

IDENTIFIKASI LOGAM-LOGAM BERAT Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, DAN Na DALAM AIR TANGKI REAKTOR DENGAN METODE NYALA SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM (SAA)

Supriyanto C., Kris Tri Basuki dan A. Purwanto

P3TM – BATAN

ABSTRAK

IDENTIFIKASI LOGAM-LOGAM BERAT Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, DAN Na DALAM AIR TANGKI REAKTOR (ATR) DENGAN METODE NYALA SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM (SAA). Telah dilakukan identifikasi logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na yang ada dalam ATR Kartini P3TM BATAN Yogyakarta, ATR BATAN Serpong, dan ATR BATAN Bandung, menggunakan metode nyala spektrometri serapan atom. Kelayakan alat uji SSA ditunjukkan dari perolehan harga presisi dan kepekaan yang memenuhi persyaratan sebagai alat uji. Diperoleh rerata kadar logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam air tangki reaktor Kartini mulai tahun 1999 sampai dengan 2003 dan dalam air tangki reaktor Serpong, Bandung dan Yogyakarta pada periode bulan Desember 2003 masih berada di bawah batas kadar maksimum yang diijinkan (< 1 ppm).

ABSTRACT

THE IDENTIFICATION OF HEAVY METALS SUCH AS Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, AND Na IN WATER COOLANT OF THE REACTOR BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY METHOD. The identification of heavy metals such as Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, and Na in water coolant of the reactor (WCR) included WCR Kartini P3TM BATAN Yogyakarta, WCR BATAN Serpong, and WCR BATAN Bandung by flame atomic absorption spectrometry method has been done. The validation of AAS instrument showed that the precision and sensitivity were obtained at less than maximum permissible. The concentration average of Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, and Na in water coolant of Kartini reactor from 1999 to 2003 and water coolant of the reactors of Serpong, Bandung and Yogyakarta in December were less than the maximum permissible (< 1 ppm).

PENDAHULUAN

Penelitian tentang kajian kualitas suatu bahan atau produk sangatlah penting untuk dilakukan karena menyangkut jaminan kualitas bahan atau produk tersebut agar memenuhi standar tertentu yang sesuai. Demikian pula untuk bahan-bahan komponen reaktor nuklir harus memenuhi standar dari IAEA sebagai badan resmi internasional yang berkompentensi 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 mempunyaiampang 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⁾.

Permasalahan yang selalu timbul pada penggunaan air sebagai pendingin primer maupun sekunder menyangkut masalah-masalah

yang erat kaitannya dengan sifat-sifat air, perubahan kimiawi air dan interaksi dengan bahan-bahan sekelilingnya, masalah tersebut seperti pH, kesadahan, konduktivitas spesifik, alkalinitas dipersyaratkan mempunyai harga tertentu untuk menghindari terjadinya radiolisis air pendingin, korosi bahan struktur akibat interaksi dengan pendingin, timbulnya kerak (scale) karena ion-ion CO_3^{2-} dan OH, ganggang dan lumut.

Pada penelitian ini akan dilakukan identifikasi logam-logam berat Fe, Cr, Ca, Mn, Mg, dan Na yang ada dalam air pendingin primer (air tangki reaktor, ATR) di reaktor Kartini P3TM pada periode 5 tahun mulai tahun 1999 sampai dengan 2003, ATR di Serpong, dan ATR di Bandung. Metode uji yang digunakan adalah dengan metode nyala spektrometri serapan atom (SSA) dengan kelebihan antara lain mudah, cepat, cuplikan relatif sedikit, dengan sensitifitas yang tinggi^(2,3).

Untuk memperoleh validitas data-data hasil identifikasi, diperlukan uji presisi dan kepekaan pada alat uji yang digunakan, sehingga bias yang terjadi pada data hasil uji dapat diminimalkan. Dengan demikian tujuan penelitian ini adalah untuk kualifikasi air pendingin primer di reaktor P3TM, Serpong dan Bandung. Tujuan yang lain adalah mengetahui kelayakan alat uji (AAS) dan validitas data hasil uji yang diperoleh.

BAHAN DAN TATA KERJA

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah larutan ATR sebagai cuplikan, larutan spektrosol (Fe, Cu, dan Ca) sebagai larutan standar buatan BDH, larutan standar dari NaNO_3 , CrCl_3 , MnO_2 , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, dan KNO_3 masing-masing buatan Merck, sebagai pelarut digunakan HNO_3 pekat buatan Merck, bahan bakar gas asetilen dan nitrousoksid buatan Aneka Gas Industri Yogyakarta, dan akuatrides buatan P3TM-BATAN Yogyakarta.

