

KAJIAN METODE PENGACUAN SINTILASI CAHAYA UNTUK
ANALISIS SPECTRUM: CONTOH PADA POSISI PAKAR
VACUUM KEMERON (Glasnost dan Klorin)



OLEH

DEASY LIESTIANTY

91 03 178



PERPUSTAKAAN UISAT UNIV. HASANUDDIN	
Tgl. terima	21 01 97
Knal dari	Fak. MIPA
Fanyaknya	1 Eksp.
Harga	Radias
No. Inventaris	972502010
No. Klas	

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG

1996

**KAJIAN METODE PENCACAH SINTILASI CAIR UNTUK
ANALISIS EFISIENSI PEMUPUKAN FOSFOR PADA
TANAMAN KEDELAI (Glycine max Merr)**

Oleh
Deasy Liestianty
91 03 176



Skripsi untuk melengkapi tugas dan memenuhi
syarat untuk memperoleh gelar sarjana

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG
1996**

**KAJIAN METODE PENCACAH SINTILASI CAIR UNTUK
ANALISIS EFISIENSI PEMUPUKAN FOSFOR PADA
TANAMAN KEDELAI (Glycine max Merr)**

Disetujui oleh :

Pembimbing Utama,

Dr. Alfian Noor, M. Sc.
NIP. 130 520 684

Pembimbing Pertama,

Drs. Maming
NIP. 131 846 196

Pembimbing Kedua,

Ir. Burhanuddin Rasyid
NIP. 131 879 205

Pada tanggal 1996

**KAJIAN METODE PENCACAH SINTILASI CAIR UNTUK
ANALISIS EFISIENSI PENYERAPAN FOSFOR PADA
TANAMAN KEDELAI (Glycine max Merr)**

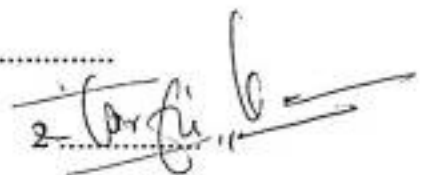
Tim penguji

Nama

Tanda tangan

1. Dr. H. Ambo Upe (Ketua)
2. Drs. Hanafi Usman, MS (Sekretaris)
3. Dr. Alfian Noor, M. Sc (ex officio)
4. Ir. Burhanuddin Rasyid (ex officio)
5. Drs. Damma Salama, M. Si (Anggota)

1.

Handwritten signature of Hanafi Usman, MS, written over the line for item 2. The signature is in cursive and includes the name 'Hanafi Usman'.

3.

4.

5.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur ke Hadirat Allah swt, atas hidayah dan inayahNya yang telah mengantar penulis hingga mampu menyelesaikan skripsi ini.

Penyusunan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan studi pada program studi kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

Keberhasilan penulis sampai ke tahap penulisan skripsi ini tak lepas dari bantuan, baik berupa materiil maupun spirituil dari orang-orang di lingkungan penulis. Karena itu penulis menghaturkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Alfian Noor, M.Sc, sebagai pembimbing utama, Bapak Drs. Maming, sebagai pembimbing pertama serta Bapak Ir. Burhanuddin Rasyid, sebagai pembimbing kedua, yang dengan penuh kesabaran telah mengarahkan penulis sejak awal rencana penelitian hingga terselesaikannya penyusunan skripsi.
2. Bapak Drs. Rudi Arifin, M.Sc., sebagai ketua jurusan Kimia yang senantiasa memberi arahan kepada penulis.
3. Tim penguji yang telah banyak memberi masukan untuk perbaikan skripsi ini.
4. Para Dosen yang telah memberikan ilmunya selama penulis menempuh studi di Fakultas MIPA.
5. Kak Zakir, Kak Nana (Analisis Lab Kimia Tanah), Agnes, Kak Kamarudin.



6. Sahabat-sahabat penulis; Ima, Pia, Indri, Noni, Ola, Emi, Tenri, Fahmi, Khadijah yang seiring dengan perjalanan studi dan kehidupan penulis, telah memberikan rasa kebersamaan dan persahabatan yang indah.
7. Teman-teman di RAMSIS Blok 3 F; Nina, Opin, Ria, Kak Erni, Kak Lina, dll.
8. Semua yang telah banyak memberikan bantuan dan dorongan kepada penulis, yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Skripsi ini penulis persembahkan khusus kepada orang tua penulis: Ayahanda Imansyah (Almarhum) dan Ibunda H.Noor Asyikin, saudara-saudara penulis: A. Muadzim, Anna Orchidah,, Musnief dan M. Ikram. Terima kasih yang tak terhingga teruntuk Tante Sri, Pak Uda, Pak Jam. Semoga Allah senantiasa memberikan limpahan rezki dan merahmati kita semua.

Terima kasih yang dalam juga penulis peruntukkan kepada Husen Alting yang telah banyak memberikan motivasi dan perhatian kepada penulis.

Manusia tak pernah luput dari kekhilafan, karena itu penulis sangat menghargai bila ada kritik dan saran demi penyempurnaan isi skripsi ini. Penulis hanya dapat berdoa agar termasuk ke dalam golongan orang-orang yang beruntung dan diridhai, dapat memanfaatkan ilmu pemberian Allah, dan akhirnya semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya dan siapa pun yang membaca.

Penulis

ABSTRAK

DEASY LIESTIANTY. Kajian Metode Pencacah Sintilasi Cair untuk Analisis Efisiensi Penyerapan Fosfor pada Tanaman Kedelai (*Glycine max* Merr).

Telah dilakukan penelitian tentang keterpercayaan metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak, menggunakan pencacah sintilasi cair dan mengaplikasikannya untuk analisis efisiensi penyerapan fosfor pada tanaman kedelai (*Glycine max* Merr).

Analisis pada sampel tanaman kedelai (*Glycine max* Merr) dan pupuk radioaktif dalam bentuk $\text{KH}_2^{32}\text{PO}_4$, dilakukan dua tahap: pencacahan fosfor radioaktif dilakukan dengan pencacah sintilasi cair dan analisis total fosfor diukur dengan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu.

Hasil yang diperoleh rata-rata recovery untuk metode kurva koreksi 97,788 persen dan metode efisiensi jejak 83,725 persen. Pengaplikasian kedua metode ini pada analisis efisiensi penyerapan fosfor menunjukkan hasil masing-masing untuk metode kurva koreksi: 16,34 %, 12,28 %, 12,742 %, 14,985 %, sedangkan untuk metode efisiensi jejak: 15,33 %, 12,19 %, 13,32 %, 14,08 %. Hasil uji t untuk kedua metode ini menunjukkan bahwa nilai t hitung lebih kecil dari t tabel, sehingga antara metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak tidak memperlihatkan perbedaan yang nyata.

ABSTRACT

DEASY LIESTIANTY. Study of liquid scintillation method on analysis of phosphor fertilizing efficiency in soybean plant (Glycine max Merr).

A study on validity of correction curve and efficiency tracing method, using liquid scintillation counter and applying those methods on analysis of phosphor fertilizing efficiency in soybean plant (Glycine max Merr), was carried out.

Analysis on soybean plant sample (Glycine max Merr) and radioactive fertilizer $\text{KH}_2^{33}\text{PO}_4$ was conducted in two stages. Those are phosphor activity counting using liquid scintillation counter and total phosphor analysis with UV-Vis Spectrometer Shimadzu.

Result obtained indicates that mean at % recovery of correction curve and efficiency tracing method were 97,788 % and 83,725 %, respectively. Application on analysis of fertilizing efficiency for correction curve gave 16,34 %, 12,28 %, 12,742 %, 14,985 % and efficiency tracing was 15,33 %, 12,19 %, 13,32 %, 14,08 %. Statistical analysis showed that no significant difference between correction curve and efficiency tracing methods.

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT.....	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang Masalah.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	3
1.3. Maksud dan Tujuan	3
1.3.1. Maksud Penelitian.....	3
1.3.2. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Manfaat Penelitian.....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Inti dan Isotop	4
2.1.1. Peluruhan Radioaktif.....	5
2.1.2. Laju Peluruhan Radioaktif.....	6



2.1.3. Satuan Standar Keradioaktifan	7
2.1.4. Aktivitas dan aktivitas spesifik.....	7
2.2. Emisi Partikel β^-	8
2.3. Fosfor Radioaktif.....	10
2.4. Pencacah Sintilasi Cair.....	11
2.4.1. Pemadaman (Quenching).....	14
2.4.2. Teknik Efisiensi Jejak.....	16
2.5. Pemupukan.....	17
2.6. Fosfor Dalam Tanah dan Tanaman	
2.6.1. Fosfor Dalam Tanah	19
2.6.2. Fosfor Dalam Tanaman	19

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	22
3.2. Alat dan Bahan.....	22
3.2.1. Alat yang Digunakan	22
3.2.2. Bahan yang Digunakan.....	23
3.3. Prosedur Kerja.....	24
3.3.1. Penanaman.....	24
3.3.2. Penyiapan Sampel.....	24

3.3.3. Analisis ^{33}P pada Sampel Tanaman.....	25
A. Pembuatan Kurva Baku Quench ^{33}P	27
B. Pembuatan Kurva Baku ^{14}C Unquench.....	27
3.3.4. Analisis Total Fosfor.....	28
3.4. Pengolahan Data.....	29
3.4.1. Pembuatan Kurva Standar Fosfor-33.....	29
3.4.2. Penentuan Aktivitas Sampel.....	29
A. Metode Kurva Koreksi.....	30
B. Metode Efisiensi Jejak.....	30
3.4.3. Analisis Total Fosfor.....	31
A. Pembuatan Kurva Standar.....	31
B. Penentuan Kadar Total.....	31
3.4.4. Aktivitas Spesifik Contoh Tanaman dan Tanah.....	32
3.4.5. Rasio Penyerapan Pupuk oleh Tanaman.....	32
3.4.6. Efisiensi Pemupukan P.....	32
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	40
DAFTAR PUSTAKA.....	41
LAMPIRAN-LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Komposisi seri larutan standar P-33	27
Tabel 2. Hasil pencacahan aktivitas larutan standar P-33	33
Tabel 3. Hasil pencacahan P-33 dengan metode kurva koreksi	34
Tabel 4. Nilai cpm dan E standar ^{14}C unquench.....	35
Tabel 5. Aktivitas P-33 pada sampel dengan metode efisiensi jejak	35
Tabel 6. Recovery dengan metode kurva koreksi	38
Tabel 7. Recovery dengan metode efisiensi jejak	38
Tabel 8. Efisiensi pemupukan	39

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Skema peluruhan ^{33}P	8
Gambar 2. Kurva distribusi energi partikel β^- untuk ^{33}P	9
Gambar 3. Ilustrasi sederhana proses yang terjadi pada sistem sintilasi cair.	13
Gambar 4. Siklus fosfor.....	20
Gambar 5. Kurva standar quench ^{33}P	34
Gambar 6. Kurva efisiensi jejak sampel 1.....	36
Gambar 7. Kurva efisiensi jejak sampel 2.....	36
Gambar 8. Kurva efisiensi jejak sampel 3.....	37
Gambar 9. Kurva efisiensi jejak sampel 4.....	37

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1. Hasil pengukuran serapan larutan standar P.
- Lampiran 2. Contoh perhitungan koreksi dpm.
- Lampiran 3. Contoh perhitungan aktivitas spesifik P-33.
- Lampiran 4. Perhitungan aktivitas spesifik, rasio penyerapan dan efisiensi penggunaan pupuk P
- Lampiran 5. Uji t untuk dua harga pupuk rata
- Lampiran 6. Hasil uji t metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Dewasa ini penerapan teknik radioisotop sudah sangat luas. Penggunaan teknik radioisotop banyak dilakukan, karena teknik ini memiliki beberapa kelebihan dibanding teknik non radioisotop. Kelebihan teknik radioisotop antara lain mampu melacak suatu proses dengan menggunakan senyawa bertanda, sensitifitasnya tinggi, dan dapat mendeteksi materi yang bermassa renik.

