

**RISALAH PERTEMUAN ILMIAH
PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN
APLIKASI ISOTOP DAN RADIASI
1996/1997
Jakarta, 18 - 19 Februari 1997**

BUKU 1

**PROSES RADIASI DAN
GEOHIDROLOGI**

**BADAN TENAGA ATOM NASIONAL
PUSAT APLIKASI ISOTOP DAN RADIASI**

JL. CINERE PASAR JUMAT KOTAK POS 7002 JKSKL JAKARTA 12070, INDONESIA
TEL. 7690709 - KAWAT/CABLE: JUMATOM - TELEX 47113 CAIRCA IA FAX. 7691607

Penyunting : KPTP PAIR

1. Ir. Munsiah Maha
2. Ir. F. Sundardi
3. Dr. Ir. Moch. Ismachin
4. Ir. Elsjie L. Sisworo, MS
5. Ir. Wandowo
6. Drs. Made Sumatra, MS
7. Dr. Ir. Mugiono
8. Dr. Yanti Sabarinah Soebiyanto
9. Dra. C. Hendratno

Ketua merangkap Anggota
Wakil Ketua merangkap Anggota
Anggota
Anggota
Anggota
Anggota
Anggota
Anggota
Anggota

Perpustakaan Nasional : Katalog Dalam Terbitan (KDT)

PERTEMUAN ILMIAH PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN APLIKASI ISOTOP DAN RADIASI (1996 : JAKARTA), Risalah pertemuan ilmiah penelitian dan pengembangan aplikasi isotop dan radiasi, Jakarta, 18 - 19 Februari 1997 / Penyunting, Munsiah Maha (*et al.*) -- Jakarta : Badan Tenaga Atom Nasional, Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, 1997.
3 jil. ; 30 cm

Isi Jil. 1. Proses radiasi dan geohidrologi
2. Pertanian
3. Peternakan, Biologi, dan Kimia

ISBN 979-95390-0-5 (no. jil. lengkap)

ISBN 979-95390-1-3 (jil. 1)

ISBN 979-95390-2-1 (jil. 2)

ISBN 979-95390-3-x (jil. 3)

1. Isotop - Kongres I. Judul II. Maha, Munsiah

541.388

Alamat : Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi
Jl. Cinere Pasar Jumat
Kotak Pos 7002 JKSKL
Jakarta 12070

DAFTAR ISI

Pengantar	i
Daftar Isi	iii
Laporan Ketua Panitia Pertemuan Ilmiah	v
Sambutan Direktur Jenderal Badan Tenaga Atom Nasional	vii

MAKALAH UNDANGAN

Peluang dan tantangan bioteknologi tanaman Nasional menjelang abad 21 G.A. WATTIMENA	1
Upaya pengamanan bendungan dengan kemungkinan aplikasi teknologi isotop A. HAFIED A. GANY	15

