

UJI FUNGSI ALAT ONH-2000 ELTRA PENGANALISIS KADAR OKSIGEN, NITROGEN DAN HIDROGEN DALAM PADATAN ANORGANIK

Mujinem¹, Deni Mustika, Mu'nisatun Sholikhah dan Siti Aidah

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten, Indonesia 15313
e-mail¹ : mujinem@batan .go.id

ABSTRAK

Telah dilakukan uji fungsi alat ONH-2000 Eltra untuk menentukan kadar oksigen, nitrogen dan hidrogen (ONH) dalam padatan anorganik, bertujuan untuk memastikan bahwa alat ONH-2000 Eltra yang baru dimiliki berfungsi dengan baik dan siap untuk analisis. Uji fungsi alat ONH-2000 Eltra, meliputi : uji fungsi perangkat lunak pengendali kerja peralatan ONH-2000 Eltra, uji fungsi sistemik analisis jalur mode ON & jalur mode OH dan uji kehandalan alat. Uji fungsi perangkat lunak pengendali kerja peralatan ONH-2000 Eltra dilakukan dengan cara menjalankan aplikasi *Uni* untuk masuk ke dalam jendela kerja ONH-2000 Eltra kemudian mengamati respon instrumen maupun sub sistem saat dikontrol oleh perangkat lunak. Uji fungsi sistemik analisis jalur mode ON & jalur OH dilakukan dengan melakukan analisis terhadap *spesimen stainless steel* untuk memastikan bahwa perangkat lunak dan sistem peralatan ONH-2000 Eltra terintegrasi dengan baik mulai dari awal hingga diperoleh data analisis kadar oksigen-nitrogen dan oksigen-hidrogen. Uji kehandalan alat dilakukan dengan cara menganalisis bahan standar *ON in steel* dan *H in steel*, O = (208±6)ppm, N = (257±5)ppm menghasilkan data sebagai berikut : O = (204,4; 211,6; 205,9)ppm dan N= (255,3; 260,1; 258,4)ppm, rerata kadar analit dalam bahan standar adalah: O = (207,3±3,7)ppm, N = (257,9±2,4)ppm. Analisis standar *H in steel*, H = (5,8±0,3)ppm, menghasilkan data sebagai berikut: H = (6,1; 5,9; 6,1)ppm, rerata kadar analit H = (6,0±0,1)ppm. Hasil analisis bahan standar menunjukkan bahwa rerata data-data tersebut masuk dalam spesifikasi keberterimaan, sehingga dapat disimpulkan bahwa alat ONH-2000 Eltra sudah berfungsi dengan baik dan siap untuk analisis kadar oksigen, nitrogen dan hidrogen dalam padatan anorganik.

Kata Kunci : analisis ONH, anorganik, konduktivitas panas, kendali kualitas.

ABSTRACT

Functional testing of Eltra ONH-2000 oxygen, nitrogen and hydrogen analyzer in an inorganic solid had been performed to verify its analytical functions against standard materials. The testing consisted of: (1) functional testing of controller software, (2) functional testing of ON and OH mode channels, and (3) reliability testing. The functional testing of controller software was done by running *Uni* application for Eltra ONH-2000. Responses of the instrument and its subsystems were recorded. The functional testing of ON and OH mode channels was done by performing an analysis on a stainless steel specimen. Data of oxygen-nitrogen and oxygen-hydrogen contents of the specimen were obtained to show that the mode channels were integrated with the instrument. The reliability testing was conducted twice. The first one was against a standard material of "ON in steel" with O = (208±6)ppm and N = (257±5)ppm. The second one was against a standard material of "H in steel" with H = (5.8±0,3)ppm. The testing produced results as follows: O = (204.4; 211.6; 205.9) ppm, N= (255.3; 260.1; 258.4)ppm, and H = (6.1; 5.9; 6.1) ppm. Those results were within the acceptance criteria, so that it can be concluded that the Eltra ONH-2000 was functioning well and ready to be used to analyze oxygen, nitrogen, and hydrogen contents in an inorganic solid.

