinggi)
- Y_2 = nilai Y pada titik yang dihitung (di sini Titik 2)
- $\% \Delta Y$ = persentase penurunan Y relatif terhadap Y_1

Perhitungan – Y *koninckite* Titik 2 terhadap Titik 1:

$$\Delta Y = 61,60\% - 40,62\% = 20,98 \text{ poin}$$

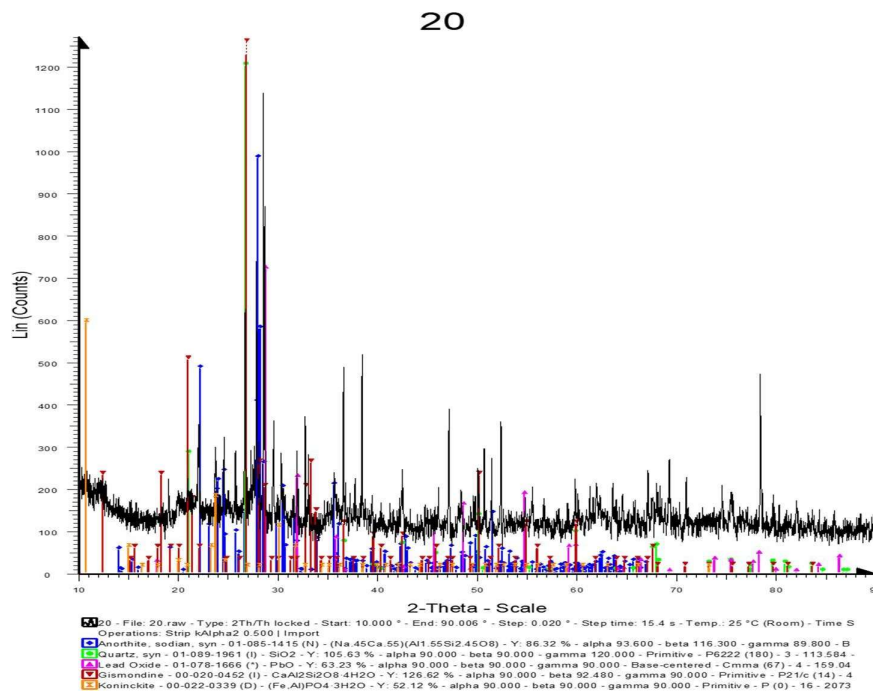
$$\% \Delta Y = (20,98 / 61,60) \times 100\% = 34,06\%$$

Secara semi-kuantitatif, ini mengindikasikan indikasi Fe kristalin di Titik 2 $\approx 34\%$ lebih rendah dibandingkan Titik 1 berdasarkan data XRD (namun perlu dikonfirmasi dengan AAS, lihat Tabel 4.5–4.6).

4.2.3 Titik 3

Pada Titik 3, *gismondine* kembali menjadi fase paling dominan dengan faktor kecocokan tertinggi di antara ketiga titik ($Y \approx 126,62\%$), bahkan intensitas puncak utamanya melebihi skala sumbu-y grafik (>1270 cacah). Kuarsa dan anortit juga tampil dengan intensitas tinggi (masing-masing ≈ 1215 dan ≈ 990 cacah), menunjukkan Titik 3 memiliki kandungan mineral aluminosilikat dan zeolit sekunder yang cukup tinggi.

Berdasarkan pola difraksi dan keterangan fase mineral pada Titik 3, hasil XRD menunjukkan lima fase mineral, yaitu *Anorthite*, *sodian* dengan $Y \approx 86,32\%$, *Quartz, syn* dengan $Y \approx 105,63\%$, *Lead Oxide (PbO)* dengan $Y \approx 63,23\%$, *Gismondine* dengan $Y \approx 126,62\%$, serta *Koninckite* (Fe,Al) $\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dengan $Y \approx 52,12\%$. Berdasarkan pola difraksi, *Gismondine* merupakan fase dengan nilai Y tertinggi sebesar $126,62\%$ dan menunjukkan puncak difraksi paling dominan pada sekitar $2\theta \approx 27^\circ$ dengan intensitas ± 1.200 cacah, sedangkan *Quartz, syn* memiliki nilai $Y \approx 105,63\%$. *Anorthite, sodian* menunjukkan nilai $Y \approx 86,32\%$, sementara *Lead Oxide* memiliki $Y \approx 63,23\%$. Adapun *Koninckite* memiliki nilai $Y \approx 52,12\%$ dan merupakan salah satu fase mineral yang mengandung unsur Fe, sehingga keberadaannya dapat dikaitkan dengan karakteristik kandungan besi pada sedimen Titik 3.



Gambar 4. 3: Difraktogram XRD sedimen sungai – Titik 3 ($2\theta = 10\text{--}90^\circ$)

Berdasarkan hasil identifikasi fase mineral pada sedimen Titik 3, analisis XRD menunjukkan keberadaan lima fase mineral, yaitu *Anorthite, sodian* dengan nilai $Y \approx 86,32\%$ dan puncak sekitar 990 cacah pada $2\theta \approx 28^\circ$, *Quartz, syn* dengan $Y \approx 105,63\%$ dan puncak sekitar 1.215 cacah pada $2\theta \approx 26^\circ$, *Lead Oxide* (PbO) dengan $Y \approx 63,23\%$ dan puncak sekitar 730 cacah pada $2\theta \approx 29^\circ$, *Gismondine* dengan nilai $Y \approx 126,62\%$ sebagai fase paling dominan dengan puncak melebihi 1.270 cacah pada $2\theta \approx 27^\circ$, serta *Koninckite* (Fe,Al)PO₄·3H₂O dengan $Y \approx 52,12\%$ dan puncak menonjol sekitar 600 cacah pada $2\theta \approx 10-11^\circ$. Berdasarkan nilai tersebut, Gismondine menunjukkan nilai Y tertinggi, sedangkan *Koninckite* merupakan salah satu fase mineral yang mengandung Fe, sehingga keberadaannya dapat menjadi indikasi mineral pembawa besi pada sedimen Titik 3.

Tabel 4. 3: Hasil identifikasi fase mineral pada sedimen sungai – Titik 3

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No./PDF (ICDD)	Keterangan
1	<i>Anorthite, sodian</i>	(Na,Ca)(Al,Si)Si ₂ O ₈	01-085-1415	$Y \approx 86,32\%$; puncak ≈ 990 cacah pada $2\theta \approx 28^\circ$
2	<i>Quartz, syn</i>	SiO ₂	01-089-1961	$Y \approx 105,63\%$; puncak ≈ 1215 cacah pada $2\theta \approx 26^\circ$
3	<i>Lead Oxide</i>	PbO	01-078-1666	$Y \approx 63,23\%$; puncak ≈ 730 cacah pada $2\theta \approx 29^\circ$
4	<i>Gismondine</i>	CaAl ₂ Si ₂ O ₈ ·4H ₂ O	00-020-0452	$Y \approx 126,62\%$; fase paling dominan, puncak melebihi skala grafik (>1270 cacah, $2\theta \approx 27^\circ$)
5	<i>Koninckite</i>	(Fe,Al)PO ₄ ·3H ₂ O	00-022-0339	$Y \approx 52,12\%$; puncak menonjol di $2\theta \approx 10-11^\circ$ (≈ 600 cacah)

A. Contoh Perhitungan Tabel 4.3 – Fokus pada *Koninckite* (Fase Pembawa Fe)

Puncak *koninckite* di Titik 3 juga muncul pada posisi $2\theta \approx 10-11^\circ$, sehingga $d \approx 8,42 \text{ \AA}$ (identik dengan Titik 1 dan Titik 2), menegaskan bahwa fase Fe kristalin yang terdeteksi konsisten sepanjang sungai.

Perbandingan *Y koninckite* antar titik

$$\text{Selisih} = Y_a - Y_b \quad \% \text{Selisih} = (\text{Selisih} / Y_a) \times 100\% \quad \text{Pers 4.4}$$

Keterangan:

- Y_a = nilai *Y* pada titik dengan nilai lebih tinggi (acuan pembagi)
- Y_b = nilai *Y* pada titik pembanding
- $\% \text{Selisih}$ = besar perbedaan relatif antar titik, dinyatakan dalam persen

Perhitungan – Titik 3 terhadap Titik 1 (tertinggi):

$$\text{Selisih} = 61,60\% - 52,12\% = 9,48 \text{ poin} \quad \% \text{Selisih} = (9,48 / 61,60) \times 100\% = 15,39\%$$

Perhitungan – Titik 3 terhadap Titik 2 (terendah):

$$\text{Selisih} = 52,12\% - 40,62\% = 11,50 \text{ poin} \quad \% \text{Selisih} = (11,50 / 40,62) \times 100\% = 28,31\%$$

Sehingga urutan indikasi Fe kristalin berdasarkan XRD adalah Titik 1 > Titik 3 > Titik 2, dengan variasi *Y* berkisar $\approx 40,6-61,6\%$ (relatif kecil, sekitar 21 poin).

4.2.4 Rekapitulasi dan Perbandingan Komposisi Mineral Antar Titik

Untuk melihat kecenderungan komposisi mineral secara keseluruhan, nilai faktor kecocokan (*Y*) tiap fase pada ketiga titik direkapitulasi pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.4.

Berdasarkan hasil perhitungan rata-rata dari tiga titik pengambilan sampel, fase mineral yang teridentifikasi menunjukkan variasi nilai *Y* pada setiap lokasi. *Anorthite*, *sodian* memiliki nilai rata-rata 89,08%, dengan nilai tertinggi pada Titik 1 sebesar 112,32%. *Quartz, syn* memiliki rata-rata 100,66%, dengan nilai tertinggi pada Titik 1 sebesar 132,99%. *Lead Oxide (PbO)* memiliki rata-rata 65,73%, dengan nilai tertinggi pada Titik 1 sebesar 74,10%. Sementara itu, *Gismondine* memiliki rata-rata tertinggi dibandingkan beberapa fase lainnya, yaitu 110,09%, dengan nilai tertinggi pada Titik 3 sebesar 126,62%. Adapun *Koninckite* (Fe,Al)PO₄·3H₂O, yang merupakan salah satu fase

mineral pembawa unsur Fe, memiliki nilai rata-rata 51,45%, dengan nilai masing-masing 61,60% pada Titik 1, 40,62% pada Titik 2, dan 52,12% pada Titik 3. Hasil tersebut menunjukkan bahwa keberadaan fase *Koninckite* teridentifikasi pada seluruh titik pengamatan dengan nilai relatif paling tinggi pada Titik 1, sehingga dapat menjadi salah satu indikasi keberadaan mineral pembawa Fe pada sedimen Sungai Deli.

