
APLIKASI SPEKTROMETER EMISI PADA ANALISIS UNSUR-UNSUR BAHAN PADUAN ALUMINIUM AlMgSi-1

Dian Anggraini, Boybul, Arif N.
Pusbangtek Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang – BATAN, Serpong

ABSTRAK

APLIKASI SPEKTROMETER EMISI PADA ANALISIS UNSUR-UNSUR BAHAN PADUAN ALUMINIUM AlMgSi-1. Analisis unsur-unsur kelumit (Si, Mn, Cu, Ti, Ni, Cr, Mg) dalam paduan aluminium AlMgSi-1 telah dilakukan dengan metode uji ASTM menggunakan alat spektrometer emisi. Analisis dilakukan setelah alat uji dikalibrasi dengan mengukur beberapa bahan standar aluminium dengan berbagai konsentrasi. Hasil kalibrasi berupa kurva kalibrasi, yang menggambarkan hubungan antara konsentrasi dan intensitas pengukuran. Dari hasil evaluasi terhadap kurva kalibrasi dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least square*) didapatkan daerah pengukuran linier, persamaan linier dan koefisien regresi serta limit deteksi. Dari hasil tersebut diperoleh ketepatan cukup baik antara persamaan linier dengan data pengukuran yang ditunjukkan dari nilai koefisien regresi pengukuran (0,997 hingga 0,999) yang berada dalam daerah yang dipersyaratkan (0,96). Ketepatan dan ketelitian pengukuran diperoleh dari pengukuran bahan standar sebanyak 7 kali pengulangan yang memiliki konsentrasi dalam daerah linieritas. Uji kuadrat chi (*chi square*) dengan tingkat kepercayaan 95% menunjukkan bahwa presisi pengukuran masih dalam batas yang diterima, sedangkan akurasi pengukuran dihitung dengan membandingkan nilai hasil pengukuran dengan nilai acuan dan diperoleh berkisar antara 95% hingga 99,97%. Dengan menggunakan alat yang telah terkalibrasi tersebut di atas maka dilakukan analisis terhadap bahan AlMgSi-1. Secara kualitatif sebagian besar unsur yang terkandung dalam bahan AlMgSi-1 dapat terdeteksi. Diantara unsur-unsur Si, Mn, Cu, Ti, Ni, Cr dan Mg yang ditentukan secara kuantitatif, hanya unsur Cr yang konsentrasinya diperoleh secara lebih akurat.

KATA KUNCI: Analisis unsur, Spektrometri emisi, Paduan aluminium

ABSTRACT

APPLICATION OF EMISSION SPECTROMETER FOR ANALYSES OF ALLOYING ELEMENTS OF ALUMINIUM ALLOY AlMgSi-1. Analyses of trace elements (Si, Mn, Cu, Ti, Ni, Cr, Mg) in aluminium alloy AlMgSi-1 were carried out using Emission Spectrometer (OES) in accordance with ASTM testing methods. The analyses were performed after the instrument was calibrated by measuring a number of aluminium standards at various concentrations. The calibration curves obtained depicted the correlation between standard concentration versus intensity. From the evaluation of calibration curves using the least square method, data on linear working range, linear equation, regression coefficient and detection limit were obtained. The results showed satisfactory precision between the linear equation and the measurement data, indicated by the fact that the regression coefficient values (0.997 up to 0.999) were within the required working area (0.96). The measurement precision and accuracy were acquired from the measurement of standard materials, repeated 7 times, in which the concentrations were found to be in the linearity range. Chi square test at 95% confidence level showed that measurement precision was within the acceptable limit, whereas the

measurement accuracy determined by comparing measurement results with referenced values was about 95% - 99.97%. Using the calibrated instrument, analyses on AlMgSi-1 alloyed samples were conducted. Most elements could be detected qualitatively. Among the quantitatively measured elements Si, Mn, Ti, Ni, Cr and Mg, only the concentration of Cr element could be determined accurately.

