

PENENTUAN KESTABILAN *SPARKING* SPEKTROMETER EMISI MENGUNAKAN BAHAN PADUAN ALUMINIUM

Agus Jamaludin, Djoko Kisworo, Darma Adiantoro
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN
Email: astrifauzi@yahoo.com

ABSTRAK

PENENTUAN KESTABILAN *SPARKING* SPEKTROMETER EMISI MENGGUNAKAN BAHAN PADUAN ALUMINIUM. Telah dilakukan penentuan kestabilan *sparking* spektrometer emisi dengan menggunakan bahan paduan aluminium. Tujuannya adalah untuk mengetahui unjuk kerja alat spektrometer emisi dalam analisis unsur logam pada bahan berbasis aluminium. Bahan yang digunakan adalah bahan standar sekunder aluminium dengan berbagai konsentrasi dan bahan standar *Certificate Reference Material* (CRM) ALCAN. Preparasi permukaan bahan yang dikenakan *sparking* dilakukan melalui proses pembubutan sampai rata dan halus, kemudian dibersihkan menggunakan air bebas mineral dan aseton. *Sparking* dilakukan dengan menggunakan sumber eksitasi sesuai program yang telah tersedia dalam program pengoperasian alat. Hasil kegiatan menunjukkan bahwa kestabilan *sparking* tercapai pada *sparking* yang ke 8 dengan cacat permukaan bahan sesuai dengan persyaratan analisis dan nilai Al_{corr} sekitar 6. Pada kondisi ini dilakukan pengukuran unsur Mn dan diperoleh unjuk kerja alat yaitu presisi dan bias pengukuran masing-masing dengan nilai 0,79% dan 1,129%.

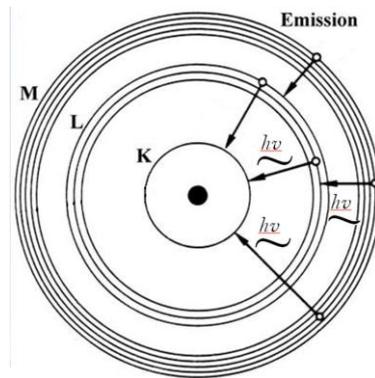
Kata kunci: *sparking*, spektrometer emisi, aluminium

PENDAHULUAN

Analisis kimia terhadap bahan yang digunakan dalam kegiatan pengembangan teknologi bahan bakar nuklir dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur logam pengotor atau impuriti, terutama unsur yang memilikiampang serapan neutron tinggi. Unsur tersebut sangat berpengaruh pada unjuk kerja bahan bakar selama di dalam teras reaktor sehingga informasi kandungan unsur-unsur logam dalam bahan-bahan nuklir harus akurat. Salah satu metode yang digunakan dalam analisis unsur-unsur logam pengotor dalam suatu bahan adalah metode spektrometri emisi. Spektrometer emisi memiliki kemampuan mengidentifikasi unsur pada tingkat konsentrasi ppm dan pengukuran secara simultan. Untuk mendapatkan informasi akurat maka pengukuran dilakukan pada kondisi pengukuran yang stabil dan optimum.

Spektrometer emisi merupakan salah satu alat analisis kimia, yang digunakan untuk menentukan unsur-unsur logam dalam suatu bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip pengukuran spektrometer emisi berdasarkan analisis panjang gelombang karakteristik dari setiap unsur yang mengalami peristiwa eksitasi. Peristiwa eksitasi terjadi bila atom dari suatu unsur dikenai sumber energi termik, maka elektron

di orbital paling luar dalam atom tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi elektron yang lebih tinggi. Elektron pada keadaan tereksitasi sangat tidak stabil sehingga elektron yang tereksitasi akan secepatnya kembali ke tingkat energi semula yaitu pada tingkat energi dasar (*ground state*), dengan melepaskan energi yang berupa pancaran sinar ultra violet atau sinar infra merah. Sinar yang diemisikan ini mempunyai panjang gelombang yang memiliki karakteristik sesuai dengan atom dari unsur yang bersangkutan. Fenomena ini dapat dilihat seperti Gambar 1.



Gambar 1. Fenomena peristiwa eksitasi atom

Hubungan energi dan panjang gelombang karakteristik foton dinyatakan dalam persamaan sebagai berikut:

$$E = h \frac{c}{\lambda} \dots\dots\dots (1)$$

Dengan :

- E : energi foton (Joule)
- λ : panjang gelombang sinar karakteristik (meter)
- h : konstanta Planck' s (6,626 x 10⁻³⁴ joule)
- c : kecepatan cahaya (2,998 x 10⁸ m/s)

Spektrometer emisi menggunakan sumber eksitasi dalam bentuk busur listrik atau *spark*. *Sparking* pada permukaan sampel menyebabkan vaporisasi, atomisasi/ ionisasi dan eksitasi dari unsur-unsur yang terkandung dalam sampel^[1]. Sehubungan dengan hal tersebut, maka kesempurnaan *sparking* sangat berpengaruh pada hasil analisis.

