

## **BAB III**

### **METODA PENELITIAN**

#### **3. 1. LOKASI PENELITIAN**

##### **3. 1. 1. Lokasi Pengambilan Cuplikan**

Lokasi pengambilan cuplikan di daerah penelitian meliputi tiga kelompok hidrogeologi airtanah tertekan (lihat lamp. A Peta-2), yaitu airtanah tertekan di dalam endapan aluvium (diwakili lokasi Genuk, Pedurungan, Semarang Utara, Semarang Kota), airtanah tertekan yang terdapat di daerah formasi damar (diwakili lokasi Mijen, Mangkang, Manyaran), dan airtanah tertekan di daerah breksi vulkanik (diwakili lokasi Tembalang, Sekaran).

##### **3. 1. 2. Lokasi Pencacahan Cuplikan**

Lokasi pencacahan cuplikan dilakukan di Laboratorium Pertanggalan Radiokarbon Bidang Kimia Nuklir dan Proses Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta, Badan Tenaga Nuklir Nasional.

#### **3. 2. BAHAN PENELITIAN**

Bahan-bahan yang digunakan dalam analisis tritium menggunakan pencacah kelip cair adalah:

##### **3. 2. 1. Cuplikan airtanah.**

Cuplikan airtanah diambil dari beberapa lokasi di Semarang pada sumur-sumur

airtanah dalam (70-90 meter) sebanyak  $\pm 2$  liter.

### 3. 2. 2. *PICO – FLUOR LLT*

Bahan ini digunakan sebagai pengelip (sintilator) yang merupakan campuran antara PPO (2,5 - diphenyl oxazole) dan POPOP (1,4 - bis (2- (5 phenyloxazolyl) - benzene) dengan perbandingan tertentu.

### 3. 2. 3. *Standard tritiated water*

Bahan ini berfungsi sebagai *spike* pengelip yang digunakan untuk menambah panjang gelombang pada cuplikan tritium sehingga cacah pada LSC dapat lebih teramati. Dalam metoda *standard tritiated water* (isotop tritium standar) yang ditambahkan mengalami efek pemadaman yang sama dengan efisiensi pencacahan cuplikan. Konsentrasi standard tritiated water ini adalah  $2,55 \times 10^6$  dpm/gram pada tanggal 8 Januari 1976 (Laboratorium Pertanggalan Radiokarbon PPNY).

### 3. 2. 4. *Dead benzene* (benzena mati)

Bahan ini berfungsi sebagai campuran larutan dengan pengelip sehingga diperoleh volume optimum pada cuplikan benzena dan pengelip sebelum di cacah.

### 3. 2. 5. Kalsium Karbida ( $\text{CaC}_2$ )

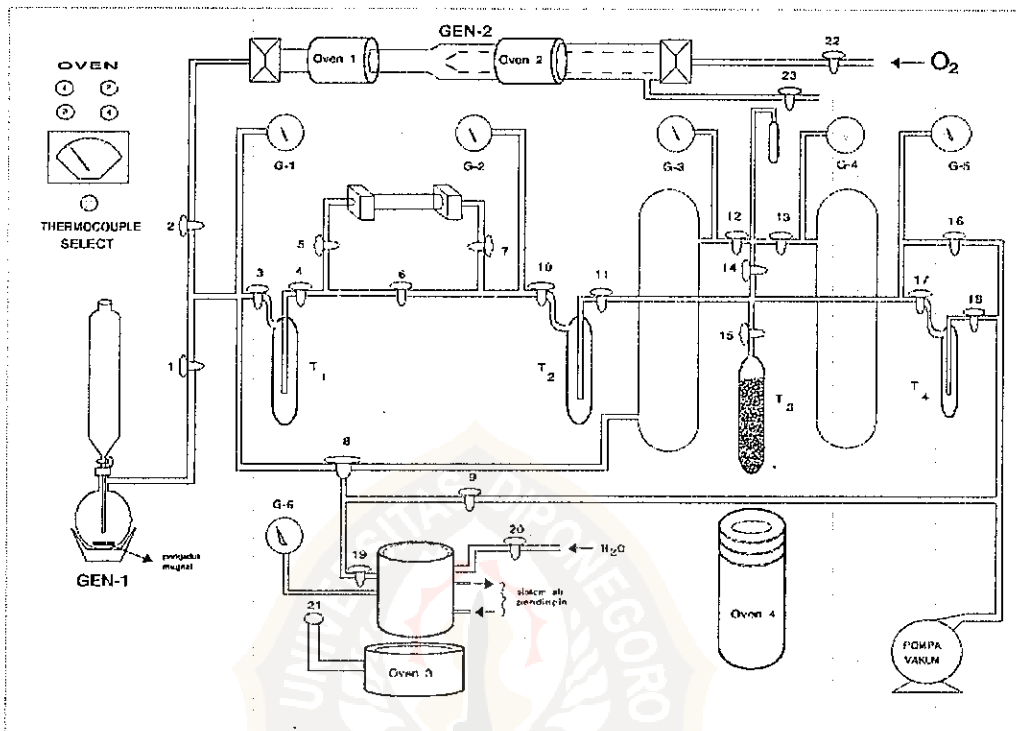
Bahan ini digunakan dalam reaksi pembuatan benzena pada cuplikan menggunakan *benzene synthesizer*.

