

PENENTUAN IMPURITAS ZIRKALOI-2 DENGAN PELARUTAN CAMPURAN HF-HNO₃ DAN CAMPURAN H₂SO₄-HF-H₂O₂ MENGGUNAKAN ALAT SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

Mu'nisatun Sholikhah¹, Rahmiati, Deni Mustika

¹Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Setu, Banten, Indonesia, 15346

¹munisatuns@batan.go.id

ABSTRAK. PENENTUAN IMPURITAS ZIRKALOI-2 DENGAN PELARUTAN CAMPURAN ASAM FLUORIDA-ASAM NITRAT DAN CAMPURAN ASAM SULFAT-ASAM FLUORIDA-HIDROGEN PEROKSIDA MENGGUNAKAN ALAT SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM, telah dilakukan. Zirkaloi-2 adalah bahan komponen reaktor nuklir yang nilai unsur impuritasnya dijaga ketat dibawah batas yang dipersyaratkan, dan dapat diuji dengan Spektrometer Serapan Atom (SSA). Uji linieritas dan akurasi perlu dilakukan untuk mengetahui pengaruh matriks dan pelarut terhadap pengujian impuritas zirkaloi-2. Uji linieritas dan akurasi dilakukan pada analisis unsur Cd, Co, Ni, Mg dan Mn dengan membandingkan preparasi zirkaloi-2 campuran asam HF-HNO₃ dan H₂SO₄-HF-H₂O₂ dengan metode adisi. Dari hasil uji komparasi linieritas dan akurasi disimpulkan bahwa analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Cd, Co, Ni dan Mg yang dipreparasi dengan campuran HF:HNO₃ memenuhi persyaratan validasi pengujian. Sedangkan analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Mo pada zirkaloi-2 yang dipreparasi dengan campuran HF:HNO₃, untuk konsentrasi di atas 50 mg/L belum memenuhi persyaratan. Analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Ni yang dipreparasi dengan campuran H₂SO₄:HF:H₂O₂ memenuhi persyaratan validasi pengujian. Analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Mg yang dipreparasi dengan campuran H₂SO₄:HF:H₂O₂, untuk konsentrasi di atas 50 mg/L belum memenuhi persyaratan. Sedangkan analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Cd, Co dan Mo pada zirkaloi-2 yang dipreparasi dengan H₂SO₄:HF:H₂O₂ belum memenuhi persyaratan.

Kata kunci : Zirkaloi-2, linieritas, akurasi, impuritas, spektrofotometer serapan atom (SSA)

ABSTRACT. DETERMINATION OF ZIRCALLOY-2 IMPURITY BY DISSOLUTION USING NITRIC ACID-FLUORIDIC ACID MIXTURE AND SULPHURIC ACID-FLUORIDIC ACID-HYDROGEN PEROXIDE MIXTURE BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER. Zircalloy-2 is a nuclear reactor component material whose elemental impurity values are strictly maintained below the required limits, and can be tested with an Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). Linearity and accuracy tests need to be done to determine the effect of matrices and solvents on the zircalloy-2 impurity test. Linearity and accuracy tests were

performed on the analysis of the elements Cd, Co, Ni, Mg and Mn by comparing the mixture of HF-HNO₃ and H₂SO₄-HF-H₂O₂ acids with the addition method. From the results of the linearity and accuracy comparison test, it was concluded that the AAS analysis for zircalloy-2 impurities of Cd, Co, Ni and Mg elements prepared with a mixture of HF: HNO₃ met the validation requirements of the test. While the analysis of AAS for zirkaloi-2 impurities Mo elements on zircalloy-2 prepared with a mixture of HF: HNO₃, for concentrations above 50 mg/L does not meet the requirements. AAS analysis for zircalloy-2 impurities of Ni element prepared with a mixture of H₂SO₄: HF: H₂O₂ fulfills the test validation requirements. AAS analysis for zircalloy-2 impurities Mg elements prepared with a mixture of H₂SO₄: HF: H₂O₂, for concentrations above 50 mg/L have not met the requirements. Whereas AAS analysis for zircalloy-2 impurities Cd, Co and Mo elements prepared with a mixture of H₂SO₄: HF: H₂O₂, has not met the requirements.

