

PENENTUAN UNSUR BORON DI DALAM CAMPURAN U-Th OKSIDA DENGAN METODA SPEKTROGRAFI EMISI

Aryadi, Wardaya
Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta

ABSTRAK

PENENTUAN UNSUR BORON DI DALAM CAMPURAN U-TH OKSIDA DENGAN METODA SPEKTROGRAFI EMISI. Telah dilakukan analisis unsur boron di dalam campuran U-Th oksida dengan metoda spektrografi emisi. Standar U-Th oksida yang mengandung unsur boron dibuat dengan mencampurkan uranium oksida 90 % murni dan torium oksida murni 10 % kemudian ditambahkan boron dengan konsentrasi tertentu. AgCl, Ga₂O₃ dan LiF digunakan sebagai pengemban sulingan pada analisis. Hasil analisis menunjukkan metode ini bisa diterapkan untuk analisis boron. Hasil percobaan, boron dalam cuplikan adalah 0,17 ppm dan 0,19 ppm.

ABSTRACT

DETERMINATION OF BORON IN MIXED U-Th OXIDES BY SPECTROGRAPH EMISSION. Determination of boron in mixed U-Th oxides using Spectrograph Emission has been carried out. The U-Th oxides standard which contain boron was prepared by mixing 90 % pure uranium oxide and 10% pure thorium oxide than boron with a specified concentrations were added. AgCl, Ga₂O₃ and LiF were used as carrier distillation in the analysis. The results that this method could be applied to boron analysis. The experimental analysis of boron in the samples were 0,17 ppm and 0,19 ppm.

PENDAHULUAN

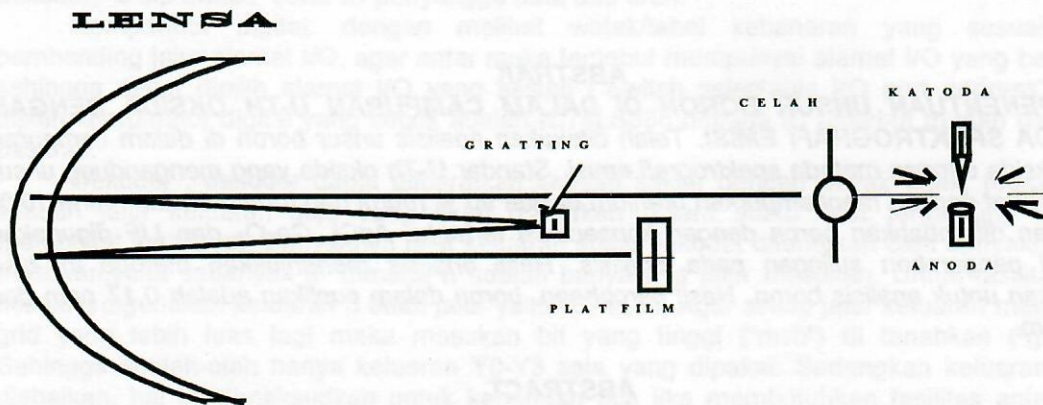
Senyawa campuran U-Th oksida adalah salah satu jenis bahan bakar nuklir yang digunakan di dalam reaktor nuklir. Senyawa campuran U-Th oksida ini dihasilkan dari ekstraksi campuran U-Th nitrat dengan TBP-kerosin, atau dapat pula dibuat dengan campuran kering. Masing-masing senyawa nitrat dari uranium dan torium diekstraksi dengan TBP-kerosin, kemudian dicampur setelah dalam bentuk oksidanya secara fisis.

Unsur boron mempunyai tampang lintang serapan neutron yang tinggi, pada orde beberapa ppm, boron dapat mengganggu reaksi fisi berantai bahan bakar nuklir. Oleh karena itu analisis boron di dalam bahan bakar nuklir adalah sangat penting untuk dilakukan.

