
PEMBUATAN STANDAR CESIUM DARI LARUTAN PEB U_3Si_2/Al PASCA IRADIASI DENSITAS $2,96 \text{ gU/cm}^3$ DENGAN METODE PENGENDAPAN $CsClO_4$

Aslina Br. Ginting¹, Boybul¹, Arif Nugroho¹, Yanlinastuti¹, Noviarty¹,
Gatot Wurdianto², Hermawan Chandra²

¹Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

Kawasan Puspiptek Serpong Gd.20 Tangerang Selatan, Banten 15314

²Pusat Teknologi Keselamatan Metrologi Radiasi – BATAN

Kawasan Nuklir Pasar Jumat Jl. Lebak Bulus Raya No.49 Jakarta Selatan, DKI Jakarta 12440

e-mail: aslina@batan.go.id

(Naskah diterima: 20-05-2019, Naskah direvisi: 12-06-2019, Naskah disetujui: 19-06-2019)

ABSTRAK

PEMBUATAN STANDAR CESIUM DARI LARUTAN PEB U_3Si_2/Al PASCA IRADIASI DENSITAS $2,96 \text{ gU/cm}^3$ DENGAN METODE PENGENDAPAN $CsClO_4$. Larutan bahan bakar U_3Si_2/Al pasca iradiasi sebagai hasil analisis *burn up* banyak dihasilkan di dalam *hot cell* Instalasi Radiometalurgi (IRM). Larutan tersebut belum dapat dilimbahkan karena masih mengandung isotop ^{137}Cs dan hasil fisi lainnya yang mempunyai waktu paruh panjang, tetapi larutan tersebut dapat digunakan sebagai sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs untuk keperluan analisis. Dalam melakukan analisis bahan bakar pasca iradiasi selalu menggunakan metode spektrometer- γ yang valid dan terkalibrasi. Standar yang digunakan untuk mengkalibrasi energi spektrometer- γ adalah isotop ^{137}Cs . Permasalahannya adalah kalibrasi spektrometer- γ tidak dapat dilakukan secara rutin karena tidak tersedianya sumber standar. Kebutuhan standar isotop ^{137}Cs untuk litbang masih tergantung dari luar negeri. Oleh karena itu, pada penelitian ini, PTBBN dan PTKMR bertujuan untuk membuat sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs dengan aktivitas $10330 \pm 411 \text{ Bq}$. Standar diperoleh dari larutan hasil pemisahan hasil fisi ^{137}Cs dengan uranium dalam PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi. Pemisahan ^{137}Cs dengan uranium dilakukan dengan metode pengendapan menggunakan serbuk $CsNO_3$ dan $HClO_4$ sebagai *carrier*. Hasil pemisahan diperoleh endapan $^{137}CsClO_4$, kemudian dikeringkan dan ditimbang, untuk selanjutnya diukur besar aktivitasnya menggunakan spektrometer- γ . Endapan $^{137}CsClO_4$ kering kemudian dilakukan pengemasan menjadi sumber standar tertutup (*shield source*) dan disertifikasi oleh PTKMR sehingga diperoleh standar sekunder isotop ^{137}Cs yang siap digunakan untuk mengkalibrasi energi spektrometer- γ .

Kata kunci : larutan PEB U_3Si_2/Al , cesium, kalibrasi, standar sekunder, spektrometer- γ

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF CESIUM STANDARD FROM IRRADIATED U_3Si_2/Al OF 2.96 gU/cm^3 FUEL SOLUTION BY $CsClO_4$ PRECIPITATION METHODE. A considerable ammount of irradiated nuclear fuel solutions exist in the hotcell area of Radiometallurgy Instalation (IRM). These solutions were generated from sampling activities for bumup test. The solutions can not be disposed due to the present of ^{137}Cs isotope and other heavy elements that have a long half time, but the solutions can be used as a secondary source of ^{137}Cs standard for analysis purposes. Post-irradiation fuel analysis is always conducted by a valid method and with a calibrated spectrometer- γ . The standard used in the calibration of spectrometer- γ energy or activity is ^{137}Cs isotope. There have been some restriction in the use of spectrometer- γ because spectrometer- γ calibration can not be performed routinely due to the unavailability of standard sources. The availability of ^{137}Cs isotope for R&D is still dependent on abroad suppliers. Therefore, in this reaearch, PTBBN and PTKMR aim to develop a secondary standard source of ^{137}Cs isotope with $10330 \pm 411\text{ Bq}$ activity. The standard source was obtained from a solution of ^{137}Cs separated from U_3Si_2/Al irradiated fuel. The separation was done by precipitation method with $CsNO_3$ and $HClO_4$ as the carrier. The result of the separation is $^{137}CsClO_4$ precipitate, dried and weighed for obtaining greater activity and measured with a spectrometer- γ . The dried precipitate $^{137}CsClO_4$ was subsequently packed as closed standard source (shield source). This standard sourced was certified by PTKMR as secondary standard isotope of ^{137}Cs and is ready to be used for energy calibration of spectrometer- γ .

