

BAB III

METODOLOGI

A. Lokasi Penelitian

A.1. Lokasi pengambilan cuplikan

Bahan yang diteliti (kerang laut dan air laut) diambil dari 3 titik di sepanjang pantai utara Semarang. Ketiga titik tersebut adalah kel. Mangunharjo, kel. Tanjung Mas, dan kel. Muara Demak (lihat Gambar 3.1).

A.2. Lokasi preparasi dan pencacahan

Preparasi dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang. Pencacahan cuplikan dilakukan di PPNY BATAN Yogyakarta.

B. Bahan Penelitian

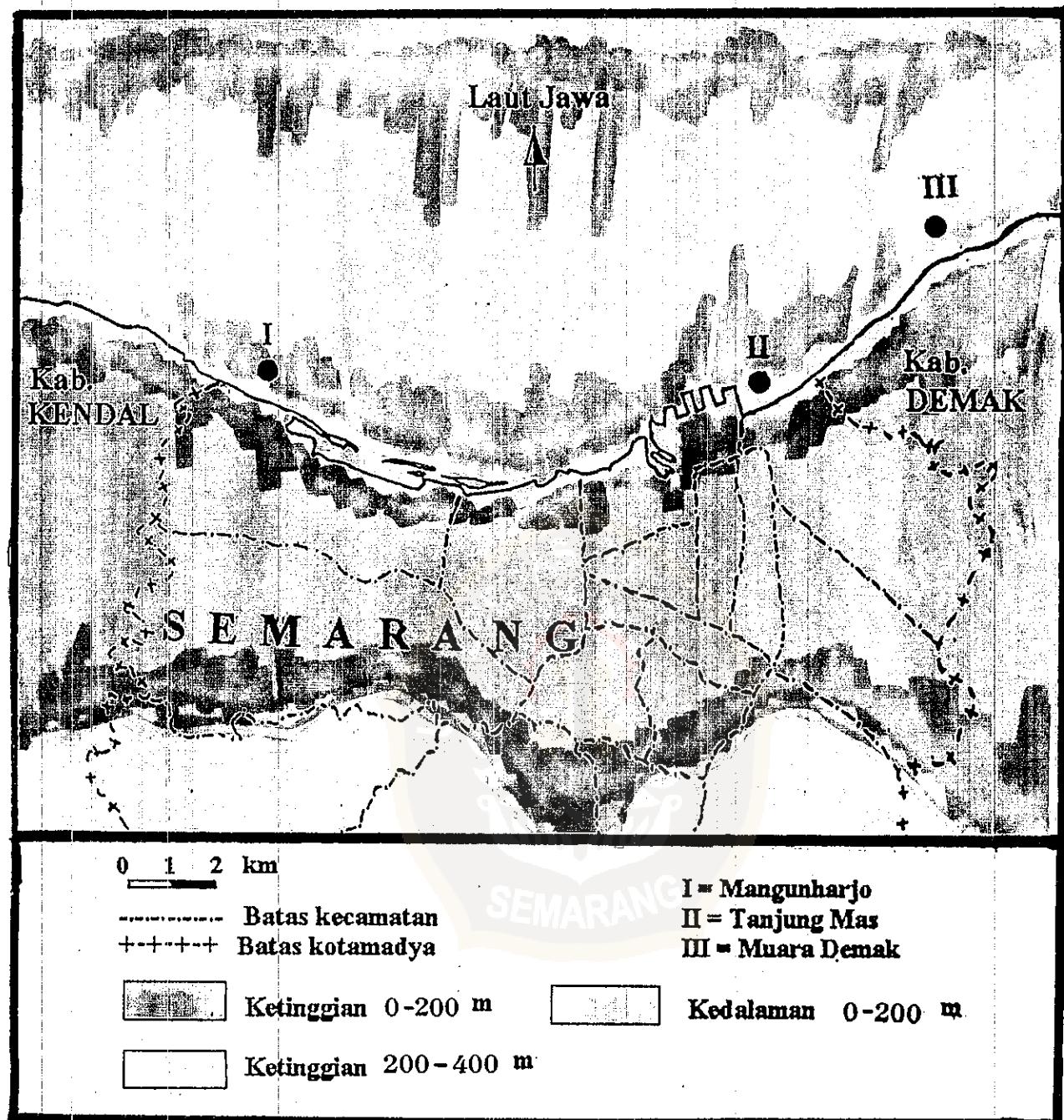
1. Cuplikan.

