

PENENTUAN UNSUR KELUMIT UMUR PARO PANJANG DALAM CUPLIKAN LINGKUNGAN DENGAN METODE APN

Sri Wardani, Amir Hamzah, Putut H. S.,
Saleh Hartaman, Rohidi, Jaka Iman

ABSTRAK

PENENTUAN UNSUR KELUMIT UMUR PARO PANJANG DALAM CUPLIKAN LINGKUNGAN DENGAN METODE APN. Untuk evaluasi presisi dan akurasi metode Analisis Pengaktifan Neutron (APN) dan kalibrasi peralatan yang digunakan dalam penelitian dilakukan analisis cuplikan standar referensi dari NIES-Jepang untuk cuplikan udara partikulat CRM No.8. Dari hasil analisis cuplikan CRM No.8 memberikan hasil analisis dengan presisi dan akurasi yang baik, pada deviasi 0,3%-11,4 % dibandingkan nilai analisis dari sertifikat NIES. Hasil analisis ini menunjukkan bahwa metode APN dan peralatan yang digunakan di PRSG cukup andal dan layak untuk analisis berbagai cuplikan lingkungan. Pada penelitian ini juga dilakukan analisis secara kualitatif dan kuantitatif banyak unsur logam berumur paro panjang yang terkandung dalam cuplikan lingkungan sedimen dan air sungai Babon Semarang dengan metode APN. Dari hasil analisis kualitatif cuplikan lingkungan dapat ditentukan banyak unsur, antara lain: La, Sc, Fe, Co, Na, Cr, K, Yb, Eu, Lu, Ce, I, Pa, Cs, Ru, Sm, Hg, As, Mn, Br, Zn, dan Ti. Dan untuk analisis kuantitatif dapat ditentukan konsentrasi dari beberapa unsur logam berbahaya, yaitu: Cr, Co, Fe, Sb, Hg, As, Sc dan La.

ABSTRACT

DETERMINATION OF LONG-LIVED TRACE ELEMENTS IN ENVIRONMENTAL SAMPLES BY NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS. For evaluation of precision and accuracy of neutron activation analysis method (NAA), and also for calibration of used equipment of this research program performed by analysis a reference standard material of CRM-NIES No.8 of a Vehicle Exhaust Particulate. The resulted analysis of CRM-NIES No.8 sample obtained in a good precision and accuracy, in deviation of 0,3-11,4% compared with NIES-certified values. By this results shown that the method and equipment of PRSG facilities capable to analysis of some kinds of environmental samples. In this research performed in qualitatively and quantitatively analysis of multi elements of long-lived elements in a water and sediment samples of Babon river at Semarang by NAA method. The result of qualitatively analysis were determined multi elements, namely: La, Sc, Fe, Co, Na, Cr, K, Yb, Eu, Lu, Ce, I, Pa, Cs, Ru, Sm, Hg, As, Mn, Br, Zn, and Ti. And the results of quantitatively analysis were determined concentration of few hazard metal elements, namely: Cr, Co, Fe, Sb, Hg, As, Sc and La.

PENDAHULUAN

Metode analisis pengaktifan neutron (APN) merupakan salah satu teknik analisis dengan teknologi tinggi

memanfaatkan fasilitas reaktor nuklir dan dapat diaplikasikan di berbagai bidang ilmu pengetahuan, antara lain: bidang lingkungan, biologi, kedokteran, industri dan geologi. Untuk bidang lingkungan, teknik analisis ini dapat

diaplikasikan dengan berbagai maksud dan tujuan, antara lain:

1. Sebagai metode analisis pencemaran lingkungan. Pada analisis cuplikan lingkungan dapat ditentukan konsentrasi/berat berbagai unsur kelumit secara serentak yang terkandung sebagai polutan dalam berbagai jenis cuplikan lingkungan. Cuplikan lingkungan yang dianalisis dapat berbentuk padat, cair dan gas.
2. Sebagai metode analisis untuk tujuan evaluasi akurasi dan presisi metode, serta kalibrasi peralatan dengan cara menganalisis cuplikan standar referensi lingkungan. Cuplikan standar referensi yang digunakan antara lain: *Standard Reference Material (SRM)* dari NBS, *Certified Reference Material (CRM)* dari NIES, dan lain-lain.

