Jurnal Sains Materi Indonesia
Indonesian Journal of Materials Science

Vol. 8, No. 1, Oktober 2006, hal : 92 - 97
ISSN : 1411-1098

ANALISIS CUPLIKAN LINGKUNGAN DAN BAHAN GEOLOGI DENGAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-MASS SPECTROMETRY*

Rukihati dan Saryati
Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN
Kawasan Puspiptek Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

ANALISIS CUPLIKAN LINGKUNGAN DAN BAHAN GEOLOGI DENGAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-MASS SPECTROMETRY*. *Inductively coupled plasma-mass spectrometry* (*ICP-MS*) adalah teknik analisis multi unsur untuk menentukan unsur dan isotop yang terkandung di dalam berbagai jenis sampel. Lebih dari 90% unsur-unsur yang tercantum dalam tabel periodik dapat ditentukan dengan menggunakan *ICP-MS,* termasuk logam alkali, logam transisi, dan unsur tanah jarang. Informasi tentang kelimpahan isotop dan perbandingan isotop dapat diperoleh dengan teknik ini. Sejak 1990, di Pusat Penelitian Dan Pengembangan Tenaga Nuklir, BATAN Serpong telah diinstal seperangkat sistem *ICP-MS SCIEX ELAN Model 250*. Alat ini telah digunakan untuk: Penentuan unsur kelumit dari cuplikan lingkungan, penentuan unsur-unsur yang terkandung dalam partikulat udara, penentuan unsur-unsur tanah jarang dalam cuplikan geologi, serta penentuan nisbah isotop (*isotope ratio*) Pb dan Sr dalam bahan acuan standar (*SRM = standard reference materials*) dan yang terkandung dalam bahan geologi. Semua cuplikan dilarutkan dengan campuran asam (HNO_3, $HClO_4$ dan HF) menggunakan *microwave* dan larutan akhir dalam media HNO_3 1%. Larutan cuplikan dimasukkan ke dalam plasma, pengumpulan data dari masing-masing cuplikan dalam kurun waktu hampir seperempat jam. Simpangan baku relatif (*RSD = relative standard deviation*) pengukuran *ICP-MS* terhadap cuplikan lingkungan adalah dalam kisaran 0,7 % sampai dengan 4,1 %. Hasil penentuan konsentrasi unsur tanah jarang dalam bahan standar geologi (*Canadian Certified Reference Standard Rock*) adalah dalam kisaran konsentrasi harga sertifikat. Simpangan baku relatif penentuan nisbah isotop Pb dan Sr dalam dalam bahan geologi berkisar antara 0,3 % sampai dengan 4,4 %. Pada umumnya, simpangan baku relatif penentuan nisbah isotop adalah kurang dari 5 %.

Kata kunci *: Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS), unsur kelumit, nisbah isotop, partikulat udara, unsur tanah jarang, bahan geologi*

ABSTRACT

ANALYSISIS OF ENVIRONMENTAL AND GEOLOGICAL MATERIALS BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-MASS SPECTROMETRY. Inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) is a multi element analytical technique that is used for elemental and isotopic determination in a variety of samples. ICP-MS elemental analysis can be used for more than 90% of all elements in the periodic table, including alkali, transition and other metals and rare earth elements. Information concerning isotope abundance or isotope ratio is inherent in the technique. Since 1990, a SCIEX ELAN 250 ICP-MS was installed at Serpong Research And Development Center For Nuclear Energy of BATAN. This Instrument has been used for: The determination of trace elements in environmental samples, elemental determination in airborne particulate matters, determination of rare earth elements in geological samples, measurement of isotope ratios of Pb and Sr in standard reference materials (SRM) and geological materials. All of the samples were dissolved in acid mixture (HNO_3, $HClO_4$ dan HF) by using microwave and the final solution were in the media of 1% nitric acid. The samples was introducted into plasma, thus data collection for each sample could be up to almost a quarter of an hour. The relative standard deviation (RSD) of ICP-MS measurement of environmental samples were in the range of 0,7 - 4,1%. The rare earth elements concentration by means of ICP-MS were in the range of Canadian Certified Reference Standard Rock. The relative standards deviation (RSD) for isotope ratio measurements of Pb and Sr in geological materials were in the range of 0.3 - 4.4%. In general, RSD measurement by ICP-MS was found less than 5% over a wide concentration range.

Key word *: Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS), trace elements, isotope ratios, airborne particulate matter, rare earth elements, geological materials*

