

UJI FUNGSI *COMBINED Pt-RING ELECTRODE* *METROHM 6.0451.100*

Ngatijo, Pranjono

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

ABSTRAK

UJI FUNGSI *COMBINED Pt-RING ELECTRODE METROHM 6.0451.100*. Dalam rangka memenuhi ketersediaan suku cadang alat Titroprosesor telah diadakan elektroda platina baru tipe *Combined Pt-ring electrode* sebagai cadangan/pengganti apabila elektroda yang lama rusak. Tujuan uji fungsi elektroda pada alat Titroprosesor untuk mengetahui unjuk kerja elektroda, terutama kestabilan dalam memberikan respon pengukuran saat digunakan untuk analisis. Pengujian dilakukan dengan cara elektroda digunakan untuk analisis standar Uranium kadar 5 g/l dan 1 g/l dengan 7 kali pengulangan. Pengolahan data dilakukan dengan menghitung nilai *Chi Square*. Dari hasil analisis dan perhitungan data, diperoleh nilai *Chi Square* untuk kadar 5 g/l sebesar 0,004816 dan kadar 1 g/l sebesar 0,1622. Nilai X^2 Tabel dilihat dengan asumsi pada tingkat kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan $N - 1$. Dari Tabel *Chi Square* diperoleh nilai X^2 sebesar 12,592. Didasarkan atas perbandingan nilai X^2 hitung dengan nilai X^2 Tabel, nilai X^2 hitung jauh lebih kecil dari X^2 Tabel sehingga hasil uji dapat diterima yang menunjukkan bahwa elektroda memberikan respon pengukuran yang stabil berarti elektroda berfungsi baik.

Kata kunci : *chi-square, combined Pt-ring electrode*, uji fungsi

PENDAHULUAN

Instalasi Elemen Bakar Eksperimental (IEBE) merupakan salah satu fasilitas nuklir di Kawasan Nuklir Serpong. Instalasi ini dirancang untuk melakukan kegiatan penelitian bahan bakar reaktor daya. Fasilitas ini dilengkapi dengan fasilitas pemurnian dan konversi Uranium, fabrikasi elemen bakar dan kendali kualitas. Salah satu kegiatan pada laboratorium kendali kualitas adalah pengujian kandungan Uranium untuk mendukung kegiatan penelitian tersebut. Salah satu alat yang digunakan untuk pengujian kandungan Uranium adalah *Titroprosesor Metrohm 672*. Sampai saat ini alat *Titroprosesor Metrohm 672* telah digunakan untuk berbagai keperluan pengujian dan mempunyai unjuk kerja yang baik. Dalam penggunaan untuk pengujian kadar Uranium dipakai alat *Titroprosesor* dengan elektroda Platina. Mengingat elektroda Platina yang ada saat ini hanya satu buah sehingga apabila rusak maka tidak ada penggantinya hal ini bisa berakibat kegiatan pengujian akan terganggu.

Dalam rangka menjamin kesiapan alat untuk dioperasikan sehingga kegiatan pengujian berjalan lancar, maka perlu dilakukan perawatan alat. Keberhasilan perawatan alat ini akan bergantung pada ketersediaan suku cadang. Salah satu suku cadang alat *Titroprosesor* adalah elektroda Platina yang digunakan pada pengujian Uranium. Elektroda platina berfungsi sebagai elektroda indikator. Untuk memenuhi

ketersediaan suku cadang alat *Titroprosesor*, telah diadakan elektroda Platina baru tipe *combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100* sebagai cadangan/pengganti apabila elektroda Platina yang lama rusak.

