

PENENTUAN KADAR URANIUM DALAM SAMPEL *YELLOW CAKE* MENGUNAKAN SPEKTROMETER GAMMA

Noviarty¹, Iis Haryati¹

¹Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong, Banten, Indonesia, 15313

ABSTRAK—Telah dilakukan pengukuran isotop uranium dalam sampel *yellow cake* menggunakan spektrometer gamma. Pengukuran isotop dilakukan dengan tujuan untuk menentukan kadar uranium yang terdapat dalam *yellow cake*. Dengan diketahui kadar uranium dalam *yellow cake* tersebut maka kebutuhan HNO_3 untuk pelarutan *yellow cake* dalam proses konversi *yellow cake* menjadi UO_2 atau U_3O_8 dapat diketahui. Penentuan kadar uranium dalam *yellow cake* tersebut dapat ditentukan dengan mengetahui pencacahan isotop uranium menggunakan spektrometer gamma genny. Pencacahan isotop Uranium dalam *yellow cake* diawali dengan menimbang sampel *yellow cake* sebesar ± 1 gram dalam vial kaca, kemudian melakukan pencacahan selama 20000 detik. Dari pencacahan tersebut dihitung besar aktivitas dan kandungan dari masing masing isotop, sehingga kadar uranium dapat diketahui. Dari kegiatan tersebut diperoleh total kandungan isotop uranium sebesar dalam sampel uji *yellow cake-1* yaitu 0.5887 gram (69.22%), 0.5611gram (65.51%) untuk kode sampel *yellow cake-2* dan 0.5248 gram (60.97%) untuk sampel dengan kode *yellow cake-3*. Selanjutnya untuk melihat apakah penentuan kandungan isotop yang dilakukan memberikan hasil mendekati nilai benar, maka dilakukan penentuan nilai akurasi terhadap sampel standar uranium serbuk bersertifikat dari CRM. Pada penentuan nilai akurasi tersebut diperoleh nilai akurasi masing-masing isotop uranium yang terdapat dalam standar uranium bersertifikat dari CRM yaitu 1.005 - 4.552%, nilai akurasi yang diperoleh cukup baik kecil dari 5%, sehingga hasil pengukuran tersebut dapat diterima dengan tingkat kepercayaan 95%.

Kata kunci—*Yellow Cake*, radioaktivitas, Spektrometer-y

I. PENDAHULUAN

Yellow cake sering disebut dengan konsentrat Uranium karena mengandung uranium dengan kadar yang cukup tinggi dan merupakan hasil pengolahan bijih Uranium. *Yellow cake* dapat diproses menjadi bahan bakar nuklir Uranium (U) baik yang berupa UO_2 maupun U_3O_8 . Proses pengolahan *yellow cake* tersebut diawali dari proses pelarutan *yellow cake*, proses pemurnian, reekstraksi dan pengendapan. Selanjutnya hasil endapan dikalsinasi-reduksi untuk mendapatkan U_3O_8 atau UO_2 . Namun sebelum dilakukan proses pembuatan bahan bakar uranium dioksida (U_3O_8 atau UO_2) tersebut, terlebih dahulu dilakukan analisis uranium untuk menentukan kadar uranium yang terdapat dalam *yellow cake* tersebut. Dengan diketahui kadar uranium dalam *yellow cake* tersebut maka kebutuhan HNO_3 untuk pelarutan *yellow cake* dalam proses konversi *yellow cake* menjadi UO_2 atau U_3O_8 dapat diketahui [1]. Penentuan kadar uranium dalam *yellow cake* tersebut dapat dilakukan dengan menentukan aktivitas isotop uranium menggunakan spektrometer gamma genny.

II. TEORI

Spektrometer gamma merupakan alat analisis yang digunakan untuk identifikasi radionuklida pemancar sinar gamma. Analisis dilakukan dengan cara mengamati karakteristik spektrum yang ditimbulkan oleh interaksi radiasi dengan materi detektor. Pada spektrometer gamma ini detektor yang digunakan adalah detektor HPGe [2].

Sebelum alat spektrometer gamma digunakan untuk pengukuran isotop uranium terlebih dahulu dilakukan kalibrasi energi alat menggunakan sumber standar energi gamma isotop europium (^{152}Eu) pada puncak energi 100 keV- 1500 keV. Kalibrasi energi perlu dilakukan untuk menentukan hubungan antara nomor salur (*channel*) dan energi gamma(keV), karena setiap isotop mempunyai energi yang berbeda dan merupakan karakteristik dari suatu isotop, sehingga hal ini digunakan sebagai dasar dalam analisis kualitatif dan kuantitatif [2].