## 3. 3. ALAT PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan dalam analisis tritium menggunakan LSC adalah :

### 3.3.1. Benzene Synthesizer TASK USA

Alat ini berfungsi untuk mengubah cuplikan airtanah menjadi benzena.



Gambar (3.1) Penyintesa Benzena (Lab. Pertanggalan Radiokarbon PPNY)

Keterangan gambar

- |   |                                |
|---|--------------------------------|
| T <sub>1</sub> : Tabung penampung gas Ca (OH) <sub>2</sub>          | Oven 1 s/d 4 : Pemanas         |
| T <sub>2</sub> : Tabung penampung gas C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | GEN-1 s/d 2 : Generator        |
| T <sub>3</sub> : Tabung katalisator (kromium alumina)               | G-1 s/d G-6 : Pengukur tekanan |
| T <sub>4</sub> : Tabung penampung gas C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> | 1 s/d 23 : Katup saluran gas   |

### 3.3.2. Pencacah Kelip Cair (LSC) Packard 2000 CA/LL

Alat ini terdiri beberapa peralatan instrumen antara lain :

- a. Tabung pelipatganda elektron (*Photomultiplier Tube*, PMT). Alat ini berfungsi untuk menggandakan jumlah fotoelektron hingga dapat menghasilkan pulsa yang memungkinkan.
- b. Koinciden Sirkuit (*Coincidence Circuit*). Alat ini berfungsi sebagai pencegah terekamnya gangguan (*noise*) pulsa yang dihasilkan oleh instrumen listrik (*elektronik noise*).
- c. Penguat Awal (*pre amplifier*). Alat ini berfungsi sebagai penguat awal terhadap pulsa detektor.
- d. Penguat Utama (*amplifier*). Alat ini berfungsi memperbesar sinyal yang berasal dari penguat awal dan memproses bentuk pulsa sehingga amplitudonya mencapai ketinggian tertentu untuk dapat terekam pada penganalisis pulsa.
- e. Sumber tegangan tinggi. Alat ini berfungsi memberikan tegangan tinggi pada detektor.
- f. Penganalisis salur ganda (MCA). Alat ini berfungsi sebagai penganalisis pulsa yang dihubungkan dengan komputer.

### 3. 3. 3. Botol (1,5 liter)

Alat ini berfungsi sebagai alat atau wadah (tempat) cuplikan airtanah pada saat cuplikan diambil dari lokasi.

### 3. 3. 4. Botol Vial (20 ml)

Adalah tabung/botol kecil sebagai wadah (tempat) cuplikan yang akan dianalisis dalam LSC.

### 3. 3. 5. Pipet (10 ml)

Alat ini berfungsi sebagai alat pengambil bahan-bahan cair pada cuplikan, larutan dan bahan-bahan cair lainnya dalam volume yang kecil.

