

PREKONSENTRASI UNSUR RUNUTAN DARI AIR TAWAR DENGAN CHELEX-100 UNTUK ANALISIS PENGAKTIFAN NETRON

Achmad Hidayat, Dadang Supratna
Pusat Penelitian Teknik Nuklir-Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

PREKONSENTRASI UNSUR RUNUTAN DARI AIR TAWAR DENGAN CHELEX-100 UNTUK ANALISIS PENGAKTIFAN NETRON. Analisis pengaktifan neutron (APN) mempunyai kepekaan tinggi dalam menentukan unsur runutan dan dapat dilakukan secara simultan. Akan tetapi penentuan langsung cuplikan air agak sukar karena bisa timbul kebocoran wadah dan gangguan unsur alkali. Oleh karena itu, prekonsentrasi unsur runutan sebelum analisis mempunyai peranan yang sangat penting. Chelex-100 adalah resin khelat yang dapat mengikat banyak unsur tetapi logam alkali/alkali tanah mudah dilepaskan. Larutan perunut, standar titrisol dan blanko dilewatkan pada resin chelex-100 dalam kolom. Unsur-unsur runutan dalam larutan ditangkap oleh resin, sedangkan unsur alkali dibebaskan dengan penambahan larutan ammonium asetat. Prekonsentrasi dilaksanakan pada jumlah resin yang bervariasi. Hasil menunjukkan perolehan yang kuantitatif untuk Zn dan Ce pada 1 gram resin dengan laju alir 0,6 ml/menit, sedangkan Hg, Cr, Sb, Se dan Cs tidak kuantitatif. Pada cuplikan blanko ditemukan Hg, Zn dan Cr.

ABSTRACT

PRECONCENTRATION OF TRACE ELEMENTS FROM NATURAL WATER USING CHELEX-100 FOR NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS. Neutron activation analysis has high sensitive method and capable of simultaneous multi trace elements determination. However, the direct determination of water sample is difficult due to leakage probability of irradiation vial and interference of alkali element. Therefore preconcentration of trace elements before analysis has an importance role. Chelex-100 is a chelate resin which bind many elements strongly but alkali elements are not. Radiotracer, Titrisol and blank solution is passed through the chelex-100 resin column. Trace elements in the solution are fixed to the resin, whereas the alkali elements are released by adding ammonium acetic solution. Preconcentration is carried out using variable of resin amount. The results determination indicated that Zn and Ce were recovered quantitatively using 1 gram resin at 0.6 ml/min flow rate, whereas Hg, Cr, Sb, Se, and Cs were not. In the blank determination were found Hg, Zn and Cr.

PENDAHULUAN

Prekonsentrasi unsur runutan sebelum analisis bertujuan untuk menghilangkan unsur-unsur pengganggu dan memekatkan unsur-unsur runutannya(1). Banyak proses dapat digunakan untuk pengayaan unsur runutan seperti ekstraksi pelarut, pertukaran ion, sorpsi pada karbon aktif dan sorpsi pada zat/bahan khelat. Masing-masing metode tersebut mempunyai keuntungan. Pemilihan metode tergantung kepada unsur-unsur yang akan dianalisis, matriks dan metode deteksi untuk unsur-unsur tersebut(1). Analisis pengaktifan neutron (APN) mempunyai kepekaan tinggi dan dapat menentukan unsur secara simultan. Akan tetapi APN tidak cocok untuk cuplikan cair, karena iradiasi cuplikan menyebabkan radiolisis air mengha-

salkan gas [1]. Gas yang dihasilkan akan menekan dinding wadah dan bisa menyebabkan kebocoran. Di samping itu logam alkali terutama natrium akan mengganggu analisis. Oleh karena itu unsur runutan dipisahkan dari pengganggunya dan diubah menjadi bentuk padat. Untuk mencapai maksud tersebut kami memilih teknik pemisahan kromatografi kolom dengan chelex-100 sebagai resin khelat. Chelex-100 adalah resin khelat dengan gugus fungsi iminodiasetat yang terikat pada matriks polistiren-divinilbenzen(2). Resin khelat ini dapat mengikat kuat banyak unsur transisi, sedangkan unsur-unsur alkali dan alkali tanah mudah dilepaskan dengan pencucian(2, 3). Dengan demikian resin chelex-100 ini sangat cocok digu-

