

PENGEMBANGAN METODE BAKU UJI FISIKOKIMIA PEB U₃Si₂/Al PASCA IRADIASI

Aslina Br. Ginting, Boybul, Yanlinastuti, Arif N, Dian A, Rosika K, Noviarly,
Sutri Indaryati, Iis Haryati

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir

ABSTRAK

Pembakuan metode uji fisikokimia PEB U₃Si₂/Al tingkat muat uranium (TMU) 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi telah dilakukan dengan menyusun beberapa standar operasional prosedur (SOP) dan mempertimbangkan kemungkinan potensi bahaya radiasi dan kontaminasi yang terjadi pada saat pelaksanaan kegiatan dengan menyusun *Hazard Identification Risk Assessment Determining Control* (HIRADC). Pembakuan metode dilakukan berdasarkan ASTM dan hasil penelitian fisikokimia PEB U₃Si₂-Al TMU 2,96 gU/cm³ pasca iradiasi. Pembakuan metode yang telah dipersiapkan adalah metode pemotongan PEB, pelarutan, transfer larutan dari *hotcell* ke R.135, pemisahan hasil fisi isotop ¹³⁴Cs/¹³⁷Cs menggunakan metode penukar kation dan metode pengendapan, pemisahan ²³⁵U dengan ²³⁹Pu menggunakan metode kolom penukar anion, analisis isotop ¹³⁴Cs/¹³⁷Cs, ²³⁵U dan ²³⁹Pu dengan spektrometer- α/γ serta metode perhitungan *burn up*. Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan metode baku uji fisikokimia PEB U₃Si₂/Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi secara radiokimia, sehingga diperoleh nilai *burn up* PEB U₃Si₂/Al TMU 4,8 gU/cm³ yang akurat. Penentuan *burn up* secara radiokimia dilakukan melalui hasil pemisahan dan analisis isotop ¹³⁴Cs/¹³⁷Cs, ²³⁵U dan Pu di dalam PEB U₃Si₂/Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi. Pemisahan isotop ¹³⁴Cs/¹³⁷Cs dilakukan dengan metode penukar kation menggunakan zeolit Lampung dan metode pengendapan CsClO₄. Berat zeolit Lampung yang digunakan dalam metode penukar kation seberat 1000 mg, sedangkan dengan metode pengendapan menggunakan CsNO₃ dengan berat 700 mg dan analisis isotop ¹³⁴Cs/¹³⁷Cs dilakukan dengan menggunakan alat spektrometer- γ . Pemisahan isotop ²³⁵U dan ²³⁹Pu dilakukan dengan metode kolom penukar anion menggunakan resin Dowex 1x8. Efluen U di dalam kolom dielusi menggunakan HNO₃ 8N dan efluen Pu dielusi dengan HCl 0,1N+HF0,036N dan dianalisis menggunakan spektrometer- α . Nilai *burn up* PEB U₃Si₂/Al TMU 4,8 gU/cm³ secara radiokimia yang akan dibandingkan dengan *burn up* yang dihitung menggunakan program *Origen Code* oleh RSG-GAS. Hasil pembakuan metode telah diperoleh 21 (dua puluh satu) buah SOP dan 1 (satu) buah HIRADC yang mengandung identifikasi bahaya dan penilaian resiko. Metode baku yang diperoleh siap digunakan di *hotcell* untuk mengetahui *burn up* bahan bakar PEB U₃Si₂-Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi.

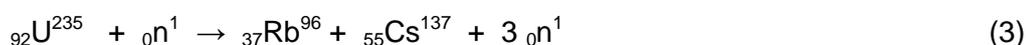
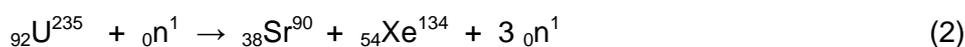
Kata kunci: Isotop ¹³⁷Cs, U, Pu, metode baku, PEB U₃Si₂-Al TMU 4,8 gU/cm³, *burn up*.

PENDAHULUAN

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN) mempunyai tugas untuk melaksanakan pengembangan teknologi bahan bakar nuklir menyelenggarakan fungsi pengujian radiometalurgi, analisis fisika kimia dan teknik uji pasca iradiasi^[1]. Berdasarkan tugas dan fungsinya serta seiring dengan berjalannya penelitian dan pengembangan (litbang) bahan bakar nuklir jenis reaktor riset, PTBBN-BATAN telah melakukan beberapa penelitian antara lain adalah teknik uji pasca iradiasi atau PIE (*Post Irradiation Examination*) terhadap pelat elemen bakar (PEB) U₃Si₂-Al). Pengujian PIE terkait dengan kegiatan pengembangan metode baku uji fisikokimia PEB U₃Si₂/Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi adalah penentuan *burn up* atau derajat bakar mutlak.

Salah satu parameter PIE (*Post Irradiation Examination*) yang penting diketahui untuk mempelajari unjuk kerja bahan bakar selama diiradiasi di dalam reaktor adalah *burn up* atau fraksi bakar. *Burn up* bahan bakar yang diizinkan oleh Badan Pengawas Tenaga Nuklir Nasional (BAPETEN) maupun *International Atomic Energy Agency* untuk pengoperasian RSG-GAS di Serpong adalah 56%. Setelah diiradiasi di reaktor dengan *burn up* tertentu pelat elemen bakar (PEB) U_3Si_2-Al pasca iradiasi tersebut mengalami pendinginan di dalam kolam *fuel storage* selama minimum 100 hari, selanjutnya dikirim ke *hotcell* IRM-PTBBN-BATAN untuk dilakukan pengujian PIE, diantaranya adalah penentuan *burn up*. Analisis *burn up* dilakukan di dalam *hotcell* menggunakan metode merusak secara radiokimia. Tujuan penentuan *burn up* bahan bakar PEB U_3Si_2-Al pasca iradiasi adalah untuk mengetahui besar kandungan isotop ^{235}U yang terbakar atau isotop ^{235}U sisa untuk selanjutnya dibandingkan dengan besar *burn up* yang telah dihitung menggunakan program *Origen Code* oleh RSG-GAS^[1].

Peningkatan distribusi temperatur di dalam bahan bakar rata-rata sebesar $120^{\circ}C$ menjadi $170^{\circ}C$, kadangkala menyebabkan terjadinya *hot spot* pada posisi tertentu di dalam bahan bakar^[2]. Peningkatan distribusi temperatur disebabkan oleh radiasi yang berkorelasi dengan lamanya bahan bakar di dalam reaktor dengan *burn up* tertentu, sehingga menyebabkan kandungan hasil fisi dan unsur bermassa berat (*heavy element*, HE) meningkat. Fenomena ini biasa dikenal dengan reaksi fisi ^{235}U dengan neutron dengan *burn up* tertentu. *Burn up* merupakan persentase atau fraksi atom fisi ^{235}U yang terbakar (%) yang dihasilkan dari proses reaksi fisi ^{235}U dengan neutron, walaupun pada kenyataannya bahwa di dalam reaktor tidak hanya terjadi reaksi fisi dari ^{235}U saja, namun juga dari reaksi ^{238}U fertile yang dapat menghasilkan ^{239}Pu yang selanjutnya mengalami reaksi fisi. Hasil reaksi fisi utama dari ^{235}U dengan neutron adalah ^{90}Sr dan ^{137}Cs ^[3,4]



sedangkan melalui reaksi aktivasi ^{238}U dengan menangkap neutron termal (energi neutron termal 0,025 eV) akan mengalami reaksi fertile



PEB U_3Si_2-Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi mengandung beberapa hasil fisi seperti isotop ^{137}Cs , ^{144}Ba , dan ^{90}Sr dan unsur bermassa berat (HE= *heavy element*) diantaranya adalah isotop U (^{238}U , ^{235}U , ^{234}U , ^{236}U) dan Pu (^{239}Pu , ^{238}Pu). Isotop ^{144}Ba adalah isotop hasil fisi yang masih dapat meluruh dan menghasilkan isotop lain sebagai hasil fisi yang lebih stabil yaitu ^{90}Sr dan ^{137}Cs ^[5]. Hasil fisi yang digunakan dalam menghitung *burn-up* PEB U_3Si_2-Al pasca iradiasi TMU $4,8 \text{ g U/cm}^3$ adalah jumlah isotop

^{235}U yang terbakar menjadi beberapa hasil fisi (salah satunya adalah isotop ^{137}Cs) serta ^{235}U sisa yang akan dibandingkan dengan jumlah ^{235}U awal. Di beberapa negara di dunia perhitungan *burn up* secara radiokimia dilakukan oleh para peneliti bahan bakar menggunakan beberapa isotop hasil fisi sebagai monitor *burn up*. Di Korea menggunakan isotop Nd, U dan Pu sebagai monitor *burn up*, di Chili menggunakan isotop ^{95}Zr dan di India maupun Amerika menggunakan isotop Cs, U dan Pu sebagai monitor *burn up*^{6,7,8}. BATAN-Indonesia akan menggunakan isotop Cs, U dan Pu (waktu paruh isotop ^{137}Cs = 30,17 tahun dan isotop U, (^{234}U = $2,45 \cdot 10^5$ tahun, ^{235}U = $7,04 \cdot 10^8$ dan ^{238}U = $4,48 \cdot 10^9$ tahun, dan isotop ^{239}Pu = $2,41 \times 10^4$ tahun) untuk perhitungan *burn up* bahan bakar PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi. Hal ini sesuai dengan yang pernah dilakukan terhadap penentuan *burn up* PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$ yang didukung oleh beberapa pustaka dan ASTM^{9,10}.

