BAB III

CARA PENELITIAN

3. 1. Lokasi Penelitian

3.1.1. Lokasi Sampling

Cuplikan air dan sedimen diambil dari sungai Semarang di beberapa stasiun pengamatan. Stasiun pengamatan ditentukan berdasarkan pertimbangan terwakilinya gambaran keadaan perairan sungai. Jumlah stasiun pengamatan sebanyak 4 titik mulai dari hulu sampai ke muara sungai Semarang.

Stasiun A di Bendung Simongan.

Stasiun B di Jembatan Berok

Stasiun C di Bandarharjo.

Stasiun D di Tanah Mas.

3.1.2. Lokasi Preparasi, Aktivasi dan Pencacahan

Preparasi dilakukan di Laboratorium Radiokimia, iradiasi dilakukan di Reaktor Lazy Susan dan pencacahan dilakukan dengan menggunakan detektor Ge(Li) pada spektrometer gamma, yang semuanya terletak di P3TM BATAN.

3.2. Bahan dan Alat

3.2.1. Bahan

Bahan atau materi yang digunakan dalam penelitian ini adalah : cuplikan air dan sedimen sungai, aquadest, bidest, aseton, nitrogen cair, larutan bahan standar, sedimen.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.2.2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : wadah plastik/ jerigen,termometer, sendok melamin, ayakan dengan ukuran 100 mesh, *freeze dryer, hot plate,* neraca, vial polietelin, kelongsong polietelin, sarung tangan, kantong plastik, peralatan kimia dari gelas (beker, pipet, labu ukur, dsb), botol polietelin, mikropipet Eppendorf, pinset, penumbuk, kertas label, kompor listrik, tissue, lampu spirtus, seperangkat alat spektrometer gamma menggunakan detektor Ge(Li) dan fasilitas iradiasi *Lazy Susan* Reaktor Kartini.

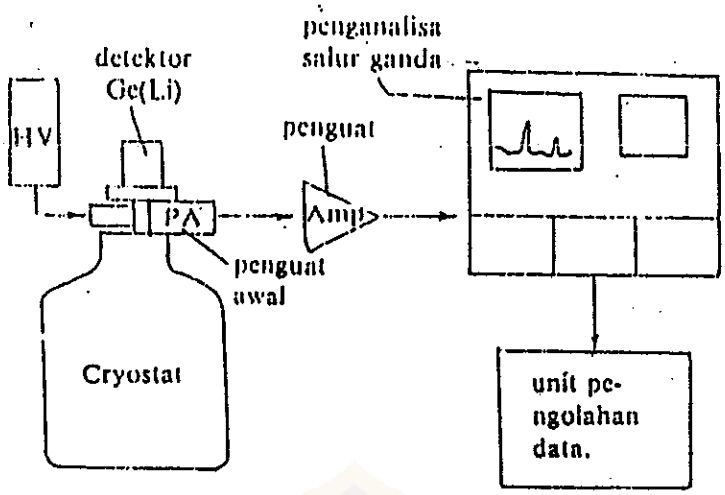
3.2.3. Perangkat Spektrometer gamma

Interaksi sinar γ dengan detektor akan menghasilkan sinyal pulsa. Tinggi pulsa yang dihasilkan detektor bersesuaian dengan tenaga foton γ yang mengenai detektor. Selanjutnya pulsa-pulsa tersebut diproses secara elektronik dalam serangkaian peralatan yang membentuk perangkat spektrometer γ, dengan hasil akhir yang didapatkan suatu spektrum γ.

Perangkat yang digunakan dalam spektrometri γ sebagaimana dalam gambar 4.1adalah sebagai berikut :

1. Detektor spektrometer γ, yaitu detektor Ge(Li) (Germanium Litium) yang dilengkapi dengan sistem cryostat (tangki berisi N_2 cair).
2. Penguat awal (PA).
3. Penguat (Amplifier).
4. Penganalisis salur ganda (MCA).
5. Sumber tegangan (HV).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)