Tabel 4. 4: Rekapitulasi nilai faktor kecocokan (Y, %) tiap fase mineral pada tiga titik sedimen sungai

Fase Mineral	Rumus Kimia	Titik 1 (%)	Titik 2 (%)	Titik 3 (%)	Rata-rata (%)
<i>Anorthite, sodian</i>	$(Na,Ca)(Al,Si)Si_2O_8$	112,32	68,61	86,32	89,08
<i>Quartz, syn</i>	SiO_2	132,99	63,37	105,63	100,66
<i>Lead Oxide</i>	PbO	74,10	59,85	63,23	65,73
<i>Gismondine</i>	$CaAl_2Si_2O_8 \cdot 4H_2O$	113,98	89,68	126,62	110,09
<i>Koninckite</i>	$(Fe,Al)PO_4 \cdot 3H_2O$	61,60	40,62	52,12	51,45

A. Contoh Perhitungan Tabel 4.4 – Fokus pada Rata-rata Y *Koninckite* (Fase Pembawa Fe)

$$\bar{Y} = (Y1 + Y2 + Y3) / 3$$

Pers 4.5

Keterangan:

- $\bar{Y}$ = nilai rata-rata faktor kecocokan *koninckite* dari ketiga titik (%)
- $Y1, Y2, Y3$ = nilai Y *koninckite* pada Titik 1, Titik 2, dan Titik 3 (%)

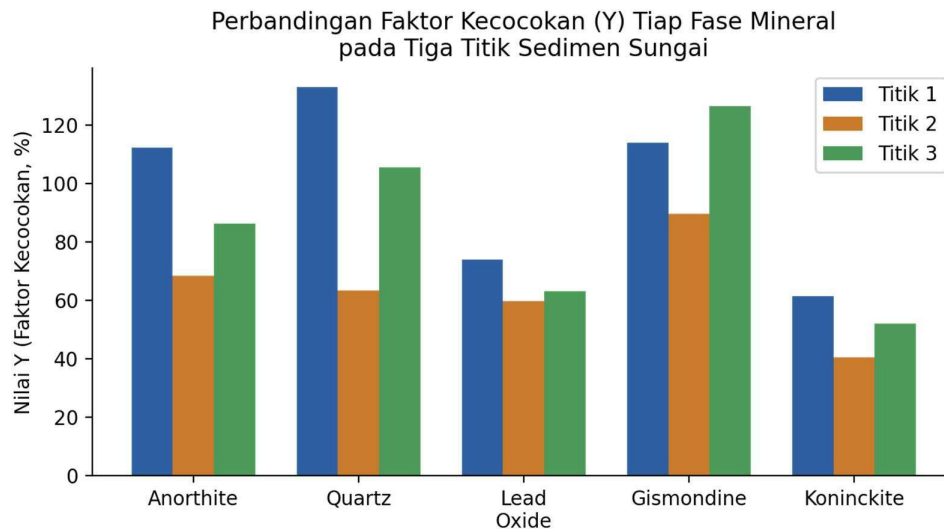
Perhitungan:

$$\bar{Y}_{koninckite} = (61,60 + 40,62 + 52,12) / 3 = 154,34 / 3 = 51,45\%$$

$$\text{Rentang } (Y \text{ maks} - Y \text{ min}) = 61,60\% - 40,62\% = 20,98 \text{ poin, atau } \approx 40,8\% \text{ dari}$$

nilai rata-rata — menunjukkan variasi indikasi Fe kristalin antar titik yang cukup terasa meski posisi puncaknya konsisten ($2\theta \approx 10\text{--}11^\circ$ di seluruh titik).

Sebagai pembanding, rata-rata Y fase non-Fe (*anorthite*, *quartz*, *lead oxide*, *gismondine*) berkisar 65,73–110,09%, jauh di atas rata-rata *koninckite* (51,45%), menegaskan bahwa *koninckite* merupakan fase minor namun konsisten sebagai penanda Fe kristalin di sepanjang sungai. Perbandingan faktor kecocokan pada Gambar 4.4.



Gambar 4. 4: Perbandingan faktor kecocokan (Y) tiap fase mineral pada tiga titik sedimen sungai

Secara umum, kuarsa dan *gismondine* merupakan fase dengan faktor kecocokan rata-rata tertinggi (masing-masing $\approx 100,66\%$ dan $\approx 110,09\%$), yang mengindikasikan kedua mineral tersebut sebagai penyusun utama sedimen sungai pada lokasi penelitian. Kuarsa mencerminkan mineral detritus primer yang tahan pelapukan (resisten), sedangkan *gismondine* sebagai mineral zeolit sekunder mengindikasikan adanya proses alterasi/pelapukan material aluminosilikat (misalnya abu vulkanik atau batuan feldspatik) di sepanjang DAS. *Lead oxide*, meskipun konsisten muncul di ketiga titik dengan Y rata-rata $\approx 65,73\%$, mengindikasikan adanya kontaminasi logam berat Pb yang relatif merata di sepanjang badan sungai yang diteliti.

4.3 Identifikasi Kandungan Besi (Fe) Berdasarkan Data XRD

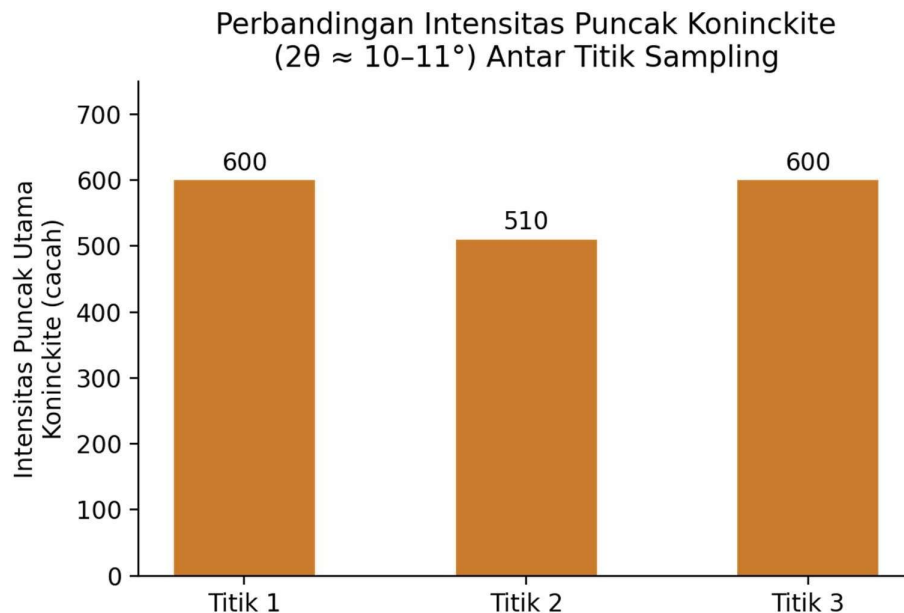
Dari kelima fase mineral yang teridentifikasi, satu-satunya fase yang secara eksplisit mengandung unsur besi (Fe) dalam struktur kristalnya adalah *koninckite*, dengan

rumus kimia $(\text{Fe,Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. *Koninckite* merupakan mineral fosfat sekunder terhidrasi yang terbentuk melalui reaksi antara ion Fe dan Al dengan senyawa fosfat pada kondisi lingkungan yang cenderung asam. Pada konteks sedimen sungai, pembentukan *koninckite* umumnya dikaitkan dengan: (1) pelapukan mineral primer pembawa besi (seperti oksida atau silikat besi) yang terbawa aliran sungai dari daerah hulu, dan/atau (2) interaksi antara besi terlarut/partikulat dengan senyawa fosfat yang berasal dari limpasan pupuk pertanian, limbah domestik, atau aktivitas antropogenik lain di sepanjang DAS.

4.3.1 Karakteristik Puncak Koninckite pada Tiap Titik

Puncak utama *koninckite* pada ketiga titik secara konsisten muncul pada posisi $2\theta \approx 10\text{--}11^\circ$, dengan intensitas dan faktor kecocokan sebagai berikut: Titik 1 (≈ 600 cacah; $Y \approx 61,60\%$), Titik 2 (≈ 510 cacah; $Y \approx 40,62\%$), dan Titik 3 (≈ 600 cacah; $Y \approx 52,12\%$). Selain puncak utama tersebut, *koninckite* juga menunjukkan sejumlah puncak minor dengan intensitas rendah (umumnya di bawah 100 cacah) yang tersebar di sepanjang rentang 2θ pada ketiga titik.

Perbandingan intensitas puncak utama *koninckite* disajikan pada Gambar 4.5.



Gambar 4. 5: Perbandingan intensitas puncak utama *koninckite* ($2\theta \approx 10\text{--}11^\circ$) pada Titik 1, 2, dan 3

Konsistensi posisi puncak *koninckite* pada ketiga titik menguatkan identifikasi

fase yang sama di sepanjang sungai yang diteliti, sedangkan variasi Y yang relatif kecil ($\approx 40,6-61,6\%$) mengindikasikan tidak terdapat perbedaan kandungan Fe kristalin yang mencolok antar titik berdasarkan data XRD. Titik 1 menunjukkan faktor kecocokan tertinggi, diikuti Titik 3, dan Titik 2 menunjukkan nilai terendah.

4.3.2 Keterbatasan Analisis XRD dalam Penentuan Kandungan Fe

Perlu digarisbawahi bahwa XRD merupakan metode analisis kualitatif hingga semi-kuantitatif yang hanya mampu mendeteksi fase-fase mineral bersifat kristalin dengan kelimpahan di atas batas deteksi instrumen (umumnya sekitar 1–5% berat untuk fase minor). Besi yang terikat pada fase amorf, teradsorpsi pada permukaan mineral lempung, atau berasosiasi dengan bahan organik dalam sedimen tidak akan terdeteksi melalui metode ini. Dengan demikian, identifikasi *koninckite* melalui XRD pada penelitian ini hanya menggambarkan keberadaan Fe dalam bentuk kristalin tertentu, bukan kandungan Fe total pada sedimen sungai.

Untuk memperoleh data kandungan Fe total secara kuantitatif dan akurat, penelitian ini dilengkapi dengan analisis menggunakan metode *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS), yang hasilnya akan disajikan dan dibahas pada sub-bab berikutnya sebagai pembanding dan pelengkap terhadap hasil identifikasi kualitatif dari data XRD ini.

