

BAB III

METODA PENELITIAN

3.1. Lokasi Pengambilan, Preparasi, Aktivasi dan Pencacahan Sampel

Pada penelitian ini, sampel air dan sedimen diambil dari perairan sungai, muara, dan laut depan muara Banjir Kanal Barat yang terletak di kota Semarang. Preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Bidang Tekno Fisiko Kimia (BTFK) Pusat Penelitian Teknologi Maju (PPPTM) Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Yogyakarta. Aktivasi sampel dilakukan dengan menggunakan Fasilitas Iradiasi *Lazy Susan* Reaktor Nuklir Kartini PPPTM BATAN Yogyakarta. Pencacahan dan Analisis metoda APN dilakukan di Laboratorium BTFK PPPTM BATAN Yogyakarta. Lokasi pengambilan disajikan dalam Gambar 3.1.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan Penelitian

1. Sampel lingkungan berupa air sebanyak 5 liter dan sedimen permukaan dasar sebanyak 10 kg dengan pengambilan tiga wilayah sistem sungai, muara dan laut depan muara Banjir Kanal Barat.
2. Sampel standar multigamma Eu^{152} , Am^{241} dan Cs^{137} untuk kalibrasi dan uji kestabilan peralatan spektrometer- γ .
3. Standard Reference Material Buffalo River 2704 dari NIST, CASS 3 dari Promochem, 1641b dari NBS dan standar sintesis dari Fisher sebagai material pembanding untuk analisis kuantitatif sampel (komparatif dan relatif)

GAMBAR 3.1.
LOKASI
PENGAMBILAN SAMPEL

KETERANGAN

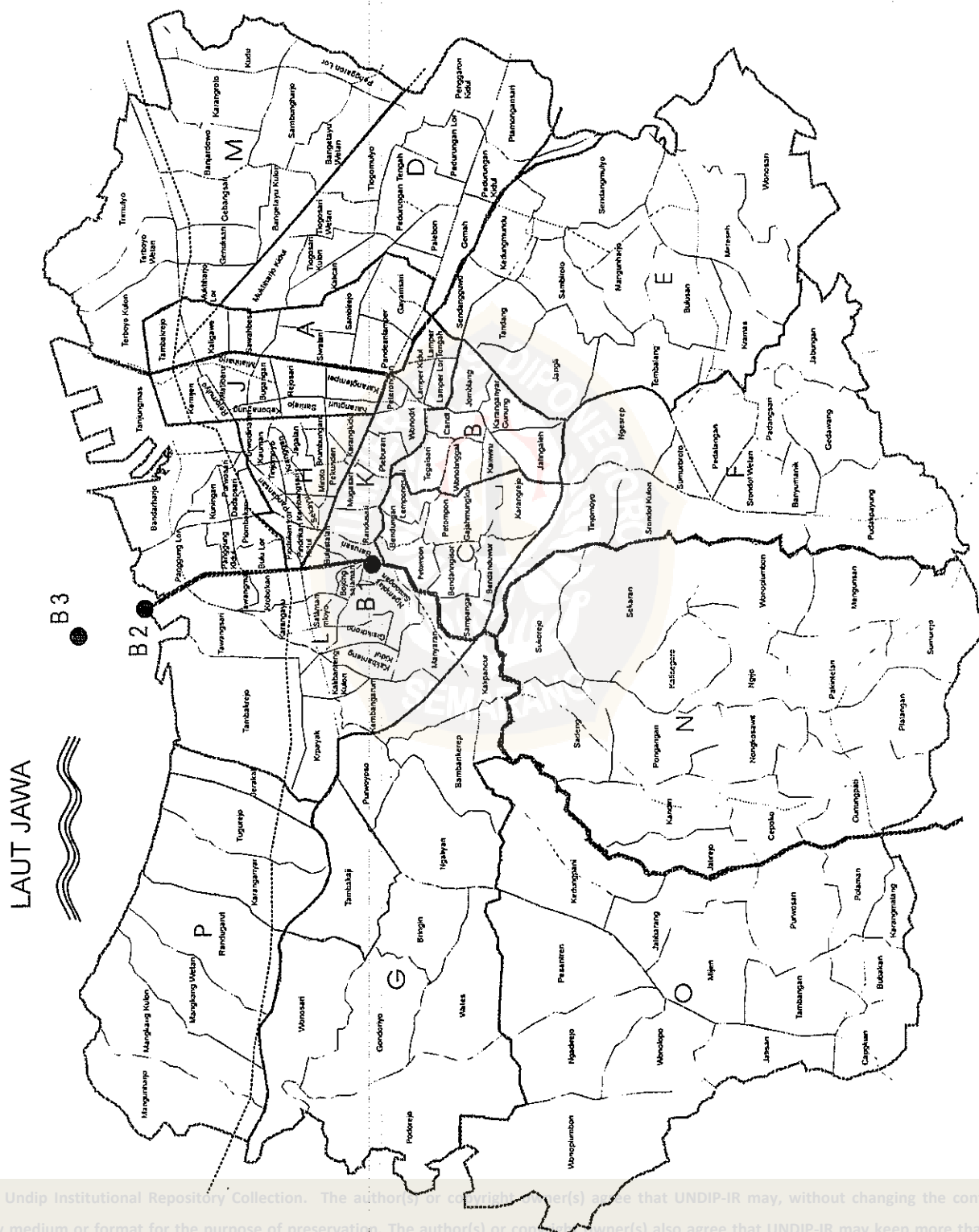
-  : BATAS KOTAMADYA
-  : BATAS KECAMATAN
-  : BATAS KELURAHAN
-  : JALAN
-  : SUNGAI