PENDAHULUAN

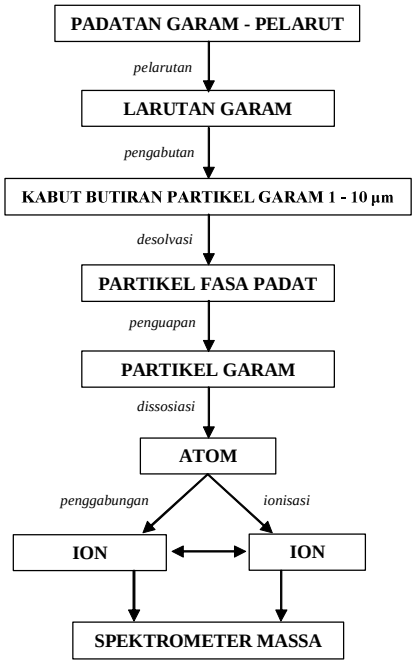
Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometer adalah seperangkat alat untuk menentukan unsur dan isotop secara simultan yang terkandung dalam berbagai jenis cuplikan. Alat ini adalah gabungan plasma (*ICP = Inductively Coupled Plasma*) sebagai sumber ionisasi dengan spektrometer massa (*MS = Mass Spectrometer*) sebagai pemilah dan pencacah ion. Metode analisis ini dikenal dan lazim disebut metode *ICP-MS*. Semula *ICP* banyak digunakan sebagai sumber eksitasi untuk spektrometri emisi, sebagaian besar unsur dapat diionisasi dengan efisien dalam *ICP*. Dengan alasan inilah *ICP* digunakan sebagai sumber ion dalam *ICP-MS*. Bila dibandingkan terhadap *Inductively Coupled Plasma-Emission Spectrometry* (*ICP-ES*), spektra massa lebih sederhana dari pada spektra emisi optik. Kebanyakan unsur berat memperlihatkan ratusan garis emisi, tetapi unsur berat tersebut hanya mempunyai 1 – 10 spektrum massa yang berasal dari isotop alam. Parameter sistem *ICP-MS* adalah: argon *ICP* (argon *plasma, auxiliary* dan *nebulizer*); spektrometer massa (*sampler* dan *skimmer*); kevakuman (*interface region* dan *mass spectrometer chamber*); *lens voltages* (*photon stop, bassel box barrel, einzel lenses,* dan *a.c. rods*). Dalam sistem *ICP-MS*, istilah "*compromise condition"* diartikan sebagai satu set kondisi parameter alat yang didasarkan gangguan spektra massa paling kecil dan sensitifitas analit yang paling baik.

Pengertian sederhana plasma adalah gas yang terionisasi sebagian, biasanya digunakan gas argon (Ar). Di dalam plasma tersebut terdapat ion bermuatan positif dan elektron, wujud plasma dapat dilihat sebagai nyala sebagai media ionisasi. Nyala plasma argon mempunyai suhu antara 6000 K sampai dengan 10.000 K, suhu tersebut sangat ideal untuk ionisasi unsur-unsur. Mekanisme pembentukan plasma argon dan proses ionisasi analit spesi M, melalui reaksi-reaksi :

(1) $Ar + e \rightarrow Ar^+ + 2e$.
(2) $Ar^+ + e \rightarrow Ar^m$.
(3) $Ar^+ + M \rightarrow M^+ + Ar$
(4) $Ar^m + Ar^+ \rightarrow Ar_2^+$.

Ion-ion-ion positip yang terbentuk dipilah dan dicacah didalam spektrometer massa, sedangkan Ar^m adalah spesi Ar metastabil. Sebagai ilustrasi proses ionisasi dalam sistem *ICP-MS* dapat dilihat pada Gambar 1.

Dalam proses ionisasi tersebut diawali dengan pelarutan cuplikan menjadi larutan garam, larutan garam dikabutkan dengan *nebulizer* menjadi butiran-butiran berukuran 10 µm, masuk ke dalam plasma terjadi desolvasi menjadi: partikel fasa padat, partikel garam fasa gas, mengalami dissosiasi menjadi atom bebas dan akhirnya menjadi ion bebas atau terjadi gabungan ion, seperti halnya spesi ion Ar_2^+ yang terbentuk dalam plasma argon [1-5].



Gambar 1. Diagram proses ionisasi dalam sistem *ICP-MS*

Dalam penggunaannya, ada dua keuntungan utama metode *ICP-MS*, pertama, spektra massa yang sederhana, yaitu 1 - 10 spektrum berasal dari isotop unsur yang ada di alam; kedua, gangguan antar-unsur dapat diprediksi. Keuntungan lainnya, *ICP-MS* adalah metode analisis multi unsur, yaitu dalam waktu yang bersamaan banyak (lebih dari 30) unsur dapat ditentukan secara serempak, serta mempunyai batas penentuan (*limit detection*) yang rendah (dalam orde nanogram = 10^{-9} gram). Metode ini hanya memerlukan cuplikan sedikit (dalam kuantitas puluhan hingga ratusan mg) dan dapat menentukan nisbah isotop secara cepat, hal ini disebabkan sistem pencacahan ion yang sangat cepat di dalam spektrometer massa. Lebih dari 90% unsur-unsur yang tercantum dalam tabel periodik dapat ditentukan dengan *ICP*-MS. Selain untuk penentuan unsur, *ICP-MS* juga digunakan untuk analisis isotop (menentukan kelimpahan dan/atau nisbah = perbandingan isotop suatu unsur).

