

BAB III
METODA PENELITIAN

3.1. LOKASI PENELITIAN

3.1.1. Lokasi Pengambilan Cuplikan

Pengambilan cuplikan dilakukan pada tanggal 29 Mei 1998 di daerah muara Sungai Banjir Kanal Barat, Banjir Kanal Timur, dan sekitar pelabuhan (lihat Gambar 3.1)

Tabel 3.1. Lokasi pengambilan cuplikan perairan muara sungai di Kotamadia Semarang

KODE	LOKASI	KELURAHAN	KECAMATAN
B ₁	Banjir Kanal Barat	Tanah Mas	Semarang Utara
B ₂	Banjir Kanal Barat	Tanah Mas	Semarang Utara
T ₁	Banjir Kanal Timur	Tanggung Rejo	Gayamsari
T ₂	Banjir Kanal Timur	Tanggung Rejo	Gayamsari
P ₁	Sekitar Pelabuhan	Tambak Rejo	Semarang Utara
P ₂	Sekitar Pelabuhan	Bandarharjo	Semarang Utara

Cuplikan diambil dalam radius 200-500 m.

PETA ADMINISTRASI KOTAMADYA SEMARANG

Legenda :

- : BAIAS KOTAMADYA
- : BAIAS KECAMATAN
- : BATAS KELURAHAN
- : JALAN
- : SUNGAI

A : Kecamatan Gayamsari
 B : Kecamatan Candisari
 C : Kecamatan Gajahmungkur
 D : Kecamatan Pedurungan
 E : Kecamatan Pebalang
 F : Kecamatan Banyumarak
 G : Kecamatan Ngaliyan
 H : Kecamatan Semarang Tengah
 I : Kecamatan Semarang Utara
 J : Kecamatan Semarang Timur
 K : Kecamatan Semarang Selatan
 L : Kecamatan Semarang Barat
 M : Kecamatan Genuk
 N : Kecamatan Gunungpati
 O : Kecamatan Mijen
 P : Kecamatan Tugu

Lokasi Pengambilan Cuplikan :

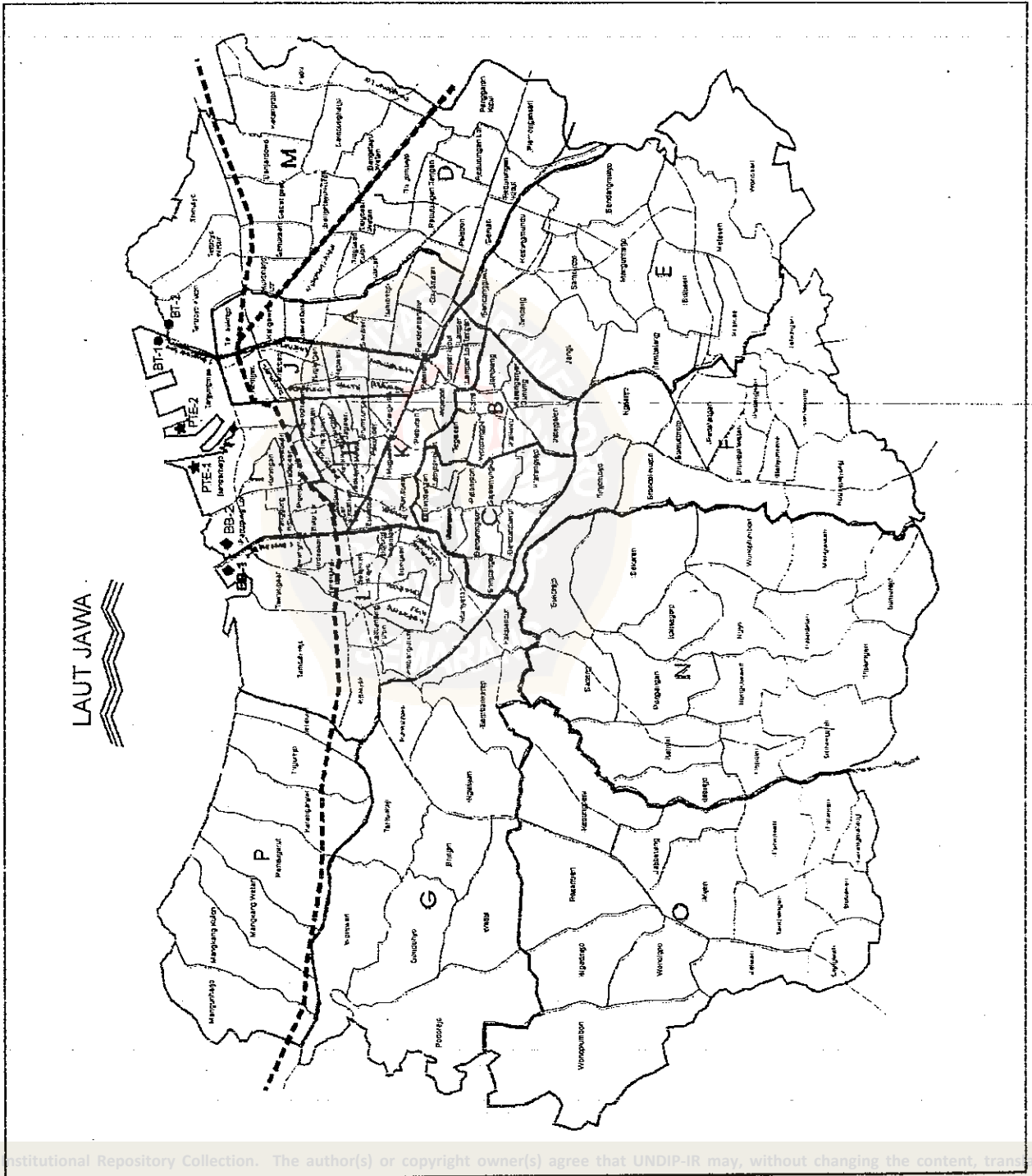
- BB-1 : Tanah Mas
- BB-2 : Tanah Mas
- PTE-1 : Tambakrejo
- PTE-2 : Bandharjo
- BT-1 : Tanggungrejo
- BT-2 : Tanggungrejo