Key words : *zircalloy-2, linearity, accuracy, impurities, atomic absorbance spectrophotometer (AAS)*

I. PENDAHULUAN

Zirkaloi banyak digunakan pada kelongsong dan komponen bahan bakar reaktor tipe berpendingin air, reaktor air mendidih dan reaktor air berat bertekanan. Zirkaloi banyak digunakan pada reaktor nuklir thermal sebagai kelongsong pada bahan bakar reaktor air mendidih dan zirkaloi-4 sebagai kelongsong pada bahan bakar reaktor air berat bertekanan. Pemilihan zirkonium sebagai bahan dukung reaktor nuklir karena pertimbangan : tampang lintang serapan neutron yang rendah, mempunyai ketahanan korosi yang baik dan konduktivitas thermal yang baik ⁽¹⁾, selain sifat yang dibutuhkan dalam reaktor, sifat lain yang menjadi pertimbangan pemilihan zirkaloy yaitu : sifat mekanik yang baik, tersedia secara komersial, dan mudah difabrikasi ⁽²⁾.

Sistem kendali kualitas diterapkan pada zirkaloi-2 diantaranya pengujian impuritas. Pengujian impuritas zirkolai-2 menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Uji linieritas dan akurasi perlu dilakukan untuk penentuan kadar impuritas dalam zirkaloi-2 menggunakan SSA untuk mengetahui pengaruh matriks zirkaloi-2 dan pelarut terhadap pengujian impuritas serta untuk menjamin mutu pengujian pada sistem kendali kualitas bahan bakar nuklir.

Dalam analisis menggunakan alat spektrofotometer serapan atom, sampel zirkaloi-2 terlebih dahulu dilakukan destruksi basah dengan cara pelarutan menggunakan asam-asam kuat dan zat-zat pengoksidasi kuat. Asam-asam yang biasa

digunakan umumnya antara lain asam klorida (HCl), asam nitrat (HNO₃), asam sulfat (H₂SO₄), asam perklorat (HClO₄), hidrogen peroksida (H₂O₂), asam fluorida (HF) dan asam pospat (H₃PO₄)⁽³⁾. Penggunaan asam-asam mineral sangat menguntungkan karena kelebihan asam mudah dihilangkan, misalnya dengan penguapan. Selain itu juga dapat dibuat berbagai variasi campuran asam-asam tersebut.⁽⁴⁾

Belum banyak pustaka yang membahas tentang pelarut yang sesuai digunakan untuk melarutkan zirkaloi. Paduan zirkonium-uranium dapat larut dalam campuran asam fluorida dan asam nitrat⁽⁵⁾. Sedangkan dengan campuran asam sulfat-asam fluorida-hidrogen peroksida dari pengalaman laboratorium kendali kualitas pernah dilakukan untuk melarutkan zirkaloi. Untuk menentukan seberapa tinggi tingkat akurasi menggunakan dua campuran pelarut asam tersebut, maka dilakukan komparasi uji linieritas dan akurasi (*recovery*) hasil analisis. Dalam makalah ini dilakukan analisis unsur impuritas terhadap zirkaloi-2 dengan pelarut campuran asam fluorida-asam nitrat dan campuran asam sulfat-asam fluorida-hidrogen peroksida menggunakan alat spektrofotometer serapan atom. Sedangkan uji akurasi dilakukan dengan cara metode adisi secara bertingkat terhadap sampel zirkaloi-2 yang didasarkan pada kisaran kerja optimum alat. Pada penelitian ini, uji linieritas dan akurasi dilakukan terhadap impuritas Cd, Co, Mg, Mo dan Ni.

II. TEORI

Zirkaloi terdiri dari beberapa unsur logam pepadu yang disebut juga unsur makro yaitu, Nb, Ni, Fe, Sn dan Cr. Unsur-unsur logam pepadu ditambahkan untuk meningkatkan sifat mekanik dan mengurangi proses korosi dengan air pendingin pada penggunaan suhu tinggi, sebagai contoh logam Ti sangat efektif untuk menahan korosi tanpa mempengaruhi ekonomi neutron dalam reaktor⁽⁶⁾. Sedangkan unsur logam pengotor dalam zirkaloi-2 seperti Al, B, Cd, C, Co, Cu, Hf, H, Mg, Mo, N, Si, W, dan Ti harus dibatasi karena sifat dari beberapa logam tersebut dapat menyerap neutron dan menyebabkan korosi.