MAKALAH PESERTA

Status dan prospek Litbang proses radiasi di PAIR-BATAN RAHAYUNINGSIH CHOSDU	19
Sifat fisik dan mekanik campuran akrilat-vinil eter yang diiradiasi berkas elektron SUGIARTO DANU dan TAKASHI SASAKI	23
Kopolimerisasi tempel monomer N-butil akrilat dan metil metakrilat pada kulit kras sapi dengan radiasi berkas elektron KADARIJAH, MADE SUMARTI, MARGA UTAMA, dan DWI WAHINI	33
Pengaruh radiasi berkas elektron dan antioksidan terhadap sifat fisik film polietilen ISNI MARLIJANTI, ANIK SUNARNI, MIRZAN T. RAZZAK, dan GATOT T.M.R.	39
Sifat fisik dan mekanik film kopolimer karet alam stirena iradiasi setelah didaur ulang MARSONGKO dan MARGA UTAMA	45
Kadar sisa NBA dalam lateks karet alam vulkanisasi radiasi HERWINARNI SOEKARNO	53
Studi pembuatan karet remah dari lateks alam iradiasi dan kopolimernya secara kimia MARGA UTAMA, SITI BUNDARI, dan H. SOESARSONO WIJANDI	63
Pengaruh radiasi berkas elektron terhadap sifat fisika campuran LDPE-karet alam SUDRADJAT ISKANDAR, FUMIO YOSHII, dan KEIZO MAKUUCHI	71
Evaluasi lateks alam iradiasi untuk produksi kondom skala pabrik YANTI S. SABARINAH, MARGA UTAMA, dan SASTRAVIQAYA	85
Kemungkinan pemakaian kopolimer lateks karet alam stiren untuk sarung tangan listrik MADE SUMARTI, MARGA UTAMA dan SRI SUSILAWATI	91
Pengaruh kadar monomer dan ekstender dalam kopolimerisasi lateks karet alam stirene terhadap keteguhan rekat kayu lapis tusam (<i>Pinus merkusit</i>) ADI SANTOSO dan MARGA UTAMA	97
Pelapisan permukaan kayu jeungjing (<i>Paraserianthes falcaria</i> (L) Nielsen) menggunakan resin akrilat dengan radiasi ultra violet GATOT SUHARIYONO, SUGIARTO DANU, DARSONO, DAN MONDJO	101

PENGANTAR

Sebagaimana pertemuan ilmiah sebelumnya, Pertemuan Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi (APISORA) ke-9 yang diselenggarakan oleh Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, Badan Tenaga Atom Nasional pada tanggal 18 - 19 Februari 1997 bertujuan untuk menyebarluaskan informasi dan hasil penelitian yang berkaitan dengan aplikasi teknik nuklir dalam bidang Proses Radiasi, Geohidrologi, Pertanian, Peternakan, Biologi, dan Kimia. Dengan demikian, ilmu pengetahuan dan teknologi yang telah dikembangkan dalam bidang ini dapat diketahui dan dimanfaatkan oleh pihak-pihak terkait untuk kepentingan masyarakat pada umumnya.

Pertemuan ilmiah kali ini dihadiri oleh 148 orang peserta yang terdiri dari para ilmuwan, dan peneliti, serta wakil-wakil dari berbagai instansi pemerintah, BUMN, dan swasta.

Dalam pertemuan ilmiah ini dibahas dua makalah utama yang dibawakan oleh pejabat senior, yaitu tentang Peluang dan tantangan bioteknologi tanaman nasional menjelang abad 21, dan Upaya pengamanan bendungan dengan kemungkinan aplikasi teknologi isotop. Selanjutnya, dibahas sebanyak 65 makalah hasil penelitian yang dibagi dalam tiga kelompok dan dipresentasikan secara paralel.

Penerbitan risalah pertemuan ilmiah ini diharapkan dapat menambah sumber informasi dan ilmu pengetahuan yang berkaitan dengan teknik nuklir bagi pihak yang membutuhkan untuk menunjang keberhasilan pembangunan di masa mendatang.

Penyunting,

PENGANTAR

Sebagaimana pertemuan ilmiah sebelumnya, Pertemuan Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi (APIORA) ke-9 yang diselenggarakan oleh Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, Badan Tenaga Atom Nasional pada tanggal 18 - 19 Februari 1997 bertujuan untuk menyebarkan informasi dan hasil penelitian yang berkaitan dengan aplikasi teknik nuklir dalam bidang Proses Radiasi, Geohidrologi, Pertanian, Perikanan, Biologi, dan Kimia. Dengan demikian, ilmu pengetahuan dan teknologi yang telah dikembangkan dalam bidang ini dapat diketahui dan dimanfaatkan oleh pihak-pihak terkait untuk kepentingan masyarakat pada umumnya.

Pertemuan ilmiah kali ini dihadiri oleh 148 orang peserta yang terdiri dari para ilmuwan dan peneliti, serta wakil-wakil dari berbagai instansi pemerintahan, BUMN, dan swasta.