Semula sistem *ICP-MS* hanya dapat menganalisis cuplikan dalam bentuk larutan, namun perkembangan *ICP-MS* selanjutnya menggunakan teknologi *laser ablation* untuk proses ionisasi, sehingga cuplikan padatan dapat langsung dianalisis, tanpa pelarutan atau penghancuran cuplikan terlebih dahulu. Berdasarkan kelebihan-kelebihan ini metode *ICP-MS* banyak digunakan untuk menentukan unsur kelumit (*trace elements*), yaitu unsur-unsur yang berkonsentrasi <0,5% yang terkandung dalam berbagai jenis cuplikan, seperti cuplikan lingkungan (air, tanah dan partikulat udara), biologi (darah, urin, jaringan, obat-obatan dan makanan), geologi (sedimen, batuan dan mineral), bahan teknik (semikonduktor, superkonduktor dan paduan logam),

Vol. 8, No. 1, Oktober 2006, hal : 92 - 97
ISSN : 1411-1098

serta untuk menentukan perbandingan isotop suatu unsur dalam bahan geologi atau dalam bahan industri nuklir [6-11].

Sejak 1990, di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN Serpong telah diinstal seperangkat *ICP-MS* buatan SCIEX Kanada. Sistem *ICP-MS* ini telah dimanfaatkan untuk menentukan unsur dan isotop dalam berbagai cuplikan. Dalam makalah ini dilaporkan penggunaan *ICP-MS* untuk: (1) Studi banding penentuan unsur kelumit dari cuplikan lingkungan (tanah dan debu perkotaan). (2) Penentuan unsur-unsur yang terkandung dalam partikulat udara dari daerah Serpong dan Jakarta. (3) Penentuan unsur-unsur tanah jarang dalam cuplikan geologi dan dalam bahan geologi acuan. (4) Pengukuran nisbah isotop (*isotope ratio*) Pb dan Sr dalam bahan acuan standar (*SRM = standard reference materials*) dan dalam cuplikan bahan geologi. Penyajian data analisis ini diharapkan memberikan gambaran mengenai penggunaan dan kemampuan sistem *ICP-MS*, yang masih terbilang langka keberadaannya di Indonesia.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : Gas argon kemurnian spektroskopi (UHP = ultra high pure) (99,99%), Air distilasi-deionisasi, asam-asam pekat: HNO_3, $HClO_4$ dan HF kemurnian spektroskopi, HNO_3 0,1N, Larutan-larutan standar multi unsur SCIEX-Perkin Elmer, yang mengandung unsur unsur yang akan ditentukan, dalam HNO_3 0,1N, Larutan standar isotop yang akan ditentukan dalam HNO_3 0,1N, Cuplikan lingkungan (tanah = *soil* dan debu perkotaan = *urban* dust) dari *IAEA = International Atomic Energy Agency)*, Cuplikan partikulat udara dari daerah Serpong dan Jakarta, pengambilan partikulat udara oleh Pusarpedal (Pusat Sarana Pengendalian Dampak Lingkungan), Cuplikan bahan geologi dan acuan bahan geologi Sy 3 (Syenite Canadian Reference Rock), *Standard Supercond N123* sistem Y-Ba-Cu-O dan cuplikan Y-Ba-Cu-O, *SRM* 981, Standar isotop Timbal (Pb) dan standar isotop Sr, serta cuplikan bahan geologi.

Instrumentasi

Seperangkat sistem *ICP-MS* buatan *SCIEX – Perkin Elmer*, dilengkapi sistem komputer PE 5000, menggunakan operating *XENIX* dengan fasilitas *software* untuk pemakaian analisis kuantitatif: *Quantitative Analysis, Totalquantitative, Isotopic Ratio, Isotop Dilution*, dan fasilitas *Software Graphic* untuk analisis kualitatif.

Sistem *ICP-MS* dirangkai dengan pompa peritaltik Gilson Miniplus 2 untuk memasukkan larutan analit ke dalam plasma. Penghancur-pelarutan cuplikan menggunakan Microwave Milstone 1200 Mega [12]. Selain alat utama, juga digunakan peralatan umum laboratorium kimia analisis: neraca elektronik, pipet mikro, dan peralatan dari gelas dan teflon.

Pelarutan cuplikan

Sebagaimana dituliskan dimuka bahwa sistim *ICP-MS* yang digunakan adalah untuk cuplikan berbentuk larutan. Setiap cuplikan padatan harus dilarutkan dengan pelarut yang sesuai dan mengikuti prosedur yang tercantum dalam manual [12]. Larutan akhir untuk dianalisis dengan sistim *ICP-MS* adalah dalam media HNO_3 1 %. Untuk menjaga supaya tidak terjadi penyumbatan pada *sampler* dan *skimmer*, serta tidak terlalu banyak massa cuplikan yang masuk ke dalam spektrometer massa, konsentrasi cuplikan dalam larutan akhir (HNO_3 1 %) tidak lebih dari 0,1 % (persen berat/volum).

Optimasi Sistem *ICP-MS*

Penentuan kondisi optimal sistem *ICP-MS* meliputi optimasi pembentukan ion di dalam plasma dan optimasi spektrometer massa, menggunakan larutan kalibrasi *ICP-MS* , yaitu larutan campuran Li^+, Rh^{++} dan Pb^{++} dalam media HNO_3 0,1N, konsentrasi masing-masing unsur adalah 100 ng/mL.

