

PAIR/P. 990/98

UJI BANDING METODE KIBA-ROBINSON DAN  
METODE RAFTER-ROBINSON UNTUK PENENIU-  
AN MILAI <sup>34</sup>S DARI BARIUM SULFAT  
DIN 5033

Efarista Ristin P.I., Djiono.,  
Satrio

**UJI BANDING METODE KIBA - ROBINSON DAN METODE RAFTER - ROBINSON  
UNTUK PENENTUAN NILAI  $\delta^{34}\text{S}$  DARI BARIUM SULFAT DIN 5033**

Evarista Ristin P.I, Djiono, Satrio

**Abstrak**

Uji banding metode KIBA - ROBINSON dan metode RAFTER - ROBINSON untuk penentuan nilai  $\delta^{34}\text{S}$  barium sulfat DIN 5033. Metode KIBA adalah reaksi reduksi ion sulfat dari sampel padat menjadi gas hidrogen sulfida dengan menggunakan  $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$  pekat sedangkan metode RAFTER menggunakan grafit untuk mereduksi barium sulfat dari sampel air menjadi gas  $\text{CO}_2$  dan barium sulfida. Kedua senyawa sulfida tersebut selanjutnya dioksidasi dengan tembaga (I) oksida ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) untuk melepaskan gas  $\text{SO}_2$ , yang disebut sebagai metode ROBINSON. Gas  $\text{SO}_2$  selanjutnya dialirkan ke spektrometer massa "Delta S" untuk penentuan nilai  $\delta^{34}\text{S}$ . Dari uji statistik dengan peubah acak t (t-student), disimpulkan bahwa penambahan  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 33,62 hingga 40 g tidak mempengaruhi nilai  $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$  (‰) dan kadar sulfur dari sampel  $\text{BaSO}_4$  DIN 5033. Nilai  $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$   $\text{BaSO}_4$  DIN 5033 yang diperoleh dengan metode RAFTER - ROBINSON adalah  $4,44 \pm 0,241$  ‰ sedangkan dengan metode KIBA-ROBINSON adalah  $4,274 \pm 0,202$  ‰. Sehingga faktor koreksi  $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$  (‰) dari sampel padat yang dianalisis dengan metode KIBA-ROBINSON adalah 1,0388395.

**Abstract**

A comparison test between KIBA - ROBINSON method and RAFTER - ROBINSON method for determination of  $\delta^{34}\text{S}$  value from barium sulfat DIN 5033. KIBA method is a reduction sulfate from solid samples to hydrogen sulfide gas by stannous chloride ( $\text{SnCl}_2$ ) in strong phosphoric acid. While Rafter method is a reduction sulfate as barium sulfate from liquid samples to carbon dioxide ( $\text{CO}_2$ ) gas and barium sulfide by graphite as a reducing agent. Both of sulfides are oxidized by cuprous oxide ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) to release  $\text{SO}_2$  gas and then this gas is flown to mass spectrometer for determination of  $\delta^{34}\text{S}$  value. This oxidation process is called by ROBINSON method. Statistics test by student's t distribution shows that there is no difference  $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$  (‰) value and sulfur content as a result of addition 33,62 g to 40 g  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . The  $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$   $\text{BaSO}_4$  DIN 5033 analyzed by RAFTER-ROBINSON method is  $4,44 \pm 0,241$  ‰ while by KIBA-ROBINSON method is  $4,274 \pm 0,202$  ‰. It is concluded that correction factor of  $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$  (‰) value from solid sample analyzed by KIBA-ROBINSON method is 1,0388395.

Makalah ini akan diajukan dalam majalah BATAN  
Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi-BATAN

## Pendahuluan

Sulfur ( $Z=16$ ) mempunyai 4 isotop stabil yaitu:  $^{32}\text{S}$ ,  $^{33}\text{S}$ ,  $^{34}\text{S}$ , dan  $^{36}\text{S}$  dengan kelimpahan berturut-turut 95,02%; 0,75%; 4,21% dan 0,02%. Karena kelimpahan massa yang relatif cukup besar pada isotop  $^{32}\text{S}$  dan  $^{34}\text{S}$  maka perbandingan konsentrasi isotop  $^{34}\text{S}$  terhadap  $^{32}\text{S}$  signifikan untuk ditentukan dengan spektrometer massa. Nilai perbandingan relatif kedua isotop tersebut dinyatakan sebagai  $\delta$  (delta)  $^{34}\text{S}$  dengan satuan permill (‰) dan diacu terhadap standar triolite (FeS) Canon Diablo atau disingkat CDT (1).

Dalam pemanfaatannya pengukuran isotop sulfur dapat digunakan sebagai sidik jari (*finger print*) dalam studi asal-usul (sumber) polutan senyawa sulfur di air maupun di udara, sumber dan migrasi minyak, asal-usul batuan (petrogenesis), geotermometer suatu lapangan panasbumi. Penerapan metode isotop sulfur dalam pemecahan masalah tersebut didasarkan oleh adanya proses fraksinasi isotop dalam suatu reaksi kimia yang disebabkan oleh perbedaan sifat kimia-fisika tiap-tiap isotop sehingga terjadi proses distribusi (partisi) isotop pada setiap senyawa. Akibat proses tersebut, perbandingan relatif konsentrasi isotop  $^{34}\text{S}$  dan  $^{32}\text{S}$  dalam dua spesies (senyawa) mempunyai sifat khas atau spesifik dan sangat tergantung pada sumber (asal-usul) senyawa serta lingkungan yang mempengaruhinya (2).

Mengingat pentingnya penggunaan isotop sulfur sebagai parameter dalam pemecahan masalah lingkungan seperti menurunnya kualitas udara atau air akibat polusi oleh senyawa sulfur, sedangkan di alam dalam berbagai bentuk dan fase senyawaan maka diperlukan metode preparasi sampel lapangan agar dapat dianalisis. Beberapa metode preparasi sampel untuk mendapatkan gas  $\text{SO}_2$  telah dikembangkan oleh KIBA (3), RAFTER (4) dan ROBINSON (5). Gas  $\text{SO}_2$  yang dihasilkan tersebut dialirkan dalam spektrometer massa untuk pengukuran  $\delta^{34}\text{S}$ . Kedua metode tersebut berbeda penerapannya dalam hal bentuk sampel senyawa sulfur yang akan dianalisis. Metode KIBA diterapkan bila sampel berupa padatan yang mengandung sulfida,