

KUALIFIKASI AIR TANGKI REAKTOR (ATR) KARTINI BERDASARKAN DATA DUKUNG METODA NYALA SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM (SSA) DAN ION SELECTIVE ELECTRODE (ISE)

Supriyanto C., Iswani G.

PTAPB – BATAN, Jl. Babarsari Yogyakarta

ABSTRAK

KUALIFIKASI AIR TANGKI REAKTOR (ATR) KARTINI BERDASARKAN DATA DUKUNG METODA NYALA SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM (SSA) DAN ION SELECTIVE ELECTRODE (ISE). Air tangki reaktor (ATR) merupakan salah satu produk dari sistem pendingin reaktor yang sangat diperlukan pada reaktor nuklir. Jaminan kualitas air tangki reaktor diperlukan agar memenuhi persyaratan yang harus dipenuhi antara lain kadar unsur-unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, Ca dan Cl dalam air tangki reaktor masing-masing < 1 ppm. Kadar unsur-unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, dan Ca dalam ATR ditentukan dengan menggunakan metode nyala spektrometri serapan atom dan unsur Cl menggunakan metode ion selective electrode (ISE). Kelayakan alat uji SSA dilakukan dengan melakukan kalibrasi alat uji SSA menggunakan larutan Cu 2 ppm dan diperoleh kepekaan dan presisi alat uji masing-masing 0,019 ppm dan 0,65 % lebih kecil dari persyaratan masing-masing 0,4 ppm dan 1 %. Kelayakan alat uji ISE ditunjukkan dengan perolehan harga slope pada rentang potensial yang dipersyaratkan yaitu pada kisaran 0,56 – 0,59 mV. Diperoleh data kadar Ca dan Cl dalam ATR masing-masing $0,32 \pm 0,005$ ppm dan $1,052 \pm 0,009$ ppm, sedangkan unsur yang lain Fe, Mn, Mg, Na, dan Cr berada di bawah batas deteksi masing-masing unsur. Berdasar data tersebut dapat disimpulkan kualitas ATR memenuhi salah satu persyaratan IAEA.

ABSTRACT

A QUALIFICATION OF KARTINI WATER COOLANT REACTOR BASED ON DATA BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (F-AAS) AND ION SELECTIVE ELECTRODE (ISE) METHODS). A water coolant reactor represent one of product at reactor cooler system in nuclear reactor. Quality assurance of water coolant reactor needed to fulfilled of conditioned such as the content of Fe, Mn, Mg, Na, Cr, Ca and Cl elements in water coolant reactor < 1 ppm. The content of Fe, Mn, Mg, Na, Cr, and Ca elements in water coolant reactor were detected by flame atomic absorption spectrometry method, while the content of Cl- element was detected by ion selective electrode (ISE). The validation of AAS instrument were done by calibration of AAS instrument using solution of Cu 2 ppm and obtained of sensitivity and presisi 0.019 ppm and presisi 0.65 % respectively smaller than maximum permissible 0.4 ppm and 1 % respectively. The validation of ISE instrument showed that obtained of slope in the potential ring 0,56 - 0,59 mV. The content of Ca and Cl in ATR each 0.32 ± 0.005 ppm and 1.052 ± 0.009 ppm respectively, while the other elements such as Fe, Mn, Mg, Na, and Cr under the limit of detection. Based on the data show that quality of ATR fulfilled one of the qualifications of IAEA.

LATAR BELAKANG

Penelitian tentang kajian kualitas suatu bahan atau produk sangatlah penting untuk dilakukan karena menyangkut jaminan kualitas bahan atau produk agar memenuhi standar tertentu. Demikian pula untuk bahan komponen reaktor nuklir harus memenuhi standar IAEA sebagai badan resmi internasional yang membuat persyaratan baku mutu yang berkaitan dengan masalah nuklir.

Salah satu komponen yang ada pada reaktor nuklir adalah sistem pendingin reaktor yang diperlukan untuk mengambil panas yang terjadi akibat adanya reaksi panas berlebih dan sistem pendingin ini disebut pendingin primer. Sedangkan sistem pendingin yang mengambil panas dari pendingin primer disebut pendingin sekunder. Penggunaan sistem pendingin ini ada beberapa macam tergantung dari jenis reaktornya. Pada reaktor riset jenis BWR atau PWR umumnya digunakan air ringan sebagai bahan pendingin reaktor, sedangkan pada reaktor jenis CANDU digunakan air berat, untuk jenis reaktor biak cepat digunakan logam cair dan reaktor suhu tinggi digunakan bahan pendingin gas. Beberapa persyaratan yang harus dipenuhi oleh bahan pendingin reaktor nuklir