FREE TERMS: Element analyses, Emission spectrometer, Aluminium alloys

I. PENDAHULUAN

Dalam rangka memberikan jaminan mutu produk elemen bakar nuklir kepada pengguna maka bahan bakar yang digunakan untuk produk tersebut harus memenuhi persyaratan spesifikasi yang telah ditetapkan, demikian pula halnya dengan bahan struktur AlMgSi-1. Untuk mengetahui kesesuaian AlMgSi-1 yang akan digunakan dengan spesifikasi yang telah ditetapkan perlu dilakukan pengujian kesesuaian, salah satunya melalui analisis kandungan unsur unsur paduan dan pengotornya. Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk analisis unsur-unsur tersebut diantaranya AAS (*Atomic Absorption Spectrometer*) dan spektrometer emisi^[1]. Metode AAS telah digunakan secara rutin pada bagian kendali kualitas fabrikasi elemen bakar nuklir dengan hasil yang cukup baik. Namun preparasi sampel yang diperlukan cukup kompleks karena untuk mendapatkan sampel siap analisis harus terlebih dahulu melalui proses pelarutan. Sehingga waktu analisis yang dibutuhkan relatif lama. Pada metode spektrometri emisi, selain preparasi sampel cukup mudah, juga waktu pengukuran relatif singkat. Pada metode standar ASTM telah terdapat metode spektrometri emisi dalam analisis unsur-unsur yang terkandung dalam bahan aluminium. Oleh karena itu pada kegiatan ini akan dicoba kemungkinan penerapan metode spektrometri emisi dalam analisis bahan AlMgSi-1.

Spektrometer emisi adalah salah satu alat analisis kimia untuk penentuan unsur-unsur logam dalam suatu bahan padat masif logam maupun paduan logam, secara kualitatif maupun kuantitatif. Prinsip umum dari pengukuran ini adalah mengukur intensitas dari energi/radiasi yang dipancarkan dalam bentuk sinar oleh atom-atom yang mengalami perubahan tingkat energi elektron (eksitasi, de-eksitasi). Atom-atom tereksitasi dihasilkan dari proses pembakaran lokal pada permukaan bahan. Pembakaran lokal mengakibatkan molekul-molekul senyawa menguap dan terurai menjadi atom-atom unsur yang bersangkutan. Pada keadaan ini, terjadi eksitasi elektron dari tingkat energi terendah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Kemudian sambil kembali ke keadaan dasar elektron akan mengemisikan energi melalui pancaran sinar. Sinar yang dipancarkan memiliki energi tertentu yang merupakan karakteristik dari setiap unsur sehingga fenomena ini dijadikan metode untuk analisis kualitatif. Sedangkan intensitas sinar karakteristik tersebut sebanding dengan konsentrasi unsur yang bersangkutan dalam bahan yang sejenis. Hal ini digunakan sebagai dasar penentuan unsur secara kuantitatif dalam suatu bahan^[2].

Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang (P2TBDU) – Bidang Teknis Daur Ulang dan Pasca Iradiasi (BTDUPI) memiliki alat spektrometer emisi PV 8030 yang berada di laboratorium fisikokimia. Alat tersebut memiliki sistem optik dengan desain *Rowland Circle*, yang memiliki 27 buah detektor PMT untuk pendeteksian sekitar 24 unsur, seperti yang terlihat pada Tabel 2. Dengan desain sistem optik seperti ini, alat spektrometer emisi mampu menganalisis 24 unsur secara simultan dalam waktu relatif singkat. Pada pustaka^[3] disebutkan bahwa spektrometer emisi PV 8030 mampu menganalisis unsur-

unsur yang kandungannya dalam suatu bahan dalam konsentrasi tinggi (>5%), konsentrasi sedang (0,01 – 5%) dan konsentrasi rendah atau kelumit (<0,01 atau 100 ppm). Berdasarkan kemampuan alat seperti tersebut di atas dan kandungan unsur pada bahan AlMgSi-1 seperti yang tercantum pada Tabel 8, maka alat spektrometer emisi tersebut dimungkinkan dapat digunakan untuk menganalisis unsur-unsur yang terkandung dalam AlMgSi-1. Untuk membuktikan hal tersebut maka perlu dilakukan suatu proses pengujian dan guna mendapatkan ketepatan dan ketelitian analisis yang baik, kegiatan pengujian dilakukan melalui tahapan optimasi parameter dan kalibrasi alat.

