

PROSIDING

Seminar Nasional Teknik Analisis Nuklir

Yogyakarta, 22 Oktober 2013

Forum AAN Indonesia

**Peran Teknik Analisis Nuklir Dalam Bidang Industri,
Lingkungan, dan Kesehatan**



**BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
FORUM ANALISIS AKTIVASI NEUTRON INDONESIA**

PROSIDING

Seminar Nasional Teknik Analisis Nuklir

Yogyakarta, 22 Oktober 2013

Forum AAN Indonesia

**Peran Teknik Analisis Nuklir Dalam Bidang Industri,
Lingkungan, dan Kesehatan**

Penyunting :

Prof. Dr. Ir. Agus Taftazani (BATAN)

Dr. Muhayatun Santoso, MT (BATAN)

Prof. Dr. Kusminarto (UGM)

Ir. Dwi Wahini Nurhayati, M.Eng (KEMENPERIN)

**BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
FORUM ANALISIS AKTIVASI NEUTRON INDONESIA**

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas petunjuk dan karunia-Nya sehingga **Prosiding Seminar Nasional Teknik Analisis Nuklir 2013** dengan tema “PERAN TEKNIK ANALISIS NUKLIR DALAM BIDANG INDUSTRI, LINGKUNGAN DAN KESEHATAN” dapat diterbitkan. Seminar Nasional TAN ke 6 ini telah diselenggarakan pada tanggal 22 Oktober 2013 dan dilanjutkan dengan Workshop pada tanggal 23 Oktober 2013 di Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan - BATAN, Jl. Babarsari Yogyakarta. Pembukaan seminar dilakukan oleh Deputi Kepala BATAN Bidang Penelitian Dasar dan Terapan, Bapak Dr. Ir. Anhar Riza Antariksawan, yang kemudian dilanjutkan dengan 3 ceramah umum.

Ceramah umum I oleh **Prof. Emmanuel Tsesselis** dari CERN dengan judul CERN, *PARTICLE PHYSICS AND THE HUNT OF THE HIGGS BOSON*, ceramah umum II oleh **Dr. Himanshu Gupta** dari Nuclear Medicine-APAC Singapore dengan judul *PET CT : PHYSICS, IMAGING, HEALTH SCIENCES & RESEARCH* dan ceramah umum III oleh **Dr. Dwi P. Sasongko, M.Si.** dari Universitas Diponegoro Semarang dengan judul MODEL PERSEBARAN “TENORM” DI PERAIRAN PESISIR UNTUK MENDUKUNG PROGRAM PENYUSUNAN DATABASES RADIOEKOLOGI KELAUTAN DI INDONESIA. Seminar ini dihadiri peserta yang terdiri dari peneliti di lingkungan BATAN maupun Dosen/Mahasiswa Perguruan Tinggi Negeri dan Swasta. Di dalam prosiding ini dimuat karya tulis yang terdiri dari 3 makalah Ceramah Umum dan hasil-hasil penelitian sebanyak 18 topik yang terdiri dari 17 makalah dari BATAN, 1 makalah dari akademisi.

Pada hari kedua, acara seminar ini diisi acara Workshop yang dibuka oleh Kepala Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, Dr. Ir. Widi Setiawan. Acara workshop dihadiri oleh 21 peserta dari Badan Lingkungan Hidup dan Universitas. Dalam workshop dilakukan identifikasi unsur umur pendek, menengah, dan panjang di Laboratorium Reaktor dan Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron (AAN) yang bertujuan untuk meningkatkan kemampuan laboratorium analisis baik dari segi kompetensi sumber daya manusia, fasilitas, sarana prasana dan tata laksana laboratorium yang terstandarisasi. Workshop diakhiri dengan rapat anggota FAANI berupa evaluasi program serta rencana program kerja.

Semoga penerbitan prosiding ini dapat bermanfaat sebagai bahan acuan untuk memacu dan mengembangkan penelitian yang akan datang khususnya teknik analisis nuklir serta aplikasinya. Kami mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penerbitan prosiding ini.

Editor

PENGARAH

Kepala BATAN

Deputi Penelitian Dasar dan Terapan (PDT)

PENANGGUNG JAWAB

Kepala PTAPB – BATAN

EDITOR / PENILAI

FMIPA-UGM

Prof. Dr. Kusminarto

BBKKP-KEMENPERIN

Ir.Dwi Wahini Nurhayati, M.Eng

BATAN

Prof. Dr. Ir. Agus Taftazani (PTAPB)

Dr. Muhayatun Santoso, MT (PTNBR)

Tim Prosiding

Badiwiyana, Sihono, Dwi Purnomo

DAFTAR ISI

PENGANTAR EDITOR	i
EDITOR	ii
SAMBUTAN KEPALA PTAPB-BATAN	iii
DAFTAR ISI	iv - v
CERAMAH UMUM	
CERN, PARTICLE PHYSICS AND THE HUNT OF THE HIGGS BOSON	vi - xxxi
Prof. Emmanuel Tsesmelis	
PET CT : PHYSICS, IMAGING, HEALTH SCIENCES & RESEARCH	xxxii - lv
Dr. Himanshu Gupta	
MODEL PERSEBARAN “TENORM” DI PERAIRAN PESISIR UNTUK MENDUKUNG PROGRAM PENYUSUNAN DATABASES RADIOEKOLOGI KELAUTAN DI INDONESIA	lvi - lxii
Dr. Dwi P. Sasongko, M.Si.	
PENENTUAN LIMIT DETEKSI PADA PUNCAK BERTUMPUK DALAM AAN	1 - 4
Yustina Tri Handayani	
PENGELOLAAN UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM MENGGUNAKAN SRM DAN CALON SRM	5 - 15
Saeful Yusuf	
ANALISIS FISIKO-KIMIA RADIOISOTOP ^{117m}Sn AKTIVITAS JENIS TINGGI DARI SASARAN TIMAH OKSIDA MENGGUNAKAN REAKSI SZILARD-CHALMERS	16 - 22
Duyeh Setiawan, Nana Suherman, Titin Srimulyati	
QUANTITATIVE DETERMINATION OF I, Cl AND Br ON BIOLOGICAL STANDARD REFERENCE MATERIAL USING EPITHERMAL INSTRUMENTAL NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS	23- 29
Sutisna, Alfian, Siti Suprapti, Kawkab Mustofa	
KONTRIBUSI TEKNIK ANALISIS NUKLIR DALAM KAJIAN KUALITAS UDARA DI BERBAGAI KOTA DI INDONESIA	30 - 37
Muhammad Santoso, Diah Dwiana Lestiani	
UJI PROFISIENSI ANTAR LABORATORIUM DALAM PENENTUAN UNSUR PADA CUPLIKAN SEDIMEN DAN SOIL DENGAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON	38 - 45
Muji Wiyono, Dadong Iskandar, Eko Pudjadi dan Wahyudi	

