

**METODE PENANGANAN SAMPEL PADA LABORATORIUM  
ANALISIS AKTIVASI NEUTRIN - SERPONG**

Elisabeth Ratnawati

**ABSTRAK**

**METODE PENANGANAN SAMPEL PADA LABORATORIUM ANALISA AKTIVASI NEUTRON SERPONG.** Dalam setiap laboratorium pengujian, khususnya yang menggunakan teknik analisis aktivasi neutron, penanganan sampel merupakan salah satu faktor yang sangat penting dan tidak boleh diabaikan. Kesalahan dalam penanganan sampel dapat mengakibatkan hasil pengujian menjadi tidak akurat. Dalam tulisan ini diuraikan urutan penanganan sampel yang meliputi administrasi penerimaan, pembagian sampel, preparasi sampel padat dan cair, pengelompokan, iradiasi, pencacahan dan penyimpanan sementara sampel hasil iradiasi. Dengan telah dilakukannya penanganan sampel sesuai dengan prosedur yang berlaku, maka setiap sampel yang akan diuji memiliki alur yang jelas dan mampu telusur. Namun demikian untuk mengoptimalkan penanganan sampel perlu adanya personil yang terampil dan terlatih serta fasilitas penunjang yang memadai.

## I. PENDAHULUAN

Laboratorium Analisa Aktivasi Neutron (AAN) yang ada di P2TRR saat ini sedang dalam proses mendapat pengakuan (akreditasi) dari KAN sebagai laboratorium pengujian. Jasa layanan laboratorium ini meliputi pengujian analisis unsur secara kualitatif dan kuantitatif yang terkandung dalam suatu sampel jenis batuan, lingkungan, biologi, dan lain sebagainya.

Dalam suatu pengujian dengan teknik AAN, penanganan sampel merupakan faktor yang amat penting dan tidak boleh diabaikan. Kesalahan dalam penanganan sampel dapat berakibat pada hasil pengujian yang diperoleh menjadi tidak akurat lagi. Untuk itu maka teknik-teknik penanganan sampel harus benar-benar diperhatikan dan dilakukan sesuai dengan SOP (*Standard Operation Procedure*) yang berlaku.

Langkah-langkah penanganan sampel telah ditetapkan dalam suatu prosedur yang berlaku di laboratorium AAN Serpong. Tulisan ini mencoba untuk memberikan catatan tentang pelaksanaan penanganan sampel di laboratorium AAN yang ada di P2TRR Serpong.

## II. TEORI

Metoda analisis aktivasi neutron (AAN) adalah salah satu metoda teknik nuklir yang digunakan untuk analisis multi unsur. Metode ini berdasarkan reaksi inti antara neutron dengan suatu unsur yang menghasilkan unsur radioaktif buatan (radionuklida). Neutron thermal yang ditangkap oleh inti target menghasilkan inti atom yang kelebihan neutron dan bersifat tidak stabil. Untuk mencapai keadaan stabil, inti atom ini akan melepaskan kelebihan energi yang dimilikinya melalui peluruhan  $\beta^-$  atau  $\beta^+$  yang diikuti oleh emisi sinar gamma. Sinar gamma yang diemisikan umumnya sangat spesifik mengkarakteristikan suatu radionuklida tertentu. Sifat inilah yang digunakan untuk mengidentifikasi suatu radioaktifitas hasil aktivasi dari suatu unsur tertentu.

Berdasarkan uraian tersebut di atas, suatu cuplikan dapat ditentukan kandungan unsur-unsurnya secara simultan baik secara kualitatif maupun kuantitatif, dengan cara mendeteksi energi sinar gamma yang muncul dari setiap sampel yang di iradiasi. Analisis kualitatif dilakukan berdasarkan penentuan besarnya emisi sinar

gamma dari radionuklida yang terbentuk, sedangkan secara kuantitatif berdasarkan pada pengukuran aktivitas sinar gamma dibandingkan aktivitas dari standar. Pengukuran sinar gamma yang dipancarkan baik untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif dilakukan dengan menggunakan spektrometri gamma.

Metode analisis aktivasi neutron mempunyai banyak kelebihan dibandingkan dengan metode analisis yang lain. Metode ini memiliki tingkat sensitivitas yang tinggi dengan batas deteksi dari ppm (mg/kg) sampai dengan ppb ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ). Selain itu, dengan teknik ini unsur-unsur yang terkandung dalam suatu cuplikan dapat ditentukan secara serempak dan tidak memerlukan perlakuan kimia terhadap cuplikan tersebut. Oleh karena metode ini memiliki tingkat akurasi yang tinggi, maka penanganan sampel memegang peranan yang amat penting. Kesalahan dalam penanganan sampel dapat mengakibatkan hasil pengujian menjadi tidak akurat.

