

Analisis Aktivasi Neutron (AAN) Logam Magnesium dan Mangan dalam Air PDAM setelah Prekonsentrasi Menggunakan Dietilditiokarbamat

EVA S. SIMAREMARE*¹ YATI B. YULIATI², DAN DADANG SUPRIATNA³

¹Program Studi Farmasi Fakultas MIPA Universitas Cenderawasih, Jayapura

²Kimia FMIPA, Universitas Padjadjaran, Bandung

³Pusat Penelitian Pengembangan Teknik Nuklir, Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN), Bandung

Diterima: tanggal 28 Februari 2013 - Disetujui: tanggal 24 Maret 2013

© 2013 Jurusan Biologi FMIPA Universitas Cenderawasih

ABSTRACT

Tracer metal (ng/g) elements in water can be determined solely by a qualitative or quantitative analysis using preconcentration method. This method improves the sensitivity of Neutron Activation Analysis (NAA) into part per billion (ppb) levels, therefore the type and quantity of metal in the water of PDAM can be determined. Preconcentration method was performed by adding diethyldithiocarbamate (DDC) into water sample to produce complex metal sediment. The sediment was irradiated inside TRIGA 2000 reactor in P3TkN for 3 minutes with the pneumatic tube facilities and readusing γ -ray spectrometer. The result ensures diethyldithiocarbamate is possible to apply in preconcentrated method for NAA, the alkali and halogen disturbance ions could also be reduced. Quantitatively, elements in PDAM water are natrium, aluminium, chlorine, zirconium, iodine, calcium, manganese, and magnesium. The magnesium and manganese concentration was 0.1 and 0.06 ng/mL.

Key words: Neutron Activation Analysis, preconcentration, dietilditiokarbamat, magnesium, manganese.

PENDAHULUAN

Air merupakan sumber daya alam yang memiliki fungsi sangat penting bagi manusia. Air banyak digunakan untuk kebutuhan pertanian, perikanan, industri, terlebih kebutuhan sehari-hari manusia (Yumiati *et al.*, 1992). Untuk menghindari dehidrasi, manusia mengkonsumsi air cukup banyak, hampir mencapai 8 liter setiap harinya. Hal ini karena tubuh manusia meng-andung air sekitar 70%. Sumber air minum yang biasa digunakan oleh masyarakat pada umumnya berasal dari air sumur, sungai, hujan, dan air Perusahaan Daerah Air Minum (PDAM).

Ketergantungan masyarakat di kota-kota

besar di Indonesia akan sumber air bersih PDAM sangatlah tinggi. Oleh sebab itu kualitas dan kuantitas air PDAM harus dijaga sehingga terbebas dari unsur-unsur yang berbahaya seperti logam berat. Standard air minum yang dikonsumsi dan digunakan masyarakat memiliki kadar yang dapat ditoleransi. Jika kadar logam berat pada air yang digunakan berada di atas kadar normal dapat menimbulkan efek berbahaya bagi penggunaanya (Syalfani *et al.*, 1994). Tidak hanya menimbulkan penyakit bahkan kematian.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kualitas dan kuantitas unsur-unsur runutan cuplikan air PDAM Bandung. Unsur-unsur yang terdapat dalam air bersifat runutan dan sulit mendapatkan hasil yang akurat. Oleh karena itu dipilih metode penganalisis Analisis Aktivasi Neutron (AAN) karena keunggulannya (June *et al.*, 1992). Beberapa keunggulan AAN diantaranya

*Alamat Korespondensi:

PS. Farmasi FMIPA, Jl. Kamp Wolker, Kampus Uncen
Waena, Jayapura, Papua. Telp.: +62 967 572116
e-mail: eva_smare@yahoo.com

adalah mampu menentukan unsur-unsur runutan (keberadaannya terbatas di alam dan kadarnya kecil sekali), dapat menentukan unsur secara serempak (multi unsur); dilakukan dalam waktu yang relatif cepat; serta dapat digunakan untuk menganalisis kadar unsur-unsur dalam cuplikan tanpa bersifat merusak terhadap cuplikan tersebut (Taftazani *et al.*, 2001).

Di samping keunggulan yang sudah dijelaskan, alat ini juga memiliki keterbatasan. Oleh karena sampel yang digunakan berbentuk cairan dan pada umumnya air mengandung banyak alkali perlu dilakukan perlakuan terlebih dahulu (Friedlander *et al.*, 1981). Perubahan sampel ke dalam bentuk padatan serta penghilangan ion-ion pengganggu dari cuplikan air dilakukan kopresipitasi dengan metode prekonsentrasi (Hidayat *et al.*, 1994).