Sparking yang dapat memberikan hasil analisis yang baik bila ada tanda *sparking* pada permukaan sampel seperti yang terlihat seperti Gambar 2 ^[2].



Gambar 2. Tanda *sparking* pada Permukaan Sampel^[2]

Selain secara visual, hasil *sparking* dapat ditunjukkan pula dari besaran Al_{corr} (koreksi Al), yang merupakan perbandingan nilai prediksi dan nilai aktual dari intensitas Al. Hasil *sparking* yang memenuhi persyaratan analisis dan stabil akan memberikan nilai Al_{corr} yang rendah dan konstan pada beberapa kali *sparking*. Berdasarkan kegiatan sebelumnya, awal *sparking* sering mendapatkan hasil *sparking* yang belum sesuai seperti Gambar 2, dengan nilai Al_{corr} yang berfluktuasi dalam kisaran luas tertentu. Oleh karena itu, dilakukan penentuan kestabilan *sparking* melalui pengamatan cacat permukaan dan nilai Al_{corr} , untuk mengetahui unjuk kerja alat spektrometer emisi dalam analisis unsur-unsur logam pada bahan aluminium.

TATA KERJA

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam kegiatan ini adalah bahan paduan Al standar sekunder dengan komposisi bervariasi dan bahan standar Al *Certified Reference Material* (CRM). Preparasi sampel dilakukan dengan membersihkan permukaan sampel dengan cara dibubut sampai permukaan rata dan halus. Kemudian dikeringkan dengan menggunakan aseton. Setelah kering, sampel diletakkan dalam *spark stand*. *Spark stand* adalah bagian ruangan sampel dan elektroda yang dialiri arus dari suatu unit pembangkit tegangan tinggi (*High Voltage Discharge*) sehingga akan timbul *spark* (pembakaran lokal). Proses *spark* ini akan menyebabkan molekul di dalam sampel akan teratomisasi dan terionisasi. Proses *sparking* pada permukaan sampel seperti yang terlihat pada Gambar 3.

Gambar 3. *Sparking* pada permukaan sampelTabel 1. Parameter *Sparking* Paduan Aluminium

Model <i>Sparking</i>	<i>First Sparking</i>
<i>Preburn frequency</i>	400 (HZ)
<i>Preburn spark</i>	1600 (HZ)
<i>Integration source condition</i>	4
<i>Integration frequency</i>	200
<i>Integration spark</i>	1200
<i>Preflush time</i>	4 detik

Sebelum *sparking*, terlebih dahulu dilakukan pemeriksaan terhadap kondisi lingkungan pengukuran yaitu;

- Aliran gas argon

Pemeriksaan pada gelembung gliserin (1 gelembung/detik), *preflush* (10 l/ menit) dan analisis (5 l/menit).

- Kondisi kevakuman dalam spektrometer

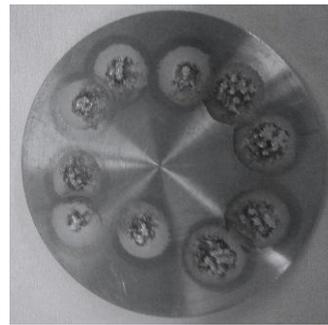
Pemeriksaan dilakukan melalui program dan nilai kevakuman 150 bar.

- Suhu spektrometer

Dilakukan pemeriksaan melalui parameter *heater cycle* yang ditunjukkan dengan *range* antara 400 °C s/d 500 °C.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada kegiatan ini telah dilakukan *sparking* pada bahan Al standar sekunder dengan beberapa kali pengulangan *sparking*. Cacat pada permukaan yang dihasilkan dari proses tersebut dapat dilihat pada Gambar 4 dan data pada Tabel 2.

(a) *sparking* belum optimum(b) *sparking* optimumGambar 4. Cacat permukaan sampel yang telah dikenai *sparking*

Gambar diatas menunjukkan bahwa terdapat beberapa cacat permukaan akibat *sparking*. Gambar 4(a) tampak menunjukkan cacat permukaan relatif kurang dalam jika dibandingkan dengan cacat permukaan pada Gambar 4(b). Hal ini disebabkan pada awal *sparking* pada elektroda masih ada lapisan oksida dan beda tegangan antara elektroda dengan sampel yang digunakan dalam *sparking* belum optimum. Dengan demikian, energi evaporasi atom-atom pada permukaan sampel tersebut relatif masih kecil, yang mengakibatkan jumlah atom yang terevaporasi dan tereksitasi belum mencapai titik optimal. Pada pengulangan *sparking* yang keenam kali, cacat permukaan yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 4(b). Pola cacat permukaan pada Gambar 4(b) memiliki kesamaan dengan cacat permukaan pada Gambar 2, hal ini menunjukkan bahwa pada *sparking* yang ke 6 diperoleh hasil *sparking* yang optimum. Hasil ini didukung pula dari nilai Al_{corr} , seperti yang terlihat pada Tabel 2, dimana pada *sparking* ke 6 diperoleh nilai Al_{corr} dan nilai intensitas Al mendekati konstan.