Metode APN adalah salah satu metode analisis yang mempunyai kepekaan (sensitivitas) tinggi dan relatif sangat baik. Metode APN mampu menganalisis banyak unsur kelumit dalam suatu cuplikan dalam satu kali pengukuran sampai pada orde ppm (1×10^{-6}) atau pada unsur-unsur tertentu pada orde ppb (1×10^{-9}) dan mampu menganalisis unsur kelumit (*trace elements*) suatu cuplikan secara multi unsur (40-52 unsur) dalam satu kali pengukuran.

METODOLOGI

Jenis unsur yang harus diperhatikan dalam studi lingkungan.

Pada analisis pencemaran lingkungan, banyak jenis unsur sebagai polutan yang harus diperhatikan sesuai dengan kriteria analisis polusi lingkungan. Kriteria analisis tersebut

dibagi dalam 3 skala prioritas, seperti ditunjukkan dalam Tabel 1⁽²⁾.

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa kriteria analisis lingkungan dibagi berdasarkan 3 kategori, yaitu:

a). *Berdasar Prioritas* yang dibagi dalam 3 kriteria, antara lain: prioritas pertama, prioritas kedua dan prioritas ketiga.

b). *Berdasar interest* yang dibagi dalam 3 kriteria, antara lain: *Environmental interest*, *interest as an indicator elements*, dan *toxicology interest*.

c). *Berdasar pada Badan Sertifikasi Nasional*, antara lain: *berdasar pada NBS-US* dan *berdasar pada NIES-Jepang*

Pada penelitian ini, untuk analisis unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan lingkungan dengan metode APN dilakukan dalam 2 kategori analisis, yaitu:

Analisis kualitatif.

Pada analisis kualitatif dilakukan analisis/identifikasi jenis unsur-unsur berumur paro panjang yang terkandung dalam cuplikan CRM-NIES No8, sedimen dan air sungai Babon di Semarang dengan metode APN. Beberapa tahap persiapan awal sebagai berikut:

Untuk cuplikan CRM No.8 tanpa melalui perlakuan awal langsung ditimbang dan dimasukkan ke dalam kantong polietilen rangkap yang di seal kedua sisinya, dengan berat cuplikan 100 - 300 mg.

1. Untuk cuplikan sedimen dan air sungai diambil pada 3 titik pengambilan cuplikan di sungai Babon di Semarang. Kemudian

cuplikan sedimen dan air sungai tersebut dilakukan perlakuan awal dengan mengeringkan cuplikan dalam oven pada suhu $< 80^{\circ}\text{C}$ sampai kering dan timbangan tetap. Masing-masing cuplikan ditimbang dan dimasukkan dalam kantung polietilen rangkap yang diséal kedua sisinya dengan berat cuplikan 50-150 mg.

Ketiga cuplikan diiradiasi secara simultan dengan neutron termal pada posisi sistim rabbit selama 30-60 menit. Setelah mengalami waktu pendinginan yang sesuai, masing-masing cuplikan dianalisis dengan metode spektrometri sinar- γ menggunakan detektor HPGe dengan lama pencacahan 1 - 15 jam.

Analisis kuantitatif.

Pada analisis kuantitatif dengan metode APN dilakukan dengan metode perbandingan, (komparatif) antara spektrum cuplikan dan standar dari unsur yang akan dianalisis. Untuk analisis kuantitatif ini, persiapan awal cuplikan CRM No.8, sedimen dan air sungai adalah sama dengan persiapan awal pada analisis kualitatif. Akan tetapi untuk persiapan awal bahan standar sedikit berbeda. Cuplikan standar dibungkus dalam kantung polietilen rangkap yang diberi medium kertas saring yang telah dicuci dan diséal kedua sisinya. Pada analisis kuantitatif ketiga jenis cuplikan dan bahan standar diiradiasi secara bersama-sama/simultan dengan neutron termal di sistim rabbit selama 30-60 menit. Setelah mengalami pendinginan selama periode waktu yang sesuai, selanjutnya masing-masing cuplikan dan standar dianalisis dengan metode pengukuran spektrometri sinar- γ menggunakan detektor HPGe dengan lama pencacahan 1 sampai dengan beberapa jam. Pada analisis kuantitatif ditentukan harga konsentrasi beberapa

unsur logam berbahaya berumur paro panjang.