4.4 Ringkasan Hasil Analisis XRD

Berdasarkan hasil analisis XRD pada tiga titik sedimen sungai, dapat disimpulkan sementara bahwa: (1) komposisi mineral sedimen didominasi oleh kuarsa dan *gismondine* sebagai fase utama, dengan *anortit*, *lead oxide*, dan *koninckite* sebagai fase penyerta; (2) fase pembawa Fe yang teridentifikasi secara konsisten pada seluruh titik adalah *koninckite* $[(\text{Fe},\text{Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$, dengan pola dan intensitas puncak yang relatif seragam antar titik; dan (3) ko-eksistensi *koninckite* dengan *lead oxide* pada seluruh titik mengindikasikan kemungkinan adanya sumber masukan material yang serupa di sepanjang sungai, baik dari proses pelapukan alami maupun aktivitas antropogenik. Karena XRD hanya bersifat semi-kuantitatif dan terbatas pada fase kristalin, kandungan Fe total pada sedimen selanjutnya dikonfirmasi secara kuantitatif menggunakan metode *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS), yang hasilnya disajikan pada sub-bab berikut.

4.5 Hasil Analisis Kandungan Besi (Fe) Menggunakan Metode AAS

Untuk memperoleh data kandungan Fe total secara kuantitatif, sampel sedimen dari ketiga titik yang sama dengan analisis XRD (Titik 1, Titik 2/kode lab “Titik 12”, dan Titik 3/kode lab “Titik 20”) diuji menggunakan metode *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) di Laboratorium Penguji Balai Standardisasi dan Pelayanan Jasa Industri (LP-BSPJI) Medan, Kementerian Perindustrian Republik Indonesia. Pengujian dilakukan pada 2 Juni 2026 dan hasilnya diterbitkan dalam bentuk Sertifikat Hasil Uji (*Certificate of Analysis*) pada 12 Juni 2026.

Prinsip metode AAS adalah pengukuran serapan cahaya pada panjang gelombang spesifik oleh atom-atom bebas unsur target (dalam hal ini Fe) yang dihasilkan dari proses atomisasi sampel. Intensitas serapan yang terukur sebanding dengan konsentrasi unsur Fe dalam sampel berdasarkan Hukum *Lambert-Beer*, sehingga metode ini mampu memberikan data kadar unsur secara kuantitatif dan akurat, termasuk Fe yang terikat pada fase amorf maupun kristalin, berbeda dengan XRD yang hanya mendeteksi fase kristalin.

4.5.1 Hasil Uji Kadar Fe pada Tiap Titik

Hasil pengujian kadar Fe total pada ketiga titik sedimen sungai disajikan pada Tabel 4.5.

Tabel 4. 5: Hasil uji kadar besi (Fe) sedimen sungai menggunakan metode AAS (LP-BSPJI Medan)

Titik	No. Sertifikat	Kode Sampel Lab	Kadar Fe (%)	Metode Uji
1	0950/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026	Titik 1	9,92	AAS
2	0951/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026	Titik 12	6,69	AAS

Titik	No. Sertifikat	Kode Sampel Lab	Kadar Fe (%)	Metode Uji
3	0952/BSKJI/BSPJI- Medan/MS-P/VI/2026	Titik 20	1,71	AAS

A. Contoh Perhitungan Tabel 4.5 – Kadar Fe Berdasarkan Hukum *Lambert-Beer*

1) Hukum *Lambert-Beer* (kurva kalibrasi AAS)

$$A = a \cdot C + b$$

Pers 4.6

Keterangan:

- A = absorbansi terukur pada panjang gelombang spesifik Fe
- C = konsentrasi Fe dalam larutan sampel (mg/L), diperoleh dari kurva kalibrasi
- a = kemiringan (slope) kurva kalibrasi larutan standar Fe
- b = intersep (intercept) kurva kalibrasi

2) Konversi konsentrasi larutan menjadi kadar Fe dalam sampel padat

$$\text{Kadar Fe (\%)} = \frac{(C \times V \times Fp)}{(m \times 1000)} \times 100\%$$

Pers 4.7

Keterangan:

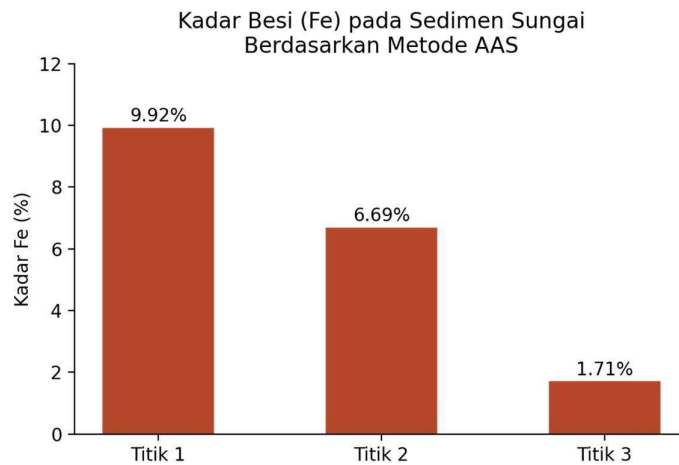
- C = konsentrasi Fe terukur dari kurva kalibrasi (mg/L)
- V = volume larutan sampel hasil destruksi (mL)
- Fp = faktor pengenceran
- m = berat sampel kering yang didestruksi (g)
- 1000 = faktor konversi satuan mg ke g

Contoh ilustratif untuk memperoleh hasil $\approx 9,92\%$ (Titik 1): misalkan $C = 99,2$ mg/L, $V = 100$ mL, $Fp = 1$, $m = 1$ g, maka:

$$\text{Kadar Fe} = (99,2 \times 100 \times 1) / (1 \times 1000) \times 100\% = 9,92\%$$

Nilai 9,92%, 6,69%, dan 1,71% adalah hasil resmi sebagaimana tertera pada sertifikat.

kode sampel pada sertifikat laboratorium (“Titik 1”, “Titik 12”, “Titik 20”) merujuk pada penomoran sampel yang sama dengan data XRD sebelumnya (berkas 1.raw, 12.raw, dan 20.raw untuk Titik 1, Titik 2, dan Titik 3), sehingga hasil kedua metode dapat dibandingkan secara langsung untuk lokasi titik yang identik. Perbandingan kadar Fe antar titik berdasarkan hasil AAS disajikan pada Gambar 4.6.

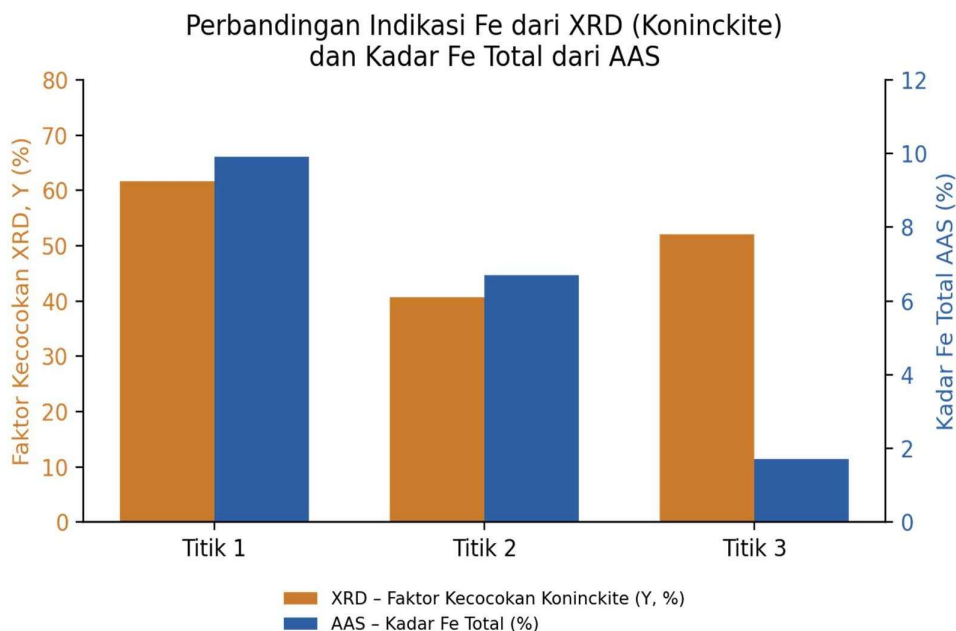


Gambar 4. 6: Kadar besi (Fe) pada sedimen sungai berdasarkan metode AAS

Hasil AAS menunjukkan kadar Fe tertinggi pada Titik 1 (9,92%), diikuti Titik 2 (6,69%), dan terendah pada Titik 3 (1,71%). Pola ini menunjukkan penurunan kadar Fe total yang cukup signifikan dari Titik 1 menuju Titik 3, dengan selisih kadar antara titik tertinggi dan terendah mencapai lebih dari 8%. Variasi ini mengindikasikan adanya perbedaan sumber atau intensitas masukan Fe pada masing-masing titik di sepanjang sungai, yang dapat dipengaruhi oleh faktor seperti jarak dari sumber pencemar, karakteristik aliran/pengendapan sedimen, maupun perbedaan aktivitas di sekitar masing-masing lokasi.

4.6 Perbandingan Hasil Identifikasi Fe Melalui XRD dan AAS

Untuk melihat konsistensi antara indikasi Fe secara kualitatif/semi-kuantitatif (XRD, berdasarkan faktor kecocokan fase *koninckite*) dengan kadar Fe total secara kuantitatif (AAS), kedua data tersebut dibandingkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4. 7: Perbandingan faktor kecocokan XRD (fase *koninckite*) dan kadar Fe total AAS pada tiga titik sedimen sungai

Secara keseluruhan, Titik 1 menunjukkan nilai tertinggi pada kedua metode, yaitu Koninckite 61,60% dan Fe 9,92%. Titik 2 memiliki *Koninckite* terendah sebesar 40,62%, tetapi kadar Fe masih mencapai 6,69%. Sementara itu, Titik 3 memiliki *Koninckite* sebesar 52,12%, tetapi kadar Fe paling rendah yaitu 1,71%. Dengan demikian, hasil XRD dan AAS menunjukkan adanya pola yang tidak selalu berbanding lurus, karena kedua metode memiliki prinsip pengukuran yang berbeda. XRD berfokus pada identifikasi fase mineral kristalin, sedangkan AAS mengukur kadar unsur Fe secara total pada sampel hasil ekstraksi.

