



ANALISIS UNSUR-UNSUR TAKMURNIAN DALAM PELET GRAFIT DENGAN PENYIAPAN SAMPEL SECARA ASHING MENGGUNAKAN METODA AAS

Ratmi Herlani, Sri Rinanti S., Y. Wasito, Sri Widiyati
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN-Yogyakarta
Jl Babarsari Nomor 21, Kotak pos 6101 Ykbb 55281
e-mail : ptapb@batan.go.id

ABSTRAK

ANALISIS UNSUR-UNSUR TAKMURNIAN DALAM PELET GRAFIT DENGAN PENYIAPAN SAMPEL SECARA ASHING MENGGUNAKAN METODA AAS. Telah dilakukan analisis unsur-unsur takmurnian dalam pelet grafit dengan penyiapan sampel secara ashing menggunakan metoda AAS, konsentrasi unsur standar divariasikan dari 0,1-0,5 ppm untuk Cd dan Mn, 0,2-1,0 ppm untuk Cu dan 0,5-2,5 ppm untuk Ni dan Fe. Penyiapan sampel dilakukan dengan cara pengabuan (ashing) grafit pada suhu 1200 °C selama 4,5 jam dalam tungku pemanas. Cara ashing ini semua karbon di dalam sampel grafit berubah menjadi CO₂ karena bereaksi dengan oksigen. Sisa pengabuan (ashing) sebagai unsur-unsur takmurnian dilarutkan dalam HNO₃ 1 N, diuapkan kemudian dilarutkan lagi dalam HNO₃ 0,1 N, sehingga diperoleh larutan yang siap dianalisis unsur-unsurnya. Analisis unsur dilakukan dengan mengukur absorbansi unsur takmurnian menggunakan metode Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). Diperoleh hasil analisis unsur Cd tidak ada, Mn : 0,62 ± 0,01 ppm, Ni : 3,57 ± 0,07 ppm, Cu : 8,77 ± 0,18 ppm, dan Fe : 45,13 ± 0,96 ppm.
Kata Kunci: sampel, unsur takmurnian, grafit, ashing

ABSTRACT :

IMPURITIES ELEMENTS ANALYZED IN GRAPHITE PELLET WITH SAMPLE PREPARATION BY ASHING USED AAS METHODE. The impurities elements analyzed in graphite pellet with sample preparation by ashing used AAS method that standar element was varied from 0.1-0.5 ppm for Cd and Mn, 0.2-1.0 ppm for Cu and 0.5-2.5 for Ni and Fe was carried out. Sampel preparation experiment with ashing of graphite on 1200 °C during 4.5 hours in the oven. On ashing all carbon in the graphite turn into CO₂ because reaction with oxygen. The rest of ash was impurities element dilute in HNO₃ 1 N, was evaporated then dilute in HNO₃ 0.1 N, there was the result of solution, it was ready analyzing the elements. Absorbance of impurities element was measured by Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) Methode. Result of analysis element of Cd didn't exist, Mn : 0.62 ± 0.01 ppm, Ni : 3.57 ± 0.07 ppm, Cu : 8.77 ± 0.18 ppm, and the Fe : 45.13 ± 0.96 ppm.
Keyword : sample, impurities elements, graphite, ashing

PENDAHULUAN

Grafit adalah mineral yang dapat berasal dari batuan beku, sedimen dan metamorf. Secara kimia, grafit sama dengan intan karena keduanya berkomposisi karbon, yang membedakannya adalah sifat fisik. Intan dikenal sangat keras, langka dan transparan, sedangkan grafit agak lunak.

Grafit berstruktur lapisan yang terdiri atas cincin atom karbon beranggotakan 6 yang mirip cincin benzen yang terkondensasi tanpa atom hidrogen. Jarak antar atom dalam lapisan adalah 142 pm dan ikatannya memiliki karakter ikatan rangkap analog dengan senyawa aromatik. Karena jarak antar lapisan adalah 335 pm dan lapis-lapis tersebut diikat oleh ikatan yang relatif lemah yakni



PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012

gaya Van der Waals, lapisan-lapisan ini dengan mudah akan saling menggelincir bila dikenai gaya. Hal inilah yang merupakan asal mula sifat pelumasan grafit. Berbagai molekul, seperti logam alkali, halogen, halida logam, dan senyawa organik dapat menginterkalasi lapisan grafit dan membentuk senyawa interkalasi. Grafit memiliki sifat semi-logam, konduktivitasnya (10-30 Ωcm paralel dengan lapisan) dan hantarnya sekitar 100 kali lebih kecil dalam arah tegak lurus lapisan^[3].



