

ANALISIS URANIUM SECARA SPETROMETRI-ALFA

Yusuf Nampira

Pusat Elemen Bakar Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

ANALISIS URANIUM SECARA SPETROMETRI- α . Telah dipelajari analisis uranium dengan menggunakan spektrometer- α . Cuplikan disiapkan dengan menggunakan metode elektrolisis dalam medium NH_4Cl jenuh, dan elektroda yang digunakan adalah kawat platina sebagai anoda dan plat kuningan yang dilapisi dengan nikel sebagai katoda. Elektrolisis berlangsung selama 40 menit pada 2 ampere dan 4 volt, sehingga uranium melekat pada katoda. Analisis cuplikan menggunakan detektor semikonduktor *Surface Barrier*. Hasil yang diperoleh dari pengukuran ini adalah sebagai berikut :

1. Angka banding ^{235}U terhadap ^{238}U dalam uranium alam $7,2748 \cdot 10^{-3}\%$ ^{235}U dalam SRM U-993:9,9552.
2. Analisis kuantitatif uranium dengan menggunakan metode ini mempunyai ketelitian 98%.

ABSTRACT

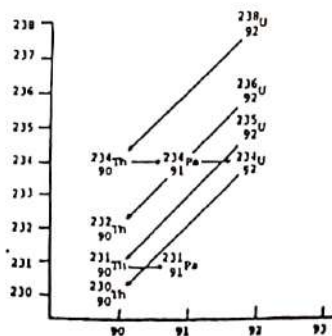
THE URANIUM ANALYSIS BY USING α -SPECTROMETRY. The study of uranium analysis was done using α -spectrometer. The samples were prepared by electrolysis methods. The electrolysis was done in concentrated NH_4Cl medium, the electrodes were nickel plated brass as cathode and platinum wire as anode, the electrolysis was accomplished for 40 minutes at 2 amperes and 4 volts until uranium was deposited on anode plate. The Surface Barrier semiconductor detectors was used in this analysis. The result of this measurement was :

1. The ratio for ^{235}U to ^{238}U in natural uranium : $7.2748 \times 10^{-3}\%$ ^{235}U in SRM U0993 : 99.9552.
2. The quantitative analysis of uranium has accuracy 98%.

PENDAHULUAN

Uranium merupakan salah satu bahan dapat belah yang digunakan sebagai bahan bakar nuklir. Sifat peluruhan dari semua isotop uranium merupakan pemancar α dan ada sebagian isotopnya juga memancarkan radiasi γ , sehingga analisis terhadap uranium didasarkan pada pendeteksian radiasi yang dipancarkannya, dan hal ini dapat dilakukan dengan menggunakan metode spektrometri α dan spektrometri γ .

Pada gambar 1. Dapat dilihat skema peluruhan radioaktif dari uranium.



Gambar 1. Peluruhan Radioaktif dari Uranium

Radiasi partikel α mempunyai tenaga yang besar tetapi daya tembusnya rendah (partikel α dengan tenaga 4 MeV menghasilkan 130.000 pasangan ion dalam udara sebelum ia dihentikan, hal ini ekuivalen dengan jarak 0,05 mm dalam aluminium), sehingga untuk penentuan uranium dalam larutan cuplikan dengan spektrometer- α agar memberikan pengukuran yang peka, diperlukan cuplikan yang homogen dan merupakan lapisan tunggal. Hal ini diperlukan untuk mengurangi serapan diri dari cuplikan tersebut. Salah satu metode pembentukan lapisan tunggal tersebut digunakan metode elektrodeposisi.