UJI PROFISIENSI SAMPEL MATRIK TANAH DAN SEDIMEN SUNGAI DALAM RANGKA PENGENDALIAN MUTU HASIL PENGUJIAN LABORATORIUM	46 - 52
Th. Rina Mulyaningsih	
PENENTUAN PENCEMARAN Cr, Co, Fe, DAN Sb PADA LINDI MENGGUNAKAN METODE ANALISIS AKTIVASI NEUTRON	53 - 56
Yustinus Purwamargapratala, Alfian, Ridwan	
KONTROL KUALITAS HASIL ANALISIS Mn, Mg, Al, V DAN Na MENGGUNAKAN METODE k_0 -AANI	57 - 61
Alfian, Sutisna	
APLIKASI AAN DAN XRF DALAM UJI HOMOGENITAS KANDIDAT BAHAN ACUAN <i>BOTTOM ASH</i>	62 - 67
Woro Yatu Niken Syahfitri, Syukria Kurniawati, Natalia Adventini	
STATUS KANDUNGAN URANIUM DAN THORIUM DALAM PASIR BESI JAWA BARAT	68 - 73
Indah Kusmartini, Diah Dwiana Lestiani, Syukria Kurniawati, Woro Yatu NS	
OPTIMISASI APLIKASI <i>AIR FILTER</i> UNTUK PENGUKURAN UNSUR Co, Cr, DAN Ni PADA SPEKTROMETER <i>ENERGY DISPERSIVE X-RAY FLUORESCENCE</i> (EDXRF) EPSILON 5	74 - 82
Natalia Adventini, Dyah Kumala Sari, Diah Dwiana Lestiani	
KORELASI ANTARA WAKTU TINGGAL, ARUS DAN RANDEMEN PADA PENENTUAN U-234, U-235 DAN U-238 DENGAN SPEKTROMETRI ALPHA	83 - 89
Muzakky, Bambang Irianto	
ANALISIS Zr DAN Hf DALAM ZIRKON OKSIDCHLORIDA HASIL PROSES PELINDIAN DENGAN XRF DAN AAN	90 -96
Sukirno, Sri Murniasih, Samin	
KORELASI DARI KONSENTRASI Th-232 DENGAN U-238 DALAM PASIR ZIRKON	97 - 103
Sukirno, Rosidi	
DISTRIBUSI LOGAM Fe, Ca, Ti, Ba, Sr, Zr dan Ce DALAM BATUBARA DAN LIMBAH PEMBAKARANNYA PLTU CILACAP MENGGUNAKAN XRF	104 - 112
M. Miqdam Musawwa, Agus Taftazani, Riyanto	
INDEKS PENULIS	113
DAFTAR PESERTA	114 - 117

DISTRIBUSI LOGAM Fe, Ca, Ti, Ba, Sr, Zr dan Ce DALAM BATUBARA DAN LIMBAH PEMBAKARANNYA PLTU CILACAP MENGGUNAKAN XRF

M. Miqdam Musawwa¹, Agus Taftazani², Riyanto¹

¹Program Studi Ilmu Kimia, FMIPA, UII
Jl. Kaliurang Km. 14,5, Yogyakarta 55584
Email : idam_jogja@yahoo.com

²PTAPB-BATAN Yogyakarta
Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 Yogyakarta 55281
Email : aguszani@batan.go.id

ABSTRAK

Telah dilakukan penentuan distribusi logam Fe, Ca, Ti, Sr, Zr, Ba dan Ce dalam sampel batubara, abu dasar (bottom ash) dan abu layang (fly ash) pada PLTU Cilacap dengan metode spektrometri pendar sinar-X (XRF). Sampel batubara, abu layang dan abu dasar yang halus lolos 200 mesh dan homogen, dicacah menggunakan sumber radioisotop Besi-55, Cadmium-109 dan Ameresium-241 masing-masing 3 kali selama 1000 detik. Pengukuran konsentrasi logam dilakukan dengan metode pembandingan tunggal (single comparator) dengan tiga SRM pembandingan: NIST-SRM: BRS 8704, Surinam 2702 dan Marine 696. Hasil analisis kuantitatif unsur-unsur dengan metode pembandingan tunggal dalam batubara yaitu Fe ($2,818 \pm 0,31$ %), Ca ($0,429 \pm 0,29$ %), Ti ($0,086 \pm 0,013$ %), Ba ($108,97 \pm 13$ ppm), Sr ($66,8 \pm 12,11$ ppm), Zr ($0,006 \pm 0,008$ %) dan Ce ($8,713 \pm 7,91$ %). Dalam abu dasar: Fe = $6,41 \pm 0,287$ %, Ca = $2,919 \pm 0,86$ %, Ti = $0,415 \pm 0,057$ %, Ba = $367,27 \pm 17,39$ ppm, Sr = $576,8 \pm 72$ ppm, Zr = $0,049 \pm 0,07$ % dan Ce = $90,7 \pm 43,08$ ppm. Dalam abu layang : Fe = $9,423 \pm 0,81$ %, Ca = $5,255 \pm 1,62$ %, Ti = $0,498 \pm 0,1$ %, Ba = $825,9 \pm 60,33$ ppm, Sr = $832,9 \pm 0,01$ ppm, Zr = $0,041 \pm 0,058$ % dan Ce = $127,18 \pm 54,81$ ppm. Faktor pemekatan terhadap batubara dalam abu dasar Fe (2,3), Ca (6,8), Ti (4,8), Ba (3,3), Sr (9,5), Zr (8,2) dan Ce (10,3). Faktor pemekatan dalam abu layang yaitu: Fe (3,3), Ca (12,2), Ti (5,7), Ba (7,6), Sr (13,8), Zr (6,8) dan Ce (14,5). Diperoleh akurasi yang baik pada unsur Fe (94,83 %) dan Ba (98,96 %) dan unsur lainnya kurang baik (56,78 - 66,67) %. Nilai presisi unsur dalam abu layang (1,853 – 10,04) %, abu dasar (0,871 - 11,66) % dan batubara (4,249 – 958,3) %.