Gambar 1. Struktur grafit

Karbon sebagai unsur penyusun grafit, memiliki ikatan kovalen dengan keadaan halik anti paralel. Selain itu, karbon juga memiliki ikatan campuran (tunggal dan ganda) dalam keadaan dinamis. Karena sifat tersebut di atas grafit memiliki kestabilan bahan yang tinggi. Bahan grafit yang telah diproses menjadi *impermeable graphite* atau *pyrolytic carbon* telah digunakan sebagai bahan moderator dan reflektor pada Reaktor Temperatur Tinggi (RTT). Sifat intrinsik bahan ini sangat mendukung untuk persyaratan sebagai komponen moderator dan reflektor reaktor termal pada temperatur tinggi. Sifat-sifat tersebut antara lain: tampang lintang absorpsi neutron relatif rendah ($\sigma_a = 0,0853$ barns), tampang lintang hamburan neutron tinggi ($\sigma_s = 4.800$ barns), kekuatan mekanik yang baik pada temperatur tinggi ($\rho = 140$ kg/cm³) dan sifat termal yang baik pada temperatur tinggi. Pemakaian bahan grafit sebagai moderator dan reflektor sangat mendukung mengoptimalkan pendayagunaan RTT^[4].

Grafit sebagai bahan moderator

Dalam teknik nuklir, moderator neutron merupakan media yang mengurangi kecepatan neutron cepat, dengan demikian mengubahnya menjadi neutron termal mampu mempertahankan reaksi berantai nuklir yang melibatkan uranium-235.

Moderator yang umum digunakan: air (sekitar 75% dari reaktor di dunia), padat grafit (20% dari reaktor) dan air berat (5% dari reaktor). Berilium juga telah digunakan dalam beberapa jenis eksperimental dan hidrokarbon telah diusulkan sebagai moderator^[5].

Tabel 1. Penggunaan Jenis Moderator pada Beberapa Reaktor dan Negara

Moderator	Reaktor	Design	Negara
Tidak ada (cepat)	1	BN-600	Rusia (1)
Grafit	29	AGR, Magnox, RBMK	Inggris Raya (18), Rusia (11)
Air Berat (D ₂ O)	29	CANDU	Kanada (17), Korea Selatan (4), Rumania (2), China (2), India (2), Argentina, Pakistan
Air (H ₂ O)	359	PWR, BWR	27 negara

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) merupakan metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penyerapan itu menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi (*excited state*). Pengurangan intensitas radiasi yang diberikan sebanding dengan jumlah atom pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi tersebut. Dengan mengukur intensitas radiasi yang diteruskan (transmitansi) atau mengukur intensitas radiasi yang diserap (absorbansi), maka konsentrasi unsur dalam cuplikan dapat ditentukan.

Teknik ini memanfaatkan spektrometri serapan untuk menilai konsentrasi analit dalam cuplikan. Hal ini membutuhkan standar dengan kandungan analit yang diketahui untuk membangun hubungan antara absorbansi diukur dan konsentrasi analit, dan oleh karena itu berlaku pada Hukum *Beer-Lambert*. Singkatnya, elektron dari atom dalam alat penyemprot (*spray*) dapat dipromosikan ke orbital yang lebih tinggi (keadaan tereksitasi) untuk waktu singkat (nano detik) dengan menyerap kuantitas didefinisikan sebagai energi (radiasi diberikan berupa panjang gelombang). Sejumlah energi, yaitu berupa panjang gelombang, adalah khusus untuk transisi elektron tertentu dalam elemen/unsur tertentu. Secara umum panjang gelombang masing-masing sesuai hanya untuk satu unsur, dan lebar garis penyerapan hanya urutan dari beberapa pikometer (pm), yang memberikan teknik selektivitas unsurnya. Pada fluks radiasi tanpa cuplikan (blangko) dan dengan cuplikan di penyemprot diukur dengan menggunakan detektor, dan rasio antara dua nilai (absorbansi) dikonversi



menjadi konsentrasi analit atau massa menggunakan Hukum *Beer-Lambert*. Hukum *Beer-Lambert* berbunyi “absorbansi larutan cuplikan sebanding dengan panjang lintasan cahaya dan konsentrasi larutannya”^[1].

