

KOMPARASI PENGGUNAAN OKSIDAN UDARA DAN N₂O PADA ANALISIS BESI DALAM URANIUM OKSIDA MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM – FLAME

Asminar, Deni Mustika, Rahmiati

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten 15314
Email: Asmi.hari165@gmail.com

ABSTRAK – Telah dilakukan komparasi penggunaan oksidan udara dan N₂O pada analisis besi dalam uranium oksida menggunakan spektrofotometer serapan atom – *flame*. Besi (Fe) merupakan unsur logam transisi yang dibatasi kandungannya dalam material bahan bakar nuklir karena menurunkan efisiensi dan mempengaruhi rasio bahan bakar nuklir. Spektrofotometer serapan atom metode yang paling banyak digunakan untuk analisis unsur runutan. Jenis oksidan yang dapat digunakan adalah udara dan dinitrogen oksida (N₂O) dengan bahan bakar asetilen, sehingga perlu ditentukan oksidan yang tepat untuk menghasilkan data analisis yang akurat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan akurasi analisis Fe pada uranium oksida menggunakan oksidan udara dan N₂O dengan SSA. Analisis dilakukan terhadap larutan standar dan larutan uranium dari CRM uranium oksida kemudian ditentukan akurasinya. Diperoleh hasil akurasi standar untuk oksidan udara $\pm 6,1116$ dan $\pm 16,236$ %, diluar rentang kesalahan yang diizinkan sedangkan menggunakan oksidan N₂O diperoleh $\pm 3,296$ dan $\pm 4,728$ % masuk kedalam rentang kesalahan yang diizinkan. Konsentrasi Fe pada U₃O₈ CRM 124 - 2 menggunakan oksidan udara yang diperoleh adalah $94,10544 \pm 1,6301$ $\mu\text{g/g}$ dan $94,28347 \pm 0,3481$ $\mu\text{g/g}$, angka ini diluar kisaran keberterimaan, sedangkan konsentrasi Fe dalam U₃O₈ CRM 124 – 2 menggunakan N₂O sebagai oksidan diperoleh $100,7778 \pm 0,2684$ dan $98,3076 \pm 0,2677$ $\mu\text{g/g}$, dan masuk kisaran keberterimaan yaitu 110 ± 13 $\mu\text{g/g}$ (sertifikat CRM 124-2). Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa oksidan yang terbaik untuk pengujian Fe dalam standar dan dalam U₃O₈ CRM 124 – 2 adalah N₂O karena menghasilkan nilai akurasi terkecil dan hasil analisis CRM masuk ke dalam kisaran keberterimaan. Oksidan N₂O menghasilkan suhu nyala yang lebih tinggi daripada udara sehingga mampu menghilangkan interferensi yang ada.

Kata Kunci : Besi, SSA-flame, Uranium Oksida, Impuritas

ABSTRACT – The comparison between air and nitrous oxide as an oxidant for iron (Fe) analysis in uranium oxide by using flame - atomic absorption spectrophotometer (flame - AAS). Iron (Fe) is a metal in the first transition series that the amount of it is limited in nuclear fuel because it can reduces the efficiency and influences the nuclear fuel ratio. AAS is the most commonly method to analyze micro element. Air and nitrous oxide are oxidants which can be utilized with acetylene as a fuel gas to support combustion in flame – AAS. The aim of this research is to determine the accuracy of Fe analysis in uranium oxide with compared air and nitrous oxide as oxidant by using flame AAS. The analysis of Fe was conducted by using standard solution and uranium solution from uranium oxide certified reference material then determined its accuracy. The measurement results by using air as an oxidant are ± 6.1116 and ± 16.236 %, are not close to the true value, and for the nitrous oxide are ± 3.296 and ± 4.728 %, are close to the true value. The accuracy of Fe analysis in uranium oxide with air oxidant are $94.10544 \pm 1,6301$ $\mu\text{g/g}$ and 94.28347 ± 0.3481 $\mu\text{g/g}$, this value are out of acceptance criteria, but with nitrous oxide are 100.7778 ± 0.2684 and 98.3076 ± 0.2677 $\mu\text{g/g}$, and agree of acceptance criteria 110 ± 13 $\mu\text{g/g}$ (CRM 124-2 certificate). The conclusion of this experiment is nitrous oxide is selected oxidant for Fe analysis in uranium oxide because of giving smaller accuracy and result of the CRM analysis is in acceptance criteria. N₂O oxidant have temperature flame higher than air, it can remove all interferences.

