

PENGUKURAN ISOTOP U DAN Pb DENGAN SECONDARY ION MASS SPECTROMETRY (SIMS) PADA URANINIT DAN BRANERIT DARI KALAN

Djoko Soetarno

Pusat Pengembangan Bahan Galian Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

PENGUKURAN ISOTOP U DAN Pb DENGAN SIMS (SECONDARY IONS MASS SPECTROMETRY) PADA URANINIT DAN BRANERIT DARI KALAN. Pengukuran isotop U dan Pb dilakukan pada contoh sayatan poles uraninit dan branerit dengan memasukkan pada ruang dengan tekanan 10^{-8} Torr kemudian ditembak dengan ion primer O^{2+} . Ion-ion sekunder hasil interaksi ion primer dengan cuplikan dideteksi dengan memperhitungkan intensitas dan koefisien α pada cuplikan standar uraninit. Uraninit Eko dan Rirang mengalami kehilangan isotop hasil peluruhan ^{238}U terutama ^{222}Rn dan ^{226}Ra . Pengukuran umur mine-ralisasi dengan metode U-Pb diperoleh umur uraninit Eko 150 juta tahun, uraninit Rirang 140 juta tahun sedangkan branerit Eko kemungkinan berumur 150 juta tahun.

ABSTRACT

U AND Pb ISOTOPES MEASUREMENT USING SECONDARY IONS MASS SPECTROMETRY (SIMS) AN KALAN URANINITE AND BRANNERITE. Measurement of U and Pb isotope taken from polished section of uraninite and brannerite, introduced into ion chamber the source with pressure 10^{-8} Torr and bombarded by a 7.5 Kv ion primair O^{2+} . Secondary ion, produced by interaction of primair ion with sample, are detected as a function of their intensity and α coefficient in uraninite standard. Uraninite Eko and Rirang have lost of radiogenic ^{238}U specialy ^{222}Rn and ^{226}Ra . The age measurement of the mineralization using method U-Pb indicate that uraninite from Eko is 150 MA, uraninite from Rirang 140 MA and branerite from Eko posibly 150 MA.

PENDAHULUAN

Teknik pengukuran Isotop U dan Pb yang biasa di pakai untuk penentuan umur adalah dengan menggunakan Spektroskopi Massa Ionisasi. Teknik tersebut memerlukan preparasi cuplikan yang sangat teliti antara lain pemisahan mineral-mineral yang diinginkan untuk di tentukan umurnya (uraninit, pectblende, zirkon, monazit dan sebagainya), dan pemisahan unsur-unsur yang diukur. Di samping itu juga terdapat persoalan dikarenakan cuplikan mineral yang heterogen dan adanya pengotoran-pengotoran dalam proses pemisahan mineral maupun kimia.

Teknik pengukuran Isotop U dan Pb dengan SIMS termasuk relatif baru khususnya dalam bidang geologi [1,2,3]. Pengukuran yang dilakukan dengan metode ini pada monomineral dapat menutupi kelemahan-kelemahan yang ada pada metode konvensional dan dapat membedakan kemungkinan adanya polifasa pada sebuah mineralisasi. Preparasi cuplikan dapat dilakukan dengan lebih mudah, hanya berupa sayatan poles tetapi memerlukan ke-

