

## PENENTUAN UMUR STALAGMITE GUA NJIRAK TRENGGALEK JAWA TIMUR DENGAN $^{14}\text{C}$

Satrio<sup>1</sup>, Noor Rokhma S.<sup>2</sup>, Zainal Abidin<sup>1</sup>, Syafalni<sup>1</sup>, Paston<sup>1</sup> dan Djiono<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Puslitbang Teknologi Isotop dan Radiasi, BATAN, Jakarta

<sup>2</sup> Jurusan Fisika, Institut Teknologi Bandung, Bandung

### ASBTRAK

**PENENTUAN UMUR STALAGMITE GUA NJIRAK JAWA TIMUR DENGAN  $^{14}\text{C}$ .** Telah dilakukan analisis  $^{14}\text{C}$  terhadap stalagmite ( $\text{CaCO}_3$ ) yang berasal dari gua Njirak, Trenggalek, Jawa Timur. Metode penentuan umur stalagmite dengan  $^{14}\text{C}$  diawali dengan pencucian sampel, pengeringan sampel dalam oven hingga temperatur 200 °C dan proses penghalusan menjadi sampel bubuk. Sebanyak 45 gram sampel yang telah dihaluskan tersebut direaksikan dengan HCl 10 % sehingga didapat  $\text{CO}_2$ .  $\text{CO}_2$  yang diperoleh disintesis menjadi benzena ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ) pada alat sintesis benzena yang siap dicacah kandungan  $^{14}\text{C}$ -nya dengan pencacah sintilasi cair. Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan umur dari beberapa sampel stalagmite. Aktivitas dan umur ditentukan menggunakan data-data cacahan latar belakang, sampel dan standar yang dihasilkan. Berdasarkan data cacahan, koreksi  $^{13}\text{C}$  dan hasil perhitungan diperoleh informasi bahwa umur stalagmite kecil pada bagian tengah dan dasar masing-masing  $2340 \pm 270$  tahun dan  $2895 \pm 240$  tahun. Sedangkan umur stalagmite besar pada bagian tengah dan dasar masing-masing  $2425 \pm 290$  tahun dan  $3355 \pm 270$  tahun.

### ABSTRACT

**STALAGMITE AGE DETERMINATION OF NJIRAK CAVE EAST JAVA USING  $^{14}\text{C}$ .** It  $^{14}\text{C}$  analysis of stalagmite derived from Njirak cave, Trenggalek, East Java had been carried out. To determine its age, the sample that will be analyzed was cleaned with water, dried in an oven at a temperature about 200 °C and grinded to powder. 45 grams of sample was reacted with HCl 10 % to produce  $\text{CO}_2$ . The  $\text{CO}_2$  is then synthesized to become  $\text{C}_6\text{H}_6$  in a benzene synthesis unit. The radioactivity of  $^{14}\text{C}$  in the benzene is determined using liquid scintillation counter. The corrected age using  $^{13}\text{C}$  shows that the age of small stalagmite is  $2340 \pm 270$  years and  $2895 \pm 240$  years in the middle part and base part respectively. While the age of large stalagmite is  $2425 \pm 290$  years and  $3355 \pm 270$  years in the middle part and base part respectively.

### PENDAHULUAN

Radioisotop  $^{14}\text{C}$  dengan waktu paro 5730 tahun telah banyak digunakan dalam berbagai penelitian seperti penentuan umur batuan, sedimen, karang, kerang, air tanah, dan lain-lain. Metode penentuan umur ini dikenal dengan nama metode penanggalan radiokarbon, yaitu suatu metode yang didasarkan pada aktivitas  $^{14}\text{C}$  yang masih terkandung dalam suatu sampel. Nilai ini kemudian dikonversikan menjadi umur setelah dibandingkan dengan standarnya. Dalam penelitian ini akan ditentukan umur sampel berupa stalagmite sebanyak 4 buah yang diambil dari lapisan-lapisan yang berbeda. Analisis  $^{14}\text{C}$  untuk menentukan umur stalagmite ini baru pertama kali dilakukan, karena analisis sebelumnya lebih banyak digunakan untuk menentukan umur air tanah.

