

PENENTUAN BORON DAN SILIKON DALAM
GRAFIT DENGAN METODA SPEKTROGRAFI

Samin, Rukihati

Kelompok Kimia Analisa

PPBMI-BATAN

YOGYAKARTA

INTISARI

Metoda spektrografi untuk penentuan boron dan silikon dalam grafit pada tingkat konsentrasi ppm telah dikerjakan . Garis-garis spektra unsur-unsur diperoleh dari eksitasi d.c. arc dan difotografi dengan spektrograf Jarell Ash . Batas deteksi garis-garis spektra adalah 3 ppm untuk boron dan 1 ppm untuk silikon . Dengan metoda ini didapatkan grafit mengandung boron 7,05 ppm dan silikon 1,54 % .

ABSTRACT

Spectrography method for determination of boron and silicon in graphite samples at ppm concentration has been worked . Spectra lines of elements were obtained from d.c. arc excitation and were photographed by Spectrograph Jarell Ash . Detection limit of spectra lines are 3 ppm for boron and 1 ppm for silicon . By this method , it was found that graphite contained 7,05 ppm of boron and 1,54 % of silicon .

I PENDAHULUAN

Setelah diketahui bahwa grafit merupakan bahan yang bermanfaat pada beberapa reaktor nuklir, maka analisa impuritas dalam grafit banyak menaruh perhatian (3) .

Penggunaan sebagai moderator yang terus menerus dalam reaktor nuklir, unsur-unsur yang terkandung dalam grafit secara kualitatif dan kuantitatif harus ditentukan, terutama untuk unsur-unsur yang mudah menyerap neutron (2,4) .

Metoda spektrografi emisi untuk penentuan impuritas (boron dan silikon) dalam grafit telah dilakukan, yang mana metoda ini merupakan metoda analisa yang berdasarkan tebal tipisnya garis spektra unsur-unsur pada panjang gelombang tertentu, yang kemudian garis-garis tersebut dapat diamati intensitasnya (1) .

Berdasarkan kurva standar log intensitas versus log konsentrasi, unsur-unsur impuritas dalam grafit dapat ditentukan (5) .

II BAHAN DAN TATA KERJA

A. Bahan - Bahan

1. Cuplikan grafit .
2. Elaktroda grafit ($\phi = 7$ mm dan panjang = 38 mm) .
3. Larutan pencuci plat emulsi spektrograf yang terdiri dari developer D 19 Kodak dan fixaber Kodak .
4. Standar boron dan silikon yang berasal dari standar multi unsur Spex Mix 1000 yang terdiri dari 49 unsur, konsentrasi masing-masing 1,27 % .

B. Peralatan

1. Spektrograf Jarell Ash tipe 3,4 m Ebert Spectrograph .
Daerah spektra antara 2200 s/d 4600 Å .
2. Plat emulsi spektrograf, Kodak spectrum analysis plat ; Plat No 1 (10,2 x 25,4 cm), ukuran 4 x 10 inch .
3. Densitometer Jarell Ash tipe 21 - 330 - M & D .
4. Kertas grafik logaritmis .
5. Alat-alat laboratorium dari gelas .
6. Homogenator Mixer Spex 5000 .

C. Tata Kerja

1. Penyediaan Standar

Dibuat satu deret standar yang mengandung boron dan silikon dengan konsentrasi 300, 100, 30, 10, 3 dan 1 ppm .

Deret standar tersebut dibuat dari standar multi unsur Spex Mix 1000 dengan pengenceran menggunakan grafit pengencer .

2. Penyediaan Cuplikan .

a. Tanpa diencerkan .

b. Diencerkan 1000 kali dengan grafit pengencer .

3. Penyediaan Bahan Untuk Eksitasi .

a. Masing-masing standar dan cuplikan ditimbang 15 mg, kemudian dimasukkan kedalam anoda .

b. Anoda-anoda yang sudah berisi standar dan cuplikan dideretkan pada rak plastik .

4. Kondisi Eksitasi .

a. Sumber eksitasi d.c. arc .

Tegangan : 220 volt .
Jarak elektroda : 4 mm .
Waktu eksitasi : 15 detik .
Arus : 10 ampere .

b. Pengaturan Spektrograf

Tinggi spektra : 3 mm .
Jarak antar spektra : 1 mm .
Daerah spektra : 2200 - 4600 Å .
Filter : digunakan step filter .