- B1 : SUNGAI BANJIR KANAL BARAT
- B2 : MUARA BANJIR KANAL BARAT
- B3 : LAUT DEPAN MUARA

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

SKALA
1 : 200.000

UTARA



3.2.2. Alat Penelitian

1. *Dredger*, untuk mengambil sedimen permukaan dasar,
2. *Neraca Digital OHAUS GT 410*, untuk menimbang massa sampel,
3. *Sieve ASTM Specification 100 mesh*, untuk menyaring sampel,
4. *Lumpang Stainless Steel*, untuk pengabuan sampel sedimen,
5. *Vial*, untuk tempat sampel siap cacah,
6. *Kelongsong Polyethylen*, wadah sampel yang akan ditembaki neutron,
7. *Jerigen*, untuk tempat sampel air,
8. *Pipet*, untuk mengambil sampel/standar (cair),
9. *Fasilitas Lazy Susan Reaktor Nuklir Kartini*, sebagai sumber neutron,
10. *Tustel merk Yasciha*, untuk merekam spektrum
11. *Perangkat Spektrometer- γ* , untuk mencacah sampel setelah iradiasi terdiri dari :
 - a) Detektor Ge (Li) Ortec model 7010
 - b) Bin Power Modul Ortec model 4001A
 - c) Stabilizer Philips, 400VA
 - d) Power Supply Ortec, model 4001A
 - e) Penguat Awal Canberra, model 2021
 - f) HV Power Supply Canberra, model 3015
 - g) MCA (Penganalisis Salur Ganda) Spektrum Master Ortec, model 92X
 - h) Seperangkat Komputer merk Belhmont
 - i) Perisai pasif dari timbal (Pb) merk Oxford
 - j) Nitrogen Cair yang tersimpan dalam dewar

3.3. Metoda Penentuan Lokasi Sampling

Penentuan lokasi sampling ditetapkan secara purposif di tiga titik, masing-masing titik dipilih dengan pertimbangan mewakili perairan sungai, muara dan laut depan muara Banjir Kanal Barat.

3.4. Metoda Pengambilan Sampel

Di setiap titik pengambilan sampel, air diambil dari tiga titik secara vertikal pada kedalaman $0,2y$, $0,6y$, dan $0,8y$ (y =kedalaman perairan). Sampel air di ketiga titik vertikal tersebut dicampur jadi satu dan kemudian ditambahkan 1 ml HCl pekat atau HNO_3 untuk setiap liter sampel air (Nareh dan Shaleh, 1993). Sedimen diambil dengan menggunakan *dredger* sebanyak 3 kali untuk membuat sebuah sampel, kemudian sedimen dimasukkan ke dalam wadah bersih, dengan mencatat tanggal dan lokasi pengambilan pada label sampel (Nareh dan Shaleh, 1993).

3.5. Metoda Preparasi Sampel

Sampel air yang terkumpul siap dianalisis dengan cara dimasukkan ke dalam *vial* sebanyak 2 ml.. Untuk sampel sedimen terlebih dahulu dibersihkan dari bahan-bahan pengotor (plastik, akar-akar, dll) kemudian dikeringkan dalam oven 105°C dan diuapkan dengan lampu pemanas untuk mereduksi kandungan air. Setelah kering, sampel dihomogenkan dengan cara digerus atau dihaluskan dengan lumpang dan dilakukan pengayakan 100 mesh secara bertahap dengan dipisahkan dari kotoran-kotoran dan material yang belum homogen. Hasil homogenisasi dimasukkan ke dalam *vial* masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0,1 gram kemudian diberi label untuk tiap-tiap titik pengambilan sampel (IAEA, 1989).