Gambar 3.1 perangkat spektrometer gamma

a. Analisis tinggi pulsa

Mula-mula pulsa yang dihasilkan detektor akan diperkuat, atau lebih tepat dipertinggi (amplified) dan dibentuk dalam penguat awal dan kemudian dalam penguat (amplifier). Selanjutnya pulsa yang telah diperkuat itu dikirim menuju suatu alat yang dapat memilah-milahkan pulsa menurut tingginya. Alat tersebut mempunyai banyak memori, yang dinyatakan dalam cacah salur (channel) yang dimilikinya. Alat semacam ini dinamakan penganalisis salur ganda (multi channel analyzer). Pulsa dengan tinggi tertentu akan dicatat cacahnya dalam salur dengan nomor salur tertentu. Data numerik hasil pencacahan tersebut setiap saat diakumulasikan dalam salur itu, sampai waktu pencacahan selesai. Sebagai hasilnya, secara anolog dapat dilihat spektrum γ pada layar penganalisis salur ganda atau melalui plotter. Data numerik dapat juga dikeluarkan melalui *printer, teletype writer* dan lain-lain. Sistem pembentukan spektrum semacam ini disebut analisis tinggi pulsa (*pulse hight analysis*).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

b. Penguat awal

Penguat awal terletak diantara detektor dan penguat (lihat gambar 4.1). Alat ini mempunyai beberapa fungsi sebagai berikut :

- Untuk melakukan amplifikasi awal terhadap pulsa keluaran detektor.
- Untuk melakukan pembentukan pulsa pendahuluan.
- Untuk mencocokkan impedansi keluaran detektor dengan kabel signal masuk penguat.
- Mengadakan perubahan muatan menjadi tegangan pada pulsa keluaran detektor.

c. Penguat

Pulsa keluaran detektor telah berubah dari pulsa muatan ke pulsa tegangan oleh penguat awal. Selanjutnya pulsa tersebut dikirim sebagai masukkan dan penguat. Disini pulsa dipertinggi sampai mencapai amplitudo yang dapat dianalisis dengan alat penganalisis tinggi pulsa. Kemampuan suatu penguat untuk memperkuat pulsa disebut dengan gain.

Selain untuk mempertinggi pulsa, penguat juga mempunyai fungsi lain yang sangat penting, yaitu memberi bentuk pulsa. Pulsa ekor yang keluar dari penguat awal dibentuk sekali lagi untuk mendapat pulsa yang jauh lebih sempit dengan waktu timbul lebih lambat dan waktu jatuh lebih cepat.

d. Penganalisis salur ganda

Penganalisis salur ganda boleh dianggap sebagai gabungan dari penganalisis salur tunggal. Kebanyakan penganalisis salur ganda yang modern mempunyai 4000-8000 salur pencacahan (tiap salur pencacahan setara dengan satu penganalisis salur tunggal). Penganalisis salur tunggal mempunyai ambang dan jendela atau diskriminator bawah dan atas. Pulsa yang diteruskan hanya pulsa yang tingginya diantara diskriminator bawah dan

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any m... more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

atas. Dengan alat ini semua pulsa dengan bermacam-macam tingginya dapat dipisah dan dicacah., tetapi tentu saja memerlukan waktu yang lama.

Karena penganalisis salur ganda merupakan gabungan dari banyak penganalisis salur tunggal, maka dapat menyajikan seluruh spektrum γ cuplikan dalam satu kali pengukuran.

3. 3. Tata Cara Penelitian

3. 3. 1. Pengambilan cuplikan

Pengambilan cuplikan dilakukan di daerah perairan sungai Semarang. Cuplikan air diambil sebanyak 1 liter, kemudian dimasukkan ke dalam jerigen yang telah disediakan. Dan untuk cuplikan sedimen, diambil pada endapan bagian atas sampai kedalaman kurang lebih 5 cm. Kemudian cuplikan dicuci dengan menggunakan air tersebut dan disaring untuk menghindari kotoran yang terikut sedimen. Lalu di masukkan plastik yang telah disediakan, demikian dilakukan pada setiap siasiun pengamatan.

3. 3. 2. Pencucian wadah

Wadah yang akan dipakai (vial polietelin, ujung pipet Eppendorf, dst) dicuci dengan sabun, kemudian dibilas dengan aquades satu kali, kemudian dibilas dengan aquabides satu kali dan direndam dalam HNO_3 1 : 3 selama 2 jam, selanjutnya alat tersebut dibilas dengan aquabides sampai pH netral. Dibilas sekali lagi dengan aseton lalu dikeringkan di tempat pengeringan alat sampai kering. Alat siap dipakai.

3.3.3. Preparasi cuplikan

Preparasi terhadap cuplikan air adalah sebagai berikut : kandungan logam berat air sungai sangat sedikit maka perlu di pekatkan dulu sehingga dapat dianalisis dengan baik.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Air diuapkan sampai suhu 80°C dengan volume 1 L untuk setiap stasiun pengamatan, hingga volumenya tinggal kurang lebih 15 ml, lalu ditambah HNO_3 0,1 N.