Keywords: Iron, Flame - AAS, Uranium Oxide, Impurities

I. PENDAHULUAN

Besi (Fe) merupakan unsur logam transisi yang dibatasi kandungannya dalam material bahan bakar nuklir. Logam transisi memiliki tampang lintang neutron rendah namun dengan konsentrasi tinggi dapat menurunkan efisiensi bahan bakar nuklir seperti menurunkan densitas bahan bakar. Selain itu, besi juga cenderung membentuk oksida yang akan mempengaruhi rasio logam / oksigen dalam matriks bahan bakar [1]. ASTM 753 tentang persyaratan uranium oksida sebagai bahan bakar nuklir menyatakan bahwa kandungan besi maksimum yang diperbolehkan pada serbuk uranium oksida mampu sinter adalah 250 µg/g Uranium sedangkan untuk uranil nitrat yang akan dikonversi menjadi U_3O_8 , ASTM C 788 menyatakan batas maksimum kandungan besi adalah 200 µg/g Uranium [2, 3]. Oleh karena itu, analisis kandungan besi pada serbuk uranium oksida harus dilakukan dan pemilihan metode analisis yang tepat sangat menentukan capaian akurasi analisis.

Diantara teknik analitik yang biasa digunakan untuk penentuan impuritas termasuk besi pada senyawa uranium adalah teknik spektrometri karena banyak unsur dapat ditentukan secara simultan dengan waktu singkat dan jumlah sampel relatif kecil. Teknik spektrometri yang digunakan seperti Spektrofotometri Serapan Atom – *flame* (SSA - *flame*), Spektrofotometri Serapan Atom – *Graphite Furnace Atomization* (SSA – *GFA*), *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP OES), dan *Inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICP-MS) [1]. SSA – *flame* sampai saat ini merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk analisis unsur runtuhan (unsur dengan kadar kecil) [2].

Dalam Spektrofotometer Serapan Atom – *Flame*, sebuah nyala atau pembakaran dihasilkan dari reaksi kimia antara suatu bahan bakar dan oksidan yang disertai dengan produksi panas dan cahaya. Jenis oksidan yang dapat digunakan adalah udara dan dinitrogen oksida (N_2O) dengan bahan bakar asetilen. Penggunaan oksidan yang berbeda akan menghasilkan nyala atau pembakaran yang berbeda dan akan menyebabkan perbedaan jumlah atom besi yang dihasilkan dari pembakaran sampel larutan uranium yang sama, sehingga mempengaruhi jumlah serapan sinar yang dipancarkan *hollow cathode lamp* (HCL). Akurasi analisis didefinisikan sebagai kesesuaian antara hasil analisis dengan nilai benar analit (atau nilai acuan analit yang dapat diterima) [4]. Oleh karena itu, perlu dilakukan komparasi penggunaan oksidan udara dan N_2O dalam analisis Fe pada uranium oksida untuk menentukan oksidan yang tepat dan dapat menghasilkan data analisis yang akurat.