II. TATA KERJA

2.1. Bahan

Bahan yang digunakan adalah aluminium standar dengan variasi konsentrasi seperti yang terlihat pada Tabel 1, dan AlMgSi-1.

Tabel 1. Konsentrasi bahan standar aluminium

Unsur Kode	Si	Mn	Cu	Ti	Ni	Cr	Mg
511-01	0,022	0,0045	0,022	0,0051	0,005	0,006	-
512-01	0,023	0,0017	0,011	0,0031	0,002	0,0025	-
515-01	0,050	0,0060	0,005	0,0015	0,005	0,0040	4,35
521-01	0,032	0,0300	0,011	0,006	-	0,0050	0,51
522-01	0,180	0,1000	0,033		0,010	0,0130	0,95
523-01	0,087	0,1500	0,001	0,110	0,010	0,1000	1,51
525-01	0,180	0,2300	0,055	0,020	0,020	0,2600	2,87
526-01	0,155	0,3000	0,011	0,015	0,006	0,0360	3,12
5010AA	0,180	0,2800	0,015	0,020	-	0,0180	0,50
57S-BF	0,140	0,0500	0,057	0,043	0,027	0,0300	2,64

2.2. Alat

Alat yang digunakan meliputi spektrometer emisi PV 8030 dan mesin bubut.

2.3 Cara Kerja

2.3.1. Preparasi Sampel

Berdasarkan ASTM dan didukung oleh pernyataan dalam manual alat, untuk mendapatkan hasil analisis yang baik maka permukaan bahan yang akan dianalisis harus rata, halus dan bersih. Untuk itu sebelum dilakukan analisis, salah satu permukaan dari bahan tersebut dibubut sampai rata dan halus dengan menggunakan mesin bubut, kemudian bahan dibersihkan dengan alkohol dan didiamkan di udara hingga kering. Setelah kering ditempatkan pada *sample holder* dengan jarak sekitar 4 mm dari elektrode.

2.3.2. Pengukuran

Tabel 2. Daftar unsur yang dapat dideteksi spektrometer emisi

No.	Unsur	Panjang gelombang (nm)
1.	Hf	209,619
2.	Cd	228,802
3.	P	253,585
4.	Pb	280,20
5.	Mg	285,213
6.	Si	288,158
7.	Ta	290,205
8.	Mn	294,921
9.	Al	305,008
10.	V	309,311
11.	Sn	317,505
12.	Cu	324,754
13.	Ag	328,068
14.	Ti	337,279
15.	Ni	341,477
16.	Co	345,351
17.	Cr	357,869
18.	Zr	360,119
19.	Gd	364,619
20.	Mo	379,825
21.	Mg	383,829
22.	Zr	391,594
23.	Al	394,403
24.	Ca	396,847
25.	W	400,875
26.	Nb	405,894
27.	In	410,177

Alat dapat digunakan apabila nilai kevakuman sekitar 150 Hz yang setara dengan 40 mbar, temperatur spektrometer sekitar 27 °C yang dinyatakan dalam digit 300 dan 400 pada layar monitor. Aliran gas argon diatur agar mencapai 10 L/menit untuk *flushing* dan 5 L/menit untuk proses analisis. Kemudian optimasi alat dilakukan dengan cara mencari posisi *control profiling* pada skala antara 66 hingga 74. Setelah alat teroptimasi kemudian dilakukan kalibrasi alat dengan menggunakan bahan standar aluminium dengan berbagai konsentrasi. Selanjutnya dilakukan evaluasi terhadap data hasil kalibrasi untuk menentukan batas daerah linieritas dengan persamaan dan koefisien regresi, dan limit deteksi. Sedangkan besaran presisi dan akurasi diperoleh dari pengukuran bahan standar yang memiliki konsentrasi pada daerah linier

dengan 7 kali pengukuran dan hasilnya dibandingkan dengan nilai yang tercantum dalam sertifikat bahan standar. Kemudian dilakukan analisis terhadap bahan paduan AlMgSi-1