nakan untuk memekatkan unsur dari cuplikan cair. Di samping itu gangguan yang disebabkan oleh natrium pada APN dapat ditekan sekecil-kecilnya sehingga kepekaan APN bertambah tinggi. Untuk mendapatkan kondisi optimum prekonsentrasi, dilakukan percobaan dengan variasi jumlah resin. Selanjutnya prekonsentrasi dilaksanakan pada laju alir dan jumlah resin yang menunjukkan perolehan unsur-unsur yang optimum. Pada penelitian ini dilaksanakan prekonsentrasi terhadap radionuklida ^{203}Hg , ^{124}Sb , ^{75}Se , ^{134}Cs , ^{51}Cr , ^{141}Ce , ^{65}Zn dan standar titrisol Hg, Cr, dan Zn. Unsur-unsur yang terikat pada resin chelex-100 di-iradiasi pada reaktor TRIGA MARK II PPTN Bandung dengan fluks neutron $10^{12}\text{n cm}^{-2}\text{det}^{-1}$. Cuplikan yang telah diiradiasi dibiarkan meluruh sebelum dicacah dengan pencacah sinar γ multi saluran.

BAHAN DAN ALAT

Bahan yang digunakan

Air yang digunakan dalam percobaan ini adalah air bebas mineral. HNO_3 dan NH_4OH diperoleh dari Merck. Larutan dapar $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 1 M dibuat dengan melarutkan 1 mol $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ p.a. Merck dengan air bebas mineral dan diatur pHnya hingga 5,1 - 5,5 dengan HNO_3 dan NH_4OH .

Standar Hg, Cr, Zn dari tritisol Merck, sedangkan radionuklida ^{203}Hg , ^{124}Sb , ^{75}Se , ^{134}Cs , ^{51}Cr , ^{141}Ce , ^{65}Zn dibuat dengan meng-iradiasi HgO , Sb_2O_3 , Se (logam), cesium sulfat Cr (logam), cerium amonium sulfat dan ZnO di dalam reaktor, resin yang digunakan adalah chelex-100 200 mesh dari Bio-Rad Laboratories.

Alat yang digunakan

- pH meter dan kertas pH dan pengocok magnet
- Satu set pencacah sinar γ multi-saluran
- Beberapa set kolom (Bio-Rad) lengkap dengan botol reservoir, slang dan botol penampung
- Kantong polietilen, kontainer polietilen/Al untuk iradiasi
- Vial/botol untuk wadah cuplikan pada saat dicacah
- Reaktor TRIGA MARK II

TATAKERJA

Percobaan I

Penentuan perolehan unsur dengan variasi jumlah resin dan laju alir 0,6 ml/menit menggunakan perunut ^{203}Hg , ^{124}Sb , ^{75}Se , ^{134}Cs , ^{51}Cr , ^{141}Ce , ^{65}Zn .

Kolom direndam dalam HNO_3 1 M selama 1 minggu dan dibilas dengan air bebas mineral. Ke dalam kolom dimasukkan resin chelex-100 (250, 750, 1000 dan 1250 mg). Kolom resin dicuci dengan 3 x 5 ml HNO_3 2,5 M kemudian dibilas dengan air bebas mineral. Ke dalam kolom ditambahkan NH_4OH 2 M hingga tetesan terakhir basa (diperiksa dengan kertas pH). Selanjutnya kolom dibilas kembali dengan air bebas mineral hingga netral.

Botol reservoir ditambah masing-masing 1 μg perunut ^{203}Hg , ^{124}Sb , ^{75}Se , ^{134}Cs , ^{51}Cr , ^{141}Ce , ^{65}Zn dan diencerkan hingga 100 ml. Larutan (perunut) diatur pHnya hingga 5,1-5,5 dengan penambahan asam nitrat encer atau amonia encer. Larutan perunut dialirkan ke dalam kolom dengan laju alir 0,6 ml/menit hingga semua larutan melewati kolom.

Kolom dicuci dengan 2 x 5 ml air bebas mineral, selanjutnya dielus dengan 4 x 10 ml larutan dapar amonium asetat 1 M, akhirnya dicuci kembali dengan 2 x 5 ml air bebas mineral. Resin dalam kolom dikeringkan dan dipindahkan ke dalam vial dan dicacah selama 2000 detik.

Standar pembandingan dibuat dengan menambahkan 1 μg masing-masing perunut pada resin dalam vial, selanjutnya dicacah selama 2000 detik. Perolehan unsur dihitung dengan membandingkan laju cacah masing-masing radionuklida pada resin hasil prekonsentrasi terhadap laju cacah radionuklida pada pembandingan.

Percobaan II

Penentuan perolehan unsur menggunakan standar titrisol Hg, Cr, dan Zn pada 1 g resin dan laju alir 0,6 ml/menit.

Kolom direndam dalam HNO_3 1 M selama 1 minggu dan dibilas dengan air bebas mineral. Ke dalam kolom dimasukkan 1 gram resin chelex-100. Kolom resin dicuci dengan 3 x 5 ml HNO_3 2,5 M kemudian dibilas dengan air bebas

mineral. Ke dalam kolom ditambahkan amonia 2 M hingga tetesan terakhir basa. Selanjutnya kolom dibilas dengan air bebas mineral hingga netral.