Preparasi terhadap cuplikan sedimen adalah sebagai berikut : sedimen diangin-anginkan sampai kering dan dibersihkan dari kotoran yang tidak diinginkan, kemudian dilakukan penghalusan butiran atau ditumbuk sampai halus dan diayak lolos 100 mesh kemudian dihomogenkan. Hasil preparasi air dan sedimen masing-masing dimasukkan pada wadah yang telah disediakan.

3.3.4. Persiapan iradiasi

Cuplikan air diambil masing-masing ± 2 ml, kemudian dimasukkan dalam vial polietelin dan ditutup rapat, kemudian tutupnya dilelehkan dengan cara menggunakan lampu spirtus.

Cuplikan sedimen diambil masing-masing ± 0,1 gram, kemudian dimasukkan dalam vial polietelin dan ditutup rapat. Semua vial baik yang berisi cuplikan air atau sedimen dimasukkan dalam kantong plastik kecil dan diberi tanda untuk memudahkan identifikasi

Perlakuan diatas juga dilakukan terhadap standar air buatan (std B) dan standar sedimen (*Sedimen Buffalo River*). Kemudian dimasukkan dalam kelongsong.

3.3.5. Penyinaran cuplikan / iradiasi

Kelongsong yang berisi cuplikan yang siap diiradiasi dimasukkan dalam reaktor Lazy Susan. Dengan demikian cuplikan siap untuk disinari dengan sumber neutron yang sesuai.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Waktu penyinaran diatur kurang lebih 10 menit untuk unsur-unsur berumur pendek, dan 12 jam untuk unsur yang berumur panjang, sehingga dihasilkan aktivitas yang diinginkan. Sebelum dilakukan pencacahan, cuplikan didinginkan lebih dahulu selama ± 15 menit untuk yang berumur pendek dan 14 jam atau lebih untuk yang berumur panjang.

3.3.6. Pencacahan cuplikan

Setelah penyinaran selesai, cuplikan dicacah dengan menggunakan spektrometer gamma. Penentuan isotop secara kualitatif dan kuantitatif didasarkan pada analisis spektrum energi γ yang dipancarkan oleh radioisotop tersebut.

Jika radioisotop hasil reaksi aktivasiberumur pendek maka harus segera dicacah. Demikian juga untuk yang berumur panjang, sebaiknya didinginkan lebih dahulu supaya radioisotop tersebut dapat terdeteksi. Pada penelitian ini cacah untuk yang berumur panjang adalah setelah didinginkan 7-13 hari dengan waktu cacah 600 detik pencacahan dengan detektor Ge(Li).

3.3.7. Kalibrasi tenaga

Pulsa yang dihasilkan oleh detektor dan penguat sebanding dengan tenaga sinar gamma yang mengenai detektor. Cacah pulsa yang mempunyai tinggi yang sama dicatat pada nomor salur tertentu. Oleh karena itu tenaga sinar gamma juga sebanding dengan nomor salur. Hasil pencacahan kemudian dituangkan dalam grafik tenaga sinar gamma versus nomor salur Sumber standar. Untuk sumber standar yang dipakai adalah ^{152}Eu memancarkan paling sedikit 12 macam tenaga sinar gamma, sehingga ^{152}Eu ini disebut sebagai sumber multi gamma.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Data nomor salur dan tenaga diplotkan dalam bentuk grafik tenaga (sumbu Y) versus nomor salur (sumbu X) dengan persamaan regresi linier $Y = aX + b$.

3.4. Analisis data

APN dapat dilakukan dengan menggunakan analisis kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif digunakan untuk menentukan jenis unsur-unsur yang terdapat dalam cuplikan. Sedangkan analisis kuantitatif digunakan untuk menentukan kadar unsur-unsur yang terkandung dalam cuplikan.

3.4.1. Analisis kualitatif

Kalibrasi tenaga diperlukan untuk tujuan analisis kualitatif dengan menggunakan spektrometer gamma. Dengan menggunakan persamaan grafik kalibrasi tenaga, maka didapat harga tenaga puncak γ yang bersesuaian. Tenaga sinar gamma tersebut dapat dicocokkan dengan daftar tenaga pada tabel isotop. Akhirnya dapat ditentukan jenis unsur-unsur yang terdapat dalam cuplikan

3.4.2. Analisis kuantitatif

Penentuan unsur-unsur dalam suatu cuplikan dengan metoda Analisis Pengaktifan Neutron secara kuantitatif dapat dilakukan dengan dua cara yaitu secara nisbi dan penentuan secara absolut.