Seperti diketahui bahwa stalagmite terbentuk di dasar gua secara berangsur-angsur selapis demi selapis sehingga lapisan termuda terletak paling atas sedangkan lapisan tertua terletak paling bawah. Dengan mengambil sampel pada bagian bawah dan tengah dari stalagmite, maka dapat diketahui kronologi terbentuknya stalagmite tersebut. Masalah yang dihadapi dalam penentuan umur dengan metode penanggalan  $^{14}\text{C}$  ini adalah adanya pengotoran sampel oleh karbon tua atau yang lebih muda dari lingkungannya. Untuk mengurangi kontribusi zat pengotor terhadap hasil pengukuran, maka sampel yang diambil adalah pada bagian dalam dengan cara melakukan pemboran.

Koreksi  $^{13}\text{C}$  terhadap hasil pengukuran sangat penting dilakukan agar diperoleh hasil perhitungan yang lebih akurat. Pengukuran  $^{13}\text{C}$  dilakukan menggunakan spektrometer massa.

Secara garis besar proses analisis  $^{14}\text{C}$  untuk sampel stalagmite sebagai berikut:

1. Pencucian sampel
2. Pemanasan sampel hingga 200 °C dalam oven
3. Preparasi sampel pada alat sintesis benzena
4. Pencacahan sampel
5. Estimasi aktivitas  $^{14}\text{C}$  sampel
6. Penentuan umur sampel
7. Pelaporan umur sampel

## ALAT DAN BAHAN

- a) Peralatan Utama
  1. alat sintesis benzena
  2. alat recovery benzena
  3. tungku pemanas dengan temperatur maksimum 1200 °C
  4. oven pemanas dengan temperatur maksimum 200 °C
  5. kolom katalis
- b) Bahan
  1. katalis khromium alumina
  2. dry-ice
  3.  $\text{N}_2$ -cair
  4. acetone atau etanol
  5. HCl 10 % sebanyak 450 ml
  6. Litium batang 18 gram

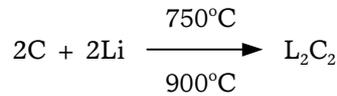
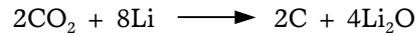
## METODE

**Analisis Sampel.** Proses analisis sampel stalagmite dimulai dengan terlebih dahulu mencuci sampel, kemudian memanaskan sampel tersebut pada oven pemanas dengan temperatur sekitar 200 °C. Perlakuan ini dimaksudkan untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang menempel pada sampel stalagmite selama kurang lebih 3 jam. Setelah proses pemanasan selesai, sampel ditumbuk hingga terbentuk butiran yang agak kecil dan halus. Sebanyak kira-kira 45 gram sampel yang telah dihaluskan tersebut dimasukkan ke dalam labu reaksi untuk direaksikan dengan HCl 10 % pada rangkaian alat sintesis benzena. Proses reaksi kimia selengkapnya yang berlangsung pada alat sintesis benzena dijelaskan di bawah ini.

Senyawa  $\text{CaCO}_3$  (sampel stalagmite) direaksikan dengan HCl 10 % sehingga didapat gas  $\text{CO}_2$ . Reaksi ini dilakukan dalam kondisi vakum pada  $\text{CO}_2$ -line. Purifikasi dilakukan dengan menempatkan  $\text{AgNO}_3$ , *dry ice-acetone* dan *silica gel* yang berguna untuk menjebak HCl dan air yang lolos selama proses reaksi berlangsung.



Gas  $\text{CO}_2$  yang dihasilkan kemudian direaksikan dengan sekitar 18 gram logam Litium pada temperatur antara 750 - 900 °C sehingga diperoleh Litium karbida ( $\text{Li}_2\text{C}_2$ ). Reaksi selengkapnya adalah sebagai berikut :



$\text{Li}_2\text{C}_2$  direaksikan dengan air bebas  $\text{CO}_2$  pada temperatur kamar sehingga akan diperoleh gas asetilen ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ) dengan reaksi sebagai berikut :



$\text{C}_2\text{H}_2$  selanjutnya direaksikan dengan katalis Khromium Alumina sehingga terjadi proses trimerisasi menjadi  $\text{C}_6\text{H}_6$ .