Keyword : ONH Analysis, Anorganic, Heat Conductivity, Quality Control

I. PENDAHULUAN

Laboratorium fisika kimia Kendali Kualitas Bidang Fabrikasi Bahan Bakar Nuklir PTBBN (KK-BFBBN-PTBBN) memiliki tugas karakterisasi fisika kimia untuk kontrol kualitas bahan bakar nuklir, bahan struktur dukung berkas bahan bakar nuklir dan juga berfungsi sebagai laboratorium pengujian. Untuk menjalankan tupoksinya, laboratorium fisika kimia dilengkapi dengan fasilitas peralatan mekanik dan peralatan uji. Peralatan mekanik biasa digunakan untuk preparasi sampel, antara lain : *ball mill*, *micronising mill*, *vibrosiever* dan *glove box*. Sedangkan fasilitas peralatan uji antara lain : *autopycnometer*, *XRD*, *surface areameter*, *moisture evolution analyzer*, *tap density*, *bulk density* dan *flowability tester*.

Salah satu kendali kualitas fisika kimia yang harus dilakukan adalah kendali kualitas terhadap lempengan dan kelongsong zirkaloy yang digunakan untuk bahan struktur elemen bakar nuklir. Kendali kualitas fisika zirkaloy meliputi: pemeriksaan visual, pemeriksaan dimensi, pemeriksaan metalografi, uji kebocoran, kekasaran dan kelurusan. Sedangkan kendali kualitas kimia meliputi : uji korosi, uji kadar karbon, uji kadar oksigen, uji kadar nitrogen dan uji kadar hidrogen (kadar CONH). Kadar COHN dalam Zirkaloy masing-masing tidak boleh melebihi batas yang diijinkan, yaitu C < 300 ppm, O = 900-1400 ppm, N < 80 ppm dan H < 25 ppm^(1&2). Keberadaan unsur-unsur tersebut dalam zirkaloy tidak boleh melebihi nilai yang dipersyaratkan karena berpotensi membentuk senyawa karbida, oksida, nitrida dan hidrida yang berdampak menurunkan sifat mekanik, sifat thermal, sifat resistansi terhadap korosi dan perapuhan zirkaloy sebagai bahan struktur dukung elemen bakar nuklir.

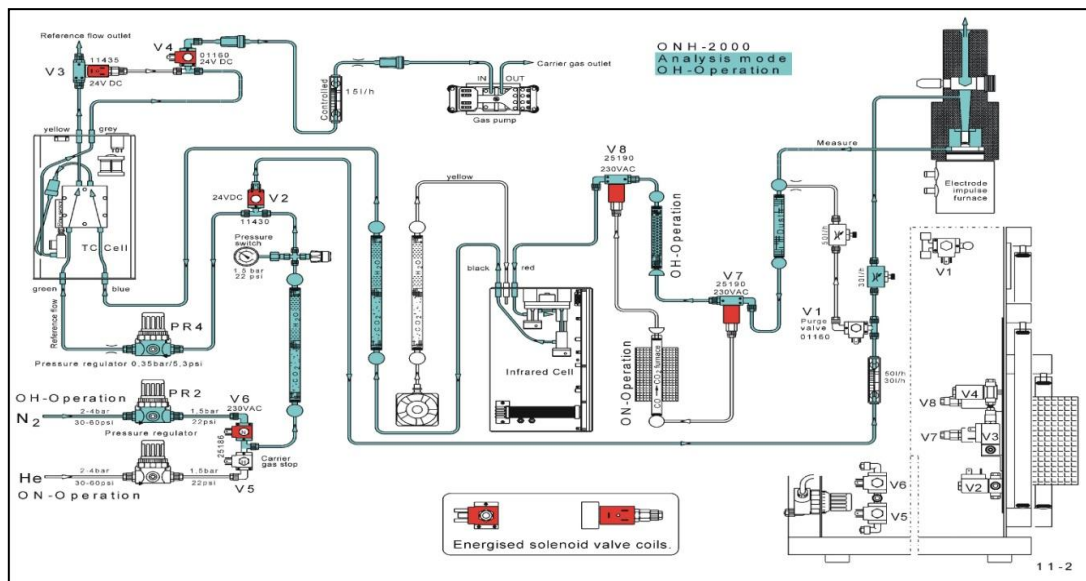
Untuk memastikan bahwa peralatan uji ONH-2000 Eltra yang baru dibeli dapat berfungsi dengan baik dan memiliki performa sesuai spesifikasi teknisnya, maka setelah selesai diinstalasi terhadap alat ini harus dilakukan uji fungsi sistem melalui beberapa tahapan yaitu : uji fungsi perangkat lunak pengendali kerja peralatan ONH-2000 Eltra, uji fungsi sistemik analisis jalur mode ON & jalur mode OH dan uji kehandalan alat dengan cara menganalisis bahan standar *ON in steel* dan *H in steel*. Alat disimpulkan berfungsi dengan baik bila data hasil analisis bahan standar masuk dalam spesifikasi keberterimaan bahan standar.