Keywords: solution of U_3Si_2/Al , cesium, calibration, secondary standard, spectrometer- γ

PENDAHULUAN

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (PTBBN) mempunyai tugas untuk melaksanakan pengembangan teknologi bahan bakar nuklir, menyelenggarakan pengujian radiometalurgi, analisis fisikokimia dan teknik uji pasca iradiasi. PTBBN-BATAN telah melakukan beberapa uji pasca iradiasi atau PIE (*Post Irradiation Examination*) terhadap bahan bakar reaktor riset pelat elemen bakar (PEB) U_3Si_2/Al . Kegiatan PIE untuk analisis *burn up* dalam analisis fisikokimia bahan bakar U_3Si_2/Al banyak menghasilkan potongan maupun larutan bahan bakar dengan aktivitas tinggi di dalam *hot cell*. Larutan tersebut belum dapat dilimbahkan karena masih mengandung isotop ^{137}Cs dan unsur-unsur bermassa berat lainnya seperti uranium dan plutonium yang mempunyai waktu paruh panjang dan berbahaya bagi masyarakat dan lingkungan hidup, tetapi hasil fisi dalam larutan tersebut dapat dipisahkan secara radiokimia dan digunakan sebagai sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs untuk keperluan analisis di laboratorium[1,2].

Demikian halnya dengan Pusat Teknologi Keselamatan Meterologi dan Radiasi (PTKMR)-BATAN yang mempunyai tugas pokok melakukan penelitian, pengembangan dan pelayanan di bidang keselamatan radiasi, standardisasi, dosimetri dan kesehatan radiasi serta aplikasi teknik nuklir dalam bidang kedokteran. Sebagai Fasilitas Kalibrasi Tingkat Nasional (FKTN), PTKMR-BATAN mempunyai tugas dan wewenang untuk melakukan sertifikasi terhadap berbagai sumber standar isotop, melakukan kalibrasi alat cacah radiasi dengan menggunakan sumber standar isotop dan melakukan koordinasi kegiatan antar banding pengukuran aktivitas laboratorium di BATAN dan instansi lain (seperti rumah sakit).

Spektrometer- γ sebagai alat ukur harus dikalibrasi secara rutin (minimun 1x

seminggu atau setiap akan digunakan) menggunakan sumber standar isotop agar diperoleh hasil pengukuran yang akurat. Kalibrasi energi ataupun aktivitas sangat perlu dilakukan, baik ditinjau dari segi sifat peralatan maupun segi proteksi radiasi. Beberapa jenis isotop yang dapat digunakan untuk melakukan kalibrasi alat spektrometer- γ antara lain adalah ^{57}Co , ^{60}Co , ^{137}Cs dan ^{133}Ba [3]. Permasalahan yang ada adalah kalibrasi spektrometer- γ di laboratorium tidak dapat dilakukan secara periodik karena tidak tersedianya sumber standar. Hal ini disebabkan karena isotop ^{137}Cs masih diimpor dari luar negeri dan pengadaanya memerlukan izin dari BAPETEN, sehingga sumber standar tersebut sampai ke PTBBN menjadi harga yang mahal.

Upaya untuk mengatasi permasalahan tersebut, PTBBN dan PTKMR sebagai lembaga litbang nuklir melakukan pembuatan sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs dari larutan hasil pengujian bahan bakar PEB U_3Si_2/Al . Larutan PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi mengandung hasil fisi ^{137}Cs dan uranium dapat dipisahkan dengan metode pengendapan, sehingga isotop ^{137}Cs dan uranium terpisah. Isotop ^{137}Cs terikat di dalam fasa padat sedangkan uranium berada di dalam fasa cair[4].

