

PEMISAHAN DAN ANALISIS ISOTOP URANIUM DI DALAM PEB U_3Si_2/Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ PASCA IRADIASI DENGAN *BURN UP* 20, 40, 60%

(Sub : PEMISAHAN DAN ANALISIS ISOTOP URANIUM DI DALAM PEB U_3Si_2/Al TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$ PASCA IRADIASI)

Arif Nugroho, Yanlinastuti, Sutri Indaryati, Iis Haryati
Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

ABSTRAK

Penentuan *burnup* bahan bakar merupakan salah satu kegiatan penting dalam mempelajari unjuk kerja bahan bakar di dalam reaktor. Penghitungan nilai *burn up* didasarkan pada analisis jumlah hasil belah, uranium sisa dan nuklida hasil biak atau unsur-unsur berat seperti plutonium dan uranium (uranium yang terbakar) di dalam bahan bakar nuklir. Studi ini bertujuan untuk melakukan pemisahan dan analisis pelat Elemen Bakar (PEB) U_3Si_2/Al pasca iradiasi yang mengandung sisa uranium dan bahan lain, seperti hasil belah dan hasil biak serta bahan kelongsong elemen bakar nuklir yang perlu diketahui kandungannya. Untuk menentukan kandungan uranium di dalam bahan bakar pasca iradiasi, analisis dilakukan menggunakan metode spektrometri- α . Agar analisis tersebut memberikan hasil yang akurat, maka uranium tersebut perlu dipisahkan dari unsur lain yang dapat menyerap radiasi- α dan akan berpengaruh kepada pengukuran radioaktivitasnya. Uranium dalam larutan asam kuat HCl membentuk kompleks anion, sedangkan bahan yang tercampur lainnya bersifat kation. Uranium dapat dipisahkan menggunakan kolom penukar anion dengan menggunakan resin dowex $1 \times 8 \text{ Cl}^-$, dan larutan HCl digunakan sebagai eluen. Uranium yang terikat dalam kolom diambil dengan cara mengelusi kolom menggunakan HCl 0,1M. Efektifitas pemisahan uranium didasarkan pada berat resin dan volume serta konsentrasi HCl dalam efluen. Hasil analisis diperoleh kandungan radionuklida ^{235}U yang di dalam sampel 1 g PEB U_3Si_2/Al densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi adalah sebesar 0,0277 g.

Kata kunci : analisis radionuklida ^{235}U , metode penukar anion, spektrometer- α .

PENDAHULUAN

Bahan bakar nuklir dengan neutron akan mengalami reaksi pembelahan berantai. Pelat Elemen Bakar (PEB) U_3Si_2/Al yang mengandung ^{235}U dengan pengkayaan 19,75% akan mengalami reaksi pembelahan dan menghasilkan energi, sedangkan ^{238}U akan mengalami pembiakan. Untuk mengetahui energi total yang dihasilkan dari reaksi pembelahan bahan nuklir serta laju pembelahan bahan bakar nuklir, maka perlu dilakukan analisis penentuan derajat bakar (*burn up*). *Burn up* dapat dinyatakan sebagai persentasi atau fraksi atom fisi ^{235}U , atau dalam satuan energi (MWD= *megawatt day*) yang dihasilkan dari proses fisi. Oleh sebab itu penentuan *burnup* bahan bakar merupakan salah satu kegiatan penting dalam mempelajari unjuk kerja bahan bakar di dalam reaktor. Penghitungan nilai *burn up* didasarkan pada analisis jumlah hasil belah, uranium sisa dan nuklida hasil biak atau unsur-unsur berat seperti plutonium dan uranium (uranium yang terbakar) di dalam bahan bakar nuklir^[1,2].

Reaksi inti uranium dengan neutron akan menyebabkan perubahan komposisi isotop uranium dalam bahan bakar. Diperolehnya radionuklida hasil belah yang mempunyai waktu paro panjang (memancarkan radiasi- γ) dan radionuklida stabil serta radionuklida hasil biak ^{238}U yang meluruh menjadi ^{239}Pu dengan memancarkan radiasi- α . Data-data radionuklida tersebut akan dipakai dalam penentuan *burn up*. Perhitungan *burn up* antara lain berdasarkan kepada analisis :

- Komposisi isotop uranium atau analisis nuklida hasil belah yang stabil, yang dapat dianalisis dengan metode spektrometri massa.
- Kandungan nuklida hasil belah pemancar- γ atau α , dianalisis menggunakan metode spektrometri- γ atau spektrometri- α .

