

## ***Determination of Metal Content of Hazardous and Toxic Materials in Liquid Fertilizers with Neutron Activation Analysis Method (NAA)***

### **Penentuan Kadar Logam B3 dalam Pupuk Cair dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN)**

**Meike Mulwandari<sup>a,\*</sup>, Harry Supriadi<sup>b</sup>, Febi Indah Fajarwati<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Program Studi Kimia, Universitas Islam Indonesia, Jalan Kaliurang KM 14,5 Sleman Yogyakarta Indonesia 55584

<sup>b</sup>Pusat Sains Dan Teknologi Akseletrator (PSTA) Batan Yogyakarta

\*Corresponding author: 15612077@students.uii.ac.id

#### **Abstract**

*The determination of metal levels of hazardous and toxic materials in liquid fertilizer samples with Neutron Activation Analysis (AAN) Method has been carried out. Based on the qualitative analysis results in middle age contain B3 metal elements such as Sm, Ce, La, U, Th, Cd, K, As, Br and Na for standards while the B3 metal elements contained in sample 1, sample 2 and blanks are Sm, Ce, La, Th, As, Br, K, and Na. Based on the results of qualitative analysis at long life there are B3 metal elements such as Cr, Cs, Fe, Zn and Co on the standard. In sample 1 there are elements of Cr, Fe, Zn, and Co. metal In sample 2, there are elements of Fe, Zn, and Co, while in the blank there are only metal elements Cr. The results of quantitative analysis at middle age obtained the most elements, namely K elements with levels of  $44121,6370 \pm 948,966$  and precision of 2,1508%. While the least element is the element Sm obtained by the value of  $0.0190 \pm 0.003$  and precision of 14.3074%.*

*Keywords: Liquid organic fertilizer, heavy metals, radioactivity, gamma spectrophotometer, neutron activation analysis*

#### **Abstrak**

Telah dilakukan penentuan kadar logam B3 dalam sampel pupuk cair dengan metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN). Berdasarkan hasil analisis secara kualitatif pada umur menengah mengandung unsur-unsur logam B3 seperti Sm, Ce, La, U, Th, Cd, K, As, Br dan Na untuk standar sedangkan unsur-unsur logam B3 yang terkandung di dalam sampel 1, sampel 2 dan blanko yaitu Sm, Ce, La, Th, As, Br, K dan Na. Berdasarkan hasil analisis kualitatif pada umur panjang terdapat unsur-unsur logam B3 seperti Cr, Cs, Fe, Zn dan Co pada standar. Pada sampel 1 terdapat unsur-unsur logam Cr, Fe, Zn dan Co. Pada sampel 2 terdapat unsur-unsur logam Fe, Zn, dan Co sedangkan pada blanko hanya terdapat unsur logam Cr. Hasil analisis kuantitatif pada umur menengah diperoleh unsur yang paling banyak yaitu unsur K dengan kadar sebesar  $44121,6370 \pm 948,966$  dan presisi 2,1508%. Sedangkan unsur yang paling sedikit yaitu unsur Sm diperoleh nilai kadar sebesar  $0,0190 \pm 0,003$  dan presisi 14,3074%.

Kata kunci: Pupuk organik cair, logam berat, radioaktivitas, spektrofotometer gamma, analisis aktivasi neutron

## Pendahuluan

Indonesia merupakan negara berkembang yang memerlukan kebutuhan pertanian yang tergolong tinggi, oleh karena itu pemerintah melakukan berbagai upaya untuk bisa memenuhi kebutuhan pertanian tersebut dengan cara meningkatkan produktivitas tanaman. Dewasa ini, Indonesia telah mengembangkan teknologi yang membangkitkan industri pertanian dalam skala besar maupun skala kecil. Namun, tidak cukup dengan meningkatkan produktivitas dan membangun industri dalam bidang pertanian, pemerintah juga harus memperhatikan kesuburan tanah karena produktivitas tanaman dan kesuburan tanah sangat berkaitan untuk meningkatkan produksi yang tinggi.

Pemilihan pupuk yang dirasa dapat meningkatkan kualitas produk pertanian umumnya dilakukan oleh para petani (Hadisuwito, 2008). Petani sering memberikan pupuk buatan pabrik agar dapat memenuhi unsur hara yang dibutuhkan oleh tanaman. Namun sering kali tidak disadari bahwa dalam produk pupuk industri tersebut terdapat adanya kandungan logam berat yang dapat mengakibatkan kerusakan pada lingkungan sekitar (Purwendro dan Hidayat, 2006, Sutanto, 2006). Menurut Darmono (2001), logam berat yang berbahaya bagi manusia

apabila melewati ambang batas antara lain arsen (As), kadmium (Cd), timbal (Pb), merkuri (Hg) dan besi (Fe). Sedangkan tembaga (Cu), selenium (Se) dan seng (Zn) memiliki tingkat bahaya yang lebih rendah daripada lima logam sebelumnya.