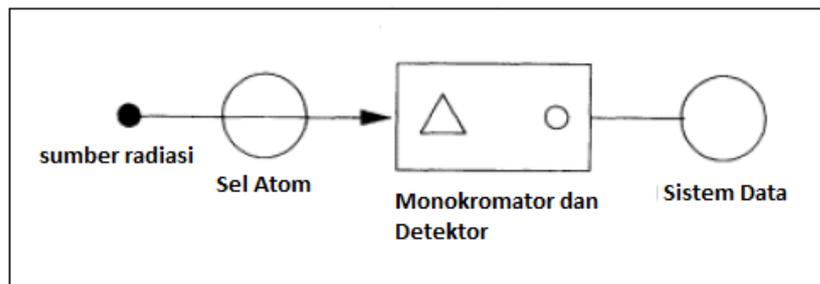
Penelitian ini bertujuan untuk menentukan akurasi analisis Fe pada uranium oksida dengan menggunakan oksidan udara dibandingkan dengan menggunakan N₂O sehingga diketahui oksidan yang tepat untuk menghasilkan data yang akurat. Analisis dilakukan terhadap larutan standar dan larutan uranium yang berasal dari pelarutan CRM uranium oksida dengan asam nitrat. Sebelum analisis dilakukan matriks uranium dihilangkan dengan melakukan ekstraksi pelarut terhadap larutan uranil nitrat dengan ekstraktn campuran Tributyl Posfat (TBP) dan Heksana dengan ratio 7 : 3.

II. TEORI

Spektroskopi serapan atom adalah suatu istilah yang digunakan jika radiasi diserap oleh atom – atom yang diukur. Sebuah atom memiliki beberapa tingkat energi. Pada kondisi normal, sebagian besar atom berada pada tingkat dasar (tidak tereksitasi). Untuk tingkat energi E_0 (tingkat dasar) dan E_j (tereksitasi), sebuah transisi dari $E_0 \rightarrow E_j$ menandakan terjadinya serapan radiasi. Cahaya dengan panjang gelombang yang tepat (energi) diserap oleh elektron tingkat dasar, sehingga berubah menjadi tereksitasi. Intensitas cahaya berkurang setelah melewati analit. Jumlah cahaya yang berkurang proporsional dengan jumlah atom yang menyerapnya yang analog dengan Hukum Lambert – Beer, yang dinyatakan sebagai berikut :

$$A = \log (I_0/I) = k_v l \log e.....(1)$$

dengan A adalah absorban, I_0 adalah intensitas cahaya datang, I adalah intensitas cahaya yang diteruskan, k_v adalah koefisien absorpsi dan l adalah panjang lintasan. Sistem instrumentasi dasar dari SSA digambarkan pada Gambar 1 [2].



Gambar 1. Sistem Instrumen Dasar Spektrometri Serapan Atom

Pada SSA – *flame*, larutan sampel biasanya dinebulisasikan secara pneumatik menuju *spray chamber* dan aerosol diproduksi bersamaan dengan adanya campuran gas pembakar dan oksidan pada *burner* yang sesuai. Dengan campuran udara - asetilen temperatur yang dapat dicapai adalah 2300 K sedangkan dinitrogen oksida (N₂O) – asetilen adalah 2750 K. Nyala udara – asetilen yang paling sering digunakan karena temperaturnya cukup tinggi untuk menghasilkan atomisasi banyak unsur namun tidak terlalu tinggi sehingga interferensi ionisasi tidak signifikan [5].

III. METODOLOGI

Alat dan Bahan : seperangkat instrumen SSA - *flame* (*Agilent Technologies*), *hotplate magnetic stirrer* (*Torrey Pines Scientific*), neraca analitik (*Mettler Toledo*), *oven* (*ultraclean 100*), *orbital shaker* IKA KS 130, dan peralatan gelas, standar corong pisah, serbuk standar U₃O₈ CRM 124 – 2, HNO₃ pekat 14,4 N (Merck), HNO₃ 3 N (Merck), n-TBP (Merck), n - Heksana (Merck), air demineral (*nanopure*), standar unsur Fe (merck).