Pentingnya analisis unsur takmurnian

Sebagai bahan moderator, grafit harus murni nuklir terutama dari unsur-unsur denganampang lintang serapan neutron (*cross section*) besar misalnya: B (*boron*), Cd (*cadmium*) dan lainnya. Untuk mengetahui unsur-unsur takmurnian di dalam grafit dapat dilakukan analisis kimia baik dengan metode AAS, ICP dan XRF. Analisis dengan AAS dan ICP lebih teliti dilakukan daripada dengan metoda XRF karena mampu menganalisis unsur-unsur ringan tetapi membutuhkan banyak waktu untuk percobaan awal / penyiapan / preparasinya. Dalam penelitian ini dilakukan analisis dengan AAS karena instrumen tersebut ada di Bidang Kimia dan Teknologi Proses Bahan, PTAPB-BATAN dan alat telah terakreditasi.

Analisis dengan AAS terlebih dahulu dilakukan dengan pembuatan larutan standar dari masing-masing unsur yang akan dianalisis. Karena jumlah dari unsur-unsur sangat sedikit maka dikatakan sebagai unsur pengotor atau takmurnian. Sebagai unsur takmurnian tentunya mempunyai batasan dimana keberadaannya tidak sampai mengganggu pada pemakaian grafit sebagai bahan moderator. Karena unsur-unsur takmurnian tersebut mempunyaiampang lintang serapan neutron yang besar sehingga akan bisa mengganggu reaksi fisi yang terjadi pada reaktor nuklir. Oleh karena itu perlu diketahui kandungan unsur-unsur takmurnian dalam grafit. Pada tahap penyiapan sampel, unsur takmurnian diperoleh dari proses *ashing* (pengabuan) yang bertujuan menghilangkan unsur karbon dengan pemanasan kemudian dibuat dalam bentuk larutan^[3].

Masing-masing unsur dapat dianalisis dengan cara langsung tetapi konsentrasi tidak selalu berbanding langsung dengan besarnya intensitas setiap unsur yang dianalisis. Adakalanya ideal semakin bertambah harga konsentrasi akan semakin besar intensitas/ absorbansinya namun demikian adakalanya menjadi lebih besar karena adanya pengayaan (*enhancement*) ataupun pengurangan (*absorption*). Untuk mengurangi kesalahan dalam analisis dapat dilakukan perlakuan khusus salah satunya adalah dengan standar adisi. Masing-masing unsur ditambahkan kemudian diukur intensitas/absorbansinya, ditambahkan lagi dengan konsentrasi bertambah dan diukur kembali intensitasnya, diulang sampai beberapa kali^[2].

Dengan metode ini konsentrasi akan sebanding dengan intensitas karena interaksi antar

unsur menjadi sangat kecil. Unsur-unsur yang tidak bisa dianalisis dengan metode XRF seperti B, Cd, Mn dan Si diharapkan dapat dianalisis dengan AAS.

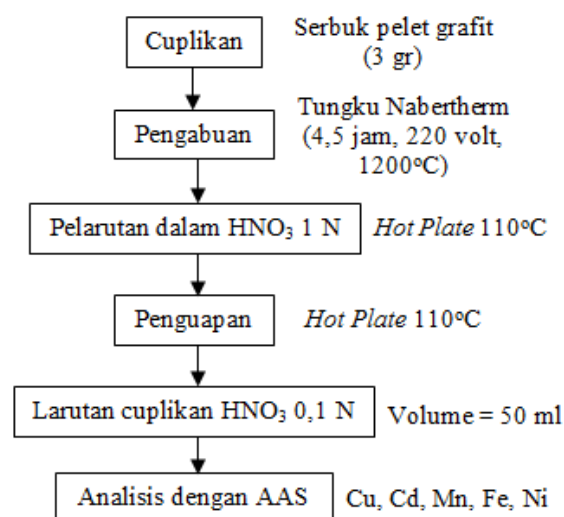
TATA KERJA

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan adalah serbuk pelet grafit (lolos 225 mesh), Larutan HNO₃, Air bebas mineral (ABM), Larutan standar Fe, Larutan standar Cu, Larutan standar Cd, Larutan standar Ni, Larutan standar Mn, Kertas saring, Kertas label, Tisu.