Dalam melakukan perhitungan *burn up* PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ data isotop yang harus diketahui adalah isotop ^{235}U awal dan ^{235}U sisa, sehingga diperoleh fraksi isotop ^{235}U yang terbakar. Penentuan isotop ^{235}U yang terbakar dapat diketahui dari kandungan isotop ^{137}Cs , ^{239}Pu dan ^{238}Pu yang terbentuk dari reaksi fisi ^{235}U dengan neutron maupun reaksi fertil dari ^{238}U . Untuk menentukan isotop hasil fisi dapat dilakukan dengan menggunakan spektrometer massa, namun karena PTBBN-BATAN belum memiliki alat tersebut, maka untuk menentukan komposisi isotop hasil reaksi fisi maupun reaksi fertil sebagai pemancar radiasi α dan γ harus dilakukan pemisahan terlebih dahulu, untuk selanjutnya dapat dianalisis dengan menggunakan alat spektrometer- α ataupun spektrometer- γ ¹¹. Kandungan isotop ^{137}Cs , ^{235}U dan ^{239}Pu selanjutnya digunakan untuk perhitungan *burn up*. *Burn up* merupakan ratio atau perbandingan kandungan ^{235}U yang terbakar (U_i) dengan kandungan ^{235}U mula-mula (U_o). Perhitungan *burn-up* umumnya dinyatakan sebagai prosentasi atau fraksi atom fisi ^{235}U yang terbakar (%) atau dalam satuan energi (MWD=*mega watt day*), walaupun pada kenyataannya bahwa di dalam reaktor tidak hanya terjadi reaksi fisi dari ^{235}U saja, tetapi juga dari reaksi fertil ^{238}U yang dapat menghasilkan ^{239}Pu yang mengalami reaksi fisi.

Tujuan analisis *burn up* secara radiokimia

Tujuan penentuan *burn up* bahan bakar PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi secara radiokimia adalah untuk mengetahui besar kandungan isotop ^{235}U yang terbakar atau isotop ^{235}U sisa untuk selanjutnya dibandingkan dengan besar *burn up* yang telah dihitung menggunakan program *Origen Code* oleh RSG-GAS. *Burn up* bahan bakar yang diizinkan oleh Badan Pengawas Tenaga Nuklir Nasional (BAPETEN) maupun

International Atomic Energy Agency untuk pengoperasian RSG-GAS di Serpong adalah 56%. Besaran *burn up* di reaktor dihitung menggunakan *software* Origen Code, sedangkan penentuan *burn up* mutlak PEB U_3Si_2 -Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi dilakukan dengan cara merusak secara radiokimia. Hasil perhitungan *burn up* mutlak secara radiokimia PEB U_3Si_2 -Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi digunakan untuk mempelajari unjuk kerja bahan bakar selama diradiasi di dalam reaktor dan sekaligus bertujuan untuk membuktikan apakah besar *burn up* yang dihitung dengan *software* Origen Code sama dengan *burn up* dengan cara merusak.

Untuk mendapatkan nilai *burn up* yang akurat, maka sebelum menentukan kandungan isotop dalam PEB U_3Si_2 -Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi maka dilakukan pembakuan metode uji fisikokimia PEB U_3Si_2 -Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi dengan menyusun beberapa SOP (Standar Operasional Prosedur) dan mempertimbangkan kemungkinan potensi bahaya radiasi dan kontaminasi yang terjadi pada saat pelaksanaan kegiatan dengan menyusun HIRADC (*Hazard Identification Risk Assesment Determining Control*).

METODOLOGI

Pembakuan metode uji fisikokimia PEB U_3Si_2 -Al TMU 4,8gU/cm³ pasca iradiasi untuk penentuan *burn up* pelaksanaan penelitian diawali dengan beberapa tahapan kegiatan antara lain:

Pembuatan standar operasional prosedur (SOP)

Penanganan bahaya radiasi sebagai persyaratan bekerja pada zona daerah radiasi di laboratorium IRM terlebih dahulu harus membuat beberapa SOP antara lain: SOP pelarutan, SOP transfer, SOP pemisahan isotop ¹³⁷Cs di dalam PEB U_3Si_2 -Al pasca iradiasi dengan metode penukar kation dan SOP metode pengendapan, SOP pemisahan ²³⁵U dan ²³⁹Pu menggunakan kolom penukar anion, SOP proses elektrodeposisi, SOP pengujian ¹³⁷Cs dengan Spektrometer- γ , SOP pengujian ²³⁵U dan ²³⁹Pu dengan Spektrometer- α serta SOP perhitungan *burn up*. Disamping membuat SOP, sebelum melaksanakan penelitian, harus dipertimbangkan kemungkinan potensi bahaya radiasi dan kontaminasi yang terjadi dalam pelaksanaan kegiatan dengan menyusun HIRADC (*Hazard Identification Risk Assesment Determining Control*) yang diketahui dan disahkan oleh bidang keselamatan (BK) PTBBN serta penggunaan APD (alat pelindung diri) yang sesuai dengan besarnya paparan radiasi yang akan ditangani.

Setelah dilakukan pembuatan SOP dan HIRADC selanjutnya dilakukan validasi metode antara lain penentuan *recovery* pemisahan ¹³⁷Cs, ²³⁵U dan ²⁴²Pu, optimasi parameter, preparasi sampel PEB U_3Si_2 -Al TMU 4,8gU/cm³, pemisahan ¹³⁷Cs, ²³⁵U dan

^{239}Pu dan pengukuran isotop menggunakan spektrometer- α /. Kandungan isotop ^{137}Cs , ^{235}U dan ^{239}Pu di dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi digunakan untuk menghitung *burn up* mutlak dari bahan bakar tersebut. Penentuan *burn up* dilakukan terhadap PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi potongan bagian atas, bagian tengah dan bagian bawah. Untuk mendapatkan hasil *burn up* yang akurat maka pelaksanaan kegiatan diawali dengan langkah-langkah sebagai berikut :

Validasi metode pemisahan standar isotop ^{137}Cs , ^{235}U dan ^{242}Pu

Validasi metode pemisahan isotop ^{137}Cs dilakukan dengan menggunakan sampel standar SRM 4233E isotop ^{137}Cs dari NIST (*National Institute of Standards Technology*). Hasil validasi metode diperoleh *recovery* pemisahan, SD dan presisi. Sementara itu, validasi metode untuk pemisahan isotop ^{235}U dilakukan metode kolom penukar anion menggunakan standar U_3O_8 20% yang mengandung isotop ($^{235}\text{U}=19,11\%$, $^{234}\text{U}=0,123\%$, $^{238}\text{U}=79,85\%$ dan $^{236}\text{U}=0,21\%$) dan untuk isotop ^{239}Pu dilakukan dengan menggunakan standar isotop ^{242}Pu .

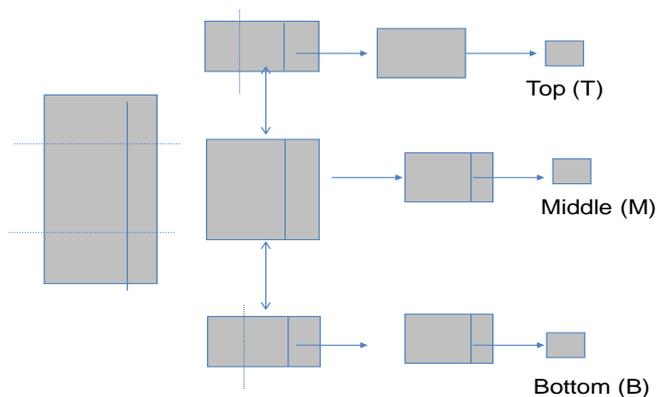
Validasi metode pemisahan isotop ^{137}Cs dilakukan dengan mengukur aktivitas standar ^{137}Cs sebanyak 50 μL dalam 2mL larutan pengembang HCl 0,1N dengan penambahan zeolit Lampung sebanyak 1 g. Larutan standar ^{137}Cs NIST dipipet sebanyak 50 μL dan masing-masing dimasukkan ke dalam 3 (tiga) buah vial yang telah diberi label. Ke dalam masing-masing vial tersebut ditambahkan zeolit Lampung seberat 1000 mg dan selanjutnya dilakukan proses penukar kation dengan pengocokan selama 1 jam menggunakan *shaker* dengan kecepatan 1000 rpm dan dibiarkan selama 24 jam. Hasil proses penukar kation menunjukkan terjadinya pemisahan antara isotop ^{137}Cs yang terikat dengan zeolit dalam bentuk padatan ^{137}Cs -zeolit sebagai fasa padat dengan unsur pengotor dalam fasa cair. Padatan ^{137}Cs -zeolit dalam padatan kemudian diukur kandungan isotop ^{137}Cs menggunakan Spektrometri- γ dengan 5 (lima) kali pengulangan. Hasil pengukuran berupa spektrum dalam cacahan per second (cps) dievaluasi, sehingga diperoleh *recovery* proses pemisahan, SD dan presisi pengukuran. Besar *recovery* merupakan perbandingan kandungan isotop standar ^{137}Cs dari sertifikat dengan kandungan isotop ^{137}Cs dari pengukuran^[12].