II. TEORI PERALATAN ONH-2000 ELTRA

Alat ONH-2000 Eltra berfungsi untuk menganalisis kadar oksigen, nitrogen dan hidrogen dalam padatan anorganik, gambar visualisasi sistem peralatan dapat dilihat pada Gambar 1. Visualisasi sistem peralatan ONH-2000 Eltra dan gambar blok diagram proses alat dapat dilihat pada Gambar 2. Blok diagram proses sistem peralatan ONH-2000 Eltra. Prinsip kerja alat ONH-2000 Eltra berdasarkan gabungan dua metode pengukuran yaitu : metode absorpsi energi sinar infra merah untuk analisis oksigen dan metode konduktivitas panas untuk analisis nitrogen dan hidrogen. Pada awalnya sampel padatan anorganik (logam, alloy, keramik) yang telah ditimbang dengan teliti, dilebur dalam tungku busur listrik hingga titik leburnya selama waktu tertentu dan akan dibebaskan gas analit bisa berupa gas oksigen, nitrogen atau gas hidrogen. Gas-gas analit yang dibebaskan pada proses peleburan sampel tersebut, dibawa oleh gas pembawa menuju ruang detektor untuk dianalisis. Tungku dilengkapi sistem sirkulasi pendingin untuk mentransfer panas pada dinding tungku selama proses peleburan sampel⁽⁴⁾.



Gambar 1. Visualisasi sistem peralatan ONH-2000 Eltra.



Gambar 2. Blok diagram proses sistem peralatan ONH-2000 Eltra⁽⁴⁾.

Mekanisme yang terjadi pada analisis kadar oksigen adalah, gas oksigen yang dibebaskan dari peleburan sampel, kontak dengan tempat sampel bahan grafit membentuk CO kemudian dibawa oleh gas pembawa dilewatkan tabung berisi bahan oksidator untuk mengoksidasi CO menjadi CO₂ menuju ke sel analisis. Analisis mode ON dilewatkan oksidator CuO dan mode OH dilewatkan *schutze reagent*⁽⁴⁾. Dalam sel analisis terdapat sumber sinar infra merah yang senantiasa memancar, dan dilewatkan tabung yang didalamnya mengalir gas CO₂, ketika tidak ada gas yang mengalir ke dalam sel, intensitas energi infra merah diterima detektor dalam keadaan maksimum 100%. Adanya gas oksigen dalam bentuk CO₂ yang bersifat menyerap energi infra merah pada panjang gelombangnya, maka terjadi penurunan intensitas energi infra merah yang diterima detektor. Tegangan keluaran detektor dihubungkan *pre-amplifier* sebagai fungsi eksponensial dari kenaikan konsentrasi CO₂ atau eksponensial penurunan intensitas yang diterima detektor dan sebanding dengan kadar oksigen⁽⁴⁾.