### III. METODE PELAKSANAAN

Sampel yang diterima dari pelanggan harus melalui tahapan yang telah ditentukan di dalam prosedur penanganan sampel. Dengan kata lain, setiap sampel yang akan diuji harus jelas dan mampu telusur. Jadi, alur penerimaan sampel sampai dengan pembuatan laporan hasil pengujian harus dapat diikuti oleh seluruh staf yang terkait. Secara garis besar, urutan yang harus dilalui dalam pengelolaan sampel yang akan diuji adalah sebagai berikut :

#### 1) Administrasi penerimaan sampel

Laboratorium AAN Serpong menerima sampel dari pelanggan yang datang dari berbagai kalangan. Sampel tersebut diterima oleh bagian administrasi dan kemudian diidentifikasi. Data-data sampel harus dicatat selengkap mungkin. Misalnya, nomer order, tanggal diterima, nama dan alamat pelanggan, dan sebagainya, dengan pengkodean sebagai berikut :

XX = menyatakan huruf pertama nama klien

## = menyatakan nomer sampel yang diterima

Sebagai contoh, 50 buah sampel yang diterima dari bapak Suharto, maka kode sampel adalah SU01 sampai dengan SU50.

## 2) Pembagian sampel

Sampel yang telah diterima dari pelanggan selanjutnya dibagi menjadi dua. Bagian pertama digunakan untuk pengujian sedang bagian yang kedua disimpan sebagai arsip sampel. Ada kalanya sampel tersebut tidak dapat langsung dianalisis karena sesuatu hal. Maka sampel harus disimpan dahulu dalam lemari penyimpanan sampel. Agar sampel tidak mengalami kerusakan maka perlu penyimpanan di tempat yang baik, dan ruang penyimpanan sampel harus terkendali.

## 3) Preparasi sampel

Ada beberapa perlakuan yang harus dikerjakan dalam preparasi sampel tergantung pada jenis sampel yang akan di analisis. Perlakuan antara sampel yang satu dengan yang lain dapat berbeda-beda, tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Sampel berbentuk cairan berbeda penanganannya dengan sampel berbentuk padatan. Preparasi sampel sebelum diiradiasi meliputi :

### 3.1. Preparasi sampel cair

Untuk saat ini bentuk cuplikan yang akan diiradiasi di fasilitas iradiasi di RSG GAS dibatasi dalam bentuk padatan, karena ditinjau dari aspek keamanan dan keselamatan, bentuk cairan dan gas belum dapat dilakukan. Karena itu untuk sampel berbentuk larutan misalnya darah, urine, atau limbah cair industri, harus dikonversikan dahulu dalam bentuk padatan. Hal ini dapat dilakukan dengan cara pengeringan, dan pemekatan.

#### 3.1.1. Pengeringan

Pengeringan sampel cair dilakukan dengan beberapa cara antara lain pengeringan dengan oven, atau dengan alat pengering dingin (*freeze dryer*)

##### 3.1.1.1. Pengeringan dengan oven

Pada pengeringan dengan menggunakan oven, temperatur harus diatur pada suhu sekitar 50-70°C. Karena pada suhu di atas suhu tersebut akan merusak matriks sampel dan

mengakibatkan hilangnya unsur-unsur akibat penguapan unsur-unsur yang bersifat mudah menguap, misalnya As, Se, Sn, dan Hg.

#### 3.1.1.2. Pengeringan dengan *freeze dryer*

*Freeze dryer* adalah suatu alat pengeringan beku. Sampel yang akan dikeringkan dengan alat ini akan dibekukan pada temperatur  $-30^{\circ}\text{C}$  atau lebih rendah lagi. Setelah itu dilakukan pemvakuman. Pengeringan dengan menggunakan metoda ini lebih menguntungkan karena dapat meminimumkan hilangnya unsur-unsur dalam sampel yang bersifat mudah menguap. Selain itu, dengan pengeringan beku ini kerusakan dari matriks sampel dapat dihindari.

#### 3.1.1.3. Pemekatan sampel

Pemekatan sampel pada sampel berbentuk cairan dilakukan, apabila konsentrasi unsur yang terkandung di dalam sampel yang akan di analisis sangat kecil. Umumnya sampel lingkungan mempunyai konsentrasi yang rendah. Pemekatan sampel dapat dilakukan dengan cara penguapan, dan absorpsi.