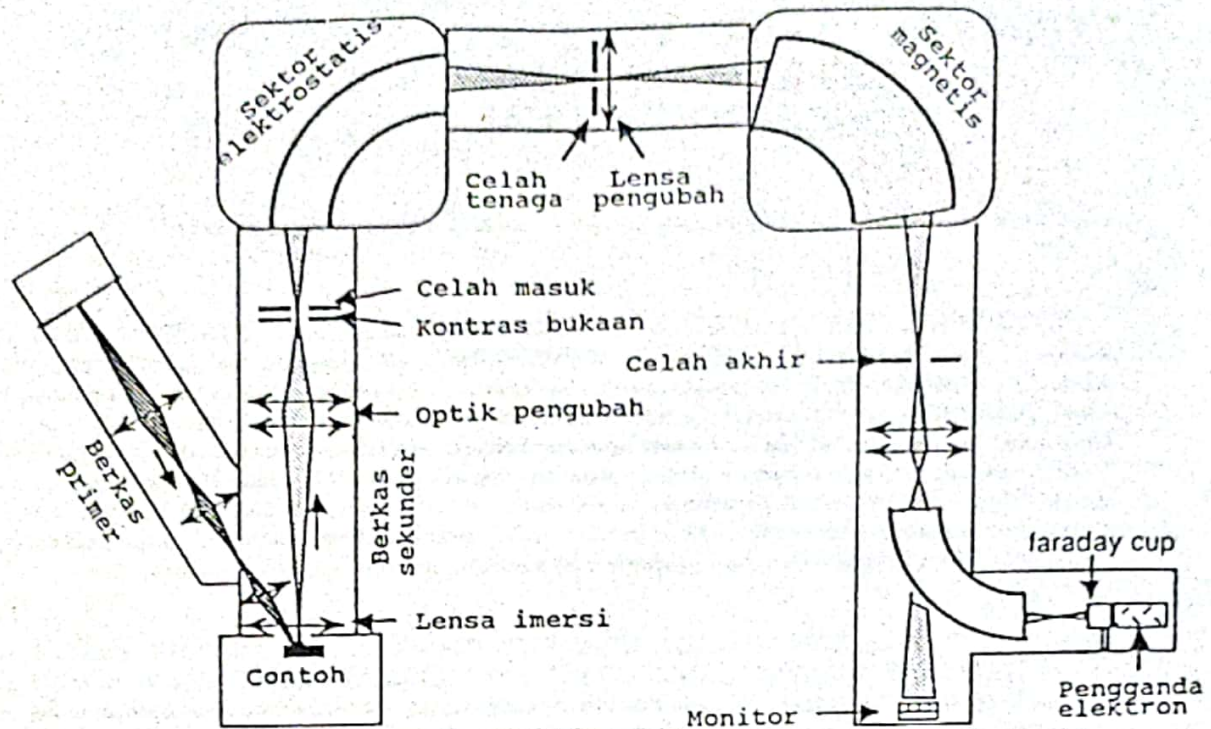
mampuan lebih untuk membedakan mineral-mineral uranium.

PERALATAN DAN TATAKERJA

Alat yang di gunakan adalah SIMS tipe Cameca IMS 3f di CEN (Centre d'etude Nuclear) Grenoble, Perancis. Tata kerja di bawah ini adalah menurut HOLLIGER [4].

Cuplikan yang sudah dipoles dan dimetalisir dimasukkan dalam ruang dengan tekanan 10^{-8} Torr kemudian di tembak dengan berkas ion primer O^{2+} energi 7,5 kV dan intensitas $5 \cdot 10^{-9}A$. Ion-ion sekunder yang terpencar (terpantul) antara lain: Ca^+ , Pb^+ , U^+ , UO^+ , dan UO^{2+} dipercepat dengan tegangan 4,5 KV, di fokuskan dengan sebuah *peak switching* dalam sebuah sektor magnetik. Ion-ion sekunder tersebut dideteksi dengan multiplikator elektron yang dapat dilihat pada Gambar 1.

Perhitungan perbandingan Pb/U diperoleh berdasarkan perbandingan intensitas isotop ^{206}Pb dan $^{270}UO_2$ diukur pada 25 eV dengan koefisien α . Koefisien ini mencakup efek matrik dan tingkatan dari ionisasi sekunder Pb^+ dan



Gambar 1: Skema optik dari SIMS CAMECA IMS 3 f

UO_2^+ . Nilai koefisien tersebut dihitung berdasarkan contoh standar yang telah diketahui komposisi isotop U dan Pb nya dengan spektrometri massa ion sekunder dengan rumus :

$$\alpha = \left(\frac{^{206}Pb}{^{238}U} \right) T / \left(\frac{^{206}Pb}{^{238}U} + \frac{^{206}Pb}{^{238}U} \right) C$$

T = termoinosasi C = terukur dengan SIMS

Menurut HOLLIGER [4] $\alpha = 0,70$ dengan duplikan standar uraninit (UO_2).