Analisis kuantitatif pada pengukuran keradioaktifan isotop uranium diawali dengan pencacahan sampel standar uranium bersertifikat dari CRM sehingga nilai efisiensi detektor dapat diketahui. Nilai efisiensi yang diperoleh digunakan untuk menghitung aktivitas sampel secara absolut menggunakan rumus [3]:

$$A_t(\text{dps}) = A_0 e^{-0,693t/t_{1/2}} \quad (1)$$

$$A_t(\text{dps}) = \frac{\text{Cps}}{Y(E) \cdot \varepsilon(E)} \quad (2)$$

$$\varepsilon(E) = \frac{\text{Cps}}{Y(E) \cdot A_t(\text{dps})} \quad (3)$$

dimana :

A_0 = Aktivitas awal Bq (sertifikat)

A_t = Aktivitas pada saat pengukuran (dps)

T = waktu A_0 ke waktu A_t (th)

$t_{1/2}$ = waktu paro(th)

$\varepsilon(E)$ = Efisiensi

$Y(E)$ = *yield* (tabel)

Cps = cacah per detik (dari pencacahan)

Dan untuk menghitung kandungan isotop dalam sampel digunakan rumus:

$$W = (A_t \cdot t_{1/2} \cdot BA) / (Na \cdot 0.693) \quad (4)$$

dimana :

A_t = Aktivitas pada saat pengukuran (dps)

BA = Berat atom

$t_{1/2}$ = waktu paro(th)

N_a = 6.02E23

III. TATA KERJA

A. Bahan

Sumber standar ^{152}Eu untuk kalibrasi energi, bahan Standar uranium bersertifikat dari NIST digunakan sebagai bahan standar untuk penentuan nilai Efisiensi detektor dan sampel uji yellow cake.

B. Peralatan

Spektrometer Gamma Canberra *Genny 2000* digunakan sebagai alat ukur energi gamma. Peralatan APD (sarung tangan, masker, dan peralatan survey meter) digunakan untuk keselamatan kerja dengan sumber radiasi.

C. Prosedur Percobaan

1. Penyiapan kondisi operasi

Sebelum pengoperasian peralatan, dilakukan pengkondisian lingkungan dengan kondisi ruangan temperatur 21 °C dan humiditas maks. 63 %. Sedangkan pada kesiapan alat, dewar detektor telah terisi nitrogen cair paling lambat 7 jam sebelum beroperasi [3].

2. Pengoperasian

Pengoperasian alat spektrometer gamma dilakukan pertama dengan memutar secara perlahan hingga mencapai 4,3 KeV tombol *HV* yang terletak pada panel *MCA* (*Multi Chanel Analyser*) untuk menaikkan tegangan. Selanjutnya dilakukan kalibrasi energi alat menggunakan sumber standar isotop europium (^{152}Eu) dengan lama pencacahan 1500 detik. Pada kalibrasi energi dimasukkan nilai energi dari isotop europium (^{152}Eu) mulai dari energi rendah sampai energi tinggi (100 keV- 1500 keV). Setelah energi alat terkalibrasi, dilakukan pengukuran aktivitas isotop uranium bersertifikat dari NIST, pada jarak 25 cm dari detektor dengan waktu cacah 20000 detik, dan dilanjutkan dengan pencacahan sampel uji yellow cake. Hasil pengukuran berupa spektrum dianalisis pada masing-masing energi yang terbentuk.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