Uji fungsi suatu peralatan/komponen baru sangat diperlukan untuk mengetahui unjuk kerja peralatan tersebut, demikian juga halnya dengan *combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100* baru. Uji fungsi sangat diperlukan untuk mengetahui sejauh mana kemampuan elektroda ini, maka perlu dilakukan uji kestabilan. Uji kestabilan menggunakan metoda *Chi-Square Test* dengan cara melakukan pengukuran larutan standar Uranium dengan konsentrasi tertentu. Kestabilan pengukuran dipengaruhi beberapa faktor antara lain kondisi alat *Titroprosesor*, pengotor larutan analit dan kondisi elektroda platina. Kondisi alat pada saat ini berunjuk kerja baik dan larutan analit digunakan bahan-bahan yang telah sesuai dengan yang dipersyaratkan sehingga kestabilan pengukuran pada uji fungsi ini hanya dipengaruhi oleh kondisi elektroda Platina yang diuji dalam hal ini adalah *combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100*. Dengan mengetahui kestabilan pengukuran maka unjuk kerja dari *combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100* dapat diketahui. Dalam uji kestabilan ini dilakukan dengan pendekatan statistik^[1], dimana hasil pengukuran dikumpulkan dalam bentuk Tabel data hasil analisis. Sedangkan pengolahan data dilakukan dengan menghitung nilai *Chi Square*. Hasil perhitungan data dibandingkan dengan hasil yang ada dalam Tabel. Jika hasil hitung *Chi Square* (X^2) lebih kecil dari hasil Tabel maka uji kestabilan dapat diterima, sedangkan jika lebih besar maka ditolak. Jika diterima, berarti elektroda memberikan respon pengukuran yang stabil sehingga unjuk kerja elektroda baik. Pada uji kestabilan ini X^2 Tabel diambil tingkat kepercayaan 95%, adapun langkah-langkah perhitungan *Chi Square Test* mengacu pada rumus matematis sebagai berikut :

$$X^2 = \sum \frac{(X_o - X_h)^2}{X_h} \dots\dots\dots (1)$$

dengan,

X^2 = Chi Square

X_o =Nilai Observasi

X_h = Nilai Harapan

Dengan dilakukannya uji fungsi *combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100* diharapkan elektroda bisa berfungsi dengan baik yang ditunjukkan oleh unjuk kerja dari pada elektroda tersebut.

TEORI

Analisis secara Potensiometri

Alat *Titroprosesor* merupakan alat analisis kuantitatif dengan prinsip kerja menggunakan metoda potensiometri. Potensiometri adalah salah satu metode analisis titrimetri, dimana titik akhir ditemukan dengan menentukan volume yang menyebabkan perubahan relatif besar dalam potensial apabila titran ditambahkan^[2]. Dalam pengukuran potensial larutan sel, diperlukan suatu elektroda yang potensialnya tetap sehingga potensial tersebut tergantung pada aktivitas dari ion yang akan ditentukan. Hubungan antara potensial elektroda dengan aktivitas dinyatakan dengan persamaan *Nerst* yaitu :

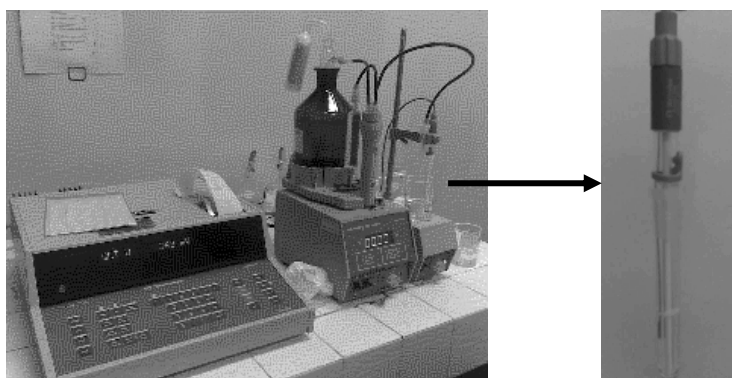
$$E = E^{\circ} + (2,303 RT/ZF) \log a \dots\dots\dots (2)$$

dengan,

- E = Potensial Sel, V
- E° = Potensial Elektroda Standar, V
- R = Konstanta gas, J/mol.K
- T = Temperatur absolut, K
- A = Aktivitas ion
- Z = Elektron valensi
- F = Konstanta Faraday, C/mol

Penentuan kadar Uranium secara potensiometri didasarkan atas reaksi reduksi-oksidasasi (redoks). Mula-mula Uranium valensi (VI) direduksi menjadi Uranium valensi (IV) oleh zat pereduksi fero sulfat di dalam larutan asam fosfat pekat yang mengandung asam sulfamat. Kelebihan besi (II) sulfat dioksidasi oleh asam nitrat dengan Mo (VI) sebagai katalisator. Setelah larutan diencerkan dengan air dan ditambahkan Vanadium (IV), penentuan keseluruhan U (IV) dititrasi dengan standar Kalium dikromat secara potensiometri menggunakan elektroda indikator Platina.