Bahan penelitian adalah cuplikan air laut yang diambil dari tiga lokasi di perairan laut Semarang dan cuplikan kerang laut meliputi jenis A: kerang bukur (*Cardium unedo*), B: kerang kijing ijo (*Mytilus viridis*), C: kerang kijing lurik (*Mytilus smaragdinus*).

2. Aquades, untuk pemurnian kristal air laut.

3. HNO₃, untuk mengubah pH air laut.

4. Sumber standar multigamma (Eu-152), untuk kalibrasi tenaga dan kalibrasi efisiensi.



Gambar 3.1. Peta lokasi pengambilan cuplikan
(Dinas Perikanan Kodya Semarang)

C. Preparasi Cuplikan

Preparasi cuplikan dilakukan untuk menghindari agar cuplikan tidak terkontaminasi dengan bahan atau peralatan selama proses preparasi sebelum dicacah.

C.1. Prosedur penyiapan kerang

Kerang laut seberat 0,5 - 1 kg dibuang cangkangnya dan dimasukkan ke dalam furnace dengan suhu 150°C (IAEA, 1989). Tujuannya adalah untuk menghilangkan air yang terkandung dalam kerang. Pembakaran diakhiri setelah kita mendapatkan massa kering kerang. Massa kering kerang diperoleh setelah melalui penimbangan sebanyak tiga kali dengan selang waktu satu jam menghasilkan massa yang tetap atau konstan. Selanjutnya kerang ditumbuk dan disaring untuk menghasilkan bentuk geometri yang diinginkan. Sebelum siap dicacah, serbuk kerang diaduk supaya homogen(IAEA, 1989).

C.2. Prosedur penyiapan air laut

Dua liter air laut disaring untuk menghilangkan kotoran yang terbawa. Larutan HNO₃ ditambahkan untuk mendapatkan larutan dengan pH 2, agar kandungan logam berat dalam air laut tidak diserap wadah (Marzaini Nareh, 1993). Kemudian air laut dipanaskan dalam wadah kaca tahan panas hingga berubah menjadi kristal. Pemurnian dilakukan dengan menambah aquades dan dipanaskan kembali. Selanjutnya kristal ditumbuk dan disaring untuk mendapatkan bentuk geometri yang diinginkan.

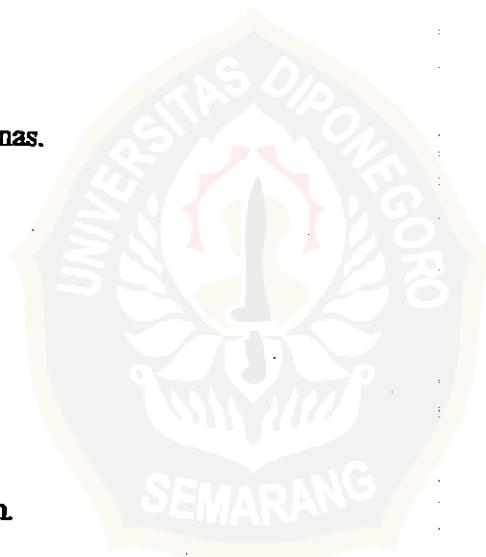
Pada saat penempatan kristal ke dalam botol, terlebih dahulu disinari dengan lampu 500 watt seolama ± 5 menit sebelum diberi pemutup, agar kadar kekeringan kristal terjaga. Kristal-kristal hasil preparasi inilah yang siap untuk dicacah.

D. Alat Penelitian

D.1. Alat pengambilan dan preparasi air laut

Pengambilan air laut dilakukan secara manual. Peralatan yang diperlukan meliputi :

1. Jerigen air dengan volume 5 liter.
2. Alat saring air.
3. Tabung gelas tahan panas.
4. Gelas ukur.
5. Pipet.
6. Kompor gas.
7. Alat saring 500 mesh.
8. 3 botol tempat cuplikan.
9. Neraca.



