

METODE BAKU PEMISAHAN CESIUM DARI LARUTAN PELAT ELEMEN BAKAR U-7%Mo/Al

Dian A., Noviarty, Yanlinastuti, Sutri I, Iis Haryati, Sayyidatun Nisa
Pusat Teknologi Bahan Bakar nuklir - BATAN

ABSTRAK

Kegiatan pemisahan cesium dari larutan pelat elemen bakar (PEB) U-7Mo/Al telah dilakukan dengan menggunakan metode pengendapan dan penukar kation. Tujuan penelitian adalah mendapatkan metode baku pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al melalui penentuan parameter unjuk kerja metode yaitu akurasi/rekoveri dan presisi. Metode pengendapan dan metode penukar kation masing-masing dilakukan dengan mengacu pada metode standar ASTM 690-000 dan hasil penelitian U3Si2/Al. Penentuan parameter unjuk kerja metode pengendapan dilakukan dengan menggunakan larutan standar Cs-137 sebanyak 50 µL dalam 2 mL HClO₄ 1N. Larutan selanjutnya dikenakan proses pengendapan dengan menggunakan HClO₄ pekat dan penambahan senyawa *carrier* CsNO₃ pada suhu 0°C selama 1 jam. Proses penukar kation dilakukan dengan menggunakan resin zeolit lampung sebanyak 400 mg. Proses penukar kation dilakukan secara *batch* dengan pengocokan selama 1 jam. Hasil proses pengendapan dan penukar kation berupa endapan CsClO₄, padatan Zeolit-cesium serta supernatan. Analisis isotop Cs-137 pada setiap hasil pengendapan dilakukan dengan spektrometer gamma. Hasil analisis berupa nilai cacahan isotop Cs-137 per detik. Perhitungan rekoveri metode dilakukan dengan perbandingan nilai cacahan isotop Cs-137 sebelum dan sesudah proses pemisahan. Nilai rekoveri diperoleh sebesar 95,56% dan 26,73% masing-masing untuk pemisahan dengan metode pengendapan dan penukar kation. Hal ini menunjukkan bahwa metode pengendapan lebih baik dari pada metode penukar kation dalam pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al. Presisi metode pengendapan diperoleh sebesar 0,037%.

PENDAHULUAN

Program pengalihan bahan bakar pengkayaan tinggi ke bahan bakar pengkayaan rendah (RERTR) telah dicanangkan sejak tahun 1978 dengan tujuan mengurangi/menghindari penggunaan uranium untuk keperluan persenjataan oleh orang-orang yang tidak bertanggung jawab. Dampak pengalihan penggunaan bahan bakar dengan uranium pengkayaan rendah menyebabkan jumlah U-235 (pada desain/dimensi bahan bakar tetap) akan turun^[1]. Dalam upaya mempertahankan unjuk kerja reaktor seperti penggunaan bahan bakar uranium pengkayaan tinggi maka alternatif yang memungkinkan dan ekonomis adalah penggunaan material baru yang memiliki densitas tinggi. Beberapa jenis bahan bakar yang telah digunakan adalah bahan bakar uranium paduan Mo^[2].

Penelitian teknologi fabrikasi bahan bakar densitas tinggi UMo/Al di PTBBN sudah berlangsung sejak tahun 2000 dan saat ini telah mampu membuat pelat PEB U-7Mo/Al. Untuk menjamin mutu PEB sesuai dengan spesifikasi yang dipersyaratkan dalam bahan bakar reaktor riset maka diperlukan beberapa uji karakteristik baik uji pra iradiasi maupun uji pasca iradiasi. Uji pra iradiasi seperti komposisi kimia, uji termal, mikrostruktur telah

