

PREPARATOR SULFAT UNTUK ANALISIS OKSIGEN-18

Alip, Djiono, Neneng L. Ritonga
Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi

ABSTRAK

PREPARATOR SULFAT UNTUK ANALISIS OKSIGEN-18. Telah dilakukan preparasi gas CO_2 dari $BaSO_4$ menggunakan preparator sulfat (*Sulphate Preparation Line*). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa alat preparator sulfat bekerja cukup baik dengan recovery gas CO_2 rata-rata adalah 79,04 % terhadap standar $BaSO_4$ R-2998.

ABSTRACT

SULFATE PREPARATION LINE FOR OXYGEN-18 ANALYSIS. CO_2 gas preparation from Barium Sulfate has been conducted using sulfate preparation line. The result shows that Sulfate Preparation Line is working well with the average recovery of CO_2 gas is 79.04 % of $BaSO_4$ standard R-2998.

PENDAHULUAN

Di alam semesta terdapat senyawa-senyawa kimia seperti halnya sulfat dan air yang berlimpah. Senyawa kimia tersebut sangat bermanfaat terutama digunakan untuk maksud-maksud penelitian. Salah satu penelitian yang memanfaatkan keberadaan senyawa tersebut adalah penentuan suhu suatu sumber dan asal-usul fluida panasbumi serta sebagai "finger print" polusi lingkungan.

Penentuan suhu panasbumi dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu antara lain dengan cara geokimia dan gas dari manifestasi yang ada. Namun cara geokimia maupun gas ini terdapat beberapa kendala antara lain terjadinya proses pencampuran fluida dengan air permukaan atau air hujan. Dengan demikian hasil yang diperoleh masih belum seperti yang diharapkan. Untuk itu metode alternatif sangat diperlukan agar dapat mengisi kekurangan/kelemahan yang ada. Salah satu metode tersebut adalah geotermometer isotop SO_4-H_2O . Metode ini dapat pula memberikan informasi tentang asal-usul SO_4 dalam fluida panasbumi. Penelitian terbaru menggunakan senyawa SO_4 lingkungan dapat memberikan informasi tentang *finger print polusi*. Analisisnya didasarkan atas pengukuran isotop Oksigen-18 atau ^{34}S yang terkandung dalam sampel dengan terlebih dahulu dilakukan *treatment* menjadi $BaSO_4$.

Dalam makalah ini akan dibahas mengenai alat preparator sulfat untuk pengukuran isotop Oksigen-18 menggunakan spektrometer massa. Karena spektrometer massa hanya dapat mengukur Oksigen-18 dalam bentuk gas maka senyawa sulfat dari sampel yang akan diukur harus diubah terlebih dahulu menjadi gas CO_2 . Alat untuk merubah sampel sulfat menjadi gas CO_2 tersebut adalah preparator sulfat atau *Sulphate Preparation Line*.

