

PENENTUAN KANDUNGAN UNSUR-UNSUR DALAM LIMBAH INDUSTRI DENGAN ANALISIS AKTIVASI NEUTRON INSTRUMENTAL

Edison, Sihombing, Sri Wardani, Sutisna, Rohidi, Adel Fisli

ABSTRAK

PENENTUAN KANDUNGAN UNSUR-UNSUR DALAM LIMBAH INDUSTRI DENGAN ANALISIS AKTIVASI NEUTRON INSTRUMENTAL. Analisis Pengaktifan Neutron merupakan salah satu metode analisis unsur secara kualitatif dan kuantitatif dalam cuplikan berdasarkan karakteristik radiasi gamma yang dipancarkan radionuklida hasil pengaktifan dari suatu reaktor nuklir. Aktivasi neutron ini diakibatkan oleh adanya transformasi inti. Proses terjadinya transformasi ini dilakukan melalui iradiasi sehingga terjadi perubahan struktur inti atom setelah bereaksi dengan neutron. Karakteristik radiasi yang dipancarkan setiap radionuklida merupakan sifat khusus radionuklida tersebut dan berbeda untuk setiap nuklida. Telah digunakan APN untuk menganalisis beberapa limbah industri tekstil dan kosmetik. Unsur-unsur yang terkandung dalam limbah tekstil adalah Na, Al, Cl, Ar, Mn, Br, Ag, Sb, Au, Cr, Nb, Cs, I, Ce dan unsur-unsur yang terkandung dalam limbah kosmetik adalah Na, Al, Cl, Ar, Mn, Ce, Ca, Br, Nb, Rh, Sb, Au, I.

ABSTRACT

DETERMINATION OF THE ELEMENT'S CONTENT IN THE INDUSTRIAL WASTE BY NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS. Neutron activation analysis is one of the analysis methodes which is determined qualitatively and quantitatively by characteristic of the gamma radiation of the samples. Radiation characteristic of the radionuclides is specific and differ from each others. This method has been already used for analyzing some kind of textile and cosmetic industrial waste. The results showed that the textile waste contained the elements of Na, Al, Cl, Ar, Mn, Br, Ag, Sb, Au, Cr, Nb, Cs, I, Ce, while the cosmetic waste contained of Na, Al, Cl, Ar, Mn, Ce, Ca, Br, Nb, Rh, Sb, Au, I.

PENDAHULUAN

Pengukuran kandungan unsur dalam material secara kuantitatif dan kualitatif sangat menuntut metoda yang canggih dan alat ukur yang baik. Kondisi ini diperlukan mengingat unsur yang diukur dalam skala kecil.

Metode Aktivasi Neutron adalah salah satu metode analisis kandungan unsur dengan skala pikogram pada berbagai unsur. Metode ini didasarkan pada karakteristik radiasi sinar gamma yang spesifik terhadap unsur radioaktif penyebabnya, kondisi radioaktif ini dibuat dengan penembakan neutron agar terjadi reaksi inti

Neutron yang ditembakkan akan memasuki inti tanpa dipengaruhi medan listrik Coulomb pada inti atom. Hal ini terjadi karena neutron tidak bermuatan. Neutron yang

bertumbukan dengan inti akan bereaksi sehingga menghasilkan isotop-isotop yang tidak stabil, untuk mencapai kondisi stabilnya isotop akan memancarkan radiasi sinar α , β , γ dan atau proton dengan karakteristik yang spesifik terhadap inti penyebabnya.