5. Urutan Bahan Yang Dieksitasikan

- a. Elektroda yang berisi grafit pengencer .
- b. Elektroda yang berisi standar, mulai dari konsentrasi terendah .
- c. Elektroda yang berisi cuplikan, dengan dan tanpa pengenceran .
- d. Dua batang besi yang berukuran $\phi = 7$ mm dan panjang 50 mm, dieksitasi untuk kalibrasi spektra .

6. Pencucian Plat Emulsi Spektrografi

Garis-garis spektra dari masing-masing unsur dapat diamati setelah plat emulsi dicuci sebagai berikut :

- a. Plat direndam sambil digoyang dalam larutan developer selama 3 menit pada suhu 21°C .
- b. Dibilas dengan air kran .
- c. Direndam sambil digoyang dalam larutan fixater selama 3 menit pada suhu 21°C .
- d. Dicuci dengan air kran yang mengalir selama 10 menit .

e. Dikeringkan pada temperatur tidak lebih dari 32°C semua perlakuan terhadap plat emulsi dilakukan dalam ruang gelap atau dalam ruangan yang diterangi dengan lampu infra merah .

7. Pengamatan Dan Pengukuran Intensitas Garis Spektra .

Berdasarkan garis spektra kalibrasi unsur Fe, garis - garis spektra unsur yang dihasilkan baik dari standar maupun dari cuplikan dapat diamati dengan densitometer . Penentuan garis spektra unsur ditentukan dengan cara " menepatkan " garis spektra unsur dengan spektrogram yang tergambar pada " master-plate " .

Konsentrasi unsur ditentukan dari pengamatan densitometer dengan cara mengukur intensitas garis spektra unsur dan spektra standarnya .

Dibuat gravik $\log I$ vs $\log C$, dimana I adalah intensitas spektra unsur dan C adalah konsentrasi unsur .

Dengan menginterpolasikan harga I pada kurva standar, maka konsentrasi unsur dalam cuplikan dapat ditentukan .

III ANALISA DATA DAN PERHITUNGAN

Untuk menentukan unsur-unsur pengotor (impuritas) yang terkandung dalam grafit, yang dipertimbangkan adalah kepekaan metoda analisa . Ketelitian dan ketepatan pengukuran di - pergunakan untuk menilai metoda analisa yang digunakan .

Analisa impuritas dalam grafit sangat diperlukan untuk menge-

tahui kemurnian atau kualitas grafit .

Khususnya di-bidang reaktor nuklir, grafit digunakan sebagai moderator, maka unsur-unsur lain terutama yang mudah menyerap neutron harus se - sedikit mungkin, karena persyaratan sebagai moderator adalah tampang pe - nyerapan neutron rendah dan tampang hamburan neutron tinggi .

Dalam percobaan ini, unsur-unsur yang diamati adalah boron dan silikon, yang mana boron adalah penyerap neutron dan silikon adalah impuritas, sedangkan kadmium tidak diamati, karena dalam grafit ga - ris spektranya tidak kelihatan .

Berdasarkan hasil-hasil percobaan, konsentrasi boron dan silikon dalam grafit sesuai dengan percobaan pendahuluan, dimana untuk boron adalah 3 s/d 10 ppm dan silikon adalah 10 s/d 30 ppm untuk grafit yang diencerkan 1000 kali (tabel 1) .

Setelah dihitung secara kuantitatif, berdasarkan intensitas garis-garis spektra boron (tabel 2) dan kurva stand ar boron (gambar 1), maka konsentrasi boron yang panjang gelombangnya 2497,73 A adalah $7,06 \pm 0,48$ ppm, sedang yang panjang gelombangnya 2496,6 A adalah $7,04 \pm 0,42$ ppm, jadi secara keseluruhan konsentrasi boron dalam grafit adalah $7,05 \pm 0,638$ ppm, atau koefisien variasinya 9 % .

Berdasarkan intensitas garis-garis spektra silikon (tabel 3) dan kurva stand ar Si (gambar 2), maka diperoleh Si yang panjang gelombangnya 2881,578 A adalah $15,25 \pm 1,48$ ppm, untuk Si yang panjang gelombangnya 2516,123 A adalah $15,26 \pm 0,79$ ppm dan untuk Si yang pangang gelom - bangnya 2528,5 A adalah $15,8 \pm 1,06$ ppm, hasil percobaan ini untuk gra - fit yang diencerkan 1000 kali .