Untuk analisis gas nitrogen dan hidrogen prinsipnya didasarkan pada kemampuan sel analisis mendeteksi perbedaan konduktivitas panas bermacam gas, dalam hal ini adalah konduktivitas panas antara gas pembawa dan gas analit. Sistem sel analisis terbagi menjadi dua ruang yaitu: ruang pembanding dan ruang pengukur, di dalamnya dirangkai sel konduktivitas panas berfungsi sebagai detektor. Sel konduktivitas merupakan rangkaian sepasang filamen thermistor membentuk jembatan *wheatstone* yang masing-masing ditempatkan dalam ruang pembanding dan ruang

pengukur. Perangkat thermistor mampu mendeteksi perubahan konduktivitas panas sekelilingnya akibat masuknya gas analit. Saat tidak ada sampel pada kedua ruang hanya mengalir gas pembawa / pembanding dengan kecepatan, tekanan dan suhu tetap, sehingga kedua pasangan sel seimbang disebut pembacaan minimal (*baseline*). Ketika masuk gas analit yang memiliki nilai konduktivitas panas berbeda dengan gas pembawa/ pembanding menyebabkan perubahan suhu dalam ruang pengukur dan perubahan nilai tahanan, sehingga keadaan menjadi tidak seimbang. Besarnya ketidak seimbangan yang terjadi sebanding dengan jumlah gas analit. Harga konduktivitas panas⁽⁶⁾ ($\text{calories/cm sec}^\circ\text{CX}10^5$) beberapa gas antara lain : $\text{N}_2 = 5,6$; Helium = 33; $\text{H}_2 = 39$. Mode analisis dikerjakan secara simultan untuk dua analit yaitu : simultan oksigen-nitrogen dan simultan oksigen-hidrogen. Bila menginginkan analisis kadar oksigen-nitrogen maka mode *swicth* diposisikan pada mode ON, sedangkan bila mau menganalisis kadar oksigen-hidrogen, maka *swicth* diposisikan pada mode OH.

III. METODOLOGI

A. Alat dan Bahan

Seperangkat alat ONH-2000 Eltra, timbangan analitis, pendingin sekunder, pinset sampel, gunting, tang krusibel, sikat kawat, kuas, spesimen *stainless steel standard ON in Steel Calibration Sample Leco Corporation*, O = (208 ± 6) ppm, N = (257 ± 5) ppm, *standard H in Steel Calibration Sample Leco Corporation*, H = $(5,8 \pm 0,3)$ ppm, gas Helium UHP, gas N_2 UHP, udara tekan, aquadest, *glass wool*, majun, tisu, *magnesium perchlorate (anhydrone)*, *sodium hydroxide (ascarite)*, *copper oxide catalyst*, *schutzes reagent* dan *grease*.

B. Cara kerja

Uji fungsi sistem peralatan ONH 2000 Eltra dilakukan secara bertahap, yaitu : uji fungsi perangkat lunak pengendali kerja peralatan ONH-2000 Eltra, dilanjutkan dengan uji fungsi sistemik analisis mode ON & OH dengan cara menganalisis spesimen *stainless steel* dan mencoba semua mode tungku yang ada : *continue*, *On-Off-On automatic* dan *On-Off-On manual* dan dilanjutkan uji kehandalan alat dengan menganalisis material standar *ON & H in steel*, kemudian dilakukan analisis hasil uji fungsi dan diambil kesimpulan hasil uji fungsi. Setiap tahapan uji fungsi dikerjakan bila uji fungsi tahapan sebelumnya telah berhasil dengan baik.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