Kata kunci: Spektrometri pendar sinar-X, batubara, abu dasar, abu layang, PLTU Cilacap, ⁵⁵Fe, ¹⁰⁹Cd, ²⁴¹Am, BRS 8704, Surinam 696, dan Marine 2702.

ABSTRACT

The concentration of Fe, Ca, Ti, Sr, Zr, Ba and Ce elements and their distribution in coal, bottom ash and fly ash of Cilacap coal power plant samples have been determined using X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF). Powdered coal, bottom ash and fly ash pass 200 mesh sieve enumerated using radioisotope sources of iron-55, cadmium-109 and ameresium-241, respectively 3 times during 1000 seconds. Quantitative analysis was conducted using a single comparator of standard benchmark NIST - SRM: i.e. BRS 8704, Surinam 2702 and Marine 696. Results of quantitative analysis of elements Fe, Ca, Ti, Ba, Sr, Zr, and Ce in coal is was respectively (2.818 ± 0.31 %), (0.429 ± 0.29 %), (0.086 ± 0.013 %), (108.97 ± 13 ppm), (66.8 ± 12.11 ppm), (0.006 ± 0.008 %) and (8.713 ± 7.91 %). In bottom ash was respectively (6.41 ± 0.287 %), (2.919 ± 0.86 %), (0.415 ± 0.057 %), (367.27 ± 17.39 ppm), (576.8 ± 72 ppm), (0.049 ± 0.07 %) and Ce = (90.7 ± 43.08 ppm) . In fly ash :was respectively (9.423 ± 0.81 %), (5.255 ± 1.62 %), (0.498 ± 0.1 %), (825.9 ± 60.33 ppm), ($832.9 \pm 0, 01$ ppm), (0.041 ± 0.058 %) and (127.18 ± 54.81 ppm) . Fp concentration factor obtained in the bottom ash, elements of Fe (2.3), Ca (6.8), Ti (4.8), Ba (3.3), Sr (9.5), Zr (8.2) and Ce (10.3). Fp concentration factor obtained in the fly ash, namely the element Fe (3.3), Ca (12.2), Ti (5.7), Ba (7.6) Sr (13.8), Zr (6.8) and Ce (14.5). From the experimental values obtained good accuracy that the Fe (94.83 %) and Ba (98.96 %) and other metal poor (56.78 to 66.67) % . Precision value of the metal in fly ash is quite good and it ranged between 1.853 to 10.04 %.

Keywords: XRF, coal, bottom ash, fly ash, Cilacap Power Plant, BRS 8704, Surinam 696, and Marine 2702.

PENDAHULUAN

Batubara merupakan bahan bakar yang sangat luas digunakan dalam dunia industri karena harganya murah dan tersedia melimpah di dunia. Salah satu industri yang memanfaatkan batubara adalah PLTU. Pada tahun 2010, pemakaian batubara per hari mencapai 607 ton [1]. Pembakaran batubara akan menghasilkan limbah yang berupa abu batubara dengan jumlah 2 – 10 %. Abu batubara terdiri dari dua jenis yaitu abu dasar dan abu layang. Abu layang merupakan bagian terbesar dari abu batubara yaitu 80%. Abu batubara mengandung berbagai macam logam yaitu logam-logam yang bisa dimanfaatkan kembali seperti Si, Fe, Al dan Ca [2]. Selain itu abu batubara juga diindikasikan mengandung logam-logam berat toksik seperti Pb, Cr, Cu, Ni, Cd [3].

PLTU Cilacap merupakan salah satu pembangkit listrik di Indonesia yang membutuhkan suplai batubara sebanyak 6,500 ton per hari. Jumlah yang besar tersebut berpotensi mencemari lingkungan. Salah satu cara penanganan limbah abu batubara yang dilakukan dengan optimalisasi potensi abu batubara. Abu batubara dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang, seperti bahan pembuat *paving block* [4]. Namun sebelum abu batubara tersebut dimanfaatkan secara luas, perlu dilakukan identifikasi kandungan logam-logamnya terlebih dahulu. Identifikasi meliputi pengukuran konsentrasi logam-logam dalam limbah pembakaran batubara serta distribusinya. Pada penelitian ini pengukuran konsentrasi logam menggunakan metode spektrometri pendar sinar-X (XRF). Metode ini mempunyai beberapa keunggulan diantaranya dapat untuk analisis multi unsur dan serentak, preparasi sederhana, waktu singkat, sampel berbagai bentuk serta lebih ekonomis dibandingkan metode lain dengan kemampuan yang sama[5].

Logam-logam yang diukur dalam penelitian ini yaitu Fe, Ca, Ti, Ba, Zr, Sr dan Ce. Logam Fe, Ca, Ti, Zr dan Sr termasuk logam yang dapat dimanfaatkan kembali, sementara logam Ba dan Ce termasuk logam berat. Konsentrasi logam-logam dalam penelitian ini dihitung dengan metode *single comparator*. Metode ini selanjutnya diuji validasinya dengan serangkaian pengujian yang meliputi uji

akurasi, presisi, batas terkecil deteksi (BTD) dan ketidakpastian.

Penentuan nilai presisi dilakukan dengan pencacahan sampel dengan pengulangan masing-masing sebanyak tiga kali. Perhitungan akurasi dan presisi dilakukan dengan menggunakan persamaan berikut.

$$Bias = \frac{C_s - C_u}{C_s} \times [100] \quad (1)$$

$$Akurasi = 100 \% - Bias \quad (2)$$

$$Presisi = \frac{\sqrt{\delta P^2 - \delta B^2}}{NP - NB} \times 100 \% \quad (3)$$

Keterangan:

C_s, C_u	=	Konsentrasi rata-rata sertifikat, terukur
SD	=	Standar deviasi konsentrasi terukur
δP	=	Standar deviasi pencacahan
δB	=	Standar deviasi pencacahan latar
NP	=	Hasil pencacahan standar
NB	=	Hasil pencacahan latar

Persamaan yang digunakan untuk menghitung limit deteksi atau batas terkecil deteksi (BTD) menggunakan persamaan di bawah ini [6].