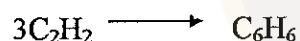
### 3. 3. 6. Mikropipet Ependorf (0 s/d 100 $\mu$ l)

Berfungsi sebagai alat pengambil tritiated water dengan volume berorde mikro.

## 3. 4. CARA KERJA

### 3. 4. 1. Pengayaan

Karena kandungan tritium sangat kecil, perlu dilakukan cara sedemikian sehingga kandungan tritium tersebut bisa dicacah dengan cara pengayaan  $H_2O$  diubah menjadi  $C_6H_6$ .



Dalam pengayaan menggunakan alat *benzene synthesizer* (Gambar 3.1) adalah proses sintesis (persenyawaan) air ( $H_2O$ ) menjadi benzena ( $C_6H_6$ ) seperti reaksi di atas. Proses awal adalah mereaksikan air ( $H_2O$ ) dengan kalsium karbida ( $CaC_2$ ). Dalam tekanan udara yang terkondisi sedemikian (hampa 30 in Hg) akan diperoleh gas asitelin ( $C_2H_2$ ). Dengan menggunakan katalis (*kromium alumina*), gas asitelin ( $C_2H_2$ ) tersebut akan mengalami trimerisasi menghasilkan benzena ( $C_6H_6$ ).

### 3. 4. 2. Optimasi Pencacahan

Untuk memperoleh kondisi optimum hasil pencacahan perlu dilakukan optimasi perbandingan volume antara pengelip dengan pelarut serta cuplikan, sedemikian sehingga diperoleh cacah optimum. Dari percobaan tersebut akan diketahui nilai perbandingan volume cuplikan (benzena atau air destilat) dan pengelip yang optimum.

### 3. 4. 3. Penentuan Waktu Cacah

Di setiap pencacahan diupayakan agar dalam pencacahan dapat diperoleh harga cacah yang benar-benar tepat dengan cara memperpanjang waktu pencacahan. Karena dengan waktu yang panjang maka data hasil pencacahan akan semakin banyak pula, sehingga nilai pencacahan akan semakin valid, namun disisi lain hal tersebut membutuhkan waktu yang lama dan sangat tidak efektif. Untuk itu perlu diupayakan penentuan waktu cacah sesingkat mungkin untuk menghasilkan harga cacah setepat-tepatnya, dengan persamaan :

$$\%2s = 100 \times 2 \times s / (C_c - C_b) \dots\dots\dots(3. 1)$$

$$T = \frac{(400000) \times (C_c + C_b)}{(\%2s)^2 \times (C_c - C_b)^2} \dots\dots\dots(3. 2)$$

dimana T = waktu pencacahan (menit)

$C_c$  = cacah cuplikan (cpm)

$C_b$  = cacah latar (cpm)

$\%2s$  = nilai normal pada analisis cuplikan dalam cacah nuklir

s = deviasi standar

#### 3. 4. 4. Pencacahan Cuplikan dengan LSC

Tritium merupakan radioaktif pemancar  $\beta^-$ . Untuk bisa dicacah harus menggunakan pencacah kelip cair yang berfungsi menangkap elektron, sehingga kemudian bisa diamati sebagai pulsa pada PMT. Pengelip cair (PICO FLUOR LLT) terdiri atas pengelip primer (PPO) dan pengelip sekunder (POPOP). Pada saat digunakan pengelip primer, pulsa yang ditangkap PMT kurang, hal ini disebabkan pulsa yang dihasilkan oleh tritium itu sendiri, sehingga harus ditambah zat pengelip pada pengelip sekunder. Fungsi pengelip sekunder adalah menaikkan panjang gelombang yang dipancarkan oleh pulsa dari sumber, sedemikian sehingga dapat dideteksi oleh PMT.

#### 3. 4. 5. Efisiensi Deteksi

Dibuat dua larutan dengan korelasi perbandingan volume optimum. Larutan pertama diberi spike (berupa tritiated water 0,003 ml  $^3\text{H}$  yang telah diketahui aktivitas dalam disintegrasi per menit atau dpm). Keduanya dicacah untuk dicari harga efisiensi deteksi.