Untuk mengetahui kondisi optimum maka dilakukan pengukuran *sparking* untuk analisis unsur Mn pada bahan standar sekunder dengan membuat kurva kalibrasi dari hasil *sparking* beberapa bahan standar sekunder dan kemudian dilakukan penentuan ketepatan dan ketelitian dengan mengukur bahan acuan CRM yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 3 dan Gambar 5.

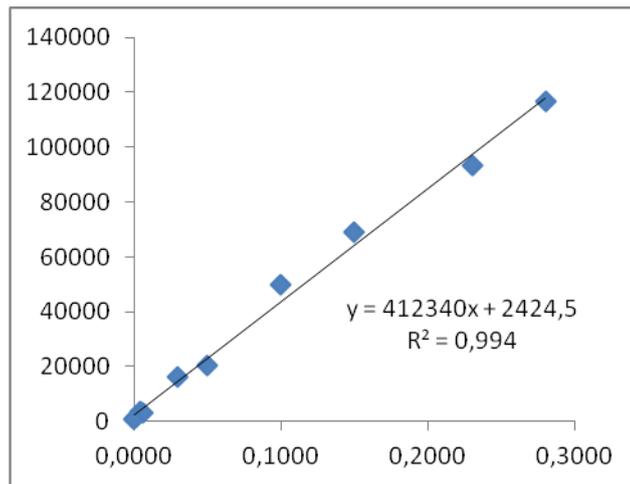
Tabel 2. Data Al_{corr} pada pengukuran bahan standar sekunder Aluminium

No Sparking	Al_{corr}	Intensitas Al
1	500	400
2	346,021	578
3	76,22	2624
4	11,446	17474
5	8,825	22664
6	7,225	27682
7	7,263	27536
8	6,772	28552
Rata-rata		15938.75
SD		12726.62
RSD		0.79847

Tabel 3 Data intensitas Mn pada kondisi Al_{corr} 6

Konsentrasi (%) Mn	Intensitas
0,0000	765,333
0,0017	1971,333
0,0045	3619,000
0,0060	3398,667
0,0300	16419,667
0,0500	20391,400
0,1000	50112,667
0,1500	68972,667
0,2300	93458,667
0,2800	116531,800
Rata-rata	37564120.1
SD	42408849.3
RSD	1.128972253

Kurva kalibrasi dibuat dari hubungan konsentrasi (Mn) dengan intensitas yang diperoleh pada *sparking* yang ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Kurva kalibrasi unsur Mn

Koefisien regresi (R^2) dari kurva kalibrasi Mn lebih besar dari nilai acuan (ASTM) sehingga kurva kalibrasi ini dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi pengukuran/*sparking* dengan cara mensubstitusi intensitas pengukuran ke dalam persamaan regresi dari kurva kalibrasi pada Gambar 5. Hasil perhitungan dicantumkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Data konsentrasi pengukuran dan sertifikat unsur Mn serta Al corr

Intensitas	Konsentrasi Pengukuran (%)	Al corr	Konsentrasi Sertifikat (%)	Bias (%)
53907	0,12485	6,468	0,12	4,045
52973	0,12259	6,117	0,12	2,158
53455	0,12376	6,352	0,12	3,132
53581	0,12406	6,571	0,12	3,387

Tabel 4. menunjukkan bahwa pada Al_{corr} di dalam kisaran nilai 6 dapat diperoleh nilai bias pengukuran unsur Mn lebih rendah dari 5%. Presisi pengukuran, yang ditunjukkan dari nilai RSD diperoleh sebesar 0,79%. Nilai RSD didapatkan dari persamaan;

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \dots\dots\dots (2)$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (3)$$

dengan;

RSD = Standar deviasi relative

SD = Standar deviasi

\bar{x} = Rata-rata

x_i = Data ke-i

Besaran bias dan presisi yang diperoleh berada dalam batasan yang masih memenuhi persyaratan analisis sehingga kondisi *sparkling* yang stabil dan maksimal dapat diamati dari nilai Al_{corr} dengan kisaran ± 6 dan bentuk dari cacat permukaan hasil *sparkling*.

KESIMPULAN

Kestabilan *sparkling* spektrometer emisi menggunakan bahan aluminium dapat diamati dari bentuk cacat permukaan maksimal dengan nilai Al_{corr} pada kisaran $Al_{corr} \pm 6$. Pada kondisi *sparkling* yang stabil diperoleh presisi/ ketepatan dan bias rata-rata pengukuran unsur Mn masing-masing sebesar 0,79% dan 1,129%.

PUSTAKA

- [1]. Dr Heath Bagshaw, Workshop Analysis 2012, Centre for microscopy and analysis, Trinity College Dublin, 2012.
- [2]. Anonim, Manual Alat Spektrometer Emisi, Philip.
- [3]. Hobart H . Wilard, Instrumental Method Of Analysis, Publishing Company, 7 sh Edition, 2012.