Tata Kerja

Pada penelitian ini digunakan satu perangkat alat *atomic absorption spectrometry* (AAS) tipe AA-300-P buatan Varian Techtron Australia, peralatan laboratorium dari gelas (gelas beker labu takar dll.), vial polietilen ukuran 25 ml, mikro pipet effendorf dan neraca analitik.

Preparasi Cuplikan

Cuplikan pendingin primer dari P3TM, reaktor Bandung dan reaktor Serpong masing-

masing dituang ke dalam beker gelas ukuran 100 ml, ditambahkan 1 ml asam nitrat pekat dan dipanaskan di atas kompor listrik. Hasil pemanasan setelah dingin dituang ke dalam labu takar ukuran 10 ml dan ditepatkan dengan akuatrides sampai batas tanda, larutan cuplikan siap untuk dilakukan analisis.

Uji kepekaan dan Presisi Alat Uji

Uji kepekaan dan presisi alat uji (AAS) dilakukan dengan membuat 1 buah larutan campuran yang terdiri dari larutan standar Cu 1000 ppm, HNO_3 1 N, dan akuatrides sedemikian rupa sehingga konsentrasi Cu dalam larutan 5 ppm, dan konsentrasi HNO_3 dalam larutan 0,1 N. Kepekaan alat uji ditentukan dengan mengukur serapan larutan tersebut dengan 3 kali pengukuran, sedangkan presisi alat uji ditentukan dengan menghitung simpangan baku dari pengukuran 6 kali serapan larutan tersebut di atas.

Kondisi Optimum Analisis

Kondisi optimum analisis masing-masing unsur diperoleh dengan mengukur serapan yang maksimum masing-masing unsur pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen, dan tinggi pembakar. Sedangkan larutan yang digunakan adalah 25 ml larutan Fe, dan Cr konsentrasi 5 ppm, 25 ml larutan Mg dan Mn 2 ppm dan 25 ml larutan Ca dan Na 10 ppm.

Kurva Kalibrasi Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na

Kurva kalibrasi unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na diperoleh dengan mengukur serapan larutan standar masing-masing unsur pada kondisi optimum unsur. Kisaran larutan standar masing-masing unsur adalah Fe 0,5 - 5 ppm, Mn dan Mg 0,2 - 1 ppm, Ca dan Cr 1 - 5 ppm, Na 1 - 10 ppm. Kurva kalibrasi diperoleh dengan membuat kurva antara konsentrasi lawan serapan masing-masing unsur.

Teknik Pengukuran Cuplikan ATR

Kadar unsur-unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan ATR ditentukan dengan menggunakan teknik pengukuran kurva kalibrasi standar yaitu dengan mengukur serapan unsur-unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan ATR, kemudian serapan yang diperoleh diinterpolasikan ke dalam kurva standar masing-masing unsur sehingga akan diperoleh kadar unsur dalam cuplikan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk memperoleh tampilan data hasil uji logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan ATR yang memenuhi persyaratan secara analisis, diperlukan beberapa parameter yang perlu mendapatkan perhatian antara lain kondisi optimum analisis unsur, linieritas kurva kalibrasi masing-masing unsur dan kelayakan alat uji yang digunakan berupa kepekaan dan presisi alat uji. Kelayakan alat uji

yang memenuhi persyaratan dengan perolehan kepekaan < 0,040 ppm dan presisi alat uji < 1 ppm⁽⁴⁾.

Pada Tabel 1 disajikan data kondisi optimum masing-masing unsur, Tabel 2 menunjukkan linieritas kurva kalibrasi masing-masing unsur dan harga regresi. Sedangkan pada Tabel 3 disajikan data kepekaan dan presisi alat uji AAS dengan metode nyala.

Tabel 1. Kondisi optimum analisis unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na

Parameter	Unsur					
	Fe	Cr	Mn	Mg	Ca	Na
Panjang gelombang, nm	248,3	357,9	279,5	285,2	422,7	330,3
Lebar celah, nm	0,2	0,2	0,2	0,5	0,5	0,5
Arus lampu, mA	5	10	5	10	5	5
Laju alir cuplikan, ml/mnt.	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Laju alir asetilen l/menit	2,47	2,70	2,45	2,20	2,45	2,25
Tinggi pembakar, mm	14	15	13	14	14	15

Tabel 2. Linieritas konsentrasi standar dan batas deteksi Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na