Dalam pertemuan ilmiah ini dibahas dua makalah utama yang disampaikan oleh pejabat senior, yaitu tentang Polung dan tantangan bioteknologi tanaman nasional menjelang abad 21, dan Upaya pengamanan bendungan dengan kemungkinan aplikasi teknologi isotop. Selanjutnya, dibahas sebanyak 65 makalah hasil penelitian yang dibagi dalam tiga kelompok dan dipresentasikan secara paralel.

Penelitian risalah pertemuan ilmiah ini diharapkan dapat menambah sumber informasi dan ilmu pengetahuan yang berkaitan dengan teknik nuklir bagi pihak yang membutuhkan untuk menunjang keberhasilan pembangunan di masa mendatang.

Penyunting,

METODE EKSTRAKSI GAS KARBON DIOKSIDA DARI SENYAWA SULFAT UNTUK PENGUKURAN RASIO ISOTOP OKSIGEN

Evarista Ristin P.I., Zainal Abidin, dan Djijono

Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, BATAN

ABSTRAK

METODE EKSTRAKSI GAS KARBON DIOKSIDA DARI SENYAWA SULFAT UNTUK PENGUKURAN RASIO ISOTOP OKSIGEN. Metode reduksi dengan grafit pada temperatur tinggi (900-1050°C) telah digunakan untuk menghasilkan gas karbon dioksida (CO₂) dari senyawa sulfat untuk keperluan studi rasio isotop oksigen. Reaksi ini juga menghasilkan sedikit gas karbon monoksida (CO) di samping gas CO₂. Dengan mengalirkan arus listrik tegangan tinggi maka CO akan dioksidasi menjadi CO₂. Persentase *recovery* gas CO₂ dari standar IAEA BaSO₄ R-2998 dalam penelitian ini adalah 79,04 ± 7,85 % dengan nilai δ¹⁸O sebesar + 11,086 ± 2,825 ‰ SMOW, dan faktor koreksi alat *sulphate preparation line* yang digunakan adalah 0,98324.

ABSTRACT

A METHOD FOR EXTRACTION OF CARBON DIOXIDE GAS FROM SULPHATES FOR OXYGEN RATIO MEASUREMENT. A reduction method by graphite at high temperature (900-1050°C) has been used for recovering carbon dioxide gas (CO₂) from sulphates for oxygen isotope ratio studies in sulphates. The majority yield of this reaction is CO₂ gas, but a small percentage of carbon monoxide gas (CO) is also present. By the use of a high voltage electrical discharge this gas can be oxidized to CO₂ gas. In this experiment, the recovery percentage of CO₂ gas from BaSO₄ R-2998 IAEA standard is 79.04 ± 7.85 %, and the value of δ¹⁸O is + 11,086 ± 2,825 ‰ SMOW. The equipment correction factor of sulphate preparation line used is 0,98324.

PENDAHULUAN

Oksigen terdapat melimpah di setiap elemen bumi, baik berupa senyawa cair, gas maupun padat. Oksigen mempunyai isotop stabil, yaitu : ¹⁶O, ¹⁷O dan ¹⁸O dengan kelimpahan berturut-turut sebagai berikut : 99,763, 0,0375, dan 0,1995 %. Karena kelimpahan dan perbedaan massa yang cukup besar antara isotop ¹⁸O dan ¹⁶O maka variasi rasio isotop ¹⁸O/¹⁶O dapat ditentukan.