Tabel 4. 6: Rekapitulasi perbandingan indikasi Fe dari XRD dan AAS

Titik	XRD – Y <i>Koninckite</i> (%)	AAS – Kadar Fe (%)	Keterangan
1	61,60	9,92	Kedua metode menunjukkan nilai tertinggi pada titik ini
2	40,62	6,69	Kedua metode menunjukkan nilai terendah di antara XRD, namun tertinggi kedua pada AAS
3	52,12	1,71	XRD menunjukkan nilai menengah (lebih tinggi dari Titik 2), namun AAS menunjukkan kadar Fe total paling rendah

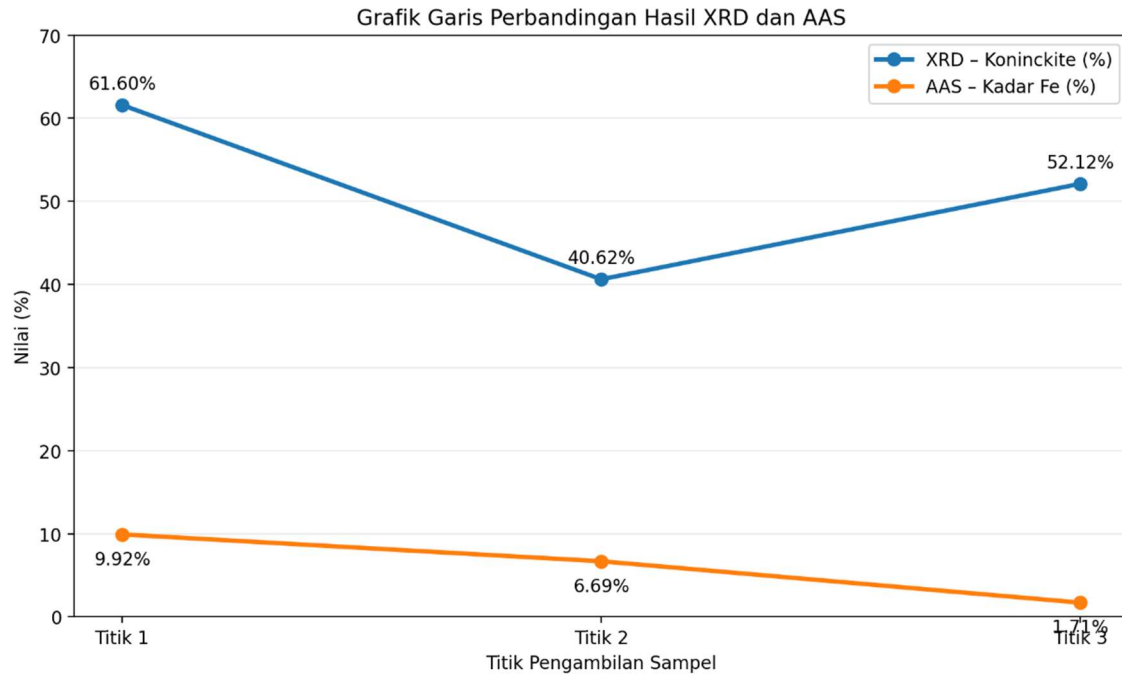
1. Grafik Garis XRD dan AAS

Berdasarkan grafik garis perbandingan hasil XRD dan AAS pada tiga titik pengambilan sampel, terlihat adanya pola yang berbeda antara persentase mineral *Koninckite* dan kadar Fe.

- Titik 1: XRD menunjukkan *Koninckite* sebesar 61,60% dan AAS menunjukkan kadar Fe sebesar 9,92%. Keduanya merupakan nilai tertinggi, sehingga Titik 1 menunjukkan kandungan mineral *Koninckite* dan Fe yang paling tinggi.
- Titik 2: Nilai XRD turun menjadi 40,62%, sedangkan kadar Fe berdasarkan AAS menjadi 6,69%. Pada titik ini, XRD mencapai nilai terendah, sementara AAS masih berada pada posisi kedua tertinggi.
- Titik 3: Nilai XRD kembali meningkat menjadi 52,12%, tetapi kadar Fe berdasarkan AAS justru turun menjadi 1,71%, yang merupakan nilai terendah.

Secara keseluruhan, grafik menunjukkan bahwa perubahan persentase *Koninckite* berdasarkan XRD tidak selalu diikuti oleh perubahan kadar Fe berdasarkan AAS. Hal ini disebabkan karena XRD mengidentifikasi fase atau komposisi mineral kristalin, sedangkan AAS mengukur konsentrasi unsur Fe yang terekstrak dari sampel. Oleh karena

itu, tingginya persentase Koninckite tidak dapat langsung diartikan sebagai tingginya kadar Fe total hasil AAS.



A. Contoh Perhitungan Tabel 4.6 – Perbandingan Peringkat dan Selisih Kadar Fe

Kolom “Keterangan” diisi berdasarkan perbandingan urutan (ranking) nilai antar titik:

- Titik 1: tertinggi pada XRD (61,60%) dan tertinggi pada AAS (9,92%) → konsisten.
- Titik 2: terendah pada XRD (40,62%) namun tertinggi kedua pada AAS (6,69%) → tidak konsisten.
- Titik 3: menengah pada XRD (52,12%) namun terendah pada AAS (1,71%) → tidak konsisten.

Selisih kadar Fe total (AAS) antar titik

$$\text{Selisih Fe (\%)} = \text{Fe_maks} - \text{Fe_min}$$

Pers 4.8

Keterangan:

- Fe_maks = kadar Fe tertinggi hasil AAS antar titik (%)
- Fe_min = kadar Fe terendah hasil AAS antar titik (%)

Perhitungan:

Selisih Fe = 9,92% (Titik 1) – 1,71% (Titik 3) = 8,21%, sesuai dengan pernyataan bahwa selisih tersebut “mencapai lebih dari 8%”.

4.6.1 Pembahasan Perbandingan

Perbandingan kedua metode menunjukkan hasil yang konsisten pada Titik 1, yaitu sama-sama menunjukkan indikasi Fe tertinggi baik dari faktor kecocokan XRD maupun kadar Fe total AAS. Hal ini memperkuat validitas identifikasi *koninckite* sebagai fase pembawa Fe yang dominan pada titik tersebut.

Namun demikian, pada Titik 2 dan Titik 3 ditemukan pola yang tidak sepenuhnya sejalan. Berdasarkan XRD, Titik 3 ($Y \approx 52,12\%$) menunjukkan indikasi Fe kristalin yang lebih tinggi dibandingkan Titik 2 ($Y \approx 40,62\%$). Sebaliknya, hasil AAS menunjukkan kadar Fe total pada Titik 3 (1,71%) justru jauh lebih rendah dibandingkan Titik 2 (6,69%). Perbedaan pola ini merupakan temuan penting yang perlu dibahas secara kritis, dan dapat dijelaskan oleh beberapa kemungkinan:

Pertama, XRD hanya mengukur fase kristalin tertentu (*koninckite*) dan bersifat semi-kuantitatif (faktor kecocokan Y bukan wt% terkalibrasi), sehingga tidak mencerminkan kandungan Fe total dalam sampel. Sebagian besar Fe pada Titik 2 kemungkinan besar terdapat dalam bentuk fase lain yang tidak teridentifikasi sebagai fase utama oleh XRD, misalnya fase amorf, oksida besi berukuran nano/kristalinitas rendah, atau Fe yang teradsorpsi pada permukaan mineral lempung dan bahan organik — seluruh bentuk ini tidak terdeteksi optimal oleh XRD namun tetap terukur oleh AAS sebagai bagian dari Fe total.

Kedua, perbedaan pola ini menegaskan bahwa XRD dan AAS pada dasarnya mengukur besaran yang berbeda: XRD mengidentifikasi jenis dan kelimpahan relatif fase mineral kristalin, sedangkan AAS mengukur konsentrasi unsur secara total tanpa memandang bentuk mineralnya. Oleh karena itu, XRD lebih tepat digunakan untuk mengidentifikasi bentuk kimia/mineralogi Fe (dalam penelitian ini teridentifikasi sebagai *koninckite*), sedangkan AAS merupakan metode yang lebih valid dan diutamakan untuk menyatakan kadar Fe secara kuantitatif pada sedimen sungai.

Ketiga, hasil AAS yang menunjukkan penurunan kadar Fe drastis dari Titik 1 menuju Titik 3 (9,92% → 6,69% → 1,71%) dapat mengindikasikan adanya gradien

spasial sumber pencemaran atau masukan Fe di sepanjang sungai, dengan Titik 1 sebagai lokasi yang paling terpengaruh. Pola ini sebaiknya dikaitkan dengan posisi geografis tiap titik terhadap potensi sumber pencemar (misalnya kedekatan dengan kawasan industri, area pertanian, atau titik pembuangan limbah) untuk memperkuat interpretasi penyebab variasi tersebut.

4.7 Ringkasan Akhir

A. Perbandingan Persentase Metode XRD dan AAS

Secara keseluruhan, hasil analisis XRD dan AAS terhadap sedimen sungai pada tiga titik penelitian menunjukkan hal-hal berikut: (1) komposisi mineral sedimen didominasi oleh kuarsa dan *gismondine*, dengan *koninckite* $[(\text{Fe},\text{Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ sebagai fase pembawa Fe yang teridentifikasi secara konsisten pada seluruh titik; (2) kadar Fe total berdasarkan AAS bervariasi cukup signifikan antar titik, dari yang tertinggi di Titik 1 (9,92%) hingga terendah di Titik 3 (1,71%); dan (3) hasil XRD dan AAS konsisten pada Titik 1, namun menunjukkan pola berbeda pada Titik 2 dan Titik 3, yang mengindikasikan adanya kontribusi Fe non-kristalin/fase lain yang tidak terdeteksi XRD namun terukur oleh AAS. Temuan ini menegaskan pentingnya penggunaan kedua metode secara komplementer: XRD untuk identifikasi bentuk mineralogi Fe, dan AAS untuk penentuan kadar Fe total secara kuantitatif dan akurat pada sedimen sungai.

B. Pengaruh Fe Terhadap Kondisi Lingkungan Sungai

- Penjelasan Kadar Fe dari Hulu sampai Hilir

Berdasarkan hasil analisis AAS, kadar Fe pada tiga titik pengamatan menunjukkan perubahan yang cukup jelas, yaitu 9,92% di Sibolangit, turun menjadi 1,71% di pertengahan Kota Medan, kemudian meningkat kembali menjadi 6,69% di Pegatalan. Pada titik pertama, yaitu Sibolangit sebagai daerah hulu, kadar Fe merupakan yang paling tinggi, yaitu 9,92%. Kondisi ini kemungkinan berkaitan dengan kondisi alami daerah hulu, terutama pelapukan batuan dan mineral yang mengandung besi. Material dari batuan tersebut dapat terbawa oleh air dan kemudian masuk ke dalam sedimen

sungai. Jadi, kadar Fe yang tinggi di hulu belum tentu disebabkan oleh pencemaran dari aktivitas manusia, tetapi bisa berasal dari kondisi geologi alami daerah tersebut.