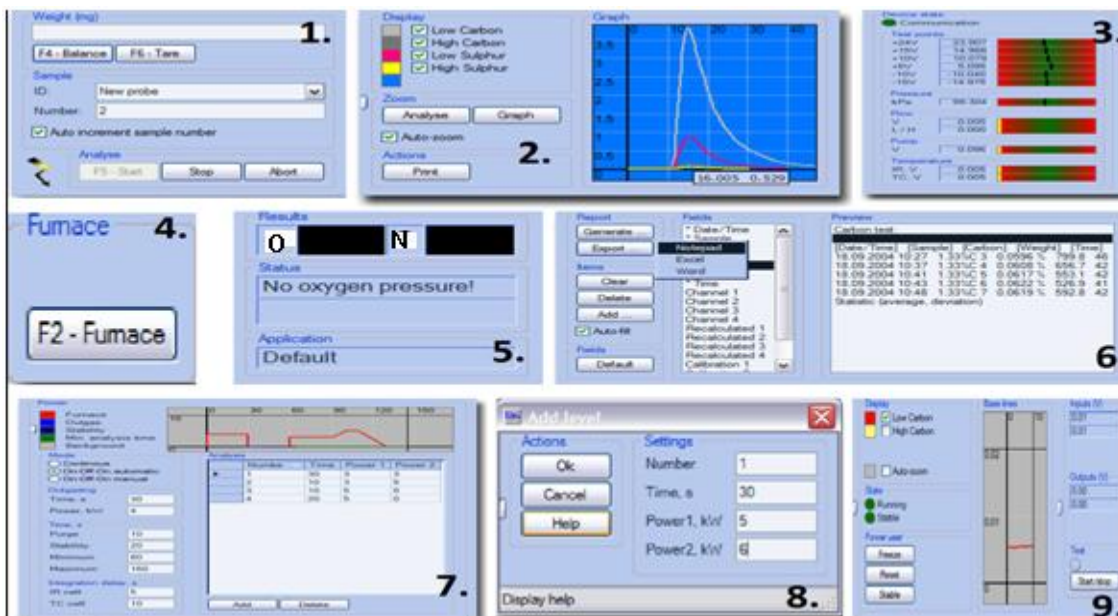
Diperoleh hasil uji fungsi peralatan ONH-2000 Eltra secara keseluruhan sebagai berikut :

1. Uji Fungsi Perangkat Lunak Pengendali Operasi Peralatan ONH-2000 Eltra.

Uji Fungsi Perangkat lunak pengendali operasi sistem peralatan yang telah diinstal di komputer, dijalankan dengan cara memilih ikon *Uni* di layar monitor untuk masuk dan berada di jendela kerja alat ONH-2000 Eltra, seperti pada Gambar 3. Gambar Tampilan Jendela Kerja Alat ONH-2000 Eltra Jalur ON.

a. Uji fungsi **Window : Analysis control** (Gambar 3 bagian 1) :

- Menu perintah untuk memasukkan data-data sampel secara manual dan otomatis yaitu : *Weight, F4, F6, sample ID*, diketahui berfungsi baik.
- Menu perintah untuk mengontrol analisis antara lain: memulai, membatalkan dan menghentikan analisis yaitu : *F5 Start, Stop, Abort*, semua diketahui berfungsi baik.



Gambar 3. Gambar Tampilan Jendela Kerja Alat ONH-2000 Eltra Jalur ON.

b. Uji fungsi **Window : Graph** (Gambar 3 bagian 2) :

Menu perintah untuk menampilkan dan untuk mencetak grafik kurva hasil data analisis *low oksigen, high oksigen, low nitrogen/hydrogen* dan *high nitrogen/hydrogen*, yaitu : *Display, Auto zoom, Print*, diketahui berfungsi baik.