Sementara itu, penentuan *recovery* isotop ^{235}U dilakukan pengukuran standar U_3O_8 20% yang mengandung isotop ^{235}U sebesar 19,11% dan *recovery* isotop ^{239}Pu dilakukan dengan pengukuran standar ^{242}Pu . Standar isotop ^{235}U dipipet sebanyak 300 μL dan ^{242}Pu dipipet sebanyak 50 μL dengan kandungan ^{242}Pu sebesar 0,00106 μg . Standar isotop ^{235}U dan ^{242}Pu masing-masing dilewatkan ke dalam kolom yang telah berisi resin Dowex dengan berat 1,2 g. Efluen ^{242}Pu dan ^{235}U yang keluar dari

kolom selanjutnya dikenakan proses elektrodeposisi. Kandungan isotop ^{242}Pu dan ^{235}U selanjutnya dianalisis menggunakan spektrometer- α , sehingga diperoleh besar *recovery* pemisahan isotop ^{242}Pu dan ^{235}U . Hasil optimasi *recovery* ini digunakan untuk perhitungan kandungan isotop ^{137}Cs , ^{235}U maupun isotop ^{239}Pu hasil pemisahan dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$.

Pemotongan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi

Pemotongan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi didasarkan kepada hasil distribusi hasil fisi yang ditentukan menggunakan *Gamma Scanning*. Penentuan distribusi hasil fisi dilakukan dengan 3 (tiga) posisi yaitu *bottom*, *middle* dan *top* bahan bakar^[13]. Setelah diketahui distribusi hasil fisi pada masing-masing posisi PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$, selanjutnya dilakukan pemotongan sampel dengan dimensi $10 \times 10 \times 1,37 \text{ mm}^3$ menggunakan *microcutter* pada bagian *bottom* (10 cm dari bawah), *middle* (30 cm dari bawah) dan *top* (10 cm dari atas) bahan bakar di *hotcell*, HC 103. Potongan sampel dengan dimensi $10 \times 10 \times 1,37 \text{ mm}^3$ dari *hotcell*, HC 103 dikirim ke HC 104 untuk dipotong kembali menjadi dimensi $3 \times 3 \times 1,37 \text{ mm}^3$ menggunakan *diamond cutting*. Potongan sampel PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ dengan dimensi $3 \times 3 \times 1,37 \text{ mm}^3$ siap digunakan untuk uji metallografi, mekanik maupun sampel uji *burn up* secara radiokimia seperti yang terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pemotongan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Bagian *Top, Middle, Bottom*

Pelarutan sampel PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi

Preparasi sampel yang dilakukan adalah proses penimbangan, pelarutan dan pengenceran. Potongan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ bagian atas (TOP), tengah (MIDDLE) dan bagian bawah (BOTTOM) yang diberi kode T, M dan B ditimbang dengan berat tertentu. Proses

pelarutan dilakukan dengan penambahan HCl 6N dan HNO₃ 6N dalam labu ukur 25 mL dengan 2 (dua) tahap^[14]. Pelarutan tahap pertama adalah pelarutan kelongsong AlMg₂ dan matrik Al, sedangkan pelarutan berikutnya adalah pelarutan serbuk bahan bakar U₃Si₂. Reaksi kimia untuk melarutkan kelongsong dan matrik bahan bakar menggunakan HCl 6N dengan reaksi sbb:



Sementara itu, reaksi kimia untuk melarutkan serbuk bahan bakar U₃Si₂ dilakukan dengan menggunakan HNO₃ 6N dengan reaksi sbb:



Hasil pelarutan PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi diperoleh larutan dengan volume pengenceran hingga 25 mL.

Pencuplikan sampel sebanyak 1 mL

Dalam usaha untuk menghindari potensi bahaya paparan radiasi tinggi terhadap pekerja radiasi, maka dilakukan pencuplikan sampel larutan PEB dari volume 25 mL sebanyak 1 mL secara triplo (masing-masing bagian Top, Middle dan Bottom) dan dimasukkan ke dalam vial yang telah diberi kode T1, M1 dan B1. Larutan PEB U₃Si₂-Al masing-masing 1 mL tersebut ditransfer dari *hotcell* ke R.135 (laboratorium aktivitas sedang), sebelum cuplikan dibawa keluar dari *hotcell* terlebih dahulu harus dilakukan pengukuran paparan radiasi dipermukaan vial menggunakan surveymeter radiasi gamma. Bila paparan radiasi <150 µSv/jam, maka cuplikan larutan PEB U₃Si₂-Al dapat dimasukkan ke dalam can Pb untuk dibawa ke R.135. Larutan PEB U₃Si₂-Al sebanyak 1 mL dengan kode T1, M1 dan B1 masing-masing diencerkan menjadi 10 mL, kemudian untuk analisis dilakukan pemipetan sebanyak sebanyak 150 µL untuk selanjutnya dilakukan pemisahan. Besarnya paparan radiasi dari cuplikan setiap saat harus diukur untuk mengetahui lama waktu bekerja.

Pemisahan isotop ¹³⁷Cs dari hasil fisi lainnya menggunakan zeolit Lampung

Ke dalam vial yang telah berisi larutan PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi sebanyak 150 µL atau 0,1554 gr larutan dengan kode T1, M1 dan B1 masing-masing ditambahkan larutan HCl 0,1 M sebagai pengemban sebanyak 2 mL atau 2,088 g larutan dan langsung dicacah menggunakan spektrometer-γ. Tujuan pengukuran langsung ini adalah untuk mengetahui *recovery* proses pemisahan isotop ¹³⁷Cs larutan PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi dengan metode penukar kation menggunakan zeolit Lampung. Setelah selesai dicacah selanjutnya ke dalam masing-masing vial tersebut ditambahkan zeolit Lampung seberat 1000 mg, dan dilakukan proses penukar kation dengan pengocokan selama 1 jam

menggunakan *shaker* dengan kecepatan 1000 rpm, setelah selesai didiamkan selama 24 jam. Hasil proses penukar kation menunjukkan terjadinya pemisahan antara padatan $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ -zeolit sebagai fasa padat dengan isotop U, Pu dalam fasa cair. Padatan ^{137}Cs -zeolit hasil proses penukar kation dipisahkan dari larutan supernatan dengan cara dipipet larutan supernatannya, kemudian paduan $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ -zeolit keringkan dan ditimbang dan untuk mengetahui kandungan isotop $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ dilakukan pengukuran menggunakan spektrometer gamma pada energi 661 keV dengan waktu cacah 500 detik pada jarak 16 cm dari detektor. Larutan supernatan yang mengandung isotop U dan Pu, selanjutnya dianalisis dengan metode penukar anion.

Pemisahan isotop ^{137}Cs dari hasil fisi lainnya menggunakan metode pengendapan

Pemungutan isotop ^{137}Cs menggunakan metode pengendapan mengikuti metode valid ASTM E 320-79 dan ASTM E 692-00^[7,8]. Metode pengendapan dilakukan dengan cara memipet larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi dipipet sebanyak 150 μL dan masing-masing di masukkan ke dalam 3 (tiga) buah vial yang telah diberi label (triplo). Ke dalam masing-masing vial tersebut kemudian ditambahkan serbuk CsNO_3 dengan berat 1000 mg. Penambahan serbuk CsNO_3 hingga diperoleh kandungan isotop $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ di dalam supernatan kecil dan stabil. Proses pengendapan dilakukan sama dengan perlakuan terhadap sampel standar yaitu dengan penambahan HClO_4 sebanyak 4 ml di dalam pengangas es pada temperatur 0°C dan didiamkan selama 1 jam. Hasil proses pengendapan menunjukkan terjadinya pemisahan antara endapan $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{CsClO}_4$ sebagai fasa padat dengan isotop lainnya dalam fasa cair atau supernatan. Hasil pemisahan berupa endapan $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{CsClO}_4$, kemudian dikeringkan dan ditimbang, selanjutnya untuk mengetahui kandungan isotop ^{137}Cs dilakukan pengukuran menggunakan spektrometer- γ dengan waktu cacah 500 detik pada jarak detektor dengan sampel 16 cm. Untuk mengetahui kandungan isotop ^{137}Cs yang tidak terendapkan maka dilakukan pengukuran isotop $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ yang ada di dalam supernatan menggunakan spektrometer- γ dengan waktu cacah 20000 detik. Hasil pemisahan isotop $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ dengan metode pengendapan akan dibandingkan dengan metode pengukuran langsung (tanpa pemisahan) sehingga diketahui besar pemungutan isotop ^{137}Cs dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi.