Adapun langkah yang dilakukan yaitu Standar U₃O₈ kering (sebelumnya dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 115 °C dalam *oven*) ditimbang ± 1 g dalam gelas piala. Selanjutnya dilarutkan dengan asam nitrat pekat. Larutan dievaporasi hingga hampir kering dan residu dilarutkan dalam 25 mL HNO₃ 3 N. Dilakukan proses ekstraksi dengan 25 mL TBP – heksana (7 : 3). Selanjutnya fasa air dievaporasi hingga kering dan residu dilarutkan dalam 0,2 N HNO₃ dan diencerkan menjadi 50 mL, Sampel siap dianalisis menggunakan SSA – *flame*. Sebagai pembanding, blanko diperlakukan dengan cara yang sama dengan sampel. Deret standar unsur Fe dibuat dengan mengencerkan standar induk dan membuat deret konsentrasi standar sebanyak 3 tingkat sesuai dengan kisaran pengukuran. Selanjutnya deret standar dianalisis untuk mendapatkan kurva kalibrasi dan standar Fe 2 dan larutan CRM U₃O₈ dilakukan pengujian dengan alat SSA – *flame* dengan oksidan udara dan dinitrogen oksida dan ditentukan akurasinya [6, 7]. Untuk menentukan kandungan Fe dalam U₃O₈ maka massa dan volume penepatan diperhitungkan menggunakan rumus :

Kandungan unsur (ppm atau µg/g) yaitu [8] :

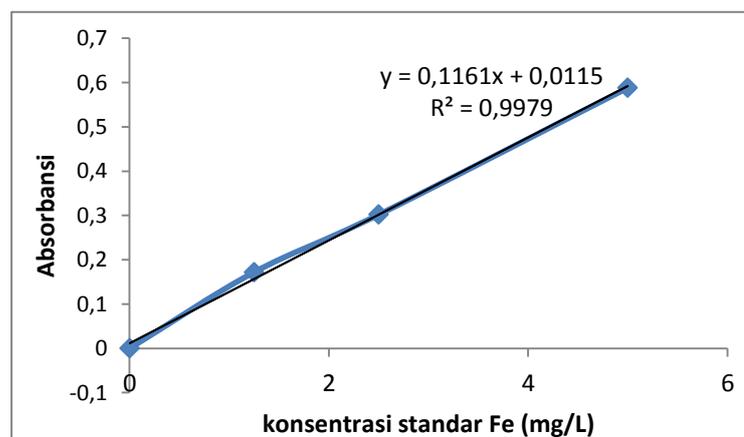
$$E = \frac{C \times D \times V}{W} \dots \dots \dots (2)$$

Dengan C = konsentrasi unsur dalam larutan, µg/mL
 D = factor pengenceran
 V = Volume Penepatan (mL)
 W = berat sampel (g)

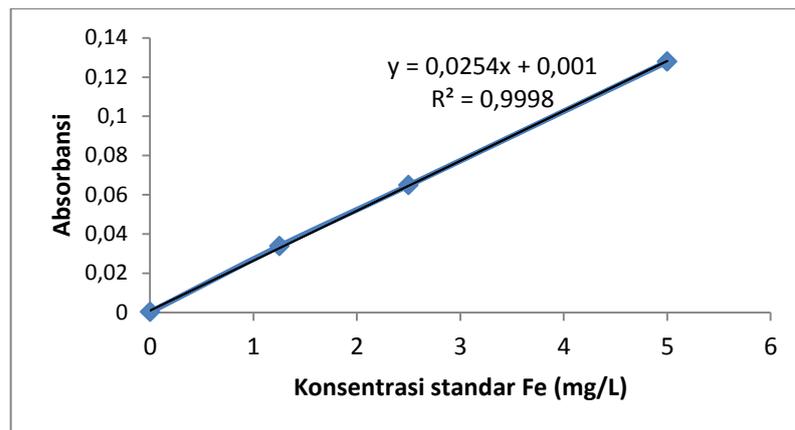
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Komparasi penggunaan oksidan udara dan N₂O pada analisis besi dalam uranium oksida menggunakan SSA – *flame* dilakukan dengan menyiapkan 3 deret standar yaitu 1,250 ; 2,500 dan 5,000 mg/L. Deret standar dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom - *flame* sebagai pengkalibrasi sehingga diperoleh kurva kalibrasi dan nilai koefisien determinasi (R^2), selanjutnya salah satu standar (standar 2 dengan konsentrasi 2,500 mg/L) dijadikan sampel dan menghasilkan data analisis seperti dalam Tabel 1 dan akurasi pengujian dihitung dengan mengurangkan hasil analisis CRM U₃O₈ dengan hasil analisis blanko terlebih dahulu.