Unsur	Linieritas konsentrasi (ppm)	Batas deteksi (ppm)
Fe	0,5 - 2,5	0,04
Cr	1,0 - 5,0	0,03
Mg	0,1 - 0,5	0,035
Mn	0,2 - 1,0	0,02
Ca	0,5 - 2,5	0,16
Na	10 - 50	4,9

Pada Tabel 1 dan 2 masing-masing disajikan kondisi optimum analisis dan linieritas konsentrasi dan batas deteksi unsur Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na. Kondisi optimum analisis diperoleh dengan mengukur serapan yang optimum pada panjang gelombang yang maksimum dari masing-masing unsur pada setiap perubahan parameter lebar celah, arus lampu, laju alir cuplikan dan asetilen dan tinggi pembakar. Linieritas konsentrasi masing-masing unsur pada Tabel 2 menunjukkan daerah kerja yang optimum masing-masing unsur.

Pada Tabel 3 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 5 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 5 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 0,020 ppm dan 0,6 % (Tabel 3). Berdasarkan data tersebut, alat uji SSA masih layak digunakan dengan kepekaan dan presisi yang masih berada di bawah batas persyaratan.

Tabel 3. Data kepekaan dan presisi alat uji AAS

No	Parameter	Cu 5 ppm
1.	Kepekaan, ppm	0,020
	Syarat acuan, ppm.	0,040
2.	Presisi, %	0,60
	Syarat acuan, %	1,0

Kualifikasi terhadap air tangki reaktor dilakukan dengan cara identifikasi keberadaan logam-logam berat Fe, Cr, Cu, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan air tangki reaktor yang digunakan untuk mengungkung bahan bakar reaktor. Identifikasi tersebut dilakukan secara rutin setiap satu bulan sekali dengan menggunakan metode nyala spektrometri serapan atom. Pengambilan cuplikan ATR menggunakan botol polietilen setelah dilakukan penambahan akuades sampai tanda yang tertera

pada kolam penyimpanan bahan bakar, dan | setelah dilakukan pengadukan.

Tabel 4. Distribusi logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan ATR P3TM.

No	Unsur	Kadar (ppm)				
		1999	2000	2001	2002	2003
1.	Na	< 0,49	< 0,49	0,19	< 0,49	< 0,49
2.	Ca	0,13	< 0,01	0,10	0,18	0,51
3.	Fe	0,6	< 0,04	0,6	0,6	0,6
4.	Mn	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,02
5.	Cr	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03
6.	Mg	< 0,05	< 0,05	0,64	0,38	0,72

Pada Tabel 4 disajikan rerata distribusi logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan air tangki reaktor (ATR) dalam rentang waktu 1999 sampai dengan 2003. Berdasarkan data pada Tabel 4, dalam kurun waktu 5 tahun mulai tahun 1999 sampai dengan 2003 terdeteksi unsur Na 0,19 ppm, unsur Ca 0,13 ppm, 0,10 ppm, 0,18 ppm dan 0,51 ppm, unsur Fe 0,6 ppm dan 0,13 ppm, unsur Mg 0,64 ppm, 0,38 ppm, dan 0,72 ppm, sedangkan unsur-unsur Mn, dan Cr berada di bawah batas deteksi masing-masing unsur. Kadar unsur Na, Ca, Fe, dan Mg yang terdeteksi dapat berasal dari kelongsong bahan bakar yang mengalami korosi. Korosi yang terjadi antara lain disebabkan iradiasi baik dari radiasi gamma maupun neutron pada saat reaktor dioperasikan dan pengaruh pemanasan yang lama selama pemakaian bahan bakar tersebut di teras reaktor.

Pada Tabel 5 disajikan distribusi logam-logam berat Fe, Cu, Mn, Na, Mg, dan Ca dalam air pendingin primer di reaktor yang ada di BATAN Serpong (ATR-1, ATR-2), BATAN Bandung (ATR-3, ATR-4) dan BATAN Yogyakarta (ATR-5) periode Desember 2003. Dalam periode Desember 2003 terdeteksi unsur-unsur Fe, Mn, Na, Mg, dan Ca dengan kisaran kadar $3,2 \times 10^{-4}$ ppm sampai dengan $6,1 \times 10^{-2}$ ppm, sedangkan unsur Cr berada di bawah batas deteksi unsur (< 0,03 ppm). Hal tersebut sesuai dengan pendapat Sardjono Y dkk.⁽⁵⁾ yang menyatakan bahwa korosi dapat terjadi pada bahan bakar yang disimpan dengan sistem penyimpanan cara basah yaitu dengan direndam dalam air. Meskipun terjadi korosi pada kelongsong bahan bakar, tetapi produk korosi yang dihasilkan bila dibandingkan dengan persyaratan, masih berada dibawah batas yang diijinkan (< 1 ppm).