Pemisahan isotop Pu dalam supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ dengan kolom penukar anion menggunakan resin Dowex 1x8

Pemisahan isotop Pu dan U di dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi dilakukan menggunakan metode kolom penukar anion dengan penambahan resin

DOWEX 1x8^[15]. Supernatan sebanyak 100 μL dipanaskan sampai kering, kemudian dilarutkan lagi dengan HNO_3 8M, kemudian dipanaskan sampai kering, dilarutkan dengan 8 mL HNO_3 3M dan ditambah 1 tetes 0,1M FeSO_4 , kemudian diaduk dan ditambah 3 mL HNO_3 16M, sehingga konsentrasi HNO_3 dalam larutan tersebut dibuat menjadi 8M. Larutan umpam 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 dengan berat 1,2 g dan telah terkondisikan dengan ion NO_3^- . Isotop Pu terikat di resin dan isotop uranium 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 Pu yang keluar dari kolom ditampung dalam gelas beker, kemudian dipanaskan sampai kering dan ditambah dengan 1 mL HNO_3 pekat dan dipanaskan lagi sampai kering, selanjutnya efluent isotop Pu dikenakan proses elektrodeposisi sebelum dilakukan pengukuran dengan spektrometer alpha.

Larutan efluen isotop U hasil pemisahan dari isotop Pu, selanjutnya dipanaskan sampai kering, 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 gr resin DOWEX 1x8 dalam bentuk $^- \text{Cl}$. 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. 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 .

Pemisahan isotop U di dalam supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ dengan metode penukar anion menggunakan resin Dowex 1x8

Pemisahan isotop U dan Pu yang terdapat di dalam supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi dilakukan menggunakan metode kolom penukar anion dengan resin DOWEX 1x8- NO_3 . Isotop Pu terikat dengan resin, sedangkan isotop U keluar dari kolom sebagai efluen. Isotop Pu yang terikat di resin dielusi menggunakan HCl 0,036 N encer dan HF 0,1 N sehingga keluar dari kolom sebagai efluen Pu. Efluent U dan Pu dikenakan proses elektrodeposisi^[16], kemudian diukur aktivitasnya menggunakan spektrometer- α dengan waktu cacah 20000 detik. Hasil pengukuran dengan spektrometer- α diperoleh

berupa cacahan per detik (cps) yang selanjutnya diestimasi menjadi besaran berat isotop Pu maupun U.

Proses elektrodeposisi hasil pemisahan dengan resin penukar anion

Larutan efluen Pu dan U yang sudah kering ditambah larutan elektrolit NH_4HSO_4 1M dengan pH 3,5 sebanyak 20 mL untuk Pu dan 10 mL untuk U^[16]. Tuangkan larutan tersebut ke dalam sel elektrodeposisi 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 1,4 A untuk Pu dan 1,2 A untuk U. Pengorasan peralatan proses elektrodeposisi berlangsung selama 2,5 jam untuk Pu dan selama 2 jam untuk U, setelah itu tambahkan 1 mL NH_4OH pekat ke dalam sel dan diamkan selama 5 menit. Buang larutan elektrolit ke dalam botol limbah dan cuci sel elektrodeposisi dengan NH_4OH 0,1M. Keluarkan planset dari sel kemudian dibilas dengan NH_4OH 0,1M dan alkohol, selanjutnya planset dikeringkan. Pengukuran kandungan isotop Pu dan U dilakukan menggunakan spektrometer- α dengan waktu cacah 20000 detik sehingga diperoleh hasil berupa cacahan per detik (cps) yang selanjutnya diestimasi menjadi besaran berat isotop Pu dan U.

Perhitungan *Burn up* mutlak PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU 2,96 gU/cm^3 pasca iradiasi.

Kandungan isotop-isotop di dalam 150 μL larutan bahan bakar PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ kemudian dikonversikan terhadap berat PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ dengan kode T1, M1 dan B1 di dalam 25 mL, sehingga diperoleh berat (jumlah) isotop ^{137}Cs maupun U dalam berat tertentu di dalam sampel PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi. Dalam perhitungan *burn up* bahan bakar yang harus diketahui adalah kandungan isotop ^{235}U mula-mula (U_0), ^{235}U sisa atau isotop ^{235}U yang terbakar (U_i) menjadi isotop $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ atau $^{238}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ secara kuantitatif. Kandungan isotop ini, selanjutnya digunakan untuk perhitungan *burn up* dengan rumusan^[17]:

$$BU = \frac{U_0 - U_i}{U_0} \times 100\%$$

dengan:

BU : *Burn up*

U_0 : Jumlah atom ^{235}U awal

U_i : Jumlah atom ^{235}U yang tersisa atau

U_i ; Jumlah atom ^{235}U awal – jumlah atom ^{235}U yang terbakar atau membelah menjadi $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$ dan $^{238}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$

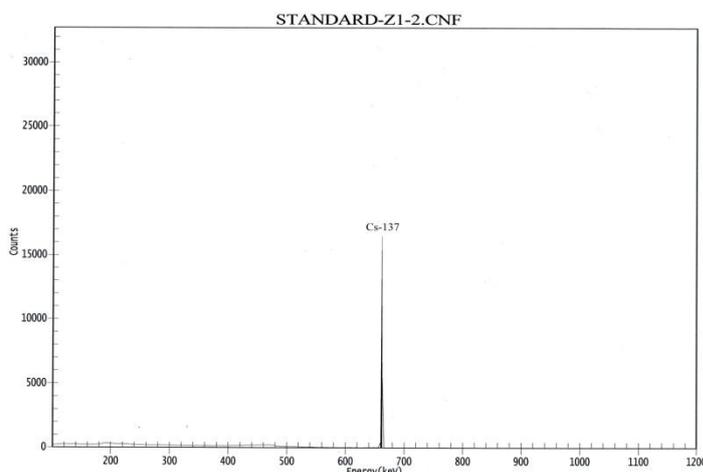
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan standar operasi prosedur (SOP)

Hasil kegiatan pembakuan metode uji fisikokimia PEB U_3Si_2/Al TMU $4,8\text{ gU/cm}^3$ variasi *burn up* 20, 40 dan 60 telah diperoleh 21 (dua puluh satu) buah SOP dan 1(satu) buah HIRADC yang terdiri dari Identifikasi Bahaya dan Penilaian Resiko Keselamatan seperti yang ditunjukkan Tabel 1 pada Lampiran.

Validasi Metode pemisahan standar isotop ^{137}Cs , ^{235}U dan ^{242}Pu

Hasil cacahan penentuan *recovery* standar $50\ \mu\text{L}$ isotop ^{137}Cs SRM 4233E, padatan ^{137}Cs -zeolit dan endapan $^{137}CsClO_4$ diperoleh spektrum isotop ^{137}Cs pada energi 661,45 keV seperti yang terlihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum isotop standar isotop ^{137}Cs SRM 4233E

Dari data pengulangan pengukuran atau *reproducibility* diperoleh presisi pengukuran sebesar 0,778 % dengan SD sebesar 0,126 dan besarnya *recovery* masing-masing metode seperti yang tercantum pada Tabel 2.

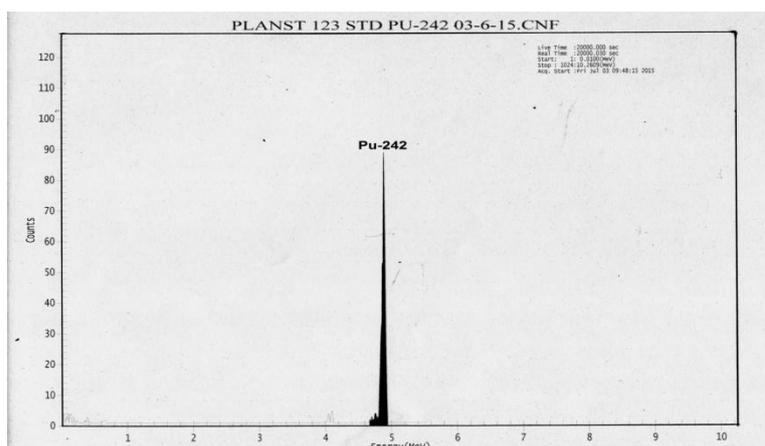
Tabel 2. Hasil analisis penentuan *recovery* analisis standar SRM isotop ^{137}Cs

Sampel	Kandungan ^{137}Cs sertifikat (μg)	Kandungan ^{137}Cs pengukuran (μg)	<i>Recovery</i> , %
Larutan ^{137}Cs NIST	0,0037847	0,00376	99,23
Padatan ^{137}Cs -zeolit	0,0037847	0,00375	99,03
Endapan $^{137}CsClO_4$	0,0037847	0,00373	98,01