Keunggulan teknik radioisotop dapat menunjang keberhasilan bidang ilmu pengetahuan lain, diantaranya bidang pertanian. Masalah utama yang kerap dihadapi sehubungan dengan usaha peningkatan produktifitas hasil pertanian adalah masalah efisiensi pemupukan.

Dari hasil penelitian tentang unsur-unsur yang sangat dibutuhkan oleh tanaman bagi pertumbuhan dan perkembangannya, antara unsur-unsur dalam bagian-bagian abu tanaman tidaklah sebanding dengan ketersediaan atau banyaknya unsur yang turut serta dalam pembentukan tanah. Unsur-unsur yang sangat diperlukan oleh tanaman, antara lain P, N dan K.

Fosfor merupakan faktor tumbuh yang berada dalam keadaan minimum dibanding Nitrogen dan Kalium. Sehingga bila tidak dikoreksi dapat menjadi faktor pembatas bagi peningkatan hasil, walaupun bila N dan K diperbaiki. Oleh karena itu diperlukan penambahan unsur hara (pemupukan) P ke dalam tanah. Namun



seringkali perbandingan jumlah pupuk yang diberikan dan yang diserap oleh tanaman memiliki rasio yang tinggi, karena kemampuan penyerapan unsur-unsur hara tanaman tidak diperhatikan.

Pentingnya mempelajari efisiensi pemupukan adalah untuk menekan biaya produksi dan menghindari resiko kerusakan lingkungan akibat pemakaian pupuk buatan yang berlebihan.

Penelitian tentang pemupukan sudah sangat banyak dilakukan, namun masih perlu terus diteliti guna mencari cara yang lebih efektif. Analisis P dengan cara konvensional tidak dapat membedakan asal fosfor, apakah berasal dari tanah atau dari tanaman. karena yang dianalisis adalah jumlah total P. Dengan teknik radioisotop, keberadaan unsur yang mobil/terdistribusi dapat dilacak, karena hanya senyawa yang bertanda saja yang dideteksi.

Metode analisis penanda menggunakan pencacah sintilasi cair yang biasa dipergunakan adalah metode kurva koreksi. Metode ini memerlukan kurva standar untuk setiap nuklida yang akan dianalisis, sehingga memerlukan waktu dan biaya yang relatif banyak.

Metode yang terbaru sebagai alternatif untuk mengatasi kekurangan metode kurva koreksi adalah metode efisiensi jejak. Namun sejauh ini masih kurang data eksperimental tentang keakuratan kedua metode ini dalam penerapannya untuk evaluasi pemupukan

1.2 Perumusan masalah

- a. Seberapa besar efisiensi pencacahan P-33 pada contoh tanaman
- b. Metode mana yang memberikan recovery lebih besar diantara metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak
- c. Seberapa besar efisiensi penyerapan fosfor pada tanaman menggunakan teknik penanda P-33

1.3 Maksud dan tujuan penelitian

1.3.1 Maksud penelitian

Mengetahui keabsahan penerapan teknik radioisotop P-33 dalam evaluasi pemupukan.

1.3.2 Tujuan penelitian

- a. Mengetahui besarnya perolehan kembali pencacahan P-33 dari contoh tanaman
- b. Membandingkan keakuratan analisis metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak untuk pencacahan P-33 dalam contoh tanaman.
- c. Menentukan efisiensi penyerapan fosfor P-33 tanaman berdasarkan nilai aktifitas spesifik tanaman.

1.4 Manfaat penelitian

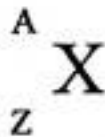
- a. Memberi konfirmasi tentang penerapan teknik radioisotop dalam evaluasi pemupukan.
- b. Membantu upaya pemupukan pada tanaman untuk usaha peningkatan produktifitas hasil pertanian

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Inti dan Isotop

Inti atom tersusun dari kombinasi proton dan neutron. Jumlah proton dalam inti dikenal sebagai nomor atom (Z) sedang jumlah proton dan neutron dikenal sebagai nomor massa (A). Kombinasi ini hanya stabil pada rasio-rasio tertentu. Notasi penunjukan inti unsur tertentu ditulis sebagai:



X = unsur kimia

A = jumlah neutron + proton

Z = jumlah proton

Spesi inti tertentu, yaitu jumlah proton dan neutron tertentu, disebut nuklida. Saat ini ± 1500 nuklida yang telah diketahui. Nuklida yang memiliki jumlah proton yang sama disebut isotop. Ada isotop yang stabil yaitu yang terus-menerus bisa ditemukan di alam, tetapi ada juga yang tidak stabil artinya terdapat di alam secara tidak tetap.

Radionuklida atau radioisotop adalah nuklida yang mengalami proses perubahan inti dengan memancarkan secara spontan partikel atau radiasi elektromagnetik untuk mencapai keadaan yang lebih stabil.

Berdasarkan terjadinya ada dua tipe radioisotop, yang pertama adalah radioisotop alamiah misalnya ^{40}K , ^3H , ^{14}C , dan yang kedua adalah radioisotop buatan yang dimulai oleh Curie dan Joliot, dengan mengubah ^{27}Al menjadi ^{30}P .

2.1.1. Peluruhan radioaktif.

Rasio proton-netron dalam suatu inti dapat menunjukkan kondisi kestabilannya. Dalam unsur dengan berat atom rendah (sampai 20), rasio kestabilannya adalah 1:1 sedangkan untuk berat atom lebih tinggi, akan berkisar pada rasio $n:p = 1,5:1$. Nuklida yang mempunyai kelebihan neutron akan mengurangi kandungan neutron atau menambah proton, sedangkan nuklida yang kelebihan proton akan mengurangi kandungan proton atau menambah neutron.

Suatu inti akan meluruh atau terdisintegrasi karena secara energi hal tersebut dapat dilakukan. Jadi dorongan peluruhan inti bukanlah kestabilan total suatu inti, tetapi kestabilan relatif terhadap produk peluruhan yang mungkin. Energi yang dilepaskan untuk suatu peluruhan diberi simbol Q .

$$Q = [\text{massa inti semula}] - [\text{massa produk peluruhan}]$$

Peluruhan baru terjadi jika Q positif.

2.1.2. Laju peluruhan radioaktif.

Jumlah inti yang mengalami peluruhan selama interval waktu tertentu menurun secara eksponensial. Laju peluruhan tidak bergantung pada tekanan, suhu, hukum aksi massa atau pembatas kecepatan lain yang sering ditemukan dalam proses kimia dan fisika biasa

a. Kinetika peluruhan

Proses peluruhan mengikuti kinetika reaksi orde satu. Kecepatan peluruhan hanya bergantung pada jumlah inti radioaktif dalam contoh.

Kecepatan disintegrasi inti radioaktif = tetapan peluruhan x Jumlah inti radioaktif.

$$-\partial N / \partial t = \lambda N$$

$$\partial N / N = -\lambda \partial t$$

pada $t = 0$, $N = N_0$ -----> $N = N_0 e^{-\lambda t}$

N = jumlah inti yang tersisa pada waktu t

b. Waktu paruh ($t_{1/2}$)

Waktu paruh adalah waktu yang diperlukan agar aktivitas menjadi setengah dari aktivitas mula-mula, $A = 1/2 A_0$.

Dari persamaan $A = A_0 e^{-\lambda t}$

Pada $t = t_{1/2}$, $A = 1/2 A_0$

$$1/2 A_0 = A_0 e^{-\lambda t_{1/2}}$$

$$1/2 = e^{-\lambda t_{1/2}}$$

$$\ln 1/2 = -\lambda t_{1/2}$$

$$0,693 = \lambda t_{1/2}, \text{ sehingga } t_{1/2} = \frac{0,693}{\lambda}$$

2.1.3. Satuan standar keradioaktifan

Satuan SI radioaktivitas adalah Becquerel (Bq). 1 Bq = 1 disintegrasi per detik (dps). Satuan lain adalah Curie (Ci).

$$1 \text{ Curie} = 3,7 \times 10^{10} \text{ dps}$$

$$1 \text{ Curie} = 3,7 \times 10^{10} \text{ Bq} = 37 \text{ GBq}$$

2.1.4. Aktivitas dan aktivitas spesifik

Aktivitas (A) didefinisikan sebagai kecepatan cacah yang sama dengan kecepatan disintegrasi dikalikan efisiensi pengukuran.

$$A = C (- \partial N / \partial t) = C \lambda N$$

C tetapan efisiensi (dalam persen)

Aktivitas spesifik (AS) adalah jumlah radioaktivitas per satuan berat (atau volume) total unsur yang termasuk isotop stabil dan aktif. Biasanya dinyatakan dalam bentuk:

dps / (satuan massa unsur),

Ci / (satuan massa unsur),

Bq / (satuan massa unsur).

2.2. Emisi Partikel β^-

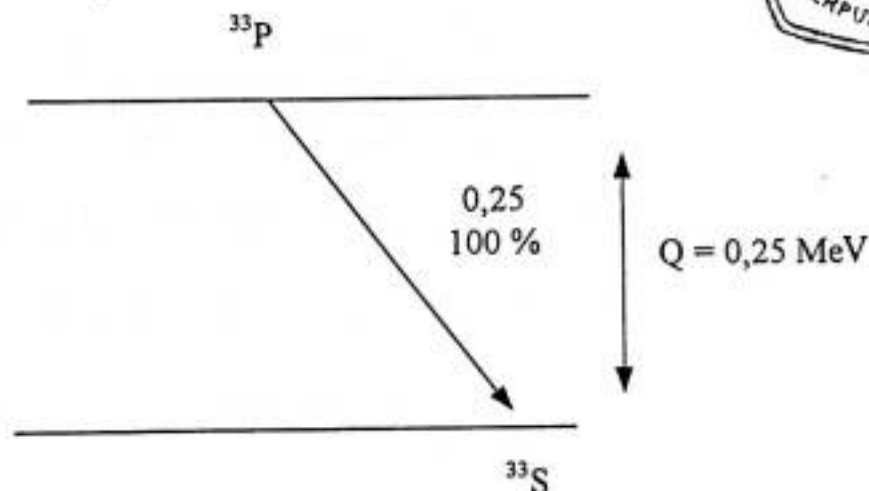
Pada kondisi tertentu, nuklida yang kelebihan neutron berusaha mencapai kestabilan dengan mengkonversi neutron menjadi proton disertai dengan pelepasan elektron (β^-) dan partikel kecil yang disebut anti neutrino ($\bar{\nu}_e$). Elektron ini berbeda dengan elektron orbital, energinya tinggi. Juga bukan elektron yang semula berada

dalam inti atom, karena asas ketidakpastian Heisenberg tidak memungkinkan elektron berada dalam inti atom. Elektron itu "diciptakan" oleh inti atom dari energi yang ada.

Pelepasan β^- akan menambah jumlah proton sebesar 1, tetapi dengan nomor massa tetap. Peluruhan ^{33}P akan menghasilkan ^{33}S .