Gambar 1. Memperlihatkan kurva kalibrasi standar Fe dengan oksidan udara, diperoleh persamaan kurva $Y = 0,116 x + 0,011$ dan koefisien determinasi 0,997. Sedangkan Gambar 2. Memperlihatkan kurva kalibrasi standar Fe dengan oksidan N₂O, diperoleh persamaan kurva $Y = 0,025 x + 0,001$ dan koefisien determinasi 0,999. Koefisien determinasi yang paling mendekati nilai 1 menunjukkan bahwa kurva tersebut mempunyai linieritas yang sangat baik. Nilai absorbansi untuk oksidan udara lebih tinggi dibandingkan oksidan N₂O hal ini menunjukkan adanya interferensi ionisasi karena suhu nyala yang dihasilkan oleh N₂O – asetilen lebih tinggi (2750 K) dibandingkan dengan udara – asetilen (2300 K), sehingga sebagian elektron terionisasi [5], namun nilai R^2 yang diperoleh pada oksidan N₂O (0,999) lebih baik dibanding dengan oksidan udara (0,997) meskipun keduanya memenuhi syarat kalibrasi instrumen ($> 0,995$), sehingga analisis sampel dapat dilanjutkan menggunakan kurva kalibrasi yang diperoleh [7].



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Standar Fe dengan Oksidan Udara menggunakan SSA - Flame



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Standar Fe dengan Oksidan N_2O menggunakan SSA – Flame

Dari Tabel 1. Terlihat bahwa hasil analisis standar 2 rerata menggunakan oksidan udara tidak berbeda signifikan yaitu 2,3774 dan 2,2801 mg/L namun hasil analisis blanko terlihat berbeda. Perbedaan ini dapat dimungkinkan terjadi karena blanko pengujian 2 terkontaminasi udara / lingkungan selama preparasi. Blanko dengan kadar Fe yang sangat rendah rentan terkontaminasi Fe dari lingkungan hingga diperoleh konsentrasi setimbang dengan lingkungan / udara. Dari kedua pengujian diketahui hasil akurasi $\pm 6,1116$ dan $\pm 16,236$ % untuk masing – masing pengujian dan akurasi ini cukup besar. Nilai persen akurasi yang dapat diterima berdasarkan nilai konsentrasi untuk standar 2,500 mg/L ($0,001$ % < A < $0,1$ %) adalah $0 - 7$ % [9], sehingga analisis menggunakan oksidan udara diluar rentang kesalahan yang diizinkan.

Tabel 1. Data Analisis Standar Fe (2,500 mg/L) Menggunakan Udara sebagai Oksidan

| Nama sampel | Pengujian 1 | | Pengujian 2 | |
|---------------------------|--------------------|------------|--------------------|------------|
| | Konsentrasi (mg/L) | Absorbansi | Konsentrasi (mg/L) | Absorbansi |
| Blanko | 0,031 | 0,0027 | 0,186 | 0,0189 |
| Blanko | 0,025 | 0,0022 | 0,183 | 0,0186 |
| Blanko | 0,035 | 0,0030 | 0,189 | 0,0192 |
| Standar 2 | 2,398 | 0,2021 | 2,251 | 0,2031 |
| Standar 2 | 2,372 | 0,2000 | 2,299 | 0,2069 |
| Standar 2 | 2,390 | 0,2014 | 2,307 | 0,2075 |
| Standar 2 | 2,371 | 0,1999 | 2,286 | 0,2058 |
| Standar 2 | 2,354 | 0,1985 | 2,302 | 0,2071 |
| Standar 2 | 2,363 | 0,1992 | 2,244 | 0,2026 |
| Standar 2 | 2,394 | 0,2017 | 2,272 | 0,2047 |
| Standar 2 rerata | 2,3774 | 0,2004 | 2,2801 | 0,2054 |
| Blanko Rerata | 0,0303 | 0,0026 | 0,186 | 0,0189 |
| Standar 2 – blanko rerata | 2,3471 | 0,1977 | 2,0941 | 0,1865 |
| Akurasi (%) | ± 6,1116 | | ± 16,236 | |

