

ANALISIS UNSUR-UNSUR DALAM LIMBAH CAIR DARI INDUSTRI ASAM FOSFAT DENGAN METODE *ko*-ANALISIS AKTIVASI NEUTRON**Gunandjar*, Sutisna****

*Pusat Teknologi Limbah Radioaktif-BATAN

**Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN

ABSTRAK

ANALISIS UNSUR-UNSUR DALAM LIMBAH CAIR DARI INDUSTRI ASAM FOSFAT DENGAN METODE *ko*-ANALISIS AKTIVASI NEUTRON. Analisis unsur-unsur dalam limbah cair dari industri asam fosfat dengan metode *ko*-Analisis Aktivasi Neutron (*ko*-AAN) telah dilakukan. Pada proses pemurnian asam fosfat dihasilkan asam fosfat murni sebagai produk utama dan konsentrat uranium (*yellow-cake*) sebagai produk samping. Proses ini ditimbulkan pula limbah radioaktif cair yang mengandung uranium dan unsur-unsur logam lain. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh data hasil analisis unsur-unsur dalam limbah cair industri asam fosfat sebagai data pendukung identifikasi limbah. Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu preparasi sampel, preparasi target, iradiasi dalam reaktor nuklir, pendinginan sampel teriradiasi, dan pencacahan menggunakan spektrometer gamma dengan detektor HPGe. Data pencacahan dianalisis menggunakan software *ko*-AAN untuk menentukan konsentrasi unsur dalam sampel limbah. Hasil analisis diperoleh bahwa dua sampel limbah kelompok pertama mengandung uranium di bawah batas kadar tertinggi yang diizinkan (BKTD) dalam air, yaitu $1,35 \pm 0,62$ mg/liter dan $2,40 \pm 0,23$ mg/liter, dua sampel limbah kelompok kedua mengandung uranium di atas BKTD, yaitu $396 \pm 97,9$ mg/liter dan $442 \pm 102,8$ mg/liter, dan kandungan uranium pada dua sampel limbah kelompok ketiga tidak dapat terdeteksi. Unsur-unsur logam lain yang terkandung dalam sampel limbah adalah Ag, As, Ba, Br, Cd, Cs, Fe, Ge, Ho, La, Mo, Na, Ru, Sb, Sc, Ta, Tm, dan Zn dengan konsentrasi bervariasi yang perlu dipertimbangkan untuk pengolahan limbah.

ABSTRACT

THE ANALYSIS OF ELEMENTS IN THE LIQUID WASTE OF NEUTRON ACTIVATION PHOSPHORIC ACID INDUSTRY BY *ko*-ANALYSIS OF METHOD. The analysis of elements in the liquid waste of phosphoric acid industrial by *ko*-Neutron Activation Analysis (*ko*-NAA) method has been carried out. In the purification process of the phosphoric acid are produced the pure quality of phosphoric acid as primary product and uranium concentrate (*yellow-cake*) as by-product. From this process is generated also the liquid radioactive waste containing uranium and the other metal elements. This research aimed to obtain data of elements analysis in phosphoric acid industrial waste as supporting data to identification of the waste. This research consist of some steps, that is preparation of samples, preparation of targets, irradiation in nuclear reactor, decaying (cooling) of irradiated samples, and counting using gamma spectrometer with HPGe detector. The counting data are analysed using software *ko*-NAA to determine the concentration of elements. The analysis results are obtained that the two waste samples of first group contains the uranium lower than the limit of permitted highest content (LPHC), that are $1,35 \pm 0,62$ mg/litre and $2,40 \pm 0,23$ mg/litre. The two waste samples of second group contains the uranium higher than LPHC, that are $396 \pm 97,9$ mg/litre and $442 \pm 102,8$ mg/litre, and the uranium content in the two waste samples of third group are not detectable. The other of elements containing in the waste samples i.e.: Ag, As, Ba, Br, Cd, Cs, Fe, Ge, Ho, La, Mo, Na, Ru, Sb, Sc, Ta, Tm, and Zn with varied concentration which have to be considered for treatment of the wastes.

PENDAHULUAN

Fasilitas pemurnian asam fosfat merupakan unit tambahan dalam produksi asam fosfat pada industri PT. Petrokimia Gresik (PTPKG). Pada proses pemurnian, bahan baku asam fosfat 12,8% terlebih dahulu dikenai perlakuan awal proses oksidasi menggunakan oksigen untuk merubah U^{4+} menjadi U^{6+} , setelah itu baru dilakukan proses ekstraksi. Pemurnian asam fosfat dilakukan melalui pengambilan

uranium (U) dari umpan asam fosfat dengan proses ekstraksi menggunakan pelarut campuran D_2EHPA (*di 2 ethyl hexyl phosphoric acid*) dan TOPO (*tri octyl phosphine oxide*) dalam kerosin. Senyawa D_2EHPA mempunyai rumus $C_{16}H_{35}O_4P$, nilai keasaman 171 mg KOH/g dan densitas 0,8 g/cc, sedangkan senyawa TOPO mempunyai rumus $C_{24}H_{51}OP$, mengandung kadar H_3PO_4 0,2% dan H_2O maksimum 0,5%, berdensitas 0,88 g/cc. Kerosin yang digunakan "*kerosene odorless*" dengan kemurnian

99% , densitas 0,2 g/cc, dan viskositas 0,3 cp^[1].

Ekstraksi dilakukan melalui 2 tahap, pada ekstraksi tahap I digunakan pelarut organik campuran senyawa D₂EHPA 0,5 M dan TOPO 0,125 M dalam diluen kerosin, dan pada ekstraksi tahap II digunakan pelarut campuran senyawa D₂EHPA 0,3 M dan TOPO 0,75 M dalam diluen kerosin^[1]. Pada ekstraksi tahap I diperoleh fase asam fosfat, fase pengotor (*gunk*) yang mengandung sedikit uranium, dan fase pelarut organik yang mengandung uranium dan sedikit asam fosfat dan pengotor. Pelarut organik yang mengandung uranium dari ekstraksi tahap I dikenai proses *stripping* tahap I menggunakan larutan asam fosfat 35% untuk mengambil kembali pelarutnya yang digunakan lagi pada ekstraksi tahap I. Larutan uranium dari proses *stripping* tahap I dipakai sebagai umpan proses ekstraksi tahap II.

Ekstrak dari ekstraksi tahap II yang mengandung pelarut dan uranium dikenai proses *stripping* tahap II menggunakan larutan natrium karbonat sehingga diperoleh pelarut organik yang digunakan kembali pada ekstraksi tahap II, dan uraniumnya 98% diproses lebih lanjut menjadi *yellow cake* (konsentrat uranium). Dari ekstraksi tahap II juga ditimbulkan larutan *gunk*. *Gunk* tersebut membentuk fase tersendiri dari fase awalnya larutan organik dan fase air (asam fosfat), *gunk* tersebut merupakan fase yang terletak di antara fase air dan fase organik. *Gunk* adalah limbah cair berupa larutan organik dan sedikit mengandung fase air, mengandung D₂EHPA, TOPO, kerosin dan sedikit asam fosfat, serta mengandung zat pengotor yang berasal dari bahan baku batuan fosfat. Limbah cair *gunk* sebagai limbah organik termasuk kategori limbah B3 (bahan berbahaya dan beracun). Limbah yang ditimbulkan dari unit pemurnian asam fosfat merupakan limbah radioaktif yang mengandung uranium alam. Limbah tersebut termasuk limbah aktivitas rendah umur panjang (umur paruh $^{238}\text{U} = 4,5 \times 10^9$ tahun)^[2]. Selain uranium, kemungkinan pula terdapat logam-logam berat lainnya yang perlu dipertimbangkan dalam pengelolaan limbah tersebut. Berdasarkan sifat toksiknya, logam berat dibedakan menjadi 3 golongan^[3]. Golongan 1 (sifat toksik tinggi) seperti Hg, Cd, Pb, As, Cu dan Zn. Golongan 2 (sifat toksik menengah) seperti Cr, Ni dan Co, dan Golongan 3 (sifat toksik rendah)

misalnya Mn dan Fe. Guna mencegah pencemaran lingkungan untuk melindungi manusia dan lingkungan dari resiko radiasi dan toksisitas komponen dalam limbah, maka limbah tersebut harus diolah, sehingga keberadaannya tidak mencemari lingkungan hidup.