Skema peluruhan dapat dilihat untuk ^{33}P



Gambar 1. Skema Peluruhan ^{33}P

Energi yang dilepaskan akibat peluruhan sebesar 0,25 MeV. ^{33}P memancarkan β^- 100 %.

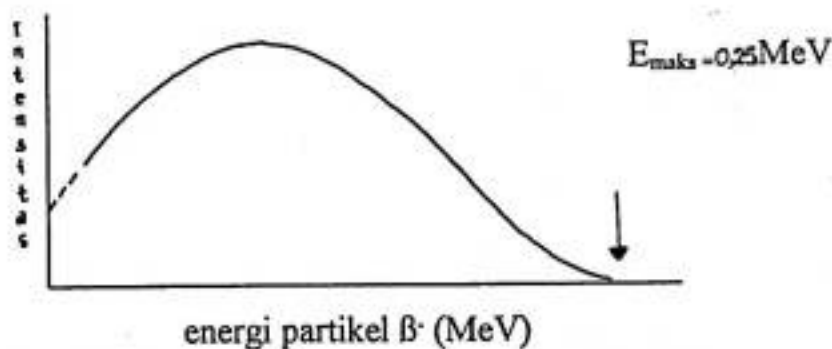
Radionuklida yang umum digunakan sebagai perunut di dalam biologi dan pertanian adalah ^3H , ^{14}C , ^{35}S , ^{32}P , ^{45}Ca dan radionuklida ini adalah pemancar β murni, artinya tidak ada emisi sinar γ yang menyertai peluruhan. Dalam deteksi radioaktivitas hal ini merupakan hambatan, karena partikel β^- deteksinya lebih

susah daripada deteksi sinar X atau sinar γ . Penetrasi partikel β^- sangat rendah dibanding dengan radiasi sinar X atau sinar γ . Sebagai gambaran, partikel β^- dengan materi 50 keV diserap sempurna oleh 50 mol air. Sedangkan sinar X atau γ dengan energi yang sama (50 keV) hanya berkurang 1,5 %.

Sifat penetrasi partikel β^- yang sangat rendah, diatasi dengan memasukkan sumber radioaktif ke dalam bahan cairan yang memiliki sifat fluoresensi. Fluoresensi adalah peristiwa pemancaran radiasi UV-Visibel oleh atom-atom atau lebih lazim oleh molekul yang telah dieksitasikan dan yang terhenti dalam waktu 0,1, mikrodetik setelah eksitasi itu dihentikan.

Tidak semua energi partikel β^- yang dipancarkan radionuklida energinya sama, tetapi terdistribusi antara nilai nol dan energi maksimum, E_{maks} . Spesifik untuk setiap nuklida. Nilai E_{maks} untuk ^3H 18,7 keV, ^{14}C 155 keV, ^{35}S 165 keV dan ^{33}P 250 keV. Spektrum maksimum berada pada sepertiga E_{maks} . Energi tersebut adalah energi kinetik.

Kurva distribusi energi partikel β^- untuk ^{33}P dapat dilihat pada gambar berikut :

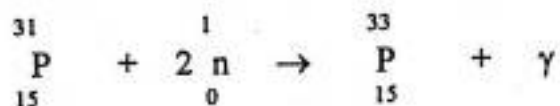


Gambar 2. Kurva distribusi energi partikel β^- untuk ^{33}P

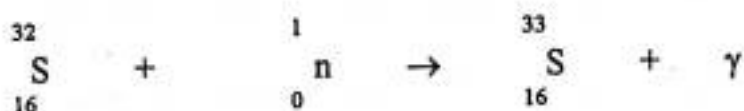
2.3. Fosfor Radioaktif

Fosfor mempunyai bobot atom 15, termasuk unsur golongan V, konfigurasi elektronnya $3s^2 3p^3$. Fosfor mempunyai 3 isotop; ^{31}P yang stabil, yang kelimpahannya 100% di alam, ^{32}P dengan waktu paruh 14,3 hari dan ^{33}P dengan waktu paruh 25,3 hari. ^{32}P energi partikel β -nya lebih tinggi (1,7 MeV) dari pada ^{33}P (0,25 MeV)

^{32}P dan ^{33}P dapat dibuat dengan cara menembakan neutron pada senyawa yang mengandung ^{31}P , sesuai dengan reaksi berikut :



Proses pembuatan ^{33}P lewat proses ini lebih rumit dibandingkan pembuatan ^{32}P , sehingga harganya lebih mahal. Cara lain yang umum digunakan untuk membuat ^{33}P adalah dengan mengisolasi ^{33}S yang berasal dari hasil penembakan neutron pada ^{32}S stabil, dengan reaksi sebagai berikut :



Selanjutnya apabila belerang ^{33}S ini ditembak dengan elektron berenergi tinggi akan menghasilkan ^{33}P dengan reaksi sebagai berikut :



2.4. Pencacah Sintilasi Cair (Liquid Scintillation counter / LSC)

Sintilasi adalah peristiwa terlepasnya kelip-kelip cahaya dari dalam suatu zat tereksitasi langsung atau tidak langsung oleh suatu radiasi. Peristiwa ini dimanfaatkan untuk mengukur denyut-denyut radiasi dengan mencacah banyaknya kelipan cahaya⁶. Alat pencacah sintilasi cair merupakan alat yang sangat populer saat ini untuk deteksi dan kuantifikasi radioisotop, khususnya isotop pemancar β^- . Popularitas alat ini dikarenakan memiliki beberapa kelebihan, diantaranya efisiensi deteksinya tinggi, perbaikan dalam teknik preparasi, otomatisasi dan kapabilitas spektrometer yang memungkinkan pengujian lebih dari satu isotop.^{7,8} Alat ini bekerja atas dasar interaksi larutan senyawa organik yang dapat berfluoresensi jika berinteraksi dengan radiasi. Sifat ini diubah oleh tabung fotomultiplier (PMT) menjadi berkas elektron, selanjutnya diukur sebagai pulsa listrik.

Partikel β^- apabila melewati suatu bahan akan mentransfer energi kinetiknya pada saat menumbuk/menabrak medium sambil menghasilkan panas, ionisasi dan eksitasi molekul. Peristiwa eksitasi molekul larutan ini merupakan dasar dalam teknik sintilasi cair. Bilamana partikel β^- mengeksitasi molekul fluoresens komponen sintilator kemudian kembali ke keadaan dasar akan memancarkan foton fluoresensi yang dapat dideteksi oleh fotokatoda. Mekanisme penangkapan foton fluoresens oleh fotokatoda sebagai berikut :

partikel β^- + molekul sintilator \rightarrow sintilator tereksitasi.

molekul sintilator tereksitasi \rightarrow molekul sintilator + foton fluoresensi.

Foton fluoresensi \rightarrow fotokatoda.

Dalam sintilasi cair, sampel radioaktif bercampur dengan detektor sintilator yang berwujud cair. Bahan sintilator yang dimaksud adalah zat pelarut seperti toluena, xilen kumene, dioksan dan senyawa yang berfluoresensi (zat terlarut/solut, terdiri atas solut primer dan solut sekunder).

Sifat-sifat yang harus dimiliki oleh zat pelarut yang baik :

1. Dapat melarutkan solut dalam konsentrasi cukup
2. Dapat meneruskan energi dengan baik dari partikel β^- ke molekul zat terlarut
3. Mampu melarutkan cuplikan
4. Mempunyai titik beku yang rendah ($< 4^\circ\text{C}$)
5. Tidak mengandung racun (non-toksik)

Panjang gelombang fluoresensi pelarut-pelarut di atas berada di daerah ultraviolet (270 nm). Foton dengan panjang gelombang seperti ini tidak dapat melewati bahan gelas atau plastik dari vial yang digunakan. Karena itu perlu digunakan senyawa fluoresens lain yang dapat memindahkan atau mengubah panjang gelombang pelarut (270 nm) ke dalam daerah cahaya tampak (450 nm). Macam solut yang biasa digunakan antara lain terfenil, PBD (2-fenil-5-bifenil oksidiazol), dan PPO (2,5-difenil oksazol) adalah solut primer yang baik, mudah larut dalam pelarut dan harga relatif murah. Karena menghasilkan panjang gelombang foton yang terlalu pendek untuk respon tabung fotomultiplier (PMT) yaitu 370 nm maka diperlukan solut sekunder dalam larutan. Solut sekunder mengabsorpsi foton-foton yang

dipancarkan oleh solut primer dan memancarkan kembali foton-foton dengan panjang gelombang yang lebih panjang (450 nm) dan dapat ditangkap oleh tabung PMT Solut sekunder yang digunakan : POPOP (2,2-p fenilen bis-5-fenil oksazol)

Mekanisme transfer energi yang terjadi pada molekul-molekul di atas adalah sebagai berikut :

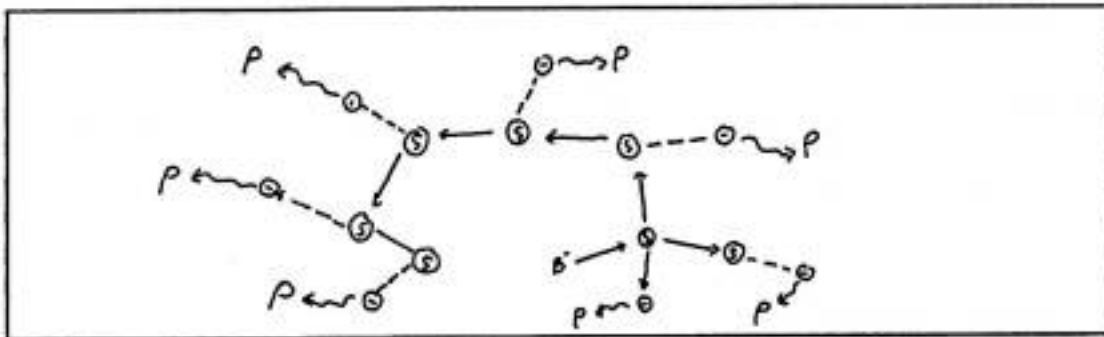
Partikel β^- + molekul pelarut \rightarrow molekul pelarut tereksitasi ($\lambda = 270$ nm)

Molekul pelarut tereksitasi + sintilator primer \rightarrow sintilator primer tereksitasi + molekul pelarut.

Sintilator primer tereksitasi + sintilator sekunder \rightarrow sintilator sekunder tereksitasi + sintilator primer.

Sintilator sekunder tereksitasi \rightarrow sintilator sekunder + radiasi foton ($\lambda = 450$ nm)

Ilustrasi sederhana tentang proses di atas dapat dilihat pada gambar :



Gambar 3. Ilustrasi sederhana proses yang terjadi pada sistem sintilasi cair.

Keterangan : β^- partikel Beta

⊙ molekul pelarut

⊙ molekul zat terlarut (fluor)

P foton yang dieksitasikan oleh sintilator

Cahaya sintilasi dari vial yang mengandung sumber radioaktif dan cairan sintilator dicacah oleh fotokatoda. Tahapan proses pencacahan β misalnya untuk β dengan energi 50 keV dapat dilihat di bawah ini

1 partikel β 50 keV \rightarrow 1 sintilasi dari 200 foton \rightarrow 20 fotoelektron (fotokatoda) \rightarrow 1 pulsa listrik, Amplitudo (A).