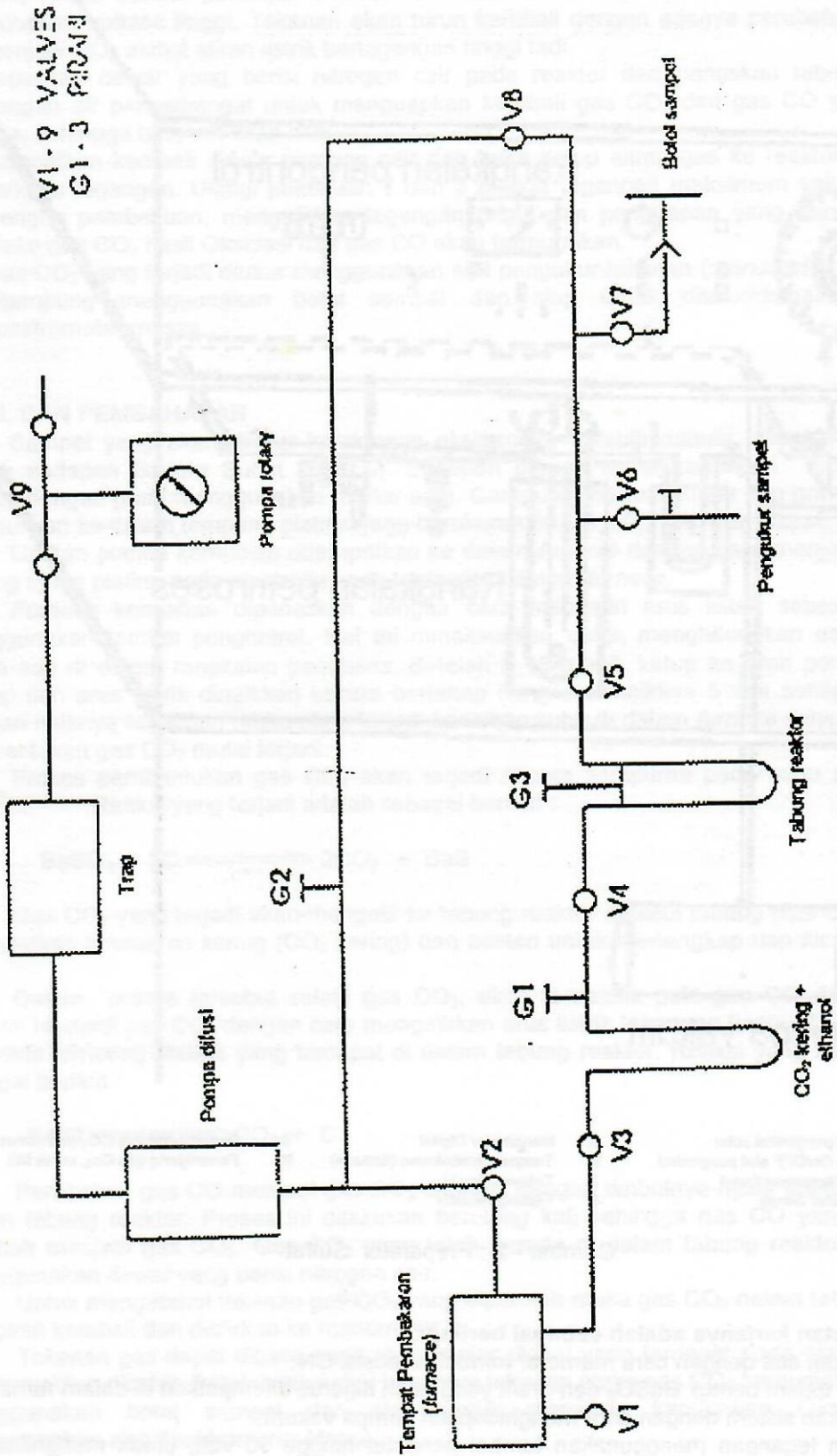
BAHAN DAN METODE

Bahan yang diperlukan adalah sebagai berikut :

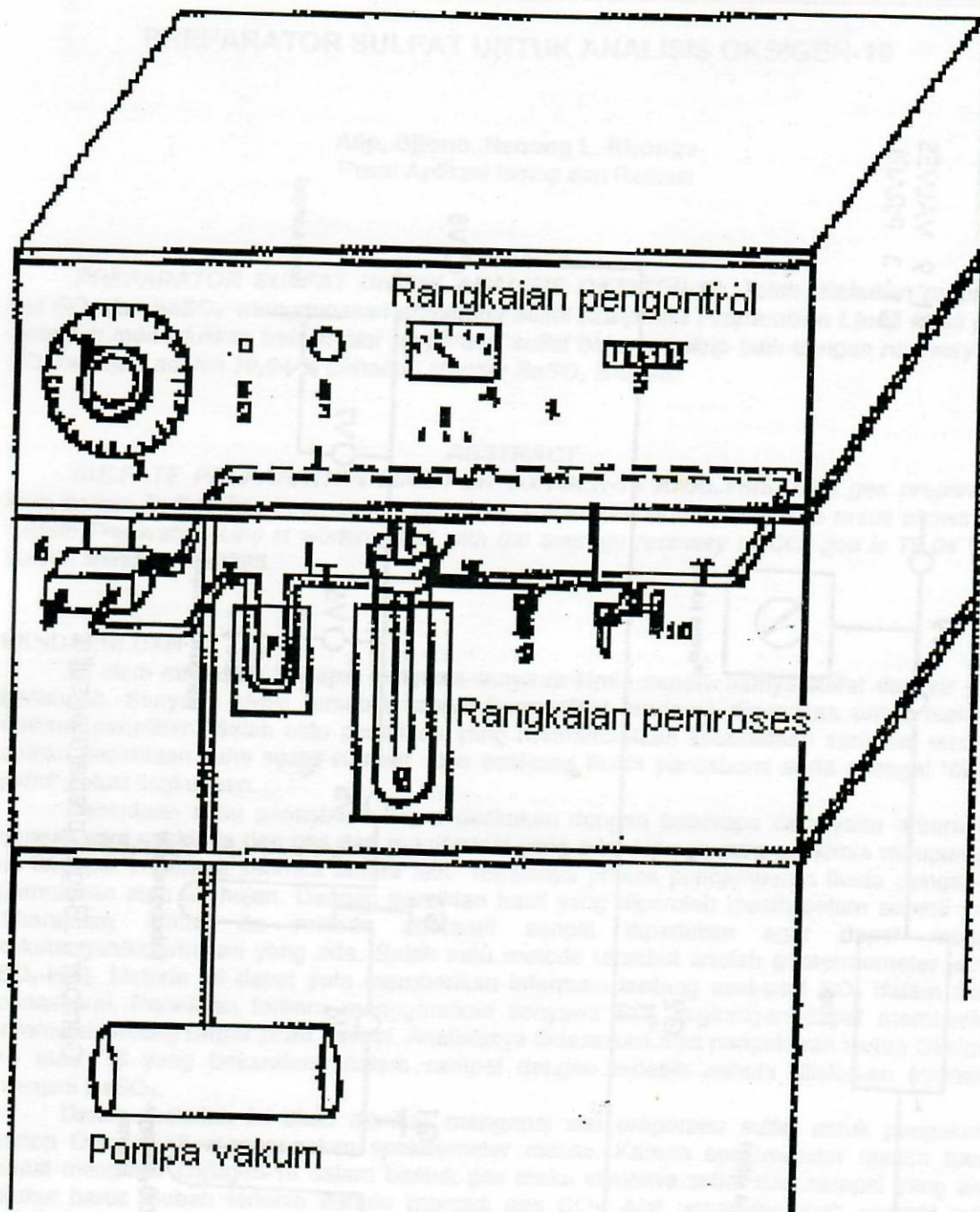
- Preparator sulfat (*Sulphate Preparation Line*), Spektrometer Massa, Timbangan Digital, Platina Foil, Mortar Agat, Dewar, Grafit, Nitrogen cair, CO_2 kering, Aceton.