Sebagai upaya pencegahan pencemaran lingkungan lebih lanjut oleh logam berat maka dilakukan identifikasi logam berat pada pupuk pertanian. Identifikasi logam berat dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer gamma, sedangkan pengukurannya menggunakan metode analisis aktivasi neutron (Hobart, 1981; Susetyo, 1998). Metode ini mempunyai keunggulan untuk penentuan unsur secara serempak (multi unsur), selektivitas dan sensitivitas yang bisa diandalkan (Mulyaningsih, 2009). Selain itu dapat menganalisa unsur-unsur dengan kadar sampai orde ppb ( $10^{-9}$ ) sehingga penggunaan metode analisis aktivasi neutron tepat untuk menentukan logam berat dalam pupuk cair.

Tujuan penelitian ini adalah mengetahui kandungan unsur-unsur logam yang terdapat pada pupuk cair. Mengetahui konsentrasi atau kadar unsur logam pada sampel pupuk cair. Membandingkan kadar unsur logam berat dalam sampel pupuk cair dengan batas ambang baku mutu Peraturan Menteri

Pertanian Nomor 70/Permentan/SR.140/10/2011.

## Metode Penelitian

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu labu takar 50 mL, labu takar 1000 mL, gelas ukur 25 mL, gelas beker, vial, selongsong polietilen, perangkat iradiasi reaktor atom nuklir (*lazy susan*), perangkat spektrofotometer-gamma detektor HPGe (di Lab. PSTA BATAN Yogyakarta), pipet tetes plastik, lampu spiritus, gelas pengaduk, alat pengering, plastik klip, nampan plastik, pinset dan *micro tube* (*eppendorf*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel pupuk cair, larutan HNO<sub>3</sub> (1:3), akuabides, aseton, larutan standar campuran logam berat (Cs, Br, As, U, Th, Rb, La, Ce, Sm, Sc, K, Na, Fe, Zn, Ag, Co, Cd, Cr dan Sr).

## Prosedur penelitian

### Preparasi Vial

Vial polietilen yang akan dipakai untuk iradiasi dipreparasi agar terhindar dari pengotor. Vial dicuci dengan akuabides sebanyak tiga kali lalu direndam dalam larutan HNO<sub>3</sub>:akuabides = 1:3 selama ± 12 jam. Vial dicuci kembali dengan akuabides lalu direndam dengan aseton dan diaduk perlahan hingga

terbebas dari air. Vial yang sudah bebas dikeringkan hingga benar-benar kering. Vial siap digunakan dalam tahap selanjutnya.

### Preparasi Sampel

Sampel yang berupa pupuk cair diambil 5 mL kemudian dimasukkan kedalam vial polietilen yang telah dipreparasi. Kemudian vial dimasukkan dalam selongsong dan siap diradiasi.

### Preparasi Standar

Larutan standar sekunder dibuat dari campuran larutan standar Cs 10 mg/L, Br 10 mg/L, As 10 mg/L, U 5 mg/L, Th 5 mg/L, La 40 mg/L, Rb 40 mg/L, Ce 40 mg/L, Sm 4 mg/L, Sc 30 mg/L, K 1000 mg/L, Na 1000 mg/L, Fe 1000 mg/L, Zn 100 mg/L, Ag 20 mg/L, Co 20 mg/L, Cd 20 mg/L, Cr 20 mg/L, Sr 20 mg/L. Masing-masing larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditambahkan dengan akuabides sampai tanda batas.

### Preparasi Blanko

Vial kosong yang telah dipreparasi, disiapkan sebagai blanko kemudian dimasukkan kedalam selongsong dan siap diradiasi.

### Iradiasi

Sampel, standar primer, standar sekunder dan blanko yang telah dipreparasi dimasukkan kedalam reaktor Riset Kartini pada fasilitas radiasi *Lazy*

Susan selama 2 x 6 jam dengan fluks neutron  $5,85 \cdot 10^{10} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  pada daya 100 kW.

### **Pencacahan**

Sampel, standar, dan blanko yang telah diiradiasi dicacah menggunakan spektrofotometer gamma dengan detektor HPGe untuk unsur umur menengah dilakukan selama 900 detik dan untuk unsur umur panjang selama 1.200 detik.