Beberapa cara untuk menganalisis boron di dalam bahan bakar nuklir, misalnya boron di dalam uranium oksida dilakukan antara lain dengan metoda spektrofotometri UV-Vis dan metoda spektroskopi serapan atom dan sebagainya. Kelemahan metoda ini, unsur boron yang akan dianalisis harus dipisahkan terlebih dahulu dari matriksnya. Di lain pihak bahan bakar yang digunakan di dalam reaktor nuklir sudah tidak perlu atau tidak mungkin lagi dipisahkan antara unsur boron dengan matriksnya. Sehingga metoda untuk menganalisis boron di dalam bahan bakar nuklir adalah metoda tanpa melakukan pemisahan terlebih dahulu.

Metoda yang dapat menganalisis unsur boron di dalam bahan bakar nuklir tanpa melakukan pemisahan adalah dengan menggunakan spektrografi emisi. Metoda dengan bantuan senyawa campuran AgCl, Ga₂O₃, LiF sebagai pengemban sulingan (*carrier distillation*) dapat membantu mengeksitasi unsur boron di dalam bahan bakar nuklir yang kandungannya sangat kecil. Oleh karena kandungan unsur boron yang tereksitasi di dalam bahan bakar nuklir di dalam sistim DC-arc kecil, maka dibutuhkan suatu lempeng film yang sangat sensitif sebagai detektornya. Biasanya plat film yang digunakan adalah tipe SA-1, akan tetapi karena plat film SA-1 sudah tidak diproduksi lagi, maka plat film tipe SA-1 diganti dengan plat film untuk torax. Seperti diketahui bahwa plat film untuk torax lebih murah dan banyak terdapat di pasaran.

Pada makalah ini didiskusikan analisis unsur boron yang mempunyai tampang lintang serapan neutron yang besar dengan menggunakan film untuk torax sebagai detektornya.



Gambar 1. : Skema analisis dengan alat Spektrograf Emisi

TATA KERJA

Bahan

- Uranil nitrat, torium nitrat, TBP-Kerosin (Fisher)
- AgCl, Ga₂O₃, (Produksi Spex Ind.) dan LiF (Merck)
- Developer & Fixer (Kodax)
- Film torax (Fuji)

Peralatan

- Unit analiser Spektrograf Emisi
- Seperangkat alat ekstraksi
- Seperangkat alat stripping

Cara Kerja

Persiapan Standar

Dibuat standar MOX yaitu campuran U₃O₈ dan ThO₂ dengan perbandingan berat 90 : 10 dari berbagai konsentrasi unsur boron di dalamnya. Masing-masing standar ditambahkan 5 % pengemban sulingan "Carrier distilation" (Camp.AgCl, Ga₂O₃, LiF dengan perbandingan 95 : 1 : 4) dicampur hingga homogen. Masing-masing seri standar ditimbang 100 mg dan dimasukkan ke dalam elektroda grafit untuk dieksitasi bersama-sama dengan cuplikan.

Persiapan cuplikan

Dibuat larutan uranium nitrat dengan konsentrasi 50 g/L di dalam HNO₃ 3 N dan torium nitrat 10 g/l di dalam HNO₃ 4 N. Masing-masing larutan diekstraksi dengan TBP-Kerosin 30 %. Fase organik hasil ekstraksi distripping dengan aqua-tridest pada suhu 60 °C dengan perbandingan 1 : 1. Fase air hasil stripping diuapkan, dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 2 jam. Dari hasil kalsinasi didapatkan U₃O₈ dan ThO₂. Dicampurkan U₃O₈ dan ThO₂ dengan perbandingan 90 : 10 ditambah 5 % pengemban sulingan (Campuran AgCl, Ga₂O₃, LiF dengan perbandingan 95 : 1 : 4), digerus dan ditimbang 100 mg dimasukkan ke dalam elektroda grafit untuk dieksitasi bersama-sama standar.

Eksitasi

Kondisi eksitasi :

- grating : 590 grow/mm
- sumber arus : DC-Arc
- pre burn : 0 detik
- exposure : 35 detik
- arus : 10 amper
- jarak elektroda : 4 mm
- tinggi sektum : 7 mm
-

Proses fotografi

Untuk melihat secara visual hasil eksitasi, maka film torax dari hasil eksitasi dicuci terlebih dahulu dengan cara :

- direndam dalam developer selama 2 menit
- dibilas dengan air mengalir (30 detik)
- direndam di dalam fixer selama 5 menit
- dicuci/dibilas dengan air mengalir (3 menit)
- dikeringkan

Semua perlakuan tersebut di atas dilakukan di dalam kamar gelap.

