

BAB III METODE PENELITIAN

Penentuan umur dengan karbon radioaktif ini merupakan metode yang telah ada sejak tahun 1951. Metode ini didasarkan atas alasan bahwa proporsi ^{14}C terhadap karbon udara relatif tidak berubah sejak zaman purba, sehingga sisa aktivitas radioaktif suatu sampel karbon berkorelasi dengan umur sejak sampel tersebut tidak menunjukkan aktivitas kehidupan, yang dihitung berdasarkan pemakaian angka waktu paruh peluruhan ^{14}C . Pada penelitian ini dilakukan metode radiokarbon untuk menentukan umur sampel fosil kayu yang berasal dari daerah di Indonesia menggunakan radiokarbon fasa gas dan dilakukan karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) guna untuk mengetahui kandungan mineral yang ada didalam sampel fosil kayu.

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada Januari 2019- April 2020 di Laboratorium Kuarter Pusat Survey Geologi, Jl. Djunjunan No. 236 Bandung.

3.2 Bahan, Alat, dan Instrumentasi

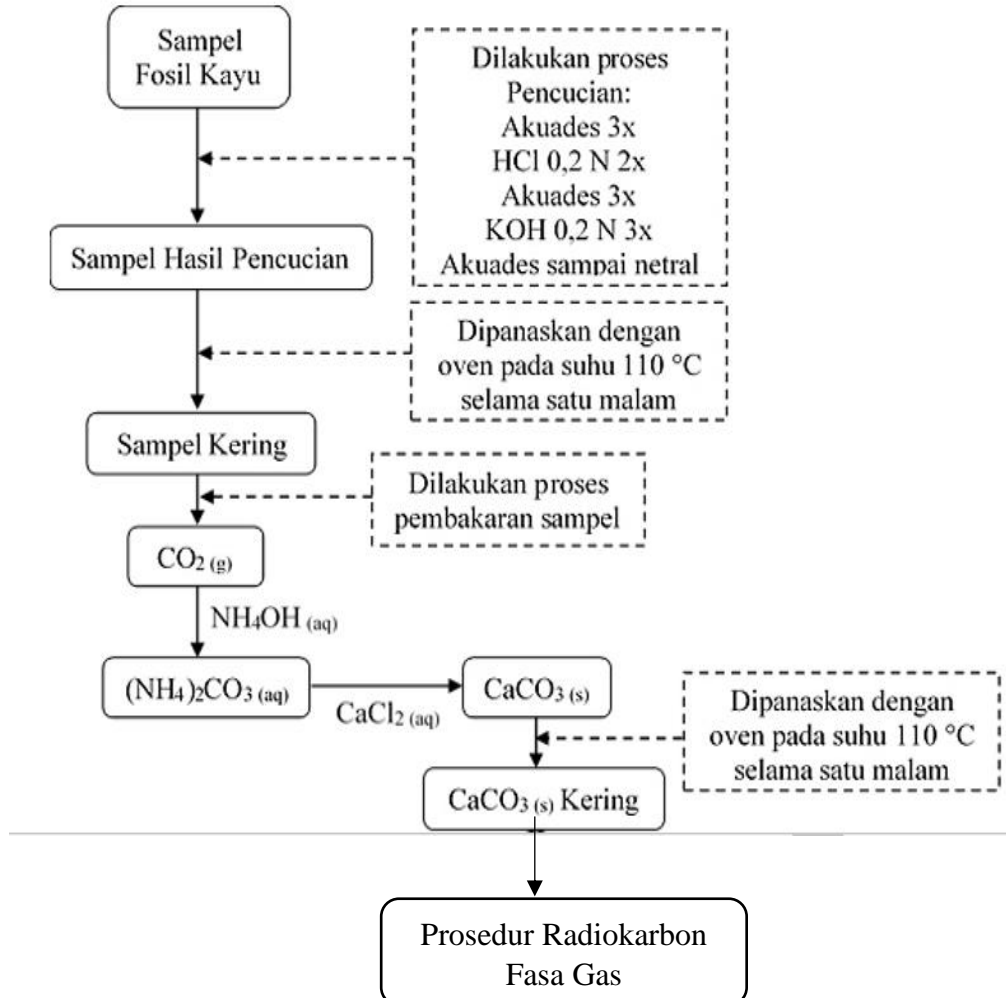
Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah sampel fosil kayu yang diambil dari daerah Jambi, Lombok, Papua dan Jawa Tengah, $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ 37%), $\text{KOH}_{(\text{aq})}$ 30%, $\text{NH}_4\text{OH}_{(\text{aq})}$, $\text{CaCl}_2_{(\text{aq})}$, $\text{SrCl}_2_{(\text{aq})}$, gas oksigen, air suling bebas tritium, nitrogen cair, kertas saring Whatmann (No. 42), karbon aktif, *glass wool*, serbuk magnesium, vaselin high pump, es batu dan akuades.