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Optimasi Alat

Posisi *entrance slit* pada sistem optik akan mempengaruhi nilai intensitas sinar yang mengenai detektor. Penentuan posisi *entrance slit* diperoleh dengan cara melakukan pengukuran pada bahan aluminium pada berbagai skala *profiling*. Dari hasil pengukuran diperoleh nilai intensitas pada setiap skala *profiling* seperti yang terlihat pada Tabel 3. Pada tabel tersebut terlihat intensitas maksimum masing-masing unsur yang dianalisis tercapai pada posisi skala 70. Kondisi ini yang akan digunakan dalam pengukuran selanjutnya.

Tabel 3. Hubungan nilai intensitas dengan posisi *profiling*

Unsur	Intensitas pada posisi <i>profiling</i> :								
	66	67	68	69	70	71	72	73	74
Si	18 440	21 998	24 184	25 856	27 26	2614	25 098	22 582	19 794
Mn	105 188	142 372	171 898	193 530	210 346	20 882	202 992	183 904	162 496
Cu	4472	5984	7082	7902	8552	8428	8400	7856	6958
Ti	338	384	400	412	422	410	408	374	348
Cr	90 276	122 866	140 046	148 690	151 914	140 472	127 192	101 580	76 666
Mg	107 602	124 542	128 738	135 910	144 978	139 656	133 494	120 320	111 912

3.2. Kalibrasi Alat

Kalibrasi alat dilakukan dengan menggunakan bahan standar aluminium dan metode spektrometer emisi untuk bahan aluminium dari ASTM. Unsur-unsur yang diukur dalam kegiatan kalibrasi berjumlah 7 yaitu Si, Mn, Cu, Ti, Ni, Cr dan Mg. Hal ini karena keterbatasan standar yang ada. Dari kalibrasi tersebut diperoleh kurva kalibrasi yang merupakan hubungan antara intensitas dan konsentrasi dari unsur yang diukur, seperti yang terlihat pada Gambar 1. Pada setiap kurva kalibrasi dilakukan pengamatan secara visual dan identifikasi daerah pengukuran linier, batas atas dan batas bawah dari daerah kerja. Dari hasil identifikasi ini didapat konfirmasi visual linieritas daerah kerja berbentuk garis lurus dengan konstanta persamaan dan koefisien regresi seperti yang terlihat pada Gambar 1 dan Tabel 4.

Pada Tabel 4 tersebut terlihat bahwa koefisien regresi dari persamaan linier sekitar 0,997 hingga 0,999. Pustaka ASTM menyebutkan bahwa nilai koefisien regresi dari suatu persamaan linier lebih besar dari 0,98 menunjukkan ketepatan persamaan linier terhadap data ukur. Berdasarkan uji R diperoleh harga R terukur lebih besar dari tabel, hal ini menunjukkan bahwa adanya hubungan linier antara intensitas dan konsentrasi. Konstanta persamaan linier, kemiringan dan titik potong diperoleh dengan menggunakan metode kuadrat terkecil yang diolah dengan menggunakan perangkat lunak alat. Besaran konstanta tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Daerah linieritas, konstanta persamaan dan koefisien korelasi