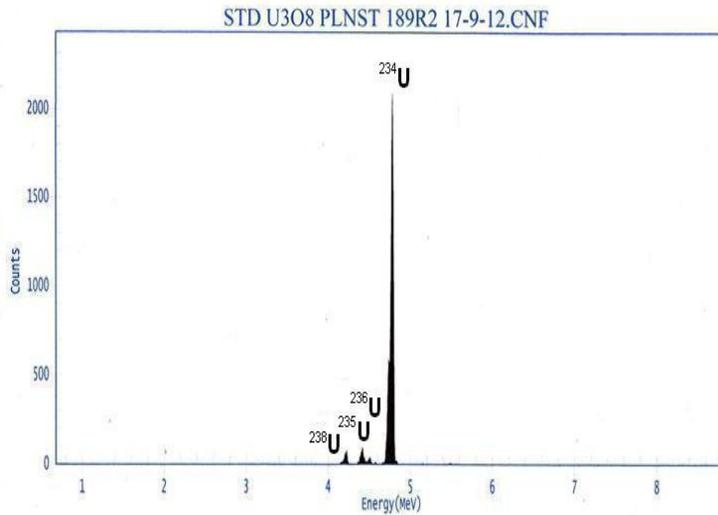
Besarnya *recovery*, SD dan presisi menunjukkan bahwa metode penukar kation dan metode pengendapan yang digunakan dalam pemisahan isotop ^{137}Cs telah valid,

sehingga metode ini dapat digunakan untuk pemisahan isotop ^{137}Cs yang terkandung di dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi. Tabel 2 menunjukkan bahwa *recovery* analisis untuk sampel larutan $50 \mu\text{L}$ SRM 4233E dalam $2 \text{ mL HCl } 0,1\text{M}$ diperoleh sebesar $99,23 \%$. Hasil *recovery* ini dibandingkan dengan dengan *recovery* padatan ^{137}Cs -zeolit yang diperoleh sebesar $99,03 \%$ dan *recovery* endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ yang diperoleh sebesar $98,01 \%$. Hal ini menunjukkan bahwa metode pemisahan penukar kation dan metode pengendapan mampu menyerap isotop ^{137}Cs hingga 98% . Besaran *recovery* ini digunakan sebagai faktor koreksi untuk penentuan kandungan isotop ^{137}Cs dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi dengan metode yang sama.

Hasil validasi metode pemisahan isotop ^{235}U dan ^{242}Pu dengan metode kolom penukar anion diperoleh kandungan isotop ^{242}Pu dalam $50 \mu\text{L}$ sebesar $0,00069 \mu\text{g}$ dengan aktivitas $0,1003 \text{ Bq}$, sedangkan nilai dari sertifikat kandungan isotop ^{242}Pu didalam $50 \mu\text{L}$ standar ^{242}Pu sebesar $0,00106 \mu\text{g}$ dengan aktivitas $0,154 \text{ Bq}$. Perbandingan kandungan isotop ^{242}Pu dari hasil pengukuran dengan sertifikat diperoleh *recovery* analisis didapatkan sebesar $65,11 \%$. Sementara itu, hasil validasi metode pemisahan isotop isotop ^{235}U dengan metode kolom penukar anion diperoleh *recovery* sebesar $63,71\%$. Hasil ini menunjukkan bahwa proses pemisahan isotop ^{242}Pu maupun ^{235}U menggunakan kolom penukar ion belum diperoleh hasil yang maksimal, karena diperoleh *recovery* analisis hanya sebesar $65,11 \%$ untuk isotop ^{242}Pu dan $63,71\%$ untuk isotop ^{235}U seperti terlihat pada Gambar 3 dan 4 serta Tabel 3.



Gambar 3 . Spektrum standar isotop ^{242}Pu



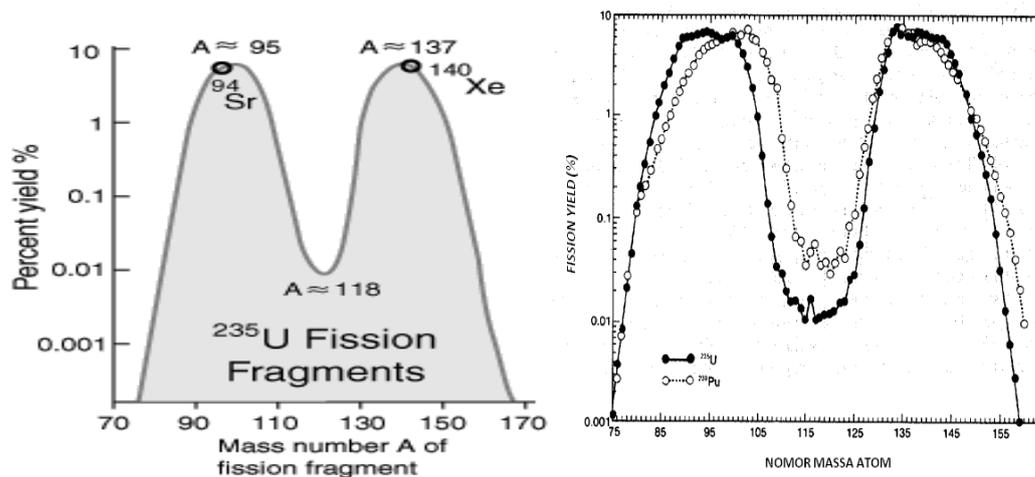
Gambar 4 . Spektrum standar U₃O₈ (isotop ²³⁸U, ²³⁵U , ²³⁶U dan ²³⁴U)

Tabel 3. Hasil analisis standar isotop ²⁴²Pu dan ²³⁵U secara kolom penukar ion

Isotop	Cps	Aktivitas (Bq)	N, jumlah atom ²⁴² Pu	Kandungan isotop Sertifikat (µg)	Kandungan isotop pengukuran (µg)	Recovery (%)
²⁴² Pu	0,0285	0,1003	1.72 E+12	0,0011	0,00069	65,11
²³⁵ U	0,0442	0,2032	6.51 E+15	3,9888	2,5413	63,71

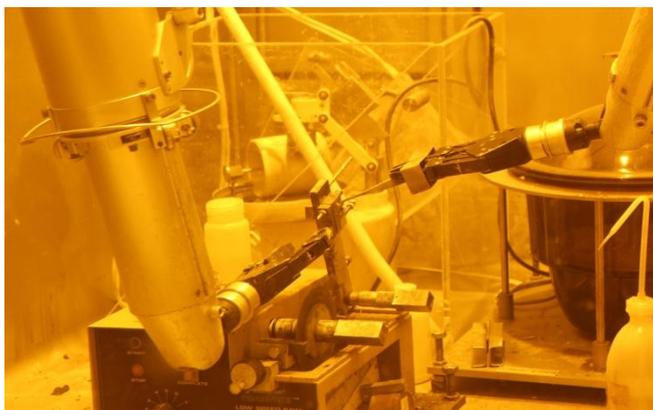
Pemotongan PEB U₃Si₂-Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi

Hasil pemotongan PEB U₃Si₂-Al TMU 4,8 gU/cm³ pasca iradiasi didasarkan kepada distribusi hasil fisi PEB U₃Si₂-Al TMU 4,8 gU/cm³ , sedangkan distribusi hasil fisi didasarkan kepada proses terjadinya reaksi fisi antara ²³⁵U dengan neutron di dalam reaktor yang menghasilkan beberapa hasil fisi dengan *fission yield* tertentu^[13,14] seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Proses reaksi fisi ²³⁵U terjadi dengan pola distribusi massa yang tidak sama, sehingga plot *fission yield* (%) dengan nomor massa menghasilkan dua bentuk kurva. Kurva pertama menunjukkan distribusi massa dari isotop – isotop dengan nomor massa antara 90 sampai dengan 100 dan kurva ke dua distribusi massa isotop dengan nomor massa 130 sampai dengan 140. Fenomena ini penting untuk mengetahui isotop – isotop yang memiliki *fission yied* relatif tinggi sebagai salah satu bahan pertimbangan dalam penentuan *burn up*.



Gambar 5. Distribusi massa hasil fisi ^{235}U dan ^{239}Pu dengan netron termal

Gambar 5 menunjukkan bahwa isotop Cs yang mempunyai nomor massa 137 memiliki *fission yield* sekitar 6,2%, relatif lebih tinggi dari isotop lainnya sesama pemancar radiasi- γ . Hal ini berarti bahwa setiap 100 x reaksi fisi akan menghasilkan kurang lebih 6 atom ^{137}Cs . Fenomena ini menunjukkan bahwa di dalam bahan bakar pasca iradiasi kandungan isotop ^{137}Cs sebagai pemancar sinar- γ lebih dominan dari pada isotop hasil fisi pemancar sinar- γ lainnya. Untuk mengetahui jenis isotop yang terdapat di dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi, dilakukan pengukuran distribusi hasil fisi menggunakan *Gamma Scanning* secara tidak merusak. Hasil analisis distribusi hasil fisi pada 3 (tiga) posisi *bottom*, *middle* dan *top* PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ dipotong menggunakan *microcutter*. Pemotongan dengan dimensi $10 \times 10 \times 1,37 \text{ mm}^3$ dilakukan di HC 103, kemudian dikirim ke HC 104 untuk dipotong kembali menjadi dimensi $3 \times 3 \times 1,37 \text{ mm}^3$ menggunakan *diamond cutting* seperti yang terlihat pada Gambar 6 dan 7.



Gambar 6. Proses pemotongan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{/Al}$ pada bagian *Top*



Gambar 7. Potongan PEB U_3Si_2/Al bagian *Top*, *Middle* dan *Bottom*

Pelarutan PEB U_3Si_2-Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi

Hasil pelarutan potongan PEB U_3Si_2-Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ dengan dimensi $3 \times 3 \times 1,37 \text{ mm}^3$ diperoleh larutan uranium diuranat yang mengandung hasil fisi dan unsur-unsur bermassa berat. Proses pelarutan PEB U_3Si_2-Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pada 3 (tiga) posisi yaitu *bottom*, *middle* dan *top* ditunjukkan pada Gambar 8.