$$Sensitivitas (m) = \frac{R/C}{t} \quad (4)$$

R = cacah sampel
 C = konsentrasi dalam SRM
 t = waktu pencacahan (detik)

$$BTD = \frac{0,3 \sqrt{R}}{m \ t} \quad (5)$$

m = sensitivitas = cacah per second/persen kadar unsur (cps%)
 R = cacah latar
 t = waktu pencacahan (detik)

Evaluasi Ketidakpastian Tipe A

Bila dilakukan pengamatan berulang sejumlah n pengamatan, maka dapat dihitung kembali nilai rata-rata yang kemungkinan terjadi perbedaan dengan nilai pertama. Taksiran sebaran dari rata-rata hasil pengamatan dapat dihitung dari simpangan baku percobaan.

$$\mu = S/\sqrt{n} \quad (6)$$

μ = ketidakpastian
 S = simpangan baku
 n = jumlah pengamatan

Evaluasi Ketidakpastian Tipe B

Sumber ketidakpastian tipe B dilaporkan dalam sertifikat. Ketidakpastian baku diperoleh dari ketidakpastian dari sertifikat dibagi faktor cakupan yang diberikan sertifikat. bila tidak ditemukan informasi faktor cakupan, maka dapat diambil 2 (dua) untuk distribusi normal persamaan (7) dan distribusi rekatangular persamaan (8) dengan tingkat kepercayaan 95 %.

$$\mu(x) = S/2 \text{ atau } S/1,96 \quad (7)$$

$$(x) = S/3 \text{ atau } S/1,96 \quad (8)$$

$$(x) = S/\sqrt{3} \quad (8)$$

Perhitungan ketidakpastian gabungan (μ_c) diperoleh dengan menggabungkan seluruh ketidakpastian baku dari komponen-komponennya, yaitu dengan menjumlahkan seluruh ketidakpastian baku, mengkuadratkan, dan menarik pangkat dua dari jumlahnya dengan persamaan sebagai berikut.

$$\mu_c^2 = \mu_B^2 + \mu_C^2 \text{ atau } \mu_c = (\mu_B^2 + \mu_C^2)^{0,5} \quad (9)$$

Ketidakpastian diperluas (U), untuk mendapatkan probabilitas yang memadai bahwa nilai hasil uji berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian. Perhitungannya yaitu dengan mengalikan ketidakpastian baku gabungan dengan faktor cakupan (2) yang memberikan tingkat kepercayaan sekitar 95% [7].

$$U = k \cdot u_c \quad (10)$$

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui distribusi konsentrasi logam Fe, Ca, Ti, Ba, Zr, Sr dan Ce dalam batubara serta abu batubara. Selain itu juga untuk mengetahui validasi metode spektrometri pendar sinar-X yang digunakan dalam penelitian.

METODE PENELITIAN

Alat

Seperangkat spektrometer pendar sinar-X dengan detektor Si(Li), sumber pengekstasi ^{109}Cd , ^{241}Am dan ^{55}Fe , timbangan analitik terkalibrasi dan wadah pencacahan.

Bahan

Serbuk batubara BB, abu dasar AD dan abu layang AL dari PLTU Cilacap kering, lolos ayakan 200 mesh dan homogen masing-masing ditimbang seberat 5g (dibuat 3 pengulangan).

Standar primer dari *Standar Reference Material (SRM) National Institute of Standards and Technology (NIST)*: masing-masing 5 g SRM 8704 *Buffalo River Sediment*, SRM 2702 *Inorganics in Marine Sediment*, SRM 696 *Bauxite (Surinam)*.

Standar sekunder yang digunakan adalah larutan standar campuran dengan berbagai konsentrasi sebagai berikut: Fe = 0,5 s/d 9 %; Ti = 0,025 s/d 0,45 %, Ca = 100 s/d 1800 ppm; Zr = 50 s/d 900 ppm; Ba = 100 s/d 1800 ppm; Ce = 50 ppm s/d 900 ppm. Larutan standar diteteskan pada 4g serbuk SiO_2 . Standar sekunder masing-masing dibuat 3 pengulangan (*triple*) kemudian dikeringkan dengan lampu pengering sampai berat konstan. Standar sekunder digunakan untuk membuat kurva standar untuk penentuan akurasi dari SRM yang digunakan.

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- Kalibrasi energi alat dilakukan dengan sumber pengekstasi Am-241 dengan mencacah unsur Sr, Cd dan Sm.
- Pencacahan sampel
Sampel BB, AD dan AL dengan berat masing-masing 5 gram tersebut dicacah menggunakan sumber pengekstasi ^{109}Cd dan ^{241}Am selama 1000 detik. Sampel 2 gram dicacah dengan ^{55}Fe .
- Pencacahan standar
SRM BRS 8704, Marine 2702 dan Surinam 696 dicacah dengan ^{109}Cd , ^{241}Am dan ^{55}Fe masing-masing 3 kali selama 1000 detik.
- Analisis Kuantitatif
Metode analisis kuantitatif yang digunakan yaitu *single comparator*. Rumus penentuan konsentrasi logam dalam sampel:
Konsentrasi : $C_c = \frac{I_c}{I_s} C_s \quad (11)$
dengan :
 C_c = konsentrasi logam dalam sampel
 C_s = konsentrasi logam dalam SRM
 I_c = Intensitas logam sampel
 I_s = Intensitas logam SRM
- Validasi Metode
Validasi metode yang diuji dalam penelitian ini yaitu pengujian akurasi, presisi, batas terkecil deteksi (BTD) dan ketidakpastian terhadap metode spektrometri pendar sinar-X (XRF).

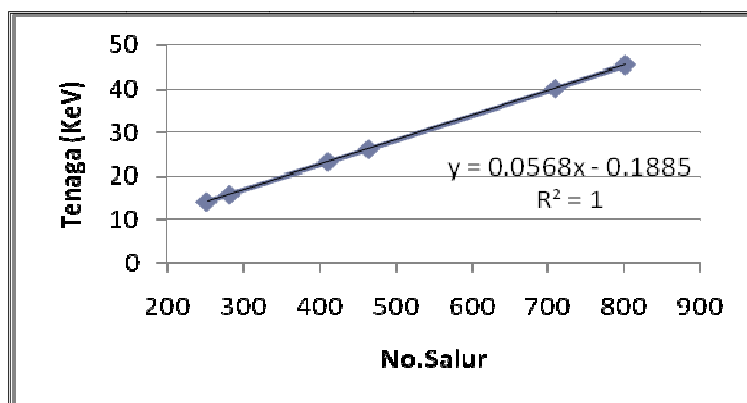
HASIL DAN PEMBAHASAN

Kalibrasi Tenaga

Kalibrasi tenaga dilakukan dengan mengukur nomor salur unsur Sr, Cd dan Sm yang dicacah dengan sumber radioisotop dengan ^{241}Am . Persamaan regresi $y = 0,00568x - 0,1885$ dengan koefisien

regresi ($r \approx 1$) diperoleh dari kurva kalibrasi seperti ditunjukkan pada Gambar 1.

Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan instrumen spektrometer pendar sinar-X (XRF) yang akan digunakan dalam penelitian ini layak untuk digunakan dalam analisis selanjutnya.



Gambar 1. Kurva kalibrasi tenaga

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Sebelum dilakukan analisis kuantitatif, terlebih dahulu dilakukan analisis kualitatif. Analisis kualitatif atau identifikasi unsur berdasarkan energi spesifik setiap unsur. Sampel telah diaktivasi dengan 3 sumber, yang menghasilkan spektrum sinar X seebagaiman ditunjukkan pada Gambar 2.

Analisis kuantitatif (penentuan konsentrasi) dilakukan dengan metode *single comparator* menggunakan SRM pembanding yaitu BRS 8704 untuk logam Fe, Ca, Ti, Ba dan Ce, Marine 2702 untuk logam Zr dan Surinam 696 untuk logam Sr. Perhitungan konsentrasi dilakukan dengan persamaan (11) dengan hasil rata-rata dari 3 kali pengukuran BB, AD dan AL sebagai berikut.

Konsentrasi tertinggi logam-logam terdapat dalam sampel abu layang AL, disusul abu dasar AD dan paling rendah terdapat dalam batubara BB. Logam-logam tersebut lebih terkonsentrasi dalam abu layang karena terjadi pemekatan selama pembakaran batubara. Hal ini menunjukkan pembakaran batubara menghasilkan limbah dengan konsentrasi logam berat semakin besar atau terjadi pemekatan pada limbah AD maupun AL.

Dari Tabel 1 di bawah selanjutnya dapat dihitung faktor pemekatan (Fp) suatu konsentrasi unsur yang sama dalam abu dasar dan abu layang terhadap konsentrasi unsur dalam batubara. Besaran Fp diperoleh dari perhitungan konsentrasi unsur dalam abu layang dibagi dengan konsentrasi unsur yang sejenis dalam batubara, dengan cara yang sama diperoleh Fp dalam abu dasar. Hasil perhitungan harga Fp beberapa unsur sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 3 sebagai berikut. Terlihat harga Fp berkisar 2 sampai 14 terhadap batubara dan harga Fp semua unsur abu layang AL lebih besar dari pada abu dasar AD (kecuali unsur Zr). Limbah pembakaran batubara AL dan AD di sisi lain berbahaya dan beracun (logam berat) yang dapat melayang di udara jika tidak dikelola, disisi lain dapat dimanfaatkan untuk bahan semen (kadar Fe 6,4 – 9,4%, dan Ca 3-5%).

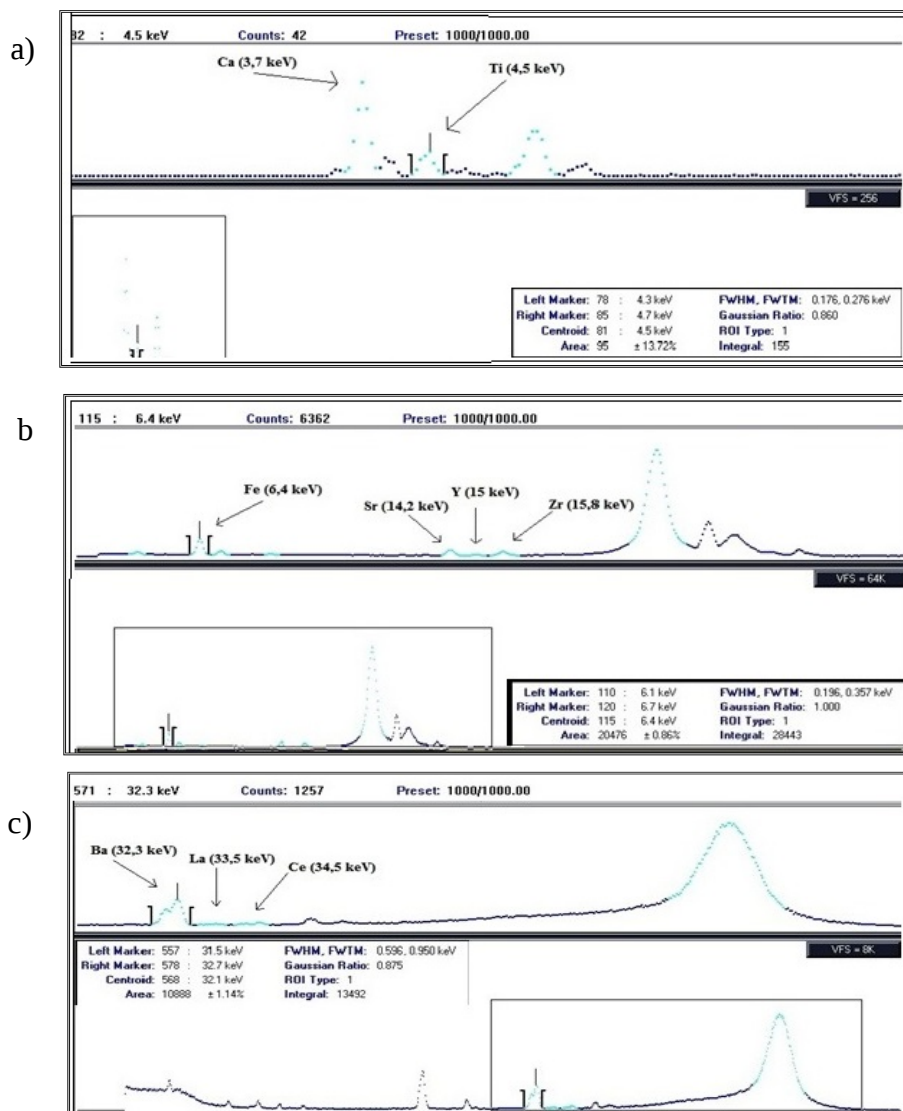
VALIDASI METODE

Validasi metode dilakukan untuk mengetahui kelayakan metode spektrometri pendar sinar-X yang digunakan dalam penelitian ini. Pengujian yang dilakukan meliputi uji akurasi, presisi, batas terkecil deteksi dan ketidakpastian.