Pengamatan Spektrum

Untuk analisis baik kualitatif maupun kuantitatif digunakan alat densitometer. Analisis kualitatif berdasarkan pada spektrum standar Fe diberbagai panjang gelombang. Sedangkan analisis kuantitatifnya berdasarkan pada densitas atau persen transmisi dari masing-masing spektrum unsur teranalisis yang dibandingkan dengan standar.

Pembuatan kurva kalibrasi standar

Untuk mendapatkan kurva kalibrasi standar suatu unsur, terlebih dahulu merubah persen transmisi ke dalam intensitas dengan rumus : $I = \text{Log } 1/T$

Kurva dibuat antara konsentrasi lawan intensitas dan akan didapatkan persamaan regresi linier.

Untuk menghitung konsentrasi unsur boron di dalam cuplikan, maka hanya tinggal memasukkan intensitas unsur teranalisis ke dalam persamaan regresi

HASIL DAN PEMBAHASAN

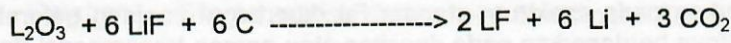
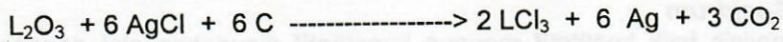
Plat film torax yang digunakan untuk mendeteksi panjang gelombang sinar X, digunakan untuk mendeteksi emisi unsur boron yang terdapat di dalam bahan bakar nuklir. Emisi unsur boron mengemisikan sinar UV yang dekat dengan panjang gelombang sinar X. Semua spektra unsur boron yang terdeteksi dengan plat film SA-1 juga terdeteksi dengan menggunakan plat film torax. Plat film torax dapat dipotong-potong sesuai dengan ukuran plat film SA-1, yang kemudian dapat ditempatkan di dalam wadahnya. Proses fotografinya disesuaikan dengan kebutuhan, sedapat mungkin intensitas spektra unsur boron pada plat film torax sama dengan pada plat film standar (SA-1). Standar unsur boron untuk campuran U-Th oksida dibuat dengan mencampurkan uranium oksida standar dan torium oksida standar yang masing-masing sudah mengandung unsur boron. Sehingga matriksnya merupakan campuran antara uranium oksida dan torium oksida. Campuran dilakukan secara kering, terdiri dari uranium oksida 90 % (berat) dan torium oksida 10 % (berat). Oleh karena itu konsentrasi unsur boron di dalam campuran U-Th oksida mengalami perubahan sesuai dengan perbandingan beratnya.

Unsur-unsur boron dan matriksnya akan mengalami eksitasi secara bersama-sama, akan tetapi oleh karena jumlah unsur boron tidak terlalu banyak (dalam orde ppm), maka spektrumnya hanya berupa spektrum garis. Kalau jumlah unsur boron di dalam matriksnya dalam orde %, maka spektra masing-masing unsur boron berubah dari spektra garis ke spektra pita. Oleh karena jumlah matriks sangat banyak, maka spektranya berupa spektra pita, meskipun matriks yang tereksitasi cukup sedikit. Disamping spektra pita yang diakibatkan oleh matriks, juga ada spektra pita yang diakibatkan oleh reaksi antara grafit (sebagai elektroda dan wadah cuplikan) dengan gas nitrogen dari udara. Untuk menghilangkan atau mengurangi spektra pita atau CN band dapat dilakukan dengan mengusir semua udara dengan menggunakan gas lembam (inert), misalnya gas argon selama eksitasi berlangsung. Oleh

karena spektra pita CN letaknya jauh dari spektra pita unsur-unsur boron, maka selama eksitasi dilakukan tidak perlu dilakukan dalam suasana gas lembam.