Sebelum proses pengolahan, limbah tersebut perlu dilakukan analisis kandungan unsur-unsur sebagai data pendukung untuk pengelolaan lebih lanjut. Salah satu metode analisis unsur-unsur yang dipilih dalam penelitian ini adalah metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN). Metode AAN ini memiliki sensitivitas dan selektivitas yang tinggi, sehingga mampu menentukan unsur-unsur kelumit (*trace elements*) dalam suatu bahan dalam orde bagian per juta ($\mu\text{g/g}$ atau mg/kg), bahkan untuk beberapa hal mampu hingga orde bagian per miliar (ng/g). Selain itu dapat menganalisis unsur secara serempak^[4].

Metode AAN juga biasa dikenal sebagai metode Analisis Aktivasi Neutron Instrumental (AANI) yang menggunakan instrumen alat cacah spektrometer gamma. Teknik penentuan unsur secara kuantitatif umumnya dilakukan dengan teknik komparasi menggunakan bahan standar yang telah diketahui konsentrasi unsur-unsur yang dikandungnya. Pengembangan metode yang paling mutakhir adalah metode k_0 -AAN. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh data hasil analisis unsur (uranium dan logam berat lainnya) dalam limbah cair dari pemurnian asam fosfat dengan metode k_0 -AAN, sebagai masukan dalam pengelolaan selanjutnya.

DASAR TEORI

Analisis Aktivasi Neutron (AAN) adalah salah satu teknik analisis unsur yang didasarkan atas keradioaktifan imbas suatu unsur akibat penembakan oleh neutron. Metode AAN adalah metode yang menggunakan teknik nuklir berdasarkan pada reaksi penangkapan neutron termal oleh inti sasaran melalui reaksi (n,γ) . Inti nuklida yang terinduksi, akan teraktivasi dan berada dalam keadaan metastabil. Untuk mencapai keadaan stabil, inti tersebut akan melepaskan kelebihan energinya melalui transisi isomerik atau melalui peluruhan β^- (beta negatif) atau β^+ (beta positif = positron) yang diikuti pula oleh emisi sinar γ (gamma). Sinar γ yang diemisikan bersifat karakteristik

untuk radionuklida hasil aktivasi. Fenomena ini dapat menentukan unsur secara kualitatif maupun kuantitatif secara serempak.

Analisis kualitatif didasarkan pada energi sinar γ yang karakteristik untuk setiap radionuklida, sedangkan analisis kuantitatif didasarkan pada jumlah cacah foton γ dari radionuklida yang berbanding lurus dengan konsentrasi unsur dalam sampel. Reaksi nuklir antara neutron termal dengan inti target melalui reaksi (n,γ) berlangsung di dalam reaktor nuklir. Hasil aktivasi sangat

dipengaruhi oleh karakteristik distribusi neutron termal, neutron epitermal, dan neutron cepat sebagai fungsi dari perubahan energi neutron dalam reaktor^[4].

Pada tahun 1975, SIMONITS memperkenalkan AAN dengan metode k_0 -AAN, kemudian pada tahun 1987, dikembangkan oleh FRANS DE CORTE^[5]. Metode k_0 -AAN ini digunakan dalam analisis kuantitatif unsur-unsur yang didasarkan pada persamaan^[5]:

$$\rho_a = \frac{[(Np/t_m) / (S.D.C.W)]_a}{A_{sp,m}} (1/k_0) \frac{[G_{th,m} \cdot f + G_{e,m} \cdot Q_{o,m}(\alpha)] \varepsilon_{p,m}}{[G_{th,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{o,a}(\alpha)] \varepsilon_{p,a}} \cdot 10^6 \quad (1)$$

Dalam persamaan ini :

ρ_a = konsentrasi unsur analit (mg/kg atau $\mu\text{g/g}$),

N_p = jumlah cacah yang dikumpulkan pada puncak energi-penuh, setelah dikoreksi terhadap pulsa yang hilang (antara lain : waktu mati detektor dan efek koinidensi),

S = faktor kejenuhan yang dinyatakan sebagai $S = 1 - e^{-\lambda \cdot t_{irr}}$, λ = tetapan peluruhan, $\lambda = (\ln 2)/T$, dengan T = umur paroh radionuklida, t_{irr} = waktu iradiasi (detik),

D = faktor peluruhan = $e^{-\lambda \cdot t_d}$, t_d = waktu peluruhan,

C = faktor pengukuran = $(1 - e^{-\lambda \cdot t_m}) / \lambda \cdot t_m$, t_m = waktu pengukuran (detik),

W = massa unsur yang diiradiasi (kg atau g),

ϵ_p = efisiensi deteksi dari puncak energi utuh termasuk koreksi untuk attenuasi γ ,

A_{sp} = laju cacah spesifik, G_{th} = faktor koreksi serapan-diri untuk neutron termal,

G_e = faktor koreksi serapan-diri untuk neutron epitermal,

α = parameter untuk distribusi fluks neutron $\phi_e \sim 1/E^{1+\alpha}$, f = rasio fluks termal terhadap epitermal,

$Q_0(\alpha)$ = perbandingan antar integral resonansi terhadap penampang lintang neutron termal, dan

indek a, m = masing-masing menyatakan analit dan monitor pemantau fluks.

Faktor k_0 hanya melibatkan parameter inti yang dapat dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut ^[5] :

$$k_0 = \frac{[M_m \theta_a \gamma_a \sigma_a]}{[M_a \theta_m \gamma_m \sigma_m]} \quad (2)$$

Dalam persamaan ini :

- M = nomor massa radioisotop,
- γ = fraksi energi gamma yang dipancarkan oleh suatu radioisotop,
- θ = kelimpahan isotop di alam,
- σ = penampang lintang serapan neutron termal pada reaksi (n, γ).

Parameter-parameter inti pada persamaan tersebut memiliki harga yang telah terdefinisi dengan baik dan telah tersedia dalam *software* ko-AAN, sehingga dengan mengukur jumlah cacah sampel dan parameter reaktor maka konsentrasi unsur dalam sampel dapat dihitung langsung dengan *software* ko-AAN.

Pada awal tahun 2001 di bawah kerjasama dengan Badan Tenaga Atom Internasional (*IAEA*), metode ko-AAN berkembang pesat di Eropa dengan dipelopori oleh negara Hongaria, Jerman dan Belanda ^{16,71}. Di Asia, negara yang cukup maju dalam mengembangkan metode ini adalah Cina kemudian disusul oleh Vietnam ^{18,91}.