a. Akurasi

Pengujian akurasi dilakukan untuk menentukan kesesuaian pengukuran konsentrasi terukur logam-logam dengan konsentrasi yang tertera pada sertifikat SRM. Konsentrasi terukur diperoleh melalui

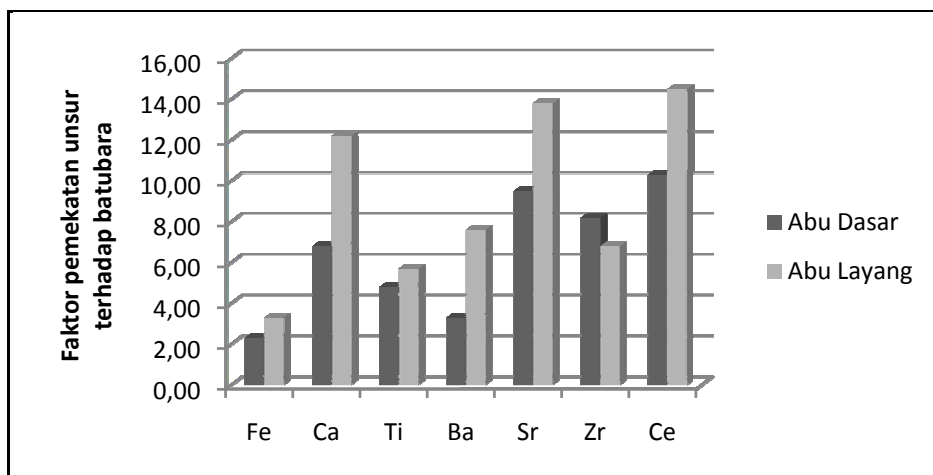
perhitungan dengan kurva standar dari standar sekunder yang dibuat dengan meneteskan larutan standar campuran pada serbuk SiO₂ dan dikeringkan. Hasil dari perhitungan akurasi yang diperoleh dari persamaan (2) adalah sebagai berikut.



Gambar 2 .Hasil analisis kualitatif sampel abu layang menggunakan sumber; a) ⁵⁵Fe, b) ¹⁰⁹Cd dan c) ²⁴¹Am

Tabel 1. Konsentrasi terukur logam dalam sampel PLTU Cilacap dengan pembandingan tunggal dari 3 SRM

Logam	Konsentrasi (% w/w)		
	Batubara	Abu Dasar	Abu layang
Fe	2,818 %	6,41 %	9,423 %
Ca	0,429 %	2,919 %	5,255 %
Ti	0,086 %	0,415 %	0,498 %
Ba	0,0108 %	0,0367 %	0,082%
Ce	0,00087 %	0,009 %	0,0127 %
Sr	0,006 %	0,057 %	0,0832 %
Zr	0,006 %	0,049 %	0,041 %



Gambar 3. Harga Fp beberapa unsur dalam abu dasar AD dan abu layang AL

Tabel 2. Nilai akurasi konsentrasi logam Fe, Ca, Ti, Ba, Zr dan Ce dalam SRM

Logam	SRM BRS 8704					Surinam 696
	Fe	Ca	Ti	Ba	Ce	Zr
Intensitas	0,020	0,627	0,280	0,044	0,004	0,058
Terukur	4,17 %	1,499 %	0,29 %	408,71 ppm	44,07 ppm	0,186 %
Sertifikat	3,97 %	2,641 %	0,457 %	413 ppm	66,5 ppm	0,14 %
Bias	5,16 %	43,217 %	35,98 %	1,03 %	33,73 %	33,32 %
Akurasi	94,83 %	56,78 %	64,01 %	98,96 %	66,27 %	66,67 %

Nilai akurasi paling baik yaitu pada logam Fe dan Ba. Pada logam Ca, Ti, Zr dan Ce nilai akurasinya kurang baik karena di bawah 90%. Diduga kesalahan ini timbul karena pembuatan standar tetes mempunyai konsentrasi yang kurang dekat dengan kadar unsur dalam SRM, sehingga

akurasinya jelek, juga penyebabnya adalah karena kurva kalibrasinya tidak linier, contoh untuk logam Ca kurva kalibrasi standar tidak linear sehingga koefisien regresi tidak mendekati 1 sebagaimana pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Tabel 3. Persamaan kurva standar logam Fe, Ca, Ti, Zr, Ba dan Ce

Logam	Persamaan garis	R ²	Logam	Persamaan garis	R ²
Fe	$y = 0,0044x + 0,0019$	0,9835	Zr	$y = 0,00005x + 0,0021$	0,9865
Ca	$y = 0,00005x + 0,0278$	0,5672	Ba	$y = 0,0001x + 0,004$	0,9977
Ti	$y = 0,9261x + 0,0096$	0,9342	Ce	$y = 0,00008x + 0,0014$	0,9989

b. Presisi

Presisi menunjukkan kesesuaian hasil dari beberapa hasil pengukuran yang diukur dengan cara yang sama. Nilai presisi yang baik yaitu di bawah 10%, namun ada

juga yang di atas 10 % untuk batasan logam-logam dengan konsentrasi tertentu [8]. Pengukuran presisi dilakukan dengan persamaan (3) dengan hasil sebagai berikut.