Setelah dihitung secara keseluruhan, konsentrasi silikon dalam grafit yang diencerkan 1000 kali adalah $15,43 \pm 1,98$ ppm .

Jadi untuk grafit yang tanpa pengenceran mengandung silikon $1,54 \pm 0,2$ %, atau koefisien variasinya 12,8 % .

IV KESIMPULAN

1. Metoda spektrografi emisi merupakan metoda analisa yang lebih praktis karena untuk analisa padatan tidak perlu melarutkan dan tidak banyak memerlukan reagen kimia .
2. Dengan metoda spektrografi emisi, diperoleh grafit mengandung boron $7,05 \pm 0,64$ ppm dan silikon $1,54 \pm 0,2$ % .
3. Metoda ini dapat diterapkan untuk analisa rutin .

Acuan

1. Cyrus Feldman and Janus Y. Ellenburg, " Spectrochemical Determination of Boron in Carbon and Graphite " , Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tenn, November 1955 .
2. Fresenius Z, Anal Chem. 308, 452 - 455 (1981) .
3. J.A. Goleb, J.P. Faris and B.H. Meng, " The Spectrochemical Determination of Trace Impurities in Graphite " , Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois, Vol 16, No 1, 1962 .
4. Mohammad Ridwan, Prayoto, Marsongkohadi, Jasif Ilyas, Roestan Roekmantoro, Haryoto Djojosebroto, " Pengantar Ilmu Pengetahuan Dan Tehnologi Nuklir " , Badan Tenaga Atom Nasional, Jakarta, 1978 .
5. M. Pinta, " Detection And Determination of Trace Elements " , Ann Arbor Science . Publishers, Inc, P.O.Box 1425 . Ann Arbor, Mick 48106, Dunod Paris, 1962 .

Tabel 1

Intensitas B dan Si pada panjang gelombang yang berbeda .

Konsent. B, Si dalam standar (ppm)	Si		B	
	$\lambda = 2881,578$	$\lambda = 2516,12$	$\lambda = 2497,73$	$\lambda = 2496,6$
0	-	-	-	-
1	82,5	92,0	-	-
1	80,5	89,1	-	-
3	62,3	66,8	80,0	90,1
3	70,3	73,1	82,0	93,0
10	42,6	45,3	54,4	66,1
10	49,1	54,1	52,1	62,9
30	30,4	40,0	37,3	40,8
30	35,8	38,1	34,2	34,8
100	22,4	30,0	22,1	26,1
100	19,7	25,5	18,0	20,7
300	13,7	14,1	6,4	8,2
300	15,8	15,2	6,0	8,9
A	-	-	64,5	70,8
A	-	-	63,8	69,8
B	40,7	43,0	-	-
B	41,8	45,0	-	-

A = Konsentrasi B atau Si dalam cuplikan grafit tanpa pengenceran .

B = Konsentrasi B atau Si dalam cuplikan grafit dengan pengenceran 1.000 kali .

Pengenceran cuplikan dilakukan dengan grafit spektrografi .

Tabel 2 : Konsentrasi B dalam cuplikan grafit berdasarkan hasil pengamatan intensitas pada panjang gelombang yang berbeda .

Exitasi ke	$\lambda = 2497,73$	Konsentrasi (ppm)	$\lambda = 2496,6$	Konsentrasi (ppm)
1	60,5	7,3	70,5	6,9
2	64,5	6,3	68,5	7,3
3	59,0	7,8	72,1	6,5
4	60,4	7,4	70,4	6,9
5	60,8	7,2	70,1	7,0
6	63,1	6,6	71,6	6,6
7	61,6	7,0	67,3	7,8
8	62,0	6,9	69,0	7,3

Tabel 3 : Konsentrasi Si dalam cuplikan grafit berdasarkan hasil pengamatan intensitas pada panjang gelombang yang berbeda .