TATA KERJA**Bahan**

Sumber standar ^{22}Na , ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{65}Zn , ^{109}Cd , ^{133}Ba , dan ^{137}Cs , komparator Al-0,1%Au (*IRMM.532r* dari Belgia), Zr (99,99% dari Nilaco, Jepang), *Standard Reference Material (SRM) Coal Fly Ash 1663b* (dari IAEA), HNO_3 , vial polietilen, aseton (p.a), limbah cair dari Industri Asam Fosfat yang terdiri dari 6 sampel limbah yaitu: limbah-Ac (LXIV.a Zone III), limbah-Bc (L.XIV.b Zone III), limbah-Cc (CI.AIXI.a Zone IV), limbah-Dc (CI.BLXXII.a Zone IV), limbah-Fc (CI.BLXXIII.a Zone IV), dan limbah-Gc (CI.BLXXIII.b Zone IV).

Metode**a. Pencucian vial polietilen untuk tempat sampel**

Vial polietilen dimasukkan ke dalam gelas piala yang berisi asam nitrat (HNO_3 , 50%), kemudian dikocok selama 2-3 menit dan direndam selama 24 jam. Setelah perendaman, vial dicuci dengan *aquadest* (air suling) dan dengan aseton, kemudian dikeringkan di udara terbuka selama 15 menit. Setelah kering, vial tersebut dimasukkan ke dalam gelas piala dan ditutup agar terhindar dari kontaminasi.

b. Preparasi sampel dan target untuk iradiasi

(1). Preparasi sampel limbah

Sampel limbah cair dari industri asam fosfat dipipet 200 μl dan dimasukkan ke dalam vial polietilen yang telah dicuci (digunakan pinset dan penjepit agar vial tidak kontak dengan tangan). Kemudian vial yang telah diisi sampel, diletakkan di tempat vial yang terbuat dari *styroform* dan dimasukkan ke dalam desikator vakum (berisi silika gel kering). Divakum selama ~2 jam sampai sampel kering, setelah kering vial ditutup dan direkatkan menggunakan spatula yang telah dipanaskan. Kemudian vial tersebut dibungkus dengan aluminium foil dan diberi label. Sampel dalam vial tersebut siap dianalisis (diiradiasi dalam reaktor).

(2). Preparasi sampel standar dan standar komparator

Sampel standar *SRM Coal Fly Ash 1663b* ditimbang sebanyak 10 mg, kemudian dimasukkan ke dalam vial polietilen yang telah dicuci, vial ditutup dan direkatkan menggunakan spatula yang telah dipanaskan. Kemudian vial tersebut dibungkus dengan aluminium-foil dan diberi label. Standar komparator Al-0,1%Au dan zirconium 99.99% disediakan untuk menentukan parameter kanal f , α , dan ϕ , yaitu besaran-besaran untuk perhitungan sesuai persamaan (1) ^[10]. Masing-masing bahan komparator dipotong dan ditimbang 3 mg, kemudian dimasukkan ke dalam satu vial polietilen dan diberi label. Sampel standar *SRM* dan komparator dalam vial-vial tersebut siap dianalisis (diiradiasi dalam reaktor).

(3) Preparasi target untuk iradiasi

Sampel dalam vial polietilen yang telah siap dianalisis dimasukkan ke dalam kapsul *rabbit*, kemudian dikelompokkan sesuai dengan lamanya waktu iradiasi (medium dan panjang) dan masing-masing pengelompokan dimasukkan pula vial yang berisi standar komparator Al-0,1%Au dan Zr 99,99%. Vial yang akan diiradiasi, selanjutnya disusun dalam suatu bentuk konfigurasi target. Vial yang berisi sampel *SRM Coal Fly Ash 1663b* dan *background* (sampel blangko) cukup dimasukkan ke salah-satu kelompok target.

c. Iradiasi dan pendinginan sampel

Target yang terdiri vial polietilen yang berisi sampel limbah, *SRM*, *background*, dan standar komparator diiradiasi di reaktor G.A. Siwabessy. Iradiasi untuk umur paruh medium dilakukan selama 30 menit, sedangkan untuk umur paruh panjang selama 4 jam. Setelah iradiasi selesai vial-vial tersebut didinginkan. Pendinginan untuk umur paruh medium selama 2-3 hari dan untuk umur paruh panjang selama 3-4 minggu. Vial yang berisi komparator Al-0,1% Au dan Zr 99.99% (untuk penentuan parameter kanal) cukup didinginkan selama 1 hari.

d. Pencacahan, identifikasi, dan analisis

Semua vial yang berisi sampel limbah, *SRM*, dan komparator yang telah diiradiasi dan telah didinginkan dicacah menggunakan Spektrometer gamma dengan detektor *HPGe*. Pencacahan untuk umur paruh medium selama 10-15 menit dan

untuk umur paroh panjang selama 20-40 menit. Hasil pencacahan kemudian diidentifikasi dan dianalisis menggunakan *software MCA (Gennie 2000) dan hyperlab*, sehingga diperoleh spektrum sinar gamma untuk masing-masing sampel dan SRM. Identifikasi dan analisis dilakukan dengan urutan :

1). Kalibrasi energi, efisiensi deteksi, dan *peak to total ratio (P/T)*

Kalibrasi energi dan efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p) dilaksanakan dengan menggunakan sumber-sumber standar ^{22}Na , ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{65}Zn , ^{109}Cd , ^{133}Ba , dan ^{137}Cs . Sumber-sumber ini mewakili tingkat energi- γ dari energi rendah sampai energi tinggi. Sumber-sumber standar dicacah dengan detektor *HPGe* sehingga didapatkan puncak-puncak energi yang sempurna dan diperoleh kurva kalibrasi efisiensi yang akurat. Efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p) dihitung dengan persamaan (ϵ_p) = cps/dps, dimana cps = jumlah cacah total per detik dan dps = disintegrasi atau aktivitas per detik^[11]. Kalibrasi efisiensi deteksi terhadap energi gamma dilakukan dengan posisi sampel pada level 1 (jarak 50 mm), level 3 (jarak 150 mm), dan level 5 (jarak 250 mm) dari permukaan detektor *HPGe*. Waktu pencacahan antara 10-40 menit sesuai level dan umur parohnya.

Setelah pencacahan selesai, dilakukan analisis data dengan *software Gennie 2000* dan *hyperlab*. Kemudian dengan *software k_o-AAN* ditentukan efisiensi deteksi (ϵ_p) dan *peak to total ratio (P/T)*. Selanjutnya dibuat kurva kalibrasi efisiensi deteksi (ϵ_p) terhadap energi gamma untuk posisi sampel pada level 1, 3, dan 5. Dengan membagi efisiensi *full-energy* (ϵ_p) terhadap *peak to total ratio (P/T)*, maka diperoleh total efisiensi deteksi (ϵ_t) untuk setiap energi gamma yang akan digunakan dalam perhitungan kuantitatif dengan metode *k_o* pada teknik AAN^[5,10].

2). Penentuan parameter kanal f , α , dan ϕ .

Parameter kanal f , α , dan ϕ ditentukan dengan metode *Triple Bare* dan *Biisotopic Bare* menggunakan komparator Al-0,1%Au

dan Zr 99.99%^[5,10]. Hasil iradiasi *via* polietilen yang berisi komparator setelah didinginkan selama satu hari kemudian dicacah menggunakan Spektrometer gamma dengan detektor *HPGe* lalu dianalisis dengan *software Gennie 2000* dan *hyperlab*. Perhitungan parameter kanal digunakan *software k_o-AAN*, dan hasilnya disimpan dalam *permanent database* untuk perhitungan secara kuantitatif unsur-unsur dalam bahan standar (SRM) maupun dalam sampel limbah.