Peneliti terdahulu pernah melakukan percobaan di ekosistem perairan danau, air kanal, dan air laut di daerah Delft, Belanda dengan kopresipitasi menggunakan pengkompleks dibensilditiokarbamat (DBDTK). Hasil penelitian tersebut menemukan beberapa unsur runutan As, Hg, Se, Sb, Mo, U dan Zn dalam cuplikan air (Hidayat, 1991). Penelitian kali ini dilakukan untuk mengevaluasi unsur-unsur runutan yang terdapat dalam cuplikan air PDAM, meninjau penggunaan dietilditiokarbamat (DDK) sebagai alternatif pengkompleksnya, dan pengurangan ion-ion pengganggu dengan prekonsentrasi.

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat Penelitian

Bahan berupa sampel air yang diambil dari air PDAM di Jalan Badak Singa Bandung. Proses pengambilan sampel dilakukan pada tanggal 27 Mei 2005, setiap tiga jam sekali dari pukul 09.00-18.00 sebelum dan sesudah diproses oleh PDAM. Beberapa bahan lain yang digunakan dalam penelitian ini adalah dietilditiokarbamat (DDK), asam nitrat s.p., ammonium hidroksida, asam klorida p.a, natrium tiosulfat p.a, kalium iodide, metanol teknis, dan Larutan Standard Titrisol

yang digunakan berasal dari LIPI Bandung Bandung (logam Mg, Mn, V, dan Cu).

Beberapa alat pendukung lain yang digunakan adalah pipet mikro appendorf, vial polietilen, gelas kimia polietilen, vial aluminium, ampul kuarsa, neraca Analitis Sartorius, pH meter Cyberscan, pengaduk magnet Ruhromag dan stirer, pengering standar IR, sealer Everbest, reaktor Atom TRIGA 2000, satu unit Spektrometer- γ penganalisis multi saluran Aptec model 5008 dari Tannelac dilengkapi dengan detektor HPGe.

Perlakuan Sampel

Cuplikan air yang diambil menggunakan botol polietilen dengan wadah yang berbeda (sudah dicuci atau direndam dengan asam nitrat 1 N selama 3 hari). Bagian ujung botol polietilen ini diikat dengan tali kemudian air diambil masing-masing sebanyak 1 L dalam empat wadah yang berbeda yang selanjutnya dilakukan preparasi. Cuplikan air yang diambil direndam dengan asam nitrat 1 N selama 3 hari. Asam nitrat suprapure ditambahkan ke dalam cuplikan hingga pH mencapai $< 1,0$ disaring dengan kertas saring whatman 42.

Prekonsentrasi Cuplikan

Cuplikan sampel air diatur pH nya dengan penambahan asam nitrat dan ammonia hingga pH=2. Cuplikan ditambah 1 mL larutan kalium iodida 20% dan 1 mL larutan natrium tiosulfat 25% dan diaduk selama 20 menit (menggunakan pengaduk *magnetic stirer*). Sebanyak 1 mL larutan dietilditiokarbamat 1% dalam metanol ditambahkan ke dalam campuran diaduk selama 1 menit. Endapan yang terbentuk dibiarkan selama 5 menit sebelum penyaringan. Penyaringan dilakukan dengan kertas membran menggunakan pompa vacuum. Endapan dikeringkan di bawah suhu 40°C menggunakan lampu infrared, dibungkus dengan plastik dan ditutup dengan *sealer*, dan siap untuk diiradiasi.

Iradiasi, Pendinginan, dan Pencacahan

Cuplikan dan standar diiradiasi menggunakan wadah iridiasi rabbit polietilen. Dalam

fasilitas tabung pneumatik, cuplikan dan standar dikirimkan ke reaktor untuk diiradiasi. Iradiasi cuplikan dan standar dilakukan dengan menggunakan fasilitas tabung pneumatik Reaktor TRIGA Mark 2000 P3TkN Batan selama 3 menit. Cuplikan dan standar ini beberapa menit didinginkan selanjutnya dicacah (Djojosebroto, 1990).