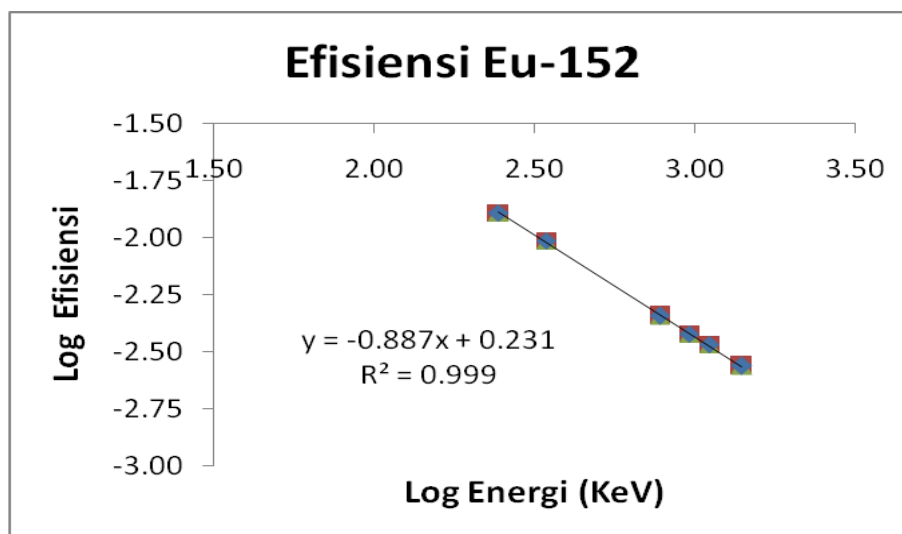
Dari hasil pengamatan spektrum energi gamma menggunakan sumber standar isotop europium (^{152}Eu) terhadap puncak energi mulai dari energi rendah sampai energi tinggi (100 keV- 1500 keV), diperoleh data spektrum. Dari data spektrum

tersebut selanjutnya di hitung besar nilai efisien menggunakan persamaan (3) sehingga diperoleh nilai efisiensi seperti ditunjukkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Data pengukuran standar Isotop Europium (^{152}Eu)

| Eu-152 | LT = | 1500 | dt | | | |
|--------------|--------|--------|-------|--------|---------|------------|
| Energi (keV) | count | cps | yield | eff | log eff | log Energi |
| 244.70 | 39345 | 7.869 | 7.50 | 0.0128 | -1.8922 | 2.3886 |
| 344.28 | 105308 | 21.069 | 26.50 | 0.0097 | -2.0128 | 2.5369 |
| 778.91 | 24195 | 4.839 | 12.96 | 0.0046 | -2.3409 | 2.8915 |
| 964.13 | 22464 | 4.493 | 14.50 | 0.0038 | -2.4219 | 2.9841 |
| 1112.12 | 18916 | 3.783 | 13.56 | 0.0034 | -2.4674 | 3.0462 |
| 1408.01 | 23436 | 4.687 | 20.85 | 0.0027 | -2.5612 | 3.1486 |

Data Tabel 1 dibuat kurva kalibrasi energi yaitu hubungan antara log energi dengan log efisiensi seperti ditunjukkan dalam gambar 1.



Gambar 1. Kurva kalibrasi energi menggunakan standar ^{152}Eu

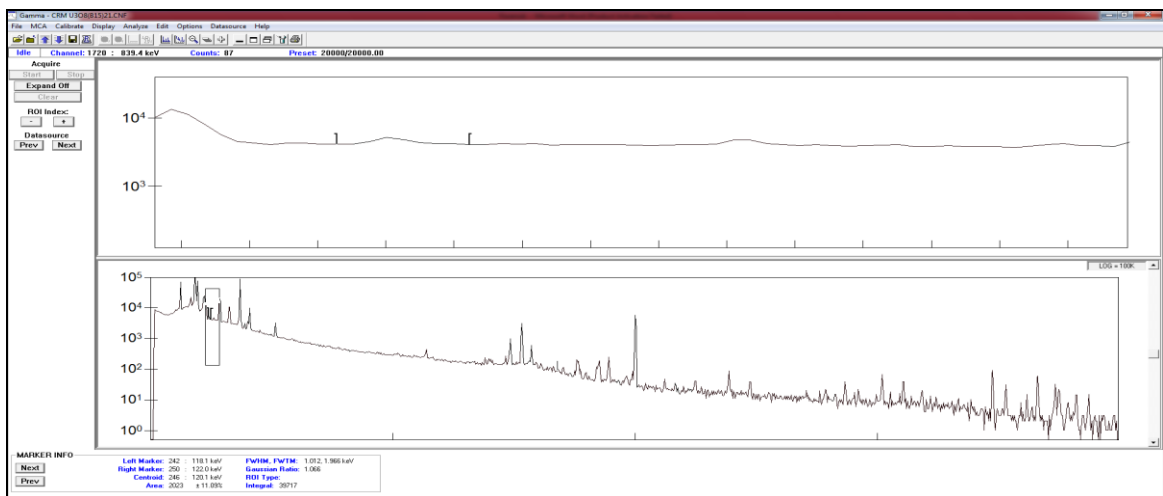
Pada Gambar 1 terlihat hubungan yang linier antara log energi dan log efisiensi dengan persamaan garis linieritas $y = -0,887x + 0,231$ dengan koefisien regresi sebesar 0,999. Nilai koefisien regresi yang diperoleh lebih besar dari 0,98, hal ini menunjukkan ketepatan terhadap data ukur yang mendekati nilai benar, karena hasil linieritas yang baik ditunjukkan dengan nilai koefisien regresi mendekati angka 1. Dengan demikian kalibrasi energi yang dilakukan dapat diterima [4].