Keberhasilan penelitian ini dapat memenuhi kebutuhan standar isotop ^{137}Cs untuk kalibrasi spektrometer- γ di PTBBN dengan harga yang lebih murah. Isotop ^{137}Cs tidak terdapat di alam dan hanya ada dalam hasil fisi, sehingga beberapa negara di dunia antara lain Amerika, Jepang dan Eropa telah mendapat izin dari IAEA (*International Atomic Energy Agency*) untuk melakukan *reprocessing* (proses olah ulang) bahan bakar pasca iradiasi[5,6]. Dari hasil proses olah ulang tersebut negara Amerika dan Eropa dapat memproduksi isotop ^{137}Cs secara komersial. Sementara itu, pengelolaan bahan bakar nuklir di BATAN tidak menerapkan proses olah ulang dan daur ulang pada ujung belakang atau

disebut siklus bahan bakar terbuka atau “*open fuel cycle*”, sehingga BATAN tidak dapat memproduksi isotop ^{137}Cs dari hasil fisi. Namun untuk mengetahui unjuk kerja bahan bakar di reaktor harus dilakukan analisis *burn up* secara merusak dengan tujuan untuk mengetahui kesesuaian dengan nilai *burn up* yang diperoleh secara tidak merusak (Origen Code). Analisis *burn up* secara merusak harus dilakukan melalui proses pemisahan untuk mengetahui kandungan ^{137}Cs dan ^{235}U yang terdapat di dalam bahan bakar. Kandungan ^{137}Cs yang digunakan untuk perhitungan *burn up*, dan endapan hasil pemisahan tersebut selanjutnya diproses lebih lanjut menjadi sumber standar sekunder.

Pembuatan sumber standar isotop ^{137}Cs dari larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi menjadi sumber kalibrasi spektrometer- γ mempunyai kesulitan. Hal ini disebabkan standar isotop ^{137}Cs dengan aktivitas 10330 Bq yang digunakan untuk sumber kalibrasi spektrometer- γ harus mempunyai kualitas yang baik. Persyaratan isotop sebagai standar kalibrasi mempunyai nilai akurasi, *reproducibility* dan presisi yang sesuai, sehingga besar aktivitas suatu sumber radiasi dapat diketahui secara tepat[7]. Penentuan akurasi dirancang untuk menunjukkan bahwa standar isotop ^{137}Cs harus memberikan pembacaan aktivitas yang benar sepanjang skala energi isotop ^{137}Cs (661,45 keV). *Reproducibility* atau ketangguhan merupakan langkah untuk mengetahui presisi dan akurasi pengukuran aktivitas standar isotop ^{137}Cs . Besarnya nilai akurasi, dan presisi sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs dengan aktivitas 10330 Bq akan dibandingkan dengan sumber standar primer isotop ^{137}Cs (SRM 4233E dari *National Institute of Standard and Technology* atau NIST) dengan aktivitas yang sama[1,2].

Bahan bakar $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ yang telah mengalami radiasi di reaktor riset G.A. Siwabessy (RSG-GAS) di Serpong akan menghasilkan beberapa hasil fisi dan unsur-

unsur bermassa berat (*heavy element=HE*). Setelah mengalami pendinginan dengan waktu lebih dari 100 hari, bahan bakar tersebut dikirim ke *hot cell* IRM untuk dilakukan analisis PIE. Dalam melakukan analisis PIE khususnya *burn up*, banyak larutan hasil pengujian bahan bakar nuklir yang disimpan dalam *hot cell* dengan keaktifan yang sangat tinggi. Larutan tersebut mengandung ^{137}Cs (dengan waktu paruh 30,17 tahun) dan unsur-unsur berat dari uranium yang mempunyai waktu paruh panjang seperti; ^{238}U (waktu paruh $4,47 \times 10^9$ tahun), dan ^{235}U ($7,04 \times 10^8$ tahun)[8,9]. Larutan hasil pengujian tersebut masih dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk pembuatan sumber standar sekunder dari isotop ^{137}Cs . Hal ini menjadikan latar belakang untuk melakukan pemisahan hasil fisi ^{137}Cs dengan isotop lainnya yang terdapat di dalam larutan hasil pengujian bahan bakar tersebut. Isotop ^{137}Cs mempunyai waktu paruh panjang dengan *fission product yield* sekitar 6,26%, menunjukkan bahwa pada saat terjadi reaksi fisi di reaktor akan menghasilkan kurang lebih 6 atom ^{137}Cs [10]. Fenomena ini menunjukkan bahwa di dalam bahan bakar pasca iradiasi kandungan isotop ^{137}Cs sebagai pemancar radiasi sinar- γ lebih dominan dari pada isotop hasil fisi pemancar sinar- γ lainnya. Keunggulan tersebut menyebabkan isotop ^{137}Cs dalam industri nuklir menjadi salah satu isotop yang stabil sehingga dapat digunakan sebagai sumber standar untuk kalibrasi beberapa peralatan spektrometer gamma maupun alat ukur radiasi lainnya.