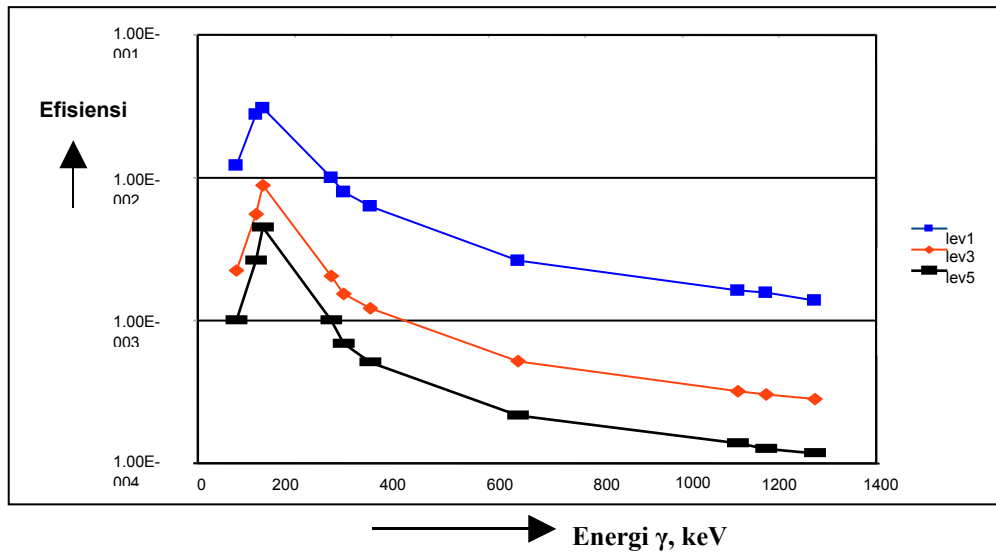
3). Analisis Kuantitatif

Data hasil pencacahan dan identifikasi sampel limbah dan bahan standar (SRM) dianalisis dengan menggunakan *software k_o-AAN*. Untuk menghitung kandungan unsur-unsur secara kuantitatif yang dinyatakan dalam satuan mg/kg (untuk sampel cair dikonversi dalam satuan mg/liter). Analisis kuantitatif untuk bahan standar SRM *Coal Fly Ash 1633b*, adalah untuk validasi metode *k_o-AAN* dengan menghitung *Z-score*^[10] dan prosen kesalahan analisis masing-masing unsur. Nilai *Z-score* dihitung dengan persamaan : $Z_i = [C_i - C_{ref.i}] / [\sigma_i^2 + \sigma_{Ref.i}^2]^{1/2}$, dimana Z_i = *Z-score* untuk hasil analisis unsur i , C_i dan $C_{ref.i}$ = konsentrasi hasil analisis dan sertifikat untuk unsur i , σ_i dan $\sigma_{Ref.i}$ = standar deviasi (penyimpangan baku) untuk hasil analisis dan sertifikat unsur i . Selanjutnya dilakukan analisis kuantitatif terhadap sampel limbah cair dari pemurnian asam fosfat, yaitu untuk menentukan konsentrasi uranium dan logam berat lainnya.

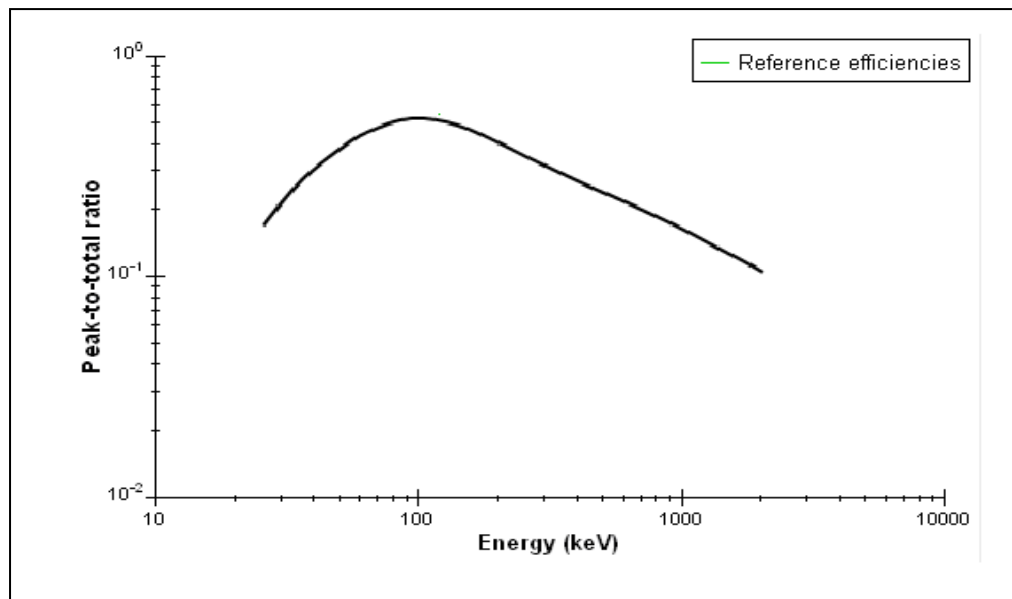
HASIL DAN PEMBAHASAN

Kalibrasi efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p)

Hasil kalibrasi efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p) pada berbagai energi gamma dapat dilihat pada Gambar 1. Pengukuran efisiensi dilakukan dari tingkat energi rendah sampai energi tinggi dengan menggunakan sumber-sumber standar ^{22}Na , ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{65}Zn , ^{109}Cd , ^{133}Ba , dan ^{137}Cs .



Gambar 1. Kurva kalibrasi efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p) terhadap energi γ pada jarak 50 mm (level 1), 150 mm (level 3), dan 250 mm (level 5).



Gambar 2. Kurva hubungan *Peak to Total Ratio* (P/T) terhadap energi gamma.

Gambar 1 menunjukkan bahwa efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p) akan naik dengan kenaikan energi- γ pada daerah $E_\gamma < 100$ keV, sedangkan pada daerah $E_\gamma > 100$ keV justru ϵ_p akan turun. Hal ini disebabkan karena pada $E_\gamma < 100$ keV kemampuan sinar- γ untuk berinteraksi dengan detektor tipe *coaxial* makin kuat (efektif) dengan naiknya energi- γ dan maksimum pada daerah energi sekitar 100 keV. Setelah $E_\gamma > 100$ keV, energi- γ cukup besar sehingga kebolehhjadian foton- γ

untuk lolos dari detektor tanpa berinteraksi dengan detektor menjadi cukup besar sehingga ϵ_p semakin menurun. Jarak sumber terhadap permukaan detektor juga berpengaruh terhadap ϵ_p , semakin dekat sumber maka ϵ_p semakin besar. Sebaliknya semakin jauh jarak sumber terhadap permukaan detektor maka harga ϵ_p semakin kecil. Setiap sumber atau sampel yang akan dicacah diletakkan pada jarak yang optimal

agar mendapatkan harga efisiensi deteksi yang akurat.