Alat-alat yang digunakan meliputi thermometer, statif dan klem, pembakar bunsen, botol semprot, cawan porselen, lumpang dan alu, neraca analitik, oven, satu set alat pembentuk amonium karbonat, satu set alat pembentuk stronsium karbonat, satu set alat pembentuk karbida, satu set alat pembentuk asetilena, labu ukur 500 mL, corong Buchner, corong pisah, gelas kimia 500 1000 dan 2000 mL, spatula, gelas ukur 1000 mL, kompor gas, batang pengaduk, kaca arloji, erlenmeyer 1000 dan 2000 mL.

Untuk pengujian penentuan umur sampel fosil kayu digunakan instrumen alat pencacah karbon-14 (*C-14 Measuring System*) dengan menggunakan detektor *Multy Anode Anticoincidence Gas Counter* dan *X-ray Flourescence (XRF)*.

3.3 Prosedur Preparasi Sampel

Penelitian penentuan umur fosil kayu dari daerah Jambi, Lombok ,Papua dan Jawa Tengah ini dilakukan beberapa tahap yakni: tahap pencucian sampel pembentukan karbon dioksida, pembentukan ammonium karbonat, pembentukan kalsium karbonat ditunjukkan pada **Gambar III.1**.



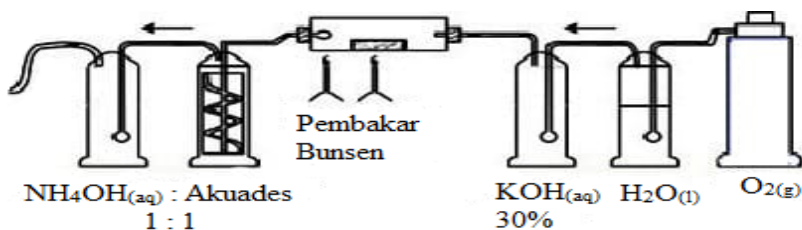
Gambar III.1 Diagram alir preparasi sampel

3.3.1 Pencucian Sampel

Sampel kayu pada **Lampiran U** yang berasal dari daerah Jambi, Lombok, Papua dan Jawa Tengah masing-masing ditimbang. Lalu dicuci dengan akuades panas sebanyak 3 kali pencucian. Kemudian dicuci dengan HCl 0,2 N panas sebanyak 2 kali hingga mendidih. Lalu dibilas dengan akuades panas dan dilakukan pemanasan hingga mencapai titik didih akuades sebanyak 3 kali pencucian. Setelah itu dilakukan pencucian dengan KOH sebanyak 3 kali dalam keadaan KOH yang mendidih. Pencucian terakhir dilakukan dengan akuades sampai pH air menjadi netral. Hasil pencucian dari sampel kayu yang sudah dikeringkan di dalam oven pada suhu 110 °C selama satu malam lalu sampel yang sudah kering ditimbang kembali dan di catat beratnya sebelum dilakukan pembentukan ammonium karbonat dengan HCl.