Uranium, torium atau campuran U-Th bila dieksitasikan bersama-sama dengan unsur pengotornya (termasuk boron), maka akan menghasilkan garis spektra yang sangat kompleks. Oleh karena unsur boron di dalam campuran U-Th tersebut sangat rendah, maka spektrumnya kemungkinan akan tertutupi oleh spektrum unsur uranium atau torium yang sangat dominan karena uranium dan torium mempunyai garis spektrum yang sangat banyak yaitu antara 4000 - 5000, sehingga pengamatan unsur boron mengalami kesulitan. Untuk mengatasi hal tersebut, maka diperlukan metode eksitasi yang efektif dan efisien sehingga garis spektrum boron lebih jelas dibanding dengan spektrum latar. Pada analisis tersebut digunakan pengembangan sulingan (*carrier distillation*) yang dimaksudkan untuk mempercepat penguapan unsur boron ke dalam plasma Arc, karena terbentuk senyawa halogen yang lebih mudah menguap dibanding dengan senyawa oksidanya. Ada beberapa campuran senyawa pengembangan sulingan yang mampu menambah efisiensi eksitasi unsur pengotor dan sekaligus menekan jumlah matriks yang tereksitasi, misal ; alumina, campuran In_2O_3 dan $AgCl$ serta campuran $AgCl$, LiF dan Ga_2O_3 . Senyawa $AgCl$, LiF dan Ga_2O_3 adalah senyawa campuran yang digunakan pada analisis ini karena campuran senyawa ini mempunyai efisiensi lebih tinggi dibanding dengan senyawa lainnya.

Secara umum reaksi yang terjadi selama eksitasi berlangsung adalah sebagai berikut :



dengan L : unsur pengotor dan C : karbon dari elektroda grafit yang digunakan



dengan L^* : keadaan tereksitasi, dan $h\nu$: spektrum spesifik

Terlihat disini bahwa reaksi pembentukan L halida dipermudah oleh adanya senyawa pengembangan sulingan $AgCl$ dan LiF sehingga L^* banyak terbentuk dan akan mengakibatkan intensitas spektrum spesifik lebih menonjol dari pada latar.

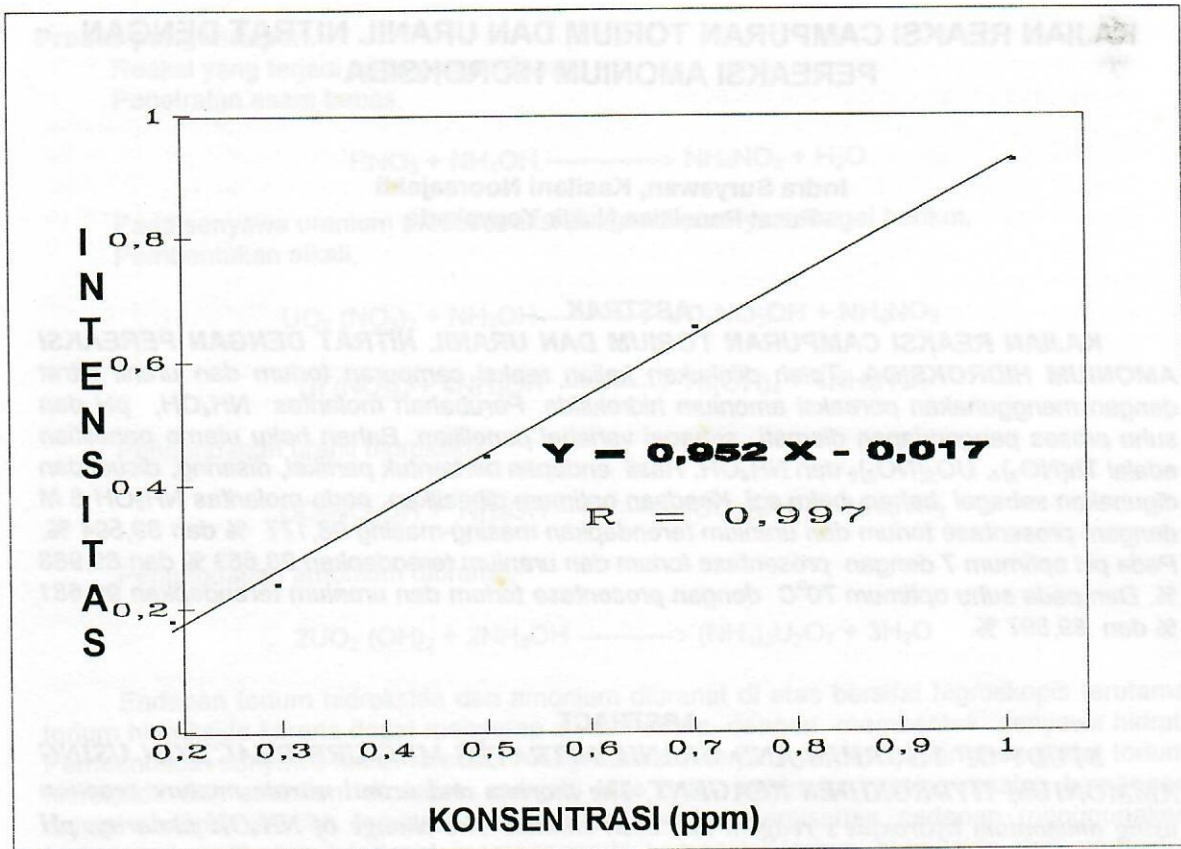
Tabel 1. Hasil pengamatan transmitansi spektrum boron pada λ 249,77 nm