Arus listrik dari fotokatoda sangat lemah. Oleh karena itu elektron digandakan dalam tabung PMT dengan faktor 10^6 - 10^9 . Selanjutnya signal menuju PreAmplifier. Di sini dilakukan penguatan dan pembentukan pendahuluan. Kemudian Amplifier melakukan penguatan dan pembentukan akhir. Dari Amplifier signal mempunyai dua pilihan. Jika disalurkan ke pemilih tinggi pulsa maka secara elektronik dapat dipilih pulsa dengan ukuran tertentu dan mencatat jumlah pulsa tersebut dalam alat skala. Jika disalurkan ke dalam pemisah tinggi pulsa maka pemisahan dilakukan berdasarkan kelompok tinggi pulsa dan jumlah pulsa tiap kelompok dicatat.

2.4.1. Pemadaman (Quenching)

Persoalan yang kerap dihadapi dalam penggunaan LSC adalah adanya quenching (pemadaman fluoresensi). Pemadaman adalah peristiwa pengurangan efisiensi pada proses transfer dalam larutan sintilator. Pemadaman menyebabkan menurunnya cahaya keluaran tiap partikel konsekuensinya menghasilkan pulsa keluaran yang lebih kecil di dalam PMT atau tidak menghasilkan pulsa yang dapat terdeteksi. Dengan demikian efek akhir pemadaman adalah efisiensi deteksi.

Senyawa-senyawa yang dapat menyebabkan pemadaman, diklasifikasikan sebagai pemadam kimia dan pemadam warna.

1. Pemadaman kimia (Chemical Quenching) dihasilkan oleh senyawa-senyawa yang menangkap energi pada transfer energi antara molekul pelarut dan sintilator primer atau sintilator primer dan sintilator sekunder. Energi yang ditangkap dikembalikan dalam bentuk panas bukan cahaya fluoresensi.
2. Pemadaman warna (Color Quenching) dihasilkan oleh zat warna bahan-bahan biologis (seperti urine, darah, sayur-sayuran, dll). Zat-zat ini mengabsorpsi cahaya pada daerah tampak dan berkompetisi dengan proses transfer energi fluor sekunder dan menurunkan cahaya keluaran.

Untuk mengatasi hal-hal tersebut di atas perlu untuk memantau efisiensi pencacahan tiap sampel dan koreksi pemadaman dengan membuat sejumlah cuplikan baku yang telah diketahui aktivitasnya dan suatu koreksi pemadaman yang disebut kurva baku quench.

Salah satu cara mengkarakterisasi spektra tinggi pulsa adalah penentuan indeks spektra contoh (Spektral Indeks of Sample = SIS). Spektrometer sintilasi cair yang diproduksi oleh Packard dilengkapi alat pengukur SIS secara otomatis dari semua contoh yang dianalisis. Besarnya SIS menunjukkan besar kecilnya pemadaman. Nilai SIS kecil menunjukkan adanya pemadaman yang besar.



2.4.2. Teknik efisiensi jejak (Efficiency Tracing).

Metode yang baru dan handal untuk pencacahan radionuklida dengan LSC adalah teknik Efisiensi jejak. Metode ini mempunyai kelebihan dibanding analisis dpm konvensional.

1. Tidak memerlukan kurva quench untuk tiap nuklida yang akan dianalisa
2. Dapat digunakan secara efektif untuk semua pemancar β - murni dan β -gamma
3. Hanya menggunakan 1 standar ^{14}C tanpa pepadaman (unquench) untuk menentukan nilai dpm
4. Metodenya sederhana
5. Dapat menganalisa radionuklida yang berbeda dalam campuran.

Dasar postulat teknik Efisiensi jejak ini adalah jika standar dapat ditentukan dengan 100 % efisiensi maka sampel juga dapat ditentukan dengan 100 % efisiensi.

2.5. Pemupukan

Hasil penelitian para ahli telah menunjukkan bahwa tanaman terdiri dari air ($\pm 90\%$) dan bahan kering atau dry matter ($\pm 10\%$). Bahan kering terdiri dari bahan-bahan organik dan anorganik.¹⁰

Berdasarkan analisa, tanaman selama masa pertumbuhan/ perkembangan membutuhkan unsur hara esensial yang dapat digolongkan menjadi unsur hara makro yang terdiri dari C, H, O, N, P, K, Ca, Mg dan S dan unsur hara mikro. Unsur-unsur N, P, K merupakan unsur hara utama yang diperlukan dalam jumlah yang paling banyak.

Tidak semua unsur hara dapat menghambat pertumbuhan/ perkembangan tanaman dan produktifitasnya. Ketidaklengkapan salah satu atau beberapa zat hara tanaman makro dan mikro dapat dikoreksi atau diperbaiki dengan pupuk tertentu pada tanahnya.¹⁰

Menurut Sarief (1985) pupuk adalah setiap bahan yang diberikan ke dalam tanah atau disemprotkan pada tanaman dengan maksud untuk menambah unsur hara yang diperlukan oleh tanaman untuk meningkatkan produksi dan mutu hasil.

Pemberian pupuk, disamping menambah unsur hara ke dalam tanah juga merangsang aktifitas mikroorganisme untuk melakukan pembutiran terhadap butir-butir halus sehingga struktur tanah menjadi remah.

Data-data dasar yang perlu dicatat untuk eksperimen di lapangan dan rumah kaca dengan pupuk bertanda P.

1. Berat kering (Dry matter = DM) (1)

$$DM(\text{kg/ha} - \text{berat pupuk (kg)}) \times \frac{10.000 (\text{m}^3/\text{ha})}{\text{area yang dipanen (m}^2\text{)}}$$

2. Kandungan total nutrisi (% P dalam berat kering). dianalisa dengan metode kimia konvensional (spektrometer).

3. Aktifitas spesifik tanaman

$$AS = \text{Aktifitas (dpm) / total P (gr)} \quad (2)$$

4. Aktifitas spesifik pupuk

$$AS = \text{aktifitas (dpm) / berat pupuk (gr)} \quad (3)$$

5. Pupuk berlabel radioaktif yang digunakan dan banyaknya pemakaian.

$$\text{Hasil P tanaman (kg/ha)} = DM(\text{kg/ha}) \times \frac{\% P}{100} \quad (4)$$

$$\text{Hasil pupuk (kg/ha)} = \text{hasil P (kg/ha)} \times \frac{\% Pdf}{100} \quad (5)$$

dimana % Pdf = rasio P dalam tanaman yang berasal dari pupuk berlabel

$$= \frac{\text{As tanaman}}{\text{As pupuk}} \times 100 \quad (6)$$

$$\text{Pemakaian pupuk} = \frac{\text{penyerapan P}}{\text{banyaknya pemakaian P}} \times 100 \quad (7)$$

$$\text{Efisiensi pemupukan (\%)} = \frac{\text{jumlah nutrisi pada tanaman dari pupuk}}{\text{jumlah nutrisi yang digunakan sebagai pupuk}} \times 100$$

2.6. Fosfor Dalam Tanah dan Tanaman

2.6.1. Fosfor dalam tanah

Secara umum fosfor dalam tanah digolongkan ke dalam dua bentuk : bentuk anorganik yang dijumpai dalam bentuk ortofosfat (H_2PO_4^- dan HPO_4^{2-}) dan bentuk organik, terdapat dalam bentuk phytin, Asam nukleat dan fosfolipida.

Suatu sifat yang penting dari unsur ini adalah sangat stabil dalam tanah sehingga kehilangan akibat pencucian relatif tidak pernah terjadi, sedang tanaman hanya dapat menyerap P dalam bentuk yang tersedia. Bila kelarutan P dapat diperbesar maka jumlah yang sedikit saja akan segera memperlihatkan pengaruh yang positif terhadap pertumbuhan tanaman.

2.6.2. Fosfor dalam tanaman

Fosfor banyak terdapat dalam inti sel tanaman berupa unit-unit nukleotida. Sedangkan nukleotida merupakan ikatan yang mengandung P, sebagai penyusun RNA, DNA yang berperan dalam perkembangan sel tanaman.

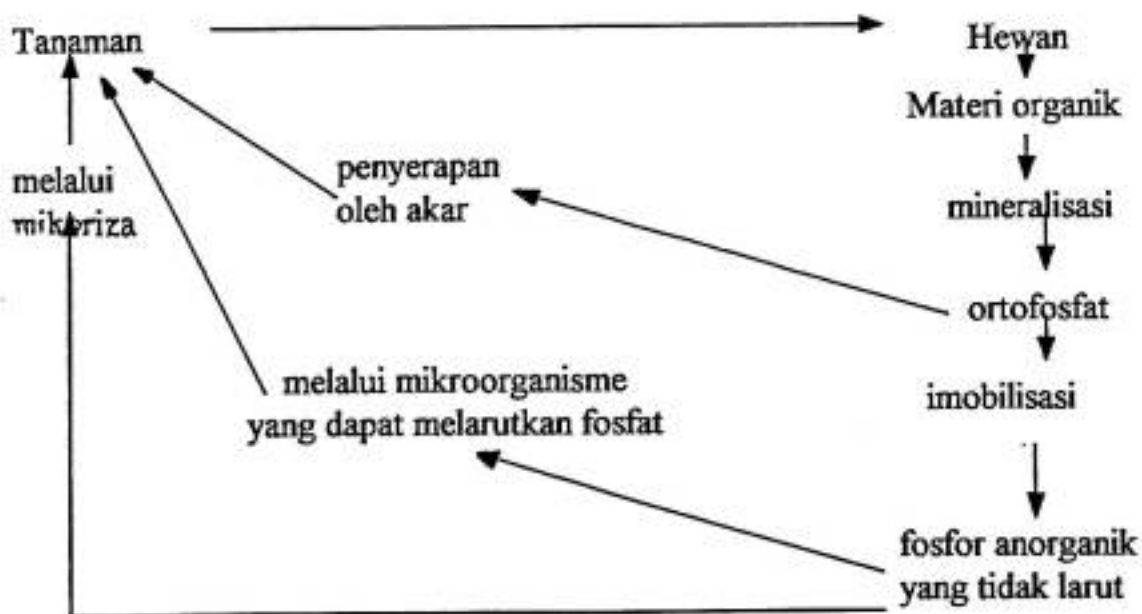
Secara umum, fungsi dari P dalam tanaman dapat dinyatakan sebagai berikut :

1. Dapat mempercepat pertumbuhan akar semai
2. Dapat mempercepat serta memperkuat pertumbuhan tanaman muda menjadi tanaman dewasa.

3. Dapat mempercepat penguangan dan pemasakan buah biji dan gabah.
4. Dapat meningkatkan produksi biji-bijian

Pada tanaman padi, P dapat memperkuat tubuh tanaman sehingga tidak mudah rebah.

Defisiensi unsur hara P akan menimbulkan hambatan pada pertumbuhan sistem perakaran, daun, batang. Seperti pada tanaman serelia, daun-daunnya berwarna hijau tua keabu-abuan, mengkilap, sering pula terdapat pigmen merah pada daun bagian bawah, selanjutnya mati. Tangkai tangkai daun kelihatan lancip, pembentukan buah jelek. merugikan hasil biji. Sebaliknya kadar P yang terlalu tinggi akan mengganggu sistem perakaran tanaman.