Optimasi pembentukan ion di dalam plasma meliputi pengaturan daya radio frekuensi yang dipasok ke sistem *ICP-MS*, pengaturan kecepatan gas argon pengabut (*nebulizer*) dan kecepatan alir larutan ke dalam nyala plasma.

Optimasi spektrometer massa meliputi pengaturan tegangan yang dipasok kepada lensa-lensa ion elektrostatik serta pengaturan tegangan kepada detektor *CEM* (*channel electron multiflier*). Pada kondisi optimal yang dipilih, merupakan kondisi kompromi (*compromise condition*) dari parameter-parameter alat yang dioptimalkan, dan menghasilkan intensitas (jumlah ion yang dicacah oleh detektor per detik = ion/detik) $> 8 \times 10^3$ untuk konsentrasi unsur 100 ng/mL, dan cacah latar < 30 ion/detik [13].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan kondisi optimal sistem *ICP-MS* adalah langkah pertama yang perlu dilakukan dalam penentuan unsur atau isotop dengan menggunakan *ICP-MS*. Langkah ini menentukan ketepatan (*accuracy*) dan ketelitian (*precision*) serta untuk mengetahui cacah- latar (*back-ground*) dalam kisaran massa yang dipilih, sehingga sensitivitas dapat diketahui. Sensitivitas di sini menyatakan secagai cacah ion/detik pada konsentrasi 1 µg/mL.

Sebagaimana tercantum dalam manual [13], sistem *ICP-MS* layak-pakai bila sensitivitas minimum untuk Rh^{++}, Pb^{++} dan Li^+, masing-masing

harus < 8 x 10^3 ion/detik untuk konsentrasi unsur 100 ng/mL, dan cacah-latar < 30 ion/detik. Bila kondisi ini tidak dipenuhi, hal ini dimungkinkan karena pemilihan setelan parameter sistem *ICP-MS* tidak tepat, seperti pemilihan kecepatan alir gas argon, kecepatan alir larutan cuplikan kedalam nyala plasma, penyetelan lensa ion, tegangan detektor, lubang *sampler* (*sampler orifice*) yang sudah tidak semestinya dan yang fatal apabila detektor tidak berfungsi sebagaimana mestinya.

Hasil analisis *ICP-MS* terhadap 4 (empat) macam cuplikan disajikan pada Tabel 1 sampai dengan Tabel 4. Tabel 1 adalah hasil analisis *ICP-MS* terhadap interkomparasi cuplikan lingkungan tanah dan debu perkotaan dari *IAEA*, kandungan unsur di dalam cuplikan tanah (*Podsoilic soil*) paling kecil adalah Eu (0,95 mg/Kg) dan unsur paling banyak adalah Al (4,91 x 10^4 mg/Kg) sedangkan *RSD* untuk pengukuran cuplikan tanah berkisar antara 0,7 % sampai dengan 4,1 %.Untuk cuplikan debu perkotaan (*Urban dust*) konsentrasi unsur paling kecil adalah As (0,05 mg/Kg) dan unsur yang paling banyak adalah Fe (7,60 x 10^4 mg/Kg) sedangkan *RSD* pengukuran cuplikan debu perkotaan berkisar antara 0,7 % sampai dengan 3,8 %. Terlihat bahwa konsentrasi yang dapat ditentukan dengan metode *ICP-MS* dalam orde satuan mg/Kg (ppm = part per million), sedangkan *RSD* pada umumnya < 5%. Hampir semua unsur-unsur yang dianalisis dengan *ICP-MS* berada pada kisaran konsentrasi unsur yang diterima (*accepted values*) oleh *IAEA*, baik untuk cuplikan tanah maupun cuplikan debu perkotaan.

Hasil analisis cuplikan lingkungan disajikan dalam Tabel 2. Jenis cuplikannya adalah bahan acuan standar (*SRM = standard Reference Material*), dan partikulat udara dari daerah Jakarta. dan Serpong. Data yang diperoleh adalah terkait dengan kegiatan aplikasi *ICP-MS* dalam studi lingkungan (1995). Pencuplikan dilakukan dalam bulan Mei, Juni dan Juli dari daerah berbeda, dari daerah perkotaan (Jakarta) dan perkantoran (Serpong). Konsentrasi unsur-unsur di dalam *SRM* 1648 *NIST*, baik berdasarkan harga sertifikat maupun hasil analisis *ICP-MS* berkisar antara satuan µg/g hingga satuan %. Hasil analisis *ICP-MS* terhadap cuplikan bahan acuan standar *SRM* 1648 *NIST* paling besar berbeda ~2 % dengan harga sertifikat (unsur Ba). Sedangkan kandungan unsur-unsur (Ag, Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, CS, Cu, Fe, In, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Rg, V dan Zn) di dalam cuplikan partikulat udara dari daerah

Tabel 1. Interkomparasi analisis cuplikan lingkungan tanah (*Podsoilic Soils IAEA*-0327N*) dan debu perkotaan, (*Urban Dust IAEA-395*) penentuan unsur dengan ICP-MS (konsentrasi dalam mg/Kg)