3.3.2 Pembentukan Amonium Karbonat ((NH₄)₂CO₃)

Sampel kayu yang telah dikeringkan dengan oven pada suhu 110 °C selama semalam tersebut dimasukkan ke dalam tabung silinder kuarsa yang dihubungkan pada ujung tabung pertama dengan dua wadah, pada wadah pertama berisi akuades dan pada wadah kedua berisi larutan KOH_(aq) 30%. Sedangkan pada ujung tabung kedua dihubungkan dengan dua labu gelas berisi larutan campuran NH₄OH_(aq) dengan akuades (1:1). Gas oksigen dialirkan ke dalam tabung silinder kuarsa yang berisi sampel lempung yang terlebih dahulu disaring dengan akuades pada tabung pertama dan KOH_(aq) 30% pada tabung kedua untuk menghasilkan gas oksigen yang lebih murni, kemudian dipanaskan tabung silinder kuarsa yang berisi sampel dengan nyala api bunsen seperti pada **Gambar III.2**.



Gambar III.2 Proses pembentukan amonium karbonat

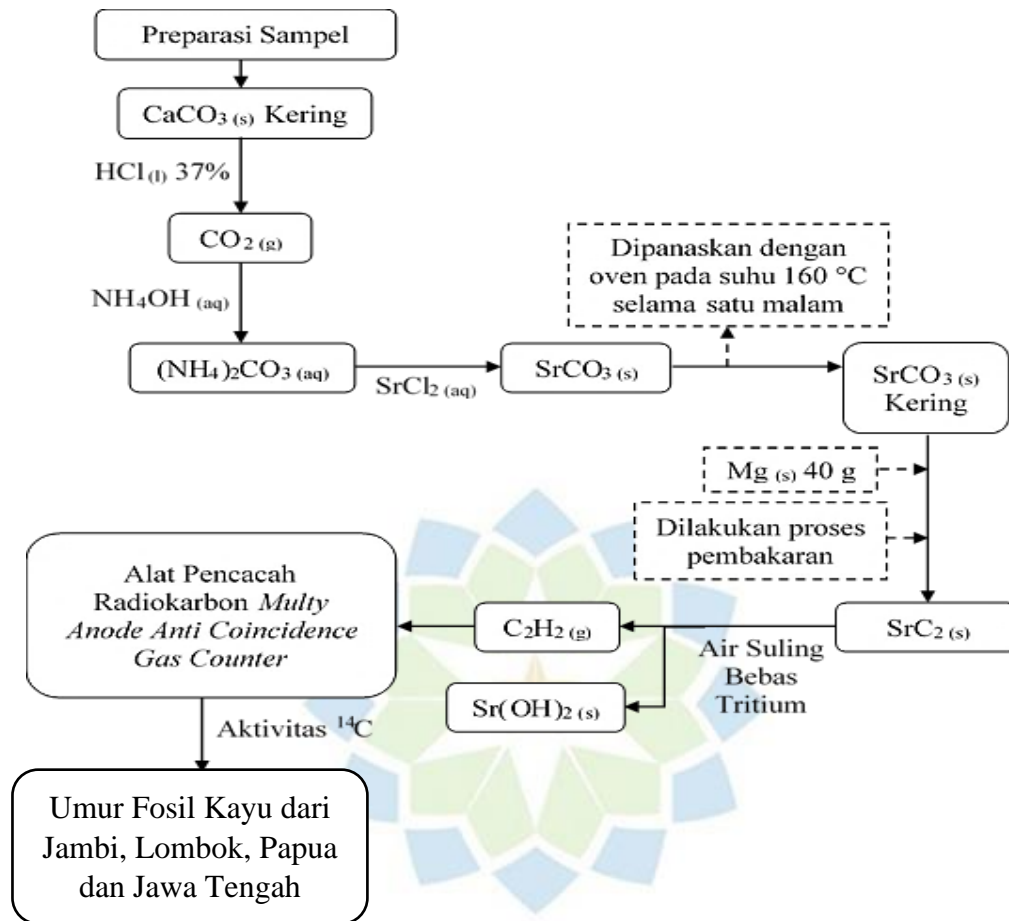
Pemanasan pada sampel kayu dihentikan setelah semua karbon dalam sampel kayu diperkirakan habis terbakar dengan ditandai warna sampel menjadi abu-abu atau putih. Pada proses ini karbon yang terbakar akan bereaksi dengan oksigen membentuk gas karbon dioksida (CO_2). Gas karbon dioksida (CO_2) yang dihasilkan kemudian diikat oleh amonium hidroksida membentuk amonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$). Selanjutnya, seluruh larutan ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) dari kedua labu gelas dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 1000 mL dan dibilas dengan akuades.