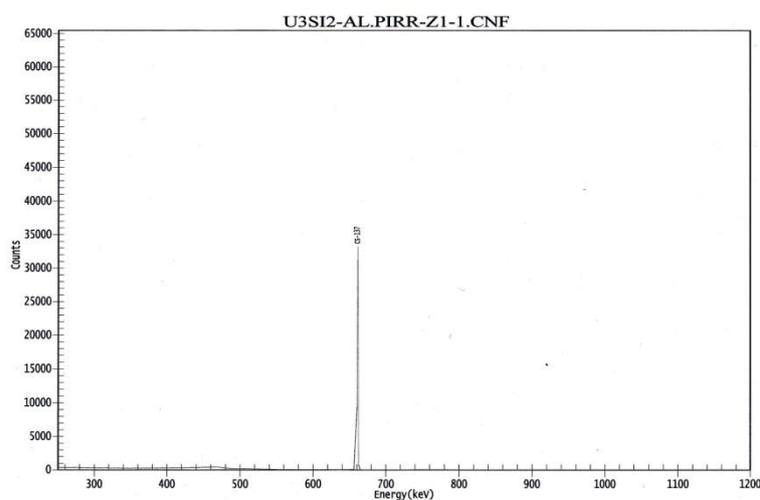
Gambar 8. Pelarutan PEB U_3Si_2/Al TM Larutan PEB U_3Si_2-Al TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$

Larutan uranium diuranat selanjutnya siap dilakukan pemisahan isotop ^{137}Cs , ^{235}U maupun ^{239}Pu yang terkandung di dalam larutan bahan bakar PEB U_3Si_2/Al . U $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi.

Pemisahan ^{137}Cs dalam larutan PEB U_3Si_2-Al pasca iradiasi

Hasil pemisahan isotop ^{137}Cs menggunakan metode penukar kation dengan penambahan zeolit Lampung seberat 1000 mg diperoleh ^{137}Cs yang terikat dalam bentuk padatan ^{137}Cs -zeolit dan isotop lainnya dalam fasa cair (supernatan), sedangkan dengan

metode pengendapan diperoleh ^{137}Cs yang terikat dalam bentuk endapan $^{137}\text{CsClO}_4$. Hasil pengukuran padatan ^{137}Cs -zeolit maupun endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ menggunakan spektrometer- γ diperoleh spektrum isotop ^{137}Cs pada energi 661 keV seperti yang ditunjukkan pada Gambar 9. Gambar 9 menunjukkan bahwa dengan waktu cacah 1500 detik, hanya diperoleh spektrum isotop ^{137}Cs pada energi 661,46 keV dan tidak terlihat adanya spektrum isotop pemancar sinar- γ selain isotop ^{137}Cs . Fenomena ini menunjukkan bahwa zeolit Lampung yang digunakan dalam proses penukar kation sangat selektif dan mampu memisahkan isotop ^{137}Cs dari isotop lainnya.



Gambar 9. Spektrum isotop ^{137}Cs dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi

Proses pertukaran kation terjadi karena struktur zeolit terdiri dari unit tetrahedral AlO_2 dan SiO_2 yang saling berhubungan melalui atom O. Pada struktur zeolit, empat atom oksigen berkoordinasi dengan semua atom Al membentuk tetrahedral. Atom Si^{4+} akan digantikan oleh Al^{3+} , sehingga terjadi defisiensi muatan positif. Defisiensi muatan ini menyebabkan zeolit bermuatan negatif dan selanjutnya akan dinetralkan oleh kation alkali atau alkali tanah, seperti Na^+ , K^+ , Mg^{2+} dan Ca^{2+} di dalam rongganya sehingga mencapai senyawa yang stabil^[19]. Senyawa NH_4 -zeolit mempunyai jari-jari ion sebesar 331 pm, sedangkan Cs^+ mempunyai jari-jari ion sebesar 329 pm. Hal ini menyebabkan Cs^+ lebih mudah bertukar dengan NH_4^+ dalam kerangka zeolit, sedangkan isotop U dan Pu mempunyai jari-jari atom masing-masing $\text{Pu}^{6+} = 81$ pm, $\text{U}^{6+} = 97$ pm, $\text{U}^{4+} = 80$ pm, sehingga pada saat proses pemisahan dengan metode penukar kation isotop U dan Pu tidak terikat di dalam zeolit sebagai fasa padat, namun isotop U dan Pu ikut lolos sebagai supernatan di dalam fasa cair. Fenomena inilah yang terjadi di dalam proses penukar kation untuk memungut isotop ^{137}Cs dari U dan Pu dalam bahan bakar pasca iradiasi.

Luasan spektrum isotop ^{137}Cs pada energi 661,46 keV, kemudian dievaluasi dan diperoleh kandungan isotop ^{137}Cs dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi. Kandungan

isotop ¹³⁷Cs dalam PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi dengan dimensi 3x3x1,37 mm³ seperti ditunjukkan pada Tabel 4 dan Tabel 5.

Tabel 4. Kandungan isotop ¹³⁷Cs di dalam PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi menggunakan metode penukar kation. Waktu cacah = 200 detik , jarak detektor 16 cm

Net Area (cacah)	Cacah/ detik (cps)	T _{1/2} (detik)	Efisiensi Detektor (%)	Kand. ¹³⁷ Cs (µg/0,238 g PEB)	Kand. ¹³⁷ Cs 3x3x1,37 mm ³ (µg/g PEB)
68956	344,635	952104860	0,1561	300,6470	1263,2225
68898					
68947					
68927					

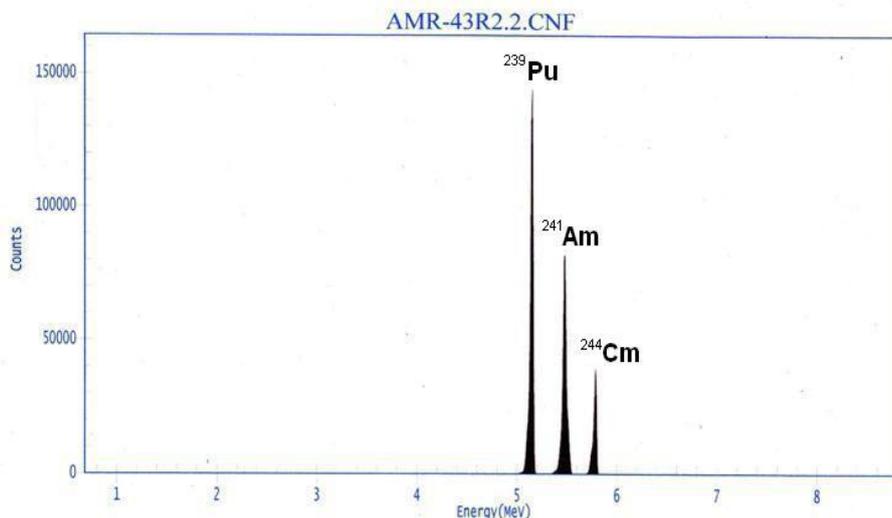
Dalam penggunaan metode pengendapan CsClO₄ perlu dilakukan penambahan CsNO₃ sebagai *carrier* atau senyawa pembawa dalam media HClO₄, karena kandungan isotop ¹³⁷Cs dalam 2 mL larutan PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi yang dianalisis sangat kecil, sehingga proses pengendapannya cukup sulit dihasilkan. Oleh sebab itu, dalam proses pengendapan isotop ¹³⁷Cs dibutuhkan suatu senyawa pembawa untuk meningkatkan kandungan ion. Persyaratan senyawa pembawa harus mempunyai sifat kimia yang sama dari ion yang akan diendapkan dan merupakan garam dari isotop ion logam yang akan dipisahkan sehingga dibutuhkan penambahan garam Cs dari CsNO₃. Kegunaan senyawa pembawa tersebut adalah untuk meningkatkan konsentrasi ion Cs⁺ dalam larutan, sehingga saat ion tersebut diendapkan sebagai garam CsClO₄, endapan tersebut dapat mengadsorpsi ¹³⁷Cs aktif yang menyebabkan proses pengendapan ¹³⁷CsClO₄ terbentuk secara maksimum^[20].