Tabel 1. Hasil pengukuran parameter Reaktor setiap kanal Fasilitas Iradiasi Reaktor G.A Siwabessy

Kanal	Φ_{th}	Φ_{fast}	f	α
RS01	$2.49 \times 10^{17} \pm 1.49 \times 10^{15}$	$1.07 \times 10^{16} \pm 2.2 \times 10^{14}$	41,60	0,02
RS02	$2.13 \times 10^{17} \pm 1.59 \times 10^{15}$	$1.02 \times 10^{16} \pm 2.6 \times 10^{14}$	40,61	0,02
RS03	$1.62 \times 10^{17} \pm 2.1 \times 10^{15}$	$4.86 \times 10^{16} \pm 5.7 \times 10^{14}$	41,61	0,02
RS04		$2.29 \times 10^{16} \pm 3.29 \times 10^{14}$	43,95	0,02

Penentuan peak to total ratio (P/T)

Hasil penentuan *Peak to Total Ratio (P/T)* untuk energi gamma dari 20 – 40.000 keV dalam bentuk kurva dapat dilihat pada **Gambar 2.**

Peak to total ratio (P/T) dihitung menggunakan *software k_o*, berdasar data dari sumber-sumber standar yang memiliki puncak energi- γ yang bebas dari *coincidence* seperti ¹³⁷Cs, ⁵⁷Co, ⁶⁰Co, dan ⁶⁵Zn. Hal ini dimaksudkan untuk memperoleh hasil perbandingan puncak energi- γ terhadap total *background* yang tepat. Setiap sumber dideteksi dengan waktu pencacahan yang cukup lama untuk mendapatkan luas puncak serapan total yang sempurna pada setiap unsur sehingga kesalahan statistik pencacahan kurang dari 0,5 %. Data *peak to total ratio (P/T)* dibutuhkan untuk mengkonversi efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p) menjadi total efisiensi deteksi (ϵ_t).

Parameter kanal reaktor (Φ_{th} , Φ_{fast} , f, dan α)

Fasilitas iradiasi yang digunakan di reaktor G.A. Siwabessy terdiri dari 4 kanal yaitu RS01, RS02, RS03, dan RS04. Distribusi neutron pada reaktor mengalami fluktuasi pada daerah dan waktu yang berbeda, sehingga diperlukan penentuan parameter-parameter Φ_{th} , Φ_{fast} , f, dan α pada setiap fasilitas kanal iradiasi. Hasil pengukuran parameter reaktor pada setiap kanal iradiasi ditunjukkan pada **Tabel 1.**

Pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa setiap kanal memiliki fluks yang berbeda, namun untuk setiap parameter f dan α relatif tetap konstan. Hal ini disebabkan antar fluks termal dan epitermal memiliki korelasi, dimana jika fluks termal bertambah besar maka fluks epitermal pun bertambah besar sehingga rasio perbandingannya akan tetap konstan. Dengan adanya fluktuasi neutron pada waktu yang berbeda, maka setiap

sampel yang akan di iradiasi ditambahkan komparator Au pada setiap *layer* sebagai pemantau fluks termal pada satu sampel yang diiradiasi, sehingga analisis sampel dapat ditentukan dengan kondisi fluks termal yang sebenarnya.

Semua hasil pengukuran efisiensi deteksi *full-energy* (ϵ_p), *Peak to Total Ratio (P/T)*, total efisiensi deteksi (ϵ_t), dan parameter Reaktor Kanal (Φ_{th} , Φ_{fast} , f, dan α) tersebut di atas selanjutnya digunakan untuk data masukan perhitungan secara kuantitatif konsentrasi unsur-unsur menggunakan *software ko-AAN*. Analisis unsur-unsur diukur dengan pencacahan langsung dari nuklida hasil aktivasinya, kecuali uranium yang mengalami reaksi aktivasi ²³⁸U(n, γ)-²³⁹U ditentukan dengan mengukur aktivitas ²³⁹Np ($T_{1/2} = 2,36$ hari) yang merupakan anak luruh dari ²³⁹U ($T_{1/2} = 23,47$ menit) [4,12]. Radioisotop hasil aktivasi pada analisis unsur-unsur dengan metode *k_o-AAN* yang direkomendasikan dapat dilihat pada **Tabel 2.**

Analisis sampel standar (SRM NIST 1633b Coal Fly Ash)

Hasil analisis kuantitatif dengan menggunakan metode *k_o-AAN* untuk *SRM NIST 1633b Coal Fly Ash* dibandingkan dengan sertifikatnya dapat dilihat pada Tabel 3 dan 4. Pada kedua tabel ini didapatkan perbedaan pada setiap unturnya dan dari besarnya *Z-score* yang merupakan suatu bilangan yang menunjukkan besarnya ketepatan analisis suatu unsur. Nilai *Z-score* sekitar -3 sampai +3 menyatakan bahwa ketepatan hasil analisis adalah sebesar 99% [10]. Ketepatan hasil analisis unsur dalam sampel dapat pula dilihat dari % kesalahan antara hasil pengukuran dengan data sertifikat. Hasil dikatakan baik jika kesalahannya kecil (<10%).

Waktu iradiasi juga sangat berpengaruh terhadap hasil pengukuran, seperti Sc pada

Tabel 3 dengan waktu iradiasi medium (30 menit) dibandingkan dengan Sc pada **Tabel 4** dengan waktu iradiasi panjang (4 jam) diperoleh nilai *Z-score* masing-masing 2,2 dan -0,2. Dari kedua nilai tersebut Sc lebih baik di iradiasi pada waktu iradiasi panjang, selain itu kesalahannya juga lebih kecil. Pengaruh yang sama terjadi pada analisis unsur yang lain seperti Fe, Co, Cs,

Ce, Eu, Lu, dan Th. Analisis unsur-unsur ini lebih baik dengan iradiasi panjang, kecuali untuk Cr dan Sm lebih baik dengan iradiasi pendek. Waktu pencacahan juga mempengaruhi hasil analisis, karena makin lama pencacahan makin sempurna puncak yang terbentuk dan memberikan kesalahan yang lebih kecil.

Tabel 2: Radioisotop hasil aktivasi reaksi (n,γ), umur paroh (T_{1/2}) dan energi gamma (E_γ) pada analisis unsur-unsur dengan metode ko-AAN^[4].