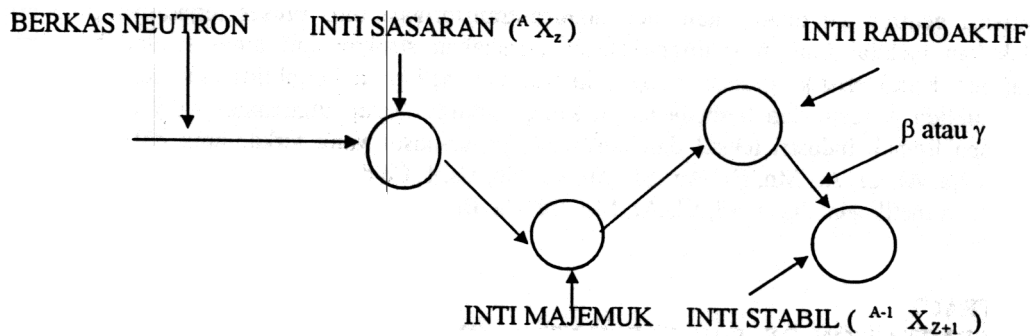
TEORI ANALISIS PENGAKTIFAN NEUTRON

Analisis pengaktifan neutron merupakan salah satu metode analisis unsur secara kualitatif dan kuantitatif dalam cuplikan berdasarkan karakteristik radiasi gamma yang dipancarkan radionuklida hasil pengaktifan dari suatu reaktor nuklir. Aktivasi neutron ini diakibatkan oleh adanya transformasi inti. Proses transformasinya dilakukan melalui iradiasi sehingga terjadi perubahan struktur inti atom

dengan neutron. Karakteristik radiasi yang dipancarkan setiap radionuklida merupakan sifat khusus radionuklida tersebut dan berbeda dengan radionuklida lain.

Secara fisika, fenomena analisis pengaktifan neutron bergantung pada sifat-sifat inti, radioaktifitas dan interaksi dengan materi.

Sebagai contoh, pada proses transformasi inti untuk reaksi (n,γ) dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Transformasi inti pada reaksi (n,γ)

Interaksi neutron dengan inti sasaran akan menghasilkan inti majemuk yang berumur sangat singkat (antara 10^{-16} - 10^{-14} s) dan segera berubah menjadi inti radioaktif dengan memancarkan radiasi sinar gamma serentak (prompt gamma). Selanjutnya inti radioaktif tersebut akan berubah menjadi inti stabil dengan memancarkan radiasi beta negatif dan gamma kasip. Karakteristik radiasi sinar gamma kasip inilah yang diukur untuk dapat memperoleh gambaran tentang sifat-sifat peluruhannya. Laju peluruhan inti hasil pengaktifan ($\frac{dN_2}{dt}$) dinyatakan dengan persamaan :

$$\frac{dn_2}{dt} = \Phi N_1 \tau_{a1} (\lambda \lambda + \Phi \tau_{a2}) N_2$$

Dimana ϕ = fluks neutron (neutron/cm²det)

N_1 = kerapatan inti sasaran (inti/cm³)

N_2 = kerapatan inti baru (inti/cm³)

λ_2 = konstanta peluruhan inti baru

τ_{a1} = luas penampang lintang serapan mikroskopis inti sasaran (barn)

τ_{a2} = luas penampang lintang serapan mikroskopis inti baru (barn)

TATA KERJA

Tata kerja dalam penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu :

1. Penyiapan cuplikan

Cuplikan yang akan dianalisis diambil dari pabrik tekstil dan pabrik kosmetik di daerah Jabotabek. Cuplikan ini terdiri dari dua jenis yaitu limbah yang belum diolah dan limbah yang telah diolah oleh pabrik yang bersangkutan. Setelah limbah ini diambil lalu dikeringkan di PSSM untuk siap dimasukkan ke kapsul.

2. Kapsul

Setelah persiapan selesai, maka cuplikan ditempatkan dalam kapsul dan siap untuk

Teknik Iradiasi

Untuk mengetahui semua unsur yang terkandung di dalam cuplikan maka dilakukan waktu iradiasi yang berbeda-beda. Penentuan kondisi iradiasi optimal didasarkan pada :

- pembatasan terhadap gangguan yang ditimbulkan oleh operasi reaktor, seperti waktu maksimal yang diperbolehkan untuk pelaksanaan iradiasi dan stabilitas reaktor
- lama iradiasi
- waktu paroh radionuklida yang diamati.

Teknik pencacahan

Pada proses ini, lama waktu tunggu dan waktu cacah didasarkan pada waktu paroh radionuklida yang akan diamati. Jika waktu paroh pendek, maka waktu tunggu dan waktu cacahnya juga pendek serta berlaku sebaliknya jika waktu parohnya panjang. Penentuan jarak pencacahan optimal, yaitu dimana jumlah pulsa yang tercatat oleh detektor memiliki waktu mati dan kesalahan statistik yang kecil didasarkan pada aktivitas total dari cuplikan.