Tabel 5. Distribusi logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca, dan Na dalam cuplikan ATR Bandung dan Serpong.

No	Cuplikan	Unsur	Kadar	Satuan
1.	ATR-1	Fe	$2,6 \times 10^{-3}$	ppm
		Mn	$1,0 \times 10^{-4}$	
		Na	$4,5 \times 10^{-2}$	
		Mg	$3,9 \times 10^{-2}$	
		Ca	$4,6 \times 10^{-2}$	
		Cr	< 0,03	
2.	ATR-2	Fe	$2,2 \times 10^{-3}$	ppm
		Mn	$3,2 \times 10^{-4}$	
		Na	$4,7 \times 10^{-2}$	
		Mg	$1,5 \times 10^{-2}$	
		Ca	$7,2 \times 10^{-2}$	
		Cr	< 0,03	
3.	ATR-3	Fe	$1,0 \times 10^{-3}$	ppm
		Mn	$1,6 \times 10^{-4}$	
		Na	$5,7 \times 10^{-2}$	
		Mg	$2,1 \times 10^{-2}$	
		Ca	$6,1 \times 10^{-2}$	
		Cr	< 0,03	
4.	ATR-4	Fe	$4,4 \times 10^{-3}$	ppm
		Mn	$1,5 \times 10^{-4}$	
		Na	$5,3 \times 10^{-2}$	
		Mg	$3,1 \times 10^{-2}$	
		Ca	$1,2 \times 10^{-2}$	
		Cr	< 0,03	
5.	ATR-5	Fe	$7,0 \times 10^{-3}$	ppm
		Mn	$8,0 \times 10^{-4}$	
		Na	$5,1 \times 10^{-2}$	
		Mg	$1,9 \times 10^{-2}$	
		Ca	$5,6 \times 10^{-2}$	
		Cr	< 0,03	

KESIMPULAN

Berdasarkan data-data yang ada dapat disimpulkan bahwa dalam air tangki reaktor P3TM, Serpong dan Bandung terdeteksi logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Na, dan Ca, sehingga dapat disimpulkan telah terjadi korosi pada kelongsong bahan bakar dengan produk korosi berupa logam-logam Fe, Cr, Mn, Na, dan Ca.

Berdasarkan perhitungan data, diperoleh rerata kadar produk korosi bahan bakar reaktor Kartini P3TM BATAN Yogyakarta mulai tahun 1999 sampai dengan 2003, dan korosi yang terjadi pada bahan bakar reaktor di Serpong, dan Bandung periode Desember 2003 masih berada di bawah batas yang diijinkan (<1 ppm).

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada staf Bidang Keselamatan dan Kesehatan Kerja (BK3) yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. P3TM BATAN, Pelatihan Operator dan Supervisor Reaktor Triga, Pusdiklat-P3TM BATAN, Yogyakarta (2002)
2. PRICE, W.J., Spectrochemical Analysis By Atomic Absorption, John Wiley and Sons Ltd., Chichester (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).
5. SARDJONO Y., SUTJIPTO, Penentuan Laju Korosi Kelongsong Bahan Bakar Reaktor Kartini Dengan Metode Aktivasi, Prosiding PPI PPNY-BATAN, Yogyakarta (1987).

TANYA JAWAB**AN. Bintarti**

- *Apa pengaruh logam-logam berat yang diidentifikasi dalam air terhadap reaktor yang diketahui logam-logam berat merugikan terhadap manusia tetapi dalam tanki reaktor dan reaktornya apa ada pengaruh yang merugikan?, kalau ada apa?*

Supriyanto C.

- Persyaratan yang harus dipenuhi pada air tanki reaktor salah satunya adalah kadar logam-logam berat Fe, Cr, Mn, Mg, Ca dan Na < 1 ppm. Apabila kadar logam tersebut melebihi persyaratan maka telah terjadi korosi bahan bakar reaktor.

Sunardjo

- *Mengapa dalam logam-logam berat tidak ercantum Hg?, padahal Hg juga termasuk logam berat?*

Supriyanto C.

- Metoda nyala spektrometer serapan atom mempunyai kepekaan yang rendah untuk unsur Hg (merkuri).

Damunir

- *Bagaimana cara menentukan batas deteksi unsur Fe, Cr, Mg, Mn, Ca dan Na dengan metode AAS?, apakah secara manual, statistik atau trans error?*

Supriyanto C.

- Batas deteksi ditentukan dari perolehan kurva standar masing-masing unsur, kemudian dihitung batas deteksi secara statistik.