3.3.3 Pembentukan Kalsium Karbonat (CaCO_3)

Larutan amonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) yang sudah terbentuk lalu dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 1000 mL dalam keadaan dipanaskan sampai mendidih. Ditambahkan larutan kalsium klorida sebanyak (125 gram/500 mL akuades) dan dipanaskan sampai terbentuk endapan putih kalsium karbonat. Setelah endapan putih CaCO_3 terbentuk lalu disaring (Whatmann No. 42) menggunakan alat vakum. Kemudian endapan CaCO_3 dibilas dengan akuades panas sebanyak ± 1000 mL. Proses selanjutnya endapan dimasukkan ke dalam cawan porselen dan ditutup dengan kaca arloji lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama satu malam. Setelah kering, endapan putih tersebut ditimbang dan dicatat beratnya.

3.4 Prosedur Radiokarbon Sistem Fasa Gas

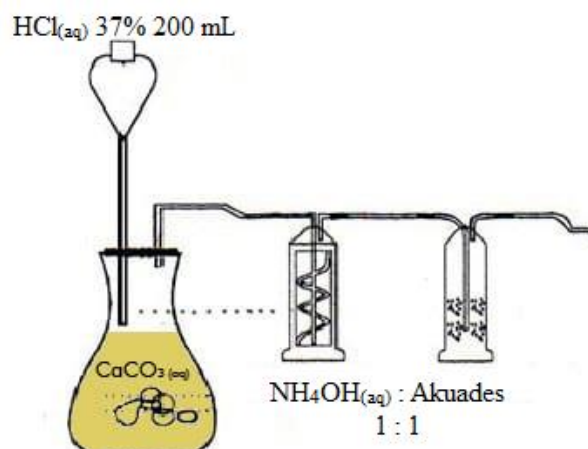
Perlakuan setelah preparasi sampel untuk metode pentarikan radiokarbon sistem fasa gas terdiri dari beberapa tahap yaitu pembentukan stronsium karbonat, pembentukan stronsium karbida, pembentukan gas asetilena, dan pengukuran sekaligus penghitungan aktivitas radioaktif C-14 dalam fasa gas. Keempat tahap tersebut secara skematis dapat dilihat pada **Gambar III.3**.



Gambar III.3 Diagram alir metode radiokarbon fasa gas

3.4.1 Pembentukan Stronsium Karbonat (SrCO_3)

Endapan putih (CaCO_3) yang telah dikering dari proses preparasi sampel dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 1000 mL. Ditambahkan akuades sampai sampel terendam seluruhnya, setelah itu erlenmeyer dihubungkan ke dua gelas berisi larutan NH_4OH (1 : 1) sampai sampel terendam seluruhnya, sesuai dengan **Gambar III.4**. Kemudian tutup labu erlenmeyer yang dihubungkan dengan corong pisah ukuran kecil yang berisi larutan HCl pekat sebanyak 200 mL. Setelah itu diteteskan HCl pekat dari corong pisah secara perlahan dengan kecepatan 1 tetes per 26 detik. Ditambahkan HCl pada endapan CaCO_3 sampai tidak terbentuk lagi gas CO_2 , tetesan HCl dihentikan apabila gelembung gas pada labu gelas yang berisi

