

## PENENTUAN KONSENTRASI Pb, Zn DAN Cu DALAM LAPISAN SEDIMEN DENGAN METODE SPEKTROMETER PENDAR SINAR - X.

Tommy Hutabarat, Tarjono.  
Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi

### ABSTRAK.

**PENENTUAN KONSENTRASI Pb, Zn DAN Cu DALAM LAPISAN SEDIMEN DENGAN METODE SPEKTROMETER PENDAR SINAR - X.** Telah dilakukan penelitian untuk menentukan konsentrasi logam berat beracun berbahaya seperti : Pb, Zn dan Cu dalam lapisan sedimen dengan metode spektrometer pendar sinar- x. Sampel sedimen diambil menggunakan alat "Piston Sampler" dan diperoleh profil lapisan hingga kedalaman 40 cm dengan irisan per lapisan adalah 2 cm. Tujuan penelitian adalah untuk mengetahui sejauh mana kontribusi konsentrasi logam berat beracun pada setiap lapisan, sehingga dapat diketahui pula kontribusinya terhadap pencemaran lingkungan. Penentuan logam berat dilakukan dengan spektrometer pendar sinar - x dengan sumber pengeksitasi  $^{109}\text{Cd}$  dengan aktifitas 20 mCi (30/08/95). Hasil analisis menunjukkan bahwa dalam lapisan sedimen mengandung logam berat Pb, Zn dan Cu dengan kisaran konsentrasi masing-masing antara 38,7 - 72,9 ppm , 109 - 179 ppm dan 151 - 228 ppm.

### ABSTRACT

**DETERMINATION OF Pb, Zn AND Cu CONCENTRATION IN SEDIMENT LAYERS BY X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRE METHOD.** The determination of toxic elements such as : Pb, Zn and Cu in sediment layers was carry out by using X - Ray Fluorescence Spectrometer method. Sediment samples were taken using "Piston Sampler" and it was obtained profile layers up to 40 cm in depth and every slices has 2 cm in thickness. The aim of the experiment is to know the contribution of the concentration of heavy metal toxic in each layers , so it could be known their contribution in environmental pollution. The elements were analyzed with using X - Ray Fluorescence, while  $^{109}\text{Cd}$  was used as an excitation source, the activity of the source is 20 mCi (in August 30, 1995). The results showed that sediment layers contained toxic heavy elements Pb, Zn and Cu with concentration range between 38.7 - 72.9 ppm, 109 - 179 ppm and 151 - 228 ppm respectively.

### PENDAHULUAN.

Lumpur merupakan salah satu jenis sedimen yang terangkut oleh air melalui aliran sungai dan masuk kedalam suatu reservoir seperti: danau, bendungan, pelabuhan dll. Material sedimen terangkut pada umumnya merupakan kumpulan partikel-partikel batuan, mineral, logam-logam berat dan senyawa logam berat. Seperti diketahui bahwa Pb, Zn dan Cu merupakan jenis logam beracun berbahaya terhadap kelangsungan hidup manusia yang berasal dari limbah lingkungan ataupun limbah industri. Unsur Pb sebagai bahan gasolin telah banyak digunakan dan akan terendapkan dalam reservoir maupun tanah pada suatu lokasi. Proses pengendapan sedimen sebelum terkonsolidasi juga akan mengalami proses siltasi sepanjang perjalanannya seperti terjadinya pendangkalan pelabuhan, danau dan muara. Dengan asumsi bahwa luas daerah tangkapan suatu reservoir tidak terganggu oleh aktifitas manusia maka secara gravitasi angkutan sedimen pada titik tertentu akan mengalami pemadatan. Mekanisme tersebut akan diikuti oleh unsur-unsur yang terdapat pada material sedimen terangkut. Dengan demikian konsentrasi Pb , Zn dan Cu juga akan terbentuk secara akumulasi dalam sedimen pada setiap lapisan.

Spektrometri pendar sinar - x (*X-Ray Fluorescence*) merupakan salah satu metode nuklir untuk analisis logam berat. Metode tersebut dapat digunakan untuk menganalisis sampel dalam bentuk cairan dan padatan tanpa merusak komposisi sampel (*non-destructive method*) (1).