Peralatan yang digunakan adalah *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS), Labu ukur, Pipet ukur, *Ball pet*, Eksikator, Neraca analitik, Pinset, Lemari asam, Krus, *Magnetic Stirrer*, Kaca arloji, Batang pengaduk, Corong, *Beaker glass*, *Vial*, Propipet, Pipet.

Cara Kerja



Pembuatan larutan induk HNO₃ 1M

1. Dihitung normalitas HNO₃ pekat.
2. Dinghitung volume HNO₃ pekat yang akan diambil untuk diencerkan menjadi HNO₃ 1M sebanyak 250 mL.
3. Disiapkan alat dan bahan.
4. Dimasukkan sedikit ABM ke dalam labu ukur.
5. Diambil HNO₃ pekat di dalam lemari asam sesuai volume yang dihitung.
6. Dimasukkan HNO₃ pekat ke dalam labu ukur yang berisi ABM.
7. Ditambahkan ABM ke dalam labu ukur sampai tanda garis.
8. Dilakukan pengocokan labu ukur berisi larutan sampai larutan tercampur merata.

Pengabuan grafit

1. Ditimbang grafit kurang lebih 3 gr dengan neraca analitik.



PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012

2. Dimasukkan grafit ke dalam krus.
3. Dipanaskan grafit dalam tungku pada suhu 1200°C tanpa menutup krus.
4. Dimasukkan krus ke dalam eksikator sampai berat konstan.

Pembuatan larutan cuplikan

1. Ditambahkan larutan HNO₃ 1M ke dalam krus yang telah berisi grafit yang sebelumnya telah dipanaskan dalam tungku.
2. Dipanaskan di atas *hot plate stirrer* sambil mengaduknya di dalam lemari asam hingga larut.
3. Setelah larut, kemudian ditambahkan larutan HNO₃ 0,1M sambil terus dipanaskan hingga konsentrasi asamnya berkurang.
4. Larutan disaring, filtratnya ditampung dalam labu ukur 50 mL.
5. Diencerkan filtratnya menjadi 50 mL dan endapan dikeringkan di atas kertas saring didalam oven yang kemudian ditimbang berat konstannya.

Pembuatan larutan standar

a. Pembuatan larutan standar Cd 20 ppm

1. Dipipet 40µL larutan standar Cd 1000 ppm kemudian dimasukkan kedalam vial 2 mL.
2. Dencerkan dengan ABM hingga volume 2 mL.
3. Pembuatan larutan standar Cu 40 ppm
4. Dipipet 80 µL larutan standar Cu 1000 ppm kemudian dimasukkan kedalam vial 2 mL.
5. Diencerkan dengan ABM hingga volume 2 mL.
6. Pembuatan larutan standar Ni 100 ppm
7. Dipipet 200 µL larutan standar Ni 1000 ppm kemudian dimasukkan kedalam vial 2 mL.
8. Diencerkan dengan ABM hingga volume 2 mL.

b. Pembuatan larutan standar Fe 100 ppm

1. Dipipet 200 µL larutan standar Fe 1000 ppm kemudian dimasukkan kedalam vial 2 mL.
2. Diencerkan dengan ABM hingga volume 2 mL.

c. Pembuatan larutan standar Mn 20 ppm

1. Dipipet 40 µL larutan standar Mn 1000 ppm kemudian dimasukkan kedalam vial 2 mL.
2. Diencerkan dengan ABM hingga volume 2 mL.

d. Pembuatan larutan standar campuran

1. Disiapkan 5 buah vial 20 mL.
2. Dipipet 100 µL larutan standar Cd 20 ppm, dipipet 100µL larutan standar Cu 40 ppm, dipipet 100 µL larutan standar Ni 100 ppm, dipipet 100 µL larutan standar Fe 100 ppm,

dipipet 100 µL larutan standar Mn 20 ppm, kemudian dimasukan ke dalam vial 20 mL yang pertama.