GAMBAR 1.
LOKASI PENGAMBILAN
CUPLIKAN LINGKUNGAN
DI SEMARANG UTARA
KODYA SEMARANG

SUMBER :
 BAPPEDA KODYA SEMARANG

SKALA
 1 : 137.500

UTARA



3.1.2. Lokasi Proses Iradiasi

Untuk preparasi cuplikan dan penyiapan iradiasi dilakukan di Laboratorium Kimia Nuklir Radiokimia Kimia Radiasi P3TM-BATAN Yogyakarta. Iradiasi dilakukan di Reaktor Kartini. Waktu penelitian bulan Agustus 1998 sampai bulan Februari 1999.

3.2. ALAT DAN BAHAN

3.2.1. Alat yang digunakan

1. Alat pengambil cuplikan air
2. Termometer, jenis air raksa.
3. Wadah cuplikan air
4. Wadah cuplikan rumput
5. Wadah cuplikan tanah
6. Kertas saring Merk Whatman No. 42.
7. Mikro-pipet.
8. Vial polyethylen
9. Neraca, merk OHAUS GT410 (ketelitian : 0,0001 gram)
10. Pinset
11. Labu ukur
12. Container SS dan alat penumbuk
13. Ayakan 100 mesh

14. Reaktor Kartini Lazy Susan (daya 100 kW, fluks neutron $1,04 \times 10^{11}$ neutron/cm².dt)
15. Detektor Ge(Li) Model No. 8001-1026-MS.
16. Stabilizer Philips 400 VA
17. Power supply Ortec Model 4001 A
18. HV Power Supply Model 3105 = 2000 volt
19. Amplifier Model 2021
20. MCA Ortec Model 7010

3.2.2. Bahan yang digunakan

1. Cuplikan air
2. Cuplikan rumput
3. Cuplikan tanah.
4. Nitrogen cair
5. Serbuk selulosa
6. Larutan standar dengan 5 macam variasi konsentrasi.

3.3. Pengambilan cuplikan

Cuplikan air diambil dengan volume 1 liter untuk masing-masing lokasi. Cuplikan tanah (*top soil*) diambil antara 10 - 30 cm di bawah permukaan tanah sebanyak 1000 gram untuk tiap lokasi. Cuplikan rumput diambil beserta akarnya dan dibersihkan dari kotoran yang menempel dengan air

setempat, kemudian dimasukkan dalam wadah, dan dibawa ke laboratorium untuk disimpan dalam *freezer*. Cuplikan rumput diambil dengan berat 500 - 750 gram untuk masing-masing lokasi.