Analisis pendar sinar -X prinsip dasarnya adalah mencacah sinar-X yang dipancarkan oleh suatu unsur akibat pengisian kembali kekosongan elektron pada orbital yang lebih dekat dengan inti karena terjadinya eksitasi elektron oleh elektron yang terletak pada orbital yang

lebih luar. Seperti diketahui bahwa kulit K,L,M..adalah urutan susunan kulit yang mengelilingi inti. Dengan demikian pengisian kembali elektron pada kulit K merupakan kebolehdjian yang pertama dalam sistim transisi elektron-elektron didalam orbital suatu atom. Pengisian kembali elektron pada orbital K akan menghasilkan spektrum sinar -X deret K, pengisian elektron pada orbital berikutnya menghasilkan spektrum sinar-X deret L, deret M dan seterusnya. Setiap unsur memancarkan energi sinar-X yang karakteristik yang dapat dideteksi oleh detektor dan diubah menjadi pulsa listrik setelah diperkuat oleh penguat awal serta penguat akhir, sehingga terbentuk sebuah spektrum. Mekanisme tersebut akan menghasilkan cacahan yang dapat digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Sumber radioisotop yang digunakan sebagai sumber eksitasi disesuaikan dengan unsur yang akan dianalisis, yaitu sumber radiasi primer harus mempunyai energi lebih besar dari energi ikat elektron yang dieksitasi (2). Sumber eksitasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $^{109}\text{Cd}$

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui sejauh mana kontribusi konsentrasi Pb, Zn dan Cu pada setiap profil lapisan sedimen dan diharapkan dapat digunakan sebagai bahan referensi untuk penelitian lebih lanjut.

## BAHAN DAN METODE.

### Bahan

1. Plat metal murni antara lain : Cu,Fe, Ni, Zn, Mo, In, Pb, Sn dan Ag
2. Oksida logam antara lain : CaO,  $\text{AS}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$
3. Sampel sedimen dalam bentuk pelet
4. Sumber eksitasi  $^{109}\text{Cd}$  dengan aktifitas 20 mCi (30/08/95)
5. Es kering
6. Aceton

### Peralatan

1. Seperangkat alat cacah XRFS buatan ORTEC yang dilengkapi dengan program AXIL (*Analysis of X - Ray Spectra by Iterative Least Square Fitting*) dan QXAS (*Quantitative X - Ray Analysis System*).
2. Penggerus sampel.
3. Mesin pembuat pelet.
4. Alat "Piston Sampler".
5. Oven.
6. Timbangan analitik.