### **Metode Analisis Data**

Analisis kualitatif untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam sampel yang akan diteliti. Analisis Kuantitatif dilakukan dengan membandingkan konsentrasi dalam standar. Cacah latar atau blanko yang berawal dari radionuklida alam yang ada dalam detektor, penahan radiasi wadah sampel, bahan sekitar dan sinar kosamis digunakan untuk mendapatkan cacah terkoreksi (cacah netto).

### **Presisi**

Presisi atau kecermatan suatu metode adalah tingkat kedapat-ulangan suatu set uji diantara hasil-hasil itu sendiri. Presisi berhubungan dengan hasil suatu metode bila pengukuran itu diulang-ulang pada sampel yang homogen pada kondisi yang terkontrol. Presisi suatu metode dapat diuji dengan pengulangan analisis, apabila variasi hasilnya kecil, maka dikatakan

bahwa kecermatan pengukuran tersebut tinggi.

### **Hasil dan Pembahasan**

Pada analisis dengan menggunakan metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) digunakan seperangkat alat spektrometer gamma untuk menganalisis baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis dilakukan dengan cara mengamati spektrum katarestik unsur yang ditimbulkan oleh interaksi radiasi dengan materi detektor. Sebelum spektrometer gamma digunakan perlu dilakukan kalibrasi tenaga yang bertujuan untuk menyiapkan range energi yang akan digunakan.

### **Analisis Kualitatif**

Analisis ini untuk mengetahui jenis unsur-unsur yang terdapat di dalam sampel pupuk cair dengan cara mencatat tenaga yang muncul pada puncak-puncak data dari MCA (*Multi Channel Analyzer*), besarnya tenaga yang diperoleh dicocokkan dengan tabel tenaga radionuklida sehingga diketahui unsur-unsur yang terkandung dalam sampel pupuk cair.

Berdasarkan hasil uji analisis kualitatif pada umur menengah seperti pada Tabel 1 diperoleh bahwa dalam dua kali pengulangan pada sampel pupuk cair tersebut mengandung unsur logam

berbahaya seperti Sm, Ce, La, Th, As, Br, K dan Na. Jika dibandingkan dengan standar yang terdapat unsur Sm, Ce, La, U, Th, Cd, K, As, Br dan Na, sampel 1, sampel 2 dan blanko tidak mengandung unsur U (uranium) dan Cd (kadmium). Jadi di dalam uji analisis kualitatif dalam cuplikan tersebut tidak mengandung semua unsur logam yang ada pada standar.

**Tabel 1.** Kandungan unsur pada analisis umur menengah

Unsur	Sm	Ce	La	U	Th	Cd	As	Br	K	Na
Standar	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Sampel – 1	✓	✓	✓	-	✓	-	✓	✓	✓	✓
Sampel – 2	✓	✓	✓	-	✓	-	✓	✓	✓	✓
Blanko	✓	✓	✓	-	✓	-	✓	✓	✓	✓

**Tabel 2.** Kandungan unsur pada analisis umur panjang

Unsur	Cr	Cs	Fe	Zn	Co
Standar	✓	✓	✓	✓	✓
Sampel – 1	✓	-	✓	✓	✓
Sampel – 2	-	-	✓	✓	✓
Blanko	✓	-	-	-	-

Pada Tabel 2 dapat dilihat hasil analisis kualitatif umur panjang dan diperoleh bahwa dalam dua kali pengulangan pada sampel pupuk cair tersebut mengandung unsur logam berbahaya seperti Cr, Fe, Zn dan Co pada sampel 1, unsur Fe, Zn dan Co pada sampel 2 dan unsur Cr pada blanko. Jika dibandingkan dengan standar yang mengandung unsur Cr, Cs, Fe, Zn dan Co sampel 1 tidak mengandung unsur Cs (cesium), sampel 2 tidak mengandung unsur Cr (kromium) dan Cs (cesium) dan blanko tidak mengandung unsur Cs, Fe, Zn

Hal ini dapat dipengaruhi dari nuklida U-238 dan Cd-115 yang kesulitan muncul pada saat deteksi dimana aktivitasnya sudah habis (meluruh) sebelum sempat dicacah. Berdasarkan hasil tersebut dapat diperoleh kesimpulan bahwa pupuk cair tersebut tidak aman jika digunakan oleh masyarakat.

dan Co. Jadi di dalam uji analisis kualitatif dalam cuplikan tersebut tidak mengandung semua unsur logam yang ada pada standar. Hal ini dapat dipengaruhi dari nuklida-nuklida yang kesulitan muncul pada saat deteksi dimana aktivitasnya sudah habis (meluruh) sebelum sempat dicacah. Berdasarkan hasil tersebut dapat diperoleh kesimpulan bahwa pupuk cair tersebut tidak aman jika digunakan oleh masyarakat.