Unsur	Radioisotop hasil aktivasi		Unsur	Radioisotop hasil aktivasi	
	Isotop (T _{1/2})	E _γ (keV)		Isotop (T _{1/2})	E _γ (keV)
Ag	¹¹⁰ Ag (24,6 d)	657,8	Mo	⁹⁹ Mo (65,94 j)	140,5
	^{110m} Ag(249,7 h)	884,7 ; 937,5	Na	²⁴ Na (14,96 j)	1368,6 ; 2754
As	⁷⁶ As (26,32 j)	559,1	Nd	¹⁴⁷ Nd (10,98 h)	91,1 ; 531,0
Ba	¹³⁹ Ba (84,63 m)	165,8	Pr	¹⁴² Pr (19,12 j)	1575,6
	¹³¹ Ba (11,8 h)	216,0 ; 373,2 ; 496,3	Ru	¹⁰³ Ru (39,26 h)	497,1
Br	⁸⁰ Br(17,68 m)	616,3	Sb	¹²⁴ Sb (60,2 h)	602,7 ; 1691
	⁸² Br (35,3 j)	554,4 ; 619,1 ; 776,5		¹²² Sb (2,7 h)	564,2
Cd	¹¹⁵ Cd(53,46 j)	527,9	Sc	⁴⁶ Sc (83,81 h)	889,3 ; 1120,6
	^{115m} In (53,5 j) *	336,3	Sm	¹⁵³ Sm (46,27j)	69,7 ; 103,2
Ce	¹³⁹ Ce(137,66h)	165,8	Sr	^{87m} Sr (2,81 j)	388,4
	¹⁴¹ Ce(32,5 h)	145,4		⁸⁵ Sr (64,84 h)	514,0
Cs	¹³⁴ Cs (2,06 t)	604,7 ; 795,8	Ta	¹⁸² Ta (14,5 h)	67,8 ; 100,1
Cr	⁵¹ Cr (27,7 h)	320,1		¹⁸² Ta (14,5 h)	1189 ; 1221,4
Co	⁶⁰ Co (5,27 t)	1173,2 ; 1332,5	Tb	¹⁶⁰ Tb (72,3 h)	879,4 ; 966,2; 1178,0
Eu	¹⁵² Eu (13,33 t)	344,3 ; 778,9 ; 1408	Th	²³³ Th (22,3 m)	459,3
		1099,2 ; 1291,6		²³³ Pa (27,0 h) *	300,2 ; 312,0
Ga	⁷² Ga (14,1 j)	630,0 ; 834,1	Tm	¹⁷⁰ Tm(128,6 h)	84,3
Ge	⁷⁷ Ge (11,3 j)	264,4	U	²³⁹ U (23,47 m)	74,7
Hf	¹⁸¹ Hf(42,39 h)	133,0 ; 345,9		²³⁹ Np (2,36 h)*	106,1 ; 228,2 ; 277,6
Hg	²⁰³ Hg (46,67 h)	279,2	Yb	¹⁶⁹ Yb (32,02 h)	63,1 ; 177,2
Ho	¹⁶⁶ Ho (26,8 j)	80,6		¹⁷⁵ Yb (4,19 h)	282,5 ; 396,3
La	¹⁴⁰ La (40,27 j)	328,8 ; 487,0	Zn	^{69m} Zn (13,76 h)	438,6
	¹⁴⁰ La (40,27 j)	815,8 ; 1596,2	Zr	⁹⁵ Zr (64,02 h)	724,2 ; 756,7
Lu	¹⁷⁷ Lu (6,71 h)	208,4		⁹⁵ Nb (34,97h)*	765,8

- Satuan umur paroh (T_{1/2}) : t = tahun, h = hari, j = jam, m = menit, d = detik.
 * anak luru hasil aktivasi.

Pada **Tabel 3** dan **4** tersebut menunjukkan bahwa dengan iradiasi panjang memberikan lebih banyak unsur yang dapat dideteksi (20 unsur termasuk uranium) daripada dengan iradiasi medium (hanya 10 unsur yang terdeteksi dan uranium tidak terdeteksi). Selain itu yang memenuhi Z-score pada iradiasi panjang ada 15 unsur dan untuk iradiasi medium ada 8 unsur. Sedang untuk kesalahan yang $\leq 25\%$ pada iradiasi panjang ada 14 unsur, sedang

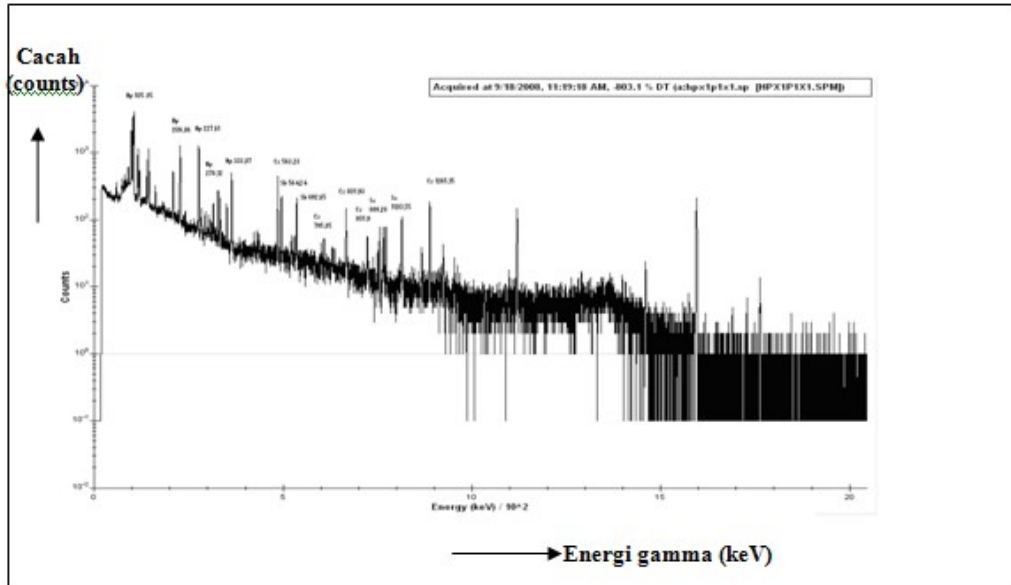
pada iradiasi medium hanya 5 unsur. Oleh karena itu iradiasi panjang emberikan hasil yang lebih baik. Untuk meningkatkan ketepatan dan ketelitian dapat dilakukan dengan menambah waktu iradiasi dalam reaktor, kecuali untuk analisis Cr dan Sm lebih baik dengan iradiasi pendek karena umur parohnya sangat pendek. Jenis SRM tersebut dipilih karena mengandung uranium sebagaimana sampel limbah yang akan dianalisis.

Tabel 3. Perbandingan Hasil Analisis *SRM NIST 1633b Coal Fly Ash* terhadap Sertifikatnya pada iradiasi medium (30 menit) R3-02 SRM 2.

Unsur	Konsentrasi (mg/kg)		Z-score	Kesalahan (%)
	Nilai Sertifikat	Hasil ko-AAN		
Sc	4,10x10 ¹	4,54x10 ¹	2,2	10,73
Cr	1,98x10 ²	1,88x10 ²	-0,7	-5,05
Fe	7,78x10 ⁴	1,18x10 ⁵	5,0	51,28
Co	5,00x10 ¹	5,47x10 ¹	0,7	9,40
Cs	1,10x10 ¹	7,49	-1,1	-31,82
Ce	1,90x10 ²	8,98x10 ¹	-5,3	-52,63
Sm	2,00x10 ¹	1,77x10 ¹	-0,3	-11,50
Eu	4,10	2,67	-1,8	-34,88
Lu	1,20	5,77x10 ⁻¹	-2,5	-51,67
Th	2,57x10 ¹	1,98x10 ¹	-2,0	-22,95

Tabel 4. Perbandingan Hasil Analisis *SRM NIST 1633b Coal Fly Ash* terhadap Sertifikatnya pada iradiasi panjang (4 jam) R4-02 SRM 5.

Unsur	Konsentrasi (mg/kg)		Z-score	Kesalahan (%)
	Nilai Sertifikat	Hasil ko-AAN		
Sc	4,10x10 ¹	4,05x10 ¹	-0,2	-1,22
Cr	1,98x10 ²	1,49x10 ²	-3,3	-24,75
Fe	7,78x10 ⁴	1,05x10 ⁵	4,5	32,91
Co	5,00x10 ¹	5,30x10 ¹	1,2	6,00
Zn	2,10x10 ²	2,95x10 ²	4,3	4,04
Sr	1,04x10 ³	7,53x10 ²	-7,5	-27,88
Sb	6,00	6,35	0,7	5,83
Cs	1,10x10 ¹	1,04x10 ¹	-0,3	-5,45
Ba	7,09x10 ²	1,07x10 ³	2,2	50,70
Ce	1,90x10 ²	1,37x10 ²	-3,8	-27,89
Nd	8,50x10 ¹	5,93x10 ¹	-0,9	-30,23
Sm	2,00x10 ¹	1,53x10 ¹	-1,8	-23,50
Eu	4,10	3,82	-0,3	-6,83
Tb	2,60	2,43	-0,4	-6,54
Yb	7,60	5,75	-4,2	-24,34
Lu	1,20	9,89x10 ⁻¹	-0,5	-17,5
Hf	6,80	6,54	-0,4	-3,82
Ta	1,80	2,07	0,6	15,00
Th	2,57x10 ¹	2,07x10 ¹	-2,2	-19,45
U	8,79	1,15x10 ¹	2,4	30,68



Gambar 3. Kurva spektrum puncak energi gamma unsur-unsur hasil iradiasi panjang (4 jam) untuk sampel limbah cair .