Unsur	Daerah linieritas	Y = a + bX		Koef. korelasi (R2)	Nilai kritis R (Dari tabel)
		a	b		
Si	0,05 – 0,18	-2,351 31 E-02	2,146 93 E-06	0,9973	0,754
Mn	0,006 – 0,23	-1,760 65 E-03	1,713 67 E-06	0,9991	0,707
Cu	0,011 – 0,057	-1,508 12 E-03	6,023 15 E-07	0,9994	0,754
Ti	0,003 – 0,02	-2,466 03 E-03	7,283 18 E-06	0,9985	0,754
Ni	0,005 – 0,027	-7,157 68 E-03	2,895 61 E-06	0,0074	0,754
Cr	0,006 – 0,036	-5,686 66 E-03	4,7414 E-07	0,9987	0,754
Mg	0,95 – 4,35	-3,842 75 E-01	3,576 25 E-05	0,9991	0,754

3.3. Presisi dan Akurasi

Presisi suatu metode ditunjukkan oleh nilai simpangan baku dari pengukuran berulang setidaknya 7 kali pengulangan. Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur bahan standar yang memiliki konsentrasi pada daerah linier. Hasil dari pengukuran ini ditunjukkan pada Tabel 5. Dari tabel tersebut terlihat nilai simpangan baku (RSD) dari unsur yang diukur berkisar dari 0,8% hingga 3,4%. Untuk penerimaan hasil dilakukan uji kuadrat chi, yang dihitung dengan menggunakan rumus^[5]:

$$X^2 = \frac{\sum(X_i - X_{rt})^2}{X_{rt}} \quad (1)$$

Pada umumnya tingkat kepercayaan untuk pengukuran secara spektrometri sebesar 95%. Pada Tabel kuadrat chi untuk nilai derajat kebebasan (df) 6 dan tingkat kepercayaan 95% diperoleh nilai 11,6^[5]. Syarat penerimaan berdasarkan kuadrat chi adalah nilai X² pengukuran lebih kecil atau sama dengan nilai yang diperoleh pada Tabel. Nilai X² yang diperoleh dengan menggunakan rumus di atas ditunjukkan pada Tabel 5 dan terlihat nilai tersebut lebih kecil dari nilai Tabel. Hal tersebut diperkuat oleh ASTM yang menyatakan bahwa nilai RSD untuk konsentrasi unsur antara 0,01% hingga 0,5% sebesar 3% dan untuk konsentrasi unsur lebih besar dari 0,5% nilai RSD sekitar 1%. Dengan demikian nilai pengukuran masih dalam batas yang dapat diterima kecuali untuk unsur Ti dan Ni yang mempunyai nilai RSD lebih besar daripada 3%. Linieritas kurva unsur Ti dan Ni pada kurva kalibrasi yang diperoleh ada pada kisaran konsentrasi yang rendah, sehingga dimungkinkan hasil pengukuran konsentrasi dari standarnya mempunyai penyimpangan yang besar dikarenakan probabilitas intensitas eksitasi atom-atom menjadi rendah atau tidak memenuhi sebaran variansi normal. Agar mendapatkan hasil dengan ketepatan yang lebih baik, perlu dilakukan pengulangan pengukuran dengan jumlah lebih banyak atau dengan mempelajari pola korelasi konsentrasi pada kisaran yang lebih tinggi. Hal ini berkaitan dengan sifat spesifik emisi dari atom-atomnya.

Akurasi pengukuran dilakukan dengan cara membandingkan nilai konsentrasi standar dengan hasil pengukuran. Dari hasil perhitungan diperoleh akurasi berkisar antara 95% hingga 99,97%, seperti yang tercantum pada Tabel 5.

Pada tabel tersebut juga terlihat bahwa nilai konsentrasi terukur (X_{rt}) untuk sebagian besar unsur lebih besar dari nilai konsentrasi standar sehingga penyimpangan hasil cenderung selalu positif, kecuali unsur Ni. Pada metode spektrometri emisi, penyimpangan dengan kecenderungan seperti itu dapat disebabkan oleh kesalahan sistematik pada tahapan pembuatan