### 3.2. Preparasi sampel padat

Preparasi sampel berbentuk padatan sebelum diiradiasi meliputi pencucian dan pengeringan. Berikut adalah tahapan penanganan sampel berbentuk padatan.

#### 3.2.1. Pencucian

Pencucian sampel biasanya dilakukan untuk sampel biologi, misalnya sayuran dan buah-buahan, dengan tujuan untuk menghilangkan kontaminan seperti tanah, residu pestisida dan lain-lain. Sampel dicuci dengan air bebas mineral.

#### 3.2.2. Pengeringan

Pengeringan sampel dilakukan dengan beberapa cara antara lain pengeringan dengan menggunakan oven, panas matahari, pengeringan vakum, atau pengeringan dengan alat *freeze dryer*.

Dalam proses pengeringan sampel harus diperhatikan adanya penguapan unsur-unsur yang akan dianalisis, terutama unsur yang bersifat mudah menguap. Dengan demikian perlu dipilih teknik pengeringan yang tepat.

#### 3.2.2.1. Pengeringan dengan oven

Seperti pengeringan sampel berbentuk cairan yang telah disebutkan di atas, pengeringan sampel berbentuk padatan dengan menggunakan oven juga harus memperhatikan temperatur. Pengeringan dengan oven dapat dilakukan selama 2-3 hari hingga diperoleh berat sampel yang konstan.

#### 3.2.2.2. Pengeringan dengan panas matahari

Pengeringan dengan menggunakan panas matahari biasanya digunakan untuk sampel padat geologi misalnya sedimen, tanah, atau lumpur.

#### 3.2.2.3. Pengeringan dengan *freeze dryer*

Sampel biologi seperti tanaman, ikan, kerang, lumut dan lain sebaiknya dikeringkan dengan cara ini. Pengeringan dengan metoda ini lebih menguntungkan, karena dapat meminimumkan hilangnya unsur-unsur dalam sampel yang bersifat mudah menguap dan kerusakan dari matriks sampel dapat dihindari.

### 3.3. Reduksi ukuran sampel

Sampel yang telah kering kemudian dihaluskan dan dihomogenisasikan untuk memperoleh ukuran yang diinginkan pada saat dianalisis. Untuk sampel berupa tanah, batuan dan lain sebagainya, diperlukan ayakan agar diperoleh bubuk dengan ukuran mesh tertentu, misalnya 80 mesh. Sementara untuk sampel jenis batuan harus dihancurkan dahulu agar menjadi bubuk yang halus dengan menggunakan *jaw crusher*, *cone crusher* dan *ballmill*, atau dapat juga menggunakan *agate mortar*, kemudian diayak pada mesh tertentu. Pada proses ini perlu diperhatikan adanya kontaminasi dari alat yang dipakai. Akan tetapi bila unsur-unsur yang terkandung dalam peralatan yang dipakai bukan unsur-unsur yang akan dianalisis, maka hal ini tidak perlu dikhawatirkan.

### 3.4. Penimbangan

Sampel yang telah di preparasi selanjutnya ditimbang untuk memperoleh berat yang direkomendasikan. Pada umumnya untuk berbagai jenis bahan, berat yang dianjurkan adalah sekitar 100-200 mg. Jumlah sampel yang melebihi berat tersebut akan menimbulkan kesulitan dalam membuat koreksi yang akurat pada saat perhitungan. Demikian juga bila jumlah sampel terlalu sedikit maka akan mengalami penyusutan dan kemungkinan kesalahan penimbangan akan semakin besar.

Timbangan yang dipakai untuk menimbang sampel sebaiknya telah dikalibrasi secara periodik. Cukup dengan kalibrasi internal dengan menggunakan standard anak timbangan yang tertelusur. Untuk menghindari agar sampel maupun wadah sampel tidak terkontaminasi oleh Natrium (Na) yang terdapat pada keringat, maka pada saat melakukan penimbangan menggunakan sarung tangan.