Kalibrasi Detektor

Detektor perlu dikalibrasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Ada 3 macam kalibrasi yang akan dilakukan dalam penelitian ini, yaitu kalibrasi energi, FWHM (Full Width Half Maximum) dan efisiensi mutlak untuk berbagai jarak pengukuran.

Untuk memperoleh kondisi pencacahan optimal, maka digunakan sumber radiasi standart

campuran yang terdiri dari $^{56}\text{Ba}_{133}$, $^{55}\text{Cs}_{137}$ dan $^{27}\text{Co}_{60}$ yang memiliki energi gamma bervariasi

Efisiensi Detektor

Efisiensi detektor adalah ukuran yang menghubungkan antara pulsa yang dihasilkan detektor jika diberikan sumber radiasi gamma dengan aktivitas tertentu. Untuk keperluan analisis unsur, yang sering digunakan adalah efisiensi mutlak, yaitu nisbah cacah sinyal pulsa yang diberikan detektor terhadap aktivitas mutlak sumber.

Daya Pisah Detektor

Daya pisah detektor (detektor resolution) didefinisikan sebagai kemampuan detektor untuk memisahkan 2 atau lebih energi gamma yang berdekatan. Ukurannya dinyatakan dalam FWHM serta merupakan fungsi dari energi gamma dan jarak pencacahan. Semakin kecil FWHM, semakin tinggi daya pisahnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN**Analisis kualitatif**

Spektrum gamma yang dihasilkan masing-masing cuplikan setelah mengalami aktivasi neutron melalui iradiasi pada reaktor nuklir di Pusat Reaktor Serba Guna, dianalisis dengan menggunakan software Accuspec. Hasil analisis Accuspec pada berbagai kondisi pencacahan selanjutnya menunjukkan puncak-puncak energi beberapa unsur sebagai berikut (tabel 1) :

Tabel 1

Jenis Cuplikan	Kandungan Unsur yang teridentifikasi
Tekstil Kotor	Na, Al, Cl, Ar, Mn, Br, Ag, Sb, Au, Cr, Nb, Cs, Sc, Rb, I, Ce
Tekstil Bersih	Na, Al, Cl, Ar, Mn, Ca, Br, Sb, I, Cr, Nb, Cs, Sc, Rb, Ag, Fr
Kosmetik Kotor	Na, Al, Cl, Ar, Mn, Ce, Ca, Br, Nb, Rh, Sb, Au, I, Cs
Kosmetik Bersih	Na, Al, Cl, Ar, Mn, Br, Sb, Ca, Cr, Zn, Nb, I, Cs, Rb, Sr, Au

Data unsur yang teridentifikasi diperoleh tidak secara serentak akan tetapi melalui pendinginan selama 17 hari. Hal ini dilakukan karena aktivitas suatu unsur yang tinggi akan menutupi level energi unsur lainnya sehingga tidak dapat teridentifikasi, seperti terlihat pada Gambar 2.

Spektrum energi gamma diambil setelah mengalami pendinginan selama 3 menit dan 10 hari. Pada pendinginan selama 3 menit spektrum gamma didominasi oleh aktivitas unsur Natrium, sehingga unsur lain terpendam, walaupun aktivitas menggunakan skala logaritmik akan tetapi karena Natrium mempunyai waktu paroh yang pendek yaitu 14,9 jam maka setelah pendinginan aktivitasnya menurun sehingga aktivitas unsur lain dapat teridentifikasi. Seperti terlihat pada Gambar 3, fenomena ini menunjukkan bahwa analisis kandungan unsur dengan metode aktivasi neutron walaupun dapat menentukan unsur secara kualitatif secara serempak akan tetapi masih memerlukan perlakuan terhadap cuplikan untuk tujuan efektifitas kerja.

Dalam hal menentukan apakah terdapat unsur tertentu pada suatu cuplikan, misalnya mengandung unsur Na, maka waktu iradiasi cukup 30 detik, akan tetapi bila ingin meneliti apakah ada unsur lain misalnya Co maka waktu iradiasi harus lebih lama. Hubungan lamanya

iradiasi ini ditentukan oleh waktu paroh dan penampang lintang nuklida yang bersangkutan.