- c. Uji fungsi **Window: Device state** (Gambar 3 bagian 3):
Menu perintah untuk menampilkan keluaran nilai parameter besaran elektronik instrumen, salah satunya dapat digunakan untuk memonitor kesiapan detektor alat agar memberikan data analisis yang terbaik, diketahui berfungsi baik.
- d. Uji fungsi **Window : Furnace control** (Gambar 3 bagian 4):
Menu perintah untuk membuka dan menutup *furnace* ketika mengganti krusibel selama proses dengan menekan tombol *F2 Furnace*, diketahui berfungsi baik.
- e. Uji fungsi **Window: Status** (Gambar 3 bagian 5):
Menu berisi perintah untuk menampilkan : *Result* (data dua analit ON atau OH disetiap akhir analisis), *Status* (kesiapan sistem alir gas dan sistem pendingin primer dalam *furnace*) dan *Application* (untuk memilih aplikasi sampel yang sudah dibuat, misalnya : Zirkaloy, paduan U dan *stainless steel*). Semua perintah diketahui berfungsi dengan baik.
- f. Uji fungsi **Window: Results** (Gambar 3 bagian 6):
Menu untuk perintah penampil semua data hasil yang pernah dilakukan dengan format *microsoft office excell* atau *microsoft office word*, diketahui berfungsi baik.
- g. Uji fungsi **Window: Furnace power** (Gambar 3 bagian kotak nomor 7):
Menu perintah untuk mengatur parameter operasi *furnace*, yaitu :
- *Continous Mode*, mode kerja catu daya *furnace* dan mode pemasukan sampel berlangsung kontinue dan otomatis selama analisis berlangsung, mulai dari tahapan *outgassing*, *purging*, *stability*, *sampel loading* dan analisis sampel, diketahui berfungsi baik. Sedangkan *On-Off-On Automatic Mode* dan *On-Off-On Manual Mode*, catu daya *furnace On* hanya pada saat tahapan *outgassing* dan analisis sampel sedangkan saat tahapan *purging*, *stability* dan *sampel loading*, sistem catu daya *furnace* secara otomatis dimatikan. Perbedaan kedua mode adalah pada metode pemasukan sampel secara otomatis dan manual, mode kerja *furnace* diketahui berfungsi baik.
 - *Outgassing time, s* : untuk mengatur lama waktu *outgassing* krusibel, diketahui berfungsi baik.
 - *Outgassing power kW*: untuk mengatur besar daya *outgassing* krusibel, diketahui berfungsi baik.
 - *Purging time,s*: untuk mengatur lama waktu pembersihan sistem paska *outgassing*, diketahui berfungsi baik.
 - *Minimum, maksimum time,s*: untuk mengatur waktu minimum dan maksimum analisis sampel, diketahui berfungsi baik.

- *IR cell Integration delay time,s* : untuk mengatur waktu tunda detektor *IR cell* bekerja, diketahui berfungsi baik.
 - *TC Cell Integration delay time,s* : untuk mengatur waktu tunda detektor *TC Cell* bekerja, diketahui berfungsi baik.
 - *Add/Delete* : untuk menambah dan menghapus parameter analisis sampel, diketahui berfungsi baik.
- h. Uji fungsi **Window: Add level** (Gambar 3 bagian 8): *Add level* dan hasilnya : untuk mengatur/merubah parameter waktu dan daya furnace analisis sampel, diketahui berfungsi baik.
- i. Uji fungsi **Window: Base lines** (Gambar 3 bagian 9): sebagai indikator *Running* dan *Stable*, setelah 120 menit kedua indikator menyala, berarti instrumen sudah siap untuk analisis, diketahui berfungsi baik.

2. Uji fungsi sistemik sistem peralatan

Dengan menganalisis spesimen *stainless steel*, bertujuan untuk memastikan bahwa analisis mode jalur ON & jalur OH berfungsi dan dapat menghasilkan data analisis oksigen nitrogen dan data analisis oksigen hidrogen dalam spesimen tersebut. Parameter analisis diatur mengacu seperti pada Operation Manual ONH-2000 Oxygen Nitrogen Hydrogen Determinator PC Controlled Eltra GmbH bab "Analysis" yaitu :