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif (Susetyo, 1984)

Pada AAN dikenal dua macam metode penentuan kuantitatif, yaitu penentuan secara mutlak dan secara nisbi (relatif). Analisis kuantitatif yang dilakukan dalam penelitian ini menggunakan metode nisbi yaitu metode perbandingan dengan menggunakan zat standard dengan cuplikan. Dengan menggunakan rumus peluruhan radioaktif, dapat dihitung aktivitas radionuklida tersebut pada iradiasi (A_0) dengan persamaan:

$$A_t = A_0 e^{-0,693t/T} \dots\dots\dots 1$$

Selanjutnya setelah diperoleh data dimasukkan ke dalam persamaan 2 untuk menentukan kadarnya.

$$\frac{W_{cuplikan}}{W_{standart}} = \frac{A_{0cuplikan}}{A_{0standart}} \dots\dots\dots 2$$

dimana:

W = Kadar unsur (gram)

A = Aktivitas (dihitung berdasarkan laju cacah dengan satuan per detik/cps).

Pada penentuan kadar unsur-unsur dari cuplikan ini, dilakukan berdasarkan dua metode penentuan kadar spektrum yaitu metode *default software* dan *manual ROI*. Kedua metode ini didasarkan pada prinsip metode Covell yaitu penentuan luas spektrum dengan perbandingan aktivitas dengan luas puncak.

1. Metode *default software* dilakukan bila puncak-puncak spektrum tunggal. Metode ini dilakukan dengan cara analisis AAN biasa, hasil pencacahan dicetak dan aktivitas cuplikan serta standar dikonversikan dengan aktivitas awal (persamaan 1) kemudian kadarnya dihitung dengan persamaan 2.

2. *Manual ROI* untuk puncak-puncak spektrum yang berimpit. Metode ini dilakukan dengan cara penentuan aktivitas berdasarkan penentuan 3 titik spektrum. Hasil pencacahan dicetak, aktivitas cuplikan dan standar dikonversikan dengan aktivitas awal (persamaan 1) kemudian kadarnya dihitung dengan persamaan 2.

Data aktivitas dan spektra cacahan logam/unsur dievaluasi. Untuk melihat jenis-jenis logam yang terdapat dalam sampel air, dilakukan analisis secara kualitatif, sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan membandingkan keaktifan unsur dalam cuplikan terhadap unsur standar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil penelitian, proses prekonsentrasi menunjukkan terbentuknya endapan dengan massa endapan rata-rata berkisar 8 mg. Pada proses ini, digunakan larutan kalium iodida 20% dan natrium tiosulfat 25% untuk mereduksi valensi logam-logam pada air. Logam bervalensi rendah akan berikatan dengan DDK sehingga dapat diperoleh kandungan total kompleks logam-DDK. Pengurangan ion-ion pengganggu natrium dan klorida berhasil dilakukan (Tabel 1).

Batas ambang cacahan atau LOD (*limit of detection*) alat untuk magnesium adalah 0,002 μg sedangkan untuk mangan 0,006 μg . Ini membuktikan bahwa metode AAN dapat menganalisis kadar cuplikan dalam batas kadar yang sangat rendah dan ini yang merupakan salah satu kelebihan metode yang digunakan (Gambar 1).

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Berdasarkan data diperoleh adanya unsur natrium, aluminium, klorida, zirkonium, iodida, kalsium, mangan, dan magnesium. Na-24 berada pada energi 1368 keV, Al-28 pada 1778.80 keV, Cl-38 pada 1642.40 keV, Ar-41 pada 1293 keV, Zr-95

pada 756.72 keV, I-128 pada 442,89 keV, Mn-56 pada 846.74 keV dan 1810 keV, Mg-27 pada 843,74 keV dan 1014 keV yang kemudian diidentifikasi sesuai dengan Tabel 1.

Natrium, aluminium, iodida, dan magnesium merupakan unsur-unsur yang paling besar terdapat dalam cuplikan air. Aluminium mempunyai aktivitas yang tinggi. Hal ini berasal dari tawas (aluminium sulfat) yang digunakan PDAM untuk mengendapkan pengotor air. Iodida mempunyai aktivitas yang tinggi juga. Ini berasal dari larutan pereduksi kalium iodida yang ditambahkan dalam kopresipitasi.