Selanjutnya dilakukan pengukuran aktivitas isotop uranium dalam sampel serbuk standar uranium dari NIST dan sampel uji, dengan waktu cacah 20000 detik. Pengukuran aktivitas isotop uranium dilakukan pada energi 120.7 KeV untuk isotop U-234, Isotop U-235 pada energi 184.9 KeV dan Isotop U-238 pada energi 739.9 KeV, seperti terlihat dalam spektrum gambar 2. Energi spektrum dalam gambar-2 tersebut merupakan energi turunan dari isotop-isotop uranium tersebut [5]. Dari pengukuran isotop uranium pada energi tersebut diperoleh hasil seperti ditunjukkan dalam Tabel 2.

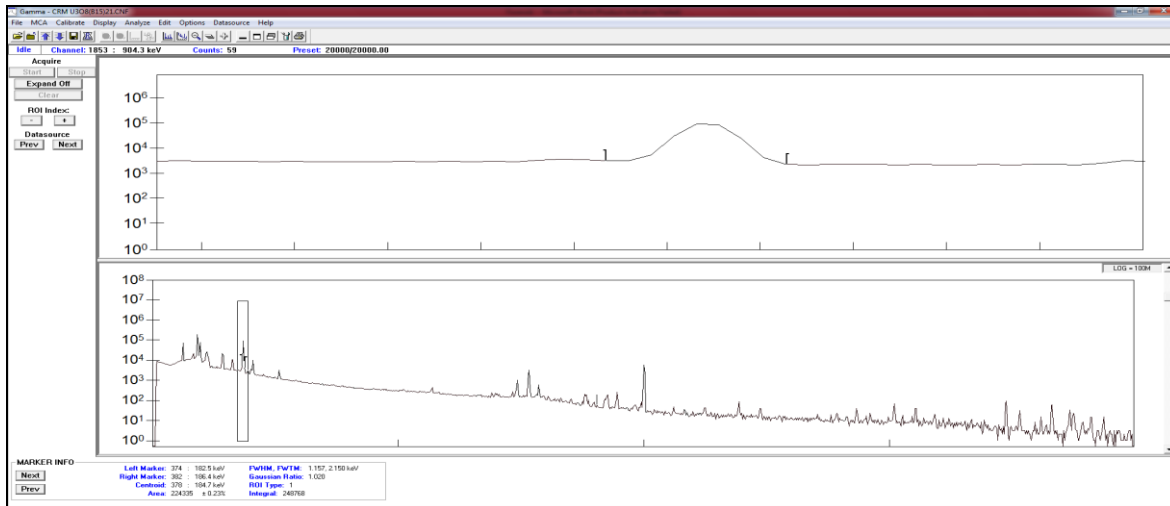
Tabel 2 Data Hasil Pengukuran Aktivitas isotop Uranium

| Kode Sampel | Berat (g) | Isotop | Energi (KeV) | Area | Area± % | Cps | Cps/gr |
|----------------------|-----------|--------|--------------|--------|---------|---------|---------|
| Standar NIST | 0.9457 | U-234 | 120.7 | 2023 | 11.09 | 0.1012 | 0.1070 |
| | | U-235 | 184.9 | 224335 | 0.23 | 11.2168 | 11.8608 |
| | | U-238 | 743.4 | 3069 | 3.4 | 0.1535 | 0.1623 |
| <i>yellow cake-1</i> | 1.0029 | U-234 | 120.7 | 1688 | 11.21 | 0.0844 | 0.0842 |
| | | U-235 | 184.9 | 191187 | 0.24 | 9.5594 | 9.5317 |
| | | U-238 | 739.9 | 2389 | 3.64 | 0.1195 | 0.1191 |
| <i>yellow cake-2</i> | 1.01 | U-234 | 120.9 | 2267 | 9.6 | 0.1134 | 0.1122 |
| | | U-235 | 184.5 | 225439 | 0.22 | 11.2720 | 11.1603 |
| | | U-238 | 743.5 | 2271 | 3.56 | 0.1136 | 0.1124 |
| <i>yellow cake-3</i> | 1.0153 | U-234 | 120.9 | 2272 | 9.69 | 0.1136 | 0.1119 |
| | | U-235 | 184.5 | 226876 | 0.22 | 11.3438 | 11.1729 |
| | | U-238 | 743.5 | 2997 | 3.38 | 0.1499 | 0.1059 |