kurva kalibrasi. Pada kegiatan ini pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan penghilangan beberapa titik-titik konsentrasi tertentu guna mendapatkan koefisien regresi yang baik (lebih besar dari 95%) seperti yang terlihat Gambar 1. Namun kesalahan sistematis tersebut belum secara signifikan perlu dikoreksi karena hasil rata-rata masih bisa diterima atau penyimpangannya masih terdapat pada batas tingkat kepercayaan yang ditetapkan yaitu 95%. Pada Gambar 2 yakni hasil perhitungan konsentrasi dari unsur-unsur Mn, Si dan Ni terdapat penyimpangan yang cukup besar (lebih besar daripada 5%) pada konsentrasi tertentu yang relatif rendah. Hal ini dimungkinkan oleh kesalahan random atau ketidaktepatan penentuan daerah kerja kurva linieritas pada kisaran konsentrasi rendah yang merupakan salah satu faktor penyebab terjadinya penyimpangan pada pengukuran selanjutnya. Berdasarkan pustaka^[4] disebutkan bahwa untuk meminimalisasi kesalahan, diperlukan bahan standar dengan jumlah banyak untuk membantu dalam penghilangan pada konsentrasi yang tidak akurat.

Tabel 5. Data presisi dan akurasi bahan standar aluminium

Pengulangan	Konsentrasi (%)						
	Si	Mn	Cu	Ti	Ni	Cr	Mg
1	0,18	0,244	0,055	0,0049	0,021	0,0061	2,822
2	0,183	0,241	0,057	0,0051	0,021	0,006	2,891
3	0,184	0,239	0,057	0,005	0,020	0,0062	2,871
4	0,181	0,241	0,056	0,0048	0,020	0,0061	2,851
5	0,183	0,233	0,057	0,005	0,019	0,0059	2,904
6	0,183	0,238	0,058	0,005	0,018	0,006	2,893
7	0,181	0,238	0,056	0,0052	0,019	0,006	2,880
X rata ²	0,1821	0,2388	0,0565	0,0051	0,0197	0,0060	2,8710
SD	0,001 464	0,001 464	0,0009	0,0020	0,001 113	0,0024	0,028 68
RSD	0,8%	1,4%	1,7%	3,4%	3,4%	1,8%	0,9%
Uji kuadrat chi (X ²)	0,1 E-04	0,1 E-04	0,9 E-05	0,4 E-05	0,1 E-05	5,76 E-05	7,8 E-04
Kons. sertifikat	0,180	0,230	0,055	0,005	0,020	0,006	2,870
Akurasi	99,9%	96,53%	97,15%	98%	95%	99,17%	99,97%

3.4. Limit Deteksi dan Ketidakpastian Pengukuran

Perhitungan limit deteksi dan ketidakpastian pengukuran menggunakan nilai-nilai dari hasil evaluasi kurva kalibrasi. Pada penentuan limit deteksi digunakan rumus sebagai berikut^[3].

$$DL = C_{bg,eq} \times (RSD) \times R \quad (2)$$

dimana DL = limit deteksi

$C_{bg,eq}$ = konsentrasi pada intensitas 2 kali intensitas latar (*background*)

RSD = RSD dari garis linier (diperoleh dari alat)

R = 2 (untuk tingkat kepercayaan 95%).

Hasil perhitungan tersebut ditunjukkan dalam Tabel 6. Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu parameter untuk menetapkan ukuran atau kisaran yang didalamnya diperkirakan ada nilai benar yang diukur. Perhitungan ketidakpastian pengukuran dilakukan terhadap konstanta

persamaan garis linier yaitu kemiringan dan titik potong. Rumus yang digunakan adalah sebagai berikut^[5].

$$a_1 = t_{0,05, n-2} S_{y,x} \left\{ \frac{1}{n} + \frac{X_{rt}^2}{(\sum x^2 - (\sum x)^2)} \right\} \quad (3)$$

$$b_1 = t_{0,05, n-2} S_{y,x} / \sqrt{\frac{(\sum x^2 - (\sum x)^2)}{n}} \quad (4)$$

dimana X_{rt} = nilai konsentrasi rata-rata dari pengukuran
 N = jumlah pengulangan pengukuran
 $S_{y,x}$ = kesalahan baku (RSD linieritas), diperoleh dari kurva kalibrasi
 $t_{0,05, n-2}$ = nilai uji-t dari Tabel Nilai Kritis Distribusi Student, dengan tingkat kepercayaan 95%

Dari perhitungan diatas diperoleh nilai seperti yang tercantum pada Tabel 7.