Metode pemisahan yang digunakan untuk mendapatkan isotop ^{137}Cs di dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ adalah metode pengendapan. Pemilihan metode pengendapan berdasarkan hasil penelitian sebelumnya[9] dan merupakan metode valid hasil pengembangan sendiri dari metode ASTM E 692-00[11,12]. Pemisahan isotop ^{137}Cs menggunakan metode pengendapan harus ditambahkan serbuk CsNO_3 sebagai

carrier atau senyawa pembawa di dalam media $HClO_4$ [11,13]. Penambahan serbuk $CsNO_3$ untuk memudahkan proses pengendapan, karena kandungan isotop ^{137}Cs dalam larutan bahan bakar nuklir pasca iradiasi yang dianalisis sangat kecil (150 μL)[13]. Hal ini dilakukan untuk menghindari paparan radiasi terhadap pekerja radiasi di laboratorium. Oleh karena itu, dalam proses pengendapan isotop ^{137}Cs dibutuhkan suatu senyawa pembawa untuk meningkatkan kandungan ion cesium. Persyaratan senyawa pembawa yang ditambahkan harus mempunyai sifat kimia yang sama dari ion yang akan diendapkan dan merupakan garam dari isotop ion logam yang akan dipisahkan[12]. Berdasarkan hal tersebut maka pada proses pengendapan ^{137}Cs dari larutan bahan bakar nuklir dibutuhkan penambahan garam Cs dari



Isotop ^{137}Cs akan terikat dalam endapan $^{137}CsClO_4$ sebagai fasa padat dan diharapkan isotop lainnya (U,Pu) berada di dalam supernatan sebagai fasa cair. Isotop ^{137}Cs di dalam bentuk $^{137}CsClO_4$ selanjutnya diproses menjadi sumber tertutup (*shield source*) dan merupakan sumber radiasi gamma dan dapat digunakan sebagai standar sekunder.

Tujuan penelitian ini adalah untuk membuat standar sekunder isotop ^{137}Cs dengan aktivitas 10330 Bq tersertifikasi. Adapun dasar pertimbangan pembuatan standar sekunder isotop ^{137}Cs dengan aktivitas 10330 Bq adalah karena PTBBN mempunyai standar primer isotop ^{137}Cs (SRM 4233E) dari NIST dengan aktivitas 10330,55 Bq pada 10 November 2015. Standar primer isotop ^{137}Cs dari NIST merupakan pembanding terhadap standar sekunder isotop ^{137}Cs yang akan dibuat, sehingga diperoleh standar yang tertelusur.

$CsNO_3$ dalam media $HClO_4$. Senyawa pembawa akan meningkatkan konsentrasi ion Cs^+ dalam larutan, sehingga pada saat ion tersebut diendapkan sebagai garam $CsClO_4$, akan mengadsorpsi ^{137}Cs aktif secara maksimum dan menyebabkan pembentukan endapan $^{137}CsClO_4$ juga secara maksimum, sedangkan penggunaan media perchlorat disebabkan endapan $^{137}CsClO_4$ memiliki kelarutan rendah pada temperatur 0°C[12,13]. Oleh karena itu proses pengendapan isotop ^{137}Cs dengan penambahan larutan $HClO_4$ harus dilakukan di dalam penangas es (*ice bath*) pada temperatur di bawah 0°C (-4°C) agar terbentuk endapan $^{137}CsClO_4$ secara sempurna. Fenomena terjadinya reaksi pengendapan $^{137}CsClO_4$ mengikuti reaksi berikut[9,13]:

Hasil pengukuran dengan spektrometer gamma akan diperoleh spektrum ^{137}Cs pada energi 661,45 keV. Luasan spektrum ^{137}Cs tersebut berupa cacahan kemudian dievaluasi menjadi aktivitas menggunakan persamaan berikut.

$$Akt = \frac{\text{cacahan}}{\text{yield} \times \text{eff}}$$

dengan Akt adalah aktivitas atau keaktifan isotop dalam dps atau Bq, sedangkan Eff menunjukkan efisiensi detektor.