Analisis unsur-unsur dalam sampel limbah cair

Pencacahan setelah iradiasi dengan spektrometer gamma menghasilkan spektrum gamma untuk masing-masing sampel limbah cair. Contoh spektrum gamma untuk sampel limbah-Ac dapat dilihat pada Gambar 3. Sampel limbah yang lain memberikan spektrum yang serupa dengan puncak-puncak energi yang tergantung pada kandungan unsur dalam sampel limbah cair. Spektrum gamma pada Gambar 3 menunjukkan bahwa secara kualitatif, energi puncak (E_γ) menunjukkan jenis radionuklida suatu unsur (sebagaimana terlihat pada Tabel 2). Secara kuantitatif, tingginya puncak-puncak merupakan jumlah cacah dari sinar gamma yang menunjukkan besarnya konsentrasi unsur dalam sampel yang selanjutnya dapat ditentukan dengan metode k_o -AAN. Hasil analisis menggunakan software k_o -AAN (dari IAEA) dapat dilihat pada Tabel 5 yang merupakan hasil konsentrasi rata-rata dari analisis dengan metode k_o -AAN. Pada analisis ini

diperoleh kurang lebih 21 unsur yang terdapat dalam limbah industri asam fosfat. Dari unsur-unsur tersebut terdapat kandungan uranium (unsur radioaktif) dan beberapa logam berat lainnya yang bersifat racun.

Menurut Kep. Ka. BAPETEN No. 02/Ka/BAPETEN/V/1999, batas kadar tertinggi yang diizinkan (BKTD) dalam air yang dapat dibuang ke lingkungan untuk uranium yaitu 1×10^3 Bq/liter ¹³¹ atau setara dengan 91 mg U/liter. Dari hasil analisis pada sampel limbah-Ac dan limbah-Bc, diperoleh konsentrasi uranium di bawah BKTD yang diizinkan, yaitu $1,35 \pm 0,62$ mg U/liter dan $2,40 \pm 0,23$ mg U/liter, dan untuk sampel limbah-Cc dan limbah-Dc kandungan uranium tidak terdeteksi. Sementara itu, hasil analisis sampel limbah-Fc dan limbah-Gc diperoleh konsentrasi uranium melebihi BKTD, yaitu sebesar $396 \pm 97,9$ mg U/liter dan $442 \pm 102,8$ mg U/liter.

Tabel 5 : Hasil analisis unsur-unsur dalam limbah cair Industri Asam Fosfat dengan metode ko-AAN.

Unsur	Limbah-Ac (LXIV.a Zone III)		Limbah-Bc (LXIV.b Zone III)		Limbah-Cc (CIA LXXI.a Zone IV)		BD (mg/liter)
	Konsentrasi (mg /liter)	RSD(%)	Konsentrasi (mg /liter)	RSD (%)	Konsentrasi (mg /liter)	RSD(%)	
Ag	(-)	-	1,64±0,59	35,97	(-)	-	1,50
As	(-)	-	<BD	-	(-)	-	16,2
Ba	(-)	-	<BD	-	(-)	-	27,2
Br	0,27 ±0,106	39,26	<BD	-	0,782±0,140	17,90	0,24
Cs	(-)	-	<BD	-	<BD	-	0,120
Ge	(-)	-	<BD	-	(-)	-	1670
La	(-)	-	<BD	-	<BD	-	0,160
Pr	(-)	-	(-)	-	<BD	-	14,6
Sb	0,0168<BD	-	(-)	-	(-)	-	0,015
Sc	0,030±0,005	17,30	0,048±0,014	29,20	0,0365±0,010	26,60	0,026
Ta	0,165±0,132	7,99	(-)	-	<BD	0,82	0,10
Tb	(-)	-	<BD	-	(-)	-	0,088
U	1,35±0,624	4,62	2,403±0,234	9,74	(-)	-	0,069
Zn	49,0±7,90	16,2	42,4±1,03	2,43	(-)	-	16,9

Unsur	Limbah-Dc (CIBLXXII.a Zone IV)		Limbah-Fc (CIBLXXIII.a Zone IV)		Limbah-Gc (CIBLXXIII.b Zone IV)		BD (mg/ liter)
	Konsentrasi (mg/liter)	RSD(%)	Konsentrasi (mg / liter)	RSD(%)	Konsentrasi (mg / liter)	RSD(%)	
Ag	(-)	-	(-)	-	<BD	-	1,50
As	(-)	-	(-)	-	<BD	-	1,59
Ba	<BD	-	(-)	-	(-)	-	27,2
Br	0,664±0,077	11,59	(-)	-	(-)	-	0,24
Cd	(-)	-	(-)	-	113±8,5	7,52	10,4
Cs	0,246±0,030	12,19	(-)	-	(-)	-	0,12
Fe	(-)	-	359±354,9	98,86	(-)	-	247
Ge	(-)	-	<BD	-	(-)	-	1670
Ho	<BD	-	1220±127	10,41	391±49,4	12,63	11,3
La	<BD	-	(-)	-	(-)	-	1,60
Mo	<BD	-	(-)	-	(-)	-	18,2
Na	(-)	-	3230±14,1	0,44	3110±14,1	0,45	2,36
Ru	(-)	-	(-)	-	21,8±0,85	3,89	1,74
Sc	0,038±0,0035	9,14	0,365±0,089	24,38	0,243±0,067	-	0,026
Ta	<BD	-	(-)	-	(-)	-	0,10
Tm	356±102	28,65	(-)	-	(-)	-	0,76
U	(-)	-	442±102,8	23,26	396±97,9	24,72	0,069
Zn	<BD	-	173±5,6	3,24	123±29,6	24,06	16,9

RSD (%) = *Relative Standard Deviation* (Penyimpangan baku relatif) dalam % . ; (-) = Tidak terdeteksi
 BD = Batas Deteksi dalam mg/liter (= µg/ml). <BD = Dibawah batas deteksi (BD).

Selain uranium, unsur-unsur logam lain yang terkandung dalam sampel limbah adalah Ag, As, Ba, Br, Cd, Cs, Fe, Ge, Ho, La, Mo, Na, Ru, Sb, Sc, Ta, Tm, dan Zn dengan konsentrasi bervariasi yang perlu dipertimbangkan untuk pengolahan limbah. Dari unsur-unsur logam berat tersebut hanya

unsur As, Cd, dan Zn yang masuk ke dalam golongan logam berat yang dipersyaratkan untuk air kelas II dan III. Hal ini sesuai dengan PP No. 82/2001 (tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air), bahwa kandungan unsur yang perlu diperhatikan adalah As, Co, B, Se, Cd, Cr,

Cu, Pb, Hg, dan Zn dengan batas kadar tertinggi yang diizinkan (BKTD) dalam air kelas II dan III bervariasi antara 0,02 – 1 mg/liter^[14]. Air kelas II adalah air yang digunakan untuk prasarana/sarana rekreasi air, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanian, dan lainnya yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan air tersebut. Sedangkan air kelas III tidak termasuk untuk prasarana/sarana rekreasi air. Kelima sampel limbah (kecuali sampel limbah-Cc) mengandung Zn dengan konsentrasi yang lebih tinggi dari BKTD (dalam air kelas II dan III, BKTD untuk Zn adalah sebesar 0,05 mg/liter)^[14].