EKSPERIMEN

Evaluasi presisi dan akurasi metode APN dan kalibrasi peralatan

Untuk evaluasi presisi dan akurasi dari metode yang diterapkan serta kalibrasi peralatan dilakukan analisis cuplikan standar referensi yang diperoleh dari *National Institute of Environmental Studies* (NIES) dengan cuplikan udara partikulat CRM-No. 8 (*Certified Reference Materials*). Hasil analisis cuplikan referensi ini akan memberikan data akurasi dan presisi dari metode dan peralatan yang sesuai dengan sertifikat dengan presisi yang diperbolehkan 1%-15%. Presisi dan akurasi hasil yang diperoleh secara kuantitatif dari banyak unsur yang terkandung dalam cuplikan referensi tergantung pada keandalan metode, *software* dan jenis/spesifikasi peralatan pengukurnya. Peralatan pengukur yang biasanya dipergunakan untuk aplikasi APN adalah spektrometer sinar-gamma dengan menggunakan detektor HPGe yang digabungkan dengan MCA 8192 kanal.

HASIL

Berdasarkan pada 3 skala prioritas seperti dalam Tabel 1, hasil penelitian memberikan suatu data analisis dari banyak unsur kelumit yang dapat ditentukan dengan metode APN di RSG GA Siwabessy seperti ditunjukkan dalam Tabel 2, 3 dan 4.

Tabel 2 menunjukkan hasil analisis kualitatif dari 3 jenis cuplikan lingkungan dengan metode pencacahan spektrometri sinar-gamma. Untuk cuplikan CRM No.8 dapat ditentukan 26

unsur yang terkandungnya, yaitu: La, Sc, Fe, Hg, Sm, Se, Br, Rb, Sb, Au, Cr, Co, Na, K, Zn, Lu, W, Th, I, Pm, Ba, Ag, Hf, As, Pa dan Sr. Sedangkan untuk cuplikan sedimen dapat ditentukan 22 unsur yang terkandungnya, yaitu: La, Sc, Fe, Co, Na, Cr, K, Yb, Eu, Lu, Ce, I, Pa, Cs, Ru, Sm, Hg, As, Mn, Br, Zn, dan Ti. Untuk cuplikan air sungai dapat ditentukan 19 unsur yang terkandungnya, yaitu: Fe, Cr, Sc, Co, K, Eu, Ce, Pa, Cs, Hg, La, Sm, Br., Na, Hf, Sb, I, Mn, dan Ti.

Tabel 3 menunjukkan hasil analisis kuantitatif unsur-unsur kelumit dalam cuplikan CRM-NIES No.8 dengan metode pencacahan spektrometri sinar-gamma. Dari Tabel 3 diketahui bahwa untuk beberapa unsur seperti : Cr, Co, Sc, La, Hg, Zn, , Ag, As, K, dan Au yang dapat dianalisis di RSG GA Siwabessy memberikan hasil analisis yang cukup baik dengan harga deviasi berkisar antara 0,3 - 12% apabila dibandingkan dengan sertifikat NIES.

Tabel 1. Unsur-unsur yang harus diperhatikan Dalam Studi Pencemaran Lingkungan

Element	Priority			Interest			NBS	NIES
	1 st	2 nd	3 rd	Env	Ind	Tox		
Al		•			•		•	•
Ag		•					•	•
As		•		•	•		•	•
Au								•
B			•				•	
Ba		•			•		•	•
Bc			•	•		•		
Bi		•					•	
Br			•		•		•	•
C			•		•			
Ca	•				•		•	•
Cd		•		•		•	•	•
Ce							•	•
Cl		•		•		•	•	•
Co	•			•			•	•
Cr		•		•		•	•	•
Cs							•	•
Cu	•				•		•	•
Dy								•
Eu							•	•
F			•		•		•	
Fe	•				•		•	•
Ga								•
Hf							•	•
Hg	•			•	•	•	•	•
Ho								•
I		•					•	•
In		•			•		•	•
K		•			•		•	•
La							•	•
Lu								•
Mg		•					•	•
Mn		•					•	•
Mo		•					•	•