Analisis dengan metode spektrometri massa mempersyaratkan bahwa dalam sampel yang dianalisis tidak ada unsur lain dengan massa yang sama dari nuklida yang dianalisis, karena memberikan kontribusi pada tingginya puncak spektrum. Sedangkan pada metode spektrometri- α unsur-unsur lain yang dapat menyerap radiasi pemancar- α dapat dianalisis. Keadaan ini menyebabkan radioaktifitas yang terukur tidak sesuai dengan radioaktifitas dari radionuklida yang dianalisis. Guna mengurangi gangguan yang menyebabkan ketidaksesuaian hasil analisis yang disebabkan oleh keadaan sampel maka diperlukan proses penyiapan sampel melalui pemisahan dari pengganggunya.

Dalam larutan HNO_3 atau HCl konsentrasi tinggi, uranium (VI) dan plutonium (IV) membentuk senyawa kompleks anion, yang mempunyai sifat kimia yang berbeda. Sebagian besar ion yang ada di dalam larutan elemen bakar bersifat kation (IV). Perbedaan tersebut akan memudahkan pemisahan uranium dari ion lainnya, dengan menggunakan metode penukar anion. Pemisahan uranium dengan metode kolom penukar anion menyebabkan kompleks uranium akan terserap pada fase padat yang bersifat kation, sedangkan ion lain akan lolos sebagai fase cair (rafinat). Adapun cara untuk memperoleh kondisi pemisahan uranium yang tepat, sehingga diperoleh uranium yang siap analisis, perlu dilakukan penelitian tentang efektifitas pemisahan dan pengambilan uranium dari larutan uranil nitrat. Ada beberapa parameter dalam proses penukar anion yang berpengaruh terhadap hasil pemisahan diantaranya : konsentrasi eluen (dalam hal ini konsentrasi HCl), rasio lebar dan panjang kolom pemisah, berat resin dan jenis eluen.

Pemungutan uranium yang terkandung di dalam uranil nitrat dimasukkan ke dalam resin dowex 1x8 Cl^- pada kolom penukar anion. Uranium akan terikat di dalam resin dan isotop lainnya akan keluar dari kolom penukar anion sebagai rafinat. Radionuklida ^{235}U yang terikat resin di dalam kolom kemudian dielusikan sehingga diperoleh rafinat uranium.

Selanjutnya refinat uranium tersebut dikenakan proses elektrodeposisi untuk dapat dianalisis dengan spektrometer- α .

Analisis uranium menggunakan metoda elektrodeposisi didasarkan kepada proses penguraian suatu larutan elektrolit yang dialirkan arus melalui dua buah elektrode yang terpolarisasi, sehingga terjadi proses pengendapan pelapisan logam secara elektrokimia. Cara pengendapan ini memerlukan arus listrik searah. Bila listrik mengalir antara dua elektrode (anoda dan katoda) di dalam larutan konduktor/larutan elektrolit, maka akan terjadi reaksi kimia pada permukaan elektrode tersebut. Pada fenomena ini kation bergerak menuju katoda dan anion menuju anoda. Basis utama kinetika elektrodeposisi adalah hukum Faraday, yaitu total perubahan kimia (jumlah logam yang terdeposisi berupa endapan uranium pada elektrodeposisi) sebanding dengan besar arus yang lewat.

Dalam proses elektrodeposisi, cuplikan yang dianalisis dibuat dalam bentuk lapisan tipis dan rata pada permukaan planset. Apabila cuplikan tidak cukup tipis dan rata, maka zarah- α pada lapisan bagian bawah (dalam) akan mengalami penurunan tenaga yang berbeda-beda menurut tebal bahan/lapisan yang dilaluinya. Fenomena ini disebut efek serapan diri (*self absorption*), sehingga zarah-zarah α yang semula mempunyai tenaga sama akan terdeteksi oleh detektor menjadi tidak sama, akibatnya signal pulsa yang sampai ke penganalisa salur ganda (*multiple channel analyser*) tingginya menjadi tidak sama pula. Hal ini nampak pada pelebaran spektrum zarah- α . Dalam berbagai referensi disebutkan bahwa preparasi sampel untuk spektrometry alpha diperlukan cuplikan cuplikan yang tipis^[3,4,5] dan rata untuk meminimalkan *self absorption* dan dapat diperoleh resolusi spektrum baik^[5].

Selanjutnya endapan yang terbentuk pada permukaan planset diukur menggunakan spektrometer- α . Spektrometer- α digunakan untuk menentukan radionuklida pemancar zarah- α dengan jenis detektor semikonduktor sawar muka silikon (*surface barrier detector*) yang mempunyai resolusi tinggi. Zarah- α merupakan suatu zarah yang terdiri atas dua proton dan neutron, sehingga zarah- α tersebut mempunyai massa yang relatif besar akibatnya sangat mudah berinteraksi dengan materi secara efektif. Oleh sebab itu analisis radiasi ini dilakukan dalam ruang vakum dan mempunyai energi yang tinggi dalam orde MeV. Sifat zarah- α yang demikian ini menimbulkan permasalahan tersendiri dalam penyediaan cuplikan untuk pencacahan. Analisis radionuklida pemancar- α didasarkan pada analisis spektrum yang dihasilkan dari pencacahan radiasi- α sampel. Radiasi yang dipancarkan oleh sampel bersifat diskrit pada energi tertentu. Penetapan energi pada spektrometer- α dilakukan dengan menentukan kesetaraan nomer salur terhadap energi dengan mengukur standar AMR-43, hal ini digunakan untuk analisis secara kualitatif. Pencacahannya tidak dipengaruhi oleh peristiwa radiasi lain sehingga