Unsur	Tanah, *Podsoilic Soils IAEA-0327N*				Debu Perkotaan, *Urban Dust IAEA-395*			
	ICP-MS		Kisaran Konsentrasi yang diterima oleh *IAEA*		*ICP-MS*		Kisaran Konsentrasi yang diterima oleh *IAEA*	
	Rata-rata	*RSD*** (%)	Dari	Hingga	Rata-rata	*RSD*** (%)	Dari	Hingga
Al	**4,91E+04**	0,7	3,91E+04	5,90E+04	2,94E+04	1,1	2,40E+04	3,32E+04
As	5,85E+00	4,1	4,84E+00	6,22E+00	**5,22E-02**	3,2	9,00E-02	2,79E+01
Ba	4,55E+02	1,3	3,30E+02	5,37E+02	4,94E+02	1,0	2,27E+02	4,45E+03
Ce	8,51E+01	3,4	5,33E+01	9,22E+01	3,94E+01	2,8	1,55E+01	4,82E+01
Co	1,24E+01	2,9	1,00E+01	1,30E+01	1,58E+01	1,9	1,33E+01	1,66E+01
Cr	2,66E+02	3,9	3,41E+01	1,84E+02	2,02E+02	3,7	2,32E+01	2,37E+02
Cs	2,82E+00	4,1	1,90E+00	3,03E+00	2,84E+00	3,8	2,00E+00	3,01E+00
Dy	5,30E+00	4,1	3,87E+00	6,50E+00	2,72E+00	3,6	2,37E+00	2,52E+00
Eu	**9,54E-01**	0,6	7,40E-01	1,21E+00	4,90E-01	0,5	5,00E-01	1,00E+00
Fe	2,47E+04	0,7	1,89E+04	2,88E+04	**7,60E+04**	0,7	4,30E+04	8,89E+04
K	1,93E+04	1,9	1,74E+04	2,17E+04	8,41E+03	1,6	8,00E+03	1,09E+04
La	3,11E+01	3,6	2,93E+01	3,63E+01	1,95E+01	3,2	1,83E+01	2,10E+01
Mg	1,92E+04	3,9	2,43E+04	1,10E+04	2,76E+04	3,1	1,17E+02	3,99E+04
Mn	1,94E+03	2,2	6,29E+02	2,33E+03	1,12E+03	3,6	6,87E+02	1,42E+03
Na	7,50E+03	1,3	7,33E+03	8,37E+03	5,71E+03	1,8	5,43E+03	6,32E+03
Nd	3,64E+01	3,2	2,44E+01	3,80E+01	1,64E+01	3,5	6,40E+00	1,69E+01
Pb	4,20E+01	2,1	8,00E+00	6,63E+01	4,35E+01	2,5	3,28E+01	7,70E+01
Sc	8,80E+00	3,7	6,22E+00	9,13E+00	6,04E+00	3,1	4,50E+00	6,23E+00
Sm	5,80E+00	3,6	4,83E+00	6,20E+00	2,42E+00	3,5	2,50E+00	4,89E+00
Ti	4,65E+03	1,5	3,89E+03	5,29E+03	2,96E+03	1,9	1,74E+03	4,39E+03
V	6,44E+01	2,7	5,23E+01	7,19E+01	9,70E+01	2,8	7,63E+01	1,02E+02
Y	2,49E+01	2,4	2,24E+01	3,32E+01	1,55E+01	2,8	1,79E+01	2,25E+01
Zn	7,13E+01	3,7	3,05E+01	9,16E+01	3,24E+03	3,1	1,71E+03	4,24E+03

** IAEA = International Atomic Energy Agency* *** RSD = relative standard deviation*

Tabel 2. Hasil penentuan unsur dalam *SRM 1648 NIST* dan dalam cuplikan partukulat udara dari daerah Serpong dan Pulo Gadung menggunakan *ICP-MS*