#### 4) Pembuatan standar campuran pembanding

Analisis kuantitatif dengan metode AAN dilakukan berdasarkan metode relatif terhadap pembanding yang dibuat dari larutan standar dengan kemurnian tinggi. Konsentrasi dan jenis unsure yang terkandung dalam larutan pembanding setara dengan konsentrasi dan jenis unsure dalam cuplikan yang akan dianalisis. Untuk menghitung perkiraan volume larutan standar yang diperlukan dilakukan dengan menentukan jenis unsur dan memperkirakan berat unsur dalam cuplikan berdasarkan komposisi dan konsentrasi unsur dalam matriks SRM (*Standard Reference Material*) atau CRM (*Certified Reference Material*). Kemudian menentukan secara pasti jumlah unsur yang akan di analisis, dan menghitung konsentrasi masing-masing unsur berdasarkan data sertifikat dari SRM atau CRM, untuk berat unsur yang telah ditetapkan dalam volume campuran standar. Perkiraan volume standar yang diperlukan dilakukan dengan menggunakan program Microsoft Excel. Dari data yang diperoleh ini selanjutnya dibuat sejumlah larutan standar yang konsentrasinya diketahui dengan tepat. Dengan menggunakan program aplikasi Microsoft Excel dapat dihitung berat unsure-unsur yang akan di analisis dalam campuran larutan dengan volume V ml.

#### 5) Wadah sampel

Sampel yang telah selesai ditimbang selanjutnya dimasukkan dalam wadah untuk proses iradiasi. Wadah sampel yang akan turut diiradiasi disebut vial. Bahan dasar vial ada beberapa macam. Diantaranya polyethylene dan quartz. Ada dua jenis polyethylene (PE) yang biasa ditemui di pasaran, yaitu LPDE (*Low Density Polyethylene*) dan HDPE (*High Density Polyethylene*). Penggunaan keduanya tergantung dari kebutuhan. Sedangkan quartz biasanya digunakan untuk sampel yang memerlukan iradiasi panjang serta fluks neutron yang tinggi. Kemurnian dari vial akan mempengaruhi hasil analisis. Oleh karena itu vial harus bersih dan bebas kontaminasi, baik dari permukaan vial maupun dari impuritis yang terkandung dalam bahan dasar vial tersebut. Vial yang akan dipakai untuk wadah sampel harus dicuci dengan cara merendam vial-vial tersebut dalam larutan HNO<sub>3</sub> 50% selama 24 jam. Kemudian dibilas dengan aquadest sebanyak tiga kali, dan hasil bilasan diperiksa dengan kertas lakmus sampai mendapatkan pH mendekati 7. Setelah itu vial dicelupkan dalam Acetone dan kemudian dibiarkan mengering. Untuk mengetahui impuritis dari vial, dapat dilakukan dengan menempatkan vial sebagai blanko sehingga dapat diukur langsung kandungan unsur di dalamnya.

#### 6) Kodefikasi dan pengelompokkan sampel

Sebelum diiradiasi, sampel yang telah dimasukkan dalam vial harus diberi kode untuk memudahkan pada waktu pencacahan. Kode cuplikan tersebut adalah XX##F. Dimana XX dan ## adalah kode sampel yang diberikan oleh bagian penerimaan sampel, dan F menyatakan nomor replikat yang akan diuji. Sedangkan pengelompokan sampel berdasarkan pada lama iradiasi yang akan dilakukan. Lama iradiasi ditentukan oleh waktu paruh radionuklida yang akan di analisis. Untuk radionuklida dengan waktu paruh pendek maka lama iradiasi biasanya antara 1-2 menit. Iradiasi dilakukan di fasilitas sistem rabbit. Ada dua macam kapsul yang dipakai untuk iradiasi. Untuk waktu paruh pendek dan sedang, kapsul yang digunakan adalah kapsul dengan bahan polyethylene. Sedang untuk waktu paruh panjang menggunakan kapsul dari aluminium. Kapsul rabbit dapat memuat 5 layer vial kecil. Masing-masing layer bisa menampung 9 vial. Karena metode yang dipakai adalah metode komparatif, maka dalam iradiasi harus menyertakan bahan standard yang akan dipakai pada saat perhitungan nanti.



#### 7) Iradiasi sampel

Laboratorium AAN Serpong menggunakan fasilitas iradiasi sistem rabbit yang merupakan salah satu fasilitas iradiasi di RSG-GAS. Untuk radionuklida dengan umur paruh pendek (kurang dari 1 jam) maka iradiasi dilakukan dalam waktu sekitar 1 menit. Untuk waktu paruh sedang sekitar 10-15 menit dan waktu paruh panjang sekitar 1-2 jam. Iradiasi dilakukan satu persatu dengan kondisi geometri, waktu dan posisi rabbit yang identik satu sama lain.