Metode

Bagan preparator sulfat atau *Sulphate Preparation Line* dapat dilihat pada Gambar-1 sedangkan rangkaian secara keseluruhan dapat dilihat pada Gambar-2. Bagian-bagian penting dari alat tersebut adalah rangkaian pengontrol, pompa vakum, tempat pembakaran (*furnace*), tabung reaktor gas CO_2 dan pengumpul gas CO_2 .



Gambar 1. Bagan preparator sulfat



Keterangan

- | | | |
|----------------------------------|---|--|
| 1. Tombol pengontrol suhu | 5. Manometer Digital | 9. Penampung gas CO ₂ (manometer) |
| 2. Tombol On/OFF alat pengontrol | 6. Tempat pembakaran (<i>furnace</i>) | 10. Penampung gas Co ₂ , untuk MS |
| 3. Tombol tegangan tinggi | 7. Tabung Pipa U | |
| 4. Manometer Jarum | 8. Tabung Reaktor | |

Gambar - 2 : Preparator Sulfat

Proses/urutan kerjanya adalah sebagai berikut :

1. Hidupkan alat dengan cara memutar tombol ke posisi ON.
2. Contoh dalam bentuk BaSO₄ dan grafit yang telah digerus ditempatkan di dalam *furnace*.
3. Vakumkan sistem dengan cara menghidupkan pompa vakum.
4. Naikkan tegangan menggunakan tombol pengatur hingga 60 volt, untuk menghilangkan uap air yang ada.
5. Tempatkan *dewar* yang berisi CO₂ kering dan acetone pada tabung pipa U untuk menjebak uap air yang masih ada.

6. Setelah ± 15 menit, tempatkan *dewar* yang berisi nitrogen cair pada tabung reaktor dan tutup katup ke arah pompa vakum.
7. Naikkan tegangan secara bertahap dengan 5 volt setiap 10 menit hingga mencapai 100 volt. Amati kontrol penunjuk tekanan dan bila sudah menunjukkan 10 Pa atau lebih, hidupkan voltase tinggi. Tekanan akan turun kembali dengan adanya perubahan gas CO menjadi CO₂ akibat aliran listrik bertegangan tinggi tadi.
8. Lepaskan *dewar* yang berisi nitrogen cair pada reaktor dan panaskan tabung reaktor dengan air panas/hangat untuk menguapkan kembali gas CO₂ dan gas CO yang masih ada, sehingga tekanan akan naik.
9. Tempatkan kembali *dewar* nitrogen cair dan buka katup aliran gas ke reaktor kemudian naikkan tegangan. Ulangi pekerjaan 7 dan 8 hingga tegangan maksimum yaitu 120 volt. Dengan pembekuan, mengalirkan tegangan tinggi dan penguapan yang berulang-ulang maka gas CO₂ hasil Oksidasi dari gas CO akan termurnikan.
10. Gas CO₂ yang terjadi diukur menggunakan alat pengukur tekanan (*manometer*), kemudian ditampung menggunakan botol sampel dan siap untuk diukur/dianalisis dengan spektrometer massa.

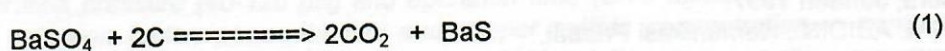
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel yang akan diukur kandungan oksigennya terlebih dahulu *diekstrak* ke dalam bentuk endapan Barium Sulfat (BaSO₄). Endapan barium sulfat kemudian dicampur dan digerus dengan grafit menggunakan mortar agat. Campuran Barium Sulfat dan grafit kemudian dimasukkan ke dalam lempeng platina yang berukuran 60 x 6 x 0.1 mm dan dilipat.