3.6. Metoda Aktivasi Sampel

Setelah sampel disiapkan dengan baik di dalam kapsul/kelongsong polyethylen, maka sampel siap untuk diiradiasi di dalam fasilitas *Lazy Susan* Reaktor Nuklir Kartini.

Untuk keperluan analisis logam berat ini, proses iradiasi dilaksanakan pada daya 100 kW, lamanya waktu iradiasi untuk tiap kapsul adalah 12 jam dengan fluks neutron $1.0 \times 10^{11} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Pada iradiasi sampel ini digunakan neutron termal, yang bertenaga sekitar 0,025 eV. Hal ini disebabkan karena logam berat yang akan dianalisis memilikiampang serapan neutron yang dapat bereaksi dengan neutron termal.

3.7. Metoda Pencacahan Sampel

Prosedur pencacahan yang dilakukan menggunakan spektrometer- γ dengan seperangkat komputer adalah melakukan pencacahan standar multigamma Eu^{152} dan Am^{241} yang digunakan untuk kalibrasi menentukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Kemudian dilakukan pencacahan radiasi latar yaitu pencacahan yang dilakukan dengan menggunakan vial kosong untuk mendapatkan cacah dari radiasi latar sebagai koreksi perhitungan cacah sampel. Selanjutnya pencacahan sampel yang diletakkan diatas detektor dengan jarak 2 cm setelah itu kita pilih menu PRESET atau dengan menekan tombol Alt-P pada layar komputer lalu kita pilih LIVE TIME kemudian memasukkan angka 300 (sebagai waktu cacah dengan satuan detik). Untuk memulai pencacahan tekan ALT -1 (START) dan untuk mengukur harga NET puncak spektrum, terlebih dahulu kita set puncak yang diinginkan atau (REGION OF INTEREST /ROI) dengan menekan tombol Alt-R (ROI)/F2 dengan pilihan (mark/unmark/off). setelah selesai dan pencacahan juga selesai kita tekan Alt-S (MCB>Buffer) dengan maksud memindahkan data spektrum dari tipe MCB ke Buffer, lalu kita tekan tombol Alt-C (Calculate) kemudian kita pilih menu Peak Area maka harga NET tampak pada layar monitor.

Untuk melakukan pencacahan lagi terlebih dahulu kita tekan Alt-3 (Clear), ini untuk menghilangkan data spektrum sebelumnya pada MCB kemudian siap untuk melakukan pencacahan selanjutnya dengan menekan tombol Alt-1 (START).

3.8. Metoda Analisis Spektrum

Sebelum dilakukan analisis spektrum, terlebih dahulu dilakukan kalibrasi tenaga yang digunakan untuk analisis kualitatif dengan cacah pulsa-pulsa yang mempunyai tinggi sama dicatat dalam suatu salur dengan nomor tertentu. Dengan demikian, nomor salur sebanding dengan tenaga sinar- γ . Pencacahan sumber radioaktif standar dengan menggunakan standar multigamma Eu^{152} yang mempunyai tenaga yang sudah tepat, kemudian di buat plot tenaga sinar- γ standar dengan nomor salur puncak..

Puncak-puncak spektrum- γ sampel dapat diketahui melalui persamaan kalibrasi tenaga dengan memasukkan nomor salur sehingga didapat tenaga sinar- γ yang dipancarkan suatu radionuklida dalam sampel atau dapat dilihat pada layar MCA yang sudah berbentuk tenaga sinar- γ yang dicocokkan dengan daftar tenaga dalam *Tabel Isotop* dan juga dapat diketahui pula jumlah cacah yang terkandung dalam suatu puncak / luas puncak "netto" . yang digunakan untuk analisis kuantitatif.