efisiensi detektor sawar muka silikon dianggap sama untuk berbagai macam tenaga zarah alfa. Untuk mengetahui jumlah isotop uranium digunakan bahan standar yang sudah diketahui jumlahnya sesuai dengan sertifikat.

Pada penelitian ini sampel PEB U_3Si_2/Al tingkat muat uranium (TMU) $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi dengan *burn up* 20, 40, 60% belum tersedia di Instalasi Radiometalurgi PTBBN (masih berada di Reaktor Gas Siwabessy), sehingga sampel yang digunakan adalah U_3Si_2/Al dengan tingkat muat uranium $2,96 \text{ gU/cm}^3$. Pada dasarnya metode yang digunakan untuk analisis sampel PEB U_3Si_2/Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi dengan *burn up* 20, 40, 60% dan PEB U_3Si_2/Al TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$ adalah sama. Perbedaan sampel terletak pada kandungan isotop U yang menyebabkan jumlah kandungan isotop hasil fisi (contoh: Cs) dan *heavy element* (contoh: U, Pu) yang dihasilkan akan berbeda. Sedangkan jenis matriks dalam *meat* dan kelongsong PEB yang digunakan sama, sehingga preparasi awal seperti pemotongan, pelarutan PEB serta proses pemisahan penukar anion juga akan sama. Sebagai contoh dalam referensi lain^[6] sudah melakukan uji tak merusak (*non destructive test*, NDT) pada U_3Si_2/Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi dengan *burn up* 20, 40%. Pada metode NDT tersebut dapat digunakan untuk PEB U_3Si_2/Al TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$. Oleh karena itu tujuan penelitian adalah melakukan pemisahan dan analisis isotop uranium di dalam PEB U_3Si_2/Al TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$.

METODOLOGI

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan uranil nitrat dari PEB U_3Si_2/Al densitas uranium $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi yang sudah dipisahkan isotop Cs-nya, larutan standar campuran AMR 43 (^{239}Pu , ^{241}Am , ^{244}Cm), larutan standar U_3O_8 20% ^{235}U (^{238}U , ^{235}U , ^{234}U , ^{236}U) bersertifikat, resin dowex 1x8 Cl⁻ 100-200 mesh, HCl, $(NH_4)_2SO_4$, NH_4OH , *aquadest*.

Peralatan yang digunakan adalah kolom penukar anion, spektrometer- α EG & G ORTEC, seperangkat alat elektrodeposisi (ED), planset *stainless steel*, pemanas listrik, timbangan analitik, gelas beker, pipet ependorff.

Adapun cara kerja yang dilakukan dibagi menjadi 3 tahapan, yaitu :

1. Pemisahan isotop uranium ^[7]

Pemisahan isotop U dan Pu di dalam larutan PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi dilakukan menggunakan metode penukar anion dengan penambahan resin DOWEX 1x8.

Sampel supernatan dihasilkan dari 2 potongan bagian atas PEB U_3Si_2/Al dengan volume $3 \times 3 \times 1,37 \text{ mm}^3$ (dengan kode T1 dan T2) yang telah dilarutkan dalam pelarut HCl dan HNO_3 sebanyak 25 mL, kemudian diambil 1 mL dan dilarutkan dalam 10 mL HNO_3 . Larutan yang sudah diencerkan tersebut diambil 150 μL

kemudian ditambah 2 mL HCl 0,1 M dan 700 mg zeolit Lampung, selanjutnya diaduk dan dipisahkan antara endapan yang mengandung Cs serta larutan supernatan yang mengandung *heavy element* (seperti U dan Pu). Supernatan yang telah terpisah dari isotop Cs digunakan sebagai sampel pemisahan uranium.