Unsur	NIST SRM 1648 (µg/g)		*Partikulat udara dari daerah Serpong (ng/M^3)			*Partikulat udara dari daerah Pulo Gadung (ng/M^3)		
	Hasil ICP-MS	Harga Sertifikat	Mei	Juni	Juli	Mei	Juni	Juli
Ag	8±0,7	(6)	3,06±0,22	1,17±0,06	1,63±0,3	3,08±0,25	2,39±0,09	2,61±0,29
Al	3,55±0,06	3,42±0,11	1149±103	1124±0,08	1633±0,4	16470±200	10324±117	22857±252
As	118±8	115±10	0,78±0,09	1,52±0,24	3,22±0,61	16,56±1,72	17,03±0,32	19,93±1,11
Ba	754±27	(737)	3,56±0,67	2,8±0,51	5,47±0,25	186,14±5,68	100,98±9,97	184,20±3,05
Cd	76±2	75±7	0,32±0,08	0,28±0,11	0,60±0,11	5,37±0,35	6,30±0,87	7,32±0,29
Co	18±0,7	(18)	0,55±0,10	0,45±0,06	0,50±0,25	6,44±0,59	4,81±0,13	6,80±0,07
Cr	391±1,9	403±12	1,42±0,09	1,39±0,18	1,8±0,16	41,49±0,73	24,03±0,07	47,80±1,52
Cs	3,1±0,5	(3)	0,07±0,01	0,09±0,03	0,11±0,01	0,68±0,03	0,58±0,07	0,74±0,03
Cu	599±5	609±27	1579±0,51	1580±0,14	1783±0,66	269±011	273±008	251±012
Fe	3,77±0,14 (%)	3,91±0,1 (%)	583±0,08	680±0,06	835±0,23	18439±404	11635±556	22860±673
In	1±0	(1,0)	0,01±0	0,01±0	0,01±0	0,01±0	0,01±0	0,01±0,005
K	1,12±0,12 (%)	1,05±0,01 (%)	389±0,07	481±0,03	661±0,09	4247±0,09	2151±175	6830±0,72
Mg	0,81±0,01 (%)	(0,8) (%)	107±0,01	121±0,02	137±0,05	3031±132	1647±0,36	3399±0,25
Mn	858±10	(860)	22,4±1,06	27,75±0,73	27,92±0,13	723±13,43	816±17	824,45±17,81
Na	0,420±0,20 (%)	0,425±0,002 (%)	1064±0,57	1072±0,43	1115±0,44	5370±187	2305±199	7768±074
Ni	83±4	82±3	2,40±0,25	2,73±0,26	2,60±0,15	27,98±0,18	16,25±0,44	24,30±0,36
Pb	0,65±0,01	0,665±0,008	150±0,03	180±0,03	1229±0,06	871±0,16	1741±021	945±030
Rb	53±2	(52)	1,55±0,12	1,79±0,15	1,81±0,11	13,80±0,38	12,29±0,82	13,93±0,21
V	136±6	140±3	3,32±0,15	3,48±0,19	3,76±0,13	45,42±1,21	25,29±0,79	57,22±0,97
Zn	0,48±0,01 (%)	0,476±0,014 (%)	87±3	132±04	141±0,9	2913±0,18	5381±127	4087±160
TSP (ng/M^3)			76	69	67	545	364	644
TAV (M^3)			1730,30	1730,20	1730	1801,80	2210	1667,25
SPM (ng/M^3)			39	30	30		90	132

SRM = *Standard Reference Material*
NIST = *National Institute of standards & Technology*
(…) = Harga dalam kurung hanya sebagai harga informasi saja
TSP = *Total Suspended Particulate Matter* = Partikulat udara tersuspensi, dalam hal ini disingkat menjadi partikulat udara
TAV = *Total air volume* = Total volume udara yang dicuplik
SPM = *Suspended Particulate Matter* = Partikulat yang tersuspensi di udara
Ukuran partikel *TSP* > 10 µm dan *SPM* < 2,5 µm

Vol. 8, No. 1, Oktober 2006, hal : 92 - 97
ISSN : 1411-1098

Serpong dan daerah Jakarta (Pulo Gadung) berkisar antara satuan ng/M^3 hingga puluhan ribu ng/M^3 (unsur Al dan Fe). Konsentrasi unsur-unsur tersebut yang berasal dari daerah Serpong lebih kecil dari pada konsentrasi unsur-unsur dari daerah Jakarta (Pulo Gadung), kecuali unsur Cu. Konsentrasi unsur Cu dari daerah Serpong 6-10 kali lebih besar dari pada daerah Jakarta. Konsentrasi Cu dari daerah Serpong berkisar antara 1,579 µg/M^3 sampai dengan 1,783 µg/M^3 sedangkan dari daerah Jakarta berkisar antara 0,174 µg/M^3 sampai dengan 0,273 µg/M^3. Pengamatan selanjutnya menunjukkan bahwa konsentrasi Cu dari daerah Serpong lebih besar karena terkontaminasi oleh Cu hasil abrasi pencuplik udara *HVS* (*High Volume Sampler*) [14]. Penelitian ini dilaksanakan dalam rangka Penggunaan Teknik Nuklir termasuk *ICP-MS* untuk studi lingkungan, cuplikan partikulat udara, kerjasama dengan Sarpedal- BAPEDAL.

Unsur tanah jarang (rare earth element) adalah sekelompok unsur-unsur (Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb dan Lu) yang masing-masing mempunyai sifat kimia yang mirip satu dengan lainnya. Penentuan unsur tanah jarang secara individual sulit ditentukan dengan cara analisis kimia konvensional. Pada Tabel 3. disajikan hasil analisis *ICP-MS* terhadap unsur tanah jarang dari 3 (tiga) cuplikan bahan geologi dan cuplikan pembanding (batuan Sy3 dariKanada). Hasil analisis menunjukkan bahwa ketiga cuplikan (A, B dan C) kandungan unsur tanah jarangnya tidak jauh berbeda (perbedaan < 5%), hal ini menunjukkan ketiga cuplikan tersebut berasal dari daerah yang sama. Disamping itu, konsentrasi hasil analis *ICP-MS* terhadap cuplikan pembanding *Canadian Reference Rocks* (Sy-3) berada dalam kisaran harga sertifikat.

Tabel 3. Hasil penentuan ICP-MS terhadap unsur-unsur tanah jarang dalam cuplikan A, B dan C dari PPBGN (Pusat Pengembangan Bahan Galian Nuklir) BATAN dan dalam cuplikan pembanding Sy-3*.