Pada titik kedua, yaitu bagian pertengahan Kota Medan, kadar Fe turun cukup besar menjadi 1,71%. Penurunan ini dapat terjadi karena selama aliran sungai bergerak menuju daerah perkotaan, material yang mengandung Fe dapat mengalami pengendapan, pencampuran dengan sedimen lain, atau terbawa ke lokasi lain. Oleh karena itu, kadar Fe tidak selalu semakin tinggi ketika sungai melewati kawasan perkotaan.

Pada titik ketiga, yaitu Pegatalan yang berada di bagian hilir/muara, kadar Fe kembali meningkat menjadi 6,69%. Peningkatan ini kemungkinan terjadi karena adanya penumpukan sedimen di daerah hilir. Selain itu, material yang terbawa dari bagian sungai sebelumnya dapat terakumulasi di daerah ini. Kondisi aliran yang lebih lambat di sekitar hilir juga dapat menyebabkan sedimen yang mengandung Fe lebih mudah mengendap. Dampak Fe yang Tinggi terhadap Lingkungan yaitu :

- Menyebabkan perubahan warna dan karakteristik sedimen.
- Ketika sedimen teraduk atau terbawa arus, dapat meningkatkan kekeruhan air.
- Endapan Fe yang berlebihan dapat menutupi dasar sungai dan mengganggu organisme yang hidup di sedimen.
- Fe dapat berinteraksi dengan unsur atau bahan pencemar lain sehingga memengaruhi pergerakan dan penyebaran unsur tersebut di lingkungan.
- Dalam kondisi tertentu, Fe dapat berubah dari bentuk yang mengendap menjadi bentuk yang lebih mudah larut, sehingga kandungan Fe di air dapat berubah.

C. Faktor dan penanggulangan tinggi nya zat Fe

Berdasarkan hasil analisis AAS, kadar Fe pada sedimen menunjukkan nilai yang berbeda pada setiap titik pengambilan sampel, yaitu sebesar 9,92% pada bagian hulu, 6,69% pada bagian tengah, dan 1,71% pada bagian hilir. Hasil tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi Fe tertinggi terdapat pada bagian hulu dan mengalami penurunan menuju hilir. Tingginya kadar Fe pada sedimen tidak dapat langsung diartikan sebagai pencemaran akibat aktivitas manusia, karena Fe merupakan unsur yang secara alami terdapat dalam tanah dan batuan. Kondisi geologi, jenis batuan, proses pelapukan, erosi, serta karakteristik mineral

penyusun sedimen dapat menjadi faktor utama yang menyebabkan kandungan Fe tinggi pada suatu lokasi.

Selain faktor alamiah, keberadaan beberapa area perkebunan di sepanjang aliran sungai juga dapat menjadi salah satu faktor yang perlu diperhatikan. Aktivitas perkebunan dapat meningkatkan proses erosi apabila terdapat lahan terbuka, pengolahan tanah, pembuatan jalan perkebunan, atau berkurangnya vegetasi penutup tanah. Ketika hujan turun, air limpasan dapat membawa partikel tanah menuju sungai. Apabila tanah tersebut secara alami memiliki kandungan Fe yang tinggi, maka material yang terbawa juga dapat meningkatkan kandungan Fe pada sedimen sungai. Penggunaan pupuk tertentu juga berpotensi memberikan tambahan Fe apabila pupuk yang digunakan mengandung unsur Fe. Namun demikian, keberadaan perkebunan dan penggunaan pupuk belum dapat secara langsung dinyatakan sebagai penyebab utama tingginya Fe tanpa adanya data mengenai jenis pupuk, intensitas penggunaannya, karakteristik tanah, dan kondisi penggunaan lahan di sekitar lokasi penelitian.

Hasil analisis XRD dapat digunakan untuk memperkuat interpretasi terhadap hasil AAS. XRD berfungsi untuk mengidentifikasi fase atau jenis mineral yang terdapat pada sedimen, sedangkan AAS digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur Fe. Oleh karena itu, apabila hasil XRD pada bagian hulu menunjukkan adanya mineral pembawa Fe, maka tingginya kadar Fe sebesar 9,92% dapat diduga memiliki hubungan dengan karakteristik mineralogi dan kondisi geologi daerah tersebut. Sementara itu, apabila pada daerah perkebunan ditemukan aktivitas yang dapat meningkatkan erosi atau masukan material ke sungai, faktor tersebut dapat menjadi sumber tambahan yang bersifat antropogenik. Dengan demikian, tingginya Fe pada sedimen kemungkinan merupakan hasil interaksi antara faktor alamiah dan aktivitas manusia di sekitar daerah aliran sungai.

Kadar Fe yang tinggi pada sedimen perlu diperhatikan karena sedimen merupakan tempat terjadinya akumulasi berbagai unsur dari lingkungan perairan. Dalam kondisi lingkungan tertentu, Fe yang terdapat dalam sedimen dapat mengalami perubahan bentuk kimia dan berpotensi berpindah kembali ke

kolom air. Keberadaan Fe yang tinggi juga dapat memengaruhi karakteristik sedimen dan habitat organisme bentik yang hidup di dasar sungai. Endapan senyawa Fe dapat memberikan warna kemerahan atau kecokelatan pada sedimen dan, pada kondisi tertentu, dapat membentuk lapisan pada permukaan substrat. Dampaknya terhadap ekosistem tidak hanya ditentukan oleh jumlah Fe, tetapi juga dipengaruhi oleh bentuk kimia Fe, kondisi pH, oksigen terlarut, bahan organik, dan keberadaan unsur atau logam lainnya.

Untuk mengurangi tingginya kadar Fe pada sedimen, khususnya apabila sumber utamanya berasal dari proses alamiah, Fe tidak perlu dihilangkan secara langsung dari batuan atau tanah. Upaya yang lebih tepat adalah mengendalikan proses erosi dan transportasi sedimen yang membawa material kaya Fe menuju sungai. Upaya tersebut dapat dilakukan dengan mempertahankan vegetasi alami di daerah hulu, melakukan penghijauan pada lahan terbuka, menjaga vegetasi sempadan sungai, serta menerapkan praktik pengelolaan lahan perkebunan yang dapat mengurangi erosi. Pada area perkebunan, penutup tanah, tanaman penahan erosi, terasering pada lahan yang sesuai, serta pengelolaan drainase dapat digunakan untuk mengurangi limpasan permukaan. Selain itu, sediment trap atau kolam pengendapan dapat diterapkan pada lokasi yang memiliki tingkat erosi tinggi untuk menahan partikel tanah sebelum masuk ke aliran sungai.

Penggunaan pupuk pada area perkebunan juga perlu dikelola secara tepat. Pupuk sebaiknya diberikan sesuai kebutuhan tanaman dan berdasarkan kondisi tanah sehingga tidak terjadi penggunaan secara berlebihan. Apabila digunakan pupuk yang mengandung Fe, penggunaannya perlu memperhatikan dosis dan kondisi lahan untuk mengurangi kemungkinan terbawanya material oleh limpasan air hujan. Pengawasan terhadap aktivitas pembukaan lahan, pembangunan jalan perkebunan, dan kegiatan lain yang dapat meningkatkan erosi juga diperlukan sebagai bagian dari upaya pengendalian.

Dengan demikian, berdasarkan hasil AAS dan XRD, tingginya kadar Fe pada bagian hulu dapat dipengaruhi oleh kombinasi antara faktor geologi dan mineralogi alami, proses pelapukan dan erosi, serta kemungkinan kontribusi aktivitas perkebunan di sekitar aliran sungai. Tingginya Fe tidak dapat langsung

dinyatakan sebagai pencemaran tanpa mengetahui sumber dan bentuk Fe secara lebih lanjut. Oleh karena itu, pengelolaan yang paling tepat adalah mempertahankan kondisi vegetasi, mengurangi erosi, mengendalikan limpasan dari area perkebunan, mengelola penggunaan pupuk, dan mengurangi masuknya sedimen ke sungai. Upaya tersebut diharapkan dapat mengurangi akumulasi material kaya Fe sehingga konsentrasi Fe pada sedimen tidak semakin meningkat dan kondisi ekosistem sungai tetap terjaga.

D. Kesesuaian Metode XRD dan AAS dalam Analisis Sedimen

Penggunaan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dalam penelitian ini disesuaikan dengan parameter yang dianalisis, yaitu komposisi mineral dan kandungan besi (Fe) pada sedimen Sungai Deli. Kedua metode tersebut memiliki prinsip dan fungsi analisis yang berbeda, sehingga penggunaannya dalam penelitian ini bersifat saling melengkapi.

Metode XRD digunakan untuk menganalisis komposisi mineral atau fase kristalin yang terdapat pada sedimen. Analisis XRD didasarkan pada pola difraksi sinar-X yang dihasilkan oleh struktur kristalin mineral. Setiap fase kristalin memiliki pola difraksi yang khas sehingga dapat digunakan untuk mengidentifikasi jenis mineral yang terdapat dalam sampel sedimen. Dengan demikian, XRD dalam penelitian ini sesuai untuk menjawab aspek “komposisi mineral” sebagaimana tercantum dalam judul penelitian. Hasil identifikasi mineral selanjutnya digunakan sebagai informasi pendukung dalam menjelaskan karakteristik mineralogi sedimen dan kemungkinan keterkaitannya dengan keberadaan unsur Fe.

Sementara itu, metode AAS digunakan untuk menentukan kandungan atau konsentrasi besi (Fe) secara kuantitatif. Analisis AAS dilakukan terhadap larutan hasil preparasi sampel sedimen sehingga konsentrasi Fe dapat ditentukan berdasarkan respons penyerapan radiasi pada panjang gelombang karakteristik unsur Fe. Oleh karena itu, AAS lebih sesuai digunakan untuk menjawab aspek “kandungan besi (Fe)” dalam penelitian ini. Hasil AAS memungkinkan

dilakukan perbandingan kadar Fe pada masing-masing titik pengambilan sampel sehingga dapat diketahui pola variasi kandungan Fe sepanjang segmen Sungai Deli yang diteliti.

Berdasarkan fungsi kedua metode tersebut, XRD dan AAS tidak dapat dipandang sebagai metode yang saling menggantikan. XRD lebih tepat digunakan untuk mengetahui jenis dan komposisi fase mineral, sedangkan AAS lebih tepat digunakan untuk menentukan kadar Fe secara kuantitatif. XRD tidak menjadi metode utama dalam penentuan kadar Fe karena identifikasi fase melalui XRD tidak secara langsung menunjukkan konsentrasi total Fe dalam sampel. Sebaliknya, AAS tidak dapat digunakan untuk mengidentifikasi jenis mineral atau fase kristalin yang menjadi penyusun sedimen.