Tabel 6. Data limit deteksi

Unsur	Konsentrasi ekuivalen latar ($C_{bg,eq}$)	Kesalahan baku ($S_{y,x}$)	Limit deteksi (%)
Si	0,0017	0,0025	8,5 E-06
Mn	0,0226	0,0040	1,8 E-04
Cu	0,0014	0,0009	1,314 E-06
Ti	0,0024	0,0005	1,22 E-06
Ni	0,0069	0,0007	8,4 E-06
Cr	0,0055	0,0008	8,76 E-06
Mg	0,3672	0,0798	5,86 E-02

3.5. Analisis Bahan Paduan AlMgSi-1

Bahan paduan logam AlMgSi-1 merupakan bahan struktur pada bahan bakar pelat reaktor riset. Umumnya bahan ini diperiksa komposisi unsur pepadu dan impuritasnya sebelum mengalami proses fabrikasi guna mengetahui kesesuaian dengan spesifikasi bahan tersebut seperti yang terlihat pada Tabel 8.

Dengan menggunakan alat spektrometer emisi diperoleh hasil bahwa secara kualitatif sebagian besar unsur yang terkandung dalam bahan AlMgSi-1 dapat diketahui, kecuali unsur-unsur Fe, B, Li dan Zn. Hal ini karena alat spektrometer emisi tidak mempunyai detektor untuk unsur-unsur tersebut. Berdasarkan kegiatan kalibrasi sebelumnya telah diperoleh kurva kalibrasi hanya untuk unsur-unsur Si, Mn, Cu, Ti, Cr dan Mg, sehingga hanya unsur-unsur tersebut yang dapat dianalisis secara kuantitatif dengan hasil seperti terlihat pada Tabel 5, sedangkan hasil analisis paduan AlMgSi-1 ditunjukkan pada Tabel 9.

Tabel 7. Ketidakpastian pengukuran dari konstanta persamaan garis linier

Unsur	Y = a + bX			
	S _{y,x}	t _{0,05, n-2}	a ± a ₁	b ± b ₁
Si	0,0025	3,18	-2,351 31 E-02 ± 1,7440 E-04	2,146 93 E-06 ± 2,2474 E-09
Mn	0,0040	2,78	-1,760 65 E-03 ± 9,9200 E-05	1,713 67 E-06 ± 1,5339 E-09
Cu	0,0009	3,18	-1,508 12 E-03 ± 2,8620 E-05	6,023 15 E-07 ± 4,0624 E-10
Ti	0,0005	3,18	-2,466 03 E-03 ± 1,8933 E-05	7,828 318 E-06 ± 8,097 56 E-09
Ni	0,0007	3,18	-7,157 68 E-03 ± 2,5499 E-05	2,895 61 E-06 ± 1,0096 E-09
Cr	0,0008	3,18	-5,686 66 E-03 ± 2,9014 E-05	4,741 40 E-07 ± 4,719 89 E-10
Mg	0,0798	3,18	-3 842 75 E-01 ± 3,5762 E-05	3,576 25 E-05 ± 3,157 E-08

Tabel 8. Spesifikasi komposisi unsur dalam bahan paduan AlMgSi-1

Unsur pepaduan		Unsur impuritas/pengotor	
Unsur	Kadar nominal (%)	Unsur	Kadar nominal (ppm)
Si	0,70 – 1,30	B	≤ 10
Mn	0,40 – 1,00	Cd	≤ 10
Mg	0,60 – 1,20	Co	≤ 10
Cr	≤ 0,25	Cu	≤ 500
Ti	≤ 0,10	Li	≤ 10
Fe	≤ 0,50	Zn	≤ 500