Tabel 1. Komposisi logam Pemadu dalam Zirkaloi-2 ⁽²⁾

Logam	Berat, %
Timah	1,20 – 1,70
Besi	0,07 – 0,20
Krom	0,05 – 0,15
Nikel	0,03 – 0,08
oksigen	Per P.O
Besi+nikel+krom	0,18 – 0,38

Sedangkan nilai impuritas maksimum dalam zirkaloi-2 dipersyaratkan memenuhi batasan sebagai berikut :

Tabel. 2 Impuritas maksimum dalam Zirkaloi-2 ⁽²⁾

Logam	Berat, %
Aluminium	0,0075
Boron	0,00005
Cadmium	0,00005
Karbon	0,027
Kobalt	0,0020
Tembaga	0,0050
Hafnium	0,010
Hidrogen	0,0025
Magnesium	0,0020
Molibdenum	0,0050
Nitrogen	0,0080
Silikon	0,0120
Tungsten	0,010
Titanium	0,0050

Spektrofotometer serapan atom (SSA) adalah salah satu instrumen yang digunakan untuk menganalisis kadar unsur dalam suatu sampel larutan. Prinsip kerja alat SSA adalah spektroskopi serapan atom. Prinsip ini berguna untuk mendeteksi ion logam yang terdapat dalam sampel. Ketika larutan sampel diaspirasikan ke dalam nyala, unsur berubah menjadi uap atom sehingga nyala api mengandung unsur-unsur tersebut. Selanjutnya beberapa atom tereksitasi secara thermal oleh nyala api, sedangkan sebagian besar tetap berada dalam keadaan dasar. Atom-atom dalam

keadaan dasar kemudian menyerap radiasi panjang gelombang spesifik yang dihasilkan oleh sumber lampu katoda rongga dengan logam yang sesuai. Panjang gelombang radiasi yang diberikan oleh lampu sebanding dengan yang diabsorpsi oleh atom-atom dalam nyala.⁽⁷⁾

Uji linieritas dapat dilakukan dengan membandingkan respon alat/hasil konsentrasi pengukuran alat dengan konsentrasi teoritis. Sebagai parameter hubungan linier digunakan koefisien korelasi (R) pada analisis linier $y = ax + b$. Pada suatu analisis harga koefisien korelasi (R) ini sebaiknya $> 0,99$ ⁽⁸⁾.

Akurasi pengukuran didefinisikan sebagai nilai pengukuran yang terdekat dengan nilai sebenarnya. Dalam metode dengan nilai akurasi tinggi, sampel yang dianalisis (yang diketahui nilai benarnya) nilai yang terukur akan identik dengan nilai benarnya. Akurasi ini dapat ditentukan dengan studi rekoveri. Ada tiga cara menentukan akurasi, antara lain yaitu ⁽⁹⁾ :

- a. Membandingkan dengan material standar (Standard Reference Material/SRM)
- b. Rekoveri analit yang ditambahkan ke dalam matrik blanko
- c. Adisi standar terhadap analit

Uji *recovery* ini mudah dilakukan dan dari segi biaya relatif murah, sehingga lebih sering digunakan. Persentase *recovery* dikatakan baik apabila nilainya antara 90-110% dari suatu standar ⁽¹⁰⁾. Jika komponen *trace analysis* maka persentase *recovery* yang disyaratkan adalah $100\% \pm 20$ (80% s.d 120%), dengan kata lain uji akurasi atau *recovery* dikatakan semakin baik jika nilai yang diperoleh mendekati 100% ⁽⁴⁾.

$$\% \text{ Recovery} : \frac{\text{Konsentrasi terukur}}{\text{Konsentrasi Teoritis}} \times 100 \% \quad (1)$$

III. METODOLOGI

A. Bahan dan alat

Bahan yang digunakan adalah zirkaloy 2 *scrap*, asam florida pekat, asam nitrat pekat, asam sulfat pekat, asam peroksida, aquades, HNO₃ 2%, KCl, larutan Cesium 4000 ppm dan larutan standar Cd, Co, Mg, Mo dan Ni merk *Merck Millipores*.

Alat yang digunakan antara lain seperangkat alat spektrofotometer serapan atom merk *Agilent Technologies 200 series AA*, gelas teflon 100 mL, labu ukur 100 mL, pipet tetes, pipet *ependorf*, *hot plate* merk *Torrey Pines Scientific*, gelas ukur, lemari asam, botol semprot.