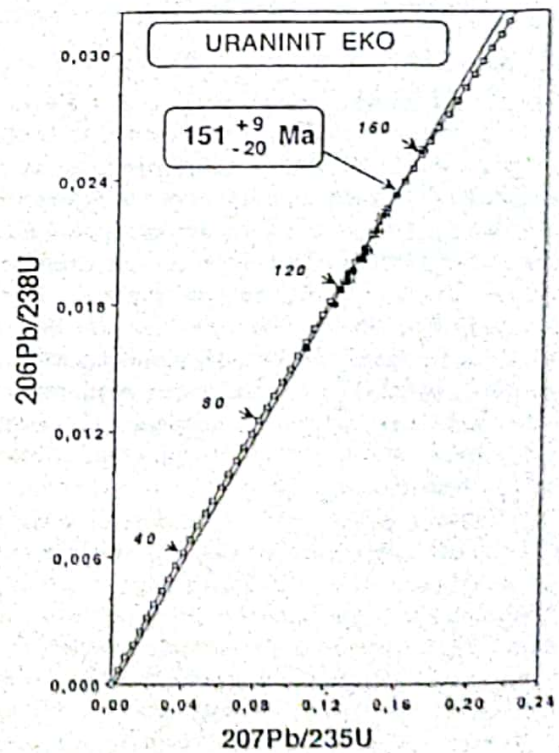
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran isotop U dan Pb yang dilakukan pada uraninit dan branerit dari terowongan Eko yang terletak di hulu S. Kalan serta uraninit dari S. Rirang yang merupakan cabang kiri S. Kalan dapat dilihat pada Tabel 1. (halaman berikut).

Uraninit Eko

Perbandingan $^{204}Pb/^{206}Pb$ kecil atau ^{206}Pb besar, dengan demikian umurnya tidak sensitif terhadap variasi koreksi Pb common. Koreksi ini di dasarkan pada Pb common menurut STACEY and KRAMERS [5] untuk 150 juta tahun yaitu $^{206}Pb/^{204}Pb = 18,5$ dan $^{207}Pb/^{204}Pb = 15,6$

Umur Pb-Pb dihitung berdasarkan: $^{207}Pb/^{206}Pb = \frac{^{235}U}{^{238}U} \left(\frac{e^{235t} - 1}{e^{238t} - 1} \right)$, dengan



Gambar 2. Diagram konkordia- diskordia U - Pb untuk uraninit Eko.

— diskordia — konkordia

Tabel 1 : Data kadar isotop U dan Pb pada uraninit dan branerit dari Eko serta uraninit dari Rirang diperoleh dengan analisator ionik (luas daerah analisa: 20 micrometer)