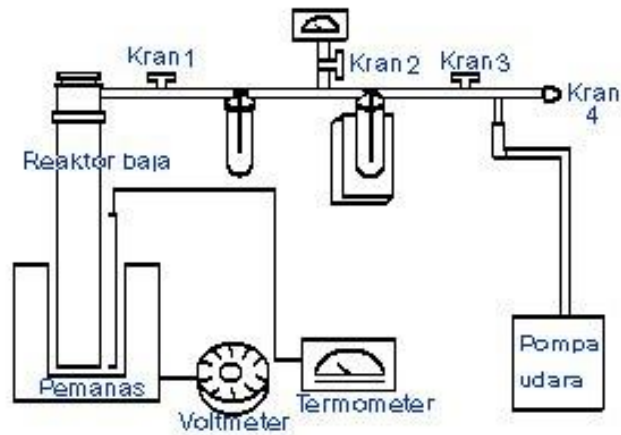


Gambar III.4 Proses pembentukan stronsium karbonat

Larutan amonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3(\text{aq})$) yang terbentuk dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 1000 mL dan dipanaskan hingga hampir mendidih, lalu ditambahkan larutan stronsium klorida (SrCl_2) panas (125 gram/500 mL akuades) sehingga terbentuk endapan putih stronsium karbonat (SrCO_3) kemudian disaring (kertas saring Whatmann No. 42) dan corong buchner. Endapan putih yang terdapat pada corong buchner tersebut dibilas dengan akuades panas sebanyak ± 2 L. Endapan putih dipindahkan ke dalam cawan porselen dan ditutup dengan menggunakan kaca arloji. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 160°C selama satu malam. Setelah kering, endapan putih ditimbang dan dicatat berat yang dihasilkannya.

3.4.2 Pembentukan Stronsium Karbida (SrC_2)

Endapan putih stronsium karbonat (SrCO_3) sebanyak ± 60 gram. Kemudian dimasukkan ke dalam lumpang alu dan dicampurkan dengan serbuk magnesium (Mg) sebanyak $2/3$ dari berat endapan strosium karbonat sebanyak ± 40 gram. Setelah itu campuran tersebut dihaluskan sampai homogen dan dimasukkan ke dalam reaktor baja yang bersih dan kering dengan menaikkan tegangan secara bertahap. Kemudian dipasang reaktor baja tersebut dengan sistem vakum seperti pada **Gambar III.5**.



Gambar III.5 Proses pembentukan stronsium karbida dengan pembakaran sistem vakum

Satu set alat pembentuk stronsium karbida ini memiliki sistem vakum yang terlebih dahulu diperiksa dengan teliti kevakumannya dan dibiarkan selama 1 jam. Setelah tercapai kondisi yang diinginkan, alat pemanas dipasang dengan kenaikan suhu secara bertahap dengan mengatur tegangan yang dipakai sesuai **Tabel III.2**.

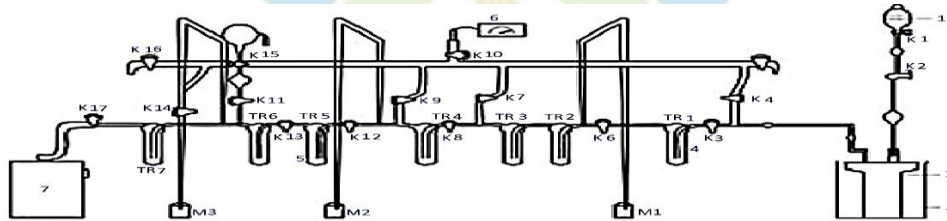
Tabel III.1 Tahapan kenaikan tegangan dan suhu pembentukan stronsium karbida

Tegangan	Suhu
40 Volt	100 °C
60 Volt	200 °C
80 Volt	350 °C

Pada saat alat pemanas mencapai suhu 350 °C, keran pada reaktor baja ditutup dan tegangan dinaikkan sampai 100 Volt. Setelah suhu mencapai 800 °C, alat pemanas dimatikan dan tegangan dikembalikan menjadi 0 Volt, kemudian didiamkan selama satu malam untuk mendinginkan reaktor baja dan sampel berupa stronsium karbida (SrC_2). Setelah proses tersebut, sampel berupa stronsium karbida (SrC_2) dipersiapkan untuk pembuatan gas asetilena.

3.4.3 Pembentukan Gas Asetilena (C_2H_2)

SrC_2 yang terbentuk di dalam reaktor baja besar dipindahkan ke dalam reaktor baja berukuran kecil yang sudah dibersihkan dan dikeringkan. Reaktor baja dipasang pada perangkat gas asetilena dengan sistem vakum seperti pada **Gambar III.6**. Kemudian semua alat gelas pada perangkat gas asetilen divakum. Setelah kevakuman pada semua alat gelas tercapai, air bebas tritium diteteskan dari corong pisah ke dalam reaktor baja secara perlahan-lahan. Gas asetilena (C_2H_2) yang terbentuk dialirkan ke dalam masing-masing tabung reaksi TS 40/40, ditunjukkan dengan menurunnya air raksa pada manometer M_1 . Kemudian gas asetilena (C_2H_2) dialirkan dari tabung reaksi TS 40/40 ke dalam tabung RBF yang didinginkan dengan bantuan gas nitrogen cair sampai seluruh gas asetilena beku dalam tabung RBF yang ditunjukkan dengan tidak turunnya air raksa dalam M_3 .