Supernatan sebanyak 100 μL dipanaskan sampai kering, kemudian dilarutkan menggunakan HNO_3 8M, dan dipanaskan sampai kering, kemudian dilarutkan dengan 8 mL HNO_3 3M dan ditambah 1 tetes FeSO_4 0,1M, sambil diaduk dan ditambah 3 mL HNO_3 16M, sehingga konsentrasi HNO_3 dalam larutan menjadi 8M. Larutan umpan dilewatkan dengan laju alir 0,5 mL per menit ke dalam kolom penukar anion dengan diameter kolom 0,9 mm yang telah berisi resin DOWEX 1x8 seberat 1,2 g^[8] dan telah terkondisikan dengan ion NO_3^- . Isotop Pu terikat oleh resin dan isotop U dan pengotor lainnya keluar sebagai efluent yang ditampung di dalam gelas beker (larutan tersebut digunakan untuk analisis isotop U). Isotop Pu yang terikat dengan resin kemudian dielusi menggunakan campuran HCl 0,36M dan HF 0,01M sebanyak 10 mL.

Larutan efluen isotop U hasil pemisahan dari isotop Pu, selanjutnya dipanaskan sampai kering, dan setelah dingin ditambah 5 mL HCl 12M. Larutan tersebut dilewatkan ke dalam kolom penukar anion dengan mengalirkan 10 mL HCl 12M melalui kolom yang berisi 1,2 g resin DOWEX 1x8 dalam bentuk Cl^- . Larutan yang keluar dari kolom ditampung dalam beker gelas, kemudian kolom dibilas dengan 10 mL HCl 12M dan hasil tampungan dalam beker dibuang ke dalam botol limbah pasca iradiasi. Isotop U yang keluar dari kolom dielusi dengan 10 mL HCl 0,1M dan efluen U-nya ditampung dalam beker gelas^[7]. Larutan efluen U diuapkan sampai kering dan dinginkan, kemudian ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat dan diuapkan sampai kering dan dinginkan. Efluen isotop U dikenakan proses elektrodeposisi sebelum dilakukan pengukuran dengan spektrometer- α .

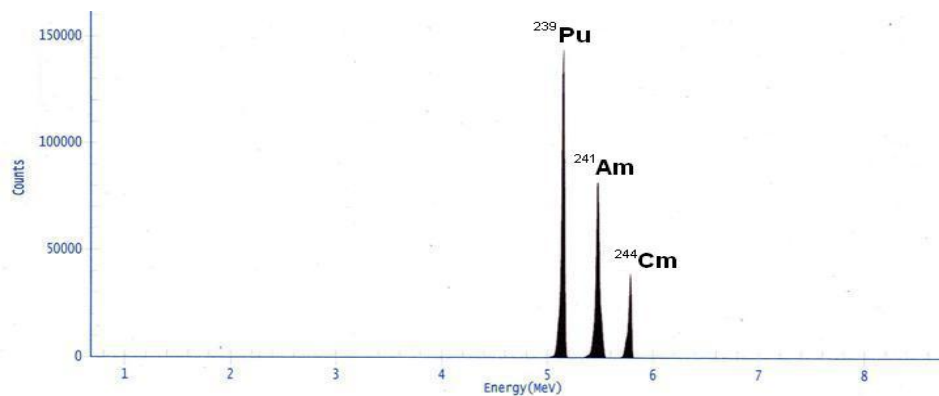
2. Proses elektrodeposisi

Larutan efluen U yang sudah kering ditambah larutan elektrolit NH_4HSO_4 1M dengan pH 3,5 sebanyak 10 mL. Tuangkan larutan tersebut ke dalam sel ED dan bilas hingga bersih. Pasang kawat logam platina (anoda) ke dalam larutan dengan jarak 1 cm dari katoda (planset SS), kemudian hubungkan elektroda dengan sumber arus 1,2 A. Hidupkan peralatan proses elektrodeposisi berlangsung selama 2 jam, setelah itu tambahkan 1 mL NH_4OH pekat ke dalam sel dan diamkan selama 5 menit. Buang larutan ke dalam botol limbah dan cuci sel ED dengan NH_4OH 0,1M. Keluarkan planset dari sel kemudian dibilas dengan NH_4OH 0,1M dan alkohol dan planset dikeringkan.

3. Pengukuran kandungan isotop U dalam larutan PEB menggunakan spektrometer- α Pengukuran dilakukan terhadap standar AMR-43, larutan standar U_3O_8 20% ^{235}U bersertifikat yang telah dilakukan proses elektrodeposisi serta planset sampel efluen isotop U hasil pemisahan dengan metode penukar ion. Pengukuran isotop U dilakukan menggunakan spektrometer- α dengan waktu cacah 20.000 detik. Hasil pengukuran berupa spektrum, kemudian dievaluasi sehingga diperoleh kandungan isotop U di dalam sampel.