Contoh no.	204/206	207/206 (a)	208/206	(7/6)rad (b)	Umur Pb-Pb(c)	(206/270)m(d)	7/5)rad (e)	(6/8)rad (e)
Uraninit Eko (TS II/31)								
31/7-1	0,00033	0,04987	0,00130	0,4939	166	0,0280	0,133	0,0196
31/7-2	0,00030	0,04942	0,00125	0,4898	146	0,0289	0,137	0,0202
31/8-2	0,00044	0,04954	0,00173	0,4954	142	0,0288	0,138	0,0202
31/9-1	0,00032	0,04957	0,00129	0,4910	152	0,0292	0,138	0,0204
31/10-1	0,00027	0,04938	0,00106	0,4898	146	0,0278	0,131	0,0195
31/10-2	0,00037	0,04969	0,00150	0,4915	154	0,0307	0,146	0,0215
31/3-1	0,00041	0,04940	0,00163	0,4880	138	0,073	0,129	0,0191
31/2-1	0,00044	0,04942	0,00174	0,4877	137	0,0361	0,170	0,0253
31/5-1	0,00040	0,04959	0,00158	0,4900	147	0,0267	0,126	0,0187
31/1-1	0,00036	0,04920	0,00145	0,4867	132	0,0319	0,150	0,0223
Branerit Eko (TS I/5)								
5/5-1	0,000390	0,005131	0,01550	0,04556	-	0,0357	0,157	0,0250
5/4-1	0,000300	0,005156	0,01203	0,04714	56	0,0311	0,141	0,0217
5/5-2	0,000400	0,05255	0,01620	0,04666	32	0,0288	0,130	0,0202
5/6-1	0,000036	0,05143	0,01452	0,04612	4	0,0334	0,149	0,0234
5/6-2	0,000440	0,05258	0,01750	0,04609	3	0,0286	0,127	0,0200
5/5-1	0,000400	0,05202	0,011610	0,04612	4	0,0373	0,166	0,0261
5/5-2	0,000370	0,05182	0,01480	0,04637	16	0,0350	0,157	0,0245
5/5-3	0,000220	0,05065	0,00893	0,04741	70	0,0336	0,154	0,0235
5/8-1	0,000420	0,05155	0,01678	0,04535	-	0,0330	0,144	0,0231
5/8-2	0,000520	0,05226	0,02080	0,04458	-	0,0356	0,153	0,0249
Uraninit Rirang (88.07)								
88.07/1	0,000035	0,05010	0,00148	0,04959	175	0,0274	0,131	0,0192
88.07/2	0,000014	0,04942	0,00055	0,04921	157	-	-	-
88.07/3	0,000008	0,04895	0,00034	0,04883	139	0,0229	1,108	0,0160
88.07/4	0,000008	0,04953	0,00034	0,04941	167	0,0257	1,123	0,0180
88.07/5	0,000009	0,05001	0,00045	0,04986	188	0,0294	1,141	0,0206
88.07/6	0,000010	0,04942	0,00035	0,04930	162	0,0280	1,133	0,0196
88.07/7	0,000033	0,04954	0,00135	0,04905	150	0,0295	1,140	0,0207

Keterangan : (a): $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ dikoreksi dengan efek diskriminasi masa (0,3 % per amu)
 (b): $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ radiogenik dikoreksi dengan Pb^* common * diperoleh pada 150 juta tahun $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb} = 18,50$; $^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb} = 15,60$
 (c) : Umur Pb-Pb (juta tahun)
 (d) : $^{206}\text{Pb}+ / ^{270}\text{UO}_2+$
 (e) : $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ dan $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ radiogenik dikoreksi dengan Koefisien a $\text{UO}_2 = 0,70$

$^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ saat ini = 0,0077254 HOLLIGER and CATHELINEAU [6], bervariasi dari 132 sampai 166 juta tahun; $\alpha 235$ = koefisien peluruhan ^{235}U dan $\alpha 238$ = koefisien peluruhan ^{238}U .