adalah mempunyai kestabilan kimia yang cukup tinggi walaupun berada didekat reaksi inti, mempunyai kapasitas dan daya hantar panas yang tinggi, tidak bersifat korosif terhadap bahan struktur reaktor dan kelongsong bahan bakar serta mempunyai tampang serapan neutron yang kecil. Bahan yang digunakan sebagai bahan pendingin reaktor adalah air dengan beberapa persyaratan yang harus dipenuhi seperti sangat murni, jernih, mempunyai daya hantar listrik $\geq 6 \text{ M}\Omega$ (konduktivitas $\leq 0,17 \mu\text{v}$, pH 6,0 - 6,5), konduktivitas spesifik dan kesadahan dan alkalinitas rendah⁽¹⁾.

Untuk mengetahui kualitas air tangki reaktor Kartini, diperlukan data kandungan unsur-unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, Ca dan Cl yang ada dalam air tangki reaktor. Salah satu metode analisis yang dapat digunakan adalah metode nyala spektrometri serapan atom untuk analisis unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, Ca dan metode *ion selective electrode* (ISE) untuk analisis ion (Cl), dengan kelebihan antara lain mudah, cepat, contoh uji relative sedikit, sensitivitas tinggi^(2,3). Dengan demikian tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui kadar unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, Ca dan Cl dalam air tangki reaktor, kemudian data hasil uji yang diperoleh dibandingkan dengan persyaratan yang ada.

TATA KERJA

Bahan

Pada penelitian ini digunakan bahan-bahan berupa bahan contoh uji air tangki reaktor (ATR) dari reaktor Kartini PTAPB-BATAN, bahan pelarut asam nitrat pekat, buatan Merck, bahan standar unsur-unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, Ca dan Cl buatan BDH dan akuatrides buatan Lab. Kimia Analitik PTAPB.

Peralatan

Pada penelitian ini digunakan seperangkat alat spektrometri serapan atom buatan Varian, Techtron, Australia, Seperangkat alat *Ion Selective Electrode* (ISE) tipe Metrohm 360 buatan Switzerland, peralatan dari gelas seperti gelas beker 250 ml, kompor listrik, pipet *effendorf* ukuran 10 - 100 μL , 250 - 1000 μL , dan 500 - 5000 μL .

Cara kerja

1. Sampling dan preparasi awal contoh uji

Contoh uji pendingin primer dari reaktor di PTAPB sebanyak 100 ml dimasukkan ke dalam gelas beker, ditambahkan 1 ml asam nitrat pekat dan diuapkan dengan dipanaskan di atas kompor listrik. Hasil penguapan setelah dingin ditepatkan kembali pada volume tertentu, larutan siap untuk dilakukan analisis.

2. Kondisi optimum analisis

Kondisi optimum analisis unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, dan Ca diperoleh dengan cara mengukur serapan yang maksimum masing-masing unsur, pada panjang gelombang yang optimum pada setiap perubahan parameter arus lampu, lebar celah, laju alir contoh uji, laju alir udara, laju alir asetilen, dan tinggi pembakar. Konsentrasi larutan yang digunakan adalah Fe dan Mg masing-masing 2 ppm, Mn 1 ppm, Na dan Ca masing-masing 10 ppm, Cr 5 ppm. Sedangkan kondisi optimum analisis unsur Cl dengan metode ISE dilakukan dengan cara menentukan waktu tanggap, dan faktor Nernst berdasarkan kurva kalibrasi.

3. Kalibrasi alat uji F-AAS, dan ISE

a. Kalibrasi alat uji F-AAS dilakukan dengan menentukan kepekaan dan presisi alat uji dengan cara membuat 10 ml larutan campuran yang terdiri dari larutan standar Cu 1000 ppm, HNO_3 dan akuatrides sedemikian rupa sehingga konsentrasi Cu dalam larutan 2 ppm, konsentrasi HNO_3 0,1 N. Kepekaan alat uji ditentukan dengan mengukur serapan larutan tersebut sebanyak 3 kali pengukuran, sedangkan presisi ditentukan dengan mengukur serapan sebanyak 6 kali pengukuran pada kondisi optimum analisis Cu.

b. Kalibrasi ISE dilakukan dengan mengukur potensial (mV) dari larutan standar Cl pada variasi konsentrasi Cl dari 4 - 1000 ppm, kemudian dibuat kurva antara potensial (mV) lawan log konsentrasi Cl. Dari kurva kalibrasi tersebut ditentukan harga slopenya (faktor Nernst = $R.T/F$ dengan R = tetapan gas, T = suhu, dan F = bilangan Farady).