Gambar 4. Siklus fosfor



2.7. Kedelai (Glycine max Merr)

Taksonomi

Kingdom	: Plantae
Devisi	: Embryophyta Siphonogamae
Sub Devisi	: Angiospermae
Classis	: Dycotiledoneae
Ordo	: Rosales
Famili	: Leguminosae / Fabaceae
Sub Family	: Papilonoidea
Genus	: Glycine
Spesies	: <u>Glycine max</u> Merr

Kedelai termasuk jenis tanaman kacang-kacangan, yang merupakan sumber protein nabati dan sumber bahan dasar untuk industri. Kedelai adalah tanaman semusim, umurnya 70 - 100 hari tergantung jenis dan lingkungan tempatnya ditanam. Suhu pertumbuhan kedelai antara 10 - 38° C dan suhu optimum 30° C. Tanaman kedelai dapat diusahakan hampir pada berbagai jenis tanah. pH tanah yang cocok untuk kedelai adalah 5,8 - 7, namun pada pH 4,5 kedelai masih dapat tumbuh dengan baik.

Akar tanaman kedelai dapat bersimbiosis dengan bakteri *Rhizobium Japonicum* untuk mengikat Nitrogen dari udara. Di dalam bintil akar gas N_2 diolah menjadi senyawa-senyawa yang dapat digunakan oleh tanaman.

Fosfor dalam bentuk fosfat berpengaruh pada tanaman kedelai sebagai berikut : pemupukan dengan pupuk P akan menaikkan penambahan N_2 dan mempertinggi pula kadar P dalam bintil akar. Penambahan P jika kadar P-nya tak terlalu rendah akan menaikkan pula penambatan N_2 , tetapi jika pemberian itu terlalu tinggi akan mengurangi pengambilan P dengan demikian akan menurunkan pula penambatan N_2

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penanaman dilakukan di kebun percobaan Fakultas Pertanian. Analisis sampel dilakukan di laboratorium kimia radiasi fakultas MIPA dan laboratorium Kimia Tanah Fakultas Pertanian Universitas Hasanuddin.

3.2. Alat dan bahan

3.2.1. Alat yang digunakan :

1. Pot plastik
2. Kertas penyerap
3. Ayakan 20 mesh
4. Timbangan analitik
5. Pencacah sintilasi cair Tricab 1000 packard
6. Vial sintilasi
7. Kertas koran
8. Cawan porselin



9. Oven
10. Tanur
11. Labu takar 50 ml, 100 ml, 250 ml
12. Gelas piala 100 ml
13. Pipet 0,2-1 ml, 1-5 ml
14. Desikator
15. Sarung tangan
16. Erlemeyer 50 ml
17. Spektrometer UV-Vis Shimadzu
18. Kuvet
19. Corong
20. Kertas saring
21. Pengaduk
22. Penjepit tabung

3.2.2. Bahan yang digunakan

1. Tanah sawah Tamalanrea
2. $\text{KH}_2^{33}\text{PO}_4$
3. KH_2PO_4
4. Bibit kedelai varitas willis
5. Aquadest

6. Aquasol
7. Amonium molibdat 0,2 %
8. Amonium monovanadat 4%
9. Nitrometana
10. Larutan HCl 2N, 37%
11. Larutan HNO₃ 50%

3.3. Metode Penelitian

3.3.1. Penanaman

1. Persiapan tanah

Tanah yang digunakan adalah tanah yang diambil pada lapisan tanah olah (0-20 cm). Tanah terlebih dahulu dikeringanginkan, ditumbuk, diayak, kemudian dimasukkan ke dalam pot-pot plastik sebanyak 1 kg.

2. Penanaman dan pemupukan

Penanaman dilakukan dengan membenamkan bibit 4 biji per pot, setelah mulai berkecambah dilakukan penjarangan dengan meninggalkan 1 tanaman dalam pot, sekaligus dilakukan pemupukan dengan memipet larutan fosfor-33 sekitar 5 cm dikeliling tanaman

3.2 Penyiapan sampel

Sampel tanaman

- Tanaman dipotong ± 1 cm di atas permukaan tanah menggunakan gunting, potongan tanaman disimpan dalam lipatan kertas.
- Tanaman dari tiap pot dikeringkan dalam oven pada suhu 70°C , dinginkan dalam desikator, pengeringan diteruskan hingga tercapai berat kering konstan, ditimbang dengan timbangan analitik.
- Tanaman kering dipotong - potong kecil, ditempatkan dalam cawan porselin, diabukan dalam tanur pada suhu 600°C pengabuan dilakukan hingga tanaman seluruhnya menjadi abu berwarna putih.
- Abu tanaman dilarutkan dalam HCl 2N, dipanaskan di atas hot plate. Penambahan dengan HCl 2N diulangi, demikian pula pemanasan. Dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan aquadest.
- Filtrat ditempatkan dalam labu takar 50 ml, ditambah aquadest hingga tanda batas.

3.3.3. Analisa fosfor -33 pada sampel tanaman

Sampel dalam bentuk larutan homogen :

- dipipet 1 ml ke dalam vial sintilasi
- ditambahkan 15 ml larutan aquasol, lalu dikocok.

- dicacah dengan pencacah sintilasi cair.
- yang diukur oleh LSC adalah aktivitas sampel dalam satuan cacahan per menit (cpm) dan spektrum indeks sampel (SIS).

Prosedur operasi alat :

1. Periksa bahwa power sudah terpakai ke dalam sistem
2. Periksa bahwa power pada printer pada kedudukan ON.
3. Kalibrasi dan normalisasi self normalisation and calibration : (SNC).
 - Masukkan vial ^{14}C standar unquench (tanpa pemadam) ke lubang sampel.
 - Tekan tombol SNC pada keypad.
 - Proses kalibrasi dan normalisasi akan selesai ± 15 menit.
4. Masukkan vial sampel ke lubang sampel.
5. Tekan tombol CONV yang ada pada keypad. Conversation digunakan untuk program dan mengedit parameter protokol.
6. Jika protokol sudah selesai diprogram, tekan COUNT pada keypad. Proses pencacahan mulai berjalan.
7. Jika suatu protokol lain masih aktif, akhiri protokol yang sementara berjalan (pilih yes pada pertanyaan "terminate protocol ?") dan pilih protokol aktif yang baru.



A. Pembuatan kurva baku quench Fosfor.

Dibuat suatu seri larutan standar dengan komposisi sebagai berikut :

No	Standar ^{33}P (ml)	Nitrometana (ml)	Aquasol (ml)
1.	1	0,0	15,0
2.	1	0,1	14,9
3	1	0,2	14,8
4	1	0,3	14,7
5.	1	0,4	14,6
6.	1	0,5	14,5

Tiap vial diukur aktivitasnya dengan pencacahan sintilasi cair.

B. Pembuatan kurva baku ^{14}C unquench

Vial ^{14}C standar unquench yang telah tersedia oleh packard dicacah pada berbagai region energi 0-2000, 2-2000, 4-2000, 6-2000, 8-2000, 10-2000.

Selanjutnya sampel dicacah dengan region energi yang sama.

3.3.4. Analisis total fosfor pada tanaman dilakukan dengan metode spektrometri

1. Pembuatan pereaksi

Amonium monovanadate.

Larutkan 2 gr Amonium monovanadate dalam 250 ml air panas, didinginkan dan tambahkan 450 ml HCl 37%. Cukupkan dengan aquadest hingga volume 1 liter.

Amonium molibdat

Larutkan 40 gr amonium molibdat dalam cair panas. dinginkan. Cukupkan volume hingga 1 liter.

2. Pembuatan larutan induk fosfat

Keringkan KH_2PO_4 (BM = 136,09 gr/mol) pada suhu 105°C . Buat larutan 1000 ppm dari 4,39 gr KH_2PO_4 , dilarutkan hingga 1 liter dengan air suling.

3. Pembuatan kurva standar

Buat suatu seri larutan standar 0-20 ppm dari larutan stok fosfat. Pipet 5 ml aliquot larutan standar ke dalam labu takar 100 ml dan tambahkan 45 ml air, kemudian tambahkan 10 ml Amonium molibdat, 10 ml Amonium vanadat, 10 ml HNO_3 50 %. Cukupkan hingga volume 100 ml dengan aquadest. biarkan 10 menit. tentukan absorban tiap standar dengan spektrometer pada panjang gelombang maksimum.

4. Penetapan kadar total P

- Diambil aliquot 5 ml dari tiap larutan sampel dan dimasukkan ke dalam erlemeyer 100 ml.
- Dilarutkan dengan 45 ml air suling, tambahkan 10 ml HNO₃ 50 %, 10 ml Amonium molibdat, 10 ml Amonium vanadat, encerkan hingga volume 100 ml dengan air suling dan campur.
- Diamkan ± 10 menit dan ukur absorban. Baca konsentrasi P dalam ppm dari kurva kalibrasi.

3.4. Pengolahan data

1. Pembuatan kurva standar fosfor -33

Kurva standar merupakan plot antara nilai SIS dari larutan standar dalam berbagai variasi volume pemadam dengan nilai efisien pengukuran (E), nilai E diperoleh dari hasil bagi antara cpm (count per minute) dengan dpm (disintegration per minute). Nilai dpm diambil dari nilai cpm larutan yang tidak ditambahkan pemadam.

Rumus untuk menghitung E adalah :

$$E = \frac{cpm}{dpm}$$

cpm = cacahan per menit

dpm = peluruhan per menit.

2. Penentuan aktivitas sampel

Hasil pengukuran SIS sampel diplotkan terhadap E pada kurva standar sehingga diperoleh efisiensi pengukuran sampel. Aktivitas sampel (dalam dpm) dihitung dari rumus :

$$dpm_s = \frac{cpm_s}{E_s}$$

dimana :

dpm_s = nilai dpm sampel

cpm_s = nilai cpm sampel

E_s = Efisiensi pengukuran sampel

- Metode kurva koreksi

Dari kurva baku quench diperoleh aktivitas tiap larutan standar. Nilai-nilai ini diplotkan dengan efisiensinya. Nilai dpm terhitung diperoleh dari aktivitas ^{33}P tanpa penambahan pemadam (vial no. 1).

- Metode efisiensi jejak

Nilai pencacahan ^{14}C standar unquench diplotkan dengan efisiensinya (E). Efisiensi diperoleh dari hasil bagi cpm dengan dpm. Dpm merupakan koreksi nilai dpm yang tertera di vial (124300 dpm) diperhitungkan waktu paruhnya. (contoh perhitungan di lampiran). Efisiensi pencacahan ini digunakan juga untuk fosfor -33. Penarikan garis hubungan cpm vs E diteruskan hingga efisiensi 100%. Tentukan dpm yang diperoleh (dpm terhitung).

Nilai dpm dari metode kurva koreksi dan efisiensi jejak, merupakan dpm terhitung. Selanjutnya kontrol dimasukkan ke dalam vial larutan stok fosfor-33 dan cacah kembali aktivitasnya (dpm sebenarnya) dengan kedua metode yang sama. Masing-masing dihitung recoverynya.

$$\text{Recovery} = \frac{\text{dpm terhitung}}{\text{dpm sebenarnya}}$$

3. Analisis total fosfor

1. Pembuatan kurva standar

Hasil pengukuran serapan larutan standar P diproyeksikan terhadap harga konsentrasi masing-masing larutan standar. Untuk meluruskan garis yang diperoleh digunakan persamaan garis regresi, yaitu

$$Y = a + bx$$

dimana :

Y = Serapan (A)

X = Kadar fosfor (ppm)

a = Suatu tetapan

b = $\text{tg } \alpha$

Nilai-nilai a dan b dapat dihitung dengan persamaan :

$$a = \frac{\sum Y - b \sum X}{N}$$

$$b = \frac{N \sum XY - \sum X \cdot \sum Y}{N \cdot \sum X^2 - (\sum X)^2}$$

dengan N adalah jumlah data

2. Penentuan kadar total fosfor

Konsentrasi fosfor (dalam ppm) dapat dibaca plot Absorban contoh pada kurva kalibrasi.

$$\begin{aligned} \text{ppm P } (\mu\text{g P/g}) &= \text{ppm dari kurva standar} \times \text{faktor pengenceran.} \\ &= (\text{ppm}) (50 \text{ ml}/5\text{ml}). \end{aligned}$$

total fosfor (dalam mg) dihitung dari ppm P dikali berat kering (gr).

$$\text{total P (mg)} = (\mu\text{g P/gr}) (\text{berat kering, g}) (10^{-3} \text{ mg}/\mu\text{g}).$$

4. Aktivitas spesifik contoh tanaman dan pupuk (specific Activity = SA)

SA tanaman = Aktivitas ^{33}P /total fosfor dalam tanaman

SA tanah = Aktivitas ^{33}P /total fosfor dalam pupuk.