Berdasarkan data hasil analisis pada Tabel 5, limbah-limbah tersebut dapat diidentifikasi seperti terlihat pada Tabel 6. Dari Tabel 6 dapat dilihat bahwa limbah-Ac, limbah-Bc, limbah-Cc, dan limbah-Dc termasuk limbah B3 (bahan berbahaya dan beracun), sedang limbah-Fc dan limbah-Gc termasuk limbah B3 dan radioaktif (konsentrasi uranium > BKTD dalam air). Kelima limbah tersebut yaitu limbah-Ac, limbah-Bc, limbah-Dc, limbah-Fc, dan limbah-Gc (kecuali limbah-Cc) perlu dilakukan pengolahan lebih lanjut menjadi kemasan limbah yang siap disimpan di dalam fasilitas penyimpanan lestari sehingga keberadaannya tidak mencemari lingkungan hidup.

Tabel 6 : Identifikasi limbah berdasarkan Batas Kadar Tertinggi yang diizinkan (BKTD) untuk uranium (Kep.Ka. Bapeten No. 02/Ka/BAPETEN/V/1999) dan logam berat lainnya (PP No. 82/2001)^[13,14].

Limbah (sampel)	Kandungan uranium ¹⁾	Kandungan logam berat ²⁾	Jenis limbah	Rekomendasi
Limbah-Ac (L.XIV.a Zone III)	U < BKTD	Zn > BKTD	B3	Pengolahan
Limbah-Bc (L.XIV.b Zone III)	U < BKTD	(As, Zn) > BKTD	B3	Pengolahan
Limbah-Cc (CI.A.LXXI.a Zone IV)	U < BKTD	Br, Sc, dan Pr ³⁾	B3	Dapat dibuang *)
Limbah-Dc (CI.BLXXII.a Zone IV)	U < BKTD	Zn > BKTD, dan (Ho, Mo, Sc, Ta, Tm) ³⁾	B3	Pengolahan
Limbah-Fc (CI.BLXXIII.a Zone IV)	U > BKTD	(Cd, Zn) > BKTD dan logam lain (Ho, Tm, Ru, Sc, Tm) ³⁾	B3 dan radioaktif	Pengolahan
Limbah-Gc (CI.BLXXIII.b Zone IV)	U > BKTD	(As, Cd, Zn) > BKTD dan logam lain (Ho, La, Ru, Na, Sc) ³⁾	B3 dan radioaktif	Pengolahan
<p>¹⁾ Berdasar Kep.Ka. Bapeten No. 02/Ka/BAPETEN/V/1999), Batas Kadar Tertinggi yang diizinkan (BKTD) untuk uranium 1×10^3 Bq/liter setara 91 mg/liter^[13]. ²⁾ Berdasar pada PP No. 82/2001 (untuk air kelas II dan III)^[14]. ³⁾ Tidak dipersyaratkan pada PP No. 82/2001^[14]. *) Dapat dibuang bila parameter yang lain (seperti BOD dan COD dll) telah memenuhi persyaratan sesuai PP No. 82/2001^[14].</p>				

KESIMPULAN

Hasil analisis dengan metode k_{α} -AAN pada limbah industri asam fosfat untuk sampel limbah-Ac dan limbah-Bc mengandung uranium di bawah batas kadar tertinggi yang diizinkan (BKTD) yaitu

$1,35 \pm 0,62$ mg U/liter dan $2,40 \pm 0,23$ mgU/liter (untuk uranium BKTD = 1×10^3 Bq/liter setara 91 mg U/liter), dan sampel limbah-Fc dan limbah-Gc mengandung uranium di atas BKTD, yaitu $396 \pm 97,9$ mgU/liter dan $442 \pm 102,8$ mgU/liter.

Sedang pada sampel limbah-Cc dan limbah-Dc kandungan uranium tidak terdeteksi. Unsur-unsur logam berat lainnya yang terkandung dalam sampel limbah diperoleh adanya Ag, As, Ba, Br, Cd, Cs, Fe, Ge, Ho, La, Mo, Na, Ru, Sb, Sc, Ta, Tm, dan Zn dengan konsentrasi tidak terdeteksi sampai konsentrasi yang perlu dipertimbangkan. Kelima sampel limbah (kecuali sampel limbah-Cc) mengandung Zn dengan konsentrasi yang lebih tinggi dari BKTD dalam air kelas II dan III. Berdasarkan BKTD untuk uranium dan Zn serta logam berat lainnya maka perlu dilakukan pengolahan limbah-Ac, limbah-Bc, dan limbah-Dc (sebagai limbah B3), dan pengolahan limbah-Fc dan limbah-Gc (sebagai limbah radioaktif dan sebagai limbah B3), sedang limbah-Cc sudah bisa dibuang ke lingkungan bila parameter lain (seperti BOD dan COD, dll) telah memenuhi persyaratan.

DAFTAR PUSTAKA

1. YANTO, "Materi training, Bagian I : Pabrik proses pemurnian asam fosfat", April 1988.
2. BENEDICT, M., PIGFORD, H. LEVI, "Nuclear Chemical Engineering", Mc Graw Hill. New york. hal 26-30, 1990.
3. CONNELL, D.W dan G.J. MILLER, "Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran", Diterjemahkan oleh Yanti Koestoer. UI Press, Jakarta, 1995.
4. IAEA-TECDOC -564, "Practical Aspect of Operating a Neutron Activation Analysis Laboratory", Technical Document issued by IAEA, Vienna, 1990.
5. DE CORTE, F., SIMONITS, A., "Vade Mecum for k_0 - Users", DSM Research, Geleen, 1994.
6. TIAN WEIZHI, "Metrological Role of Reactor Neutron Activation Analysis in Contemporary Inorganic Trace Analysis", Proc.the 2001 FNCA Workshop on the Utilization of Research Reactors, Nov. 5-9, Beijing-China, 2001.
7. NI BANFA, et.al. " k_0 -NAA and its Extention, Software as Automatitiation", Proc.The 2001 FNCA workshop on the Utilization of Research Reactors, Beijing-Cina Nov.5-9, 2001.
8. JING YE CHEN DA, et.al., "An Analytical Software for NAA by using k_0 Method", Proc. The 2001 FNCA workshop on the Utilization of Research Reactors, Beijing-Cina, Nov. 5-9, 2001.
9. HO MANH DUNG, "Development of k_0 Standardization Method of NAA (k_0 -NAA)Regarding Software and Experiment in Dalat Research Reactor of Vietnam", Proc. The 2001 FNCA workshop on the Utilization of Research Reactors, Jakarta-Indonesia, Jan.13-17, 2002.
10. M. ROSSBACH, et.al., "The k_0 -IAEA program. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry", Vol. 274, No.3, 657-662, 2007.
11. SUSETYO, W, "Spektrometer Gamma", Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, 1988.
12. GUNANDJAR, "Analisis Uranium dan Thorium Dalam Limbah Dari Proses Daur Bahan Bakar Nuklir", Prosiding Seminar Nasional Teknologi Limbah ke VI, Kawasan Puspiptek Serpong, 24 Juni 2008.
13. Keputusan Kepala Badan Pengawas Tenaga Nuklir Nomor : 02/KA-BAPETEN/ V/1999 Tentang Baku Tingkat Radioaktivitas di Lingkungan.
14. Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air.