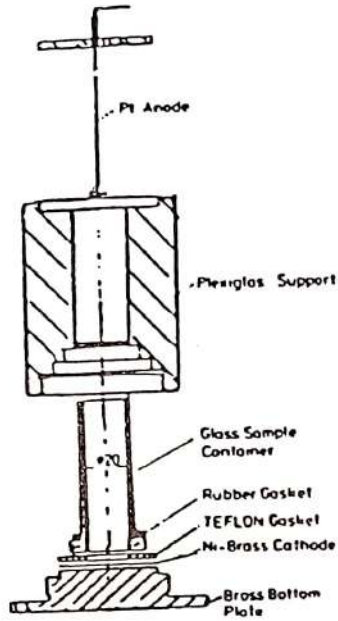
CARAKERJA

Bahan dan Peralatan

- a. NH_4Cl jenuh
- b. NH_4OH pekat
- c. Larutan 1 gr/ml SRM U-993
- d. Larutan 2 gr/ml uranium alam
- e. Aseton
- f. Plat kuningan yang dilapisi nikel.
- g. Tabung sel elektrolisis
- h. Penganalisa saluran ganda dengan detektor semikonduktor sawar muka (*Surface barrier*).

Penyiapan Cuplikan

a. Sel elektrolisis disusun seperti yang terlihat pada gambar 2.



Gambar 2. Selelektrolisis

Pada dasar tabung sel ditutup dengan plat kuningan yang dilapisi dengan nikel, plat ini sebagai katoda dan kawat platina ditempatkan pada tutup sel sebagai anoda.

b. 10 ml NH_4Cl jenuh ditempatkan dalam tabung sel dan ditambahkan beberapa μl larutan cuplikan.

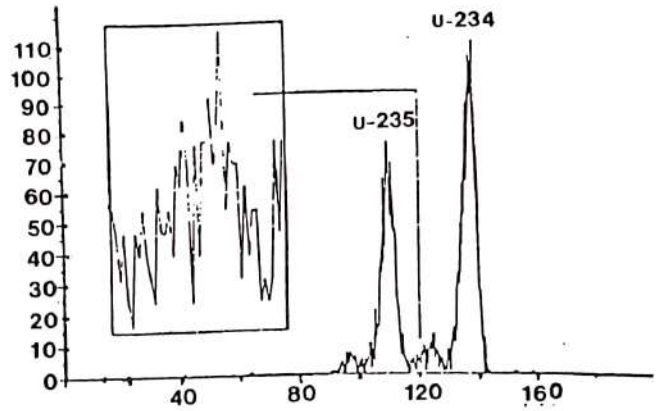
c. Elektrolisa dilakukan secara sinambung selama 40 menit dengan kuat arus 2 Amper dan beda potensial 4 Volt. Lima menit sebelum arus elektrolisa dihentikan, NH_4OH pekat dihembuskan dalam tabung sel.

d. Setelah arus listrik dihentikan, plat kuningan yang mengandung cuplikan dilepas dari tabung selnya kemudian dicuci dengan air suling dan aseton.

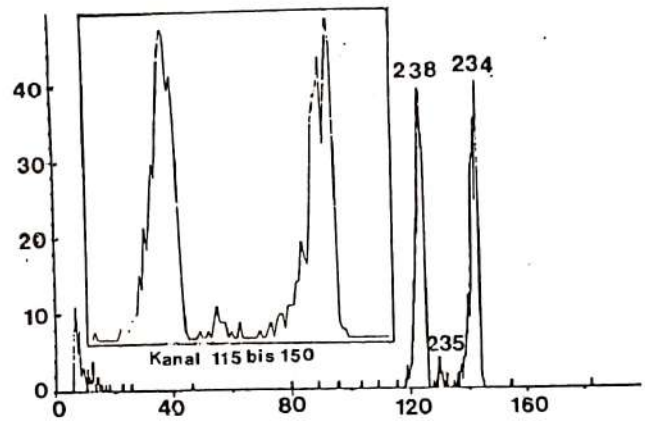
e. Setelah dikeringkan cuplikan diukur dengan menggunakan detektor *surface barrier*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Spektra yang diperoleh dari pengukuran cuplikan menunjukkan energi radiasi yang dipancarkan, dan ini digunakan untuk analisis kualitatif. Sedang luas puncak pada energi tertentu, menggambarkan aktivitas radiasi dari nuklida pada energi tersebut. Dari spektra uranium yang diperoleh yang menunjukkan pancaran dari cuplikan adalah gambar 3a dan gambar 3b.