Penentuan jenis logam secara kuantitatif dalam air PDAM

Magnesium (Mg)

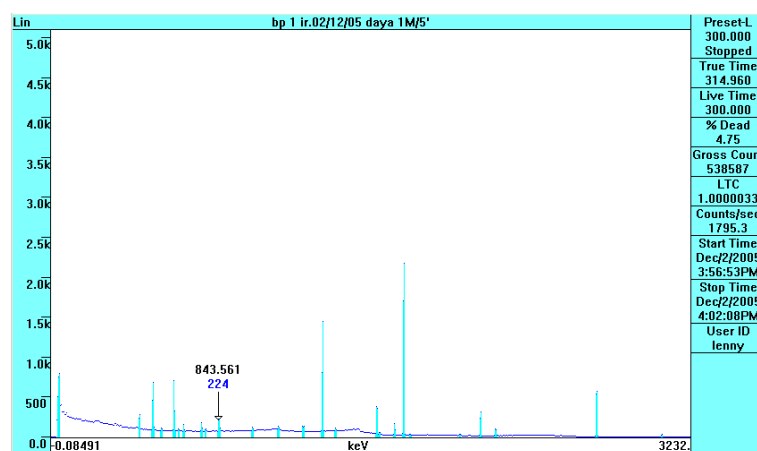
Magnesium memiliki waktu paruh 567,72 detik, ditentukan sebagai Mg-27 pada energi 843,71 keV dan Mg-27 1014,4 keV dengan reaksi $Mg^{26}(n,\gamma)Mg^{27}$. Pada tabel isotop, magnesium memiliki hanya dua energi yaitu 834 keV dan 1014 keV. Kadar Mg-27 energi 843 keV 0.04431 ng/mL sedangkan Mg-27 1014 keV 0,1 ng/mL (menggunakan metode manual). Kadar yang ditemukan sangat sedikit sekali jika dibandingkan dengan data bank pada Lab Analitik PDAM. Kemungkinan magnesium golongan alkali tanah (II) tidak dapat membentuk kompleks kelat dengan DDK. Proses preconcentrasi yang terjadi hanya penangkapan ion bukan pembentukan kompleks. Magnesium hanya teradsorpsi pada permukaan DDK sehingga ion magnesium hanya sedikit yang tertangkap.

Mangan (Mn)

Mangan memiliki waktu paruh 2,5785 menit, ditentukan sebagai Mn-56 pada energi 846,81 keV dan 1810 keV dengan reaksi $Mn^{55}(n,\gamma)Mn^{56}$. Karena puncak pada energi Mg 843 keV dan Mn 846 keV saling berhimpit sehingga sulit untuk mencari aktivitasnya yang tepat. Kadar Mn-

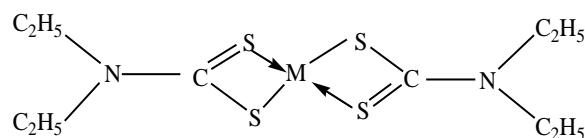


Gambar 1. Endapan kompleks logam-dietilditiokarbamat.



Gambar 2. Spektrum cacahan standard spektrometer sinar-gamma dengan AAN.

56 energi 1810 keV dengan kadar 0,06 ng/mL. Mangan merupakan golongan transisi yang dapat membentuk kompleks kelat dengan DDK sehingga semakin tinggi kadarnya karena banyak logam mangan yang terikat membentuk kelat (Dawyer & Meller, 1964). Gambar 2 menunjukkan kemungkinan terbentuknya kelat kompleks mangan dengan DDK.



Gambar 2. Kompleks logam dietilditiokarbamat (Sandell, 1965).

Tabel 1. Identifikasi puncak-puncak spektrum sinar- γ radionuklida.

No	Radionuklida	Energi (keV)	Aktivitas (cps)		
			Standar	Cuplikan 1	Cuplikan 2
1	^{128}I	442,89	3,43	69,44	81,70
2	^{82}Br	554,34	0,74	-	-
		776,50	0,69	-	-
3	^{95}Zr	756,72	2,56	3,48	3,90
4	^{27}Mg	843,71	3,70	2,64	2,64
		1014,40	1,13	1,89	-
5	^{56}Mn	846,60	2,66	0,95	0,99
		1811,20	-	-	0,25
6	^{52}V	1434,08	0,84	-	-
7	^{38}Cl	1642,40	9,31	4,61	3,55
		2167,68	8,86	4,05	3,86
8	^{24}Na	1368,55	35,90	3,86	4,92
		2754,10	17,96	1,60	2,24
9	^{28}Al	1778,99	60,12	92,80	90,00
10	^{49}Ca	3084,40	0,98	-	0,12

Tabel 2. Kadar (cps) magnesium (Mg) dan mangan (Mn) secara *default software* dan *manual ROI*.