Analisis standar dengan menggunakan oksidan N₂O dilakukan terhadap standar 2 (2,500 mg/L) dan menghasilkan data seperti pada Tabel 2.

Tabel 2. Data Analisis Standar Fe (2,500 mg/L) Menggunakan N₂O sebagai Oksidan

| Nama Sampel | Pengujian 1 | | Pengujian 2 | |
|---------------------------|--------------------|------------|--------------------|------------|
| | Konsentrasi (mg/L) | Absorbansi | Konsentrasi (mg/L) | Absorbansi |
| blanko | 0,050 | 0,0035 | 0,124 | 0,0027 |
| blanko | 0,038 | 0,0032 | 0,132 | 0,0029 |
| blanko | 0,052 | 0,0036 | 0,117 | 0,0025 |
| Standar 2 | 2,485 | 0,0690 | 2,525 | 0,0650 |
| Standar 2 | 2,469 | 0,0685 | 2,504 | 0,0644 |
| Standar 2 | 2,471 | 0,0686 | 2,492 | 0,0641 |
| Standar 2 | 2,441 | 0,0678 | 2,501 | 0,0644 |
| Standar 2 | 2,491 | 0,0691 | 2,518 | 0,0648 |
| Standar 2 | 2,438 | 0,0677 | 2,486 | 0,0640 |
| Standar 2 | 2,455 | 0,0682 | 2,517 | 0,0648 |
| Standar 2 rerata | 2,4643 | 0,0684 | 2,5061 | 0,0645 |
| Blanko Rerata | 0,0467 | 0,0034 | 0,1243 | 0,0027 |
| Standar 2 – blanko rerata | 2,4176 | 0,0650 | 2,3818 | 0,0618 |
| Akurasi (%) | ± 3,296 | | ± 4,728 | |

Dari tabel 2 dapat dilihat bahwa akurasi analisis Fe menggunakan oksidan dinitrogen oksida yang diperoleh $\pm 3,296$ dan $\pm 4,728$ % untuk pengujian 1 dan pengujian 2 dan masuk kedalam rentang kesalahan yang diizinkan yaitu 0 hingga 7 % untuk kandungan analit $0,001\% < A < 0,1\%$ [9].

Tabel 3. Data Analisis Fe pada U_3O_8 CRM 124 – 2 Menggunakan Udara sebagai Oksidan

| No | Nama Sampel | Massa (g) | Volume penepatan (mL) | Konsentrasi Fe dalam larutan (mg/L) | Konsentrasi Fe dalam U_3O_8 ($\mu\text{g/g}$) |
|--|----------------------|-----------|-----------------------|-------------------------------------|---|
| 1 | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,589 | 91,54697 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,824 | 96,24415 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,778 | 95,32471 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,765 | 95,06486 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,684 | 93,44583 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,648 | 92,72626 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 4,731 | 94,38527 |
| Konsentrasi rerata Fe dalam U_3O_8 ($\mu\text{g/g}$) | | | 94,10544 | | |
| Standar deviasi | | | 1,6301 | | |
| 2 | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,759 | 94,00358 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,794 | 94,69623 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,794 | 94,69623 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,794 | 94,69623 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,755 | 93,92442 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,776 | 94,34001 |
| | U_3O_8 CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,740 | 93,62758 |
| Konsentrasi rerata Fe dalam U_3O_8 ($\mu\text{g/g}$) | | | 94,28347 | | |
| Standar deviasi | | | 0,4381 | | |