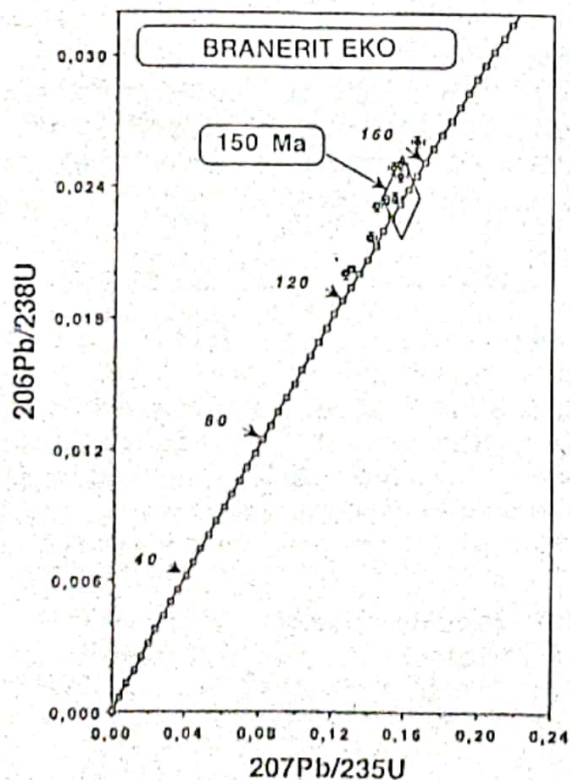
Dibentuk kurva konkordia yang menunjukkan tempat kedudukan umur (t) berdasarkan rumus: $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U} = 1 - e^{-\alpha 238 t}$ dan $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{Pb} = 1 - e^{-\alpha 235 t}$ adalah sama. Perbandingan $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ dan $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ hasil pengukuran membentuk kurva diskordia dapat dilihat pada Gambar 2.

Kurva diskordia tidak melewati titik awal (0,0) menunjukkan adanya kehilangan isotop hasil peluruhan ^{238}U terutama ^{222}Rn dan ^{226}Ra [7].

Perpotongan diskordia dan konkordia terletak pada posisi 150 juta tahun merupakan umur pembentukan mineralisasi uranium di terowongan Remaja.

Branerit Eko

Karena perbandingan $^{204}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ sangat tinggi, 10 kali lebih besar dari uraninit dari Eko (dapat dilihat pada Tabel 1), maka umur terhitung akan sangat sensitif pada kadar Pb untuk koreksi. Hal ini terlihat pada variasi umur Pb-Pb yang besar yakni dari 3 sampai dengan 70 juta tahun. Keadaan tersebut



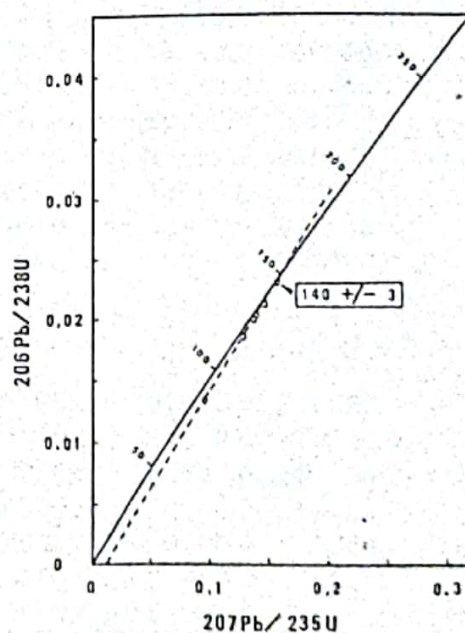
Gambar 3. Diagram $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ untuk branerit dari terowongan Eko

mungkin disebabkan karena standar mineral yang dipakai adalah uranium oksida (UO_2), sedangkan branerit adalah uranium titan (UTi_2O_6). Perbandingan $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ dan $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ menunjukkan distribusi yang menyimpang, yaitu terletak di atas kurva konkordia. Walaupun demikian rata-rata perbandingan $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ dan $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ terletak pada posisi umur 150 juta tahun pada diagram konkordia. Kemungkinan umur pembentukan mineral branerit dari Eko adalah 150 juta tahun dapat dilihat pada Gambar 3.

Uraninit Rirang

Perbandingan $^{204}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ rendah, hampir sama dengan uraninit Eko dapat dilihat pada Tabel 1. Diagram diskordia tidak melewati titik awal (0,0) disebabkan adanya kehilangan ^{222}Rn dan ^{226}Ra (Gambar 4).

Perpotongan kurva diskordia dan konkordia terletak pada posisi umur 140 juta tahun yang merupakan umur mineralisasi uraninit di Rirang.