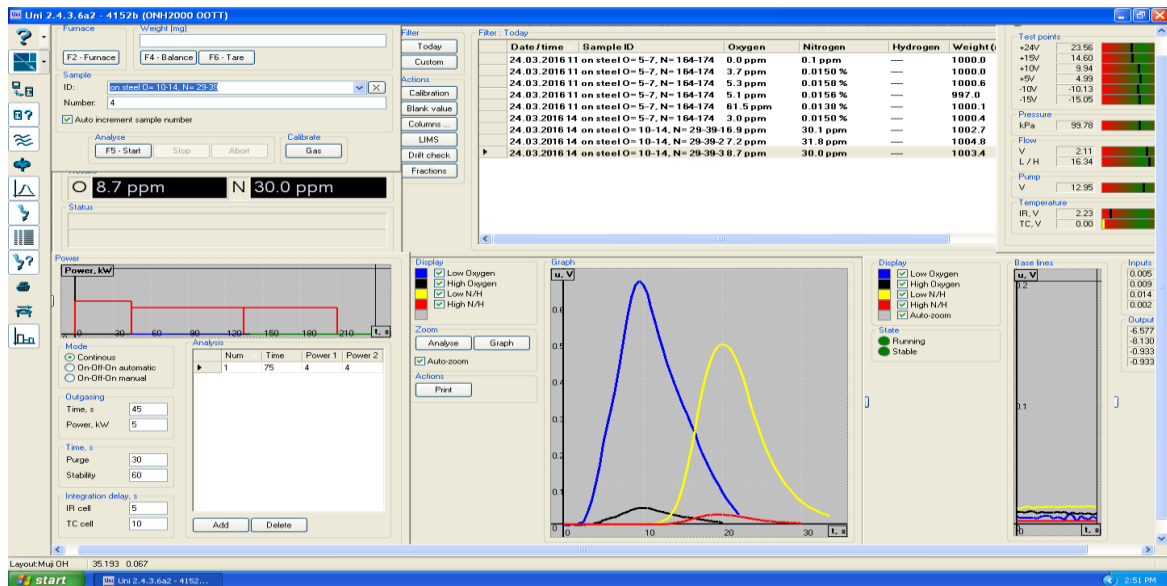
- <i>Outgassing</i>	: <i>Power - time</i>	4,5 kW for 30 - 45s
	<i>Purge time</i>	10s
	<i>Stabiliser time</i>	30s
	<i>Integration delay</i>	10s
- <i>Analysis</i>	: <i>Power / time</i>	3,3 kW for 60s
	<i>Min. analysis time</i>	50s

Semua mode kerja tungku digunakan yaitu: *continue*, *On-Off-On automatic* dan *On-Off-On manual*, untuk memastikan bahwa peralatan mampu berfungsi secara sistemik menganalisis kadar oksigen-nitrogen dan kadar oksigen-hidrogen. Diperoleh data uji fungsi sistemik jalur ON & OH pada semua mode kerja tungku, seperti pada Tabel 1. Data uji fungsi sistemik peralatan ONH-2000 Eltra jalur ON dan OH sebagai berikut:

Tabel 1. Data uji fungsi sistemik peralatan ONH-2000 Eltra jalur ON dan jalur OH.

Analisis mode ON				Analisis mode OH			
Mode kerja tungku	Spesimen (mg)	Oksigen (ppm)	Nitrogen (ppm)	Mode kerja tungku	Spesimen (mg)	Oksigen (ppm)	Hidrogen (ppm)
Continue	997,2	8,7	30,0	Continue	996,9	9,5	19,3
On-Off-On automatic	1000,1	9,1	29,9	On-Off-On automatic	997,9	9,7	17,2
On-Off-On manual	998,9	10,2	31,3	On-Off-On manual	999,4	9,9	21,6

Uji fungsi sistemik peralatan ONH-2000 Eltra dengan analisis spesimen *stainless steel* memberikan data kadar oksigen nitrogen hidrogen dengan berbagai mode kerja tungku seperti pada Tabel 1. Data uji fungsi sistemik peralatan ONH-2000 Eltra jalur ON dan OH, salah satu contoh tampilan data analisis seperti pada Gambar 4. Gambar tampilan jendela kerja alat ONH-2000 Eltra jalur ON.



Gambar 4. Gambar tampilan jendela kerja alat ONH-2000 Eltra jalur ON.

3 Uji Keandalan

Uji keandalan alat, dilakukan dengan cara menganalisis bahan standar *ON in steel* dan *H in steel*, kemudian membandingkan data hasil analisis standar dengan data spesifikasi keberterimaan yang ada dalam sertifikat standar tersebut. Bahan standar langsung dianalisis menggunakan metode *furnace continue* dan parameter analisis metode dan parameter analisis diatur mengacu pada "Operation Manual ONH-2000 Oxygen Nitrogen Hydrogen Determinator PC Controlled Eltra GmbH" bab "Analysis" dan "Application".