B. Tata kerja

1. Preparasi sampel, pelarutan dengan campuran asam nitrat dan asam fluorida Zirkaloi-2 *scrap* dengan berat sekitar 1 gram dilarutkan dengan 10 mL asam florida dalam gelas teflon 100 mL, lalu ditambah aquades 10 mL sambil dipanaskan di atas *hotplate* pada suhu 150 °C. Setelah zirkaloi-2 larut lalu ditambah asam nitrat pekat sebanyak 20 mL. Setiap hampir kisas ditambahkan lagi aquades sampai 4 kali. Hal ini dimaksudkan untuk mengurangi kandungan asam dalam larutan. Sampel tetap dipanaskan sampai larutan tinggal 10 mL. Hasil pelarutan kemudian dimasukkan dalam labu 100 mL.

2. Preparasi sampel, pelarutan dengan campuran asam sulfat-asam fluorida-hidrogen peroksida

Zirkaloi-2 *scrap* dengan berat sekitar 1 gram dilarutkan dengan asam sulfat-asam fluorida-hidrogen peroksida dengan perbandingan 1:1:1 masing-masing 8 mL dan ditambahkan aquades sebanyak 10 mL dalam gelas teflon 100 mL sambil dipanaskan di atas *hotplate* dengan suhu 150 °C sampai larut. Setiap hampir kisas ditambahkan aquades 20 mL sampai 4 kali. Setelah dingin masukkan larutan dalam labu ukur 100 mL.

3. Preparasi blanko

Sama seperti preparasi sampel, hanya saja tanpa zirkaloi-2

4. Preparasi sampel analit dengan adisi standar

Sampel hasil pelarutan yang ada dalam labu 100 mL diadisi dengan standar sesuai tabel berikut :

Unsur	Zry-2 Tanpa adisi (mg/L)	Zry-2 Adisi 1 (mg/L)	Zry-2 Adisi 2 (mg/L)	Zry-2 Adisi 3 (mg/L)
Cadmium	0	0,25	0,5	0,75
Kobalt	0	25	50	75
Magnesium	0	25	50	75
Molibdenum	0	25	50	75
Nikel	0	25	50	75

Setelah diadisi dengan standar, larutan ditepatkan sampai tanda batas dengan aquades.

5. Preparasi standar

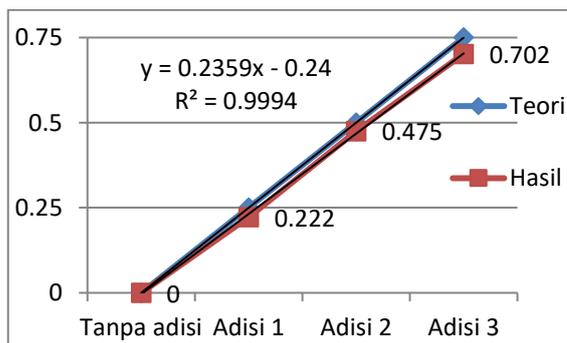
Membuat deret larutan standar Cd, Co, Mg, Mo, dan Ni dari larutan induknya.

6. Analisis impuritas zirkaloy-2 menggunakan alat spektrofotometer serapan atom.

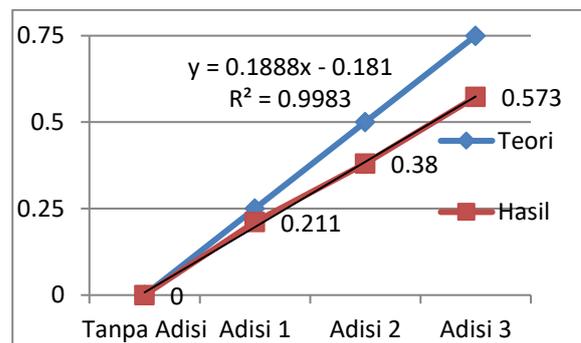
Masing-masing larutan standar, blanko dan sampel dianalisis kadar unsur Cd, Co, Mg, Mo, dan Ni menggunakan alat spektrofotometer serapan atom metode nyala. Analisis dilakukan pada kondisi optimum kerja alat sesuai pada aplikasi *cook book* alat sesuai unsur yang akan dianalisis ⁽¹¹⁾.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis impuritas dalam zirkaloi-2 menggunakan dua campuran asam yang berbeda. Dari hasil analisis menggunakan alat didapatkan hasil uji linieritas dan akurasi analisis unsur pengotor dalam larutan zirkaloi-2 menggunakan pelarut campuran asam florida-asam nitrat dan campuran asam sulfat-asam florida-asam peroksida sebagai berikut :