Tabel 5. Kandungan isotop ¹³⁷Cs di dalam PEB U₃Si₂-Al pasca iradiasi menggunakan metode pengendapan. Waktu cacah = 200 detik , jarak detektor 16 cm

Net Area (cacah)	Cacah/ detik (cps)	T _{1/2} (detik)	Efisiensi Detektor (%)	Kand. ¹³⁷ Cs (µg/0,238 g PEB)	Kand. ¹³⁷ Cs 3x3x1,37 mm ³ (µg/g PEB)
68996	344,015	952104860	0,1561	300,6312	1263,0365
68682					
68731					
68803					

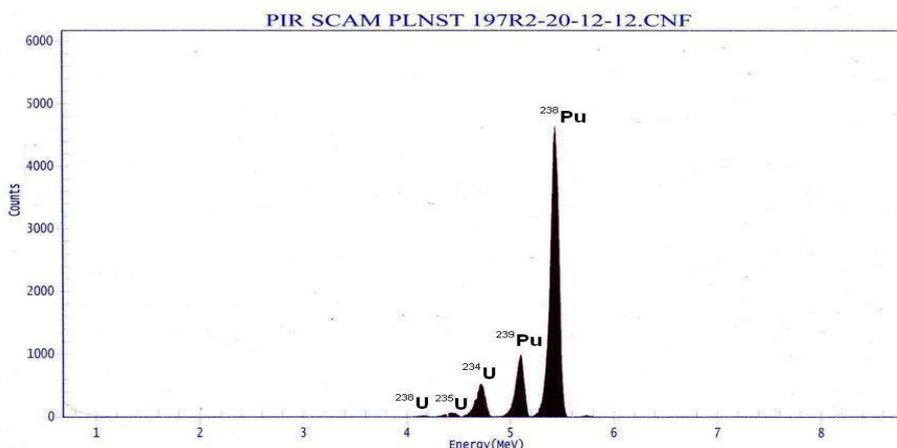
Hasil pengukuran isotop U dan Pu sebelum resin Dowex 1x8

Hasil analisis sampel standar campuran AMR-43 yang mengandung isotop ^{239}Pu , ^{241}Am dan ^{243}Cm . Tujuan pengukuran AMR-43 untuk mengetahui efisiensi detektor spektrometer- α . Hasil analisis sampel standar isotop AMR-43 diperoleh berupa spektrum campuran isotop ^{239}Pu , ^{241}Am dan ^{243}Cm seperti yang terlihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Spektrum isotop AMR-43 (isotop ^{239}Pu , ^{241}Am , dan ^{244}Cm)

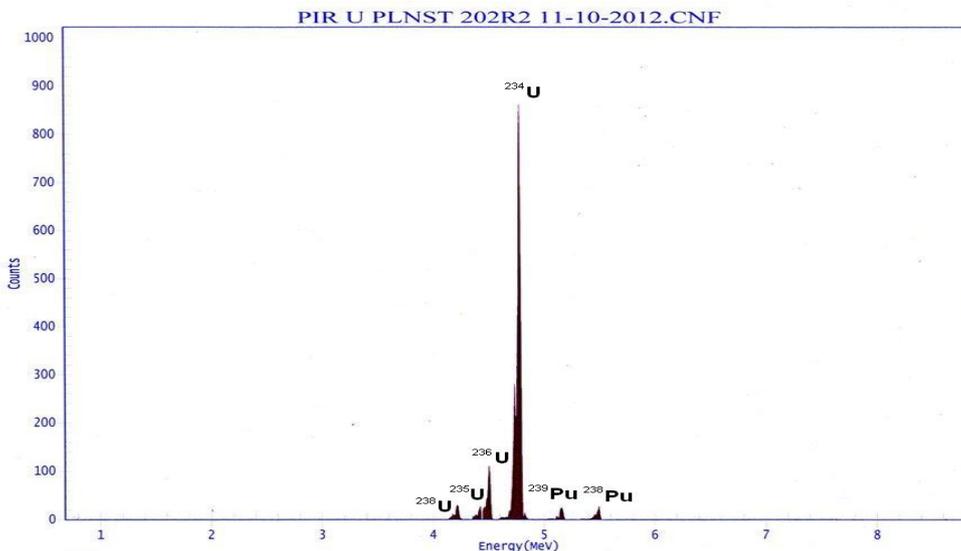
Hasil pengukuran isotop U dan Pu sebelum mengalami pemisahan (sebelum ditambah resin Dowex 1x8) menggunakan spektrometer- α diperoleh 4 (empat) spektrum isotop-U yaitu ^{238}U ($E_{\alpha}= 4,194\text{MeV}$), ^{235}U ($E_{\alpha}=4,397\text{MeV}$), isotop ^{236}U ($E_{\alpha}= 4,494\text{ MeV}$) dan isotop ^{234}U ($E_{\alpha}=4,777\text{ MeV}$), sehingga jumlah masing-masing isotop-U (^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U) dalam sampel dapat diketahui dengan menghitung cacahan dari luas spektrumnya masing-masing. Selain isotop U diperoleh juga 2 (dua) spektrum isotop Pu yaitu ^{239}Pu ($E_{\alpha}= 5,155\text{MeV}$), ^{238}Pu ($E_{\alpha}= 5,486\text{MeV}$) seperti yang terlihat pada Gambar 11.



Gambar 11 . Spektrum isotop-U (^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U) dan isotop Pu (^{239}Pu dan ^{238}Pu) sebelum resin

Spektrum hasil pengukuran isotop-U (^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U) serta isotop Pu (^{239}Pu dan ^{238}Pu) di dalam 600 μl supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ kemudian dievaluasi sehingga diperoleh kandungan masing-masing isotop yang terkandung di dalam supernatan bahan bakar. Hasil evaluasi diperoleh kandungan isotop U (^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U) serta kandungan isotop Pu (^{239}Pu dan ^{238}Pu) dan belum menunjukkan hasil yang baik, karena hasil yang diperoleh masih relative kecil. Perhitungan secara teoritis diperoleh kandungan isotop ^{235}U di dalam 600 μL supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ sebesar 2,630 μg dan ^{239}Pu sebesar 0,141 μg . Namun hasil pengukuran diperoleh kandungan isotop ^{235}U hanya sebesar 0,798 μg dan isotop ^{239}Pu sebesar 0,00087 μg . Hasil pengukuran isotop ^{239}Pu sebesar 0,00087 μg masih relative kecil bila dibanding dengan kandungan isotop ^{239}Pu secara teoritis yaitu sebesar 0,141 μg . Perbedaan kandungan isotop ^{239}Pu yang dihasilkan kemungkinan disebabkan karena terjadi kompesitisi antara isotop U dengan isotop Pu dan saling mempengaruhi dalam pengukuran. Hal ini disebabkan karena spektrum isotop ^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U saling berdekatan, sehingga dalam mengevaluasi spektrum isotop U mengalami beberapa kendala antara lain adalah dalam menentukan batas kiri dan kanan energi dari masing-masing spektrum isotop ^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U . Untuk mengatasi fenomena ini perlu dilakukan pemisahan antara isotop U dengan isotop Pu sebelum dilakukan proses ED dan pengukuran dengan spektrometer- α .

Hasil pengukuran efluen U diperoleh isotop-U (^{234}U , ^{235}U , ^{236}U dan ^{238}U) dengan larutan HNO_3 8N sebagai bahan elusi (pencuci) ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Spektrum efluen isotop-U dan Pu setelah diberi resin

Gambar 12 menunjukkan bahwa hasil pemisahan isotop U dan Pu di dalam supernatan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ pasca iradiasi masih belum sempurna, karena pada pemungutan isotop Pu masih terkandung isotop U demikian juga sebaliknya. Hal ini menunjukkan bahwa metode pemisahan isotop U dan Pu yang digunakan belum

sempurna, sehingga masih diperlukan metode yang valid untuk pemisahan untuk ke dua isotop tersebut. Oleh karena itu, selanjutnya akan dilakukan evaluasi parameter yang meliputi jumlah resin, waktu tinggal di dalam kolom, kecepatan alir, volume eluent. Data pemisahan terhadap isotop ^{137}Cs , isotop U dan Pu, selanjutnya digunakan sebagai dasar dalam perhitungan *burn up* PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi.

KESIMPULAN

Telah dipersiapkan metoda pengujian dan analisis fisikokimia untuk PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi dengan menyusun 21 (dua puluh satu) SOP. Metode uji yang telah dipersiapkan meliputi penentuan distribusi hasil fisi, pemotongan PEB, pelarutan PEB, pemisahan dan analisis ratio isotop hasil fisi $^{134}\text{Cs}/^{137}\text{Cs}$, *heavy element* isotop ^{235}U dan ^{239}Pu serta metode perhitungan *burn up*. Pembakuan metode dilakukan berdasarkan ASTM dan hasil penelitian terhadap PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ dengan TMU $2,96 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi. Metode baku yang diperoleh siap digunakan untuk melakukan analisis fisikokimia untuk PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ TMU $4,8 \text{ gU/cm}^3$ pasca iradiasi setelah bahan bakar tersebut berada di *hotcell* IRM.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada bapak Sungkono, selaku Kepala Bidang Uji Radiometalurgi beserta rekan-rekan Kelompok Fisiko Kimia yang telah bersama-sama melakukan penelitian ini sehingga laporan ini dapat terwujud.

DAFTAR PUSTAKA

1. Peraturan Kepala Badan Tenaga Nuklir Nasional, (2013), Nomor:14/KA/VIII/2013 tentang, Rincian Tugas Unit Kerja di Lingkungan BATAN, Jakarta
2. I. P. HASTUTI, T. M. SEMBIRING, SUPARJO, SUWARDI,(2010). LAK Insersi Elemen Bakar Uji Silisida 3 pelat Tingkat Muat 4,8 dan 5,8 gU/cm^3 di Teras RSG-GAS, PRSG-BATAN
3. A.B.GINTING, D. ANGGRAINI, A. NUGROHO, (2011), Pengaruh Penambahan Zeolit Terhadap Pemisahan Isotop ^{137}Cs dalam Pelat Elemen Bakar $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Pasca Iradiasi, Jurnal Teknologi Bahan Buklir- PTBN-BATAN, Vol.7, No.2, Juni
4. A .B. GINTING, (2011), Analisis Isotop Transuranium Dalam Bahan Bakar PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Pasca Iradiasi Menggunakan Spektrometer Alpha, URANIA, Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir, Vol. 17 No.2, Juni 2011, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN.