dilakukan oleh peneliti sebelumnya^[3,4,5] dan menunjukkan kesesuaian data dengan spesifikasi bahan bakar reaktor riset. Uji pasca iradiasi dilakukan untuk mengetahui unjuk kerja bahan bakar selama diiradiasi di dalam reaktor. Berkaitan dengan hal tersebut maka perlu dipersiapkan metode baku uji pasca iradiasi sehingga data uji yang dihasilkan adalah data uji yang benar, akurat dan tertelusur. Untuk itu pada kegiatan ini akan dilakukan simulasi uji pasca iradiasi terhadap PEB U-7Mo/Al dengan metode uji merusak khususnya metode radiokimia untuk pemisahan dan analisis isotop Cs-137. Isotop Cs-137 merupakan isotop hasil fisi U-235 dengan neutron termal dan nilai kandungan isotop Cs-137 dalam bahan bakar pasca iradiasi merupakan salah satu parameter dalam perhitungan *burn up*. *Burn up* merupakan salah satu unjuk kerja bahan bakar yang diperlukan dalam melakukan evaluasi bahan bakar dalam upaya perbaikan dan peningkatan desain bahan bakar dari segi keselamatan dan kelayakan ekonomi.

Penentuan Cs-137 dalam bahan bakar uranium pasca iradiasi dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya yaitu metode pengendapan dan penukar kation. Kedua metode ini telah diterapkan dalam pemisahan cesium dari larutan PEB U₃Si₂/Al sebagai metode baku dengan mengacu pada metode standar ASTM dan penelitian sebelumnya. Oleh karena itu, pada kegiatan ini akan dicoba penggunaan ke dua metode tersebut dalam pemisahan cesium dari PEB U-7Mo/Al. Pengaruh unsur pepadu Mo dalam paduan uranium PEB U-7Mo/Al dalam proses pengendapan dan pertukaran kation diamati melalui nilai rekovery proses. Pustaka^[5] menyatakan bahwa perklorat akan bersifat reduktan pada logam transisi dalam larutan (*aqueous solution*) dan reaksi yang terjadi adalah reaksi redoks. Hal ini berarti kemungkinan Mo tidak terikut dalam proses pengendapan. Pada proses pertukaran kation adanya unsur Mo diduga akan mempengaruhi proses adsorpsi cesium dengan zeolit. Hal ini berdasarkan penelitian sebelumnya^[5] yang menyatakan bahwa Mo dalam larutan dengan kondisi asam akan berada sebagai ion Mo⁶⁺ dan kation Mo tersebut dapat teradsorpsi ke dalam zeolit. Hasil kegiatan diharapkan dapat digunakan untuk mengetahui metode pemisahan yang memenuhi persyaratan analisis isotop Cs-137 dalam larutan PEB U-7Mo/Al dan selanjutnya dijadikan sebagai metode baku.

TATA KERJA

Bahan uji yang digunakan adalah potongan PEB U-7Mo/al dengan berat 0,388 g. Potongan PEB dilarutkan menggunakan HCl 6N dan HNO₃ 6N dengan tahapan seperti yang tercantum dalam SOP Pelarutan PEB U-7Mo/Al.

Larutan standar yang digunakan adalah larutan standar sekunder isotop Cs-137 dengan aktivitas 3,37 Bq. Penentuan rekovery metode pengendapan dilakukan dengan

menggunakan larutan standar sekunder sebanyak 50 uL dalam 2 mL HCl 0,1N. Sebelum dikenakan proses pengendapan larutan sekunder dianalisis isotop Cs-137 dengan menggunakan spektrometer gamma. Pada larutan tersebut kemudian ditambahkan CsNO₃ sebanyak 225 mg, selanjutnya ditempatkan dalam penangas es pada suhu <0°C. Pada kondisi tersebut kemudian ditambahkan larutan HClO₄ pekat sebanyak 4mL dan proses pengendapan dibiarkan selama 1jam. Pemisahan endapan yang terbentuk CsClO₄ dari fasa air (supernatan) dilakukan dengan memipet larutan dan dimasukkan ke dalam vial. Isotop Cs-137 dalam endapan CsClO₄ dan supernatan dianalisis dengan menggunakan spektrometer gamma.