Gambar 1. Grafik hasil analisis adisi unsur Cd pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat

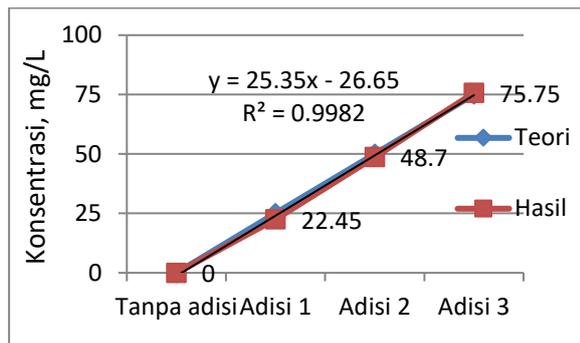


Gambar 2. Grafik hasil analisis adisi unsur Cd pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam sulfat- asam florida-asam peroksida

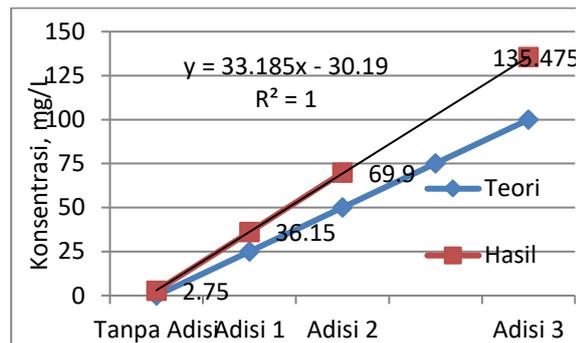
Hasil analisis adisi unsur Cd dalam larutan zirkaloi-2 diperoleh sesuai gambar 1 dan gambar 2. Gambar 1 memperlihatkan hasil analisis unsur Cd didapatkan kurva yang hampir berimpit dengan kurva nilai konsentrasi Cd secara teori. Nilai koefisien regresi linier yang didapat yaitu 0,9994 , dan nilai akurasi 92,5 % hal ini berarti analisis unsur Cd dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat menggunakan alat spektrometer serapan atom sangat baik karena nilai regresinya hampir mendekati 1.

Pada Gambar 2, hasil analisis unsur Cd dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-asam peroksida didapatkan kurva yang linier dengan koefisien regresi 0,9983, namun saat konsentrasi meningkat kurva menjauhi garis regresi teoritis. Ini

ditunjukkan dengan hasil perhitungan akurasi sebesar 78,03 %. Hal ini bisa disebabkan pengaruh matrik yang berasal dari campuran asam sulfat- asam florida- asam peroksida menyebabkan absorbansinya berkurang, sehingga garis regresi linier hasil analisis di bawah garis regresi teori. Perbedaan nilai akurasi pada sampel tanpa adisi memperlihatkan bahwa matriks zirkaloi-2 juga mempengaruhi absorbansi Cd saat pengujian.



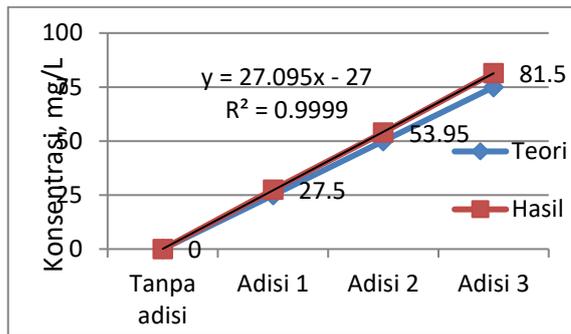
Gambar 3. Grafik hasil analisis adisi unsur Co pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat



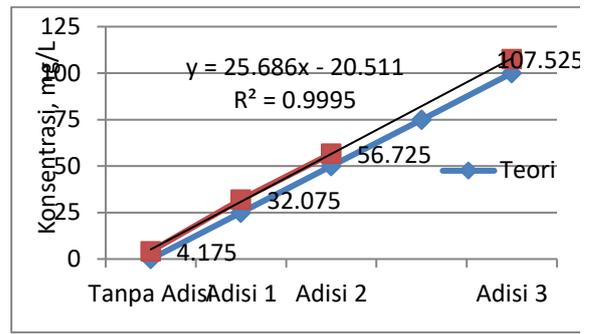
Gambar 4. Grafik hasil analisis adisi unsur Co pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-asam peroksida

Dari Gambar 3, hasil analisis unsur Co dalam larutan zirkaloi-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat menunjukkan bahwa hasil analisis menggunakan campuran pelarut ini sudah baik hal ini ditunjukkan dengan kurva regresi linier yang berimpit dengan kurva teori dan koefisien regresi linier yang didapat mendekati 1. dan hasil dari perhitungan akurasi rata-rata yaitu 95,4 %.