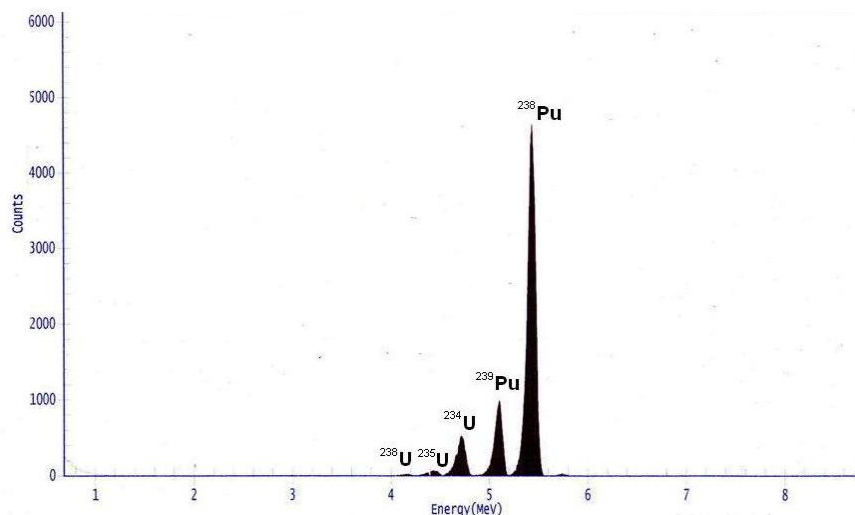
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran standar AMR-43 dimaksudkan untuk analisis secara kualitatif dalam spektrometer- α yang didasarkan pada penentuan tenaga puncak-puncak pada spektrum- α . Tenaga zarah alfa tertentu akan dipancarkan oleh radionuklida tertentu. Kalibrasi efisiensi detektor sawar muka silikon dianggap sama untuk berbagai macam tenaga zarah alfa. Besarnya efisiensi detektor- α adalah 38,40% digunakan untuk mengetahui kandungan radionuklida ^{235}U di dalam sampel PEB U_3Si_2-Al densitas $2,96\text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi. Kalibrasi energi spektrometer- α dan efisiensi detektor ditentukan dengan pengukuran standar isotop AMR-43 yang mengandung isotop campuran ^{241}Am , ^{243}Cm dan ^{239}Pu . Pengukuran dilakukan dengan waktu cacah 1.000 detik dan 3 kali pengulangan. Hasil pengukuran standar isotop AMR-43 berupa spektrum isotop ^{239}Pu , ^{241}Am dan ^{243}Cm seperti yang terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum standar isotop AMR-43 (isotop ^{239}Pu , ^{241}Am , dan ^{244}Cm)

Hasil pencacahan radionuklida dari sampel yang telah dipisahkan dari pengotor terutama hasil belah dan telah dikenakan proses elektrodeposisi (Gambar 1) terlihat ada 3 spektrum isotop U dan 2 isotop Pu pada energi ^{238}U ($E_\alpha= 4,194\text{ MeV}$), ^{235}U ($E_\alpha=4,397\text{ MeV}$), ^{234}U ($E_\alpha=4,777\text{ MeV}$), ^{239}Pu ($E_\alpha= 5,155\text{ MeV}$), dan ^{238}Pu ($E_\alpha= 5,486\text{ MeV}$)^[9].



Gambar 2. Spektrum isotop uranium dan plutonium di dalam sampel uranil nitrat awal

Pada Gambar 2. terlihat bahwa di dalam sampel uranil nitrat mengandung isotop uranium dan plutonium. Puncak spektrum plutonium lebih tinggi dibandingkan dengan puncak-puncak radioisotop uranium. Keadaan ini disebabkan karena waktu paro plutonium sangat pendek dibandingkan dengan waktu paro ^{235}U (^{239}Pu $2,41 \cdot 10^4$ tahun, ^{235}U $7,04 \cdot 10^8$ tahun). Hal ini akan menyebabkan kesalahan dalam pembacaan spektrum, sehingga untuk mendapatkan kandungan radionuklida ^{235}U secara akurat perlu dilakukan pemisahan.

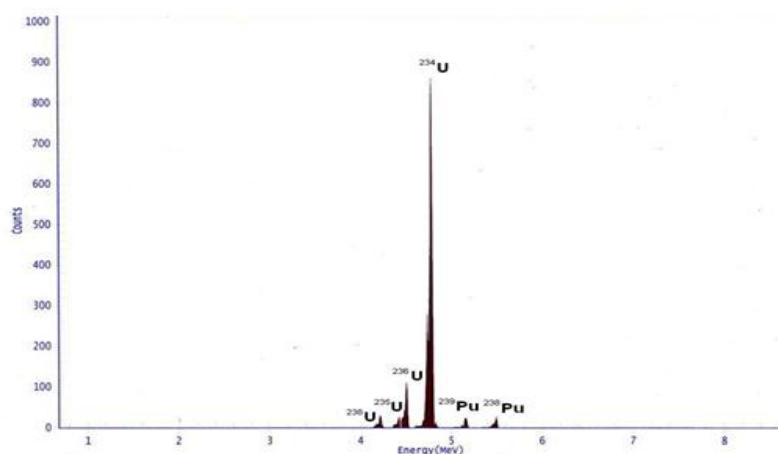
Dari spektrum yang ditunjukkan pada Gambar 2 dapat diketahui kandungan isotop U dan Pu dalam sampel uji dan kandungan isotop di dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi dengan cara menghitung luas spektrumnya masing-masing. Hasil kandungan isotop U dan Pu dalam larutan supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi sebelum dilakukan pemisahan dengan penambahan resin Dowex ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan isotop U dan Pu dalam supernatan sebelum dilakukan pemisahan dengan resin