Botol reservoir ditimbang, ditambah 100 ml larutan standar tritisol Hg, Cr, dan Zn dengan konsentrasi 1 µg/100 ml. pH larutan diatur hingga 5,1-5,5 dengan penambahan asam nitrat encer atau amonia encer, dan ditimbang. Larutan dialirkan melewati slang ke dalam kolom dengan laju alir 0,6 ml/menit sehingga semua larutan melewati kolom.

Kolom dicuci dengan 2 x 5 ml air bebas mineral, selanjutnya dilusi dengan 4 x 10 ml larutan dapar amonium asetat 1 M dan dicuci kembali dengan 2 x 5 ml air bebas mineral. Resin dalam kolom dikeringkan pada temperatur kamar dan dimasukkan ke dalam kantong polietilen yang bersih dan *diseal*. Resin dalam kantong polietilen dimasukkan ke dalam kantong polietilen ke dua dan *diseal*.

Standar untuk iradiasi dibuat dengan meneteskan masing-masing standar Hg, Cr, dan Zn pada resin chelex-100 dalam kantong polietilen dan *diseal*. Selanjutnya dimasukkan ke dalam kantong polietilen ke dua dan *diseal* lagi.

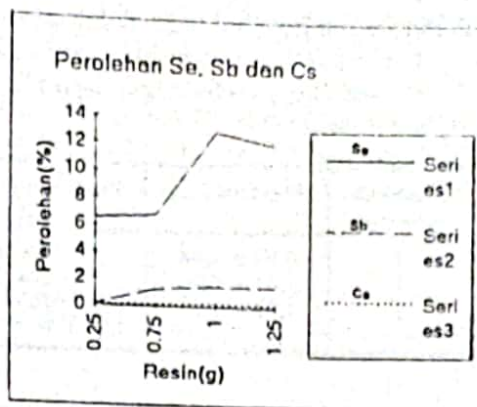
Cuplikan hasil prekonsentrasi bersamasama standar dimasukkan ke dalam wadah (kontainer) Al dan diiradiasi di reaktor selama kurang lebih 24 jam. Setelah pendinginan 3-5 hari dicacah dengan alat pencacah sinar γ multi saluran selama 2000 detik. Perolehan unsur dihitung dengan membandingkan laju cacah unsur hasil prekonsentrasi terhadap laju cacah standar.

Percobaan III

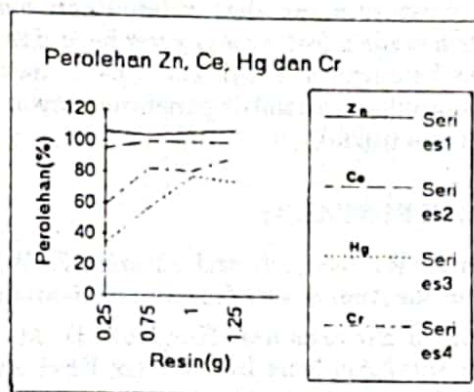
Penentuan unsur dalam blanko dengan menggunakan 100 ml air bebas mineral. Tahap pengerjaan sama dengan percobaan II tanpa penambahan standar ke dalam 100 ml air sebagai blanko.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan perolehan dengan variasi jumlah resin ditunjukkan pada Gambar 1 dan Gambar 2. Perolehan menunjukkan hasil yang kuantitatif untuk Zn, dan Ce dengan jumlah resin 1 gram dan laju alir 0,6 ml/menit, Hg dan Cr tidak kuantitatif, sedangkan Se, Sb dan Cs sangat buruk (Tabel 1). Penentuan perolehan dilanjutkan menggunakan standar tritisol Hg, Cr, dan Zn dengan laju alir 0,6 ml/menit. Hasil percobaan menunjukkan perolehan yang kuantitatif untuk Ce dan Zn pada jumlah resin 1 g,



Gambar 1. Perolehan Se, Sb dan Cs pada pH = 5 dengan laju alir 0,6 ml/menit.



Gambar 2. Perolehan Zn, Ce, Hg dan Cr pada pH = 5 dengan laju alir 0,6 ml/menit.

Tabel 1. Perolehan Zn, Ce, Hg, Cr, Se, Sb dan Cs menggunakan perunut, ⁶⁵Zn, ¹⁴¹Ce, ²⁰³Hg, ⁵¹Cr, ⁷⁵Se, ¹²⁴Sb, ¹³⁴Cs pada 1 g resin Chelex-100 pH=5 dengan laju alir 0,6 ml/mnt.