$\text{C}_6\text{H}_6$  tersebut kemudian ditangkap dengan *Cold Finger* pada alat recovery benzene untuk kemudian dikondensasi menjadi cairan benzena. Cairan benzena yang diperoleh selanjutnya dimasukkan ke dalam vial gelas 7 cc dan ditimbang bobotnya. Kedalamnya ditambahkan sintilator PPO + POPOP. Proses selanjutnya adalah pencacahan dengan lama waktu 20 menit 50 putaran pada pencacah sintilasi cair. Data cacahan yang dihasilkan bersifat fluktuatif dan harus direduksi dengan menggunakan kriteria satu sigma (1σ) dengan tingkat kepercayaan 67 %. Evaluasi data ini sangat penting sehingga akurasi data menjadi lebih baik.

**Perhitungan Umur.** Formula untuk menghitung umur adalah sebagai berikut:

- Konsentrasi  $^{14}\text{C}$  dihitung dengan formula:  
 $\%M \pm \sigma\%M = (100 + \text{D}^{14}\text{C}/10) \pm \sigma\text{D}^{14}\text{C}/10$
- Umur dikalkulasi dengan formula:  
 $t = 8033 \ln(A_{\text{ON}}/A_{\text{SN}})$   
 $= -8033 \ln(1 + \text{D}^{14}\text{C}/1000)$  tahun  
 (BP = before present)
- nilai "error" umur dihitung dengan formula:  
 $+\sigma t = -8033 \ln[1 + (\text{D}^{14}\text{C} - \sigma\text{D}^{14}\text{C})/1000] - t$   
 $-\sigma t = t + 8033 \ln[1 + (\text{D}^{14}\text{C} + \sigma\text{D}^{14}\text{C})/1000]$

dimana :  $\text{D}^{14}\text{C} = (A_{\text{SN}}/A_{\text{ON}} - 1) \times 1000$   
 $A_{\text{SN}} = A_{\text{SC}} [1 + 2 \times 10^{-3} (\delta^{13}\text{C} + 25)]$   
 $A_{\text{ON}} = 0,95 (A_{\text{OX}} \pm \sigma A_{\text{OX}})$   
 $A_{\text{SC}} = \text{net cacahan sampel (cpm)}$   
 $A_{\text{ON}} = \text{net cacahan standar asam oksalik (cpm)}$

Standar asam oksalik dikeluarkan oleh *National Bureau Standard (NBS) USA* dan dipakai sebagai referensi terhadap semua pengukuran sampel.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Stalagmite yang digunakan berjumlah dua buah, yaitu stalagmite berukuran besar (panjang ±80 cm) dan stalagmite berukuran kecil (panjang ±54 cm). Masing-masing stalagmite diambil sampelnya pada bagian tengah dan bagian dasar.

Berdasarkan hasil sintesis benzena, untuk masing-masing sampel diperoleh bobot benzena seperti terlihat pada tabel-1 di bawah ini. Bobot benzena yang dihasilkan bervariasi antara 2 gram hingga 4,7 gram, padahal sampel stalagmite (CaCO<sub>3</sub>) yang direaksikan hampir sama, yaitu sekitar 45 gram. Beberapa hal yang mungkin menjadi penyebab berkurangnya benzena yang didapat antara lain, CO<sub>2</sub> hasil reaksi sampel dengan HCl kurang cukup yang dapat dilihat dari indikator tekanan air raksa; reaksi CO<sub>2</sub> dengan Li kurang sempurna; Katalis kurang begitu aktif; dan lain-lain. Namun demikian, bobot benzena yang dihasilkan tersebut bukan berarti mengurangi akurasi pengukuran, karena sesungguhnya dengan bobot minimum pun, misalnya 0,5 gram masih dapat diukur.

Tabel-1. Bobot benzena yang dihasilkan dari preparasi benzena.

Nama Sampel	Asal	Lapisan ke:	Bobot benzena (gram)
Sampel-1	Stalagmite kecil	Dasar	3,301
Sampel-2	Stalagmite kecil	8 (tengah)	3,787
Sampel-3	Stalagmite besar	Dasar	4,700
Sampel-4	Stalagmite besar	11 (tengah)	2,000

Data rata-rata cacahan pada daerah energi 4-156 keV untuk masing-masing sampel, baik sebelum direduksi maupun setelah direduksi dapat dilihat pada tabel-2 di bawah ini.