a. Penentuan secara nisbi

Penentuan secara nisbi, digunakan penentuan suatu cuplikan standar kira-kira mempunyai susunan yang sama dengan sampel, kadar unsur tertentu yang berada dalam

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

suatu cuplikan standar sudah diketahui secara pasti. Sedapat mungkin kadar unsur yang berada dalam sampel kurang lebih sama dengan kadar unsur tersebut dalam cuplika standar. Suatu hal yang sangat penting adalah bahwa cuplikan standar dan sampel harus diiradiasi dalam selang waktu yang sama. Pada analisis penentuan secara nisbi, untuk menentukan kadar suatu unsur dalam sampel cukup menggunakan kaidah perbandingan dengan cara membandingkan antara cacah yang dihasilkan cuplikan, sehingga dapat dibuat suatu perumusan :

$$Cpst = Netto / t\ cacah \qquad (3.1)$$

Netto = hasil cacah selama waktu pencacahan

$$Cpso = Cpst.\ e^{0,693t/T} \qquad (3.2)$$

Selanjutnya kadar unsur dalam cuplikan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut :

$$W\ cupl = \frac{Cpso\ cupl\ X\ W\ standar}{Cpso\ standar} \qquad (3.3)$$

dengan :

W cupl = berat unsur dalam cuplikan.

W standar= berat standar unsur yang disiapkan.

Cpso = laju cacah pada saat keluar dari reaktor (t = 0)

Cpst = laju pada saat t detik

t = waktu tunda (waktu saat pencacahan - waktu keluar iradiasi) (detik)

T = waktu paro (detik).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

b. Penentuan secara absolut

Penentuan secara absolut dilakukan dengan mengukur aktivasi dan radionuklida pada saat iradiasi selesai (Ao). Setelah harga fluks neutron (ϕ), tampang lintang serapan (σ), waktu paro (T) dan waktu iradiasi (t) diketahui, kelimpahan isotop (ρ), maka jumlah atom butir (N) dari nuklida dapat ditentukan dengan; $N = A_o / \rho.\phi.\sigma\ (1-e^{-0693ti/t1/2})$ Dan selanjutnya berat unsur dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (2.8).

Sementara itu, untuk menguji keseksamaan (precission) dari hasil pengukuran dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Keseksamaan} = 100\,\% - \left(\frac{\Delta Kc}{Kc} \times 100\,\% \right)$$

dengan :

Kc = kadar cuplikan ; ΔKc = standar deviasi dari kadar cuplikan.

Sedangkan untuk menguji akurasi (accuration/ketelitian) dari hasil akhir pengukuran dapat ditentukan dengan menggunakan rumus :

$$\%\ \text{Akurasi} = \left| \frac{Kc - Ks}{Ks} \right| \times 100\,\%$$

dengan :

Kc = kadar cuplikan ; Ks = kadar sertifikat.

Penelitian yang baik adalah penelitian yang mempunyai akurasi (ketelitian) yang kecil. Akurasi yang baik untuk metoda APN adalah harga persennya kecil, yaitu lebih kecil dari 10 %.

3.5. Uji Hipotesis

Untuk menguji hipotesis kadar logam berat pada air dan sedimen sungai Semarang digunakan teknik analisis variasi (Walpole, 1986).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Tabel 3.1. Penyajian data disusun sebagai berikut :

				Sampel			
	1	2	.....	I	.....	K	
	T_{11} T_{12} → Y_{1n}	Y_{21} Y_{22} → Y_{2n}	....	Y_{i1} Y_{i2} → Y_{in}	....	Y_{k1} Y_{k2} → Y_{kn}	
jumlah	T_1	T_2	.....	Ti	.....	T_k	T....
Rataan	Y_1	Y_2		Yi		Y_k	Y

Tabel 3.2. Perhitungan masalah analisis variasi diringkas dalam bentuk tabel

Sumber variasi	Jumlah kuadrat (JK)	Derajat kebebasan (DK)	Rataan kuadrat (RK)	f hitungan (Fh)
Sampel	JKS	k-1	S_1^2 = JKS/k-1	S_1^2/S_2^2
Galat	JKG	k(n - 1)	S_2^2=JKG/k(n-1)	
Total	JKT	nk - 1		

Apabila taraf keberartian (signifikan) α sudah ditentukan nilainya, maka

$f_{\alpha(k-1),k(n-1)}$ dapat dilihat dalam tabel distribusi F. Jika f hitungan > $f_{\alpha(k-1),k(n1)}$, maka Ho ditolak dan jika f hitungan ≤ $f_{\alpha(k-1),k(n-1)}$, maka Ho diterima.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)