Tabel 3 memperlihatkan data analisis Fe pada U_3O_8 CRM 124-2 menggunakan udara sebagai oksidan. Instrumen SSA menganalisis sampel larutan dalam asam nitrat encer (mg/L) dan dengan perhitungan Rumus 2 diperoleh konsentrasi Fe pada U_3O_8 CRM 124-2 ($\mu\text{g/g}$) [9]. Konsentrasi Fe pada U_3O_8 CRM 124 - 2 menggunakan oksidan udara yang diperoleh adalah $94,10544 \pm 1,6301$ $\mu\text{g/g}$ dan $94,28347 \pm 0,4381$ $\mu\text{g/g}$, angka ini diluar kisaran keberterimaan yaitu 110 ± 13 $\mu\text{g/g}$ (sertifikat CRM 124-2). Hal ini dapat disebabkan oleh adanya interferensi kimia dalam sampel yang menyebabkan penurunan absorbansi sehingga konsentrasi yang diperoleh lebih rendah daripada yang sebenarnya.

Tabel 4. Data Analisis Fe pada U₃O₈ CRM 124 – 2 Menggunakan Dinitrida oksigen sebagai Oksidan

| No | Nama Sampel | Massa (g) | Volume penepatan (mL) | Konsentrasi Fe dalam larutan (mg/L) | Konsentrasi Fe dalam U ₃ O ₈ (µg/g) |
|----|--|-----------|-----------------------|-------------------------------------|---|
| 1 | U ₃ O ₈ CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 5,061 | 100,9710 |
| | U ₃ O ₈ CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 5,036 | 100,4713 |
| | U ₃ O ₈ CRM 124 – 2 | 5,003 | 100 | 5,057 | 100,8911 |
| | Konsentrasi rerata Fe dalam U ₃ O ₈ (µg/g) | | | 100,7778 | |
| | Standar deviasi | | | 0,2684 | |
| 2 | U ₃ O ₈ CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,964 | 98,05031 |
| | U ₃ O ₈ CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,976 | 98,28778 |
| | U ₃ O ₈ CRM 124 – 2 | 5,0531 | 100 | 4,991 | 98,58463 |
| | Konsentrasi rerata Fe dalam U ₃ O ₈ (µg/g) | | | 98,3076 | |
| | Standar deviasi | | | 0,2677 | |

Dari Tabel 4. Dapat terlihat bahwa konsentrasi Fe dalam U₃O₈ CRM 124 – 2 menggunakan N₂O sebagai oksidan diperoleh $100,7778 \pm 0,2684$ dan $98,3076 \pm 0,2677$ µg/g, dan masuk kisaran keberterimaan yaitu 110 ± 13 µg/g (sertifikat CRM 124-2). Karena proses preparasi yang cukup panjang (pelarutan, pengisatan, ekstraksi, penepatan) menyebabkan hasil analisis yang persis sama sulit diperoleh selain itu, pengujian unsur runutan dengan limit deteksi hingga *part per million (ppm)* juga memiliki rentang kesalahan yang dapat diterima cukup besar.

Dari hasil penelitian ini dapat diketahui bahwa oksidan yang terbaik untuk pengujian Fe dalam standar dan dalam U₃O₈ CRM 124 – 2 adalah N₂O karena menghasilkan koefisien determinasi paling mendekati 1 dan menghasilkan nilai akurasi terkecil. Oksidan N₂O : asetilen menghasilkan suhu nyala yang lebih tinggi daripada udara : asetilen sehingga mampu menghilangkan interferensi kimia yang ada. Dengan adanya interferensi kimia maka proses atomisasi unsur Fe pada oksidan udara dimungkinkan tidak berlangsung sempurna sehingga serapan sinar *hollow cathode lamp* lebih rendah. Hal ini yang menyebabkan konsentrasi yang diperoleh saat analisis menggunakan oksidan udara lebih rendah dari yang seharusnya [5,7].