Hasil pengukuran ^{137}Cs menggunakan spektrometer gamma di PTBBN diperoleh aktivitas ^{137}Cs dalam endapan $^{137}CsClO_4$. Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai sumber standar sekunder untuk mengkalibrasi aktivitas alat spektrometer- γ di PTBBN, sehingga besar aktivitas maupun kandungan isotop pemancar gamma yang terdapat di dalam bahan bakar nuklir maupun hasil pengujian bahan bakar dapat

diketahui secara benar dan akurat. Hasil penelitian ini dapat meningkatkan kemampuan SDM untuk memahami metodologi dan teknologi pemisahan isotop ^{137}Cs sebagai sumber radiasi gamma

METODOLOGI

a. Pemisahan ^{137}Cs dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi

Bahan bakar $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi setelah mengalami pendinginan selama ≥ 100 hari dalam kolam reaktor, kemudian dikirim ke *hotcell* IRM untuk dilakukan uji pasca iradiasi diantaranya adalah analisis *burn up*. Dalam melakukan analisis *burn up* secara merusak, PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi kode RI-SIE pelat 20 dipotong dengan dimensi $3 \times 3 \times 1,37$ mm, kemudian dilarutkan di dalam HCl dan HNO_3 hingga diperoleh larutan $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi. Larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi dipipet sebanyak 150 μL secara triplo, kemudian ditambahkan 700 mg CsNO_3 sebagai *carrier* atau senyawa pembawa di dalam media HClO_4 . Proses pengendapan isotop ^{137}Cs dengan penambahan larutan HClO_4 dilakukan di dalam penangas es (*ice bath*) pada temperatur di bawah -4°C selama 1 jam, sehingga terbentuk endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ [9,12]. Isotop ^{137}Cs yang telah terikat dalam bentuk $^{137}\text{CsClO}_4$ kemudian dicuci dan dikeringkan untuk menghilangkan kandungan airnya. Endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ bersifat polar yang mudah larut dalam air dan masih mengandung ion-ion seperti Cl^- dan NO_3^- . Untuk menghilangkan ion-ion yang terlarut dalam endapan diperlukan proses pencucian, sedangkan untuk meminimalkan kelarutan endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ dalam proses pencucian tersebut digunakan pelarut non polar (aseton). Endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ yang telah kering kemudian ditimbang dan diukur besar aktivitasnya menggunakan spektrometer- γ dengan detektor type HPGe. Endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ selanjutnya diproses menjadi sumber

tertutup (*shield source*) sebagai sumber radiasi gamma [1,2].

b. Uji banding antar laboratorium

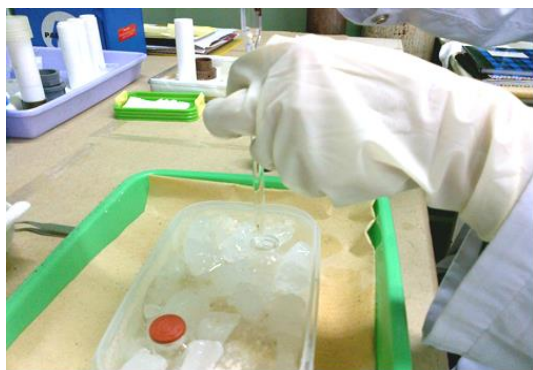
Untuk mengetahui aktivitas dari isotop ^{137}Cs di dalam endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ maka dilakukan pencuplikan sampel dengan berat 50 mg (triplo), selanjutnya dilakukan uji banding antar laboratorium untuk pengukuran aktivitas ^{137}Cs menggunakan spektrometer- γ di PTBBN dan PTKMR. Metode perbandingan juga dilakukan terhadap standar isotop ^{137}Cs bersertifikat SRM 4233C dari NIST (*National Institute of Standard and Technology*) sebagai sampel serta. Hasil uji banding antar laboratorium tersebut kemudian di evaluasi, sehingga diperoleh berat dan rentang aktivitas endapan $^{137}\text{CsClO}_4$. Sebelum dilakukan pengemasan endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ dalam pelaksanaan uji banding dilakukan juga penentuan akurasi, *reproducibility* atau keteguhan serta linearitas dari sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs yang dibandingkan dengan isotop ^{137}Cs bersertifikat SRM 4233C dari NIST [10,14].

c. Pengemasan endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ dan sertifikasi

Dalam melakukan pengemasan endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ dengan berat 50 mg, terlebih dahulu harus di rancang wadah yang terbuat dari resin. Perhitungan tebal resin dalam mendesain wadah tersebut dilakukan oleh PTKMR-BATAN. Endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ dengan berat 50 mg berbentuk serbuk kering, kemudian dimasukkan ke dalam resin dengan mengikuti persyaratan penanganan bahan radioaktif menjadi suatu sumber ^{137}Cs tertutup (*shield sources*) [1,2]. Setelah selesai pengemasan, selanjutnya sumber ^{137}Cs tertutup tersebut harus dilakukan perhitungan bentang ketidakpastian pengukuran, akurasi, dan *reproducibility* atau presisi dari sumber standar sekunder isotop ^{137}Cs .