#### Analisis kuantitatif

Analisis ini dilakukan untuk mengetahui kadar suatu unsur

menggunakan sampel pupuk cair. Uji kuantitatif dilakukan dengan mencatat luas puncak serapan total yang terukur pada layar detektor dan mencatat waktu cacahnya. Dari hasil analisis kuantitatif akan didapatkan data cacah per sekon (Cps) antara cuplikan dan standar yang diperoleh pada Tabel 3 dan Tabel 4.

**Tabel 3.** Kandungan unsur analisis umur menengah

Unsur	Umur Menengah	
	Kadar (mg/L)	Presisi (%)
Sm	0,0190 ± 0,003	14,3074
Ce	28,1084 ± 1,380	4,9095
La	2,9819 ± 0,568	19,0320
Th	5,9183 ± 0,557	9,4094
As	7,0797 ± 1,193	16,8489
Br	0,4579 ± 0,012	2,6727
K	44121,6370 ± 948,966	2,1508
Na	767,2536 ± 16,897	2,2023

Dapat dilihat pada Tabel 3 bahwa sampel banyak mengandung unsur logam berat K dan sedikit mengandung logam berat Sm dan Br. Unsur logam berat K banyak sekali terdapat dalam cuplikan pupuk cair dibandingkan dengan unsur logam berat lainnya dengan kadar 44121,6370 mg/L dan dengan presisi (keseksamaan) sekitar 2,1508%. Beberapa unsur dari analisis umur menengah bila dibandingkan dengan kandungan unsur logam berat (standar baku mutu) menurut Peraturan Menteri Pertanian Nomor 70/Permentan/SR.140/10/2011 dapat dilihat pada Tabel 4.

**Tabel 4.** Standar baku mutu pupuk cair organik

No.	Parameter	Satuan	Standar Mutu
1.	Ce	mg/L	0
2.	La	mg/L	0
3.	As	mg/L	2,5

Berdasarkan Tabel 4 dapat dilihat sampel pupuk cair yang mengandung 28,1084 mg/L unsur Ce kadarnya melebihi ambang batas baku mutu pupuk organik yang telah ditetapkan oleh Menteri Pertanian yaitu 0 mg/L, sehingga dapat dikatakan bahwa pupuk cair tidak aman digunakan untuk tanaman. Pupuk cair yang mengandung 2,9819 mg/L unsur La kadarnya melebihi ambang batas baku mutu pupuk organik yang telah ditetapkan oleh Menteri Pertanian yaitu 0 mg/L, sehingga dapat dikatakan bahwa pupuk cair tidak aman digunakan untuk tanaman. Pupuk cair yang mengandung 7,0797 mg/L unsur As kadarnya melebihi ambang batas baku mutu pupuk organik yang telah ditetapkan oleh Menteri Pertanian Nomor 70/Permentan/SR.140/10/2011 yaitu 2,5 mg/L, sehingga dapat dikatakan bahwa pupuk cair tidak aman digunakan untuk tanaman.

Pupuk dikatakan aman atau tidaknya, tidak hanya berdasarkan pada kadar unsurnya, tetapi juga dapat dilihat dari nilai presisinya. Presisi dikatakan baik atau aman berada pada rentang 10% -15%. Dari hasil presisi yang diperoleh terdapat

dua unsur yang masih dikatakan tidak aman jika pupuk tersebut digunakan, karena memiliki nilai presisi yang lebih dari yang telah ditentukan. Unsur tersebut ialah unsur La memiliki nilai presisi sebesar 19,0320% dan unsur As dengan nilai presisi 16,8489%. Sehingga pupuk organik cair ini masih tidak layak digunakan, karena masih terdapatnya unsur yang melebihi batas nilai presisi aman. Adapun hasil kandungan unsur pada analisis kuantitatif dari sampel pupuk cair dapat dilihat pada Tabel 5.

**Tabel 4.** Kandungan unsur analisis umur panjang

Unsur	Umur Panjang		Standar Mutu
	Kadar (mg/L)	Presisi (%)	
Cr	0,2250± 0,270	0,1215	Maks 210
Fe	237,3438 ± 28,919	12,1843	90-900
Zn	267,1754 ± 7,384	2,7638	250- 5.000
Co	2,8996 ± 0,013	0,4536	5-20

Dari beberapa literatur yang diperoleh, analisis unsur logam B3 dengan metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) tidak hanya dengan sampel cair tetapi dapat berupa sampel geologi seperti batuan gunung, batuan pantai, pasir (pasir kotor dan bersih).