Combined Pt-ring electrode merupakan elektroda Platina yang dapat digunakan sebagai elektroda indikator pada titrasi redoks, mempunyai spesifikasi yang dapat dilihat pada lampiran 1.



Gambar-1 : Alat *Titroprocessor* dan *Combined Pt-ring*

METODOLOGI

Bahan dan Alat :

- a) Bahan yang digunakan adalah $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ (sebagai standar), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, H_2SO_4 96%, HNO_3 65%, H_3PO_4 85%, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, NH_2HSO_3 , $\text{VOSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Pembuatan Larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$:

Serbuk Kalium dikromat ditimbang dengan teliti sebanyak 1,225 g, kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala 1000 ml dan tuangkan air suling sampai tanda batas.

Pembuatan larutan Ferrosulfat 280 g/l :

Ferrosulfat sebanyak 28 g dimasukkan dalam labu takar 100 ml, ditambah 10 ml asam sulfat pekat dan ditambahkan air suling sampai tanda batas.

Pembuatan larutan Ammonium Molibdat 0,4 % :

Ammonium molibdat sebanyak 0,4 g dimasukkan dalam labu takar 100 ml, ditambah 50 ml asam nitrat pekat dan ditambah air suling sampai tanda batas.

Pembuatan larutan Asam sulfamat 150 g/l :

Asam sulfamat sebanyak 15 g dimasukkan dalam labu takar 100 ml, dan ditambah air suling sampai tanda batas.

Pembuatan Vanadil sulfat 12,5 g/l :

Vanadil sulfat sebanyak 1,25 g dimasukkan dalam labu takar 100 ml, ditambah 5 ml asam sulfat pekat dan air suling sampai tanda batas.

Pembuatan Larutan standar Uranium 5 g/l :

Serbuk $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ ditimbang dengan teliti sebanyak 1,055 g larutkan dalam 100 ml air suling.

Pembuatan Larutan standar Uranium 1 g/l :

Larutan standar Uranium 5 g/l sebanyak 20 ml diencerkan dalam 100 ml air suling.

- b) Alat yang digunakan adalah *Titroprosesor Metrohm 672, combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100*, peralatan gelas, pipet micro

Cara kerja ^[3] :

1. Preparasi sampel
2. Menghidupkan dan mengatur alat Potensiometer
 - a. *Combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0451.100* dirangkai ke alat *Titroprosesor*.
 - b. Alat *Titroprosesor* dihubungkan dengan sumber listrik.
 - c. Diposisikan masing-masing tombol *power* pada posisi *on*.
 - d. Dilakukan pengesetan pada alat *Titroprosesor* dengan cara memilih metoda yang akan dipergunakan, lalu *enter*.
 - ✓ *Set/(Pre-); Set Endpoint Titration* (titrasi untuk beberapa titik akhir, baik pada pH maupun U/mV).
 - ✓ *GET; General Equivalence Point Titration* (metode umum titrasi untuk pengukuran pH atau U/mV)
 - ✓ *KFT; Karl Fischer Titration* (titrasi untuk penetapan kandungan air dengan menggunakan elektrode polarisasi).
 - e. Ditekan tombol *Prep Step* untuk preparasi contoh, kemudian *enter*.
 - f. Dipilih tombol *Def Records* untuk mencetak hasil yang dikehendaki dengan mencantumkan beberapa nomor dari :
 - ✓ Report parameter
 - ✓ Report hasil data EP
 - ✓ Titik-titik pengukuran (untuk metode GET).
 - ✓ Formula dan formula constant.
 - ✓ Kurva titrasi (untuk metoda GET).
 - ✓ Report hasil tanpa daftar EP, kemudian *enter*.
 - g. Dimasukkan *formula* yang akan digunakan dengan menekan tombol *2nd* serta *Fmla*, lalu *enter*.
 - h. Disertakan pula jumlah volume (ml) pemipetan contoh dengan cara menekan tombol *Sample size*, selanjutnya *enter*.
 - i. Ditekan tombol parameter, untuk memperhitungkan jumlah aliran *reagent* rata-rata ml per menit, kemudian *enter*.