Hasil analisis unsur Co dalam larutan zirkaloi-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-hidrogen peroksida ditunjukkan pada gambar 4 didapatkan koefisien regresi linier nilainya 1. Namun, semakin meningkat konsentrasi semakin tinggi nilai penyimpangannya sehingga kurva regresi hasil analisis semakin menjauhi kurva regresi teoritis. Hasil perhitungan akurasi rata-rata kecil (< 90%) yaitu 60,10 %. Nilai konsentrasi hasil analisis dalam penentuan unsur Co lebih tinggi dari nilai teoritis karena kemungkinan adanya matriks pengganggu yang menyebabkan absorbansinya lebih tinggi atau sensitifitas alat SSA yang hanya mampu bekerja baik pada konsentrasi yang lebih rendah.

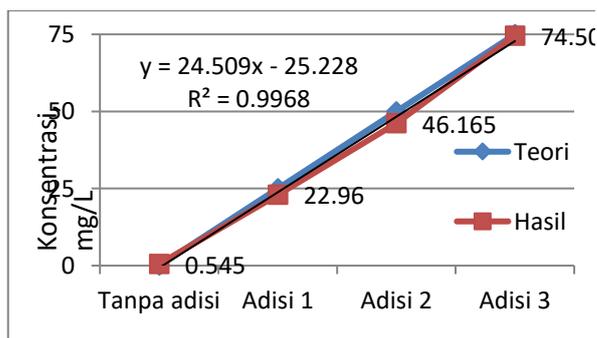


Gambar 5. Grafik hasil analisis adisi unsur Ni pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat.

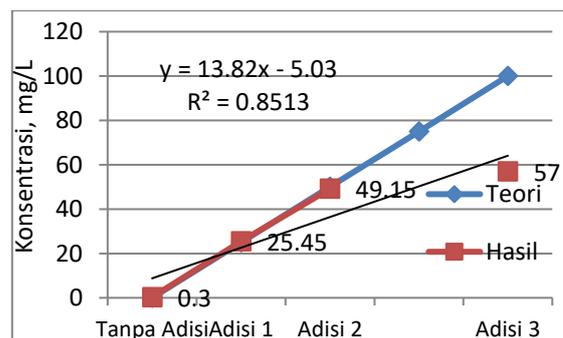


Gambar 6. Grafik hasil analisis adisi unsur Ni pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-asam peroksida.

Hasil analisis adisi unsur Ni dalam larutan zirkaloi-2 diperoleh sesuai gambar 5 dan Gambar 6. Grafik hasil analisis adisi unsur Ni pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat pada Gambar 5 memperlihatkan garis regresi linier teoritis dan garis regresi linier hasil analisis berimpit, dengan nilai regresi liniernya 0,9999, dan nilai akurasi 91,2 %, sehingga analisis unsur Ni dengan preparasi pelarutan zirkaloi-2 menggunakan campuran asam asam florida-asam nitrat sudah baik. Gambar 6. Grafik hasil analisis adisi unsur Ni pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat, garis regresi linier teoritis dan hasil analisis juga hampir berimpit, dengan regresi linier 0,9995, dan nilai akurasi 83,6 %, sehingga analisis unsur Ni dengan preparasi pelarutan zirkaloi-2 menggunakan campuran asam sulfat-asam florida-hidrogen peroksida dapat diterima dengan memperhitungkan faktor koreksinya.