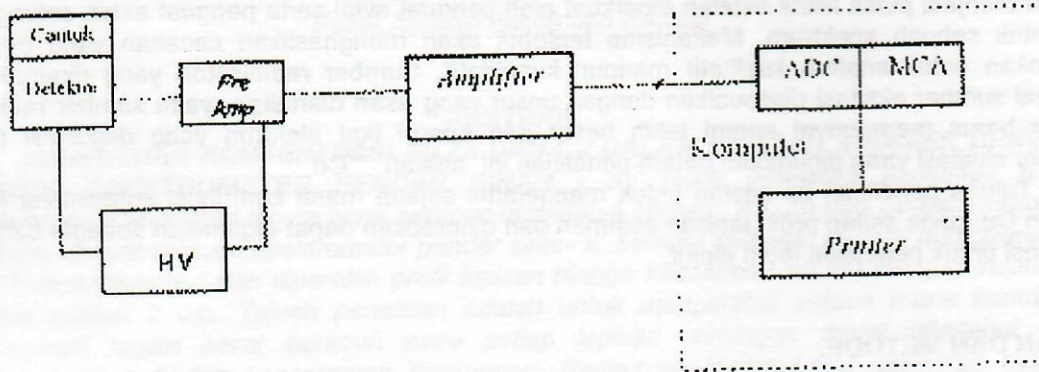
### Metode

Bahan percobaan yang digunakan adalah sampel sedimen yang diambil dari danau Padalarang, Jawa Barat. Pengambilan sampel sedimen dilakukan dengan alat "*Piston sampler*" yang dapat mengambil sampel sedimen murni (*Undisturb sampler*). Kondisi ini penting untuk melihat akumulasi konsentrasi Pb, Zn dan Cu pada setiap lapisan. Kemudian sampel sedimen dibekukan dengan bahan campuran es kering dan asetone dengan tujuan untuk mendapatkan sampel per lapisan. Jumlah irisan sampel diperoleh sebanyak 20 irisan dengan masing-masing ketebalan adalah 2 cm. Kemudian sampel sedimen dikeringkan selama satu malam pada temperatur 65 derajat. Setelah itu sampel sedimen digerus halus (200 mesh) dan ditimbang dengan teliti sejumlah 1 gram untuk dibuat pelet dengan diameter 3 cm. Sebelum pencacahan sampel terlebih dahulu dilakukan kalibrasi energi untuk analisa kualitatif dan sensitifitas unsur K-line dan L-line untuk analisa kuantitatif. Dalam pengukuran sensitifitas sistim digunakan plat metal murni dan beberapa oksida logam. Untuk sensitifitas unsur K-line digunakan plat metal murni Cu, Fe, Ni, Zn dan Mo dan oksida logam Cao,  $\text{AS}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$ . Sedangkan untuk sensitifitas unsur L-line digunakan plat metal murni In, Pb, Sn dan Ag. Nilai konsentrasi dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$K = \frac{I}{S \rho f} \quad (1)$$

dengan K = konsentrasi (ppm), I = Intensitas (cps), S = Sensitifitas,  $\rho$  = Densitas luas (gr/cm<sup>2</sup>), f = Faktor koreksi penyerapan.

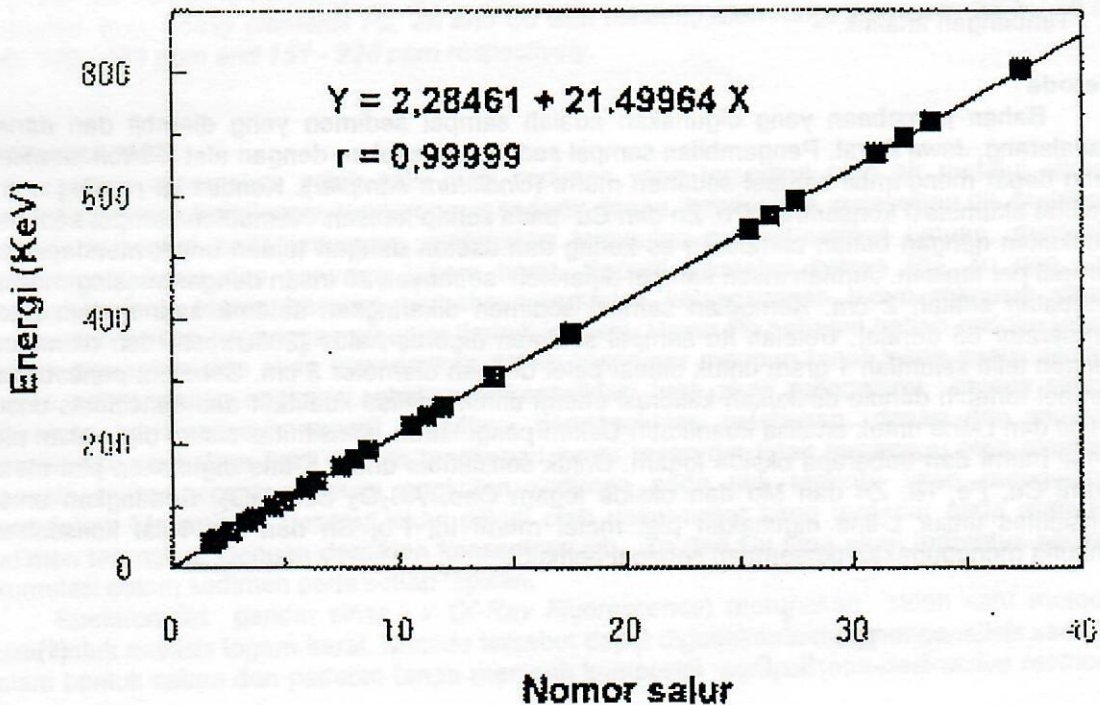
Pencacahan dilakukan dengan meletakkan contoh pelet pada permukaan detektor. Sistem resolusi (*Full Width at Half Maximum*) alat cacah sebesar 1,85 KeV pada spektra Fe Ka dengan sumber eksitasi  $^{109}\text{Cd}$ . Sampel dicacah selama 1000 detik. Pencacahan sampel dilakukan dengan seperangkat spektrometer pendar sinar-x buatan ORTEC yang dilengkapi dengan program AXIL dan QXAS (Gambar .1).