Penggunaan kedua metode secara bersamaan memberikan pendekatan analisis yang lebih komprehensif. Hasil XRD memberikan informasi mengenai karakteristik mineralogi sedimen, sedangkan hasil AAS memberikan informasi kuantitatif mengenai kandungan Fe. Informasi mineralogi dari XRD dapat digunakan sebagai data pendukung dalam menginterpretasikan hasil kandungan Fe yang diperoleh melalui AAS. Dengan demikian, kedua metode dapat digunakan untuk memberikan gambaran yang lebih menyeluruh mengenai karakteristik sedimen Sungai Deli, khususnya hubungan antara komposisi mineral dan kandungan Fe.

Apabila ditinjau berdasarkan variabel utama yang dianalisis, metode AAS dapat diposisikan sebagai metode utama dalam penentuan kandungan Fe karena menghasilkan nilai konsentrasi Fe secara kuantitatif. Sementara itu, XRD berperan sebagai metode pendukung untuk mengidentifikasi komposisi mineral dan fase kristalin yang terdapat pada sedimen. Penetapan fungsi tersebut tidak berarti bahwa salah satu metode lebih unggul secara mutlak, melainkan menunjukkan bahwa setiap metode memiliki keunggulan sesuai dengan parameter yang dianalisis.

Dengan demikian, penerapan XRD dan AAS pada penelitian ini telah disesuaikan dengan tujuan analisis, yaitu XRD untuk mengidentifikasi komposisi mineral sedimen dan AAS untuk menentukan kandungan Fe secara

kuantitatif. Kombinasi kedua metode tersebut diharapkan dapat memberikan hasil analisis yang lebih lengkap dalam menggambarkan karakteristik sedimen pada segmen Sungai Deli, Medan.

E. Kelebihan dan Kelemahan Metode XRD dan AAS

1. Metode XRD (*X-Ray Diffraction*)

Metode XRD memiliki kelebihan dalam mengidentifikasi jenis mineral dan fase kristalin yang terdapat pada sedimen. Metode ini sesuai digunakan dalam penelitian karena dapat memberikan informasi mengenai komposisi mineral pada masing-masing titik pengambilan sampel Sungai Deli. Informasi tersebut dapat menjadi data pendukung untuk menjelaskan karakteristik sedimen dan kemungkinan keterkaitannya dengan keberadaan Fe. Namun, XRD memiliki kelemahan karena tidak dapat menentukan kadar Fe secara langsung dan kuantitatif. Selain itu, mineral yang bersifat amorf atau memiliki tingkat kristalinitas rendah lebih sulit teridentifikasi, serta hasil analisis dapat dipengaruhi oleh preparasi dan karakteristik sampel.

2. Metode AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*)

Metode AAS memiliki kelebihan dalam menentukan kandungan Fe secara kuantitatif dengan tingkat sensitivitas dan selektivitas yang baik. Metode ini sangat sesuai dengan penelitian karena dapat memberikan nilai kadar Fe pada setiap titik pengambilan sampel sehingga memungkinkan dilakukan perbandingan kandungan Fe antar titik di sepanjang segmen Sungai Deli. Namun, AAS memiliki kelemahan karena tidak dapat mengidentifikasi jenis mineral yang mengandung atau menjadi pembawa Fe. Selain itu, sampel sedimen memerlukan proses preparasi dan destruksi sebelum dianalisis, sehingga kesalahan pada tahap preparasi, pengenceran, maupun adanya gangguan matriks dapat memengaruhi hasil pengukuran.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis komposisi mineral dan kandungan besi (Fe) pada sedimen sungai menggunakan *metode X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)* yang telah diuraikan pada Bab IV, dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil analisis XRD menunjukkan adanya perbedaan karakteristik dan komposisi mineral pada setiap titik pengambilan sampel. Persentase fase mineral yang diperoleh sebesar 61,60% pada titik hulu, 40,62% pada titik tengah, dan 52,12% pada titik hilir. Perbedaan tersebut menunjukkan bahwa komposisi mineral sedimen tidak sama pada setiap bagian sungai dan dapat dipengaruhi oleh kondisi geologi, pelapukan batuan, proses erosi, transportasi, serta pengendapan sedimen.
2. Hasil analisis AAS menunjukkan bahwa kandungan Fe pada sedimen tertinggi terdapat pada titik hulu sebesar 9,92%, kemudian menurun pada titik tengah sebesar 6,69%, dan mencapai 1,71% pada titik hilir. Pola tersebut menunjukkan bahwa kandungan Fe pada sedimen mengalami penurunan dari hulu menuju hilir. Tingginya kandungan Fe di bagian hulu diduga berkaitan dengan faktor alamiah seperti kondisi geologi dan mineral pembawa Fe, serta proses pelapukan dan erosi. Aktivitas perkebunan di sekitar aliran sungai juga berpotensi memberikan kontribusi melalui limpasan permukaan dan masuknya material tanah ke sungai.
3. Hubungan antara komposisi mineral dan kandungan Fe menunjukkan bahwa keberadaan Fe pada sedimen berkaitan dengan karakteristik mineralogi, tetapi persentase hasil XRD tidak dapat secara langsung disamakan dengan kadar Fe hasil AAS. Perbedaan nilai XRD dan AAS menunjukkan bahwa kandungan Fe juga dipengaruhi oleh jenis mineral, kondisi geologi, karakteristik sedimen, proses erosi, transportasi, dan pengendapan. Kadar Fe yang tinggi pada

sedimen perlu diperhatikan karena dalam kondisi tertentu Fe dapat memengaruhi karakteristik sedimen dan organisme yang hidup di dasar sungai. Oleh karena itu, pengendalian dapat dilakukan dengan mengurangi erosi, mempertahankan vegetasi di daerah hulu dan sempadan sungai, mengendalikan limpasan dari area perkebunan, serta mengurangi masuknya sedimen ke dalam aliran Sungai Deli.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil dan pembahasan penelitian ini, beberapa saran yang dapat diajukan untuk penelitian maupun tindak lanjut selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan analisis kuantitatif lanjutan, seperti metode *Rietveld refinement*, untuk memperoleh persentase berat (wt%) tiap fase mineral secara lebih akurat, mengingat nilai faktor kecocokan (Y) pada penelitian ini masih bersifat semi-kuantitatif.
- Perlu penambahan jumlah titik sampling serta pengambilan sampel pada musim yang berbeda (kemarau dan penghujan) untuk melihat variasi spasial dan temporal komposisi mineral serta kadar Fe di sepanjang daerah aliran sungai (DAS).
- Disarankan dilakukan analisis komplementer, seperti *X-Ray Fluorescence* (XRF) atau *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX), untuk mengonfirmasi kandungan unsur serta morfologi partikel, khususnya fase amorf yang tidak terdeteksi oleh XRD.

2. Mengingat teridentifikasinya *lead oxide* (PbO) secara konsisten pada seluruh titik, perlu dilakukan kajian lanjutan mengenai sumber kontaminasi timbal (Pb) tersebut, termasuk potensi risikonya terhadap lingkungan dan kesehatan masyarakat di sekitar DAS.
3. Instansi pemerintah daerah atau pengelola DAS terkait disarankan melakukan pemantauan kualitas sedimen sungai secara berkala, khususnya terhadap kandungan logam berat, sebagai bagian dari upaya pengelolaan lingkungan sungai yang berkelanjutan.
4. Bagi peneliti selanjutnya, disarankan untuk mengukur parameter pendukung seperti pH, potensial redoks (Eh), dan kandungan bahan organik sedimen, guna memperkuat interpretasi mekanisme pembentukan koninckite serta interaksi besi (Fe) dengan senyawa fosfat pada sedimen sungai.

DAFTAR PUSTAKA

- Babu, S. S., Rao, V. P., Satyasree, N., Ramana, R. V., Mohan, M. R., & Sawant, S. (2021). Mineralogy and geochemist
- Bijaksana, S., Yunginger, R., Hafidz, A., & Mariyanto, M. (2019). Magnetic mineral characteristics, trace metals, and REE geochemistry of river sediments that serve as inlets to Lake Limboto, Sulawesi, Indonesia. *Data in Brief*, 26. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2019.104348>
- Chandrasekaran, A., Senthil Kumar, C. K., Sathish, V., Manigandan, S., & Tamilarasi, A. (2021). Effect of minerals and heavy metals in sand samples of Ponnai river, Tamil Nadu, India. *Scientific Reports*, 11(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-021-02717-x>
- Didik, L. A., Damayanti, I., & Dinda Alfadia Lestari, P. (2021). MORPHOLOGICAL CHARACTERISTICS AND MINERAL CONTENT ANALYSIS OF MAGNETIC MINERALS BASED ON RIVER AND COASTAL SAND USING SEM-EDX. In *J. Sains Dasar* (Vol. 10, Number 2).
- Ito, M., Daulay, A. H., & Lubis, L. H. (2023). Karakterisasi Kandungan Mineral dan Pengaruh Treatment Panas Pasir Besi Hulu Sungai Seruai Kabupaten Deli Serdang. *Jurnal Kumparan Fisika*, 5(3), 151–160. <https://doi.org/10.33369/jkf.5.3.151-160>
- Komunikasi, M., Pengembangan, D., Lingkungan, T., Rachmawati, S., Kusumaningrum, L., Aulia, A. A., Namira Utomo, A., Nabila, I., Kurniasari, I. D., Eka, A., Aryanto, P., & Nurlita, S. (2026). *Jurnal Presipitasi Identification of Fe and Mn Heavy Metal in Stream Sedimentation at Putri Cempo Landfill*. 23(1), 233–243.
- Siddique, A. B., Al Helal, A. S., Patindol, T. A., Lumanao, D. M., Longatang, K. J. G., Rahman, M. A., Catalvas, L. P. A., Tulin, A. B., & Shaibur, M. R. (2025). Assessment of Heavy Metal Contamination and Ecological Risk in Urban River Sediments: A Case Study from Leyte, Philippines. *Pollutants*, 5(1). <https://doi.org/10.3390/pollutants5010007>
- Singh, H., Pandey, R., Singh, S. K., & Shukla, D. N. (2017). Assessment of heavy metal contamination in the sediment of the River Ghaghara, a major tributary of the River Ganga in Northern India. *Applied Water Science*, 7(7), 4133–4149. <https://doi.org/10.1007/s13201-017-0572-y>
- Umi Ramadhani Samosir, A., & Juliani, R. (2023). Study of Heavy Metal Content in Lola Snail (*Trochus niloticus*) in The Karang Island of Central Tapanuli Regency. In *Saintekno* (Vol. 21, Number 1). <https://journal.unnes.ac.id/nju/index.php/saintekno>