5. Rasio penyerapan pupuk oleh tanaman (% Pdf)

$$\% \text{ Pdf} = \frac{SA \text{ tanaman}}{SA \text{ pupuk}} \times 100\%$$

$$\text{Perolehan P} = \text{berat kering} \times \frac{\% \text{ P}}{100}$$

$$\text{Pemakaian P} = \text{Perolehan} \times \frac{\% \text{ Pdf}}{100}$$

6. Efisiensi pemupukan P

$$\frac{\text{Pemakaian P}}{\text{banyaknya pemberian pupuk.}} \times 100$$

BAB IV

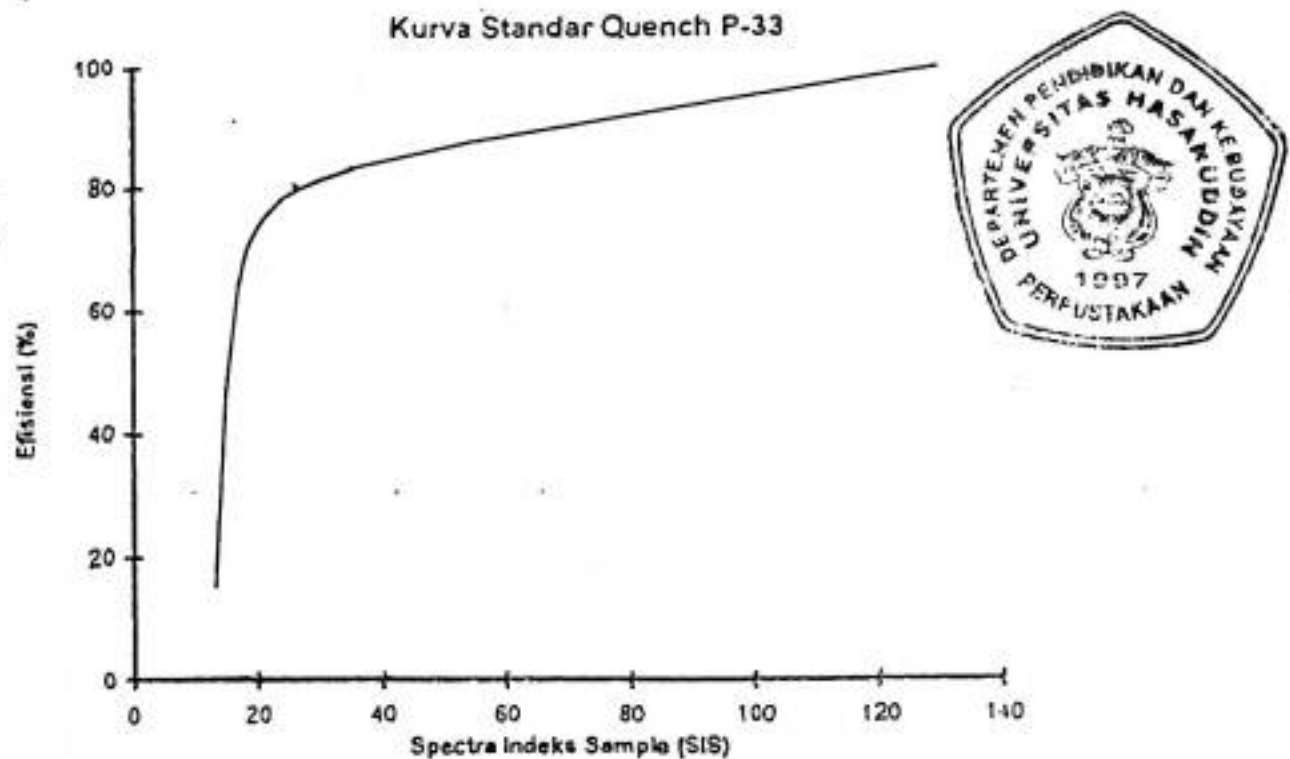
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pencacahan aktivitas larutan standar ^{33}P menggunakan LSC diperoleh dalam satuan cacahan per menit (cpm) dan spektra indeks sampel (SIS), datanya dapat dilihat pada tabel berikut:

No	cpm	SIS	Efisiensi (%)
1	4683,33	129,520	100
2	3771,33	28,118	80,52
3	2495,33	15,660	53,28
4	1530,33	13,722	32,72
5	873,67	13,712	18,65
6	486,33	13,353	10,38

Tabel 2. Hasil pencacahan aktivitas larutan standar ^{33}P .

Dari hubungan E dan SIS dapat terlihat, penambahan pemadam dalam jumlah yang kecil saja (0,1 ml), akan mempengaruhi (menurunkan) nilai spektra indeks sampel dan efisiensi pengukuran. Nilai SIS merupakan koreksi terhadap pemadaman, yaitu gangguan terhadap proses transfer energi antara radiasi yang diberikan dan pelarut atau dari pelarut dan sintilator, yang terjadi dalam larutan yang akan dianalisis. Nilai SIS diplotkan dengan efisiensi pengukuran, diperoleh kurva standar ^{33}P .



Aktivitas ^{33}P sampel tanaman kedelai (*Glycine max* Merr) menggunakan metode kurva koreksi dalam satuan cpm diperoleh dengan memproyeksikan nilai SIS sampel dengan nilai E dari kurva standar. Aktivitas sampel diperoleh dengan membagi cacahan dengan Efisiensi.

$$\text{dpm}_{\text{sampel}} = \frac{\text{cpm}_{\text{sampel}}}{E_{\text{sampel}}}$$

Nilai aktivitas ^{33}P sampel dapat dilihat pada tabel berikut:

Sampel	cpm	SIS	Efisiensi (%)	dpm/ml
	113,00	99,311	86,91	1625,00
1	84,00	97,711	85,96	1221,49
2	87,67	98,522	86,45	1267,68
3	105,33	101,77	88,37	1489,90
4				

Tabel 3. Hasil pencacahan ^{33}P dengan metode kurva koreksi

keterangan * nilai dpm sampel dikali faktor pengenceran (25)

Dpm sampel berkisar antara 1221,49 dan 1625. Nilai ini masih jauh lebih besar dari dpm kontrol yaitu 42,55 dpm/ml.

Pada metode efisiensi jejak, nilai aktivitas ^{33}P sampel ditentukan berdasarkan efisiensi dari ^{14}C standar tanpa pemadam (unquench) yang telah dikoreksi terhadap waktu paruhnya (contoh perhitungan pada lampiran 2). Tabel berikut ini memperlihatkan nilai cpm dan efisiensi ^{14}C standar tanpa pemadam pada berbagai daerah energi.

Region energi	cpm	E (%)
0-2000	119511	96,228
2-2000	118725	95,59
4-2000	116141	93,51
6-2000	113269	91,20
8-2000	110217	88,74
10-2000	107180	86,29

Tabel 4. Nilai cpm dan E standar ^{14}C unquench

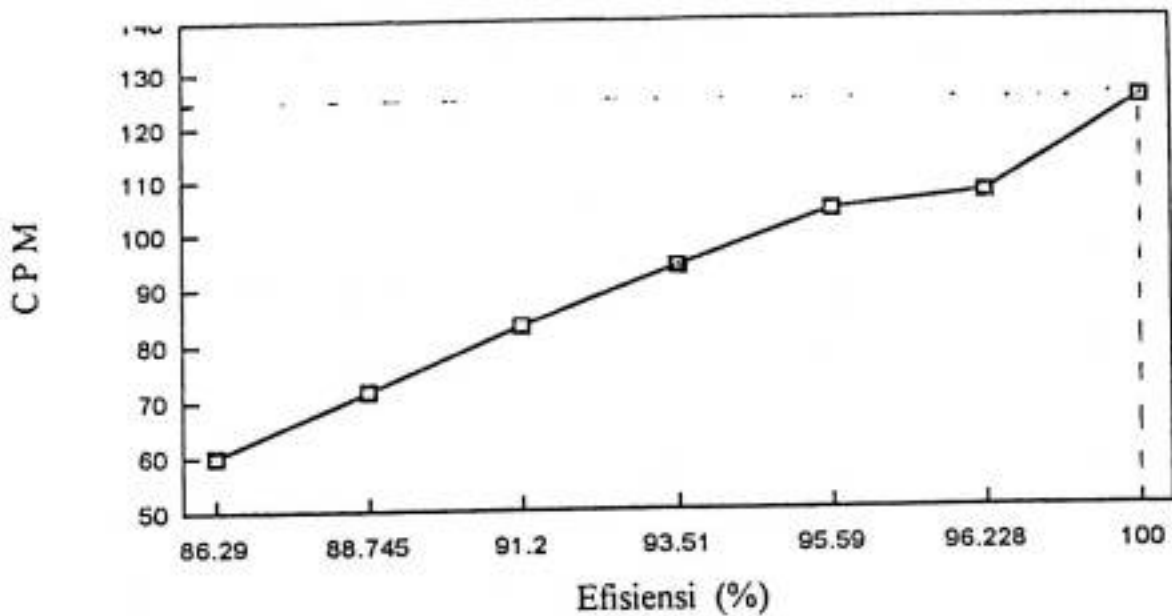
Dasar postulat metode efisiensi jejak adalah jika standar dapat ditentukan aktivitasnya pada efisiensi 100% maka sampel juga dapat ditentukan aktivitasnya pada efisiensi 100%.