Senyawa oksigen mempunyai sifat stabil secara termal pada interval suhu yang cukup lebar, sehingga banyak dipelajari dalam geokimia isotop. Rasio isotop ¹⁸O/¹⁶O bersama-sama dengan ³⁴S/³²S dari senyawa sulfur dapat memberikan informasi tentang sumber (asal-usul) senyawa tersebut, proses geokimia yang terjadi dan faktor lingkungan yang mempengaruhinya. Karena nilai δ³⁴S dan ¹⁸O sangat spesifik maka kedua isotop tersebut dalam senyawa sulfur dapat digunakan untuk studi geotermometer, sumber dan migrasi minyak atau air tanah, polusi lingkungan dan lain-lain. Dalam kondisi pengoksidasi, sulfat merupakan senyawa sulfur yang dominan. Sebaliknya dalam kondisi pereduksi, sulfida sebagai gas H₂S atau HS⁻ adalah senyawa sulfur yang dominan.

Senyawa sulfat di alam umumnya terlarut dalam air, baik air tanah, air permukaan (termasuk air laut) atau air meteorik (air hujan). Senyawa sulfat itu berasal dari berbagai sumber seperti batuan, sedimen, buangan industri, pupuk dan lain-lain. Untuk pengukuran rasio isotop ¹⁸O/¹⁶O dari senyawa sulfat dengan spektrometer massa,

diperlukan proses *pretreatment* yakni contoh diendapkan sebagai BaSO₄ kemudian direduksi dengan grafit pada suhu tinggi (900-1050°C) untuk menghasilkan gas karbon dioksida (CO₂). Gas CO₂ yang dihasilkan kemudian dianalisis dengan spektrometer massa. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Gas karbon monoksida (CO) yang terbentuk dioksidasi menjadi gas karbon dioksida dengan mengalirkan arus listrik tegangan tinggi (2,5 KV) melalui 2 elektroda lempeng platina. Reaksi kesetimbangan yang terjadi sebagai berikut :



Keunggulan metode ini adalah BaS yang terbentuk dapat digunakan untuk studi isotop sulfur sebagai gas SO₂ dari senyawa sulfat.

Di laboratorium Hidrologi PAIR, penelitian tentang senyawa sulfat untuk penentuan rasio isotop oksigen dengan spektrometer massa baru dimulai tahun 1992 setelah dipasang alat *sulphate preparation line* untuk memproses reaksi reduksi sulfat menjadi gas CO₂. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui persentase perolehan kembali (*recovery*) reaksi pada alat *sulphate preparation line* dan standarisasi alat tersebut dengan menggunakan standar barium sulfat dari IAEA R-2998 yang telah diketahui nilai δ¹⁸O (‰)-nya.

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan ialah : standar BaSO₄ R-2998 dari IAEA, grafit *high grade*, nitrogen cair, *dry ice*-aseton dan lempeng platina.

Alat yang digunakan ialah : sulphate preparation line, spektrometer massa SIRA 9, alat timbang dan agatate mortar.

Tata Kerja. Bagan kerja alat ekstraksi gas CO₂ dari sampel sulfat (sulphate preparation line) tertera pada Gambar 1. Bagian penting dari alat ini adalah tanur tempat pembakaran (*furnace*), pemvakuman tinggi, pemisahan gas-gas pengotor, pengoksidasian gas CO menjadi CO₂, pengumpulan gas CO₂ untuk analisis spektrometer massa. Penelitian ini dilakukan dengan 10 kali ulangan terhadap sampel standar BaSO₄ R-2998. Urutan kerja sebagai berikut :