Unsur	Ditambahkan (µg)	Ditemukan (µg)	Perolehan (%)
Zn	1	1,0001 ± 0,0500	101 ± 6,00
Ce	1	0,9900 ± 0,0100	99 ± 1,00
Hg	1	0,8300 ± 0,0600	83 ± 6,00
Cr	1	0,7900 ± 0,0900	79 ± 9,00
Se	1	0,1290 ± 0,0200	12,9 ± 2,00
Sb	1	0,0152 ± 0,0090	1,52 ± 0,90
Cs	1	0,0022 ± 0,00012	0,52 ± 0,12

sedangkan perolehan Hg agak rendah, 93 ± 6 % (Tabel 2).

Prekonsentrasi unsur dalam blanko (air + pereaksi) menunjukkan adanya Hg, Cr dan Zn (Tabel 3). Hal ini memberikan sumbangan pada

Tabel 2. Perolehan Hg, Cr dan Zn dalam standar titrisol campuran pada 1 gram resin chelex-100, pH=5 dengan laju alir 0,6 ml/menit

Unsur	Ditambahkan (μg)	Ditemukan (μg)	Perolehan (%)
Hg	1	$0,93 \pm 0,06$	93 ± 6
Cr	1	$1,04 \pm 0,09$	104 ± 9
Zn	1	$1,05 \pm 0,06$	105 ± 6

penentuan perolehan dengan standar titrisol. Oleh karena itu, perolehan dengan standar titrisol relatif lebih tinggi jika dibandingkan dengan perolehan menggunakan perunut radioaktif. Untuk mendapatkan hasil yang lebih baik maka penelitian ini akan dilanjutkan menggunakan wadah (reservoir) yang baru dan air dengan kemurnian tinggi. Hasil penelitian ini dapat diaplikasikan untuk penentuan unsur kadar rendah (ng/ml).

DAFTAR PUSTAKA:

1. Lan C. R., Lavi, N. and Alfassi., Z. B., Preconcentration of Trace Elements from Natural Water for Analysis by Neutron Activation, *Radiochimica Acta* (1990) 50, 225 - 229.
2. Archava Siriraks and Kingston, H. M., Chelation Chromatography as a Method for Trace Elemental Analysis in Complex Environmental and Biological Samples, *Anal. Chem* (1990) 62, 1185 - 1193.
3. Koen Vermeiren, Carlo Vandecasteele and Richard Dams, Determination of Trace Amounts Of Cadmium, Lead, Copper and Zink in Natural Waters by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry with Thermospray Nebulisation After Enrichment on Chelex-100, *Analyst* (1990) 115, 17 - 22.

DISKUSI

Dudu Hadiyat :

1. Yang dimaksud air dengan kemurnian tinggi maksudnya dari blanko atau cuplikan ?
2. Apakah cuplikan yang tidak murni mengganggu atau tidak ?

Dadang Supriatna :

1. Air dengan kemurnian tinggi diperlukan untuk blanko.
2. Cuplikan memang tidak murni (mengandung pola pengganggu), tetapi dengan teknik pre-konsentrasi ini diharapkan unsur-unsur pengganggu dapat dihilangkan.

Tabel 3. Analisis unsur dalam blanko(100 ml air)

Unsur	Hasil (ng)	Hasil (ng/ml)
Hg	600 ± 06	$6,1 \pm 0,7$
Cr	64 ± 8	$0,6 \pm 1$
Zn	4300 ± 59	$43 \pm 0,6$

KESIMPULAN

Prekonsentrasi Zn dan Ce dengan resin chelex-100 memberikan hasil yang kuantitatif, Hg dan Cr agak rendah sedangkan Sb, Se dan Cs buruk. Hasil penelitian menunjukkan bahwa prekonsentrasi unsur runutan dalam cuplikan air sebelum analisis meningkatkan kepekaan serta menghilangkan gangguan Na. Gabungan teknik Analisis Pengaktifan Neutron dengan pre-konsentrasi mampu menentukan unsur dengan kadar rendah(ng/ml).

Sald Adam :

Apakah tidak bisa kadar logam dalam cuplikan dikurangi kadar logam dalam blanko?

Dadang Supriatna:

Secara sederhana metode tersebut dapat digunakan, akan tetapi kehomogenan dan kekonstanan pereaksi-pereaksi air yang digunakan sulit untuk dipertahankan sehingga perlu dipertimbangkan lebih jauh.

Rosmiarty:

Dari kesimpulan dikatakan hasil prekonsentrasi dengan kategori buruk yaitu untuk Sb, Se dan Cs. Tolong dijelaskan kategori buruk di sini dalam perbedaannya dengan istilah sangat rendah atau hampir tidak terdeteksi.

Dadang Supriatna:

Kategori kuantitatif apabila perolehannya lebih besar dari 99 %. Kami setuju untuk Sb, Se dan Cs kategorinya sangat rendah.