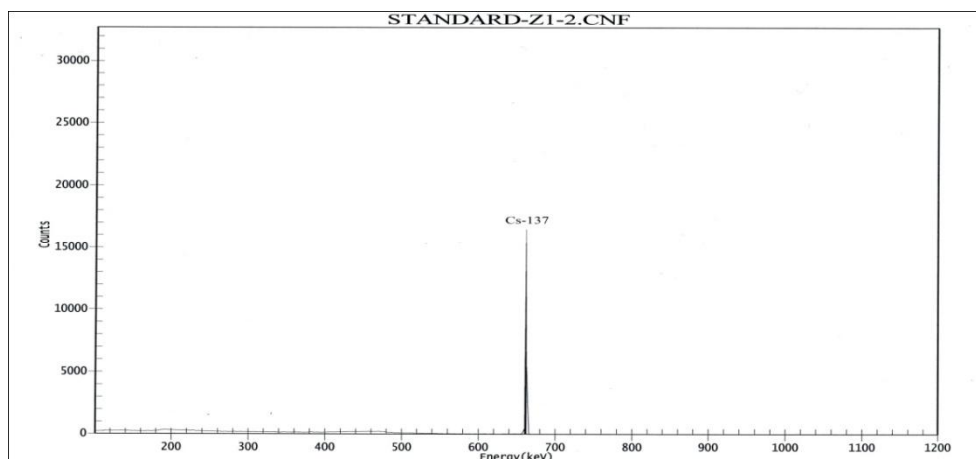
Pemisahan cesium dengan metode penukar kation dilakukan dengan menggunakan resin zeolit lampung. Larutan PEB U-7Mo/Al sebanyak 150 uL ditambah larutan standar sekunder 50 uL dalam 2 mL HCl 0,1N dan zeolit lampung 400 mg. Kemudian di kocok selama 1 jam dan didiamkan selama 24 jam untuk menyempurnakan pemisahan zeolit-Cs dengan supernatan. Padatan zeolit-Cs dan supernatan kemudian dianalisis Cs-137 dengan spektrometer gamma.

Untuk mendapatkan hasil uji Cs-137 dengan akurat maka terlebih dahulu dilakukan penentuan unjuk kerja alat spektrometer menggunakan larutan standar SRM Cs-137. Pengukuran dilakukan dengan 5 kali pengulangan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

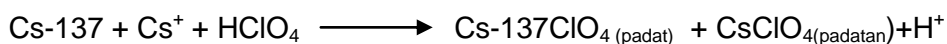
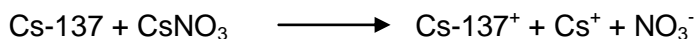
Kalibrasi alat uji merupakan salah satu persyaratan yang harus dipenuhi dalam pembuatan metode baku. Kalibrasi spektrometer gamma dilakukan dengan menggunakan standar titik Co-60 dengan aktivitas 1,894 kBq (tanggal: 20 Januari 2011). Pengukuran unjuk kerja alat (akurasi dan presisi) dilakukan dengan menggunakan larutan standar Cs-137 CRM dengan aktivitas 9,52 kBq 9 tanggal: 2 November 2015). Pengukuran dilakukan dengan 5 kali pengulangan. Hasil kalibrasi mendapatkan nilai resolusi sebesar 1,86% dan nilai unjuk kerja alat yaitu akurasi dan presisi masing- masing sebesar 1,875% dan 0,375%.

Hasil analisis kualitatif isotop Cs-137 dalam larutan sekunder ditunjukkan dengan adanya puncak spektrum pada energi 661,8 keV seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum Isotop Cs-137