3.9. Metoda Analisis Data

3.9.1. Kalibrasi Tenaga dan Efisiensi

Kalibrasi tenaga dilakukan dengan cara mencacah sumber radioaktif standard yang sudah diketahui tingkat tenaga karakteristik gammanya (pada penelitian digunakan sumber standar multigamma Eu^{152} dengan puncak tenaga dari 121,78, 244,69, 344,28, 778,90, 963,43, 1112,08 dan 1408,03 keV). Kemudian di buat plot antara tenaga sinar- γ Eu^{152} dengan nomor salur, maka akan didapat suatu garis lurus. Plot semacam ini disebut kurva kalibrasi

tenaga. Hubungan linier ini secara matematis dinyatakan dalam suatu persamaan garis yang mempunyai bentuk umum :

$$Y = a X + b \quad (3 - 1)$$

dengan

Y adalah tingkat tenaga

X adalah nomor salur

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

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

Kalibrasi efisiensi dilakukan dengan cara mencacah sumber radioaktif standar yang sudah diketahui tingkat tenaga karakteristik gammanya (pada penelitian ini digunakan sumber standar multigamma Eu^{152} dengan puncak tenaga dari 121,78 keV, 244,69, 344,28, 778,90, 963,43, 1112,08 dan 1408,03 keV dan Am^{241} dengan puncak tenaga 60 keV) dengan mencatat laju cacah standar dari tenaga 60 sampai 1408,03 keV. Pengukuran ini ditujukan pada salah satu tenaga dari sekian banyak tenaga dan mode peluruhannya yang ada dalam sampel maka efisiensi deteksi harus ditentukan oleh harga intensitas mutlak.

$$\% \varepsilon = \frac{\text{cps}}{\text{dps. Y}} \cdot 100 \% \quad (3 - 2)$$

dengan

ε adalah efisiensi pencacahan

cps adalah cacah pulsa per detik

dps adalah cacah sinar- γ sumber- γ per detik

Y adalah intensitas mutlak sinar- γ

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

$$Y = aX + b \quad (3 - 3)$$

dengan

Y adalah $\ln \varepsilon (E)$

X adalah $\ln E$

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

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

3.9.2. Analisis Kualitatif

Kalibrasi tenaga diperlukan untuk tujuan analisis kualitatif spektrometer- γ . Setelah kalibrasi dilakukan dan didapat hasil yang mantap dan mempunyai ketelitian tinggi maka dapat dilakukan pencacahan sampel. Pencacahan sampel dilakukan pada kondisi alat yang tepat sama dengan kondisi kalibrasi. Puncak-puncak dalam spektrum- γ sampel dapat dicatat nomor salurnya (X). Dengan menggunakan persamaan kalibrasi : $Y = aX + b$, maka didapat harga tenaga puncak- γ (Y) yang bersesuaian. Setelah mendapat harga tenaga (E), maka dengan menggunakan tabel radioisotop (Erdtman dan Soyka, 1979), dapat diidentifikasi isotop yang terkandung dalam sampel (Susetyo, 1988).

3.9.3. Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif bertujuan menentukan besarnya aktivitas dan kadar dari radionuklida dalam sampel. Pada penelitian ini, untuk analisis kuantitatif digunakan metoda penentuan secara mutlak dan nisbi.

Metoda penentuan secara mutlak yaitu dengan mengukur aktivitas imbas dengan persamaan yang digunakan (Susetyo, 1988) adalah :

$$A_t = A_0 \exp -0,693 t/T \quad (3 - 4)$$

$$N = \frac{A_0}{\phi \sigma (1 - \exp -0,693 t/T)} \quad (3 - 5)$$

dengan

A_t adalah aktivitas pada saat pencacahan (cps)

N adalah cacah butir atom nuklida yang diiradiasi

ϕ adalah flux neutron ($n \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$)

σ adalahampang lintang serapan neutron (barn)

t adalah waktu iradiasi (jam)

T adalah waktu paro nuklida radioaktif hasil iradiasi (jam)

harga N dalam persamaan (3-5) dapat dihitung dan berat unsur dalam sampel diketahui :

$$W = \frac{N}{6,02 \times 10^{23} \xi} BA \quad (3 - 6)$$

dengan

W adalah berat unsur dari isotop yang diperhatikan (gram)

N adalah cacah atom isotop diperhatikan dalam sampel

ξ adalah kelimpahan isotop

BA adalah berat atom isotop

Dan metoda penentuan secara nisbi yaitu dengan membandingkan laju cacah sampel dan standard dapat dihitung berat unsur dalam sampel dengan persamaan (Susetyo, 1988) :

$$W_{\text{sampel}} = \frac{(\text{cps})_{\text{sampel}}}{(\text{cps})_{\text{standar}}} \times W_{\text{standar}} \quad (3 - 7)$$

dengan

W adalah berat unsur yang diperhatikan (gram)

cps adalah laju cacah per detik (cps)

Metoda penentuan secara relatif yaitu variasi kadar standar dengan mencatat laju cacah standar sehingga diperoleh hubungan antara kadar dengan laju cacah standar. Kemudian dapat dihitung kadar unsur dalam sampel dengan menggunakan persamaan :

$$Y = aX + b \quad (3 - 8)$$

dengan Y adalah kadar unsur (ppm)