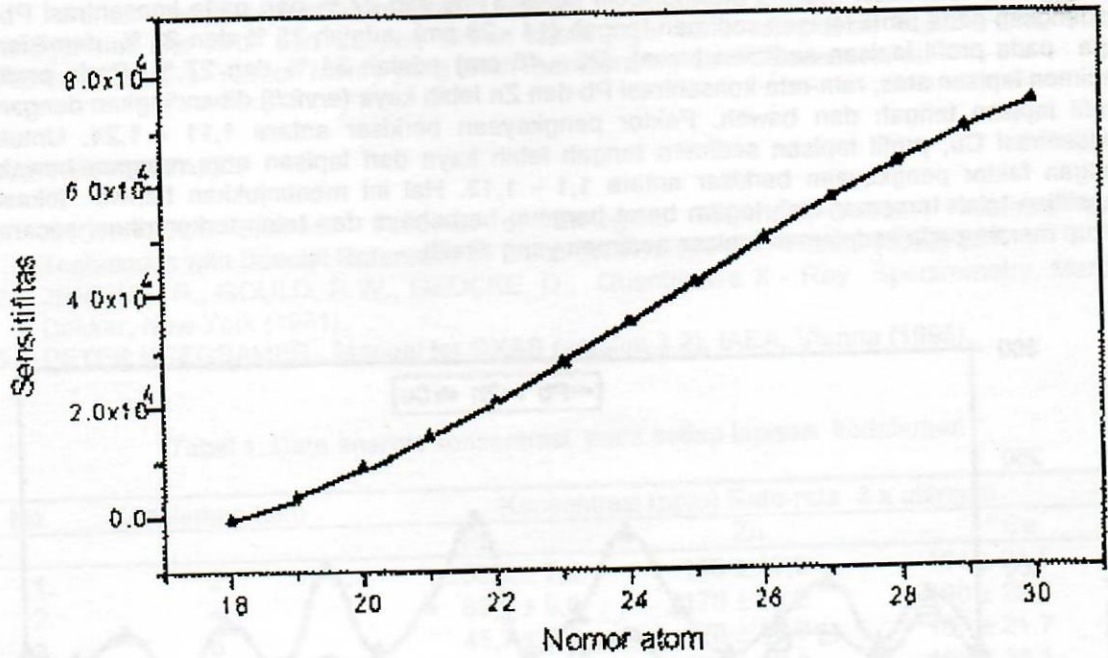
Gambar 1. Skema peralatan XRFs menggunakan sumber  $^{109}\text{Cd}$