4. Analisis unsur dalam contoh uji ATR

- a. Analisis unsur Fe, Mn, Mg, Na, Cr, dan Ca dilakukan dengan mengukur serapan larutan standar masing-masing unsur, kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi lawan serapan. Serapan contoh uji ATR yang diperoleh kemudian diinterpolasikan pada kurva kalibrasi standar masing-masing unsur sehingga akan diperoleh konsentrasi regresi, kadar unsur dalam ATR dihitung berdasarkan faktor pengenceran.
- b. Analisis unsur Cl dalam ATR dilakukan dengan metode standar adisi yaitu dengan menambahkan konsentrasi tertentu contoh uji ke dalam masing-masing kurva standar Cl⁻. Kemudian dibuat kurva standar adisi antara potensial (mV) lawan log konsentrasi Cl⁻, titik potong kurva standar Cl⁻ dengan sumbu X menunjukkan kadar Cl⁻ dalam contoh uji ATR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Beberapa parameter yang perlu diperhatikan pada analisis unsur-unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, Na, dan Cl agar diperoleh tampilan data yang memenuhi persyaratan secara analisis antara lain adalah kondisi optimum analisis. Kondisi optimum analisis unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, Na dengan metode FAAS diperoleh dengan mengukur serapan yang maksimum pada panjang gelombang optimum masing-masing unsur pada setiap perubahan laju alir contoh uji, laju alir asetilen dan udara, arus lampu, dan tinggi pembakar.

Kondisi optimum analisis unsur Cl dengan metode ISE diperoleh dengan menentukan harga slope dari kurva kalibrasi standar antara potensial (mV) lawan log konsentrasi Cl⁻ dengan kisaran konsentrasi Cl⁻ 4 – 1000 ppm. Slope atau kemiringan dan waktu tanggap yang diperoleh pada kurva kalibrasi berada dalam rentang potensial (faktor Nernst) yang disyaratkan yaitu pada kisaran 0,56 – 0,59 mV, sedangkan waktu tanggap yang disyaratkan untuk Cl 10 menit.

Kondisi optimum analisis unsur-unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na. disajikan pada Tabel 1 sebagai berikut :

Tabel 4. Kondisi optimum unsur-unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, Na

No	Parameter	Cr	Cu	Fe	Mn	Mg	Ca	Na
1.	Panjang gelombang, nm	357,9	324,8	248,3	279,5	285,2	422,7	330,3
2.	Arus lampu, mA	10	5	5	5	5	5	5
3.	Lebar celah, nm	0,2	0,5	0,2	0,2	0,5	0,5	0,5
4.	Laju alir asetilen, l/menit	2,70	2,5	2,47	2,45	2,20	2,45	2,25
5.	Laju alir udara, l/menit	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
6.	Laju alir contoh, ml/menit	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
7.	Tinggi pembakar, mm	15	12	14	13	14	12	15

Parameter berikutnya adalah kelayakan alat uji yang digunakan berupa perolehan harga kepekaan dan presisi alat uji. Kelayakan alat uji yang memenuhi persyaratan dengan perolehan kepekaan alat uji SSA < 0,040 ppm dan presisi alat uji < 1 ppm, seperti disajikan pada Tabel 2 sebagai berikut :

Tabel 2. Data kepekaan dan presisi alat uji AAS

No	Parameter	Cu 2 ppm
1.	Kepekaan, ppm	0,019
	Syarat acuan, ppm ⁽⁴⁾ .	0,040
2.	Presisi, %	0,65
	Syarat acuan, % ⁽⁴⁾ .	1,0

Pada metode ISE kelayakan alat uji ditunjukkan dengan perolehan faktor Nernst berada pada rentang potensial yang dipersyaratkan yaitu pada potensial antara 0,56 – 0,59 mV, dan waktu tanggap sesuai yang disyaratkan yaitu 10 menit.

Pada Tabel 2 disajikan data kepekaan dan presisi yang menunjukkan validasi alat uji (AAS). Harga kepekaan dan presisi alat uji diperoleh dengan mengukur serapan larutan standar Cu konsentrasi 2 ppm dengan 3 kali pengukuran. Berdasarkan data serapan yang diperoleh dihitung kepekaan alat uji (S) dengan formula $S = 0,0044 (C_1 / A_1)$, C_1 dan A_1 masing-masing adalah konsentrasi dan serapan standar Cu yang dipilih. Presisi alat uji (s) dihitung berdasarkan simpangan baku yang diperoleh pada pengukuran larutan standar Cu 2 ppm, dengan formula $s = (A-B) \times 0,40$, dengan A = nilai serapan tertinggi dan B = nilai serapan terendah dari 6 nilai serapan yang diperoleh. Berdasarkan perhitungan diperoleh data kepekaan dan presisi alat uji SSA masing-masing 0,019 ppm dan 0,65 % (Tabel 2). Berdasarkan data tersebut, alat uji SSA masih layak digunakan dengan kepekaan dan presisi yang masih berada di bawah batas persyaratan.