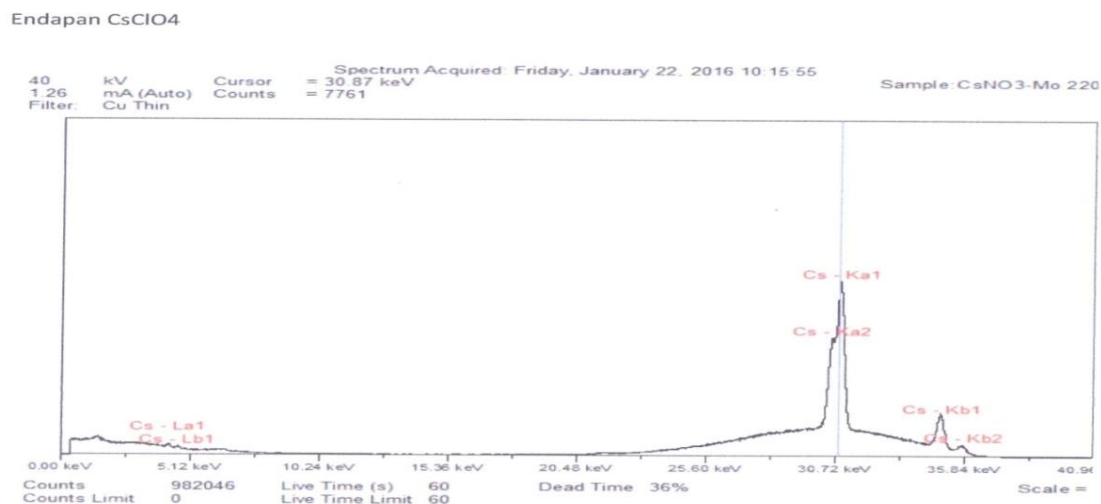
Rekoveri pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al menggunakan metode pengendapan diperoleh dari perbandingan nilai cacah hasil pengukuran isotop Cs-137 sebelum dan sesudah proses pengendapan, seperti yang tercantum pada Tabel 1. Proses pengendapan cesium dengan asam perklorat mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut^[6]:



Tabel 1. Rekoveri pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al

Pengulangan	Cacah per detik		Perbandingan Cs-137 dalam standar dan supernatan	Rekoveri pengendapan (%)
	Sebelum proses	Sesudah proses		
1	5,6352	0,2315	4,41 %	95,59
2	5,5103	0,2339	4,46 %	95,54
Rerata				95,565

Nilai rekoveri pengendapan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al hampir sama dengan nilai rekoveri cesium dari larutan PEB U₃Si₂/Al dan sesuai ASTM E-320 yang menyatakan bahwa rekoveri pengendapan lebih besar dari 60%^[7]. Data ini menunjukkan bahwa unsur Mo dalam sampel tidak mempengaruhi proses pengendapan cesium klorat, CsClO₄. Hal ini juga di dukung dari hasil analisis endapan CsClO₄ dengan spektrometer XRF seperti yang terlihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum cesium dalam endapan CsClO₄

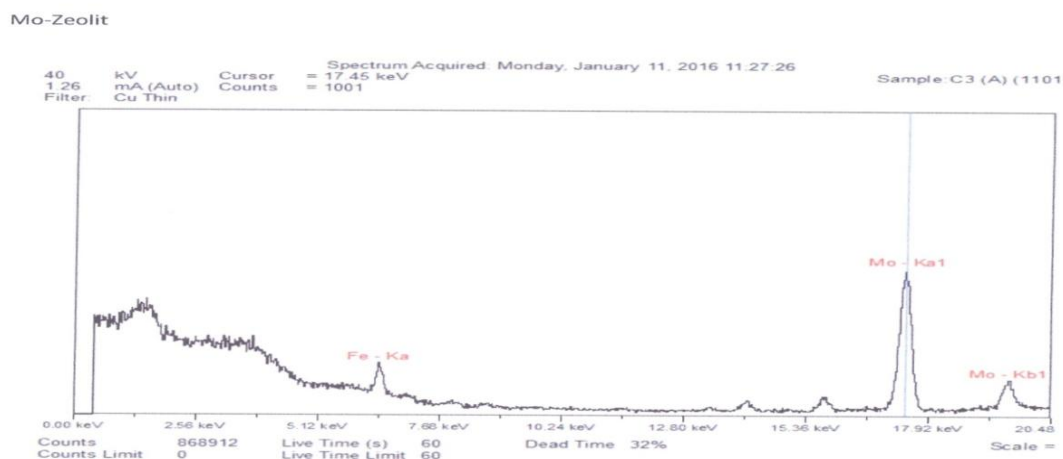
Gambar 2 menunjukkan bahwa spektrum hanya muncul pada energi sinar X karakteristik Cs yaitu pada 30,381 keV. Pada energi sinar X karakteristik Mo pada 17,441 keV (K alpha) dan 19,065 keV tidak nampak puncak spektrum. Hal ini menunjukkan bahwa Mo tidak ikut mengendap dalam CsClO₄.