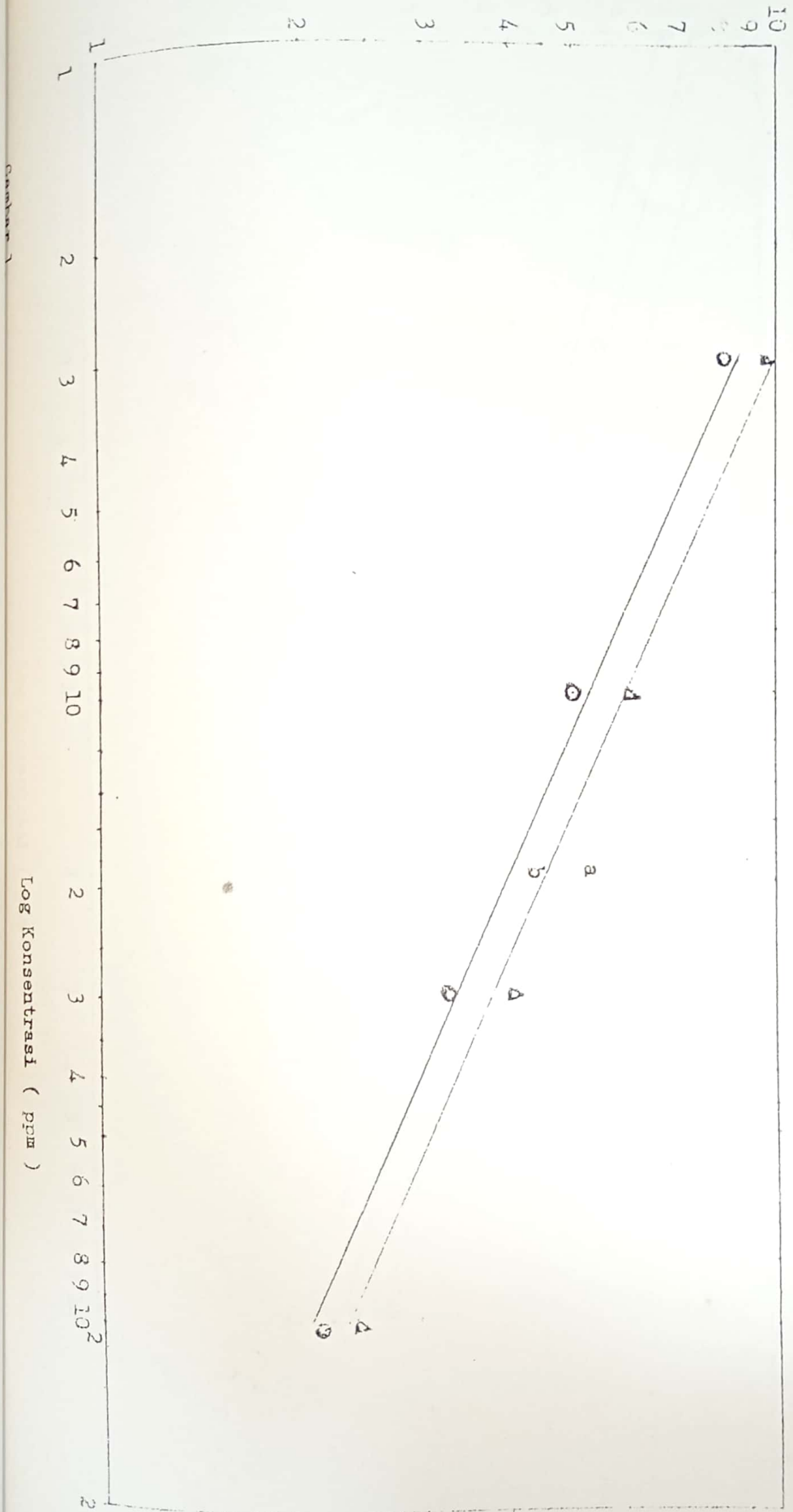
Exitasi ke	A	Konst. (ppm)	B	Konst. (ppm)	C	Konst. (ppm)
1	40,3	13,0	45,1	14,0	34,2	16,5
2	39,5	14,5	43,9	15,7	35,1	15,0
3	38,0	16,5	44,3	15,5	35,5	14,5
4	40,1	13,5	43,1	16,2	34,0	17,0
5	37,7	16,5	45,0	14,5	35,8	15,5
6	39,2	15,0	43,5	16,0	34,6	16,0
7	38,1	16,5	44,2	15,0	35,1	15,0
8	37,9	16,7	43,5	16,0	33,7	17,5