Element	Priority			Interest			NBS	NIES
	1 st	2 nd	3 rd	Env	Ind	Tox		
Na							•	•
Nd								•
Ni		•		•	•	•	•	•
P			•				•	•
Pb	•			•	•	•	•	•
Rb							•	•
S	•				•		•	
Sb		•		•	•		•	•
Sc			•		•		•	•
Se			•	•		•	•	•
Si		•			•			•
Sm							•	•
Sn		•			•			•
Sr								•
Ta								•
Tb								•
Te								•
Th							•	•
Ti		•					•	•
U							•	•
V	•			•	•	•	•	•
W							•	•
Yb								•
Zn	•				•	•	•	•
Zr								•
Ion								
H+		•						
Cl-		•						
NH ₄		•			•			
NO ₃		•						
SO ₄		•			•			

Tabel 2 Hasil analisis kualitatif cuplikan CRM-NIES No.8, sedimen, dan air sungai dengan metode pencacahan spektrometri sinar-gamma. (umur paro panjang)

No	Cuplikan	Jumlah unsur	Unsur-unsur yang dapat dianalisis
1.	CRM No.8	26	La, Sc, Fe, Hg, Sm, Se, Br, Rb, Sb, Au, Cr, Co, Na, K, Zn, Lu, W, Th, I, Pm, Ba, Ag, Hf, As, Pa dan Sr
2.	Sedimen	22	La, Sc, Fe, Co, Na, Cr, K, Yb, Eu, Lu, Ce, I, Pa, Cs, Ru, Sm, Hg, As, Mn, Br, Zn, dan Ti.
3	Air sungai	19	Fe, Cr, Sc, Co, K, Eu, Ce, Pa, Cs, Hg, La, Sm, Br, Na, Hf, Sb, I, Mn, dan Ti

Tabel 3. Hasil analisis kuantitatif analisis cuplikan CRM-NIES No 8 (udara partikulat) dengan metode pencacahan spektrometri sinar-gamma (ppm)

No.	unsur	PRSG	NIES	Deviasi, %
1	Cr	24,02 \pm 1,8	23 \pm 2	3,3
2	Co	3,06 \pm 0,12	2,9 \pm 0,2	2,6
3	Fe	4800 \pm 250	4700 \pm 100	5,2
4	Sc	0,56	0,51 \pm 0,03	3,6
5	La	1,11 \pm 0,05	1,08 \pm 0,03	4,5
6	Sb	6,20 \pm 0,08	6,10 \pm 0,20	0,3
7	Hg	0,27 \pm 0,10	0,33 \pm 0,08	9,7
8	Ba	132 \pm 2,5	117 \pm 9	6,8
9	Zn	800 \pm 68	900 \pm 80	11,4
10	Ag	0,22 \pm 0,008	0,20 \pm 0,01	8,6
11	As	2,42 \pm 0,03	2,60 \pm 0,1	9,3
12	Au	0,0034 \pm 0,0004	0,0029 \pm 0,0006	8,6

Tabel 4. Hasil analisis kuantitatif cuplikan sedimen dan air sungai babon Semarang Dengan metode APN (ppm)

Unsur	Sed. 1	Sed.2	Sed.3	Air s. 1	Air s. 2	Air s. 3
Cr	3, 50	4,4	9,9	0,15	0,02	0,14
Co	53,80	42,53	52,98	52,5	34,92	49,32
Fe*	0,59%	0,81%	1,05%	0,20%	0,44%	0,22%
Sb	0,13	-	0,14-	-	-	-
Hg	1,97	1,70	1,72	0,063	-	0,062
As	0,49	0,51	-	-	-	-
Sc	5,05	6,17	5,08	6,89	4,80	6,69
La	104,47	79,32	64,11	44,46	54,71	54,88

Fe* : dalam % berat

PEMBAHASAN

Pada analisis unsur dalam cuplikan lingkungan terdapat unsur-unsur yang harus diperhatikan dalam sistem pemantauan lingkungan, antara lain: Ca, Co, Cu, Fe, Hg, Pb, S, V, Zn, Cd, As, dan Cl yang merupakan unsur-unsur prioritas pertama untuk dianalisis. Sebagai unsur-unsur prioritas kedua yang perlu diperhatikan antara lain: Al, Ag, Ba, Bi, I, In, K, Mg, Mn, Mo, Ni, Sb, Si, Sn, dan Ti.

Dibandingkan dengan banyaknya unsur yang tercantum dalam sertifikat NIES untuk CRM No.8, terlihat bahwa unsur Pb tidak dapat terdeteksi. Keadaan ini adalah hal biasa dilihat dari beberapa referensi data hasil analisis dari para peneliti luar negeri maupun dalam negeri menunjukkan bahwa unsur Pb ini sangat sulit untuk dideteksi dengan metode APN yang ada saat ini sehingga perlu dilakukan pengkajian lebih mendalam dengan pengembangan *software* APN.