Sampel	Region energi						dpm/ml*
	0-2000	2-2000	4-2000	6-2000	8-2000	10-2000	
1	143,67	71,00	64,33	56,67	55,00	54,00	1525,0
2	106,60	68,33	62,33	56,00	54,33	53,33	1212,5
3	101,00	81,67	75,33	55,67	53,67	52,33	1325
4	133,00	89,33	83,00	74,00	70,67	69,00	1400

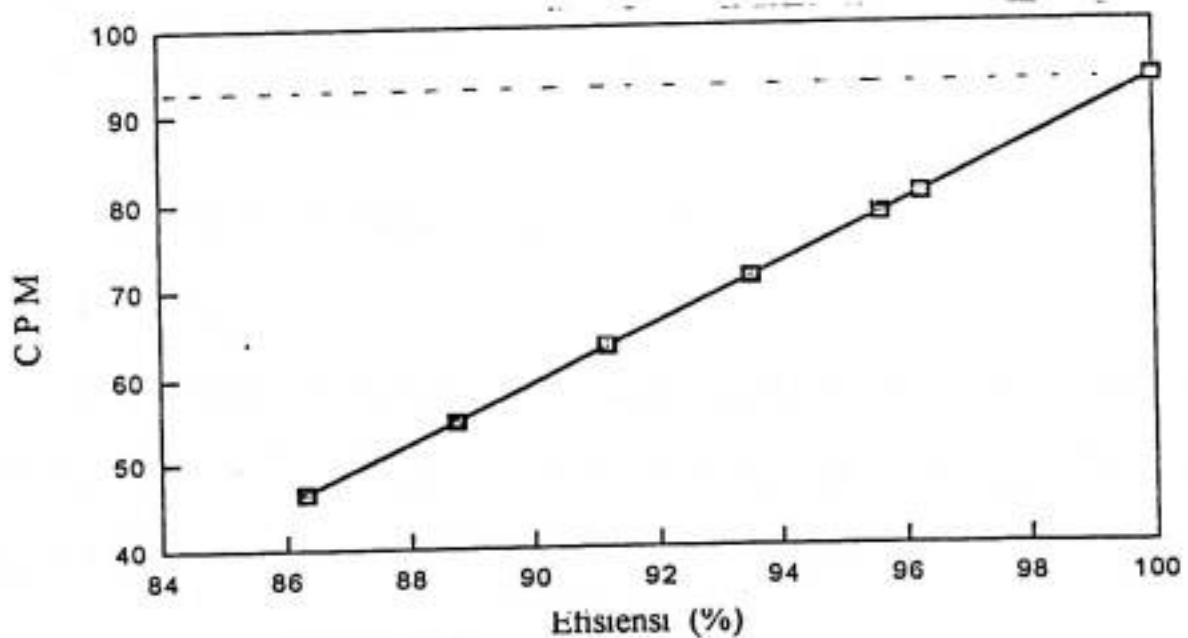
Tabel 5. Aktivitas ^{33}P pada sampel dengan metode efisiensi jejak.

keterangan * Nilai dpm sampel dikalikan faktor pengenceran (25)

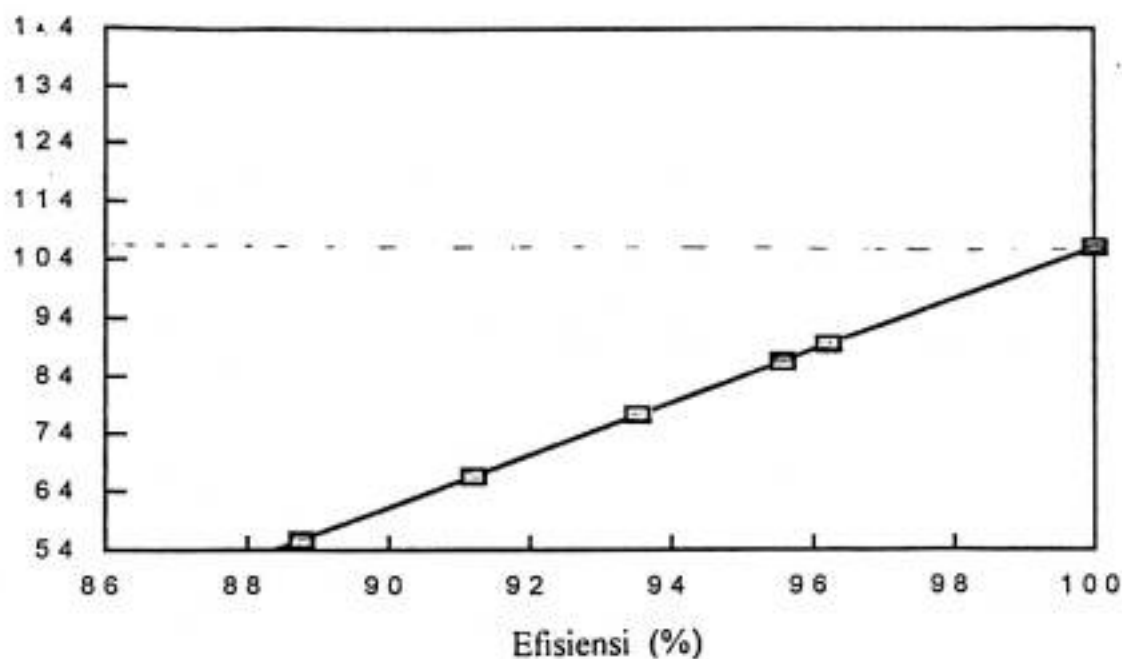
Garis hubungan pada kurva antara cpm sampel dalam berbagai daerah energi dengan efisiensi diteruskan hingga efisiensi mencapai 100%. Kurva efisiensi jejak dapat dilihat di bawah ini.



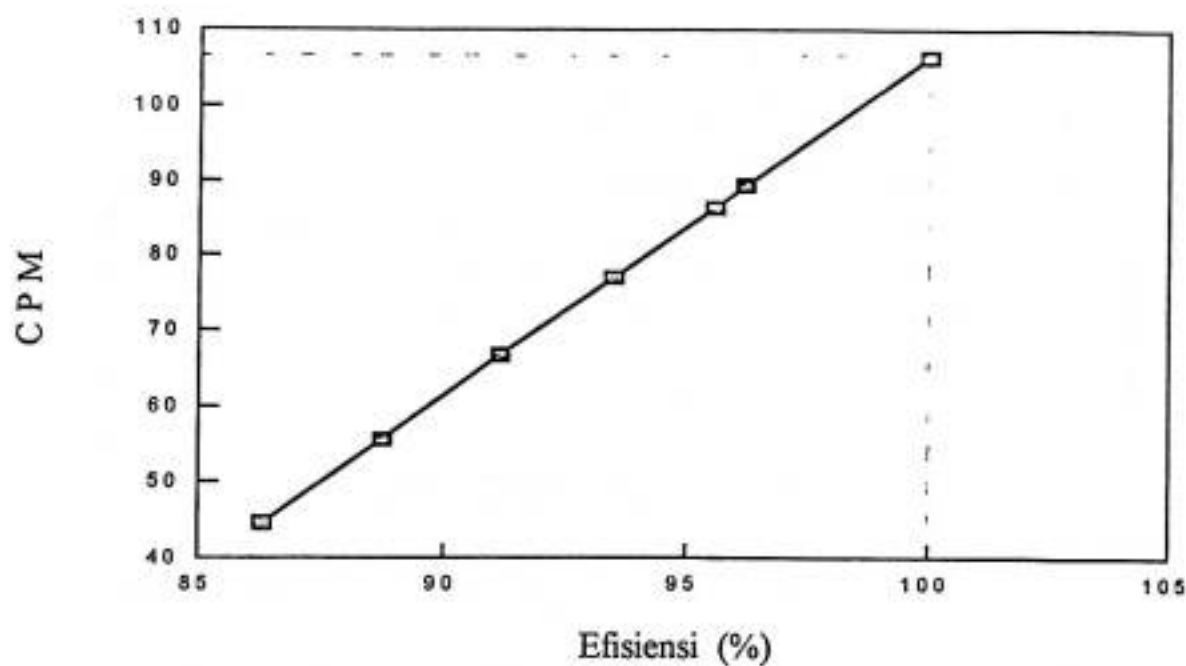
Gambar 6. Kurva efisiensi jejak sampel 1



Gambar 7. Kurva efisiensi jejak sampel 2



Gambar 8. Kurva efisiensi jejak sampel 3



Gambar 9. Kurva efisiensi jejak sampel 4

Recovery

Recovery (perolehan kembali) pencacahan aktivitas ^{33}P diperoleh dari hasil perbandingan dpm ^{33}P tanpa pemadam (dpm sebenarnya) dengan dpm ^{33}P yang dicacah dalam media kontrol (dpm terukur).

$$\text{Recovery} = \frac{\text{dpm terukur}}{\text{dpm sebenarnya}}$$

Data % Recovery dapat dilihat pada tabel 6

dpm ³³ P sebenarnya	dpm ³³ P terukur	Recovery (%)
2043	2047,8	100,23
2088	1952,2	93,5
2058	2023,3	98,32
2058	2019,4	98,13
2086	2060,5	98,77

Tabel 6. Recovery dengan metode kurva koreksi

Angka recovery menggunakan metode kurva koreksi berkisar antara 93,5% dan 100,23%. Rata-rata recovery adalah 97,778 % dengan standar deviasi 2,53

Recovery menggunakan metode efisiensi jejak dapat dilihat pada tabel 7.

dpm ³³ P sebenarnya	dpm ³³ P terukur	Recovery (%)
2415,19	1830,32	74,60
	1966,67	80,23
	2101,05	85,70
	2313,30	94,37

Tabel 7. Recovery dengan metode efisiensi jejak.

Rata-rata recovery 83,725 % dengan standar deviasi 8,42

Walaupun terlihat antara kedua metode mempunyai perbedaan angka recovery yang besar namun ternyata dari hasil uji t antara recovery metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak memberikan hasil t hitung lebih kecil dari hasil tabel. Hal ini menunjukkan antara kedua metode tersebut tidak ada perbedaan yang nyata.



Aplikasi pada efisiensi pemupukan.

Hasil pencacahan aktivitas fosfor - 33 menggunakan metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak digunakan pada perhitungan efisiensi pemupukan (contoh perhitungan di lampiran 2), datanya dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Sampel	Metode	
	Kurva koreksi (%)	Efisiensi jejak (%)
1	16,34	15,332
2	12,28	12,190
3	12,70	13,326
4	14,98	14,081

Tabel 8. Efisiensi pemupukan.

Hasil % Recovery antara metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak tidak memperlihatkan perbedaan yang nyata. Dalam pemilihan metode yang akan digunakan dalam suatu pencacahan yang perlu diperhatikan adalah waktu dan biaya yang diperlukan serta ketersediaan nuklida tersebut. Metode kurva koreksi memerlukan kurva standar quench untuk tiap nuklida yang akan dianalisis, sehingga memerlukan waktu yang lebih banyak.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Recovery (perolehan kembali) pencacahan fosfor-33 pada tanaman kedelai dengan metode kurva koreksi : rata-rata 97,788 % dengan simpangan 2,53 dan metode efisiensi jejak 83,725 % simpangan 8,42.
2. Hasil uji t nilai recovery antara kedua metode menunjukkan tidak ada perbedaan yang nyata
3. Efisiensi penyerapan fosfor pada tanaman kedelai berdasarkan metode kurva koreksi, 16,34 %, 12,28 %, 12,742 %, 14,985 %, sedangkan efisiensi jejak : 15,3319 %, 12,1903 %, 13,3263 %, 14,0809 %.
4. Hasil uji t efisiensi penyerapan fosfor antara metode kurva koreksi dan metode efisiensi jejak menunjukkan tidak ada perbedaan yang nyata

5.2 Saran

Hendaknya dilakukan recovery pada macam-macam pepadam, jenis vial dan volume pepadam

DAFTAR PUSTAKA

1. Badan Tenaga Atom Nasional. 1993. Laporan Visual Pelita V. Nuklir menyongsong era industrialisasi. Jakarta.
2. Depdikbud, 1993. Kamus kimia Inti dan Radiokimia. Jakarta.
3. Messler, M. J. 1989. Liquid Scintillation Analysis, Science and Technology. Packard Instrument Co. USA.
4. Harris, M. 1988. Pengaruh pemberian N, P, K dan S terhadap pertumbuhan tanaman kedelai (*Glycine max merr*) pada tanah mediteran merah kuning Tamalanrea. (Skripsi). Jurusan ilmu tanah, fak. pertanian. UNHAS.
5. L'Annunziata, M.F. 1979. Radiotracers in Agricultural Chemistry, International Atomic Energy Agency. Mienna Austria.
6. Salam, M. Zakir. 1995. Penentuan aktivitas sulfur-35 dalam organ tumbuhan eceng gondok (*Eichornia crassipes*) dengan metode pencacah sintilasi cair. (skripsi). MIPA UNHAS.
7. Noor, Alfian, Nurlina Kasim, M. F. L'Annunziata. App. Radiat. Isot. vol. 46, no.8. Application of pulse Height Spectral Analysis Double Lable Counting of ^{32}P - ^{35}S . Elsevier science Ltd. Great Britain. 1995.
8. Middle boe, V. et al., 1986. Tracer Manual on Crop and Soil. Internasional Atomic Energy, Agency, Vienna.
9. Slatter, R. J., 1990. Radioisotopes in Biology. A Practical Aproach. Oxford University. New York.
10. Sutejo. Mul Mulyani., 1994. Pupuk dan Cara Pemupukan. Rineka Cipta. Jakarta.
11. Tirtasunata, Aida., 1995. Serapan dan Batas Kritis P pada Berbagai Umur Tanaman Padi Gogo pada Tanah Mediteran Pannara. (Skripsi). Jur. Ilmu Tanah, Fak. Pertanian. UNHAS.