Tabel-2. Hasil rata-rata cacahan pada daerah energi 4-156 keV.

Nama Sampel	Rata-rata cacahan sebelum direduksi (cpm)	Rata-rata cacahan setelah direduksi (cpm)
Sampel-1	38,68 ± 1,372	38,70 ± 0,643
Sampel-2	43,44 ± 1,480	43,34 ± 0,904
Sampel-3	39,56 ± 1,389	39,56 ± 0,778
Sampel-4	24,45 ± 1,082	24,46 ± 0,572

Berdasarkan data cacahan di atas dapat dihitung dan diketahui bahwa umur stalagmite yang berasal dari gua Njirak Trenggalek Jawa Timur adalah sebagai berikut :

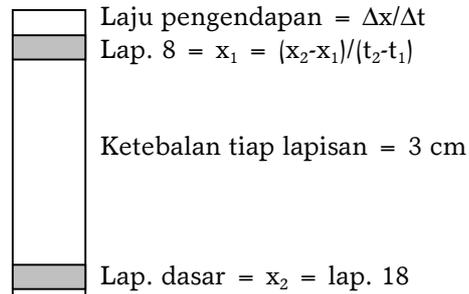
Tabel-3. Hasil Perhitungan Umur Stalagmite

No	Nama Sampel	Asal	Lapisan	δ <sup>13</sup> C (‰)	Umur (tahun)	PMC (%)
1	Sampel-1	Stalagmite kecil	Dasar	-5	2895 ± 240	69,76 ± 2,066
2	Sampel-2	Stalagmite kecil	Tengah	-5	2340 ± 270	74,75 ± 2,512
3	Sampel-3	Stalagmite besar	Dasar	-5	3355 ± 270	65,85 ± 2,226
4	Sampel-4	Stalagmite besar	Tengah	-5	2425 ± 290	73,93 ± 2,714

Perbedaan umur stalagmite kecil bagian tengah dan bagian dasar sekitar 555 tahun. Sedangkan perbedaan umur pada stalagmite besar bagian tengah dan bagian dasar sekitar 930 tahun.

Laju pengendapan stalagmite dapat diperkirakan melalui perhitungan berikut :

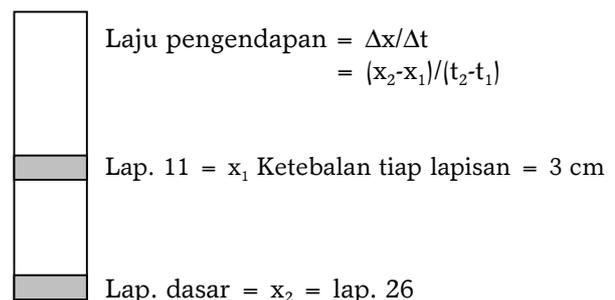
Stalagmite kecil :



Karena data mengenai bentuk dan ukuran secara pasti dari stalagmite tersebut tidak ada, maka laju pengendapan berdasarkan diameter stalagmite yang diambil (1 inch = 2,54 cm) dihitung seperti berikut :

$$\begin{aligned} \text{Laju pengendapan} &= 0,054 \times \text{luas penampang} \\ &= 0,054 \times 3,14 \times (2,54/2)^2 \\ &= 0,273 \text{ cm}^3/\text{tahun} \end{aligned}$$

Stalagmite besar :



$$\begin{aligned}\text{Laju pengendapan} &= (26-11) \times 3 \text{ cm}/(3355-2425) \\ &\text{tahun} \\ &= 0,048 \text{ cm/tahun}\end{aligned}$$

Laju pengendapan berdasarkan diameter stalagmite yang diambil (1 inch = 2,54 cm) dihitung seperti berikut :

$$\begin{aligned}\text{Laju pengendapan} &= 0,048 \times \text{luas penampang} \\ &= 0,048 \times 3,14 \times (2,54/2)^2 \\ &= 0,243 \text{ cm}^3/\text{tahun}\end{aligned}$$

Ini menunjukkan bahwa proses pembentukan stalagmite kecil relatif lebih cepat dibandingkan proses pembentukan stalagmite besar. Terlihat pula bahwa proses pembentukan stalagmite dalam kisaran skala ratusan tahun mengindikasikan bahwa proses pengendapannya cukup tinggi. Bisa dimengerti, karena curah hujan rata-rata di daerah tropis seperti di Indonesia cukup banyak mengakibatkan kecepatan perlapisan endapan oleh tetesan air lebih cepat pula. Di samping itu, hutan di daerah tropis lebih banyak menyimpan air sehingga pada musim kemarau pun tetap ada tetesan air yang membawa endapan dari atap gua.