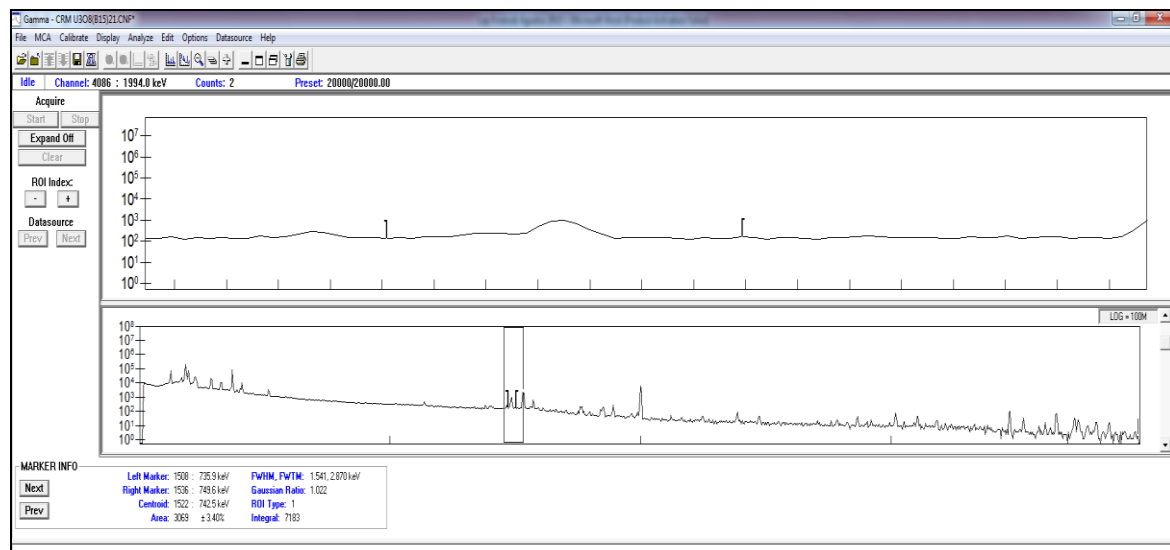
(a)



(b)



(c)



Gambar 2. (a); (b); (c); Spektrum isotop Uranium

Kemudian dilakukan perhitungan aktivitas dan kandungan masing-masing isotop menggunakan persamaan (2), (3) dan (4). Hasil perhitungan aktivitas dan kandungan masing-masing isotop serta persentase uranium dalam sampel uji *yellow cake* ditunjukkan dalam Tabel 3

Pada Tabel 3 terlihat hasil perhitungan kandungan isotop uranium masing-masing dalam sampel uji *yellow cake* yaitu 0.5887 gram (69.22%) untuk sampel dengan kode sampel-1 (*yellow cake*-1), 0.5611gram (65.51%) untuk kode sampel-2 (*yellow cake* -2) dan 0.5248 gram (60.97%) untuk sampel dengan kode sampel-3 (*yellow cake* -3). Hasil

pengukuran uranium dalam sampel *yellow cake* yang diperoleh sesuai dengan pengukuran sebelumnya [6]. Dengan fraksi isotop uranium total 99.97 -100%.