**HASIL DAN PEMBAHASAN.**

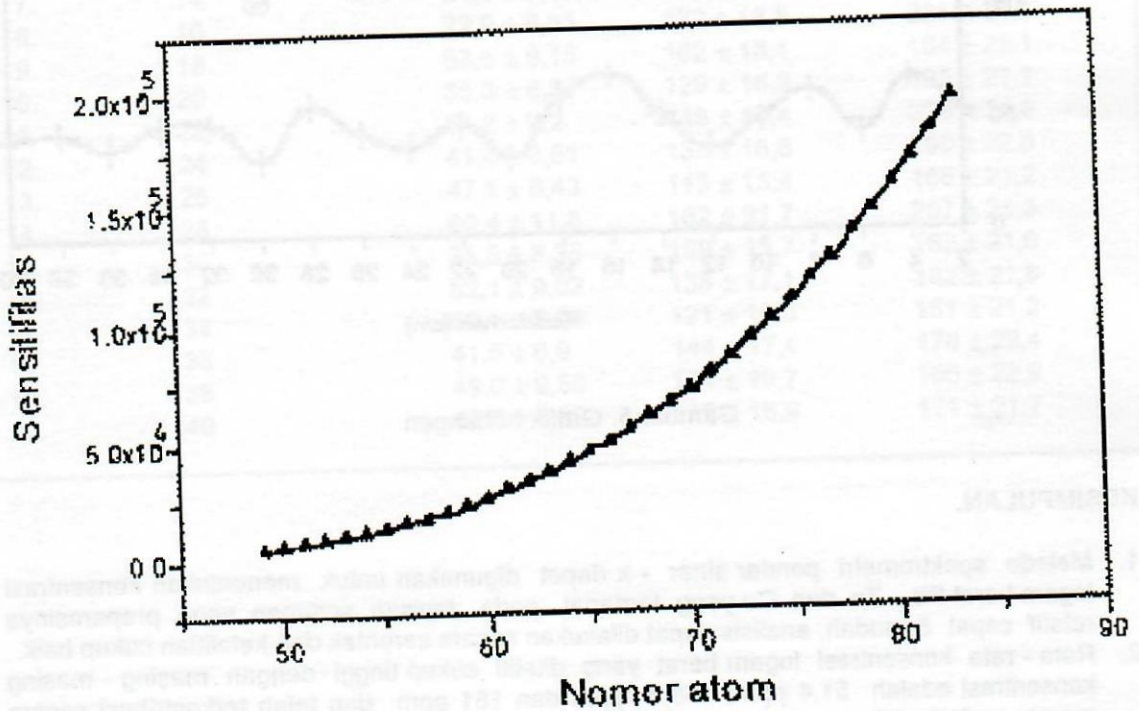
Sebelum pencacahan sampel terlebih dahulu dilakukan kalibrasi energi terhadap nomor salur menggunakan sumber standar Cd-109 untuk analisis kualitatif dan diperoleh hubungan yang linier dengan persamaan  $Y = 2,28461 + 21,49964 X$  dan koefisien korelasi  $r = 0,99999$  (Gambar. 2). Untuk pengukuran kuantitatif diperlukan nilai sensitifitas sistim untuk masing-masing unsur. Hasil pengukuran sensitifitas unsur K-line terhadap nomor atom untuk analisis unsur Zn dan Cu ditunjukkan pada Gambar 3. Demikian juga hasil pengukuran sensitifitas unsur L-line untuk analisis unsur Pb ditunjukkan pada Gambar 4. Dalam pengukuran sensitifitas, konsentrasi unsur plat metal murni dan oksida logam dianggap 100 %. Sehingga dengan menggunakan persamaan (1) akan diperoleh nilai konsentrasi unsur yang diteliti.



Gambar 2. Kurva kalibrasi energi menggunakan perangkat XRFs dengan sumber  $^{109}\text{Cd}$