3. Ditambahkan 2 mL larutan HNO₃ 1N ke dalam vial.
4. Diencerkan dengan ABM hingga volume 20 mL.
5. Pembuatan larutan standar berikutnya dengan mengulangi prosedur diatas, dengan volume larutan standar divariasasi menjadi 200 µL, 300 µL, 400 µL, 500 µL.

Analisis dengan AAS

1. Disiapkan larutan standar campuran 1, 2, 3, 4 dan 5 serta larutan cuplikan.
2. Dibuka katup gas asetilen, dihidupkan kompresor kemudian dihidupkan alat AAS.
3. Dipilih unsur yang akan dianalisis pada alat AAS.
4. Dicari panjang gelombang optimumnya.
5. Dimasukkan selang penyedot ke dalam larutan standar campuran 1, setelah diketahui serapannya kemudian dilanjutkan pada larutan standar campuran 2 dan seterusnya sampai larutan standar campuran 5 sehingga terbentuk kurva kalibrasi pada alat AAS.
6. Dimasukkan selang kedalam larutan cuplikan, jika konsentrasi regresi melebihi batas maksimum maka larutan cuplikan harus diencerkan terlebih dahulu.
7. Setelah konsentrasi regresi dari suatu unsur pada larutan cuplikan sudah diketahui maka dilanjutkan dengan analisis unsur lain dengan cara yang sama.

Perhitungan

1. Pembuatan larutan induk

$$\begin{aligned} \text{Normalitas HNO}_3 &= \frac{\% . p . 10}{M_r} \\ &= \frac{65.1.39.10}{63} \\ &= 14,3413N \end{aligned}$$

Dengan : ρ = densitas larutan HNO₃
Mr = berat molekul relatif NO₃

$$\begin{aligned} \text{Pengenceran } V_1 . N_1 &= V_2 . N_2 \\ 250.1 &= V_2 . 14,3413 \\ V_2 &= 17,43\text{ml} \end{aligned}$$

V₂ merupakan HNO₃ pekat yang diambil.

2. Preparasi larutan standar campuran
Dari larutan induk Cd, Cu, Ni, Fe dan Mn 1000 mg/L dibuat 5 larutan standar campuran dengan konsentrasi tiap larutan standar seperti pada tabel 2.

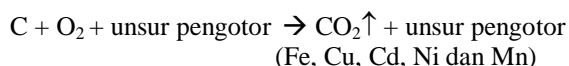


Tabel 2. Konsentrasi Unsur dalam Preparasi Larutan Standar

No	Cd (ppm)	Cu (ppm)	Ni (ppm)	Fe (ppm)	Mn (ppm)
1	0,1	0,2	0,5	0,5	0,1
2	0,2	0,4	1,0	1,0	0,2
3	0,3	0,6	1,5	1,5	0,3
4	0,4	0,8	2,0	2,0	0,4
5	0,5	1,0	2,5	2,5	0,5

HASIL DAN PEMBAHASAN :

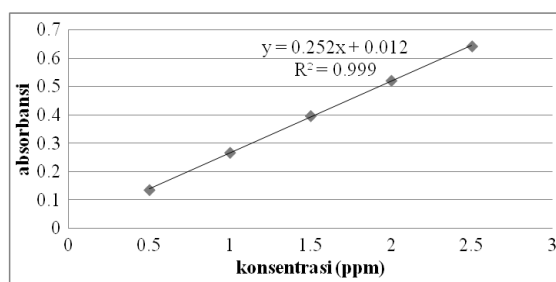
Dalam penelitian ini hal pertama yang dilakukan adalah pengabuan grafit. Pada saat pengabuan, cuplikan yang dimasukkan ke dalam krus tanpa ditutup. Kemudian dipanaskan yaitu sampai suhu $\pm 1200^{\circ}\text{C}$ selama 4,5 jam. Hal tersebut bertujuan agar unsur karbon pada grafit dapat mengikat oksigen dan membentuk karbon dioksida. Reaksi sebagai berikut:



Setelah itu dilakukan proses pelarutan dengan asam nitrat. Hal ini dilakukan karena AAS hanya mampu menganalisis cuplikan dalam fase cair (larutan).