Unsur	A	B	C	Sy-3 (mg/Kg)	
				ICP-MS	Sertifikat
Y, %	0,83 ± 0,01	0,88±0,03	0,80±0,03	626±16	660-877
La, %	9,24 ± 0,15	9,21±0,82	9,28±0,76	1294±53	1070-1399
Ce, %	20,59 ± 0,75	20,62±1,74	20,05±1,92	2291±95	2117-2400
Pr, %	2,14±0,05	2,22±0,12	2,22±0,08	225±12	190-239
Nd, %	7,53±0,23	7,69±0,25	7,65±0,29	754±22	635-760
Sm, %	1,47±0,04	1,46±0,08	1,43±0,09	117±4	97-134
Eu, mg/Kg	52±6	51±8	51±7	17±1	12-20
Gd, %	1,50±0,06	1,53±0,12	1,50±0,14	105±7	95-121
Tb, %	0,16±0,01	0,18±0,01	0,17±0,01	28±1	1-15
Dy, %	0,35±0,01	0,34±0,03	0,34±0,03	133±5	110-142
Ho, %	448±10	440±16	445±43	27±2	15-29
Er, mg/Kg	938±17	940±13	931±16	75±4	51-88
Tm, mg/Kg	87±3	89±15	89±12	11±1	10-13
Yb, mg/Kg	945±123	949±129	950±124	68±2	61-74
Lu, mg/Kg	122±18	123±20	121	7±2	5-9

* Sy-3 cuplikan pembanding, *Canadian Reference Rocks*.

Seperti dikemukakan sebelumnya, sistem *ICP-MS* selain untuk analisis unsur, juga dapat digunakan untuk analisis isotop. Pada Tabel 4 disajikan hasil pengukuran

Tabel 4. Hasil nisbah isotop Pb (dalam SRM-981) dan Sr dalam SPEX) dan dalam cuplikan bahan geologi dari PPBGN (Pusat Pengembangan Bahan Galian Nuklir, BATAN), cuplikan A1 hingga A7.

Cuplikan	Nisbah isotop Pb				Nisbah isotop Pb
	204/206	207/206	208/206	84/88	86/88
SRM-981 dan SPEX	a) 0,0604±0,0015	a) 0,8989±0,0156	a) 2,1155±0,0648	a) 0,0071±0,0002	a) 0,1196±0,0003
	b) 0,0590±0,0001 (-2,4%)	b) 0,9146±0,0003 (1,7%)	b) 2,1681±0,0008 (2,4%)	b) 0,0068±0,0002 (-4,4%)	a) 0,1194±0,0002 (-0,2%)
A1	b) 0,0593±0,0012 c) 2,0%	b) 0,9138±0,0134 c) 1,5%	b) 2,1667±0,0402 c) 1,9%	a) 0,0068±0,0002 c) 2,9%	a) 0,1189±0,0005 c) 0,4%
A2	a) 0,0593±0,0012 c) 2,0%	a) 0,9153±0,0112 c) 1,2%	a) 2,1669±0,0402 c) 1,9%	a) 0,0068±0,0003 c) (4,4%)	a) 0,1187±0,0004 c) 0,3%
A3	a) 0,0591±0,0014 c) 2,4%	a) 0,9114±0,0124 c) 1,4%	a) 2,1672±0,0321 c) 1,5%	a) 0,0065±0,0001 c) 1,5%	a) 0,1188±0,0007 c) 0,6%
A4	a) 0,0592±0,0014 c) 2,4%	a) 0,9139±0,0098 c) 1,1%	a) 2,1679±0,0412 c) 1,9%	a) 0,0069±0,0002 c)2,9%	a) 0,1199±0,0003 c) 0,3%
A5	a) 0,0598±0,0011 c) 1,8%	a) 0,9149±0,0142 c) 1,6%	a) 2,1659±0,0326 c) 1,5%	a) 0,0067±0,0002 c) 2,9%	a) 0,1184±0,0006 c) 0,5%
A6	a) 0,0591±0,0013 c) 2,2%	a) 0,9138±0,0103 c) 1,1%	a) 2,1684±0,0247 c) 1,1%	a) 0,0065±0,0002 c) 3,1%	a) 0,1192±0,0004 c) 0,3%
A7	a) 0,0592±0,0014 c) 2,4%	a) 0,9138±0,0114 c) 1,3%	a) 2,1691±0,0229 c) 1,1%	a) 0,0066±0,0002 c) 3,0%	a) 0,1201±0,0006 c) 0,5%

Cuplikan bahan geologi dari Pusat Pengembangan Bahan Galian Nuklir, BATAN.

a) = Hasil penentuan *ICP-MS*
b) = Harga Sertifikat
c) = RSD (*relative standars deviation*) = Simpangan baku relative.
%) = Selisih harga sertifik terhadap harga hasil penentuan *ICP-MS* = (b-a)/b x 100 %

nisbah (perbandingan) isotop Timbal (Pb) dan Stronsium (Sr). Berdasarkan analisis bahan acuan standar (*SRM = standard reference material* 981), ketepata (*accuracy*) untuk nisbah isotop Pb < 2,5 %, sedangkan untuk nisbah isotop Sr harga ketepatan paling besar adalah 4,4 %. Harga ketepatan tersebut lebih besar dapat dimaklumi karena harga nisbah isotop Sr (^{84}Sr/^{88}Sr) adalah cukup kecil, yaitu 0,0071± 0,0002.