Tabel 4. Nilai presisi logam dalam sampel abu layang (AL) Cilacap

Logam	Fe	Ca	Ti	Ba	Sr	Zr	Ce
Cps Latar	0,00096	0,1007	0,0473	0,00002	0,000004	0,000001	0,00004
SD Latar	0,00001	0,0046	0,0052	0,00003	0,000003	0,000003	0,00004
Cps Sampel	0,0481	1,219	0,3056	0,08974	0,0225	0,0171	0,00891
SD Sampel	0,0018	0,085	0,0264	0,00265	0,000418	0,000348	0,000471
Presisi	3,914 %	7,59 %	10,04 %	2,961 %	1,853 %	2,021 %	5,28 %

Berdasarkan Tabel 4. nilai presisi seluruh logam pada sampel abu layang tergolong baik karena berada di bawah 10 %.

c. Sensitivitas dan batas terkecil deteksi (BTD)

Sensitivitas pendar sinar-X dapat dikatakan sebagai rasio aktivitas cacah individu dengan berat logam dalam cuplikan (A/W). Sensitivitas dihitung dengan persamaan (4). Sensitivitas logam-logam dalam sampel abu layang dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Perhitungan sensitivitas dalam abu layang Cilacap

Logam	Fe	Ca	Ti	Sr	Zr	Ba	Ce
Cacah rerata	20364,67	406,33	101,67	9541,67	7278	10664,3	1060
Konsentrasi (%)	3,97	2,641	0,457	0,01197	0,14	0,0413	0,00665
t cacah	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
Nilai sensitivitas	5,129	0,153	0,222	797,131	51,985	258,216	159,39
Sensitivitas	Urutan terbesar sensitivitas logam: Sr > Ba > Ce > Zr > Fe > Ti > Ca						

Batas deteksi adalah konsentrasi terendah yang dapat dideteksi tinggi. Batas terkecil deteksi (BTD) suatu logam yang dicacah dengan spektrometer pendar sinar-X diperlukan untuk mengetahui kemampu-

an alat tersebut yang berhubungan dengan sensitivitasnya. Perhitungan batas terkecil deteksi dengan tingkat kepercayaan untuk logam-logam menggunakan persamaan (5) dengan hasil ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Hasil perhitungan batas terkecil deteksi Fe, Ca, Ti, Sr, Zr, Ba dan Ce dalam abu layang (AL) Cilacap

Kuantitas	Hasil hitung pencacahan dan hasil batas terkecil deteksi						
Logam	Fe	Ca	Ti	Sr	Zr	Ba	Ce
Sensitivitas	5,129	0,153	0,222	797,131	51,985	258,216	159,398
Cacah Rerata	0,000013	0,004	0,0052	0,000003	0,000002	0,0074	0,0213
t cacah	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
BTD	0,0405 %	0,261 %	0,555 %	0,00037 %	0,0057 %	0,0011 %	0,0018 %

Batas terkecil deteksi (BTD) logam yang mempunyai nilai terkecil adalah logam Sr dengan BTD 0,00037 % atau 3,7 mg/kg menggunakan konsentrasi uji 119,7 mg/kg, sedangkan logam Ti mempunyai nilai BTD terbesar yaitu 0,555 % menggunakan konsentrasi uji 0,457 %. Seluruh logam yang diuji mempunyai BTD yang berbeda. Hal ini menunjukkan apabila dilakukan analisis menggunakan spektrometer pendar sinar-X, konsentrasi logam harus di atas limit deteksinya dan semakin besar konsentrasinya yang dianalisis maka tingkat ketelitiannya semakin baik.

d. Ketidakpastian

Faktor-faktor ketidakpastian pengukuran konsentrasi dengan metode *single comparator* meliputi ketidakpastian dari tipe B yaitu ketidakpastian timbangan dan SRM, sedangkan dari tipe A yaitu pencacahan sampel dan pencacahan SRM. Faktor ketidakpastian yang berasal dari

timbangan yaitu 0,416% dengan sampel 5000 mg maka ketidakpastian baku sebesar 0,0083%. Ketidakpastian SRM untuk logam Fe diperoleh melalui sertifikat SRM BRS 8704. Perhitungan ketidakpastian dalam logam Fe pada abu layang sebagai berikut.

Ketidakpastian pencacahan diperoleh dari tiga kali pencacahan terhadap sampel dan SRM. Selanjutnya ketidakpastian diperluas (U) diperoleh dengan mengalikan ketidakpastian gabungan dengan faktor cakupan yaitu 2. Hasil perhitungan ketidakpastian diperluas untuk logam Fe dalam abu layang sebagai berikut.

Sehingga diperoleh konsentrasi beserta ketidakpastian perhitungan logam Fe, Ca, Ti, Ba, Sr, Zr dan Ce dalam abu layang dengan metode *single comparator* sebagai ditunjukkan pada Tabel 7, Tabel 8 dan Tabel 9.

Tabel 7. Nilai ketidakpastian gabungan pengukuran konsentrasi logam Fe dalam abu layang dengan metode *single comparator*

Kuantitas	Ketidakpastian baku
Preparasi sampel 5000 mg = $0,0003/5000 \times 100$	0,0083 %
Preparasi Standar 5000 mg = $0,0003/5000 \times 100$	0,0083 %
Standar SRM = 3,97 % dan ketidakpastian = 0,1 = $(0,1/3,97) \times 100 \% / 2$	1,259 %
Statistik pencacahan sampel 0,04812 dan standar deviasi 0,00184 = $(0,00184/0,04812) \times 100 \%$	3,836 %
Statistik pencacahan standar 0,02027 dan standar deviasi 0,000317 = $(0,000317/0,02027) \times 100 \%$	1,562 %
Ketidakpastian gabungan= $[(0,0083)^2 + (0,0083)^2 + (1,259)^2 + (3,836)^2 + (1,562)^2]^{0,5} = 4,329 \%$	4,329 %

Tabel 8. Nilai ketidakpastian dan konsentrasi logam Fe dalam abu layang hasil pengukuran dengan metode *single comparator*.

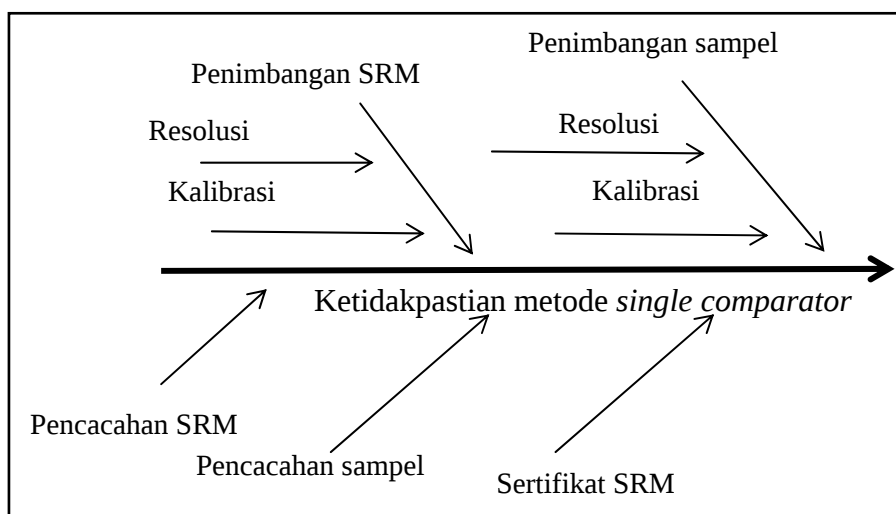
Kuantitas	Nilai
Tingkat kepercayaan 95 %	faktor cakupan = 2
Ketidakpastian diperluas = $4,32 \times 2 = 8,65 \%$	8,65 %
Konsentrasi terukur	9,423
Ketidakpastian = $9,423 \times 8,65 \% = 0,81 \%$	0,81 %
Konsentrasi logam dalam sampel	$9,423 \pm 0,81 \%$