Untuk rumput mempunyai taksonomi sebagai berikut:

Devisio : *Spermatophyta*

Sub devisio : *Angiospermae*

Clasis : *Monocotyledoneae*

Ordo : *Poales*

Familia : *Gramineae*

Genus : *Xerochloa*

Spesies : *Xerochloa imberbis*

(Sumber : Backer, 1973)

3.4. Preparasi cupllkan

Cuplikan air, masing-masing lokasi sebanyak 1 liter disaring dengan menggunakan kertas Merk Whatman No. 42, kemudian dipanaskan dengan suhu antara 50 - 65 ° C sampai air habis dan yang tertinggal hanya kerak. Kerak dilarutkan dengan HNO₃ 1 N sampai volume 25 ml hingga semuanya larut. Kemudian larutan tersebut dimasukkan ke dalam vial polietilen sebanyak 1 ml. Karena semua cuplikan yang diiradiasi harus berupa padatan untuk mencegah tumpah, maka untuk cuplikan air dan standarnya ditambahkan

serbuk selulosa sebanyak 10 μg . Kemudian semua vial yang telah terisi ditutup rapat dan diberi label.

Untuk cuplikan rumput yang telah bersih dimasukkan dalam Container SS dan ditambah Nitrogen cair untuk mempermudah penumbukan. Setelah halus cuplikan rumput dimasukkan dalam *freeze dryer* selama 24 jam untuk mengurangi atau menghilangkan kadar airnya. Cuplikan rumput yang telah kering diayak untuk mendapat butiran lolos 100 mesh. Cuplikan rumput yang lolos 100 mesh beratnya menjadi 25 - 50 gram untuk tiap lokasi. Kemudian cuplikan ditimbang sebanyak 0,1 gram untuk tiap lokasi dan dimasukkan dalam vial, ditutup rapat dan diberi label.

Untuk cuplikan tanah diangin-anginkan hingga kering. Kemudian dihaluskan untuk mendapatkan butiran lolos 100 mesh dan beratnya menjadi 50 - 150 gram untuk tiap lokasi. Cuplikan ditimbang sebanyak 0,1 gram untuk tiap lokasi kemudian dimasukkan dalam vial, ditutup rapat dan diberi label.

Untuk cuplikan bahan standar, karena yang ada berupa cair maka standar diberi serbuk selulosa untuk membantu pemadatan. Konsentrasi untuk cuplikan standar menggunakan 5 macam variasi konsentrasi, yaitu antara (0,5 - 20) ppm untuk cuplikan tanah dan rumput dan (0,5 - 20) ppb untuk cuplikan air. Sebanyak 1 ml larutan standar dimasukkan dalam vial polyethylen. Setelah ditutup rapat, vial berisi cuplikan uji dan standar siap untuk diiradiasi.

3.5. Iradiasi Cuplikan

Setelah cuplikan disiapkan dengan baik di dalam vial polyethylen, maka cuplikan tersebut siap untuk diiradiasi di dalam reaktor Kartini Lazy Susan.

Untuk keperluan analisis logam berat ini, proses iradiasi dilaksanakan pada daya operasi 100 kW dengan fluks neutron $1,04 \times 10^{11}$ neutron / cm².dt. Lamanya waktu iradiasi 6 jam.

Proses iradiasi cuplikan ini menggunakan neutron termal, yang berenergi 0,025 eV. Hal ini disebabkan karena logam berat yang akan dianalisis memiliki tampang lintang absorpsi yang dapat bereaksi dengan neutron termal.

3.6. Pencacahan

Pengukuran radioaktivitas unsur dilakukan dengan alat spektrometer- γ resolusi tinggi dengan detektor semikonduktor Ge(Li) dan multi channel analyser 4096 salur. Tiap cuplikan dan standar dicacah selama 500-1000 detik dengan perulangan dua kali. Sebelum digunakan, perangkat spektrometer gamma dikalibrasi lebih dahulu. Kalibrasi yang dilakukan yaitu kalibrasi tenaga dan kalibrasi efisiensi.

3.6.1. Kalibrasi Tenaga

Dengan menggunakan penganalisis salur ganda, maka akan diperoleh bentuk spektrum tenaga dari sumber radioaktif dan setiap tenaga pemancar akan memberikan puncaknya sesuai dengan besar radiasi tenaga- γ yang dipancarkan dari sumbernya. Sumber standar setelah dicacah hasilnya dibuat plot tenaga sinar- γ standar dengan nomor salur puncak serapan total masing-masing tenaga yang menghasilkan garis lurus. Plot tersebut disebut kurva kalibrasi tenaga, jika dinyatakan secara matematis dalam suatu persamaan garis :

$$Y = bX + a \quad (\text{III} - 1)$$

dengan X adalah tenaga sinar- γ dan Y adalah nomor salur.