- Yolanda, D. S., Prartono, T., Koropitan, A. F., Hartanto, M. T., Lestari, & Lubis, M. R. K. (2019). PARTISI KIMIAWI Cu DAN Fe PADA SEDIMEN PERMUKAAN DI PESISIR TIMUR DAN BARAT SUMATRA UTARA. *Jurnal Ilmu Dan Teknologi Kelautan Tropis*, 11(2), 387–397. <https://doi.org/10.29244/jitkt.v11i2.24057>
- ry of the sediments in rivers along the east coast of India: Inferences on weathering and provenance. *Journal of Earth System Science*, 130(2). <https://doi.org/10.1007/s12040-020-01551-5>
- Chang, F., Zhou, M., Leng, Y., Zou, X., Dai, Y., Ke, C., Xiong, W., & Li, Z. (2025). Heavy Metal Contamination in Surface Sediments of Wanfeng Lake, Southwest China: Spatial Distribution Patterns and Ecological Risk Assessment. *Earth (Switzerland)*, 6(2), 1–16. <https://doi.org/10.3390/earth6020051>
- Colombi, F., Silvester, E., Holland, A., Baldwin, D., MacRae, C., Wilson, N., Rutherford, I., Grove, J., Turnbull, J., Macklin, M., Davies, P., & Lawrence, S. (2025). Arsenic speciation and mobility in gold mining-impacted riverine sediments from the Loddon River catchment in Victoria, Australia. *Applied Geochemistry*, 193, 106582. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2025.106582>
- Effendy, Z., & Dibyosaputro, S. (2015). Analisis Ukuran Butir Sedimen untuk Identifikasi Lingkungan Pengendapan Daerah Muara Sungai Bogowonto dan Sekitarnya. *Jurnal Bumi Indonesia*, 4(4), 1–9.
- Fitri, N., Dan, F., Utami, B., Dan, S., & Spektra, A. (t.t.). *Sintesis dan Analisis Spektra IR, Difraktogram XRD, SEM pada Material Katalis Berbahan Ni/zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Impregnasi*.
- Hassaan, M. A., & El Nemr, A. (2021). Classification and identification of different minerals in the Mediterranean sediments using PSA, FTIR, and XRD techniques. *Marine Pollution Bulletin*, 173, 113070. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.113070>
- Mariyanto, M., Amir, M. F., Utama, W., Hamdan, A. M., Bijaksana, S., Pratama, A., Yunginger, R., & Sudarningsih, S. (2019). Heavy metal contents and magnetic properties of surface sediments in volcanic and tropical environment from Brantas River, Jawa Timur Province, Indonesia. *Science of The Total Environment*, 675, 632–641. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.04.244>
- Odewumi, S. C. (2025). Mineralogy and heavy minerals recovery of stream sediments on the Jos Plateau, northcentral Nigeria: implications for mineralization. *Discover Geoscience*, 3(1). <https://doi.org/10.1007/s44288-025-00124-7>
- Pratap, R. (2024). Provenance of minerals in the Assi river sediments, Varanasi, Uttar Pradesh, India. *Indian Association of Sedimentologists*, 41(II), 4–11.

<https://doi.org/10.51710/jias.v41iii.348>

- Sandu, M. C., Soroaga, L. V., Balaban, S. I., Chelariu, C., Chiscan, O., Iancu, G. O., Arsene, C., & Olariu, R. I. (2021). Trace elements distribution in stream sediments of an abandoned U mining site in the Eastern Carpathians, Romania, with particular focus on REEs. *Geochemistry*, 81(2), 125761. <https://doi.org/10.1016/j.chemer.2021.125761>
- Sudarningsih, S., Pratama, A., Bijaksana, S., Fahrudin, F., Zanuudin, A., Salim, A., Abdillah, H., Rusnadi, M., & Mariyanto, M. (2023). Magnetic susceptibility and heavy metal contents in sediments of Riam Kiwa, Riam Kanan and Martapura rivers, Kalimantan Selatan province, Indonesia. *Heliyon*, 9(6). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16425>
- Szabó, P., Jordan, G., Kardos, L., Šajn, R., & Alijagić, J. (2025). A geochemical modeling approach from receptor modeling to contamination source fingerprinting. Characterization of sediment-contamination processes altered by river regulation in the Drava River floodplain impacted by historical mining in the Alps mountain. *Environmental Earth Sciences*, 84(21), 631. <https://doi.org/10.1007/s12665-025-12570-0>
- Wibowo, M. A., Rahman, M., Mahyudin, I., & Fatmawati. (2022). Analisis Logam Berat (Mn,Pb,Cu,Fe) pada Air. *EnviroScienteae*, 18(2), 100–105.
- Xu, Q., Zhao, F., Wu, B., Fang, X., Chen, J., Yang, T., Chai, X., & Yuan, L. (2022). Assessment of Heavy Metal Pollution in Suburban River Sediment of Nantong (China) and Preliminary Exploration of Solidification/Stabilization Scheme. *Water (Switzerland)*, 14(14). <https://doi.org/10.3390/w14142247>
- Zhang, H., Li, T., Mao, C., Song, Z., & Rao, W. (2025). Mineralogical and Chemical Characteristics of Sediments in the Lhasa River Basin: Implications for Weathering and Sediment Transport. *Water (Switzerland)*, 17(4), 1–16. <https://doi.org/10.3390/w17040581>

LAMPIRAN

DATA KELUARAN HASIL ANALISIS XRD DAN AAS

Lampiran A. Data Keluaran Instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD)

Data berikut merupakan rekapitulasi hasil identifikasi fase mineral (*search-match* terhadap basis data ICDD/PDF) pada tiga titik sedimen sungai, sebagaimana diuraikan pada Bab IV.

Lampiran A.1 Data keluaran XRD – Titik 1

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No. PDF (ICDD)	2θ Puncak Utama (°)	Intensitas (cacah)	Y (%)
1	<i>Anorthite, sodian</i>	(Na,Ca)(Al,Si)Si ₂ O ₈	01-085-1415	≈28	≈850	112,32
2	<i>Quartz, syn</i>	SiO ₂	01-089-1961	≈26	≈900	132,99
3	<i>Lead Oxide</i>	PbO	01-078-1666	≈29	≈-	74,10
4	<i>Gismondine</i>	CaAl ₂ Si ₂ O ₈ ·4H ₂ O	00-020-0452	≈27	≈-	113,98
5	<i>Koninckite</i>	(Fe,Al)PO ₄ ·3H ₂ O	00-022-0339	10–11	≈600	61,60

Lampiran A.2 Data keluaran XRD – Titik 2

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No. PDF (ICDD)	2θ Puncak Utama (°)	Intensitas (cacah)	Y (%)
1	<i>Anorthite, sodian</i>	(Na,Ca)(Al,Si)Si ₂ O ₈	01-085-1415	≈28	≈850	68,61
2	<i>Quartz, syn</i>	SiO ₂	01-089-1961	≈26	≈785	63,37
3	<i>Lead Oxide</i>	PbO	01-078-1666	≈29	≈730	59,85

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No. PDF (ICDD)	2θ Puncak Utama (°)	Intensitas (cacah)	Y (%)
4	<i>Gismondine</i>	$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	00-020-0452	≈27	≈1100–1230	89,68
5	<i>Koninckite</i>	$(\text{Fe,Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	00-022-0339	≈11	≈510	40,62

Lampiran A.3 Data keluaran XRD – Titik 3

No	Fase Mineral	Rumus Kimia	No. PDF (ICDD)	2θ Puncak Utama (°)	Intensitas (cacah)	Y (%)
1	<i>Anorthite, sodian</i>	$(\text{Na,Ca})(\text{Al,Si})\text{Si}_2\text{O}_8$	01-085-1415	≈28	≈990	86,32
2	<i>Quartz, syn</i>	SiO_2	01-089-1961	≈26	≈1215	105,63
3	<i>Lead Oxide</i>	PbO	01-078-1666	≈29	≈730	63,23
4	<i>Gismondine</i>	$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	00-020-0452	≈27	>1270	126,62
5	<i>Koninckite</i>	$(\text{Fe,Al})\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	00-022-0339	10–11	≈600	52,12

Lampiran B. Data Keluaran Instrumen *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Lampiran Hasil pengukuran kadar Fe sedimen sungai per titik sampling

No	Titik Sampling	Faktor Pengenceran	Berat Sampel (g)	Volume Ekstrak (mL)	Kadar Fe dalam Sampel %
1	Titik 1	$\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$	100	100	9,92%
2	Titik 12	$\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$	100	100	6,69%
3	Titik 20	$\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$	100	100	1,71%

Acuan Pembanding Kualitas Sedimen terhadap Kandungan Fe

Keterangan

Berdasarkan penelusuran terhadap ketentuan kualitas lingkungan di Indonesia, belum ditemukan ketentuan baku mutu nasional yang secara khusus menetapkan batas konsentrasi Besi (Fe) pada sedimen sungai. Oleh karena itu, hasil pengujian kandungan Fe pada sedimen Sungai Deli dalam penelitian ini tidak dibandingkan dengan baku mutu nasional Indonesia.

Sebagai acuan pembanding, digunakan pedoman kualitas sedimen British Columbia, Kanada (*BC Working Sediment Guidelines*). Pedoman tersebut mencantumkan nilai *Lowest Effect Level* (LEL) sebesar 21.200 mg/kg dan *Severe Effect Level* (SEL) sebesar 43.766 mg/kg untuk Fe. Nilai tersebut digunakan dalam penelitian ini sebagai referensi pembanding, bukan sebagai baku mutu yang memiliki kekuatan hukum di Indonesia.

Tabel Perbandingan Kandungan Fe Sedimen.

No.	Titik Sampel	Hasil Fe (%)	Hasil Fe (mg/kg)	BC-LEL (mg/kg)	BC-SEL (mg/kg)	Keterangan
1	Titik 1	9,92	99.200	21.200	43.766	Di atas SEL
2	Titik 12	6,69	66.900	21.200	43.766	Di atas SEL
3	Titik 20	1,71	17.100	21.200	43.766	Di bawah LEL

Sumber: Hasil analisis AAS dan *BC Working Sediment Guidelines*.

Cara konversi

Karena hasil pengujian AAS dinyatakan dalam persen, sedangkan pedoman Kanada dinyatakan dalam mg/kg, maka dilakukan konversi:

$$1\% = 10.000 \text{ mg/kg}$$

Sehingga:

- Titik 1: $9,92\% \times 10.000 = 99.200 \text{ mg/kg}$
- Titik 12: $6,69\% \times 10.000 = 66.900 \text{ mg/kg}$
- Titik 20: $1,71\% \times 10.000 = 17.100 \text{ mg/kg}$

Interpretasi

Berdasarkan tabel di atas, kandungan Fe pada Titik 1 sebesar 99.200 mg/kg berada di atas nilai BC-SEL sebesar 43.766 mg/kg. Kandungan Fe pada Titik 12 sebesar 66.900 mg/kg juga berada di atas nilai BC-SEL. Sementara itu, kandungan Fe pada Titik 20 sebesar 17.100 mg/kg berada di bawah nilai BC-LEL sebesar 21.200 mg/kg.