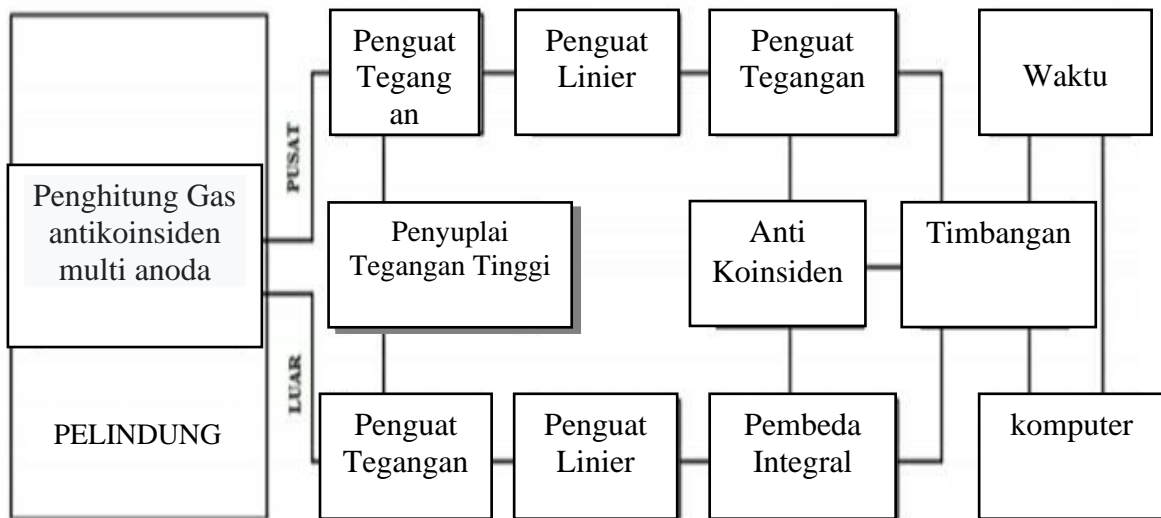
Gambar III.6 Set alat pembentukan gas asetilena

Keterangan:

- 1 = Air suling bebas tritium
- 2 = Tabung reaktor baja kecil
- 3 = Penangas air
- 4 = Tabung reaksi berisi *glass wool*
- 5 = Tabung reaksi berisi karbon aktif
- 6 = Manometer
- 7 = Alat pemvakum udara
- TR = Tabung reaksi TS 40/40
- M = Manometer
- K = Keran

3.4.4 Pengukuran Aktivitas ^{14}C

Gas asetilena (C_2H_2) pada labu RBF dialirkan ke dalam alat pencacah ^{14}C dengan detektor *Multy Anode Anticoincidence Gas Counter* atau penghitung Gas antikoinciden multi anoda . Volume gas asetilena yang masuk ke dalam detektor tersebut diukur terlebih dahulu tekanan gasnya dengan indikator raksa pada manameter. Aktivitas ^{14}C diukur dalam suatu rangkaian alat dengan barbagai tegangan. Dalam proses pengukuran radioaktivitas suatu sampel dalam bentuk fasa gas, perlu diperhatikan tegangan yang digunakan agar tidak terjadi kesalahan, mengingat tegangan sangat berkaitan dengan proses ionisasi gas tersebut. Tegangan didapatkan dari kestabilan antara banyaknya *Counting Permenit* dengan Voltase. Bilangan aktivitas isotop radiokarbon terukur dikoreksi dengan meggunakan *Background Counting* (dianggap sebagai nol dari aktivitas alat radiokarbon). Skema alat pencacah ^{14}C ditunjukkan pada **Gambar III.7** yang dilengkapi dengan detektor *Multy Anode Anticoincidence Gas Counter* terdiri dari *inner counter tube* dan *outer tube*.



Gambar III.7 Skema detektor penghitung gas antikoinciden multi anoda