Pada saat preparasi larutan standar, harus dilakukan secara teliti karena dapat mempengaruhi kurva kalibrasi yang dihasilkan. Dalam pengujian menggunakan AAS kurva kalibrasi standar sangat penting, jika kurva standar yang diperoleh kurang linier maka pembuatan sumber standar harus diulangi demi memperoleh data hasil uji yang akurat. Larutan standar yang dibuat dapat dikatakan baik ditinjau dari faktor korelasi antara sumbu y (absorbansi) dengan sumbu x (konsentrasi).

1. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe

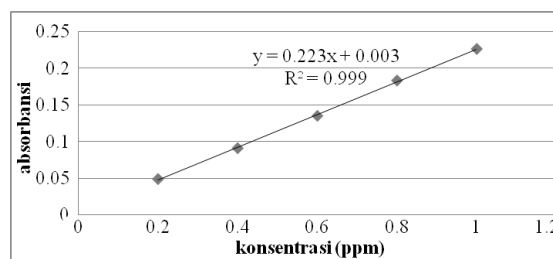


Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe

Kurva kalibrasi standar Fe ditentukan dengan membuat konsentrasi standar Fe secara berurutan yaitu 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 ppm. Kemudian dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi, dan diperoleh persamaan garis $y = 0,252x + 0,012$.

2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cu

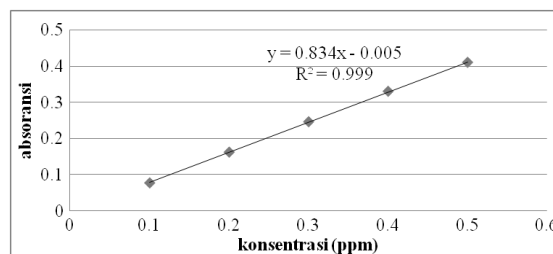
Kurva kalibrasi standar Cu ditentukan dengan membuat konsentrasi standar Cu secara berurutan yaitu 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 ppm. Kemudian dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi.



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cu
Diperoleh persamaan garis $y = 0,223x + 0,003$.

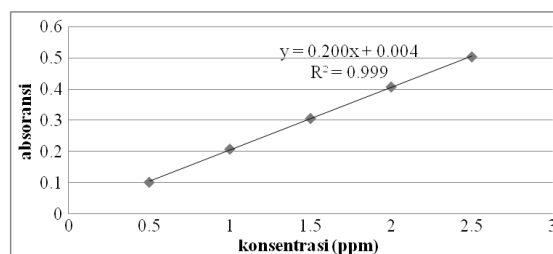
3. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cd

Kurva kalibrasi standar Cd ditentukan dengan membuat konsentrasi standar Cd secara berurutan yaitu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ppm. Kemudian dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi.



Gambar 4. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cd
Diperoleh persamaan garis $y = 0,834x - 0,005$.

4. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Ni



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Ni

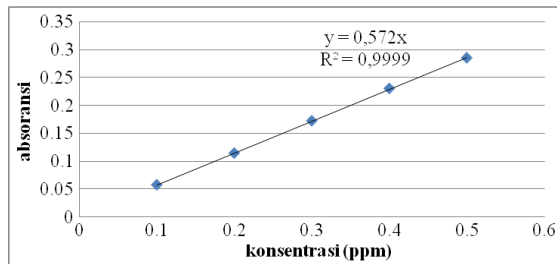
Kurva kalibrasi standar Ni ditentukan dengan membuat konsentrasi standar Ni secara berurutan yaitu 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 ppm. Kemudian dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi. Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis $y = 0,200x + 0,004$.



**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**

5. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Mn

Kurva kalibrasi standar Mn ditentukan dengan membuat konsentrasi standar Mn secara berurutan yaitu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ppm. Kemudian dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi.



Gambar 6. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Mn

Diperoleh persamaan garis $y = 0,572x$.