## KESIMPULAN

Berdasarkan pembahasan di atas dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Proses pembentukan stalagmite kecil relatif lebih cepat dibandingkan proses pembentukan stalagmite besar.

2. Proses pembentukan stalagmite dalam kisaran skala ratusan tahun mengindikasikan bahwa proses pengendapannya cukup tinggi.
3. Karena curah hujan rata-rata di daerah tropis seperti di Indonesia cukup tinggi mengakibatkan laju perlapisan endapan oleh tetesan air lebih cepat pula.
4. Disamping itu, hutan di daerah tropis lebih banyak menyimpan air sehingga pada musim kemarau pun tetap ada tetesan air yang membawa endapan dari atap gua.

## DAFTAR PUSTAKA

1. UNTERWERGER, M.P., COURSEY, B.M., SCHIMA, F.J., and MANN, W.B., Preparation and Calibration of The 1978 National Bureau of Standards Tritiated-Water Standards, *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, **3** (1980), 611-614.
2. Operation Manual Tri-Carb liquid Scintillation Analyzers Model 1900TR.
3. GUPTA, K., SUSHIL., and HENRY, A., POLACH, Diktat Radiocarbon Dating Practice at ANU.
4. HUT, G., Isotope Hydrology, Diktat Training Course Isotope Hydrology IAEA (1987), 30 - 41.

---

## DISKUSI

NELLY D. LESWARA

1. Kalau tidak salah di dalam gua ada stalagmite dan stalagmite, yang mana stalagmite (dari bawah ke atas) atau (dari atas ke bawah) ?
2. Mengapa yang diambil sampel stalagmite ? Apakah jika yang diambil dari sampel stalagmite akan memberikan hasil yang sama ?

SATRIO

1. Stalagmite terbentuk di dasar gua (bukan di atas gua). Sedangkan stalagmite terbentuk di atas gua.
2. Yang diambil stalagmite, karena cara pengambilannya mudah yaitu dengan jalan pemboran sehingga terhindar dari kontaminasi dari batuan karbonat sekelilingnya. Stalagmite juga bisa diukur hanya saja sulit mengambil sampelnya dan biaya analisisnya sangat mahal, jadi cukup stalagmite-nya saja. Hasilnya mungkin tidak jauh berbeda.

## HADI SUNTOKO

1. Yang kami ketahui  $^{14}\text{C}$  adalah untuk menentukan umur muda ( $\pm 10$  tahun - 50 tahun). Dari kesimpulan yang Anda peroleh umur stalagmite sampai  $\pm 2435$  tahun apakah  $^{14}\text{C}$  yang pernah kami lakukan berbeda dengan yang Anda gunakan ?
2. Apa manfaat untuk mengetahui umur stalagmite, mengapa bukan batu galapingnya yang didating karena ada kepentingannya dengan pabrik pupuk dan lain-lain ?

## SATRIO

1.  $^{14}\text{C}$  dapat menentukan umur hingga 4000 tahun dan minimum 50 tahun. Metode penentuan umur dengan  $^{14}\text{C}$  ada beberapa macam ;  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_6$ .  $\text{C}_6\text{H}_6$  jauh lebih baik akurasi karena efisiensi pencacah  $^{14}\text{C}$  dengan LSC cukup tinggi sehingga mempertinggi akurasi pengukuran. Perbedaan hasil mungkin bisa disebabkan beda lokasi pengambilan ataupun beda metode.
2. Manfaat mengetahui umur stalagmite adalah untuk mengetahui laju pertumbuhan relatif dari stalagmite tersebut dan sebagai bahan informasi yang berguna, baik untuk tujuan wisata maupun bidang penelitian yang terkait seperti geologi.