Pada Tabel 9 terlihat bahwa kandungan unsur-unsur Si, Mn, Ti, Cr dan Mg yang diperoleh masih dalam batasan persyaratan yang tercantum dalam sertifikat bahan. Bila ditinjau dari besaran akurasi maka nilai kandungan Si, Mn dan Mg yang diperoleh secara kuantitatif kurang akurat karena nilai konsentrasi pengukuran berada diluar daerah linieritas. Dari segi presisinya hanya unsur-unsur Si, Mn, Cr dan Mg memiliki presisi yang dapat diterima, karena berada dibawah persyaratan yang ditetapkan oleh ASTM yaitu 3%. Tetapi untuk unsur Ti diperoleh nilai presisi yang kurang baik karena berada di atas 3%. Fenomena ini kemungkinan disebabkan selain unsur Ti mempunyai konsentrasi yang rendah juga kemungkinan dipengaruhi oleh unsur Cr yang mempunyai panjang gelombang yang berdekatan dengan unsur Ti yang mempunyai konsentrasi lebih besar dari unsur Ti. Sehingga dalam proses eksitasi terjadi penyerapan energi lebih besar oleh Cr yang mengakibatkan intensitas sinar yang tereksitasi oleh unsur Ti menjadi lebih kecil.

Tabel 9. Data analisis paduan AlMgSi

Pengulangan	Konsentrasi (%)				
	Si	Mn	Ti	Cr	Mg
1	0,85	0,576	0,009	0,003	0,574
2	0,856	0,579	0,008	0,002	0,572
3	0,844	0,572	0,008	0,001	0,577
4	0,836	0,56	0,008	0,001	0,574
5	0,844	0,559	0,008	0,001	0,577
6	0,849	0,569	0,008	0,001	0,562
7	0,836	0,573	0,009	0,001	0,560
Rata-rata	0,845	0,578	0,0083	0,0014	0,5708
RSD	0,8	1,3	5,8	0,9	1,2
AlMgSi-1 (Sertifikat)	0,7-1,3	0,4-1,0	$\leq 0,1$	$\leq 0,25$	0,6-1,2

IV. KESIMPULAN

Dari hasil kegiatan ini dapat disimpulkan bahwa secara kualitatif spektrometer emisi dapat menganalisis sebagian besar unsur pepadu dan pengotor yang terkandung dalam bahan AlMgSi-1 kecuali unsur Fe, B, Li dan Zn. Analisis secara kuantitatif menghasilkan nilai konsentrasi unsur-unsur Si, Mn, Cu, Ti, Cr dan Mg dengan ketepatan pengukuran yang masih dalam batas yang diterima. Sedangkan akurasi pengukuran untuk unsur Si, Mn, Cu, Ti dan Mg masih perlu kegiatan lebih lanjut karena konsentrasi unsur-unsur berada di luar daerah linier pengukuran, sehingga diperlukan suatu pengembangan metode dengan mengambil sumber energi *double sparking* untuk analisis unsur-unsur dengan konsentrasi yang lebih rendah.

V. DAFTAR PUSTAKA

1. ASMEDI S., dkk, “Transfer Informasi Teknologi Bahan dan Elemen Bakar U_3Si_2 -Al: Sistem Kendali Kualitas”, PEBN-BATAN, 1998.
2. SITI A., Spektrometer Emisi, Pelatihan Keahlian Analisis Kimia Bahan Bakar Nuklir Secara Spektrometri, Pusat Pendidikan dan Latihan – Badan Tenaga Atom Nasional, 1997.
3. Operation Manual, Emission Spectrometer System PV 8030 Series, Phillips, 1987.
4. Annual Book of ASTM Standards, Optical Emission Spectrometric Analysis of Aluminium and Aluminium Alloy by The Point To Plane Technique, Vol.03.05, 1992.
5. ANDERSON, R.L., “Practical Statistics of Analytical Chemist”, Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987.