KESIMPULAN

Berdasarkan data analisis sistem *ICP-MS* terhadap 5 (lima) macam cuplikan dapat disimpulkan bahwa :

1. Hasil analisis *ICP-MS* yang terkait dengan interkomparasi terhadap cuplikan lingkungan (tanah dan debu perkotaan, cuplikan dari *IAEA*), menunjukkan bahwa simpangan baku relatif (*RSD*) pengukuran *ICP-MS* untuk unsur-unsur (Al, As, Ba, Ce, Co, Cr, Cs, Dy, Eu, Fe, K, La,Mg, Mn, Na, Nd, Pb, Sc, Sm, Ti, V, Y dan Zn) adalah < 5 %. Konsentrasi hasil pengukuran *ICP-MS* berada pada kisaran konsentrasi yang diterima oleh *IAEA*.
2. Hasil analisis *ICP-MS* terhadap unsur-unsur Ag, Al, As, Ba, Cd, Co,Cr, Cs, Cu, Fe, In, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Rb, V dan Zn dari cuplikan bahan acuan standar (*SRM* 1648 *NIST*) hanya berbeda ~2 % dengan harga sertifikat. Kandungan unsur-unsur tersebut dalam cuplikan dari daerah Serpong lebih kecil dari pada dari daerah Jakarta.
3. Unsur-unsur tanah jarang (Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb dan Lu) dapat ditentukan dengan *ICP-MS* dengan ketelitian cukup tinggi. Unsur-unsur tanah jarang dengan kandungan > 5 % adalah: La, Ce dan Nd. Sedangkan konsentrasi unsur Pr, Gd, Sm berkisar antara 1 % sampai dengan 2 % dan unsur lainnya < 1 %. Untuk keperluan rutin analisis *ICP-MS* terhadap

unsur tanah jarang cukup cepat dan teliti.

4. Nisbah isotop Pb dan Sr dapat ditentukan dengan menggunakan sistem *ICP-MS* dengan ketepatan (*accuracy*) sebesar 2,5 % sampai dengan 4,4 %. Pada umumnya ketepatan dan ketelitian pengukuran sistem *ICP-MS* < 5%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Kepada Sdr. Sumardjo, A.Md., Sdr. Istanto, A.Md. dan Sdri. Grace Tj. Sulungbudi, penulis mengucapkan terimakasih atas segala bantuannya sehingga laporan ini dapat kami sajikan.

DAFTAR ACUAN

[1]. HOUK, R.S., FASSEL, V.A., FLESCH, G.D., SVEC, H.J., GRAY, A., C.E, *Anal.Chem*., **52**, (1990) 2283-2289

[2]. WALSH, A., POTTER, D., McCURDY, E. and A.N. EATON, The Royal Society of Cambridge, (1991) 12-24

[3]. JACQUES, P. ROBIN, JEAN MICHEL MERMET, MAHMOUD, H. ABDALLAH, ANWAR BATAL and CHRISTIAN TRASSY, Role Of Plasma Gas in ICP, Recent Advances In Analytical Spectroscopy, Editor K. IUWA, Pergamon Press, (1992)

[4]. GRIMM, W., HERMAN, G., *Spectrochimica Acta*, **49** (1994) 925-939

[5]. RUKIHATI, ANALISIS MENGGUNAKAN ICP-MS UNTUK UJI KUALITAS BAHAN, Forum Kerjasama P3IB dengan FMIPA IPB (2001)]

[6]. TAYLOR, H.E., HUFF, R.A. and MONTASER, A., Novel Applications of ICP-MS (1998)

[7]. SHIVE, L.W., RUTH, K. and SCHMIDT, P., *Micro*, **17**(2) (1999) 27-31

[8]. HOELZLWIMMER, R., FABRY, L., KOTZ, L. and PAHLKE, S., *Fresenius J. Anal. Chem*., **366**, (2000), 64-69.

[9]. MARCHANTE-GAYON, J.M., FELDMANN, I., THOMAS, C. and JAKUBOWSKI, N., *J. Anal. Atom. Spectrom*, **16** (5) (2001) 457-463

[10]. HEITLAND, P., Rapid and Realible Rutine Analysis of Urine by ORC ICP-MS, Agilent pub 5989-2482EN (2005)

[11]. WAHLEN, R., EVANS, L., TURNER, J., HEARN, R., The Use of CTC ICP-MS for the Simultaneous Determination of 18 Elements in Blood and Serum Samples, Agilent pub 5989-2885EN (2005)

[12]. Manual Microwave MILESTONE, MLS-1200 MEGA, MICROWAVE DIGESTION SYSTEM WITH MDR TECHNOLOGY (1994)

[13]. PERKIN ELMER**,** User Manual, ELAN 5000, Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometer, (1994)

[14]. Komunikasi dengan pakar lingkungan Jepang dari SARPEDAL : Dr. Hayakawa, dipresentasikan dalam Seminar on Study of Atmospheric Particles in Jakarta, BAPEDAL, (1995)