Metode pemisahan cesium dengan menggunakan metode pertukaran kation dengan resin zeolit Lampung mendapatkan rekoverti seperti yang tercantum pada Tabel 2.

Tabel 2. Data rekoverti pemisahan cesium dengan metode pertukaran kation

Pengulangan	Cacah per detik (Cps)			Rekoverti (%)
	Sebelum proses	Setelah proses		
		Zeolit-Cesium	Supernatan	
1	5,6352	1,6252	3,8413	26,73
2	5,5103	1,6099	3,8479	26,33
Rerata				26,73

Tabel 2 menunjukkan bahwa rekoverti pemisahan cesium dengan menggunakan metode pertukaran kation dengan resin zeolit Lampung sangat rendah. Hal ini dikarenakan adanya Mo yang ikut teradsorpsi dalam zeolit selama proses pertukaran kation, seperti yang terlihat pada spektrum hasil analisis Zs-cs menggunakan XRF.



Gambar 3. Spektrum hasil analisis zeolit- Cesium dengan spektrometer XRF

Gambar 3 menunjukkan bahwa puncak spektrum terlihat pada energi sinar X karakteristik cesium dan molibdenum masing- masing sebesar 30,17 keV dan 17, 441 keV. Hal ini menunjukkan bahwa Mo dalam larutan berada sebagai kation Mo^{4+} sehingga dapat ikut teradsorpsi dengan zeolit^[5]. Rekoveri pemisahan cesium dengan metode penukar kation sangat rendah (26,73%) sehingga tidak dapat digunakan sebagai metode pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al.

KESIMPULAN

Pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al menggunakan metode pengendapan tidak dipengaruhi oleh adanya unsur Mo sehingga prosedur pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al dapat mengacu pada metode baku pemisahan cesium dari larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$. Rekoveri dan presisi metode pengendapan diperoleh masing-masing sebesar 95,565% dan 0,037%. Pengaruh Mo pada pemisahan cesium dari larutan PEB U-7Mo/Al dengan metode penukar kation cukup signifikan seperti yang ditunjukkan dari nilai perolehan rekoveri sebesar 26,73%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada seluruh staf BUR yang telah membantu pelaksanaan ini sehingga dapat terlaksana dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Supardjo, H. Suwarno dan A. Kadarjono,(2000), Karakterisasi Paduan U-7Mo/Al dan U-&%Mo-X%Si(X=1,2-3%) Hasil Proses Peleburan Dalam Tungku Busur Listrik,URANIA,vol 15 no.4
2. Supardjo, (2011), Pengembangan Paduan Uranium Berbasis UMo Sebagai Kandidat Bahan Bakar Nuklir Reaktor Riset Menggantikan Bahan Bakar Reaktor Riset Dispersi U_3Si_2/Al , Prosiding Seminar Nasional Pengembangan Energi Nuklir IV.
3. Supardjo, Boybul,Agoeng Kadarjono,Aslina Br Ginting,(2011), Pembuatan Pelat Elemen Bakar Mini UMo-Al Dengan Densitas Uranium 6 dan 7 gU/cm^3 , Jurnal Teknologi Bahan Nuklir,Vol 7 No.2, hal 107-122
4. Aslina Br Ginting, Suparjo, Agoeng Kadarjono, Dian Anggraini,(2011), Pengaruh Kandungan Molibdenum Terhadap Perubahan Fasa Dan Kapasitas Panas Ingot Paduan UMo, Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir, URANIA,Juni, Vol 17 No.2, hal 76-86
5. Syouhel Nishihoma and Kozunuhanu,(2002), *Ion Exchange Adsorption of Molybdenum with Zeolitic Adsorbent*, Journal Enfirom Engineering Management, 19(16)
6. Dian anggraini,(2012), Pemisahan Radionuklida ^{137}Cs dari Larutan PEB U_3Si_2/Al Pasca IRadiasi Dengan Metode Pengendapan, Presentasi Ilmiah Peneliti madya,PTBBN-BATAN
7. American Standard Test Method,(2000), *Standard Test Method For cesium -137 in Nuclear Fuel Solution by Radiochemical Analysis*, ASTM E-692-2000