A : $\lambda = 2881,578 \text{ \AA}$

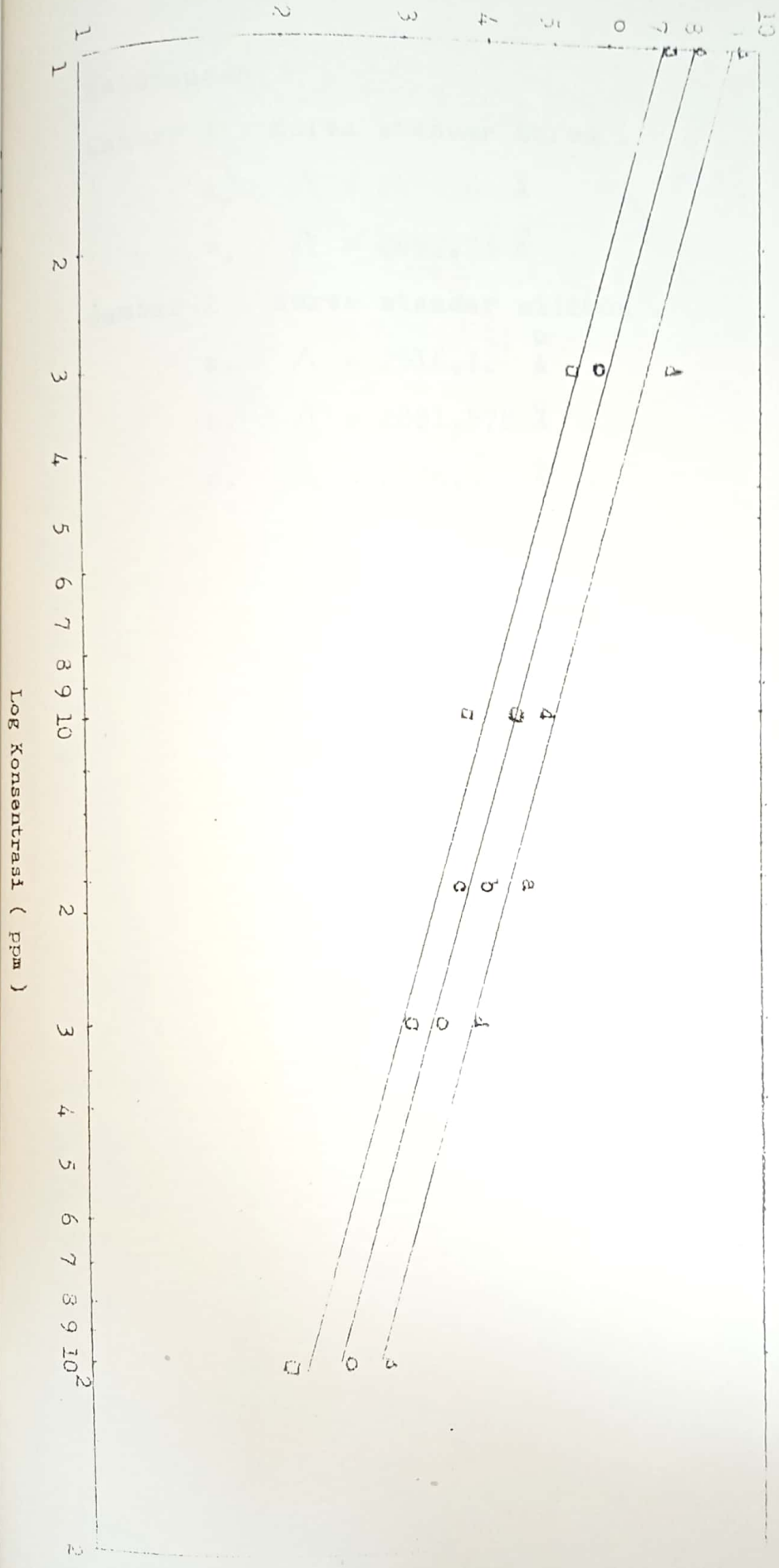
B : $\lambda = 2516,123 \text{ \AA}$

C : $\lambda = 2528,5 \text{ \AA}$

Log Intensitas



C14-10



Keterangan

Gambar 1 : Kurva standar boron .

a. $\lambda = 2496,6 \text{ \AA}$.

b. $\lambda = 2497,73 \text{ \AA}$.

Gambar 2 : Kurva standar silikon .

a. $\lambda = 2516,12 \text{ \AA}$.

b. $\lambda = 2881,578 \text{ \AA}$.

c. $\lambda = 2528,5 \text{ \AA}$.