Untuk mengidentifikasi kandungan unsur secara serempak pada cuplikan perlu dilakukan secara periodik sehingga jenis unsur dengan aktivitas rendah akan muncul sebagai puncak-puncak energi yang dapat dianalisis. Hal ini penting untuk membuat cuplikan standar sebelum kandungan unsur secara kuantitatif.

Analisis kuantitatif

Untuk menentukan kadar suatu unsur dalam cuplikan dapat ditentukan dengan menggunakan metoda relatif, dalam hal ini parameter yang berpengaruh meliputi :

- aktivitas awal cuplikan
- aktivitas awal standart
- massa standart

Dalam penelitian ini tidak semua unsur yang terkandung di dalam cuplikan bisa dianalisis secara kuantitatif berhubung karena keterbatasan cuplikan standart. Standart yang tersedia hanya 6 unsur, oleh karena itu yang bisa dilakukan analisis secara kuantitatif adalah 6 unsur. Sebagai contoh akan ditentukan kandungan unsur Sb dalam cuplikan limbah tekstile kotor dengan data sebagai berikut :

- t iradiasi : mulai tgl 11 November 1997 pukul 12.05
- selesai tgl 11 November 1997 pukul 12.35

Pencacahan : mulai tgl 27 November 1997
pukul 8.36
akhir tgl 27 November 1997 pukul 9.05
aktivitas cuplikan = 13,97 cps
aktivitas standart = 14,61 cps
massa cuplikan = 1,5 gram
massa standart = 2,0 gram
waktu paroh Sb = 3.888 menit.
fraksi massa standart = $2.101 \times 10^{-9} \mu\text{g/g}$

$$= 13,97 e^{(0,693/3.888 \times 22.801)}$$

$$= 2,678 \times 10^{-9} \mu\text{g/g}$$

Penentuan masa cuplikan dalam bentuk fraksi
massa setiap gram cuplikan :

$$\frac{M_c}{M_s} = \frac{A_{oc}}{A_{os}}$$

$$= 827/867 \times 2,101 \times 10^{-9} \times 2,0/1,5$$

$$= 2,678 \times 10^{-9} \mu\text{g/g}$$

Dari data-data di atas dilakukan perhitungan
sebagai berikut :

Lamanya pendinginan = t akhir pencacahan - t
akhir iradiasi = 22.801 menit.

Penentuan aktivitas awal cuplikan :

$$A_0 = A_c e^{(0,693/T_{1/2})t}$$

Data selengkapnya mengenai
kandungan unsur yang teridentifikasi dari
masing-masing cuplikan limbah dapat dilihat
dalam Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan unsur masing-masing limbah

No	Jenis Limbah	Jenis Unsur	Tingkat energi keV	Kandungan $\mu\text{g/g}$ cuplikan
1	Tekstil kotor basah	Sb	546	2,67836E-09
		Na	1368	9,64008E-08
		Al	1778	1,10639E-08
		Mn	846	5,96624E-08
		Na	1368	3,0218E-05
		Mn	846	1,16691E-07
2	Tekstil kotor kering	Sb	564	3,71459E-12
		Na	1368	2,1835E-10
		Al	1778	1,78348E-09
		Mn	846	4,8915E-10
		Na	1368	7,72899E-08
		Mn	846	3,81656E-10
3	Tekstil kotor basah	Sb	564	3,32313E-09
		Na	1368	1,32922E-05
		Al	1778	1,05113E-14
		Mn	846	9,01047E-08
		Na	1368	3,835E-05
		Mn	846	1,69728E-07
4	Tekstil bersih kering	Sb	564	6,62344E-13
		Ag	657	2,42022E-12
		Ag	884	2,51664E-12
		Na	1368	2,95859E-07
		Al	1778	3,13638E-11
		Mn	846	1,95452E-09
		Na	1368	2,81837E-07
		Mn	846	1,57011E-09
5	Kosmetik kotor basah	Sb	564	1,36483E-09
		Na	1368	6,66014E-06
		Mn	846	2,06947E-08
		Na	1368	7,38134E-06
		Mn	846	2,04651E-08

6	Kosmetik kotor kering	Sb	564	1,15913E-12
		Na	1368	5,8556E-08
		Al	1778	4,17267E-09
		Mn	846	1,9943E-10
		Na	1368	5,80291E-10
		Mn	846	1,53437E-10
7	Kosmetik bersih kering	Sb	564	3,64537E-09
		Na	1368	6,68108E-06
		Al	1778	1,98546E-08
		Mn	846	3,38098E-08
8	Kosmetik bersih kering	Sb	564	5,39629E-12
		Ag	657	3,8487E-12