#### 8). Sampel hasil iradiasi

Sampel yang telah di iradiasi diluruhkan di fasilitas sistem rabbit sampai aktifitasnya memenuhi persyaratan keselamatan kerja. Setelah sampel memenuhi persyaratan keselamatan kerja, maka sampel dapat dibuka dan siap untuk dicacah.

#### 9) Pencacahan

Pencacahan sampel dilakukan dengan menggunakan peralatan spektrometri gamma. Data spektrum pencacahan disimpan dalam suatu direktori dan diberi kode spektrum sebagai berikut: XX##FDYT.DAT

Dimana :

XX##F adalah kode dari penerimaan dan preparasi cuplikan.

D = menyatakan nomor atau identifikasi detektor

Y = menyatakan jarak cuplikan dari permukaan detektor, yang dinyatakan oleh posisi rak.

T = menyatakan delay waktu peluruhan, dinyatakan dalam orde detik, menit, jam, hari, minggu, bulan.

#### 10) Penyimpanan sementara sampel hasil iradiasi

Setelah selesai pencacahan, sampel harus disimpan di tempat yang terlindungi oleh perisai radiasi agar pekerja terbebas dari paparan radiasi yang berasal dari sampel. Apabila sampel tidak akan dicacah lagi, maka sampel harus dipisahkan dan petugas limbah radioaktif akan menanganinya.

#### **IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

Untuk meningkatkan mutu pelayanan pada pengguna jasa laboratorium AAN, perlu adanya suatu metode penanganan sampel yang standar. Metode penanganan sampel ini meliputi seluruh kegiatan yang diawali dari penerimaan sampel sampai dengan pembuatan laporan hasil pengujian.

Kodefikasi sampel pada saat penerimaan dilakukan dengan cara mengambil huruf pertama dari nama pelanggan. Apabila ada pelanggan dengan nama yang sama, maka pengambilan huruf kedua diganti dengan huruf ketiga. Misalnya Suharto dan Suharto. Maka sampel yang pertama datang diberi kode Su sedang yang berikutnya Sh. Apabila suatu saat ada pelanggan yang bernama Suharto lagi, maka kode sampel tersebut adalah Sa. Dengan demikian tidak akan ada sampel dengan nama yang sama, yang dapat mengakibatkan tertukarnya sampel yang satu dengan yang lain.

Beberapa kendala yang dialami dalam pelaksanaan pelayanan AAN adalah adanya kesulitan untuk memperoleh bentuk dan jenis vial yang diinginkan. Sedangkan dari proses iradiasi, karena sampel diiradiasi dengan menggunakan fasilitas iradiasi yang ada di RSG-GAS, maka waktu iradiasi harus disesuaikan dengan jadwal operasi reaktor. Dari segi pencacahan, sampel dengan umur paruh pendek harus segera dicacah sebelum habis waktu paruhnya. Demikian juga dengan sampel dengan umur paruh panjang dan medium, harus diperhitungkan waktu pencacahannya agar dapat diperoleh hasil yang optimal.

Dengan tahapan yang telah dikemukakan di atas maka dapat dikatakan bahwa setiap sampel yang akan dianalisis mempunyai alur yang jelas dan mampu telusur, sehingga dapat diikuti oleh seluruh personil yang terkait. Penanganan sampel dengan metode analisis aktivasi neutron memerlukan keterampilan serta ketelitian. Oleh karena itu dibutuhkan personil yang terampil dan terlatih untuk mendapatkan hasil pengujian yang akurat.

#### **V. KESIMPULAN**

Dari uraian-uraian yang dikemukakan di atas dapat disimpulkan bahwa:

- 1) Setiap sampel yang akan di analisis di laboratorium harus ditangani dengan tahapan-tahapan tertentu agar diperoleh hasil analisis yang akurat;
- 2) Dengan metode penanganan sampel yang tertelusur maka hasil analisis dari setiap kegiatan di laboratorium AAN akan mencapai tingkat akurasi yang sama walaupun personil pelaksananya berbeda.

#### **VI. DAFTAR PUSTAKA**

- 1) IAEA, Practical Aspect of Operating A Neutron Activation Laboratory, IAEA-TECDOC-564, Wina, 1990;
- 2) IK19, Pembuatan Standar In House, Lab AAN Serpong;
- 3) FPR25.02, Prosedur Pengelolaan Bahan Uji, Lab AAN, Serpong; dan
- 4) Syaeful Yusuf, Penanganan Sampel, Pelatihan Penyelia Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron, Serpong ,2003.