Gambar 3 a. Spektra dari SRM U-993



Gambar 3 b. Spektra dari Uranium alam

1. Dari spektra SRM U-993 menunjukkan puncak pada :

Tenaga puncak	Nuklida	Tenaga puncak dari tabel isotop
4772 keV	U^{234}	4773 keV
4402 keV	U^{235}	3496 keV

2. Spektra uranium alam menunjukkan puncak pada :

Tenaga puncak	Nuklida	Tenaga puncak dari tabel isotop
4772 keV	U^{234}	4773 keV
4402 keV	U^{235}	3496 keV
4205 keV	U^{238}	4195 keV

Analisis Kuantitatif:

Untuk analisis kuantitatif kandungan nuklida didasarkan pada pengukuran luas puncak spektra. Dan agar hasil pengukuran mampu menunjukkan kandungan nuklida yang sebenarnya, maka diperlukan pengukuran efisiensi geometris luas cuplikan terhadap luas detektor dan efisiensi pengendapan cuplikan. Efisiensi tersebut ditentukan dengan membandingkan pengukuran terhadap standar yang telah diketahui kandungannya.

Penyiapan standar dilakukan seperti pada penyiapan cuplikan. Untuk perhitungan efisiensi ini digunakan rumus di bawah ini :

$$E = \frac{cps_i}{A \times Y_i} \quad (1)$$

A : aktivitas dari standar; Y_i : prosentase aktivitas pada energi yang diukur; cps_i : cacah per detik (pada energi yang diukur)

Hasil perhitungan kandungan uranium dalam cuplikan berdasar rumus di atas dapat dilihat pada tabel 1. Dan pada gambar 4 terlihat bahwa hubungan antara aktivitas terukur dengan berat uranium dalam cuplikan 150 µg yang didapatkan pada luas 3 cm² menunjukkan hubungan yang linier, artinya bahwa sampai berat cuplikan tersebut serapan diri belum mempengaruhi pengukurannya.

Analisis kelimpahan isotopik:

Dengan pengendapan uranium pada plat katoda, semua atom atau molekul yang ada dalam cuplikan akan terdistribusi secara homogen, sehingga nuklida yang ada pada plat akan mempunyai efisiensi geometris yang sama dan nuklida yang seunsur akan terendapkan dengan efisiensi pengendapan yang sama pula. Untuk penentuan kelimpahan isotopik dari suatu unsur dapat dilakukan dengan berdasar pada luas puncak dari nuklida yang bersangkutan. Untuk perhitungan komposisi isotopik uranium dapat digunakan persamaan sbb:

$$\% \text{ } ^{235}\text{U} = \frac{^{235}\text{U}}{(^{234}\text{U} + ^{235}\text{U} + \dots + ^{238}\text{U})} \times 100\% \quad (2)$$

$$U^x = \frac{cps}{(E \times Y_i \times A_j \times BA)} \quad (3)$$

A_j : aktivitas jenis nuklida (tabel 2); E : Efisiensi pengendapan dan geometris pengukuran; Y_i : % aktivitas pada energi yang diukur; cps_i : cacah per detik (pada energi terukur); BA : berat nuklida.

Tabel 2. Aktivitas jenis isotop uranium.

No. Massa	Aktiv. Jenis (Beq/g)
232	7,92
233	3,50
234	2,29
235	7,93
236	2,43
238	1,23

Dari tabel 1 dan tabel 2 serta penghitungan dengan menggunakan persamaan 2 dan 3 diperoleh hasil kelimpahan isotopik uranium seperti yang terlihat dalam tabel 3.

Tabel 3. Hasil perhitungan kelimpahan isotop cuplikan uranium

Cuplikan	Kelimpahan isotop (%)			Keterangan
	²³⁴ U	²³⁵ U	²³⁸ U	
U-alam	0,0045 0,0055	0,7222 0,72	99,274 99,28	Pengukuran tabel nuklida
SRM U-993	0,0448 0,0442	99,9552 99,8195	- 0,0789	Pengukuran sertifikat

Penentuan komposisi isotopik atau perbandingan nuklida yang ada dalam cuplikan secara spektrometri α, dipengaruhi oleh kandungan nuklida dalam cuplikan serta aktivitas jenis nuklida yang diukur. Dan untuk uranium sangat dipengaruhi oleh perbedaan aktivitas jenis dari masing-masing nuklida seperti: U²³⁴ : U²³⁵ : U²³⁸ = 1,86 E4 : 6,44 : 1.