1. Alat divakumkan hingga nol Pa.
2. 20 mg sampel BaSO₄ dan 40 mg grafit ditumbuk halus kemudian ditempatkan dalam lempeng platina pada tanur.
3. Tegangan dinaikkan hingga 60 volt untuk menghilangkan uap air dan gas-gas pengotor. Kontaminan ini akan diendapkan dalam penjebak I yang tercelup dalam campuran pendingin *dry ice*-aseton.
4. Setelah 15 menit, dewar berisi nitrogen cair ditempatkan pada reaktor (penjebak II).
5. Tegangan dinaikkan secara bertahap (setiap kenaikan 5 volt selama 10 menit) hingga 100 volt. Bila penunjuk tekanan berada pada 10 Pa, tegangan tinggi dihidupkan. Perubahan gas CO menjadi gas CO₂ ditandai dengan timbulnya nyala putih kebiruan (gas CO). Gas CO₂ yang telah terbentuk akan dibekukan pada suhu nitrogen cair.
6. Bila nyala telah padam, dewar nitrogen cair dilepaskan dan reaktor dipanaskan (akan terdapat kenaikan tekanan). Hal ini dimaksudkan untuk menguapkan kembali gas CO₂ dan gas CO yang masih ada.
7. Dewar nitrogen cair ditempatkan kembali (buka katup aliran gas ke reaktor), lalu tegangan dinaikkan. Pengerjaan 5 dan 6 diulangi hingga kenaikan tegangan maksimum 120 volt. Dengan pembekuan, aliran tegangan tinggi dan penguapan berulang-ulang, maka gas CO₂ hasil oksidasi dari gas CO akan termurnikan.
8. Gas CO₂ yang telah terkumpul dialirkan ke dalam tabung manometer yang tercelup dalam nitrogen cair (tekanannya dicatat).
9. Gas CO₂ dialirkan ke dalam botol sampel yang tercelup dalam nitrogen cair dan siap untuk analisis dalam spektrometer massa.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran kelimpahan isotop oksigen dinyatakan dengan perbandingan konsentrasi isotop ¹⁸O terhadap ¹⁶O yang didefinisikan dengan nilai ¹⁸O (delta value) dalam satuan per mill (‰).

$$^{18}\text{O}(\text{‰}) = \frac{^{18}\text{O}/^{16}\text{O}_{\text{sampel}} - ^{18}\text{O}/^{16}\text{O}_{\text{standar}}}{^{18}\text{O}/^{16}\text{O}_{\text{standar}}} \times 1000$$

Standar yang digunakan adalah dalam bentuk gas karbon dioksida yang dilepaskan dari reaksi PDB (Peedee Balemnit) Chicago Limestone Standard dengan H₃PO₄ 100 %.

Untuk keperluan interpretasi, umumnya hasil yang diperoleh dikonversikan terhadap air yang disebut *Standard Mean Ocean Water* (SMOW) sebagai berikut :

$$\delta^{18}\text{O}_{\text{sampel SMOW}} = 1,04143 [\delta^{18}\text{O}_{\text{sampel PDB}}] + 41,43 \text{ ‰}$$

Tabel 1 memperlihatkan data nilai ¹⁸O dari 10 kali ulangan terhadap standar IAEA BaSO₄ R-2998. Dari data tersebut diperoleh rata-rata nilai ¹⁸O adalah -29,137 ± 2,825 ‰ terhadap standar PDB atau +11,086 ± 2,285 ‰ terhadap standar SMOW. Standar deviasi sebesar 2,825 ‰ adalah relatif besar. Nilai ini dapat diantisipasi dengan lebih mengenali baik teknik maupun pengembangan alat. Bila standar BaSO₄ R-2998 menurut IAEA adalah +10,9 ‰ maka faktor koreksi alat sulphate preparation line yang dipakai dalam penelitian ini adalah 0,98324 (dari 10,9/11,086). Nilai ini dipakai sebagai faktor pengali nilai sampel BaSO₄ dari lapangan.

Tabel 1. Nilai ¹⁸O standar BaSO₄ R-2998

No.	¹⁸ O (‰) PDB	¹⁸ O (‰) SMOW
1.	-26,96	+13,35
2.	-25,87	+14,49
3.	-26,25	+14,09
4.	-27,81	+12,47
5.	-26,87	+13,45
6.	-29,08	+11,15
7.	-29,27	+10,95
8.	-33,85	+6,18
9.	-31,84	+8,27
10.	-33,57	+6,47