Sampel	Uraian	Isotop					
		^{234}U	^{235}U	^{236}U	^{238}U	^{238}Pu	^{239}Pu
T1	Kandungan isotop dlm sampel, μg	32,716	5378,1	191,45	2678,3	0,2526	0,5409
	Kandungan isotop dlm 1 g PEB, g	0,0004	0,0664	0,0024	0,0331	0,0000	0,0000
T2	Kandungan isotop dlm sampel, μg	25,695	4908,1	207,70	1942,6	0,2122	0,6127
	Kandungan isotop dlm 1 g PEB, g	0,0003	0,0564	0,0024	0,0223	0,0000	0,0000
Rerata	Kandungan isotop dlm sampel, μg	29,206	5143,1	199,58	2310,5	0,232	0,577
	Kandungan isotop dlm 1 g PEB, g	0,0004	0,0614	0,0024	0,0277	0,0000	0,0000

Tabel 1. menunjukkan bahwa hasil analisis kandungan isotop U dan Pu dalam supernatan PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi sebelum dilakukan pemisahan dengan resin Dowex. Hasil pengukuran isotop tersebut belum sempurna karena isotop U dan Pu dalam larutan masih ada faktor pengganggu atau saling mempengaruhi pada proses analisis. Pengganggu tersebut dimulai dari proses elektrodeposisi sampai dengan pengukuran isotop dengan spektrometer- α . Pengaruh terhadap hasil cacahan tidak hanya disebabkan oleh saling mempengaruhi antara isotop U dan Pu tetapi juga disebabkan oleh unsur lain yang terdapat dalam larutan pasca iradiasi. Isotop atau unsur pengotor tersebut menyebabkan hasil proses elektrodeposisi isotop U dan Pu menjadi tebal, bukan merupakan lapisan tipis seperti yang dikehendaki. Hal tersebut akan berpengaruh terhadap pencacahan dengan spektrometer- α yang mengakibatkan hasil cacahan isotop akan menjadi lebih besar dari yang seharusnya. Oleh sebab itu, perlu dilakukan pemisahan isotop-isotop tersebut sebelum dilakukan proses elektrodeposisi.

Pemisahan uranium dan plutonium didasarkan pada prosedur ASTM C1411-01 dan ASTM C1415-01^[7,10], dimana isotop uranium diubah dari bentuk kation menjadi bentuk anion menggunakan HCl dan selektif dengan jenis resin dowex 1x8 Cl^- . Bahan eluen yang dipakai adalah HCl 0,1 M yang dapat memperbesar pori resin sehingga uranium yang terikat di dalam resin dapat terlepas lebih banyak. Hasil efluen dilakukan proses elektrodeposisi, dan diperoleh endapan yang menempel pada planset diukur menggunakan spektrometer- α . Hasil pemisahan ini menunjukkan perbandingan tinggi puncak spektrum radioisotop uranium lebih tinggi dari tinggi puncak radioisotop plutonium, seperti ditunjukkan dalam Gambar 3.



Gambar 3. Spektrum efluen isotop uranium dan plutonium setelah melalui kolom penukar anion

Pada penelitian ini pemisahan isotop U dan Pu dilakukan dengan metode kolom penukar ion dengan penambahan resin Dowex 1x8. Pemilihan resin Dowex 1x8 sebagai bahan penukar ion didasarkan kepada prosedur ASTM C1411-01 dan ASTM C1415-01. Resin Dowex 1x8Cl⁻ mempunyai selektivitas yang sangat tinggi terhadap isotop U dan Dowex 1x8NO₃⁻ selektif terhadap isotop Pu. Untuk pemisahan isotop Pu dari isotop U digunakan resin Dowex 1x8 dengan larutan HNO₃ 8M sebagai bahan media asam, sedangkan untuk mengelusi isotop Pu dari resin digunakan campuran larutan HCl 0,36M dan HF 0,01M sebagai eluen.