Unsur Boron	Konsentrasi (ppm)	Transmitansi (%)	Intensitas
Standar 1	0,2	65,0	0,187
Standar 2	0,3	56,5	0,248
Standar 3	0,5	26,5	0,476
Standar 4	0,7	21,5	0,677
Standar 5	1	11,5	0,939
Cuplikan I	-	71,5	0,145
Cuplikan II	-	68,5	0,164

Dari hasil percobaan di atas ternyata bahwa spektra boron pada panjang gelombang 249,77nm mempunyai intensitas lebih tinggi daripada intensitas boron pada panjang gelombang 249,67 nm. Sehingga semua hasil analisis boron di dalam bahan bakar nuklir menggunakan panjang gelombang 249,77 nm.

Dari hasil perhingan dengan menggunakan persamaan regresi linier yaitu :

$Y = 0,952 X - 0,017$, maka didapatkan konsentrasi boron di dalam cuplikan I = 0,17 ppm dan cuplikan II = 0,19 ppm



Gambar 2. Kurva Kalibrasi boron di dalam matriks U-Th oksida.

KESIMPULAN

1. Panjang gelombang sinar emisi boron yang digunakan harus dipilih yang sensitif untuk mendapatkan batas deteksi yang rendah, karena analisis bahan bakar nuklir membutuhkan batas deteksi yang rendah.
2. Didapatkan batas deteksi unsur boron = 0,19 ppm.
3. Hasil analisis unsur boron di dalam MOX adalah < 0.19
4. Plat film torax dapat digunakan sebagai pengganti plat film SA-1 yang sudah tidak diproduksi lagi dan hasil analisisnya pun tidak jauh berbeda termasuk ketelitian dan kestabilan analisis.

DAFTAR PUSTAKA

1. ASTM ; E - 2 , SM 8 - 12 ; Method For Emision " Spechtro Chemical Analysis" ; Fifth Edition - 1968
2. RUKIHATI, : " Penggunaan Pengemban Sulingan Pada Penentuan Dy, Eu, Gd dan Sm dalam bahan bakar nuklir ThO₂ Secara Spektrograf Emisi" Tesis, Oktober 1985.
3. WILLIAM F, MEGGERS, CHARLES H, CORLISS AND BOURDON F, SCRIBER, : "Tables of Spektral - line Intensities".
4. ADDISON - WESEY PUBLISHING COMPANY, INC. READING MESSACHUSETTS, USA; "Spetro Chemical Analysis"
5. SAHAT SIMBOLON dkk., "Analisis logam tanah jarang (Dy,Sm,Gd,Eu) dalam U₃O₈, dengan spektrograf emisi", Prosiding PPI Penelitian dasar Ilmu pengetahuan dan teknologi tahun 1986. Diterbitkan oleh PPNY - BATAN.