Untuk mengolah data kalibrasi tenaga menjadi persamaan garis linear adalah menggunakan metoda regresi linear. Untuk pengukuran 1 sampai n puncak sinar- γ , dengan metoda ini bisa ditentukan harga slope b dan titik potong a, yaitu :

$$b = \frac{\sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n}}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}} \quad (\text{III} - 2)$$

$$a = \frac{\sum Y_i}{n} - b \frac{\sum X_i}{n} \quad (\text{III} - 3)$$

3.6.2. Kallbrasi efisiensi

Suatu sumber radioaktif selalu memancarkan sinar radioaktif ke segala arah. Dalam spektrometer- γ laju cacah dinyatakan dalam satuan cacah per second (cps) dan aktivitas dinyatakan sebagai disintegrasi per second (dps). Harga cacah ini bukan aktivitas yang sebenarnya dari sumber karena masih bergantung pada efisiensi dan intensitas mutlak dengan tenaga sinar- γ yang diukur. Harga laju cacah (cps) dapat diperoleh dengan jalan menentukan luas puncak serapan total puncak sinar- γ dan membaginya dengan waktu pencacahan.

$$\text{cps} = \frac{\text{luas puncak serapan total (cacah)}}{\text{waktu pencacahan}} \quad (\text{III} - 4)$$

Efisiensinya dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$\varepsilon(E) = \frac{\text{cps}}{\text{dps. } \gamma(E)} \times 100 \% \quad (\text{III} - 5)$$

3.7. Analisis Data

Adapun analisis yang dipergunakan adalah analisis secara relatif (nisbi). Karena dalam penelitian yang dilakukan membuat variasi standar dengan 5 variasi, maka untuk mengetahui (menghitung) konsentrasi unsur

dalam cuplikan menggunakan perhitungan dengan persamaan: (Kristri. B.,1998)

$$a = \frac{\text{cps}_0}{w} \text{ cacah / } \mu\text{g / detik} \quad (\text{III - 6})$$

dengan :

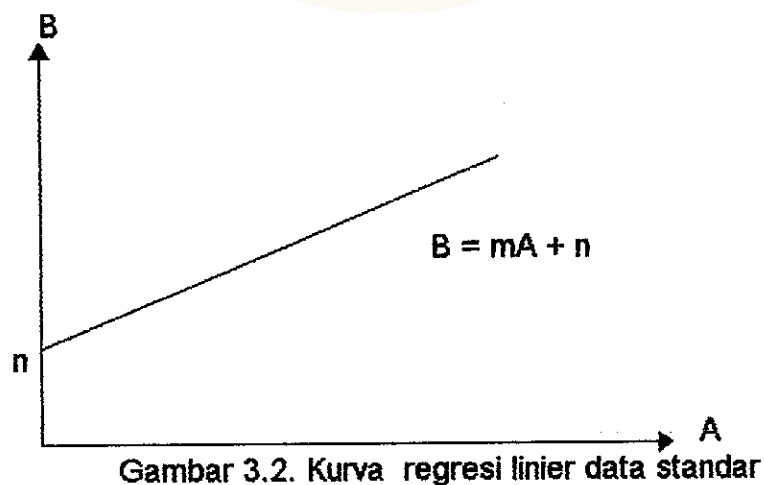
- a = aktivitas spesifik
- cps₀ = netto cacah / waktu cacah
- w = berat standar

Menghitung intercep (b) dengan regresi linier.

Tabel 3.2. Data standar untuk grafik linier pada cuplikan rumput.

No.	berat standar (μg)	1 / berat standar (μg ⁻¹) (A)	spesifik aktivitas (a) (B)
1	5	0,2	0,664
2	3	0,33	0,785
3	2	0,5	0,971
4	1	1	1,088
5	0,5	2	1,163

(Untuk cuplikan air dan tanah terdapat dalam lampiran 1)



Keterangan gambar 3.2 :

A : 1 (satu) per berat standar (μg^{-1})

B : Spesifik aktivitas (a)

m : slope

n : laju cacah spesifik dalam perpotongan sumbu Y dan kurva standar.

Dengan diketahuinya harga n, maka konsentrasi unsur dalam cuplikan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$\text{cacah sampel} = \frac{\text{total cacah}}{\text{waktu cacah}} \quad (\text{III - 7})$$

$$\text{berat unsur dalam sampel} = w = \frac{\text{cps}_t}{n} \quad (\mu\text{g}) \quad (\text{III - 8})$$

$$\text{konsentrasi unsur dalam sampel} = \frac{w}{\text{berat cuplikan}} \quad \mu\text{g/g} \quad (\text{III - 9})$$