Pemisahan isotop ²³⁵U menggunakan resin Dowex sebagai penukar anion yang dapat ditukarkan dengan anion-anion dalam larutan umpan, dimana umpan terlebih dahulu dikondisikan dalam suasana HCl 12M. Efluen U yang keluar dari kolom dielusi dengan HCl 0,1M, dikisatkan menggunakan media pemanas. Sampel yang sudah dikisatkan dilakukan proses elektrodeposisi, kemudian dicacah menggunakan spektrometer-α. Hasil analisis isotop U setelah dilakukan pemisahan dengan resin kolom penukar anion ditunjukkan pada Tabel 2. dan Gambar 3.

Tabel 2. Kandungan isotop U setelah pemisahan dengan resin dengan eluen HCl 0,1M

Sampel	Uraian	Isotop					
		²³⁴ U	²³⁵ U	²³⁶ U	²³⁸ U	²³⁸ Pu	²³⁹ Pu
T1	Kandungan isotop dlm sampel, µg	23,8	1756,1	209,3	6929,4	0,0019	0,0000
	Kandungan isotop dlm 1 g PEB, g	0,0003	0,0217	0,0026	0,0855	0,0000	0,0000
T2	Kandungan isotop dlm sampel, µg	12,806	2059,4	1993,1	1760,7	0,0007	0,0000
	Kandungan isotop dlm 1 g PEB, g	0,0002	0,0237	0,0229	0,0202	0,0000	0,0000
Rerata	Kandungan isotop dlm sampel, µg	18,303	1907,8	1101,2	4345,1	0,0013	0,0000
	Kandungan isotop dlm 1 g PEB, g	0,0003	0,0277	0,0128	0,0529	0,0000	0,0000

Pada tabel 2. dapat dilihat kandungan isotop uranium seperti ²³⁴U, ²³⁵U, ²³⁶U dan ²³⁸U di dalam PEB pasca iradiasi, sedangkan isotop plutonium sudah tidak ada. Dari sekian banyak isotop uranium tersebut, kandungan radionuklida ²³⁵U merupakan radionuklida yang paling penting untuk diketahui. Kandungan radionuklida ²³⁵U di dalam sampel PEB awal sebelum iradiasi (U_o) dan kandungan radionuklida ²³⁵U di dalam sampel PEB pasca iradiasi (sisa/U_i), digunakan untuk menghitung nilai burn up. Perhitungan nilai burn up dapat diperoleh menggunakan persamaan (1), sebagai berikut^[9] :

$$\text{Burn up} = \frac{U_o - U_i}{U_o} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

dimana :

- U_o = Jumlah radionuklida ²³⁵U awal
- U_i = Jumlah radionuklida ²³⁵U sisa
- U_o-U_i = Jumlah radionuklida ²³⁵U yang terbakar

Untuk mengetahui apakah nilai kandungan radionuklida ²³⁵U dalam 1 g sampel PEB U₃Si₂/Al densitas 2,96 gU/cm³ pasca iradiasi adalah sebesar 0,0277 g, perlu dilakukan uji *t recovery*. Uji *t recovery* dilakukan menggunakan larutan standar U₃O₈ 20% ²³⁵U (²³⁴U, ²³⁵U, ²³⁶U, ²³⁸U) bersertifikat yang sudah diketahui nilai kandungan ²³⁵U. Larutan standar ini dikenakan proses pemisahan yang sama dengan sampel larutan PEB, selanjutnya dilakukan pengukuran kandungan radionuklida ²³⁵U dalam larutan hasil pemisahan. Hasil nilai kandungan radionuklida ²³⁵U yang diperoleh dibandingkan dengan nilai kandungan radionuklida ²³⁵U secara perhitungan teoritis. Hasil perbandingan ini disebut dengan *recovery* hasil perhitungan. Nilai *t_{recovery}* hasil perhitungan dibandingkan dengan nilai *t_{recovery}* tabel. Nilai *t_{recovery}* tabel diperoleh dengan melihat tabel *recovery* pada pustaka^[11]. Apabila nilai *t_{recovery}* hitung < *t_{recovery}* tabel, maka nilai hasil perhitungan kandungan isotop dalam PEB tidak perlu dikoreksi dengan nilai *recovery*^[12]. Hasil uji *recovery* terhadap Kandungan U dalam 500 µL standar U₃O₈ dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Nilai *recovery* sampel standar U₃O₈

Sampel standar	Kandungan radionuklida ²³⁵ U		% Recovery
	secara teoritis, µg	secara pengukuran, µg	
1	3,9888	2,5842	64,79
2	3,9888	2,5413	63,71
3	3,9888	2,4985	62,64
		rerata	63,71
		SD	1,075

Persamaan yang digunakan untuk menghitung *t_{recovery}* adalah:

$$t_{recovery} \text{ hitung} = (1-rec)/\mu_{rec}$$

$$\mu_{rec} = S_{rec}/(n)^{0,5}$$

dimana : rec adalah nilai *recovery* standar

S_{rec} adalah nilai standar deviasi *recovery*

µ_{rec} adalah hasil pembagi nilai standar deviasi standar dan akar nilai pengulangan pengukuran

Sehingga :

$$\mu_{rec} = 1,075 / (3)^{0,5} = 0,62$$

$$t_{recovery} \text{ hitung} = (1-0,6371)/0,62 = 0,585$$

Diperoleh nilai *t_{recovery}* hitung sebesar 0,585, sedangkan nilai *t_{recovery}* Tabel dengan pengulangan 3 kali pada tingkat kepercayaan 95% sebesar 4,3.