- j. Dipilih tombol *Fmla Const* untuk mengisi data CO 1 maupun CO 2, selanjutnya *enter*.

Preparasi Sampel :

1. Larutan standar sebanyak 1 ml Uranium 5 g/l dengan menggunakan pipet mikro dimasukkan ke dalam gelas piala.
2. Ditambahkan 0,5 ml asam sulfamat dan 4 ml asam posphat pekat sampai larutan berubah warna menjadi putih susu.
3. Kemudian ditambahkan 0,5 ml larutan ferrosulfat dan 1 ml ammonium molibdat diaduk selama 1 menit sampai larutan coklat hilang atau menjadi jernih.
4. Terakhir ditambahkan 1 ml larutan vanadil sulfat 1,25% dan air suling sampai volume 50 ml.
5. Perlakuan yang sama untuk standar Uranium 1 g/l.

Analisis Sampel :

1. Elektroda dicelupkan ke dalam larutan beserta pengaduk teflon pada gelas piala tersebut.
2. Diatur kecepatan putaran *stirer* sesuai kebutuhan.
3. Jika semuanya dalam kondisi siap ukur, tekan tombol *GO* pada alat *Titroprosesor* dan biarkan titrasi dengan larutan Kalium dikromat 0,025 N berlangsung hingga terlihat perubahan data pengukuran yang cukup cepat.
4. Biarkan sampai titrasi berhenti dengan sendirinya, maka data-data akan langsung tercetak secara otomatis pada kertas *printer*.
5. Data diolah dengan menggunakan persamaan (1).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil analisis standar Uranium 5 g/l dan 1 g/l dengan pengulangan 7 kali, hasil pengukuran disajikan seperti pada Tabel-1 dan Tabel-2 :

Tabel-1. Hasil analisis standar Uranium 5 g/l

k	Nilai harapan, X_h (g/l)	Hasil Observasi, X_o (g/l)	$X^2 = (X_o - X_h)^2 / X_h$
1	5,000	5,047	0,0004418
2	5,000	5,114	0,0025992
3	5,000	4,971	0,0001682
4	5,000	4,948	0,0005408

k	Nilai harapan, X_h (g/l)	Hasil Observasi, X_o (g/l)	$X^2 = (X_o - X_h)^2 / X_h$
5	5,000	5,069	0,0009522
6	5,000	4,980	0,0000800
7	5,000	5,013	0,0000338
			$\Sigma X^2 = 0,0048$

Tabel-2. Hasil analisis standar Uranium 1 g/l

k	Nilai harapan, X_h (g/l)	Hasil Observasi, X_o (g/l)	$X^2 = (X_o - X_h)^2 / X_h$
1	1,000	1,120	0,0144
2	1,000	1,116	0,0134
3	1,000	1,110	0,0121
4	1,000	1,162	0,0262
5	1,000	1,165	0,0272
6	1,000	1,213	0,0453
7	1,000	1,153	0,0234
			$\Sigma X^2 = 0,1622$

Berdasarkan data yang tertera pada Tabel-1 dan Tabel-2, dilakukan pengolahan data dengan menggunakan rumus *Chi Square* seperti yang tertulis dalam persamaan (1). Diperoleh hasil perhitungan X^2 untuk standar Uranium 5 g/l sebesar 0,0048 dan untuk standar Uranium 1 g/l sebesar 0,1622.

Nilai Tabel dicari dengan menggunakan Tabel *Chi Square* dengan derajat kebebasan $N-1 = 7 - 1 = 6$, sedangkan taraf signifikannya adalah $100\% - 95\% = 5\%$. Dari Tabel Nilai *Chi Square* (lihat Lampiran 2), untuk $dk = 6$ dengan taraf signifikansi 5% diperoleh nilai X^2 sebesar 12,592. Nilai X^2 hitung untuk standar uranium 5 g/l ($=0,0048$) dan untuk standar Uranium 1 g/l ($=0,1622$) lebih rendah dibandingkan nilai X^2 Tabel ($=12,592$). Hal ini menunjukkan bahwa suku cadang *Combined Pt-ring electrode* berfungsi baik.