Dalam penentuan ini perbedaan hasil pengukuran terhadap sertifikat cuplikan (tabel 3) menunjukkan bahwa untuk uranium-234 dalam uranium alam perbedaannya cukup jauh, sedangkan dalam SRM- 993 (dengan ketelitian 1,3 %) tidak begitu berbeda. Hal ini disebabkan oleh perbedaan waktu pengukuran, di mana untuk uranium alam = 3000 detik sedangkan untuk SRM U-993 hanya 600 detik. Disamping juga karena perbedaan yang jauh dari aktivitas jenis dari ²³⁴U terhadap nuklida uranium lainnya.

Pada penentuan cuplikan SRM U-993 puncak ²³⁸U tidak muncul, hal ini disebabkan nuklida tersebut jumlahnya sangat kecil dalam cuplikan dan aktivitas jenisnya lebih kecil dibandingkan dengan nuklida lainnya.

KESIMPULAN

Dari percobaan di atas dapat disimpulkan, bahwa analisis kuantitatif uranium secara spektrometri α, yang pengukurannya relatif terhadap standar, memberikan ketelitian yang cukup tinggi yaitu 98 %.

DAFTAR PUSTAKA

1. WENZEL, U, and HERZ, D., Journal of Radiochemistry, vol.21, 473-482 (1974).
2. JOSEPH, J.K., et al., The Chemistry of the Actinide Element, vol.2, Second Edition, Chapman & Hall Ltd., 1986.
3. BENEDICT, M., et al., Nuclear Chemical Engineering, Mc.Graw-Hill Book Company, 217- 221 (1981).
4. MOBIUS, S., Kernforschungszentrum Karlsruhe, KfK 2320 (1985).
5. SEELMANN, W., et al., Karlsruher Nuklid Karte
6. FILSS, P., KfA-Juelich, konsultasi pribadi

DISKUSI

M. Faruq:

1. Dalam analisis kuantitatif, apakah tampil juga kualitatifnya ?
2. Apakah Spektrometri α bisa untuk mengukur ^{235}U ?
3. Dalam preparasi cuplikan dengan elektroplating dilakukan secara kuantitatif, apakah ada kemungkinan kehilangan cuplikan (preparation lost) ?
4. Dalam preparasi cuplikan dengan elektroplating dilakukan secara kuantitatif, apakah ada kemungkinan kehilangan cuplikan (preparation lost) ?

Yusuf Nampira :

1. Ya.
2. Bisa juga dilakukan, tetapi hanya untuk ^{235}U dan ^{238}U . Sedang untuk ^{234}U hanya peluruhannya dihitung dengan angka perbandingan ^{235}U dan ^{238}U
3. Dalam preparasi cuplikan dengan elektroplating, tentu ada kemungkinan kehilangan cuplikan, karena dalam elektrolisa tersebut berlaku kesetimbangan kandungan pada permukaan terhadap konsentrasi dalam larutan.
4. Pengukuran dengan spektrometri α mungkin dilakukan.

Didin S.:

Bagaimana hasil analisis kandungan U dengan spektrometri α bila dibandingkan dengan menggunakan metode spektrometri γ (Keuntungan dan kekurangannya serta ketelitiannya).

Yusuf Nampira:

Keuntungan dengan spektrometer α adalah bahwa semua isotop uranium dapat dideteksi, dan dengan sebuah standar yang dibuat dapat dipakai terus dan tidak harus sama kelimpahannya (asal kelimpahan tersebut diketahui). Sedangkan keuntungan dengan spektrometer γ adalah bahwa pengukuran dapat dilakukan secara langsung, asal geometri cuplikan dan standar sama dan komposisi isotopik standar dan cuplikan juga harus sama.