V. KESIMPULAN

Komparasi penggunaan oksidan udara dan N₂O pada analisis besi dalam uranium oksida menggunakan spektrofotometer serapan atom – *flame* telah

dilakukan dan diperoleh koefisien determinasi kurva kalibrasi oksidan udara 0,997 sedangkan oksidan N₂O adalah 0,999, dan hasil analisis standar 2 rerata menggunakan oksidan udara yaitu 2,3774 dan 2,2801 mg/L namun hasil analisis blanko terlihat berbeda. Dari kedua pengujian diketahui hasil akurasi ± 6,1116 dan ± 16,236 mg/L, diluar rentang kesalahan yang diizinkan. Akurasi analisis Fe menggunakan oksidan N₂O yang diperoleh ± 3,296 dan ± 4,728 % untuk pengujian 1 dan pengujian 2 dan masuk kedalam rentang kesalahan yang diizinkan yaitu 0 hingga 7 untuk kandungan analit 0,001 % < A < 0,1 %.

Konsentrasi Fe pada U₃O₈ CRM 124 - 2 menggunakan oksidan udara yang diperoleh adalah 94,10544 ± 1,6301 µg/g dan 94,28347 ± 0,3481 µg/g, angka ini diluar kisaran keberterimaan yaitu 110 ± 13 µg/g (sertifikat CRM 124-2). Sedangkan, konsentrasi Fe dalam U₃O₈ CRM 124 – 2 menggunakan N₂O sebagai oksidan diperoleh 100,7778 ± 0,2684 dan 98,3076 ± 0,2677 µg/g, dan masuk kisaran keberterimaan yaitu 110 ± 13 µg/g (sertifikat CRM 124-2).

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa oksidan yang terbaik untuk pengujian Fe dalam standar dan dalam U₃O₈ CRM 124 – 2 adalah N₂O karena menghasilkan nilai akurasi terkecil dan hasil analisis CRM masuk ke dalam kisaran keberterimaan. Oksidan N₂O : asetilen menghasilkan suhu nyala yang lebih tinggi daripada udara : asetilen sehingga mampu menghilangkan interferensi yang ada.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kami ucapkan kepada Bapak Prof. Ridwan, Ibu Ir. RR. Ratih Langenati, MT, dan Ibu Torowati, ST sebagai Ka. PTBBN, Ka. BFBBN dan Ka. Kelompok Kendali Kualitas yang sudah memberikan kesempatan untuk kami melakukan penelitian ini. Terima kasih kepada semua rekan – rekan IEBE yang sangat membantu dan mendukung kelancaran penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Alexandre Luiz de Souza, Marycel Elena Barboza Cotrim, Maria Aparecida Faustino Pires. *Review article: An Overview of spectrometric techniques and sample for the determination of impurities in uranium nuclear fuel grade*. Microchemical Journal 106. Elsevier. Hal. 194 – 201. 2013
- [2]. ASTM C 753. *Standard Specification for Nuclear-grade, Sinterable Uranium Dioxide Powder*. ASTM International. 2010. Hal. 83 – 86

-
- [3]. ASTM C 788. *Standard Specification for Nuclear – Grade Uranyl Nitrate Solution or Crystal*. ASTM International. 2010
- [4]. Julia kantasubrata. *Akurasi*. Diktat Workshop Ketidakpastian pengukuran. PTBBN. Serpong 2015
- [5]. Jose A. C. Broekaert. *Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas*. Wiley – VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2002. Hal 158-164
- [6]. Perkin Elmer. *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy*. United States : Perkin Elmer. 1996. Hal 242 – 244
- [7]. Agilent Technologies. *Flame Atomic Absorption Spectrometry Analytical Methods*. Australia : Agilent Technologies. 2015.
- [8]. ASTM C1022- 05 (*reapproved 2010*) “*Standard Test Methods for Chemical and Atomic Absorption Analysis of Uranium-ore Concentrate*”. Reapproved 2010. ASTM International
- [9]. Riyanto, *Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta. 2014. Hal. 43.