KESIMPULAN

Telah dilakukan penelitian terhadap beberapa limbah industri yang berasal dari beberapa pabrik yang ada di kawasan Jabotabek dengan menggunakan metode AANI secara kualitatif dan kuantitatif dan hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1 dan Tabel 2. Dalam penelitian ini tidak semua unsur yang terkandung dalam limbah dapat dianalisis secara kuantitatif karena keterbatasan cuplikan standart.

DAFTAR PUSTAKA

1. C.E. Crouthamel. Applied Gamma Ray Spectrometry (1995)
2. Shogo Suzuki, Shoji Hirai, Radioisotopes (1985)
3. Hoffman, C.D. Handbook of Chemistry and Physics. The chemical Rubber Publishing Co.Ohio, 1962

Lampiran 1

Spesifikasi Data Piranti Pencacahan Yang Digunakan

Rangkaian piranti pencacahan yang digunakan membentuk satu sistem spektroskopi gamma. Dalam penelitian ini piranti pencacahan tersebut terdiri dari detektor HPGe, sumber tegangan tinggi, penguat awal, penguat, kartu PCA 11, komputer dan perangkat lunak Gamma Trac.

Spesifikasi data dari peralatan tersebut di atas adalah sebagai berikut :

Detektor HPGe

- Model = CPVDS30-23190
- Merek = Tennelec
- Efisiensi relatif = 23 %
- 122 keV FWHM = 925 eV
- 1,33 MeV FWHM = 1,95
- Nisbah puncak/Compton = 50 : 1

Sumber Tegangan Tinggi

- Model = TC-950
- Merek = Tennelec
- Keluaran tegangan = 0-5 kV dan 0-500 V
- Keluaran arus = 0 - 100 mA
- Derau dan ripple = 10 mV pada 5 Hz - 50 Mhz
- Polaritas = Positif dan Negatif
- Ketidakteilitian (Inaccuracy) = ± 1 % skala penuh

Penguat Awal

- Model = TC 174
- Merek = Tennelec
- Kepekaan (sensitivity) mV/MeV Si = 44
mV/Pasangan ion = 0,16
V/pc = 1,0
- Energi maksimum > 200 MeV (Si)
- Impedansi Masukan = 500 Ohm
- Polaritas = Positif dan Negatif
- Ketidaklinieran (Nonlinearity) :
Shaping Time 2 ms = 0,05 % untuk 0-10 V =
0,02 % untuk 0 - 7 V
- Kapasitas Masukan = 10 kpF

Penguat

- Model = TC-244
- Merek = Tennelec
- Penguatan (Gain) = 2,5 - 3000
Ketidaklinieran (Nonlinearity) = $\pm 0,04$ %
pada keluaran 0 - 10 V dengan waktu puncak 4 μ s.
- Temperatur Operasi = 0 - 500 ° Celcius
- Derau = 4,5 mV rms pada penguatan

1000 X = 4,0 mVrms pada penguatan
100 X

- Koreksi Waktu Hidup = 0 - 10 % pada puncak ^{60}Co
- Pileup Inspector time = 250 ns
- Pole Zero = Fine dan Coarse
- Waktu Puncak (Peaking time) = 0,5 - 0,75-2-3-8-12 μs
- Shapping time (X 1 dan 2) = 0,25-0,375-1-1,5-4-6 μs

Kartu PCA 11

- Memori = 8192 saluran memori akuisis
- Kap. memori = 1677,215 cacah/saluran
- ADC = 8192 saluran, 100 Mhz Clock

PERTANYAAN

Penanya Yan Bony Marsahala

Pertanyaan ::

Untuk mendapatkan sampel limbah industri ingin kami tanyakan beberapa perusahaan yang tidak bersedia memberikan sampel dan apa alasannya? Dan apakah anda benar-benar pergi ke perusahaan- perusahaan yang dimaksud?