Berdasarkan Tabel 6 dapat diketahui jumlah (kuantitas) unsur-unsur yang terkandung dalam sampel geologi. Analisis kuantitatif baru dapat dilakukan

setelah analisis kualitatif dilakukan. Dengan telah diketahuinya jenis unsur yang terkandung dalam cuplikan, maka analisis dengan metode komparatif dapat dilakukan. Disini tidak semua unsur yang dapat dianalisis secara kualitatif dapat dilakukan analisis kuantitatif. Hal ini disebabkan karena keterbatasan unsur standar pembandingan yang tersedia. Jadi analisis kuantitatif hanya dilakukan terhadap unsur-unsur yang ada standar pembandingnya. Hasil analisis menunjukkan bahwa kandungan Ce, Cr, Cd, La, Sc, dan Sm pada batu gunung lebih tinggi bila dibandingkan yang terkandung dalam batu pantai. Sedangkan kandungan Co dan Na dalam batu pantai lebih tinggi dibandingkan dalam batu gunung.

Kandungan unsur Co, La, Sc, Sm, dan Na dalam pasir kotor lebih tinggi dibandingkan dalam pasir murni (bersih). Hal ini mungkin efek dari pembersihan yang dapat menurunkan kandungan unsur-unsur tersebut yang telah disebutkan dalam pasir yang telah dibersihkan. Tetapi ada kondisi yang menarik yaitu kandungan Cs dan Cd dalam pasir bersih adalah lebih tinggi dibandingkan dalam pasir kotor. Disini proses pembersihan tidak menurunkan konsentrasi unsur tersebut tetapi justru meningkatkan konsentrasi unsur.

**Tabel 6.** Hasil analisis kualitatif dan kuantitatif cuplikan geologi dengan metode AAN

Jenis Unsur	Kuantitas ( $\mu\text{g/g}$ )			
	Batu Pantai	Batu Gunung	Pasir Kotor	Pasir Bersih
Arsen (As)	-	4,72	-	-
Cerium (Ce)	36,17	43,37	-	-
Cesium (Cs)	-	-	15,17	15,62
Chromium (Cr)	1,34	3,91	8,46	-
Cadmium (Cd)	0,43	-	3,01	5,01
Cobalt (Co)	9,76	6,95	51,46	44,29
Lantanum (La)	7,95	12,86	27,11	17,76
Sodium (Na)	4,33	1,64	34,35	2,90
Scandium (Sc)	3,39	8,41	33,04	24,42
Samarium (Sm)	43,43	55,97	179,06	147,71

### Kesimpulan

Pada uji analisis kualitatif pada sampel pupuk cair terdapat unsur logam berat pada umur menengah yaitu unsur Sm, Ce, La, Th, As, Br, K dan Na, tetapi tidak terdapat unsur logam U dan Cd seperti pada standar. Pada umur panjang terkandung unsur logam berat yaitu Cr, Fe, Zn dan Co, dan tidak terdapat unsur logam Cs seperti pada standar. Pada analisis unsur umur menengah pupuk organik cair tidak aman untuk digunakan sedangkan pada analisis unsur umur panjang pupuk organik aman untuk digunakan.

### Daftar Pustaka

Darmono, 2001, *Lingkungan Hidup dan Pencemaran (Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam)*, Universitas Indonesia Press, Jakarta.

Hadisuwito, S., 2008, *Membuat Pupuk Kompos Cair*, Agro Media Pustaka, Jakarta.

Mulyaningsih, Th Rina, Kandungan Unsur Besi (Fe) dan Seng (Zn) dalam Bahan Pangan Produk Pertanian, Perikanan dan Peternakan Ditentukan dengan Metode k0-AANI, *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia Indonesian Journal of Nuclear Science and Technology*, Vol. X, No. 2, 2009, 71-80, ISSN 1411 – 3481.

Purwendro, S., dan Nurhidayat, 2006, *Mengolah Sampah Untuk Pupuk Pestisida Organik*, Penebar Swadaya, Jakarta.

Sutanto, R., 2006, *Penerapan Pertanian Organik*, Kanisius, Jakarta.

Susetyo, W., 1988, *Spektrometri Gamma*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.

Willard H. Hobart, 1981, *Instrumental Methods of Analysis. 7th edition*. Belmont, California, Wadsworth Publishing Company.