Dilihat dari hasil analisis kualitatif untuk CRM No.8 apabila dibandingkan dengan sertifikat NIES ada beberapa unsur yang tidak terdeteksi di PRSG, antara lain Cd, Mo, Ru, P, Ca, dan Ni. Untuk menyelesaikan masalah ini kami perlu penelitian lanjutan dengan memperbaiki metode APN yang akan diterapkan. Akan tetapi dilihat secara keseluruhan dari hasil analisis kuantitatif beberapa unsur yang telah dicapai di PRSG menunjukkan bahwa metode APN dan peralatan yang digunakan di PRSG cukup andal dan layak untuk menganalisis berbagai cuplikan lingkungan.

Untuk analisis cuplikan lingkungan sedimen dan air sungai dilakukan analisis untuk beberapa unsur logam berbahaya seperti terlihat dalam Tabel 4. Dari hasil analisis kauntitatif tersebut terlihat bahwa air sungai Babon telah sedikit mengalami pencemaran dari beberapa unsur berbahaya akan tetapi masih dalam batas dapat ditolerir. Dan sebagai sungai yang banyak dimanfaatkan penduduk, air sungai tersebut perlu diperhatikan dan dibersihkan dari limbah di sekitarnya, sampai diperoleh pencemaran seminimal mungkin dan dalam batas aman.

KESIMPULAN

Dari hasil uraian yang telah ditulis dalam makalah ini, dapat disimpulkan beberapa hal:

Pada analisis cuplikan standar referensi CRM No.8 (udara partikulat) dapat ditentukan akurasi dan presisi hasil analisis untuk beberapa unsur kelumit yang terkandungnya, yaitu: Cr, Co, Fe, Sc, La, Sb, Hg, Ba, Zn, Ag, As, dan Au dengan harga deviasi 0,3 - 11,4% dibandingkan dengan harga sertifikat NIES.

1. Pada analisis cuplikan sedimen dapat ditentukan konsentrasi beberapa unsur kelumit logam berbahaya, antara lain: Cr, Co, Fe, Sb, Hg, As, Sc dan La.
2. Pada analisis cuplikan air sungai dapat ditentukan konsentrasi beberapa unsur kelumit logam berbahaya, antara lain: Cr, Co, Fe, Hg, Sc, dan La.

DAFTAR PUSTAKA.

1. S.SUZUKI, S.HIRAI, " Radioisotopes", 34-36,563 (1985).
2. SIGIT ASMARA, *Pengukuran Kandungan Unsur pencemar Udara dengan Metode Aktivasi Neutron Instrumental*, makalah pada presentasi ilmiah penelitian dasar IPTEK Yogyakarta 28 - 30 April (1992).

3. S. SUZUKI, "Development of Instrumental Neutron Activation Analysis for applications of An Enviromental samples", 88 (1988).
4. SRI WARDANI, *Keandalan metode analisis pengaktifan neutron pada analisis cuplikan lingkungan*, prosiding Seminar Nasional III Kimia dalam Pembangunan, JASAKIAI, Yogyakarta, (1999).

DISKUSI

Pertanyaan (Surian Pinem)

1. Dari hasil eksperimen terlihat bahwa presisi dan akurasi mempunyai deviasi kecil, sedangkan berdasarkan pengalaman di IAEA banyak hasil penelitian dari beberapa negara ditolak, jadi hasil di PRSG cukup mengagumkan.
2. Jenis unsur yang terkandung dalam cuplikan lingkungan apakah sesuai dengan hasil analisa unsur CRM no. 8.
3. Bagaimana untuk analisa unsur yang mempunyai umur paro pendek sedangkan pada makalah ini unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan mengalami peluruhan panjang.

Jawaban (Sri Wardani)

2. Jenis unsur yang dianalisa dalam cuplikan lingkungan adalah sesuai dengan jenis unsur yang dianalisa dalam CRM no. 8.
3. Untuk menentukan kandungan unsur berumur paro pendek cuplikan diiradiasi pendek (orde detik - menit) di sistem Rabbit, kemudian segera dilakukan analisa dengan spektrometer sinar- γ setelah mengalami peluruhan singkat (1-2 menit).