#### 3. 4. 6. Proses Dasar Kelip Cair (Kessler, 1988)

Dalam pencacahan kelip cair, cuplikan dimasukkan dalam campuran pelarut dan zat pengelip organik. Zarah  $\beta^-$  yang dipancarkan cuplikan akan berinteraksi dengan zat-zat organik itu. Sebagai hasil interaksi akan dipancarkan foton. Foton ini akan ditangkap foto katoda tabung pengganda elektron (*photomultiplier tube*, PMT) dari pencacah kelip cair. Proses deteksi menghasilkan pulsa. Tinggi pulsa (tegangan)

sebanding dengan  $\beta$ .

Untuk menghitung aktivitas tritium suatu cuplikan digunakan tritium standar (yang telah diketahui aktivitasnya) menggunakan persamaan penentuan efisiensi pencacah :

$$\varepsilon = \frac{C_{st}}{A_{st}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3.3)$$

Setelah efisiensi deteksi diketahui, maka untuk menentukan aktivitas cuplikan yang dicacah digunakan persamaan:

$$A_c = \frac{C_c}{\varepsilon} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3.4)$$

dengan:

$\varepsilon$  = efisiensi deteksi (%)

$C_{st}$  = cacah cuplikan standar (cpm)

$C_c$  = cacah cuplikan (cpm)

$A_{st}$  = aktivitas standar (dpm)

$A_c$  = aktivitas cuplikan (dpm)

### 3. 4. 7. Batas Deteksi

Untuk mengetahui batas terendah deteksi dari LSC dapat digunakan batas deteksi yaitu konsentrasi terkecil yang bisa ditentukan oleh alat cacah dalam suatu latar tertentu. Jadi batas deteksi menggambarkan kepekaan alat. Besar batas deteksi tritium untuk tingkat yakin 95% adalah sebagai berikut (Wisjachudin, 1992):



$$LD = (k/2) \times \left\{ (k/T_c) + \sqrt{C_b (k/T_c)^2 + 4 \times C_c \left( (1/T_c) + (1/T_b) \right)} \right\} \dots \dots \dots (3.5)$$

dengan:

LD = batas deteksi (cpm)

k = 2 ( $\sigma = 2$ )

T<sub>c</sub> = total waktu pengukuran cacah cuplikan (menit)

T<sub>b</sub> = total waktu pengukuran cacah latar (menit)

C<sub>c</sub> = cacah cuplikan (cpm)

C<sub>b</sub> = cacah latar (cpm)

Jika suatu pencacahan diperoleh hasil di bawah penjumlahan cacah latar dan batas deteksi maka pencacahan tersebut diasumsikan sama dengan hasil pencacahan dari cacah latar pada alat.

### 3. 5. DATA YANG DIGUNAKAN

Data yang digunakan adalah data primer yaitu:

3. 5. 1. Data hasil pencacahan cuplikan airtanah terdestilasi yang terdiri atas.

- a. Cuplikan latar (background) dengan menggunakan aquatrides standar dicampur dengan pengelip *PICO FLUOR LLT* dengan perbandingan volume optimum.

- b. Cuplikan airtanah terdestilasi dari beberapa lokasi cuplikan dicampur dengan pengelip *PICO FLUOR LLT* dengan perbandingan volume optimum.
- c. Cuplikan latar (seperti pada no. a) ditambah standard tritiated water sebagai spike pengelip (0,003 ml).

3. 5. 2. Data hasil pencacahan cuplikan airtanah hasil pengayaan (*enrichment*) menjadi benzena yang terdiri atas.

- a. Cuplikan latar (background) dengan menggunakan benzena standar dicampur dengan pengelip *PICO FLUOR LLT* dengan perbandingan volume optimum.
- b. Cuplikan airtanah hasil pengayaan menjadi benzena dari beberapa lokasi cuplikan dicampur dengan pengelip *PICO FLUOR LLT* dengan perbandingan volume optimum.
- c. Cuplikan latar (seperti pada no. a) ditambah standard tritiated water sebagai spike pengelip (0,003 ml).