Jawaban :

Kami mencari limbah ke Bogor, Tangerang dan Kawasan Industri Pulo Gadung dan apabila Bapak ingin mengetahui apakah
(TULISAN KURANG JELAS)

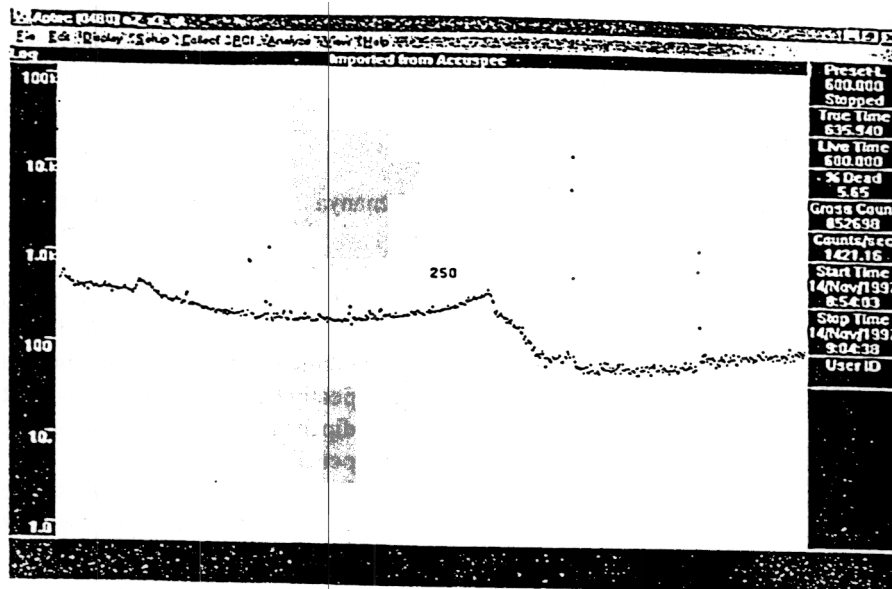
Penanya Naek Nababan

Pertanyaan ::

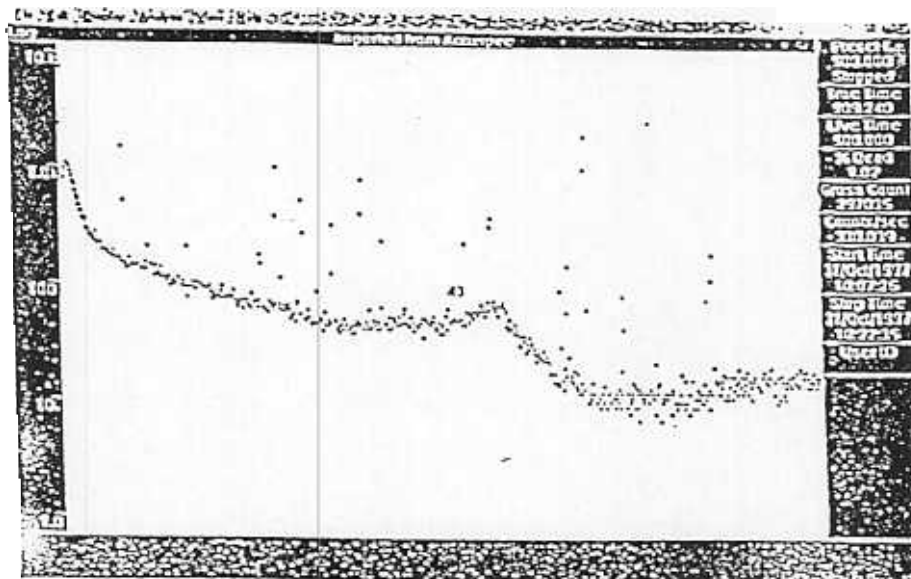
1. Perlu ditampilkan dalam makalah tentang instrumen-instrumen peralatan lain yang digunakan dan kalibrasi peralatan. Hal ini penting karena hasil penelitian sangat dipengaruhi oleh faktor-faktor peralatan penelitian.
2. Perlu ditunjukkan kejelasan bahwa hasil yang diperoleh diyakini betul dengan alasan ilmiah.

Jawaban :

1. Sudah termasuk dalam makalah lengkap.
2. Bisa dilihat pada makalah



Gambar 2. Spektrum Energi Gamma pada Pendinginan 3 menit



Gambar 3. Spektrum Energi Gamma pada Pendinginan 10 hari