X adalah laju cacah per detik (cps)

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

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

3.10. Metoda Evaluasi Kinerja APN

3.10.1. Uji Kestabilan Alat

Menurut Nareh dan Sutarman (1993), kestabilan pengukuran alat ukur diuji secara statistik memakai metoda *chi kuadrat* dengan menguji hasil pencacahan sumber radioaktif standar secara berulang-ulang dalam kondisi peralatan yang sama. Persamaan yang digunakan adalah :

$$\chi^2 = (1/X) \sum^n (X_i - X)^2 \quad (3 - 9)$$

dengan

X_i adalah hasil cacah ke- i

X adalah cacah rerata

Hasil perhitungan nilai χ^2 kemudian dibandingkan dengan distribusi kebolehjadian χ^2 pada tabel *chi kuadrat* (Lampiran E). Hasil uji alat dianggap stabil jika nilai χ^2 hasil perhitungan lebih besar atau sama dengan nilai χ^2 dari tabel pada taraf signifikansi 95%.

3.10.2. Cacah Latar

Cacah latar yang berasal dari radionuklida alam yang ada di dalam bahan detektor, bahan penahan radiasi, bahu wadah sampel, bahan sekitar dan sinar kosmis digunakan untuk mendapatkan cacah terkoreksi (cacah netto). Penurunan cacah latar sangat diperlukan untuk memperbesar FOM

3.10.3. *Figure of Merit* (FOM)

Besaran yang digunakan untuk memperlihatkan kemampuan alat ukur adalah *Figure of Merit* (FOM) memakai persamaan (Currie, 1968) :

$$FOM = E^2 / B \quad (3 - 10)$$

dengan

E adalah efisiensi pencacahan (%)

B adalah laju cacah latar (cps)

3.10.4. Critical Level (L_C)

Menurut Currie (1968), batas keputusan (L_C) merupakan besaran yang dipakai untuk menilai hasil pencacahan yang dinyatakan dengan terdeteksi atau tidak dengan persamaan :

$$L_C = 1,64 \sigma_b \quad (3 - 11)$$

dengan

L_C adalah batas keputusan (cps)

σ_b adalah standar deviasi blangko (cps)

3.10.5. Detection Limit (L_D)

Menurut Currie (1968), *detection limit* merupakan besaran yang dipakai untuk menilai kemampuan sistem pada kondisi tertentu. Cacah terendah yang dapat dideteksi dengan tingkat signifikansi 95 % menggunakan persamaan

$$L_D = 3,29 \sigma_b \quad (3 - 12)$$

dengan

L_D adalah batas deteksi terendah (cps)

σ_b adalah standar deviasi blangko (cps)

3.10.6. Determination Limit (L_Q)

Menurut Currie (1968), *determination limit* merupakan besaran yang dipakai untuk menilai kemampuan kerja minimum sistem dengan menggunakan persamaan :

$$L_Q = 10 \cdot \sigma_b \quad (3 - 13)$$

dengan

L_Q adalah batas kerja terendah (cps)

σ_b adalah standar deviasi blangko (cps).

3.11. Uji Kualitas Hasil

Untuk menguji kualitas hasil penelitian diperlukan pengukuran kadar suatu unsur dalam material acuan yang diperlakukan sebagai sampel yang tidak diketahui kadarnya. Hasil pengukuran rerata kadar unsur analisis dan sertifikat tersebut dibandingkan dengan harga standar deviasi unsur analisis dan sertifikat sehingga diperoleh angka penyimpangan dari kadar analisis dengan kadar dalam sertifikat menggunakan persamaan (Aner, 1998) :

$$Z_i = \frac{C_i - C_{ref,i}}{\sqrt{\sigma_i^2 + \sigma_{ref,i}^2}} \quad (3 - 14)$$

dengan Z_i adalah angka penyimpangan dari sertifikat

C_i adalah kadar unsur analisis (ppm)

$C_{ref,i}$ adalah kadar unsur analisis dalam sertifikat (ppm)

σ_i adalah standar deviasi kadar unsur analisis

$\sigma_{ref,i}$ adalah standar deviasi kadar unsur analisis dalam sertifikat

Untuk pencacahan berulang-ulang dapat mengetahui nilai keseksamaan (kedapat-ulangan/presisi) dengan menggunakan persamaan (Tan,1996):

$$CV = \frac{\sigma}{\mu} \quad (3 - 15)$$

dengan

CV adalah Koefisien Variasi

σ adalah standar deviasi

μ adalah rerata hasil