D.2. Alat pengambilan dan preparasi kerang laut

Pengambilan kerang laut dilakukan secara manual. Peralatan yang diperlukan meliputi :

1. "Furnace".
2. Alat tumbuk.
3. Alat saring 100 mesh.
4. Cawan porselin.

5. Neraca

D.3. Alat pencacah

Alat pencacah yang dipergunakan adalah seperangkat spektrometer gamma dengan detektor Ge(Li) + MCA Ortec, model 7010 (lihat Gambar 2.2).

E. Metoda Pengukuran

E.1. Parameter yang diukur

Parameter yang akan diukur adalah :

1. Tingkat tenaga pancaran- γ dari cuplikan air laut dan cuplikan kerang untuk identifikasi unsur radioaktif melalui kurva kalibrasi.
2. Aktivitas γ dari air laut.
3. Aktivitas γ dari cuplikan kerang.
4. Faktor bioakumulasi yang dihitung dari perbandingan (3) dan (2).

E.2. Pengukuran massa cuplikan

Parameter yang perlu ditimbang adalah :

1. Massa kerang yang diambil.
2. Massa basah jaringan kerang (W_0).
3. Massa kering jaringan kerang (W_1).
4. Massa air laut (M_0).

5. Massa kristal air laut (M_1).

Dari penimbangan diperoleh faktor pemekatan sebesar :

$$\eta_{\text{kering}} = \frac{W_1}{W_0} \quad (3.1a)$$

$$\eta_{\text{air laut}} = \frac{M_1}{M_0} \quad (3.1b)$$

E.3. Kalibrasi spektrometer gamma

a. Kalibrasi tenaga

Untuk suatu perangkat spektrometer- γ dan satu "setting" kondisi kerja (tegangan tinggi, penguat, dan lain-lain) perlu dicari hubungan antara nomor salur dan tenaga. Hal ini dilakukan dengan jalan mencacah beberapa sumber radioaktif standar (dalam penelitian ini digunakan satu sumber standar multigamma Eu-152) yaitu sumber yang sudah diketahui tingkat tenaga karakteristik gamma. Apabila dibuat plot tenaga sinar- γ standar versus nomor saluran puncak serapan total masing-masing, maka akan didapat suatu garis lurus (lihat Gambar 3.2). Plot semacam ini disebut kurva kalibrasi tenaga. Hubungan linier ini dapat dinyatakan secara matematis dalam suatu persamaan garis yang mempunyai bentuk umum :

$$Y = aX + b \quad (3.2)$$

dimana Y = Tingkat tenaga.

X = Nomor salur.

a dan b = Suatu tetapan.

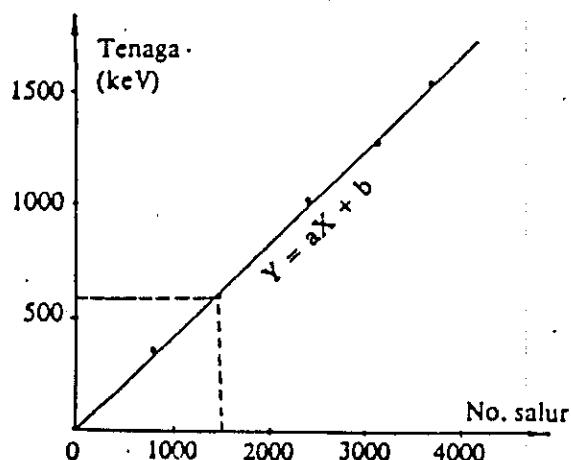
Dengan demikian, hubungan linier tersebut dinyatakan secara lebih pasti dan tidak bergantung kepada subyektivitas pembuat kurva atau yang menggunakannya. Untuk mengolah data kalibrasi menjadi persamaan garis linier digunakan metoda kuadrat terkecil.