Gambar 4. Diagram konkordia-diskordia U-Pb untuk uraninit Rirang
— konkordia - - - - - diskordia

KESIMPULAN

Pengukuran Isotop U dan Pb dengan Secondary Ions Mass Spectrometry (SIMS) dengan

koefisien α 0,70 tidak dapat di pergunakan untuk menentukan umur mineral branerit (UTi_2O_6). Perlu dimodifikasi koefisien α dengan cuplikan standar branerit (UTi_2O_6).

Uraninit dari terowongan Eko terbentuk pada 150 juta tahun, kemungkinan branerit dari Eko juga terbentuk pada 150 juta tahun. Uraninit dari Rirang terbentuk pada 140 juta tahun.

Uraninit dari Eko dan Rirang telah mengalami kehilangan isotop hasil peluruhan ^{238}U terutama ^{222}Rn dan ^{226}Ra .

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Dr. Ir. Karyono H.S. yang telah memberi ijin untuk mempresentasikan makalah ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. HINTHORNE, JR., ANDERSEN, CA., CONRAD, RL., LOVERING, JF., Single grain $^{207}Pb/^{206}Pb$ and U/Pb age determinations with a 10 μm spatial resolution using the Ion Microprobe Mass Analyzer (IMMA), Chemical Geology, 25 (1979) 271-306.
2. DELOULE, E., ALLERGRE, C., DOE, B., Lead and Sulfur Isotope Microstratigraphy in Galena Crystals from Mississippi Valley-Type Deposits, Economic Geology, 6 (81)(1986) 1307 - 1321.
3. CATHELINEAU, M., BOIRON, M.C., HOLLIGER, P., POTY, B., Metallogenesis of French part of the Variscan Orogen. Part II : Time-space relationships between U, An and Sn- ore deposition and geodynamic events-mineralogical and U- Pb data, Tectonophysics, 177(1990) 59-79.
4. HOLLIGER, P., Ages U-Pb definis in situ sur oxydes d'uranium 'a l'analyseur ionique: methodologie et consequences geochemiques, C.R. Acad Sci Paris, t.307 (II) (1988) 367- 373.
5. STACEY, YS. and KRAMERS, J.D., Approximation of terrestrial lead isotope evaluation : evolution by a two stages model, Earth. Sci.lett., 26 (1975) 207-221.
6. HOLLIGER, P. and CATHELINEAU, M., le chronometre U-Pb en milieu uranifere: application aux gisements hydrothermaux d'uranium lies Spatialement au batholite de Morbagne (Vende France), Chron. Rech .Min., 485 (1986) 33-43.
7. HOLLIGER, P., PAGEL, M; VIRONOR, I., A model for ^{238}U radioactive daughter loss from sedimentary pictblende deposits and the late Permian-Early Triassic depositional U-Pb age of the Mullenbach uranium ore, Chemical Geology (Iso Geos Sect), 80 (1989) 45-53.

DISKUSI

Djoko Wasito:

1. Judul dan kesimpulan kurang relevan
2. Manfaat umur uraninit dan branerit untuk apa?

Djoko Sutarno:

1. Memang ditekankan pada aplikasi pengukuran tersebut untuk menentukan umur.
2. Manfaatnya adalah untuk merekonstruksi/interpretasi geologi, karena sampai saat ini kita masih buta mengenai umur mineralisasi dan umur batuan sampling.

Guntur DS:

Bagaimana saudara bisa menjamin keakuratan data-data analisis saudara, karena dalam analisis menggunakan SIMS bisa terjadi transpor material dari cuplikan ke ruang ionisasi sekunder tidak homogen.

Djoko Sutarno:

Berdasarkan prosedur analisis yang ditetapkan di CEN Grenoble Perancis di mana analisis dilakukan. Prosedur tersebut ditentukan setelah dilakukan ratusan analisis cuplikan standar uraninit yang telah diketahui komposisi isotopnya berdasarkan analisis metoda lain. Tingkat ketelitian adalah 95%.