Gambar 7. Grafik hasil analisis adisi unsur Mg pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat

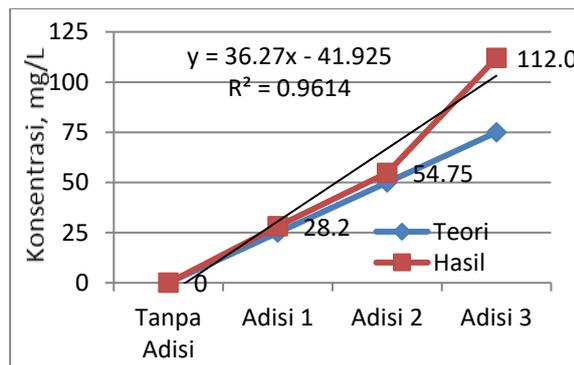


Gambar 8. Grafik hasil analisis adisi unsur Mg pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-asam peroksida

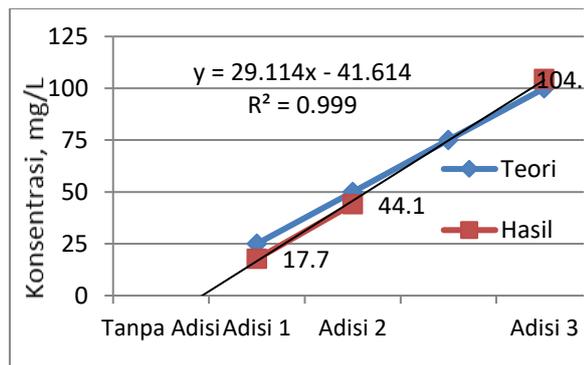
Pada Gambar 7 terdapat grafik hasil analisis adisi unsur Mg pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat, grafik regresi linier teori dengan garis regresi linier hasil analisis berimpit dengan regresi linier 0,9968 dengan nilai

akurasi 94,5 %. Hal ini menunjukkan bahwa campuran asam florida-asam nitrat ini baik untuk preparasi/pelarutan zirkaloi-2 untuk analisis unsur Mg.

Grafik hasil analisis adisi unsur Mg pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-hidrogen peroksida ditampilkan pada gambar 8, untuk konsentrasi dibawah 50 mg/L garis regresi berimpit, sedangkan konsentrasi di atas 50 mg/L konsentrasi hasil turun, sehingga nilai regresi yang diperoleh jauh dari 1 yaitu 0,8513 dan nilai akurasi yang diperoleh sebesar 53,5%.



Gambar 9. Grafik hasil analisis adisi unsur Mo pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat



Gambar 10. Grafik hasil analisis adisi unsur Mo pada sampel Zry-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-hidrogen peroksida

Grafik hasil analisis adisi unsur Mo pada sampel zirkaloi-2 dengan pelarut campuran asam florida-asam nitrat, pada Gambar 9 diperoleh regresi liniernya 0,9614 dan akurasi 123,9%. Garis regresi linier berimpit saat konsentrasi di bawah 50 mg/L. Sedangkan konsentrasi di atas 50 mg/L garis regresi mulai menyimpang. Sehingga untuk analisis unsur Mo dengan preparasi menggunakan asam florida-asam nitrat, alat SSA bekerja baik pada saat konsentrasi di bawah 50 mg/L, dan pada gambar 10 diperoleh grafik hasil analisis adisi unsur Mo pada sampel zirkaloi-2 dengan pelarut campuran asam sulfat-asam florida-hidrogen peroksida, diperoleh regresi linier 0,999 dan akurasi 87,83%.

Penyimpangan dari hasil analisis unsur dalam zirkaloi-2 yang disebabkan pengaruh matrik dapat menghambat penyerapan sinar maupun dapat memperlebar penyerapan sinar ⁽¹²⁾ atau bisa juga disebabkan sensitifitas alat yang bekerja pada konsentrasi tertentu. Pengaruh matrik ini disebabkan karena kandungan senyawa organik yang tersisa dari proses pelarutan dengan asam .

V. KESIMPULAN

Dari hasil analisis pengotor zirkaloi-2 menggunakan alat spektrofotometer serapan atom dengan preparasi pelarutan menggunakan campuran asam HF:HNO₃ dan H₂SO₄:HF:H₂O₂ dapat disimpulkan bahwa analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Cd, Co, Ni dan Mg yang dipreparasi dengan campuran HF:HNO₃ diperoleh hasil nilai koefisien regresi linier berturut-turut 0,9994, 0,9982, 0,9999 dan 0,9968, sedangkan nilai akurasi berturut-turut 92,5 %, 95,4 %, 91,2 % dan 94,5 % sehingga sudah memenuhi syarat validasi linieritas > 0,99 dan akurasi 90 – 110%, sedangkan analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Mo yang dipreparasi dengan campuran HF:HNO₃, untuk konsentrasi di atas 50 mg/L diperoleh hasil koefisien regresi linier 0,9614 dan nilai akurasi 123,9 % sehingga belum memenuhi syarat linieritas > 0,99 dan nilai akurasi antara 90-110 %.

Analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Ni yang dipreparasi dengan campuran H₂SO₄:HF:H₂O₂ diperoleh hasil koefisien regresi linier 0,9995, dan nilai akurasi 83,6 % dengan grafik bergeser sejajar dengan grafik teoritis, sehingga analisis unsur Ni ini memenuhi syarat dengan menentukan faktor koreksi terhadap hasil analisis terlebih dahulu. Sedangkan analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Mg yang dipreparasi dengan campuran H₂SO₄:HF:H₂O₂, untuk konsentrasi di atas 50 mg/L belum memenuhi persyaratan. Analisis SSA untuk pengotor zirkaloi-2 unsur Cd, Co, Mg dan Mo pada zirkaloi-2 yang dipreparasi dengan H₂SO₄:HF:H₂O₂ diperoleh nilai koefisien regresi linier berturut-turut 0,9983; 1; 0,8513 dan 0,999 dan nilai akurasi berturut-turut 78,03 %, 60,10 %, 53,5 % dan 87,83 % sehingga belum memenuhi syarat nilai linieritas untuk unsur Mg > 0,99 dan belum memenuhi nilai akurasi antara 90-110 % untuk unsur Cd, Co, Mg dan Mo.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kepala Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan kepala Bidang Fabrikasi Bahan Bakar Nuklir, yang telah memberikan izin dan kesempatan melakukan penelitian berupa pembiayaan penelitian ini dengan dana DIPA tahun anggaran 2019.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Amol D. Shinde, R. Acharya, and A. U.R. Reddy, Analysis of Zirconium and Nickel Based Alloys and Zirconium Oxide by Relatives and internal monostandard Neutron Activation Analysis Methode. Nuclear Engineering and Technology, Journal homepage:

www.elsevier.com/locate/net22february2017. Published by Elsevier Korea LLC on behalf of Korean Society.

- [2]. Allegheny Technologies Incorporated, Reactor Grade Zirconium, Zirconium Alloys, Technical Data Sheet, ATI, Version I, USA, 2015.
- [3]. Pote, L.L., N.H. Aprilita, & A. Suratman, Penghilangan Interferensi Fe dan Mn dengan Ekstraksi Pelarut pada Penentuan Co dan Cu dalam Pirolusit Menggunakan Spektrometri Serapan Atom. Berkala MIPA, 23(2), 2013.
- [4]. Prihatin, A.W, Validasi Metode Analisis Logam Mn Dalam Sedimen Sungai Kaligarang Dengan ICP-OES dan GFAAS, Skripsi, Universitas Negri Semarang, Semarang, 2016.
- [5]. Oercke R.J.H and V.H McVey, Dissolution of Zirconium-clad Uranium Target Elements, California Research and Development Company, LRL-73 (Desember 1953).
- [6]. R. Krishnan, M.K. Asund. Zirconium Alloys In Nuclear Technology. Proc. Indian, Acad. Sci 4 (1981) 41-46.
- [7]. B. Sharma, S. Tyagi, Simplification of Metal Ion Analysis In Fresh water Samples By Atomic Absorption Spectroscopy for Laboratory Students, Journal of Laboratory Chemical Education, 2013, 1(3):54-58.
- [8]. Miller, J. C. & J. N. Miller, Statistika untuk Kimia Analitik Edisi Kedua. Translated by Drs. Suroso, M.Sc. Bandung: Institut Teknologi Bandung, 1991.
- [9]. Panchumarthy Ravisankar, et.al, A Review on Step By Step Analytical Method Validation, IOSR Journal Of Pharmacy, (e).ISSN:2250-3013, (p).ISSN:2319-4219, www.iosrphr.org, Volume 5, Issue 10 (October 2015), PP 07-19.
- [10]. Sumardi, Validasi Metode Pengujian. Makalah disampaikan pada pelatihan asesor laboratorium Penguji. Jakarta. Pusat Standarisasi dan Akreditasi Sekretariat Jenderal Departemen Pertania, 2002.
- [11]. Agilent, Flame Atomic Absorption Spectrometry Analytical Method, Agilent Technologies, Issue 14, 05/17.
- [12]. Spike and Recovery and Linierity of Dilution Assesment, Tech Tip #58, Thermo Scientific, USA, 2007.