Mg (cps)				Mn (cps)			
Default		Manual		Default		Manual	
843 keV	1014 keV	843 keV	1014 keV	843 keV	1014 keV	843 keV	1014 keV
0,0443	0,04431	0,0291	-	0,0323	0,06	0,0456	0,1016

Sesuai dengan kadar yang didapatkan dalam hasil penelitian, didapatkan bahwa kadar magnesium dan mangan masih di bawah batas baku mutu air minum. Menurut Greenberg & Kingstone (1983) perolehan unsur mangan menggunakan resin celex-100 mencapai $99,99\% \pm 0,07$. Hasil ini menunjukkan bahwa proses prekonsentrasi menggunakan DDK diperoleh kadar yang tidak begitu jauh berbeda dengan hasil penelitian dengan cuplikan air yang sama menggunakan resin celex-100.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Dietilditiokarbamat dapat digunakan sebagai pengkompleks logam Mg dan Mn.

2. Unsur-unsur runutan yang terdapat dalam cuplikan air PDAM yaitu iodida, magnesium, mangan, klorida, natrium, aluminium, dan kalsium. Kadar magnesium pada cuplikan air PDAM 0,1 ng/mL sedangkan mangan 0,06 ng/mL.

Berdasarkan standar baku mutu air minum Peraturan Pemerintah No. 81 tahun 2001 kadar magnesium dan mangan dalam cuplikan air PDAM berada di bawah batas maksimum standar baku mutu air minum (magnesium=50 mg/L., sedangkan mangan=0,1 mg/mL).

DAFTAR PUSTAKA

- Dawyer and Meller. 1964. Chelating Agents and Metal Chelat. Second edition. New York. Academic Press.

- Djojsubroto, H. 1990. Analisis Pengaktifan Neutro. Bandung. PPTN-BATAN. 20-45.
- Friedlander, G., J. W. Kennedy, E. S. Macias, and J. M. Miller. 1981. Nuclear and Radiochemistry. Third Edition. John Wiley & Sons. New York.
- Greenberg, R. R., and H. M. Kingstone. 1983. Trace Element analysis of natural samples by neutron activation analysis with chelating resin. *Analytical Chemistry*. 1160-1165.
- Hidayat, A. 1991. Analisis pengaktifan neutron unsur runutan dalam cuplikan air permukaan setelah kopresipitasi menggunakan dibensilditiokarbamat. *Prosiding Seminar Sains dan Teknologi nuklir PPTN-BATAN*: 243-247.
- Hidayat, A., D. Supriatna, dan A. Suitarsih. 1994. Analisis pengaktifan neutron Hg, As, Sb, dan Se dalam cuplikan air permukaan setelah kopresipitasi menggunakan dibensilditiokarbamat. *Prosiding Seminar Sains dan Teknologi nuklir PPTN-BATAN*: 282-287.
- June, M., S. Sumirwa, & Yumiarti. 1992. Studi penyerapan raksa (Hg) anorganik oleh tanaman Kiambang (*Salvinia natans*) menggunakan teknik AAN. *Aplikasi isotop dan radiasi dalam bidang industri dan hidrologi BATAN*. Batan.
- Sandell, E. B. 1965. Colorimeter Determination of Metals. Third edition. Interscience Publisher. New York.
- Susetyo, W. 1984. Instrumentasi Kimia II Spektrometri Gamma. Pusat Pendidikan dan Latihan Badan Tenaga Atom Nasional. Bandung.
- Syalfani, S. Manurung, dan Djijono. 1994. Studi metode sampling air hujan untuk analisis ^{18}O dan Deuterium, *Risalah Pertemuan Ilmiah: Aplikasi Isotop dan Radiasi BATAN*. Batan
- Taftazani, A., Sumining & T. Basuki. 2001. Unjuk kerja AANI pada analisis logam berat dalam cuplikan lingkungan. *Proceeding Seminar Sains & Teknologi Nuklir P3Tkn-BATAN*. 128 - 135.
- Yumiati, Suwirna, S., & M. June. 1992. Penyerapan Cr oleh ikan lele (*Clarias batractus*) dalam air menggunakan perunut ^{51}Cr . *Aplikasi isotop dan radiasi dalam bidang industri dan hidrologi BATAN*. Batan.