12. Wang, C.H. et al., 1975. **Radiotracers Methodology in the Biological, Environmental and Physical Science.** Prantice-Hall. In. New Jersey.
13. Helrich, Kenneth., 1990. **Official Methods of Analysis Association of Official Analytical Chemist, Inc. USA.**

Lampiran 1

Hasil pengukuran serapan larutan standar P

No.	Konsentrasi (ppm)	Serapan
1.	0	0
2.	2	0,34
3.	4	0,37
4	6	0,40
5.	8	0,43
6.	10	0,46
7.	15	0,54
8.	20	0,62

Persamaan garis regresi :

$$Y = a + bx$$

dengan

$$Y = \text{serapan (A)}$$

$$x = \text{kadar total fosfor (ppm)}$$

$$a = 0,205$$

$$b = 0,0252$$

sehingga persamaan garis regresinya :

$$Y = 0,205 + 0,0252 x$$

Lampiran 2

Contoh perhitungan koreksi dpm

dpm yang tertera di vial dari Packard = 124300 dpm. Waktu paruh : 5730 tahun pada tanggal 28 Agustus 1989.

Pencacahan pada tanggal 28 Mei 1996. $t = 7$ tahun.

$$\frac{t}{t^{1/2}} = \frac{7 \text{ tahun}}{5730 \text{ tahun}} = 1,22 \cdot 10^{-3}$$

$$A = A_0 e^{-\lambda t} = \frac{0,693}{t^{1/2}}$$

$$A = A_0 e^{-0,00084659 t}$$

$$A = 124300 \cdot e^{-0,00084659 \cdot 7}$$

$$A = 124194,8134 \text{ dpm.}$$



Lampiran 3

Contoh perhitungan aktivitas spesifik fosfor-33

$$\begin{aligned}\text{kadar total fosfor} &= 9,8 \cdot 10^{-4} \\ \text{Cacahan} &= 1825 \\ \text{SIS} &= 97,457\end{aligned}$$

Efisiensi pengukuran (dari kurva standar): 85,8 %
Aktivitas dalam satuan dpm

$$\begin{aligned}\text{dpm} &= \text{cpm} / E \\ &= 1825 / 0,858 \\ &= 2127,04\end{aligned}$$

Aktivitas dalam satuan μCi

$$1 \mu\text{Ci} = 2,22 \cdot 10^6 \text{ dpm}$$

$$\begin{aligned}2127,04 \text{ dpm} &= 2127,04 \text{ dpm} \times \frac{1 \mu\text{Ci}}{2,22 \cdot 10^6 \text{ dpm}} \\ &= 9,5812 \cdot 10^{-4} \mu\text{Ci}\end{aligned}$$

Aktivitas spesifik ($\mu\text{Ci}/\text{mg S}$)

$$\begin{aligned}&= 9,5812 \cdot 10^{-4} \mu\text{Ci} / 9,8 \cdot 10^{-4} \text{ mg S} \\ &= 0,9776 \mu\text{Ci}/\text{mg S}\end{aligned}$$

Lampiran 4

Perhitungan aktivitas spesifik , Rasio penyerapan, efisiensi penggunaan pupuk P

$$1. \text{ Aktivitas spesifik} = \frac{\text{aktivitas (dpm / ml)}}{\text{total P (mg / ml)}}$$

$$\text{Contoh : } \frac{1625,245 \text{ dpm / ml}}{51.10^3 \text{ mg / ml}} = 31793,364 \text{ dpm / mg}$$

Kurva koreksi

Sampel	Aktivitas (dpm/ml)	Total P (mg / ml)	AS (dpm / mg)
1	1625,245	$51,12.10^{-3}$	31793,364
2	1221,495	$54,00.10^{-3}$	22620,270
3	1267,685	$49,00.10^{-3}$	25871,120
4	1489,900	$53,32.10^{-3}$	27942,610

Efisiensi jejak

Sampel	Aktivitas (dpm/ml)	Total P (mg / ml)	AS (dpm / mg)
1	1525	$51,12.10^{-3}$	29832,350
2	1212	$54,00.10^{-3}$	22453,700
3	1325	$49,00.10^{-3}$	27040,800
4	1400	$53,32.10^{-3}$	26256,560

Untuk Pupuk

Aplikasi tanggal 8 mei 1996 digunakan 30 ml

Pengukuran tanggal 23 juli 1996. $A = 2066,6$ dpm / ml

$$\frac{t}{\frac{1}{\frac{t}{2}}} = \frac{76}{25,3} = 3,0039$$

$$A = A_0 \cdot e^{-\lambda t}$$

$$A_0 = \frac{A}{e^{-\lambda t}} = \frac{2066,6}{e^{-0,693 \cdot 3,0039}}$$

$$= 16570,226 \text{ dpm}$$

P total pupuk = 0,3304 mg / ml

$$\text{Aktivitas spesifik pupuk} = \frac{16570,226 \text{ dpm / ml}}{0,3304 \text{ mg / ml}} = 50152,015 \frac{\text{dpm}}{\text{mg}}$$

$$2. \text{ Rasio penyerapan pupuk (\% Pdf) } = \frac{\text{SA tanaman}}{\text{SA pupuk}} \times 100$$

Sampel	Kurva koreksi (%)	Efisiensi jejak (%)
1.	63,393	59,4800
2.	45,1034	44,7700
3.	51,5850	53,9176
4.	55,7158	52,3530

$$3. \text{ Perolehan P } = \frac{\% P}{100} \times \text{berat kering}$$



Larutan sampel diencerkan hingga 50 ml, hingga total P (mg/ml) dikalikan dengan 50 ml. Untuk memperoleh % P, total P dibagi dengan berat sampel pada penelitian ini, berat kering sampel = berat sampel.

Sampel	Total P (mg)	Berat kering (mg)	% P	Perolehan P (mg/pot)
1	2,55595	329,9	0,7747	2,555
2	2,700	366,2	0,7373	2,699
3	2,450	295,0	0,8306	2,450
4	2,666	352,6	0,7561	2,666

4. Hasil Pemupukan P/ pot = perolehan P, mg / pot x $\frac{\%P_{dff}}{100}$

Contoh : $2,555 \text{ mg / pot} \times \frac{63,393}{100} = 1,6197 \text{ mg / pot}$

Sampel	Kurva Koreksi (mg / pot)	Efisiensi jejak (mg / pot)
1	1,617	1,519
2	1,217	1,208
3	1,263	1,321
4	1,4854	1,396

Banyaknya pemakaian pupuk P 30 ml / pot

$0,3304 \text{ mg / ml} \times 30 \text{ ml} = 9,912 \text{ mg P / pot}$

5. Efisiensi pemupukan = $\frac{\text{hasil pemupukan P}}{\text{banyaknya pemakaian P}} \times 100$

Contoh : $\frac{1,6197 \text{ mg / pot}}{9,912 \text{ mg / pot}} \times 100 = 16,43 \%$

Sampel	Kurva Koreksi (%)	Efisiensi jejak (%)
1	16,43	15,33
2	12,28	12,19
3	12,74	13,32
4	14,98	14,08



Lampiran 5

Uji t untuk dua harga pukul rata

Rumus untuk uji t adalah

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\frac{S_1^2}{N_1} + \frac{S_2^2}{N_2}}}$$

dimana

x = nilai pukul rata semua pengamatan

N = banyaknya pengamatan

$$S^2 = \text{variansi} = \frac{\sum(x-x)^2}{N-1}$$

Apabila t yang dihitung lebih kecil dari nilai t tabel pada P tertentu dan DB tertentu, maka tidak ada perbedaan yang nyata antara kedua nilai pukul rata yang diuji.

P - DB	t				
	0,10	0,05	0,02	0,01	0,001
1	6,31	12,71	31,82	63,66	636,60
2	2,92	4,30	6,97	9,93	31,60
3	2,35	3,18	4,54	5,84	12,94
4	2,13	2,78	3,75	4,60	8,61
5	2,02	2,57	3,37	4,03	6,86
6	1,94	2,45	3,14	3,71	5,96
7	1,90	2,37	3,00	3,50	5,41
8	1,86	2,31	2,90	3,36	5,04
9	1,83	2,26	2,82	3,25	4,78
10	1,81	2,23	2,76	3,17	4,59
11	1,80	2,20	2,72	3,11	4,44
12	1,78	2,18	2,68	3,06	4,32
13	1,77	2,16	2,65	3,01	4,22
14	1,76	2,15	2,62	2,98	4,14
15	1,75	2,13	2,60	2,95	4,07
16	1,75	2,12	2,58	2,92	4,02
17	1,74	2,10	2,57	2,90	3,97
18	1,73	2,09	2,55	2,88	3,92
19	1,73	2,09	2,54	2,86	3,88
20	1,73	2,08	2,53	2,85	3,85
21	1,72	2,07	2,52	2,83	3,82
22	1,72	2,07	2,51	2,82	3,79
23	1,71	2,06	2,50	2,81	3,77
24	1,71	2,06	2,49	2,80	3,75
25	1,71	2,06	2,48	2,79	3,73
26	1,71	2,05	2,48	2,78	3,71
27	1,70	2,05	2,47	2,77	3,69
28	1,70	2,04	2,47	2,76	3,67
29	1,70	2,04	2,46	2,76	3,66
30	1,70	2,04	2,46	2,75	3,65

Lampiran 6

Hasil Uji t Metode Kurva Koreksi dan Metode Efisiensi Jejak

$$\bar{x}_1 = 14,08675$$

$$\bar{x}_2 = 13,73235$$

$$N_1 = 4$$

$$N_2 = 4$$

$$s_1^2 = \frac{\sum (x - \bar{x})^2}{N - 1} = \frac{10,9566}{3} = 3,65221$$

$$s_2^2 = \frac{\sum (x - \bar{x})^2}{N - 1} = \frac{5,22274}{3} = 1,7409$$

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{N_1} + \frac{s_2^2}{N_2}}}$$

$$t = \frac{14,08675 - 13,73235}{\sqrt{\frac{3,65221}{4} + \frac{1,7409}{4}}} = \frac{0,3544}{1,161153} = 0,3052$$

Jika t perhitungan $<$ t tabel, maka tidak ada perbedaan yang nyata antara 2 nilai uji.

$$t = 0,3052 < t \text{ tabel} \longrightarrow \text{tidak ada perbedaan nyata.}$$