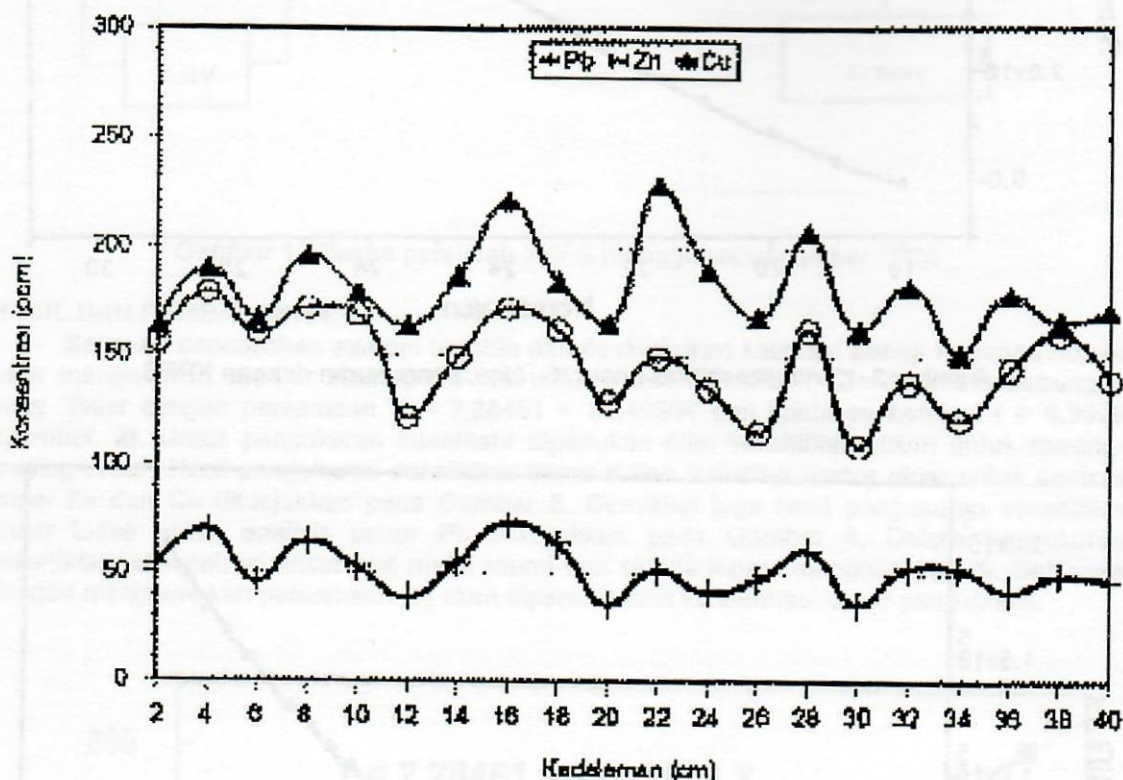
Gambar 3. Kurva sensitifitas unsur K - Line, pengukuran dengan XRFS



Gambar 4. Kurva sensitivitas unsur L - Line, pengukuran dengan XRFS.

Hasil pengukuran konsentrasi Pb, Zn dan Cu pada setiap lapisan dapat dilihat pada tabel 1, sedangkan kurva hubungan kedalaman terhadap konsentrasi dapat dilihat pada Gambar 5. Dari kurva tersebut terlihat kecenderungan konsentrasi yang berfluktuasi pada setiap profil kedalaman. Rata-rata konsentrasi Pb, Zn dan Cu pada seluruh lapisan masing-masing adalah 51,4 ppm, 148,3 ppm dan 181 ppm. Kontribusi rata-rata konsentrasi Cu terlihat lebih besar 3 - 4 kali dari pada konsentrasi Pb, sedangkan konsentrasi Zn lebih besar 2 - 3 kali. Konsentrasi Cu dan Zn lebih besar dibandingkan dengan konsentrasi Pb pada setiap lapisan

(Gambar 4). Pada profil lapisan sedimen atas (2 - 12 cm) terlihat bahwa persentase rata-rata konsentrasi Cu dan Zn masing-masing lebih besar 31 % dan 27 % dari pada konsentrasi Pb. Sedangkan pada profil lapisan sedimen tengah (14 - 26 cm) adalah 35 % dan 23 %, demikian juga pada profil lapisan sedimen bawah (28 - 40 cm) adalah 34 % dan 27 %. Pada profil sedimen lapisan atas, rata-rata konsentrasi Pb dan Zn lebih kaya (*enrich*) dibandingkan dengan profil lapisan tengah dan bawah. Faktor pengkayaan berkisar antara 1,11 - 1,24. Untuk konsentrasi Cu, profil lapisan sedimen tengah lebih kaya dari lapisan atas maupun bawah dengan faktor pengkayaan berkisar antara 1,1 - 1,13. Hal ini menunjukkan bahwa lokasi penelitian telah tercemar oleh logam berat beracun berbahaya dan telah berkontribusi secara cukup merata pada kedalaman lapisan sedimen yang diteliti.