Lipatan platina kemudian ditempatkan ke dalam *furnace* dengan cara menjepit masing-masing ujung platina pada elektroda yang terdapat di dalam *furnace*.

Furnace kemudian dipanaskan dengan cara mengalir arus listrik sebesar 60 volt menggunakan tombol pengontrol. Hal ini dimaksudkan untuk menghilangkan uap air yang masih ada di dalam rangkaian pemroses. Setelah ± 15 menit, katup ke arah pompa vakum ditutup dan arus listrik dinaikkan secara bertahap dengan kenaikan 5 volt setiap 10 menit. Dengan naiknya tegangan maka akan terjadi kenaikan suhu di dalam *furnace* sehingga proses pembentukan gas CO₂ mulai terjadi.

Proses pembentukan gas CO₂ akan terjadi secara sempurna pada suhu antara 900-1050°C. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Gas CO₂ yang terjadi akan mengalir ke tabung reaktor melalui tabung pipa U yang telah ditempatkan larutan es kering (CO₂ kering) dan acetone untuk menangkap uap air yang masih ada.

Dalam proses tersebut selain gas CO₂, akan terbentuk pula gas CO dan ini dapat dirubah menjadi gas CO₂ dengan cara mengalirkan arus listrik tegangan tinggi (2.5 kv) melalui elektroda lempeng platina yang terdapat di dalam tabung reaktor. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Perubahan gas CO menjadi gas CO₂ ditandai dengan timbulnya nyala putih kebiruan di dalam tabung reaktor. Proses ini dilakukan berulang kali sehingga gas CO yang ada akan berubah menjadi gas CO₂. Gas CO₂ yang telah berada di dalam tabung reaktor dibekukan menggunakan *dewar* yang berisi nitrogen cair.

Untuk mengetahui tekanan gas CO₂ yang diperoleh maka gas CO₂ dalam tabung reaktor diuapkan kembali dan dialirkan ke manometer.

Tekanan gas dapat dibaca pada manometer digital yang terdapat pada alat pengontrol dan kemudian dicatat. Setelah diketahui besarnya tekanan maka gas CO₂ kemudian ditampung menggunakan botol sampel dan siap untuk dianalisis kandungan Oksigen-18-nya menggunakan alat Spektrometer Massa.

Nilai Oksigen-18 dalam CO₂ yang terukur pada alat spektrometer massa adalah sebanding dengan kandungan oksigen-18 dalam senyawa sulfat dan dinyatakan dalam satuan per mill (‰) terhadap suatu standar.

Salah satu contoh hasil *recovery* gas CO₂ yang diperoleh terhadap standar BaSO₄ R-2998 dapat dilihat pada Tabel-1. Tabel tersebut menunjukkan bahwa hasil *recovery* gas CO₂ yang diperoleh adalah 79.04 %. Nilai tersebut menunjukkan masih adanya sejumlah gas CO₂ yang terperangkap dalam tabung sistem pemroses.

Tabel-1. Hasil *recovery* gas CO₂ yang di dapat dari Standar BaSO₄ R-2998.

No	Berat BaSO ₄ (mgr)	Berat Grafit (mgr)	Tekanan CO ₂ (mbar)	Recovery gas CO ₂ (%)
1	15.0	30	470	82.76
2	15.0	30	412.1	72.56
3	14.9	30	494.8	87.71
4	15.0	30	439.0	77.49
5	15.2	30	510.1	88.64
6	14.9	30	501.7	88.90
7	15.1	30	466.6	81.80
8	15.2	30	384.2	66.89
9	15.0	30	430.5	75.95
10	15.1	30	386.4	67.72

KESIMPULAN

1. Alat preparator sulfat bekerja cukup baik untuk menghasilkan gas CO₂ dari BaSO₄.
2. Hasil *recovery* gas CO₂ adalah 79.04 % dari standar BaSO₄ R-2998.

DAFTAR PUSTAKA

1. CORTECCI,G., Oxygen isotopic ratios of sulfate ions - water pairs as a possible geothermometer, *Geothermics* 3. 60-64 (1974).
2. COSTECCI,G., and LOGINELLI,A., Oxygen isotope measurements of sulfate ions separated from diluted solutions. *Earth Planet. Sci Lett.*4, 325-327 (1968).
3. EVARISTA RISTIN,P.I.,ZAINAL ABIDIN DAN DJIONO., Metode Ekstraksi gas Karbon Dioksida dari Senyawa sulfat untuk pengukuran ratio isotop oksigen. Makalah Seminar Apisora, Januari 1997.
4. ZAINAL ABIDIN., Komunikasi Pribadi.