Tabel 9. Konsentrasi dan nilai ketidakpastian logam dalam sampel abu layang

Logam	Konsentrasi terukur	Ketidakpastian	Konsentrasi
Fe	2,818 %	0,31	$2,818 \pm 0,31 \%$
Ca	0,429 %	0,29	$0,429 \pm 0,29 \%$
Ti	0,086 %	0,013	$0,086 \pm 0,013 \%$
Ba	108,9 ppm	13	$108,9 \pm 13 \text{ ppm}$
Sr	66,8 ppm	11	$66,8 \pm 11 \text{ ppm}$
Zr	0,006 %	0,008	$0,006 \pm 0,008 \%$
Ce	8,71 ppm	7,91	$8,71 \pm 7,91 \text{ ppm}$

Berdasarkan faktor-faktor yang berkontribusi dalam penentuan nilai ketidakpastian dalam pengukuran konsentrasi logam dengan metode *single*

comparator, maka secara umum faktor-faktor tersebut dapat diringkas melalui Gambar 4.



Gambar 4. Diagram *cause and effect* (fish bone) analisis kuantitatif dengan *single comparator*

KESIMPULAN

Logam-logam dalam sampel terdistribusi dengan konsentrasi tinggi berturut-turut pada sampel abu layang (AL) kemudian abu dasar (AD) dan batubara (BB). Hasil perhitungan konsentrasi tersebut pada batubara (BB) yaitu Fe = $2,818 \pm 0,31$ %, Ca = $0,429 \pm 0,29$ %, Ti = $0,086 \pm 0,013$ %, Ba = $108,97 \pm 13$ ppm, Sr = $66,8 \pm 12,11$ ppm, Zr = $0,006 \pm 0,008$ %, Ce = $8,713 \pm 7,91$ %. Abu dasar (AD): Fe = $6,41 \pm 0,287$ %, Ca = $2,919 \pm 0,86$ %, Ti = $0,415 \pm 0,057$ %, Ba = $367,27 \pm 17,39$ ppm, Sr = $576,8 \pm 72$ ppm, Zr = $0,049 \pm 0,07$ % dan Ce = $90,7 \pm 43,08$ ppm. Abu layang (AL): Fe = $9,423 \pm 0,81$ %, Ca = $5,255 \pm 1,62$ %, Ti = $0,498 \pm 0,1$ %, Ba = $825,9 \pm 60,33$ ppm, Sr = $832,9 \pm 0,01$ ppm, Zr = $0,041 \pm 0,058$ % dan Ce = $127,18 \pm 54,81$ ppm. Faktor pemekatan (Fp) dalam abu dasar untuk unsur Fe (2,3), Ca (6,8), Ti (4,8), Ba (3,3), Sr (9,5), Zr (8,2) dan Ce (10,3). Adapun faktor pemekatan (Fp) dalam abu layang yaitu: unsur Fe (3,3), Ca (12,2), Ti (5,7), Ba (7,6), Sr (13,8), Zr (6,8) dan Ce (14,5). Dari percobaan diperoleh nilai akurasi yang baik yaitu pada logam Fe (94,83 %) dan Ba (98,96 %) dan logam lainnya kurang baik (56,78 - 66,67) %. Nilai presisi logam dalam abu layang tergolong baik yaitu berkisar antara 1,853 – 10,04 %.

DAFTAR PUSTAKA

1. ISWAN, 2010, *Penanggulangan Limbah PLTU Batubara*, Dinamika

- Jurnal Ilmiah Teknik Mesin, Vol.1, No.2, Mei 2010, Hal 71-74.
2. PRIJATAMA, H dan SUMARNADI, E.T, 1999, *Mengubah Limbah Menjadi Rupiah : Pemanfaatan Limbah Abu Batubara PLTU*, Prosiding Pemaparan Hasil Litbang Ilmu Pengetahuan Teknik, Bandung, 14 – 16 Oktober 1996.
3. DANIELOWSKA, 2006, *Heavy Metals in Fly Ash from a Coal-Fired Power Station in Poland*, Polish J. Of Environ, Vol.15, No.6, Page 943 – 946.
4. ADIBROTO, F., dan YELVI., 2008, *Pemanfaatan Limbah Batubara Sebagai Bahan Pengganti Sebagian Semen dan Agregat Untuk Pembuatan Paving Block*, Rekayasa Sipil, Vol. IV, No.1, April 2008.
5. CHAND, P., KUMAR, A., GAUR, A., dan MAHNA, S.K., 2009, *Elemental Analysis of Ash Using X-Ray Fluorescence Technique*, Asian Journal of Chemistry, Vol.21, No.10, Page 220-224.
6. MURNIASIH, SRI dan SUKIRNO., 2010, *Validasi Metoda Spektrometri Pendar Sinar-X*, Prosiding PPI-PDIPTN 2010, Pustek Akselerator dan Proses Bahan BATAN, Yogyakarta, 20 Juli 2010.
7. SUKIRNO dan TAFTAZANI, A, 2010, *Penafsiran Nilai Ketidakpastian Analisis Fe, Ce, Zr, Ba, La, Ti dan Ce Dalam Cuplikan Sedimen Dengan Metoda XRF*, J. Iptek Nuklir Ganendra, Vol. 13, No.1 Januari 2010, Hal 19-29.
8. IYER, R.K., 1985, *Evaluasi of Analytical Data in Activation Analysis*, Bombay.