Gambar 5. Grafik hubungan

#### KESIMPULAN.

1. Metode spektrometri pendar sinar - x dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi logam berat Pb, Zn dan Cu yang terdapat pada lapisan sedimen yang preparasinya relatif cepat & mudah, analisis dapat dilakukan secara serentak dan ketelitian cukup baik.
2. Rata - rata konsentrasi logam berat yang diteliti cukup tinggi dengan masing - masing konsentrasi adalah 51,4 ppm; 148,3 ppm dan 181 ppm dan telah berkontribusi secara merata pada kedalaman lapisan sedimen yang diteliti.
3. Rata - rata kontribusi logam Cu dan Zn pada kedalaman yang diteliti lebih besar 2-4 kali dibandingkan dengan logam Pb dan pada profil lapisan atas lebih kaya dibandingkan dengan profil lapisan tengah dan bawah.
4. Lokasi penelitian telah tercemar oleh sebagian logam berat beracun berbahaya dan hal ini sangat memperhatikan bagi kelestarian lingkungan.

### UCAPAN TERIMA KASIH.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ir. Surtipanti S yang telah memberikan izin penggunaan alat XRF dan ucapan terima kasih juga kami sampaikan kepada Dra. Yune Mellawati dan Drs. Yulizon Menry yang telah membimbing dalam penelitian ini.

### DAFTAR PUSTAKA.

1. ANONYMOUS, Element Analysis of Biological Materials, Current Problems and Techniques with Special Reference to Trace Elements, IAEA, Vienna (1980) 231.
2. JENKINS. R., GOULD. R.W., GEDCKE. D., Quantitative X - Ray Spectrometry, Marcel Dekker, New York (1981).
3. PETER KREGSAMER., Manual for QXAS (version 3.2), IAEA, Vienna (1995).

Tabel 1. Data analisis konsentrasi pada setiap lapisan kedalaman

No.	Kedalaman (cm)	Konsentrasi (ppm) Rata-rata 3 x ulangan		
		Pb	Zn	Cu
1.	2	53,8 ± 7,2	156 ± 17,9	164 ± 21,5
2.	4	69,9 ± 9,8	179 ± 19,2	190 ± 22,8
3.	6	45,7 ± 8,9	170 ± 18,9	167 ± 21,7
4.	8	64,2 ± 9,4	172 ± 18,8	196 ± 23,1
5.	10	52,9 ± 9,16	169 ± 18,8	179 ± 22,4
6.	12	38,7 ± 8,5	122 ± 16,3	164 ± 21,5
7.	14	54,6 ± 7,17	149 ± 17,4	187 ± 22,4
8.	16	72,9 ± 9,63	172 ± 18,5	221 ± 24,1
9.	18	63,5 ± 9,15	162 ± 18,1	184 ± 22,1
10.	20	35,3 ± 8,2	129 ± 16,3	165 ± 21,1
11.	22	51,2 ± 7,2	149 ± 17,4	228 ± 24,6
12.	24	41,4 ± 8,51	135 ± 16,8	190 ± 22,6
13.	26	47,1 ± 8,43	115 ± 15,4	168 ± 21,2
14.	28	60,4 ± 11,8	162 ± 21,7	207 ± 28,3
15.	30	35,5 ± 8,35	109 ± 15,7	162 ± 21,6
16.	32	52,1 ± 9,02	138 ± 17,1	182 ± 21,8
17.	34	52,1 ± 8,99	121 ± 16,3	151 ± 21,2
18.	36	41,5 ± 6,9	144 ± 17,4	178 ± 22,4
19.	38	49,0 ± 9,56	174 ± 19,7	166 ± 22,9
20.	40	46,8 ± 8,82	139 ± 16,9	171 ± 21,7