Persentase *recovery* gas CO₂ dari reaksi reduksi BaSO₄ dan grafit dihitung menggunakan hukum gas ideal :

$$\frac{P_1 V_1}{T_1} = \frac{P_2 V_2}{T_2}$$

(di mana P = tekanan, V = volume, T = suhu, 1 dan 2 adalah kondisi awal dan akhir) dan alat sulphate preparation line yang digunakan mempunyai volume (V₂) tabung manometer 5,586 ml. Sedangkan stokiometri persamaan reaksi reduksi tersebut adalah 1 mol CO₂ = 2 mol BaSO₄. Sehingga diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{tekanan sesungguhnya}}{w \text{ BaSO}_4 \times 0,1276 \times T_2} \times 100$$

di mana : tekanan sesungguhnya = tekanan gas CO₂ yang tertera pada pengukur tekanan (mbar).

W BaSO₄ = berat BaSO₄ (mg)

T₂ = suhu kamar (K)

Tabel 2 memperlihatkan hasil uji *recovery* gas CO₂ dari standar BaSO₄ R-2998 berdasarkan perhitungan di atas. Dari Tabel 2 diperoleh persentase *recovery* gas CO₂ rata-rata adalah 79,04 ± 7,85 %. Nilai ini menunjukkan ada sejumlah gas CO₂ yang hilang atau ada sebagian gas CO yang tidak dioksidasi menjadi gas CO₂, atau reaksi reduksi dengan grafit tidak sempurna. Untuk mengetahui penyebab kekurangan ini dapat dilakukan dengan beberapa kali pengamatan dengan beberapa variabel, misalnya waktu dan suhu reaksi reduksi atau perbandingan berat grafit dan sampel BaSO₄ diperbesar (grafit berlebih). Hal ini belum

Tabel 2. Persentase *recovery* gas CO₂ dari standar BaSO₄ R-2998

No.	Berat BaSO ₄ (mg)	Berat grafit (mg)	Tekanan gas CO ₂ (mbar)	Persentase gas CO ₂ (%)
1.	15,0	30	470,0	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

dapat dikerjakan karena keterbatasan jumlah standar BaSO₄ R-2998. Hal yang ditekankan dalam pengukuran nilai δ ¹⁸O dalam gas CO₂ ialah apakah tekanan yang dihasilkan sudah mencukupi untuk analisis dengan alat spektrometer massa.

KESIMPULAN

1. Standar IAEA BaSO₄ dapat direduksi oleh grafit secara kuantitatif dan menghasilkan gas CO₂ rata-rata 79,04 ± 7,85 %.
2. Nilai δ ¹⁸O standar IAEA BaSO₄ R-2998 adalah +11,086 ± 2,825 o/oo SMOW dan faktor koreksi alat sulphate preparation line adalah 0,98324.