HASIL DAN PEMBAHASAN

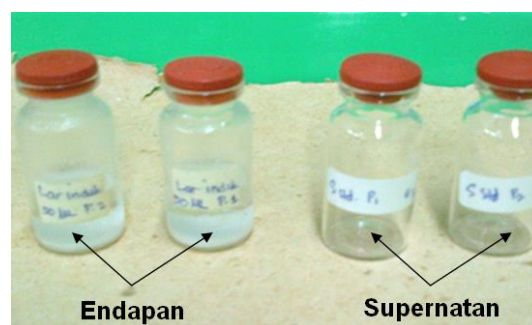
Hasil proses pengendapan menunjukkan terjadinya pemisahan antara endapan $^{137}CsClO_4$ sebagai fasa padat dengan isotop lainnya (U,Pu) dalam fasa cair atau supernatan seperti yang terlihat pada Gambar 1. Gambar 1 menunjukkan bahwa proses pengendapan ^{137}Cs menjadi garam $^{137}CsClO_4$ harus dilakukan dalam penangas es dengan temperatur $-4^{\circ}C$, hal ini disebabkan karena endapan $^{137}CsClO_4$ mempunyai kelarutan yang rendah sebesar $8,0 \text{ mg/mL}$ pada temperatur $0^{\circ}C$ (proses pengendapan sulit terjadi bila dilakukan pada temperatur diatas $0^{\circ}C$)[10,11].



Gambar 1. Pemisahan ^{137}Cs dengan metode pengendapan dalam penangas es

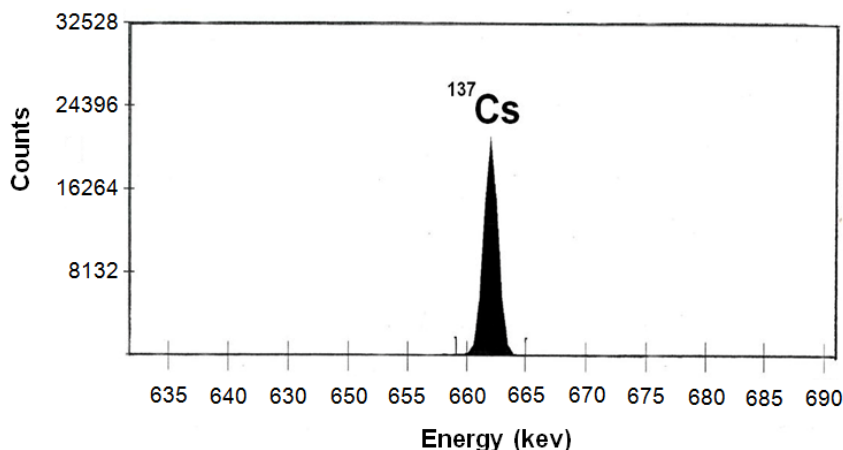
Hasil pemisahan berupa endapan $^{137}CsClO_4$ kering diperoleh dengan berat

rerata $697,67 \text{ mg}$ secara triplo seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Isotop ^{137}Cs terikat dengan $HClO_4$ di dalam endapan $^{137}CsClO_4$ sebagai fasa padat dan isotop lainnya (uranium) berada di dalam supernatan sebagai fasa cair. Terjadinya pemisahan ini disebabkan karena adanya perbedaan kelarutan antara endapan $CsClO_4$ (8 mg/mL) dengan uranium ($0,1 \text{ mg/mL}$) dalam fasa cair[10]



Gambar 2. Pemisahan endapan $^{137}CsClO_4$ dengan supernatan

Dalam menghindari paparan radiasi, dilakukan pencuplikan sampel endapan $CsClO_4$ dengan berat sekitar $\pm 50 \text{ mg}$ dan diukur besar aktivitasnya menggunakan spektrometer- γ . Hasil pengukuran aktivitas isotop ^{137}Cs dalam endapan $CsClO_4$ dengan menggunakan spektrometer- γ di PTBBN diperoleh spektrum seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektrum isotop ^{137}Cs dalam endapan $CsClO_4$ hasil pengukuran menggunakan spektrometer- γ di PTBBN

Gambar 3 menunjukkan bahwa spektrum ^{137}Cs diperoleh pada energi 661,45 keV dengan luas spektrum atau cacahan rerata sekitar 8563 counts (triplo). Hasil evaluasi dari luasan spektrum ^{137}Cs sebagai hasil pengukuran di PTBBN diperoleh kandungan

^{137}Cs dan aktivitas dalam endapan $^{137}\text{CsClO}_4$.