5. S. AMINI,(1998), Studi Zeolit Untuk Penukaran Ion Cs, Sr dan U, Hasil-Hasil Penelitian Elemen Bakar Nuklir P2TBDU-BATAN, ISSN 0854-5561, Serpong.
6. C. PEREDA, C. HENRIQUEZ, J. MEDEL, J. KLEIN, G. NAVARO,(2002),”Zr-95 Fuel Burn up Measurement using Gamma Spectrometry Technique”, Commission Chilena de Energia,Santiago de Chile,Chile, Universidad Diego Portales,Escuela de Ingenieria,Santiago de Chile,Chile.
7. VENUGOPAL .C, MAPARA P.M., GODBOLE A.G., SWAU R.P, (1997), Effect of Mixed Solvent Media on The Sorption and Separation of Uranium and Plutonium on Macroporous Resins, Fuel Chemistry Division Bhabha Atomic Research Center, Trombay, Bombay 400-085, India
8. AMERICAN STANDAR TEST METHODS, (1992), Standar Practice for The Ion Exchange Separation of Uranium and Plutonium Prior to Isotopic Analysis: ASTM No C-1411-01.Vol. 12.01.
9. AMERICAN STANDAR TEST METHODS, (1992), Standar Test Methods for ²³⁸Pu Isotopic Abundance By Alpha Spectrometry, ASTM No C- 1415-01. Vol. 12.1.
10. AMERICAN STANDAR TEST METHODS, (1992), Standar Test Methods for Determination U by Ferrous Sulfat Reduction in Phosphoric Acid and Dichromate Titration Method, Designation: C 696, Vol. 12.01, page 51-53.
11. SUSETYO.W, (1988), Spektrometer Gamma, Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
12. ANDERSON. L. R, (1987), Practical Statistics for Analytical Chemists” Van Nostrand Reinhold Company New York
13. AMINI.S, LUFTI D., NAMPIRA.Y, SUNARTO.A, MARTOYO, NUGROHO.A, (1999), Analisis Fraksi Bakar Mutlak Uji Pasca Iradiasi Pelat Elemen Bakar Dispersi Tipe Oksida RIE01”, Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang-P2TBDU-BATAN.
14. INDARYATI.S,(2009), Pemilihan Beberapa Jenis Pelarut Untuk PEB U₃Si₂-Al Pasca Iradiasi, Proseding Hasil-Hasil Penelitian, Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-BATAN,Serpong.
15. K.SAWADA, Y.ENOKIDA, M.KAMIYA, T.KOYAMA, AND K.AOKI, (2009), Distribution Coefficients of U(VI), Nitric Acid and FP Elements in Extraction from Concentrated Aqueous Solutions of Nitrates by 30% Tri-n-butylphosphate Solution, Journal of Nuclear Science and Technology, Vol.46, No.1, Japan.
16. MYUNG HO LEE, CHEOL JU KIM, BONG HYUN BOO, (2000), Electrodeposition of alpha-emitting nuclides from Ammonium Oxalate-Ammonium Sulfate Electrolyte, Bull. Korean Chem.Soc. Vol 21 No.2 (2000) 175.

17. NAMPIRA.Y, (1999), Rancangan metode analisis derajat bakar mutlak uranium silisida, Hasil-hasil Penelitian Elemen Bakar Nuklir, Pusat Pengembangan Teknologi Bahan Bakar Nuklir dan Daur Ulang (P2TBDU-BATAN), ISSN 0854-556, Serpong
18. AMINI. S, (2009), Isolasi Isotop Cs Dari Pasca-Iradiansi Elemen Bakar Nuklir Untuk Penggunaan Sumber-Gamma di Industri, Program *Block Grant* Tahun 2009, DIKTI-BATAN
19. T. LAS, (1989), Use of Natural Zeolite for Nuclear Waste Treatment, PhD Thesis, Salford Univercity, The United Kingdom.

LAMPIRAN

Tabel 1. Daftar SOP dan HIRADC Kegiatan DIPA Tahun 2015

No.	No. Dokumen	Nama Dokumen	P.Jawab	Keterangan
1.	SOP 001.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pelarutan Pelat Elemen Bakar U ₃ Si ₂ -Al Pasca Iradiasi	Sutri Indaryati, lis Haryati, Arif Nugroho, Boybul	Desember 2014
2.	SOP 002.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pemindahan Sampel Larutan U ₃ Si ₂ -Al Dari ZG.109 Ke R.135	Arif Nugroho, Rosika Kriswarini	Desember 2014
3.	SOP 045.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pemisahan Cesium Dari Larutan PEB U ₃ Si ₂ -Al Pasca Iradiasi Menggunakan Metode Pengendapan	Dian Anggraini, Rosika Kriswarini	Mei 2015
4.	SOP 046.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan <i>Recovery</i> Pemisahan Isotop ¹³⁷ Cs Menggunakan Metoda Pengendapan	Dian Anggraini, Aslina Br. Ginting	Januari 2015
5.	SOP 040.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	<i>Recovery</i> Pemungutan Isotop ¹³⁷ Cs Menggunakan Metoda Penukar Kation	Rosika Kriswarini, Aslina Br. Ginting	Januari 2015
6.	SOP 003.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pemungutan Isotop ¹³⁷ Cs Dalam PEB U ₃ Si ₂ -Al Pasca Iradiasi Menggunakan Metode Penukar Kation	Rosika Kriswarini, Aslina Br. Ginting	Desember 2014
7.	SOP 007.003/ PL 00 01/ BBN 3.5	Pengoperasian Dan Perawatan Spektrometer Gamma Genie 2000	Boybul, lisHaryati	Januari 2015
8.	SOP 027.003/ PL 00 01/ BBN 3.5	Kalibrasi Internal Spektrometer Gamma Genie 2000	Boybul, lisHaryati	Februari 2015
9.	SOP 008.003/ BN 03 03/ BBN 3.5	Pengujian Isotop ¹³⁷ Cs Menggunakan Spektrometer Gamma Genie 2000	Boybul, lisHaryati, Noviarty	Juli 2015
10.	SOP 044.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan <i>Recovery</i> Pemisahan Dan Analisis Isotop Standar ²⁴² Pu Menggunakan Metode Kolom Penukar Ion	Boybul, Yanlinastuti lis Haryati,	November 2015
11.	SOP 047.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pemisahan Dan Analisis Isotop ²³⁹ Pu Dan ²³⁸ Pu Dalam Supernatan PEB U ₃ Si ₂ /Al Pasca Iradiasi Menggunakan Metode Kolom Penukar Ion	Boybul, lis Haryati, Sutri Indaryati	November 2015

12.	SOP 029.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan <i>Recovery</i> Analisis Isotop Standar ^{235}U Menggunakan Metode Kolom Penukar Anion	Arif Nugroho, Syamsul Fatimah	Desember 2015
13.	SOP 025.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pemisahan Isotop ^{235}U Dari Pu Dalam Supernatan $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Menggunakan Metoda Kolom Penukar Anion	Arif Nugroho, Syamsul Fatimah	Desember 2015
14.	SOP 041.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan <i>Recovery</i> Isotop Standar ^{235}U Dengan Proses Elektrodeposisi	Yanlinastuti Sutri Indaryati	November 2015
15.	SOP 042.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan <i>Recovery</i> Standar Isotop ^{242}Pu Dengan Proses Elektrodeposisi	Boybul, lis Haryati, Sutri Indaryati	November 2015
16.	SOP 043.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan Isotop ^{235}U Dan ^{239}Pu Dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Dengan Proses Elektrodeposisi	Yanlinastuti, Sutri Indaryati	November 2015
17.	SOP 048.003/ BN 02 06/ BBN 0.0	Kalibrasi Alat Spektrometer Alpha	Yanlinastuti, Noviarty	November 2015
18.	SOP 049.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pengoperasian Dan Perawatan Alat Spektrometer Alpha	Yanlinastuti, Noviarty	November 2015
19.	SOP 050.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Pengukuran Dan Pengolahan Data Alat Spektrometer Alpha	Yanlinastuti, Noviarty	November 2015
20.	SOP 051.003/ BN 02 06/ BBN 3.5	Penentuan <i>Burn Up</i> Pelat Elemen Bakar (PEB) $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Tingkat Muat Uranium (TMU) $4,8 \text{ gU/cm}^3$ Pasca Iradiasi	Aslina Br. Ginting. Dian Anggraini	November 2015
21.	SOP 004.004/ KN 01 01/ BBN 3.5	Identifikasi Bahaya & Penilaian Resiko Keselamatan & Kesehatan Kerja Penentuan <i>Burn Up</i> Mutlak PEB $\text{U}_3\text{Si}_2\text{-Al}$ Tmu $4,8 \text{ gU/cm}^3$ Pascaradiasi <i>Burn Up</i> 20%, 40% Dan 60%	Aslina Br. Ginting, Dian Anggraini, Rosika Kriswarini, Arif Nugroho	Februari 2015