Jika ordinat Y, adalah tenaga dan absis X adalah nomor salur maka untuk setiap pengukuran puncak serapan total-y dari sumber standar akan didapat sepasang harga (X_i, Y_i). Untuk pengukuran n puncak-γ, maka bisa ditentukan harga "slope" a dan titik potong (intercep) b secara regresi linier, sebagai berikut (Wisnu Susetyo, 1988) :

$$a = \frac{\sum X_i Y_i - (1/n) \sum X_i \sum Y_i}{\sum X_i^2 - (1/n) (\sum X_i)^2} \quad (3.3)$$

$$b = (1/n) \sum Y_i - a (1/n) \sum X_i \quad (3.4)$$

cataatan : Semua penjumlahan Σ dimulai i=1 sampai dengan i=n



Gambar 3.2. Kurva kalibrasi tenaga

b. Kalibrasi efisiensi

Kalibrasi ini dilakukan dengan jalan mencacah sumber standar radioaktif yang bertenaga rendah (100 keV) sampai tinggi (1500 keV) yang sudah diketahui aktivitasnya. Efisiensi pencacahan diperoleh dari persamaan :

$$s(E) = \frac{A_B}{A_{ST} Y(E)} \times 100 \% \quad (3.5)$$

A_B = Laju cacah bersih (cacah standar dikurangi cacah latar).

A_{ST} = Aktivitas standar (Bq).

$Y(E)$ = Intensitas mutlak (dari tabel isotop).

Kurva kalibrasi efisiensi diperoleh dari pengeplotan efisiensi ($s(E)$) versus tenaga (E) dengan persamaan garis kalibrasi efisiensi sebagai berikut :

$$Y = a X + b \quad (3.6)$$

dengan $Y = \ln s(E)$.

$$X = \ln E$$

a dan b = suatu tetapan.

F. Diskripsi Peralatan Deteksi Radiasi

Perangkat spektrometer- γ yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari :

1. Stabilizer Philips, 400 V.
2. Detektor Ge(Li) Ortec.
3. Power Supply Ortec, model 4001 A.
4. Penguat awal Canberra, model 2021.

5. HV Power Supply Cannberra, model 3015.
6. Penganalisis salur ganda (MCA) Ortec, model 7010.
7. Penahan radiasi yang melindungi detektor dari cacah latar.
8. Nitrogen cair (- 160 °C) yang tersimpan dalam wadah yang disebut dawar.

G. Prosedur Pencacahan

1. Cuplikan yang akan dicacah diletakkan di atas detektor.
2. Tekan tombol REAL TIME pada fungsi kontrol PRESET.
3. Masukkan angka 2000 pada fungsi kontrol ENTRY REQUIRED dan tekan tombol ENTER.
4. Untuk memulai pencacahan tekan tombol START pada fungsi kontrol ACQUISITION
5. Untuk mengukur harga NET puncak spektrum, letakan kursor pada lembah sinyal, tekan SET (pada REGION OF INTEREST) kemudian gerakan kursor ke lembah berikutnya dan tekan SET kembali, maka harga NET akan terlihat pada monitor.

H. Metoda Analisis

H.1. Analisis kualitatif

Kalibrasi tenaga diperlukan untuk tujuan analisis kualitatif spektrometer- γ .

Setelah kalibrasi dilakukan secara berulang-ulang dan didapat hasil yang mantap dan mempunyai ketelitian tinggi maka dapat dilakukan pengukuran cuplikan. Pengukuran

cuplikan dilakukan pada kondisi alat yang tepat sama dengan kondisi kalibrasi. Puncak-puncak dalam spektrum- γ cuplikan dapat dicatat nomor salurnya (= X). Dengan menggunakan persamaan garis kalibrasi : $Y = aX + b$, maka didapat harga tenaga puncak- γ (=Y) yang bersesuaian. Setelah mendapat harga tenaga (E), maka dengan menggunakan tabel (Erdtman dan Soyka, 1979) diperoleh jenis isotop.