### 3. 6. ANALISIS DATA

Hasil cacah cuplikan yang diperoleh dari LSC dikonversikan sehingga diperoleh aktivitasnya. Dari hasil tersebut diperoleh dalam satuan TU yang kemudian dianalisis hasilnya. Hasil yang diperoleh masih merupakan aktivitas tritium dalam benzena ( $C_6H_6$ ) dan bukan aktivitas tritium dalam cuplikan air ( $H_2O$ ).

Diperlukan cara sedemikian sehingga aktivitas tritium merupakan aktivitas

tritium dalam cuplikan air ( $H_2O$ ), hal ini dikarenakan cuplikan awal adalah cuplikan airtanah. Misal cacah cuplikan a cpm dan cacah latar b cpm, berat benzena hasil sintesis p gram dan efisiensi deteksi  $\epsilon$  % maka untuk menghitung konsentrasi tritium adalah:

cacah cuplikan sesungguhnya  $a - b = c$  cpm

Maka aktivitas tritium  $= c / \epsilon = y$  dpm

Jika massa benzena diperoleh dari

$$m_{benzena} = \rho_{benzena} \times V_{benzena} \dots\dots\dots(3.6)$$

maka massa hidrogen dalam benzena ( $C_6H_6$ ) adalah:

$$m_{hidrogen} = \frac{BM_{hidrogen}}{BM_{benzena}} \times m_{benzena} \dots\dots\dots(3.7)$$

dimana

- $m_{hidrogen}$  = massa hidrogen (gram)
- $m_{benzena}$  = massa benzena (gram)
- $\rho_{benzena}$  = massa jenis benzena = 0,88 (gram/cc)
- $V_{benzena}$  = volume benzena (cc)
- $BM_{hidrogen}$  = berat mol hidrogen
- $BM_{benzena}$  = berat mol benzena

Sehingga aktivitas cuplikan tritium dalam 1 gram hidrogen adalah aktivitas cuplikan dibagi massa hidrogen

$$A_{\text{tritium(hidrogen)}} = \frac{A_{\text{cuplikan}}}{m_{\text{hidrogen}}} \dots\dots\dots (3.8)$$

dimana

$A_{\text{tritium(hidrogen)}}$  = aktivitas tritium dalam 1 gram hidrogen (dpm/gram)

$A_{\text{cuplikan}}$  = aktivitas cuplikan (dpm)

Untuk menentukan aktivitas tritium ( $^3\text{H}$ ) dalam air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) adalah dengan membandingkan aktivitas tritium dalam 1 gram hidrogen (H) dengan 9 gram hidrogen ( $\text{H}_2\text{O}$ ).



Jika dalam 1 mol air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) terdapat 18 gram air maka dalam 1 mol hidrogen (H) terdapat 9 gram air (sesuai dengan hukum kesetimbangan massa), maka persamaan yang diperoleh adalah :

$$A_{\text{tritium(air)}} = \frac{1}{9} \times A_{\text{tritium(hidrogen)}} \dots\dots\dots (3.9)$$

dengan  $A_{\text{tritium(air)}}$  adalah aktivitas tritium ( $^3\text{H}$ ) dalam air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) dalam dpm/gram. Dari hasil yang diperoleh kemudian dikonversikan dalam satuan TU dengan persamaan:

$$TU = \left( \frac{A_{\text{tritium(air)}}}{3,7 \times 10^4 \times 60} \right) \times \frac{1}{(0,32 \times 10^{-8})} \dots\dots\dots (3.10)$$

Karena 1 dpm/gram aktivitas tritium dalam air sama dengan  $3,7 \times 10^4 \times 60 \mu\text{Ci/ml}$   $\text{H}_2\text{O}$ . Sedangkan  $0,32 \times 10^{-8} \mu\text{Ci/ml}$   $\text{H}_2\text{O}$  sama dengan 1 TU.

Dari data diatas maka dapat dibandingkan umur airtanah secara umum antar lokasi di daerah Semarang dalam satuan TU.

### 3. 7. DIAGRAM ALIR METODA PENELITIAN