Dengan demikian, berdasarkan acuan pembandingan British Columbia, Kanada, Titik 1 dan Titik 12 menunjukkan kandungan Fe yang lebih tinggi dibandingkan nilai SEL, sedangkan Titik 20 berada di bawah nilai LEL.

Namun, hasil tersebut tidak dapat digunakan untuk menyatakan bahwa sedimen Sungai Deli telah melampaui baku mutu yang berlaku di Indonesia, karena acuan British Columbia tersebut bukan merupakan peraturan atau baku mutu nasional Indonesia.

Hasil Uji Lab Sampel AAS

Gambar hasil uji lab sampel AAS.

Titik I

	BADAN STANDARDISASI DAN KEBIJAKAN JASA INDUSTRI BALAI STANDARDISASI DAN PELAYANAN JASA INDUSTRI MEDAN Jl. Soengamangraja No.24, Telp.(061) 7867495, 7363471 Fax.(061) 7362830 e-mail: bind_medan@kemperin.go.id	
Dok.No. : F-LP-014/3-I-02/22		
SERTIFIKAT HASIL UJI <i>Certificate of Analysis</i>		
Nomor Sertifikat Certificate No.	: 0950/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026	Kepada Yth. To
Nomor Pengujian Testing No.	: PI-0205	SANDHI DWI PRIHASETYO/UMSU/TEKNIK SIPI/LNIM. 2207210117 Jl. Kapten Muchtar Basri No. 3, Glugur Darat 11, Kampus UMSU
No. Surat Permohonan Pengujian Testing Request No.	: 0372/BSKJI/BSPJI-Medan/LP/V/2026	
Halaman Page	: 1 dari 2 of	
 IDENTITAS CONTOH Identity of Sample		
Nama / Jenis Contoh Sample Name / Type	: Sedimen	 Kementerian Perindustrian REPUBLIK INDONESIA
Etiket / Merk Trademark / Brand	:	
Kode Sampel Sample Code	: Titik 1	
Lembaga Pengambil Contoh Sampling Institution	: Diantar Langsung	
Prosedur Pengambilan Contoh Sampling Procedure	:	
Keterangan Contoh Description of Sample	: Tidak Disegel	
Tanggal Sampel Diterima Date of Sample Received	: 02 Juni 2026	
Tanggal Pengujian Date of Testing	: 02 Juni 2026	
Hasil Pengujian Result of Analysis	: Terlampir attached	
Sertifikat ini hanya berlaku terhadap contoh tersebut diatas This Certificate relate only to sample that been analysed Sertifikat hasil uji hanya bisa diproduksi ulang secara keseluruhan dan dengan persetujuan LP – BSPJI MEDAN Certificate of analysis shall only be reproduced entirely and with approval from LP – BSPJI Medan		

Nomor Sertifikat : 0950/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026
Certificate Number

Halaman : 2 dari 2
Page : 2 of 2

Validasi
Validity

HASIL UJI
THE TEST RESULT

No	Parameter	Unit	Hasil Uji	Metode Uji
1	Besi (Fe)	%	9,92	AAS

Medan, 12 Juni 2026
Deputi Koordinator Teknis Laboratorium Pengujian
Deputy Technical Coordinator of Testing Laboratory



Sh. Chastawati
NIP. 197012311993032008

Titik II

 Kementerian Perindustrian REPUBLIK INDONESIA	BADAN STANDARDISASI DAN KEBIJAKAN JASA INDUSTRI BALAI STANDARDISASI DAN PELAYANAN JASA INDUSTRI MEDAN Jl. Sisingamangaraja No.24, Telp. (061) 7867495, 7363471 Fax. (061) 7362800 e-mail: bind_medan@kemenperin.go.id	
	Dok.No. : F-LP-014/3-1-02/22	

SERTIFIKAT HASIL UJI

Certificate of Analysis

Nomor Sertifikat <i>Certificate No.</i>	: 0951/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026	Kepada Yth. <i>To</i>
Nomor Pengujian <i>Testing No.</i>	: PI-0206	SANDHI DWI
No. Surat Permohonan Pengujian <i>Testing Request No.</i>	: 0372/BSKJI/BSPJI-Medan/LP/VI/2026	PRIHASETYO/UMSU/TEKNIK
Halaman <i>Page</i>	: 1 dari 2 <i>of</i>	SIPIL/NIM. 2207210117
		Jl. Kapten Muchtar Basri No. 3, Glugur Darat 11, Kampus UMSU

IDENTITAS CONTOH	
<i>Identity of Sample</i>	
Nama / Jenis Contoh <i>Sample Name / Type</i>	: Semen
Etiket / Merk <i>Trademark / Brand</i>	:  Kementerian Perindustrian REPUBLIK INDONESIA
Kode Sampel <i>Sample Code</i>	: Titik 12
Lembaga Pengambil Contoh <i>Sampling Institution</i>	: Diantar Langsung
Prosedur Pengambilan Contoh <i>Sampling Procedure</i>	:
Keterangan Contoh <i>Description of Sample</i>	: Tidak Disegel
Tanggal Sampel Diterima <i>Date of Sample Received</i>	: 02 Juni 2026
Tanggal Pengujian <i>Date of Testing</i>	: 02 Juni 2026
Hasil Pengujian <i>Result of Analysis</i>	: Terlampir <i>attached</i>

Sertifikat ini hanya berlaku terhadap contoh tersebut diatas
This Certificate relate only to sample that been analyzed
 Sertifikat hasil uji hanya bisa diproduksi ulang secara keseluruhan dan dengan persetujuan LP – BSPJI MEDAN
Certificate of analysis shall only be reproduced entirely and with approval from LP – BSPJI Medan

Nomor Sertifikat : 0951/BSKJ/BSPI-Medan/MS-P/VI/2026
Certificate Number

Halaman : 2 dari 2
Page : 2 of 2

Validasi
Validity

HASIL UJI
THE TEST RESULT

No	Parameter	Unit	Hasil Uji	Metode Uji
1	Besi (Fe)	%	6,69	AAS

Medan, 12 Juni 2026
Deputi Koordinator Teknis Laboratorium Pengujian
Deputy Technical Coordinator of Testing Laboratory



Sri Chastawati
NIP. 197012311993032008

Titik III

	BADAN STANDARDISASI DAN KEBIJAKAN JASA INDUSTRI BALAI STANDARDISASI DAN PELAYANAN JASA INDUSTRI MEDAN Jl. Sisingamangaraja No.24, Telp. (061) 7867495, 7363471 Fax. (061) 7362800 e-mail: bind_medan@kemper.go.id	
Dok.No. : F-LP-014/5-1-02/22		
SERTIFIKAT HASIL UJI <i>Certificate of Analysis</i>		
Nomor Sertifikat <i>Certificate No.</i>	: 0952/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026	Kepada Yth. <i>To</i>
Nomor Pengujian <i>Testing No.</i>	: PI-0207	SANDHI DWI PRIHASETYO/UMSU/TEKNIK SIPIL/NIM. 2207210117 Jl. Kapten Muchtar Basri No. 3, Glugur Darat 11, Kampus UMSU
No. Surat Permohonan Pengujian <i>Testing Request No.</i>	: 0372/BSKJI/BSPJI-Medan/LP/VI/2026	
Halaman <i>Page</i>	: 1 dari 2 <i>of</i>	
 IDENTITAS CONTOH <i>Identity of Sample</i>		
Nama / Jenis Contoh <i>Sample Name / Type</i>	: Sedimen	 Kementerian Perindustrian REPUBLIK INDONESIA
Etiket / Merk <i>Trademark / Brand</i>	:	
Kode Sampel <i>Sample Code</i>	: Titik 20	
Lembaga Pengambil Contoh <i>Sampling Institution</i>	: Diantar Langsung	
Prosedur Pengambilan Contoh <i>Sampling Procedure</i>	:	
Keterangan Contoh <i>Description of Sample</i>	: Tidak Disegel	
Tanggal Sampel Diterima <i>Date of Sample Received</i>	: 02 Juni 2026	
Tanggal Pengujian <i>Date of Testing</i>	: 02 Juni 2026	
Hasil Pengujian <i>Result of Analysis</i>	: Terlampir <i>attached</i>	
Sertifikat ini hanya berlaku terhadap contoh tersebut diatas This Certificate relate only to sample that been analyzed Sertifikat hasil uji hanya bisa diproduksi ulang secara keseluruhan dan dengan persetujuan LP – BSPJI MEDAN Certificate of analysis shall only be reproduced entirely and with approval from LP – BSPJI Medan		

Nomor Sertifikat : 0952/BSKJI/BSPJI-Medan/MS-P/VI/2026
Certificate Number

Halaman : 2 dari 2
Page : 2 of 2

Validasi
Validity

HASIL UJI
THE TEST RESULT

No	Parameter	Unit	Hasil Uji	Metode Uji
1	Besi (Fe)	%	1,71	AAS

Medan, 12 Juni 2026
Deputi Koordinator Teknis Laboratorium Pengujian
Deputy Technical Coordinator of Testing Laboratory



Sts Chusnawati
NIS 197012311993032008

Contoh Sampel Yang Siap Diuji

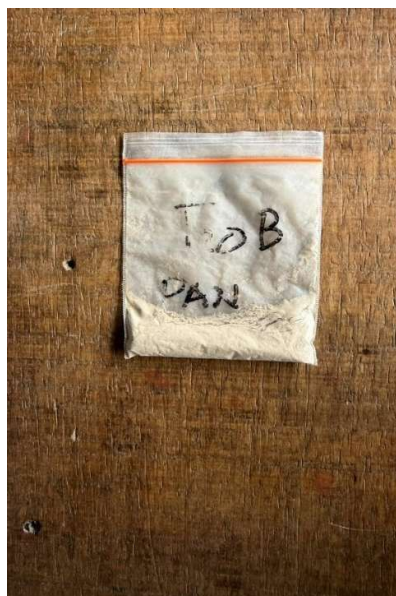
Gambar contoh sampel yang siap uji di lab.



Sampel titik I



Sampel titik II



Sampel titik III

Peta Lokasi Tingkat Kadar Fe dari yang Tertinggi Sampai yang Terendah

Gambar peta lokasi tingkat persentase kadar (Fe).