H.2. Analisis kuantitatif

Setelah diperoleh persamaan garis kalibrasi efisiensi maka harga tenaga (E) dari pengukuran dapat dimasukan ke dalam persamaan garis untuk selanjutnya diperoleh harga efisiensi ($\epsilon(E)$). Selanjutnya aktivitas (dps) dari cuplikan dapat dihitung dari :

$$\text{Aktivitas (dps)} = \frac{\text{laju cacah (cps)}}{Y(E) \cdot \epsilon(E)} \quad (3.7)$$

$$\text{cps} = \frac{\text{luas puncak serapan total (cacah)}}{\text{waktu pencacahan (detik)}}$$

$Y(E)$ = Intensitas mutlak (dari tabel isotop).

$\epsilon(E)$ = Efisiensi.

$$\text{Jumlah atom : } N = A T / \ln 2 \quad (3.8)$$

A = Aktivitas (Bq).

T = Waktu paruh.

$$\text{Berat isotop : } W = N.M / 6,02 \times 10^{23} \quad (3.9)$$

M = berat atom.

H.3. Faktor bioakumulasi

Penghitungan faktor bioakumulasi menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$F_B = \frac{C_k}{C_a} \quad (3.10)$$

C_k = Konsentrasi unsur radioaktif dalam kerang (Bq.kg^{-1}).

C_a = Konsentrasi unsur radioaktif dalam air laut (Bq.lt^{-1}).

I. Uji Hipotesis

Pengujian hipotesis menggunakan F test, sebab memiliki lebih dari dua rerata yang diperbandingkan yaitu tiga jenis kerang dan tiga lokasi (J. Supranto, 1995). Tabel penyajian data disusun sebagai berikut :

sampel 1	sampel 2 ...	sampel j	sampel k
X_{11}	X_{12}	X_{1j}	X_{1k}
X_{21}	X_{2k}	X_{2k}	X_{2k}
.	.	.	.
.	.	.	.
X_{i1}	X_{i2}	X_{ij}	X_{ik}
.	.	.	.
.	.	.	.
X_{n1}	X_{n2}	X_{nj}	X_{nk}
\bar{X}_1	\bar{X}_2	\bar{X}_j	\bar{X}_k

Varians antara rerata sampel

$$S_{\bar{X}}^2 = \sum_{j=1}^k \frac{(\bar{X}_j - \bar{X})^2}{(k-1)} \quad (3.11)$$

Jika $S_{\bar{X}}^2$ dikalikan n

$$n S_{\bar{X}}^2 = n \sum_{j=1}^k \frac{(\bar{X}_j - \bar{X})^2}{(k-1)} \quad (3.12)$$

Varian dalam sampel j adalah sebagai berikut :

$$\bar{S}^2 = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^k \frac{(X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{k(n-1)} \quad (3.13)$$

Pengujian Hipotesis menggunakan Kriteria F sebagai berikut :

$$F_o = \frac{n S_{\bar{X}}^2}{\bar{S}^2} \quad (3.14)$$

$$F_{\alpha(v_1, v_2)} = F_{\alpha(k-1), k(n-1)}$$

Apabila α sudah ditentukan nilainya, maka $F_{\alpha(k-1), k(n-1)}$ dapat dilihat dalam tabel F.

Jika $F_o > F_{\alpha(v_1, v_2)}$, maka H_0 ditolak

Jika $F_o \leq F_{\alpha(v_1, v_2)}$, maka H_0 diterima

Apabila H_0 ditolak, maka dilakukan uji lanjut penentuan beda antar masing-masing cuplikan dengan Uji-q. Uji-q dilakukan dengan terlebih dulu membuat peringkat nilai rerata cuplikan dan beda antar dua nilai rerata ($X_B - X_A$) ditabulasi. Standar kesalahan (SE) dihitung dari :

$$SE = \sqrt{\frac{S^2}{n}} \quad (3.15)$$

dimana : S^2 = Variasi dalam sampel ; n = Banyaknya data

Nilai q dihitung dari :

$$q = \frac{(X_B - X_A)}{SE} \quad (3.16)$$

Jika $q > q_{0.05, k(n-1)(k-1)}$, maka $\mu_A \neq \mu_B$

Jika $q < q_{0.05, k(n-1)(k-1)}$, maka $\mu_A = \mu_B$

$q_{0.05, k(n-1)(k-1)}$ dapat dilihat dalam tabel q.