Hasil ini dibandingkan dengan aktivitas standar ^{137}Cs dari NIST seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.

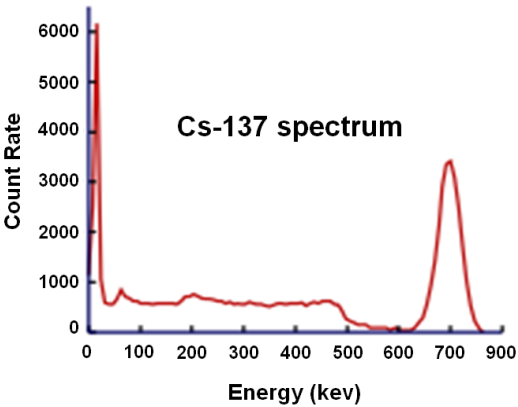
Tabel 1. Kandungan dan aktivitas ^{137}Cs dalam endapan CsClO_4 di PTBBN

Kode Sampel	Berat sampel dalam cuplikan (mg)	Kand. ^{137}Cs dalam cuplikan CsClO_4 (μg)	Aktivitas ^{137}Cs (Bq)
Standar ^{137}Cs NIST	50,05	0,00321	10330,53542
^{137}Cs -P1	49,94	0,00323	10330,18262
^{137}Cs -P2	50,03	0,00322	10330,07832
^{137}Cs -P3	50,05	0,00322	10330,18262
Rerata	50,04	0,00322	10330,14785
SD			0,0602
Presisi (%)			0,0006
Akurasi (%)			0,0038

Tabel 1 menunjukkan bahwa besar aktivitas isotop ^{137}Cs antara standar NIST dengan endapan CsClO_4 dari larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi tidak mempunyai perbedaan yang signifikan. Besar aktivitas sekitar 10330,53542 Bq untuk standar NIST dan 10330,14785 Bq untuk endapan CsClO_4 dengan standar deviasi (SD) sebesar 0,0602, presisi 0,0006 % dan akurasi 0,0038 %. Hasil analisis ini menunjukkan bahwa isotop ^{137}Cs dari larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi dapat digunakan sebagai standar sekunder.

Sementara itu, hasil pengukuran ^{137}Cs dalam endapan $^{137}\text{CsClO}_4$ dengan menggunakan spektrometer- γ di PTKMR diperoleh hasil seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Gambar 4 menunjukkan bahwa spektrum isotop ^{137}Cs terbentuk pada energi 661,45 keV. Berdasarkan Gambar 3 dan 4 menunjukkan bahwa hasil pengukuran isotop ^{137}Cs menggunakan spektrometer- γ di PTBBN maupun PTKMR tidak ada spektrum isotop lain yang terdeteksi selain ^{137}Cs . Hal ini menunjukkan bahwa metode pengendapan yang digunakan cukup baik untuk pemisahan cesium dengan isotop

lainnya dalam larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi, karena terbukti selektif terhadap isotop ^{137}Cs .



Gambar 4. Spektrum isotop ^{137}Cs dalam endapan CsClO_4 hasil pengukuran menggunakan spektrometer- γ di PTKMR

Hasil evaluasi terhadap spektrum ^{137}Cs dalam endapan CsClO_4 hasil pengukuran di PTKMR diperoleh kandungan ^{137}Cs dan aktivitas dalam PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2. Hasil uji banding antar laboratorium yang dituangkan pada Tabel 1 dan 2 menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan

yang signifikan besar aktivitas isotop ^{137}Cs yang diperoleh, baik hasil pengukuran ^{137}Cs di PTBBN maupun di PTKMR dengan

standar deviasi (SD) masing masing sebesar 0,0602 dan 0,0603.

Tabel 2. Kandungan dan aktivitas ^{137}Cs dalam endapan $CsClO_4$ di PTKMR

Kode Sampel	Berat sampel dalam cuplikan (mg)	Kand. ^{137}Cs dalam cuplikan $CsClO_4$ (μg)	Aktivitas ^{137}Cs (Bq)
Standar ^{137}Cs NIST	50,05	0,00322	10330,53540
^{137}Cs -P1	49,94	0,00323	10330,18259
^{137}Cs -P2	50,03	0,00321	10330,07832
^{137}Cs -P3	50,05	0,00322	10330,18290
Rerata	50,04	0,00322	10330,14794
SD			0,0603
Presisi (%)			0,0006
Akurasi (%)			0,0038