Kandungan unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam contoh uji air tangki reaktor ditentukan dengan menggunakan metode kurva kalibrasi standar yaitu dengan mengukur serapan larutan standar unsur pada kondisi yang optimum, kemudian dibuat kurva standar antara konsentrasi unsur terhadap serapan masing-masing unsur. Larutan contoh uji (ATR) diukur serapan masing-masing unsur pada kondisi optimum, kemudian serapan yang diperoleh diinterpolasikan ke dalam kurva kalibrasi standar masing-masing unsur sehingga akan diperoleh kadar masing-masing unsur. Sedangkan kadar Cl dalam contoh uji ATR ditentukan dengan menggunakan metode kurva standar adisi yaitu dengan menambahkan konsentrasi tertentu contoh uji ke dalam masing-masing larutan standar Cl, kemudian dibuat kurva standar antara konsentrasi lawan serapan, titik potong kurva standar dengan sumbu X menunjukkan kadar Cl dalam contoh uji. Rentang konsentrasi unsur Fe, Cr, Cu, Mn, Mg, Ca, Na, dan Cl, dan batas deteksi unsur disajikan pada Tabel 3, sedangkan kadar unsur Fe, Cr, Cu, Mn, Mg, Ca, Na, dan Cl dalam contoh uji ATR disajikan pada Tabel 4 sebagai berikut :

Tabel 3. Rentang konsentrasi, dan batas deteksi unsur Fe, Cr, Cu, Mn, Mg, Ca, Na, dan Cl.

No.	Unsur	Rentang konsentrasi linier (ppm)	Batas deteksi (ppm)
1.	Ca	2,0 - 10,0	0,16
	Cr	1,0 - 5,0	0,03
	Fe	0,5 - 2,5	0,04
	Mn	0,1 - 0,5	0,02
	Na	5,0 - 25,0	4,9
	Mg	0,5 - 2,5	0,05
	Cl	4 - 1000	4,0

Tabel 4. Kadar Cr, Cu, Ca, Fe, Mn, Na, Mg, dan Cl dalam ATR

No.	Contoh Uji	Unsur	Kadar, ppm
1.	ATR	Cu	< 0,05
		Ca	$0,32 \pm 0,005$
		Cr	< 0,03
		Fe	< 0,04
		Mn	< 0,02
		Na	< 4,9
		Mg	< 0,05
		Cl	$1,052 \pm 0,009$

Berdasarkan Tabel 4, dalam contoh uji ATR terdeteksi unsur Ca $0,32 \pm 0,005$ ppm, dan Cl $1,052 \pm 0,009$ ppm, sedangkan unsur yang lain berada di bawah batas deteksi unsur. Keberadaan unsur Ca dan Cl dalam contoh uji ATR apabila dibandingkan dengan persyaratan yang ada masih berada di bawah batas persyaratan.

KESIMPULAN

1. Alat uji SSA dengan metode uji nyala, masih layak sebagai alat uji dengan perolehan kepekaan dan presisi berada di bawah persyaratan, demikian juga alat uji ISE ditunjukkan dengan perolehan faktor Nernst pada

rentang potensial 0,56 – 0,59 mV sesuai yang dipersyaratkan.

2. Dalam contoh uji ATR terdeteksi unsur Ca dan Cl masing-masing $0,32 \pm 0,005$ ppm, dan $1,052 \pm 0,009$ ppm, sedangkan unsur Fe, Cu, Cr, Mg, Mn berada di bawah batas deteksi masing-masing unsur.
3. Berdasarkan data kadar unsur Cr, Cu, Ca, Fe, Mn, Na, Mg, dan Cl dalam air tangki reaktor (ATR), dapat disimpulkan ATR di reaktor kartini memenuhi persyaratan sebagai air pendingin reaktor.

DAFTAR PUSTAKA :

1. P3TM-BATAN, Pelatihan Operator dan Supervisor Reaktor Triga, Pusdiklat – P3TM BATAN, Yogyakarta (2002).
2. PRICE, WJ., Spectrochemical Analysis By Atomic Absorption, John Wiley and Sons Ltd., Chishester (1983).
3. VAN LOON, J.C., Analytical Atomic Absorption spectroscopy Selected Methods, Academic Press, New York (1980).
4. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM E 663-78, (1979).