Langkah yang terakhir yaitu menganalisis cuplikan menggunakan metode AAS. Pada saat menganalisis unsur Cd dalam cuplikan, konsentrasi regresinya menunjukkan nilai negatif yang berarti dalam cuplikan tersebut tidak mengandung unsur Cd, sedangkan unsur yang lain yaitu Fe, Cu, Ni dan Mn konsentrasi regresinya positif berarti unsur pengotor tersebut terdapat dalam cuplikan grafit. Setelah konsentrasi regresi masing-masing unsur dari cuplikan diketahui kemudian dihitung kadar unsur pengotor dalam cuplikan tersebut menggunakan rumus:

$$\text{Kadar unsur pengotor} = \frac{K_r \times V_c \times F_p}{\text{berat cuplikan}}$$

K_r = konsentrasi regresi ; V_c = Volume cuplikan ;
 F_p = faktor pengenceran

Dari hasil analisis menggunakan alat AAS diperoleh kandungan unsur-unsur takmurnian sebagai berikut:

Tabel 3. Hasil Analisis Unsur Takmurnian dalam Serbuk Pelet Grafit dengan AAS

No	Unsur	Kadar (ppm)	Ketidaktastian
1	Fe	45,13	0,96
2	Cu	8,77	0,18
3	Ni	3,57	0,07
4	Mn	0,62	0,01

Cd (tidak terdeteksi, karena < limit deteksi Cd = 0,02 ppm)

Dari tabel terlihat bahwa di dalam grafit mengandung unsur Fe paling besar yaitu 45,13 ppm, sehingga untuk keperluan grafit sebagai bahan moderator reaktor selanjutnya perlu dihilangkan unsur pengotor tersebut sampai memenuhi syarat sebagai bahan moderator murni nuklir (< 10 ppm). Untuk unsur Cd tidak terdeteksi yang berarti dalam sampel pelet grafit sudah tidak mengandung unsur

Cd, sedangkan batas deteksi unsur Cd pada alat AAS sebesar 0,02 ppm.

KESIMPULAN

1. Penyiapan sampel dalam analisis unsur takmurnian ternyata sangat efektif dilakukan dengan proses *ashing* dikarenakan tidak melalui proses pelarutan grafit dengan asam-asam kuat yang memerlukan banyak waktu dan kesulitan menghilangkan sisa asam yang tinggi dengan cara penguapan yang lama dapat dihindari.
2. Analisis unsur takmurnian dalam grafit dengan menggunakan metode AAS diperoleh hasil analisis bahwa kadar Cd dalam sampel sudah tidak ada dan kadar Fe masih terlalu tinggi (>10 ppm).
3. Dalam penyiapan sampel dengan *ashing* diperoleh hasil analisis unsur takmurnian lebih akurat dikarenakan semua karbon dapat hilang sempurna menjadi CO_2 bereaksi dengan oksigen.

DAFTAR PUSTAKA

1. LOON JOHN C VAN, 1980, "Analytical Atomic Absorption Spectroscopy", New York, Academic Press.
2. RIZQI DIAN ARISTI, 2009, Tugas Akhir "Validasi Metode AANC dan SSA Untuk Analisis Logam Cu, Cr dan Pb Pada Cuplikan Ikan", STTN.
3. MIYATANI.T, 2004, Journal, "Quantitative Analysis of Trace Amounts Contaminating Pure Graphite With ICP-MS and Metal Atomizer FLAAS", Japan.
4. http://en.wikipedia.org/wiki/Nuclear_graphite, diunduh 14/11/2011.
5. http://en.wikipedia.org/wiki/Neutron_moderator, diunduh 14/11/2011.

TANYA JAWAB

Purwoko (PTAPB)

- Pada pembuatan standar, apakah sudah divalidasi tinggi rendahnya pipa sampel sehingga diperoleh nilai yang optimal?

Ratmi Herlani

- ✧ Untuk alat AAS di PTAPB ini sudah divalidasi. Secara berkala dilakukan karena alat termasuk alat yang sudah terakreditasi. Optimasi dilakukan untuk kecepatan alir larutan sampel, kecepatan gas, arus lampu, lebar celah dan tinggi rendah pembakar.