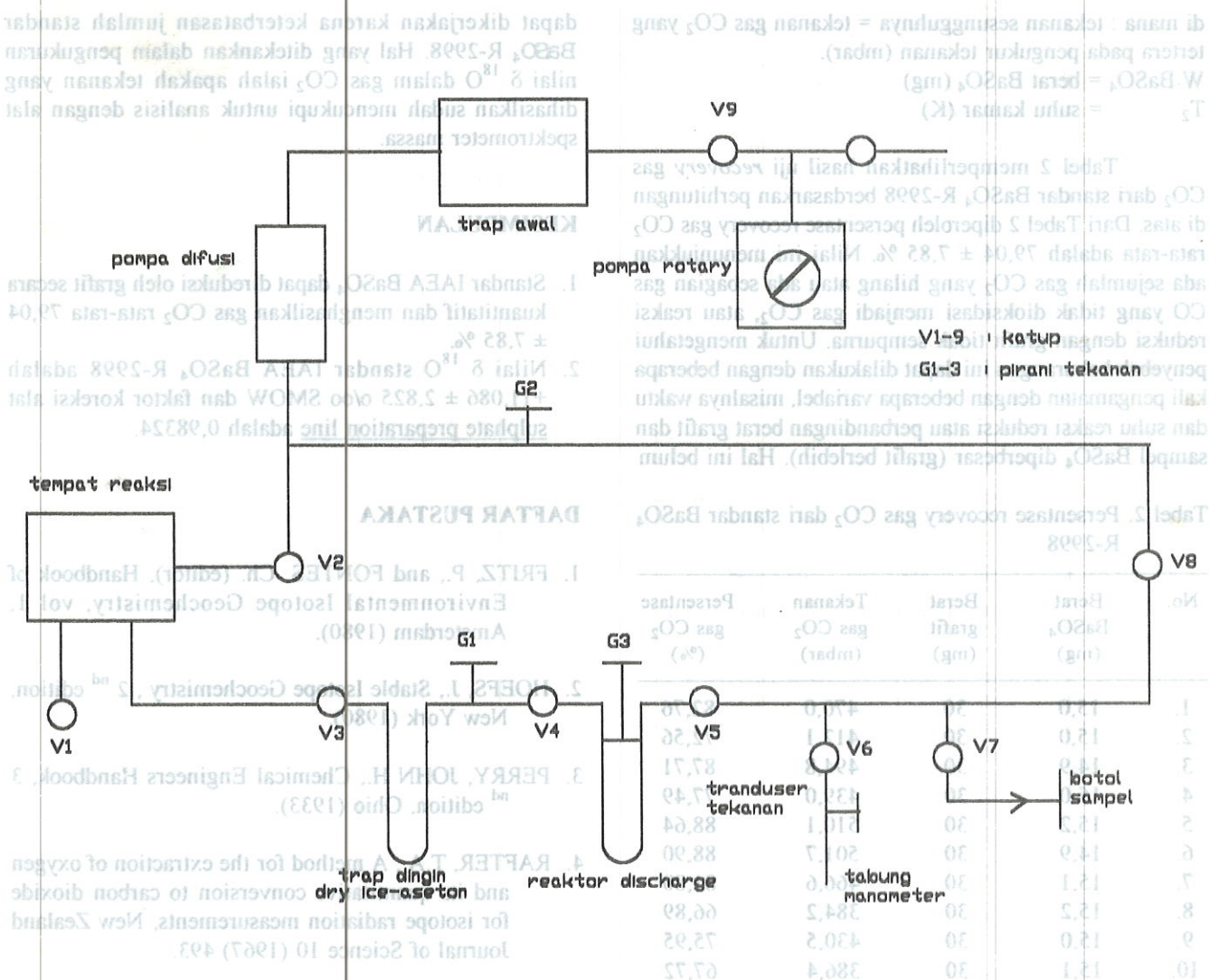
DAFTAR PUSTAKA

1. FRITZ, P., and FONTES, Ch. (editor), Handbook of Environmental Isotope Geochemistry, vol 1, Amsterdam (1980).
2. HOEFS, J., Stable Isotope Geochemistry , 2nd edition, New York (1980).
3. PERRY, JOHN H., Chemical Engineers Handbook, 3rd edition, Ohio (1933).
4. RAFTER, T. A., A method for the extraction of oxygen and its quantitative conversion to carbon dioxide for isotope radiation measurements, New Zealand Journal of Science 10 (1967) 493.

DISKUSI

EVARISTA RISTIN P.I.

SUBRADJAT ISKANDAR



Gambar 1. Bagan alat "sulphate preparation line"

DISKUSI

SUDRADJAT ISKANDAR

Apa aplikasi dari hasil penelitian Anda di lapangan ?

EVARISTA RISTIN P.I.

Aplikasi di lapangan, yaitu setelah diketahui faktor koreksi alat "Sulpahar Prapation Line" dapat digunakan untuk faktor pengkali untuk contoh BaSO_4 . Di mana faktor ini penting untuk mendekati yang sebenarnya (berlaku seragam walaupun dianalisis di laboratorium lain).