Tabel 3 Data Pengukuran Aktivitas Isotop Uranium dan Sampel Uji *Yellow cake*

| Kode Sampel | Isotop | Berat Sampel uji (gr) | Aktivitas Isotop (Bq) | Berat isotop (gr) | Persentase Kadar Uranium dalam sampel (%) |
|----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|---|
| <i>yellow cake-1</i> | U-234 | 1.003 | 7.54E+03 | 3.28E-05 | 69.22 |
| | U-235 | | 3.66E+02 | 0.0046 | |
| | U-238 | | 7.26E+03 | 0.5841 | |
| | Berat Total Isotop | | 0.5887 | | |
| <i>yellow cake-2</i> | U-234 | 1.010 | 1.01E+04 | 4.38E-05 | 65.51 |
| | U-235 | | 4.29E+02 | 0.0054 | |
| | U-238 | | 6.85E+03 | 0.5514 | |
| | Berat Total Isotop | | 0.5611 | | |
| <i>yellow cake-3</i> | U-234 | 1.015 | 1.00E+04 | 4.37E-05 | 60.97 |
| | U-235 | | 4.29E+02 | 0.0054 | |
| | U-238 | | 6.46E+03 | 0.5194 | |
| | Berat Total Isotop | | 0.5248 | | |

Untuk keberterimaan hasil analisis kandungan isotop dalam sampel *yellow cake*, kemudian dilakukan perhitungan akurasi dari standar isotop uranium berdasarkan sertifikat dari *CRM*. Perhitungan nilai akurasi dihitung dengan membandingkan kandungan isotop hasil pengukuran dengan kandungan isotop secara teoritis dari sertifikat. Nilai akurasi pengukuran yang diperoleh ditunjukkan dalam Tabel 4.

Tabel 4. Data Hasil Perhitungan Akurasi isotop Uranium dalam standar

| Sampel | Berat (g) | Isotop | Berat isotop (gr) | | Akurasi (%) |
|------------------------------|-----------|--------|-------------------|-----------|-------------|
| | | | Teoritis | Terukur | |
| Stdr Uranium dari <i>CRM</i> | 0.9457 | U-234 | 4.17E-05 | 3.984E-05 | 4.552 |
| | | U-235 | 0.005706 | 5.586E-03 | 2.103 |
| | | U-238 | 0.79579 | 7.878E-01 | 1.005 |

Pada Tabel 4 terlihat nilai akurasi masing-masing isotop uranium yang terdapat dalam standar uranium bersertifikat dari *CRM* yaitu 1.005 - 4.552%, nilai akurasi yang diperoleh cukup baik kecil dari 5%, sehingga hasil pengukuran tersebut dapat diterima dengan tingkat kepercayaan 95%^[5].

V. KESIMPULAN

Pada kegiatan penentuan kadar uranium dalam sampel *yellow cake* menggunakan spektrometer gamma. diperoleh total kandungan isotop uranium sebesar 0.5887 gram

dengan kadar 69.22% untuk sampel dengan kode *yellow cake-1*, 0.5611gram (65.51%) untuk kode sampel *yellow cake-2* dan 0.5248 gram (60.97%) untuk sampel dengan kode *yellow cake-3*. Hasil pengukuran isotop dapat diterima karena pada penentuan nilai akurasi terhadap sampel standar uranium serbuk bersertifikat dari CRM, diperoleh nilai akurasi masing-masing isotop uranium 1.005 - 4.552%, nilai akurasi yang diperoleh cukup baik kecil dari 5%, sehingga hasil pengukuran tersebut dapat diterima dengan tingkat kepercayaan 95% [5].

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kami ucapkan pada Ibu. Ir Dian Angraini dan Bpk. Boybul, Dip.Kim, serta Ka.Bid Uji Radiometalurgi yang telah membantu kami dalam pelaksanaan kegiatan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] TOROWATI, dkk, "Analisis Kadar Uranium Dalam *Yellow Cake* Dengan Titrasi Secara Potensiometri, "Majalah Ilmiah PIN No. 03/ Tahun II. April 2009.
- [2] WISNU SUSETYO "Spektrometri Gamma" Gajah Mada University Press, Yogyakarta, 1988.
- [3] CANBERRA GENNY 2000, "Operator's Manual Spectrometer Gamma GC 3018", 2002.
- [4] HARMITA, " Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan cara Perhitungannya" Majalah Ilmu Kefarmasian, ISSN : 1693-9883 Vol.1, No.3 Desember 2004.
- [5] ROBERT L. ANDERSON, "Practical statistics for Analytical chemists ", Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987.
- [6] NGATIJO, " Proses Konversi *Yellow Cake* Dari Petro Kimia Gresik Menjadi Serbuk UO₂" Prosiding Seminar Pengelolaan Perangkat Nuklir Tahun 2013, ISSN 1978-9858.