Pada setiap analisis bahan standar selalu diperiksa sampel yang dikeluarkan dari tungku dan sampel standar yang telah dianalisis secara visual tampak terlebur sempurna, menunjukkan bahwa analisis dilakukan pada parameter analisis optimum, yaitu : daya tungku dan parameter waktu untuk (*purge, stabilizing, min, max*). Bila parameter analisis belum optimum dimungkinkan beberapa hal terjadi antara lain:

- Daya tungku tidak optimum, mengakibatkan sampel tidak terlebur sempurna yang berdampak pada belum lepasnya semua analit dalam sampel.
- *Purging time* (waktu pembersihan sistem) bila kurang, dimungkinkan masih ada pengotor gas dan debu sisa analisis yang mungkin terperangkap dalam sistem alir gas.
- *Stabilizing, minimum, maximum time* (waktu penstabilan sistem detektor, minimum dan maksimum waktu analisis) bila tidak optimum berdampak pada belum semua kandungan analit tercacah.

Diperoleh data uji keandalan alat seperti pada Tabel 2. Data analisis bahan standar *ON in Steel* dan *H in Steel*.

Tabel 2. Data Analisis Bahan Standar *ON in Steel* dan *H in Steel*.

Bahan Standar	Kadar Oksigen (ppm)	Kadar Nitrogen (ppm)	Rerata kadar Oksigen (ppm)	Rerata kadar Nitrogen (ppm)
<i>ON in steel,</i>	204,4	255,3		
O = (208 ± 6) ppm	205,9	260,1	207,3 ± 3,7	257,9 ± 2,4
N = (257 ± 5) ppm	205,9	258,4		

Bahan Standar	Kadar Oksigen (ppm)	Kadar Hidrogen (ppm)	Rerata kadar Oksigen (ppm)	Rerata kadar Hidrogen (ppm)
<i>H in steel</i> , H = (5,8 ± 0,3) ppm	81,7	6,1	82,4 ± 1,2	6,0 ± 0,1
	83,8	5,9		
	81,6	6,1		

Nilai rerata dan nilai simpangan hasil analisis kadar oksigen, nitrogen dan hidrogen dalam bahan standar *ON in steel* dan *H in steel* memenuhi keberterimaan spesifikasi standar.

V. KESIMPULAN

Hasil uji fungsi perangkat lunak pengendali kerja peralatan dan uji fungsi sistemik peralatan mode analisis jalur ON & OH sudah berfungsi dengan baik. Hasil data analisis bahan standar *ON* dan *H in steel*, O = (207,3 ± 3,7)ppm; N = (257,9 ± 2,4)ppm; H = (6,0±0,3)ppm, semua rerata data analisis memenuhi spesifikasi keberterimaan, dengan demikian dapat disimpulkan bahwa peralatan ONH-2000 Eltra berfungsi dengan baik dan siap untuk analisis kadar oksigen nitrogen dan hidrogen dalam padatan anorganik.

UCAPAN TERMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ibu Ir. RR. Ratih Langenat, MT dan Ibu Torowati, ST selaku Ka. BFBBN dan Ka. Kelompok Kendali Kualitas yang sudah memberikan dukungan dan arahan untuk kegiatan ini. Terima kasih kepada semua rekan-rekan IEBE yang telah membantu kelancaran kegiatan uji fungsi ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Tri Yulianto, "Diktat Pelatihan Supervisor Dan Operator IEBE," Serpong Maret 2009.
- [2] Buku Kendali Kualitas Fabrikasi Elemem Bakar Nuklir, Th 1989.

- [3] Annual Book Of ASTM Standards, B350/B350M-11, Standard Specification for Zirconium and Zirconium Alloy Ingots for Nuclear Application, 2016.
- [4] Operation Manual ONH-2000 Oxygen Nitrogen Hydrogen Determinator PC Controlled Eltra GmbH Manual, Mainstr. 85 block 20, Germany 2005.
- [5] Annual Book Of ASTM Standards, E1019 – 11, Test Method for Determination of C,S,N,O in Steel, Iron*, Nickel/ Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques, 2011.