Setelah dibandingkan ternyata nilai $t_{recovery}$ hitung $<$ $t_{recovery}$ tabel, sehingga dapat disimpulkan bahwa kandungan radionuklida ^{235}U dalam 1 g PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi sebesar 0,0277 g.

KESIMPULAN

Analisis radionuklida ^{235}U pada larutan uranil nitrat hasil pelarutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi menggunakan metode penukar anion dapat dilakukan dengan baik. Kandungan radionuklida ^{235}U dalam 1 g PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ densitas $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi diperoleh sebesar 0,0277 g.

SARAN

Penelitian ini belum mendapatkan hasil yang optimum, masih perlu dilakukan variasi terhadap parameter yang berpengaruh dalam analisa seperti rasio panjang/lebar kolom, jenis bahan elusi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Ir. Aslina Br. Ginting, Ir. Dian Anggraini, Boybul Dipl.Kim dan Drs. Yusuf Nampira MT. Atas kerjasamanya dalam melakukan diskusi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Kihsoo Joe, Young-Shin Jeon, Jung-Suck Kim, Sun-Ho Han, Jong-Gu Kim, and Won-Ho Kim, "Separation of Burnup Monitors in Spent Nuclear Fuel Samples by Liquid Chromatography", Bulletin of the Korean Chemical Society, vol 26, No.4 April 20, 2005, page 569-574.
2. Jung Suk Kim, Young Shin Jeon, Soon Dal Park, Yeong-Keong Ha and Kyuseok Song, "Analysis of High Burnup Pressurized Water Reactor Fuel Using Uranium, Plutonium, Neodymium, and Cesium Isotope Correlations With Burnup", Elsevier Journal Nuclear Engineering Technology 47, 2015, p. 924-933.
3. Crespo, M. T. (2012). *A review of electrodeposition methods for the preparation of alpha-radiation sources*. Journal applied radiation and isotopes 70(2012) 210-215.
4. Joe, K., Song, B., Kim, Y., Han, S., Jeon, Y., & Jung, E. (2007). *Determination Of The Transuranic Elements Inventory In High Burnup PWR Spent Fuel Samples By Alpha Spectrometry*. Journal Nuclear Engineering and Technology Vol.39 No.5 October 2007.

5. Lee, K. B., Man Lee, J., Soon Park, T., & Oh, P. J. (2006). *Preparation and activity measurement of electrodeposited alpha-emitting sources*. *Applied Radiation and Isotopes*, 64(10-11), 1260–1264.
6. Yusuf Nampira, Sri Ismarwanti, “Uji Tidak Merusak Bahan Bakar U_3Si_2 -Al tingkat muat uranium $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi fraksi bakar 20% dan 40%”, *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, Vol. 10 No. 2 juni 2014, hal. 53-64.
7. AMERICAN STANDARD TEST METHODS, “*Standar Practice for The Ion Exchange Separation of Uranium and Plutonium Prior to Isotopic Analysis*”: ASTM No C-1411 Vol. 12.01, 2014
8. Arif Nugroho, Yusuf Nampira, Yanlinastuti, “Analisis Radionuklida ^{235}U Dalam Pelat Elemen Bakar U_3Si_2 -Al Pasca Iradiasi Menggunakan Metode Spektrometri- α ”, *Prosiding Seminar Nasional IX SDM Teknologi Nuklir, Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir, Yogyakarta, 31 Oktober 2013*, hal. 140-145.
9. Aslina Br. Ginting, Dian Anggraini, Boybul, Arif Nugroho, dkk, “Pengembangan Metoda Pengujian Fisiko Kimia Bahan Bakar Nuklir Pasca Iradiasi”, *Dokumen Teknis, Pusat Teknologi Bahan Bakar nuklir Nasional, Jakarta, 2012*.
10. AMERICAN STANDARD TEST METHODS, “*Standard Test Method for ^{238}Pu Isotopic Abundance By Alpha Spectrometry*”: ASTM No C-1415-14 Vol. 12.01, 2014.
11. Robert L. Anderson, “*Practical Statistics for Analytical Chemists*”, Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987.
12. Julia Kantasubrata, “Uji *Recovery*”, *Diklat Ketidakpastian Pengukuran Pada Hasil Analisa Kimia, PTBBN BATAN, Serpong, Februari 2015*.