KESIMPULAN

Dari hasil analisis standar Uranium 5 g/l dan 1 g/l, dengan pengolahan data menggunakan rumus *Chi Square*. Nilai X^2 hitung untuk standar Uranium 5 g/l ($=0,0048$) dan untuk standar Uranium 1 g/l ($=0,1622$) lebih rendah dibandingkan nilai X^2 Tabel ($=12,592$), sehingga elektroda baru tipe *Combined Pt-ring electrode Metrohm 6.0452.100* berfungsi baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. SUGIYONO, Statistika untuk Penelitian, Alfabeta, Bandung, tahun 2003.
2. NURYATINI, Diktat Dasar-dasar Analisis Titrimetri (Volumetri), hal. 3–6, P3KT – LIPI, Serpong, tahun 1999,
3. ANONIM, Instruksi Kerja Penentuan Unsur Uranium menggunakan alat Titroprosesor, LUB – PTBN, Serpong, tahun 2006.

Lampiran 1. Spesifikasi *Combined Pt Ring Electrode*

<i>Shaft material</i>	<i>Glass</i>
<i>Measuring range (mV)</i>	<i>-2000 ... 2000</i>
<i>Temperature range, long-term (°C)</i>	<i>-5 ... 80</i>
<i>Temperature range, short-term (°C)</i>	<i>-5 ... 80</i>
<i>Diaphragm</i>	<i>Ceramic pin</i>
<i>Shaft diameter top (mm)</i>	<i>12</i>
<i>Shaft diameter bottom (mm)</i>	<i>12</i>
<i>Shaft length to head (mm)</i>	<i>125</i>
<i>Min. immersion depth (mm)</i>	<i>15</i>
<i>Electrode plug-in head</i>	<i>Metrohm plug-in head G</i>
<i>Internal reference electrode type</i>	<i>LL sytem</i>
<i>Resistance (kOhm)</i>	<i>3</i>
<i>Indicator electrode type</i>	<i>Pt</i>
<i>Indicator electrode shape</i>	<i>Ring</i>
<i>Reference electrolyte type</i>	<i>c(KCl) = 3 mol/L</i>
<i>SGJ sleeve</i>	<i>flexible SGJ sleeve</i>
<i>Plug for filling opening</i>	<i>Orifice</i>

Lampiran 2. TABEL NILAI CHI SQUARE ^[1]

dk	Tarf Signifikansi					
	50%	30%	20%	10%	5%	1%
1	0,455	1,074	1,642	2,706	3,481	6,635
2	0,139	2,408	3,219	3,605	5,591	9,210
3	2,366	3,665	4,642	6,251	7,815	11,341
4	3,357	4,878	5,989	7,779	9,488	13,277
5	4,351	6,064	7,289	9,236	11,070	15,086
6	5,348	7,231	8,558	10,645	12,592	16,812
7	6,346	8,383	9,803	12,017	14,017	18,475
8	7,344	9,524	11,030	13,362	15,507	20,090
9	8,343	10,656	12,242	14,684	16,919	21,666
10	9,342	11,781	13,442	15,987	18,307	23,209
11	10,341	12,899	14,631	17,275	19,675	24,725
12	11,340	14,011	15,812	18,549	21,026	26,217
13	12,340	15,190	16,985	19,812	22,368	27,688
14	13,332	16,222	18,151	21,064	23,685	29,141
15	14,339	17,322	19,311	22,307	24,996	30,578
16	15,338	18,418	20,465	23,542	26,296	32,000
17	16,337	19,511	21,615	24,785	27,587	33,409
18	17,338	20,601	22,760	26,028	28,869	34,805
19	18,338	21,689	23,900	27,271	30,144	36,191
20	19,337	22,775	25,038	28,514	31,410	37,566
21	20,337	23,858	26,171	29,615	32,671	38,932
22	21,337	24,939	27,301	30,813	33,924	40,289
23	22,337	26,018	28,429	32,007	35,172	41,638
24	23,337	27,096	29,553	33,194	35,415	42,980
25	24,337	28,172	30,675	34,382	37,652	44,314
26	25,336	29,246	31,795	35,563	38,885	45,642
27	26,336	30,319	32,912	36,741	40,113	46,963
28	27,336	31,391	34,027	37,916	41,337	48,278
29	28,336	32,461	35,139	39,087	42,557	49,588
30	29,336	33,530	36,250	40,256	43,775	50,892