Untuk mendapatkan hasil pengukuran yang akurat, maka dilakukan perhitungan ketidakpastian pengukuran untuk mengetahui bentangan pengukuran isotop ^{137}Cs . Perhitungan ketidakpastian pengukuran memperhatikan faktor faktor

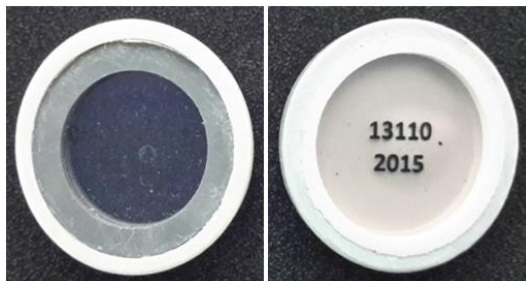
yang berpengaruh dalam pengukuran antara lain SD, presisi, akurasi baik dari sertifikat maupun sampel endapan $CsClO_4$ yang digunakan. Hasil perhitungan ketidakpastian pengukuran ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Kandungan dan aktivitas ^{137}Cs dalam endapan $CsClO_4$ di PTKMR

Komponen	Distribusi	U (%)	Pembagi	U_i	C_i	$\frac{U_i}{C_i}$ (%)	$(\frac{U_i}{C_i})^2$ (%)
Sertifikat sumber standar	normal	4,00	2	2,000	1	2,000	4,000
Umur paro sumber standar	rectangular	0,02	1,7321	0,009	1	0,009	0,000
Efisiensi detektor	normal	0,00307	2	0,002	1	0,002	0,000
Net area sumber standar	normal	0,57	2	0,285	1	0,285	0,081
Intensitas sampel	rectangular	0,16	1,7321	0,092	1	0,092	0,009
Net area sampel	normal	0,41	2	0,205	1	0,205	0,042
Umur paro sampel	rectangular	0,02	1,7321	0,009	1	0,009	0,000
Jumlah							4,132
Ketidakpastian baku, uc, (%)							2,033
Faktor cakupan pada derajat kepercayaan= 95%							1,96
Ketidakpastian bentangan U = k. uc, %							3,98

Dari Tabel 3 diketahui bahwa besar bentangan ketidakpastian pengukuran isotop ^{137}Cs diperoleh sebesar 3,98%. Fenomena ini menunjukkan bahwa ketelitian pengukuran ^{137}Cs berada pada bentangan aktivitas sebesar $10330 \text{ Bq} \pm (3,98/100 \times 10330) \text{ Bq}$ atau sebesar 411 Bq, sehingga penulisan aktivitas isotop ^{137}Cs dituliskan dalam bentuk persamaan Aktivitas (10330 ± 411) Bq.

Endapan CsClO_4 dengan aktivitas ^{137}Cs sebesar (10330 ± 411) Bq, kemudian dikemas di dalam resin dengan polimer sebagai pelapis seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Endapan tersebut dikemas menjadi sumber standar ^{137}Cs tertutup (*shield sources*) yang siap digunakan sebagai standar sekunder. Standar sekunder ^{137}Cs tersebut kemudian di sertifikasi oleh PTKMR dengan nomor seri sertifikasi 51110 dan izin pemanfaatan dari BAPETEN dengan nomor 017832.3.187.01000.011214.



Gambar 5. Standar sekunder isotop ^{137}Cs dalam sumber tertutup *shield sources* dengan aktivitas $10330 \pm 411 \text{ Bq}$

SIMPULAN

Proses pemisahan cesium dengan metode pengendapan $^{137}\text{CsClO}_4$ menghasilkan standar sekunder isotop ^{137}Cs dari larutan PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi dengan aktivitas sebesar $10330 \pm 411 \text{ Bq}$. Standar isotop ^{137}Cs tersebut dikemas menjadi sumber standar ^{137}Cs tertutup (*shield sources*) dan siap digunakan sebagai standar sekunder untuk kalibrasi energi spektrometer- γ .

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada Ir.Sungkono, M.T dan seluruh teman-teman Bidang Uji Radiometalurgi (BUR) atas kerjasamanya dalam melakukan penelitian, diskusi serta Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir BATAN melalui fasilitas dan dana DIPA 2018 sehingga penelitian ini bisa dilaksanakan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. B. Ginting, D. Anggraini, A. Nugroho, R. Kriswarini, G. Wurdianto, Hermawan, "Pembuatan isotop ^{137}Cs sebagai sumber radiasi gamma untuk digunakan dalam industri," *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir URANIA*, vol. 20, no. 3, 2014
- [2] A. B. Ginting, D. Anggraini, A. Nugroho, R. Kriswarini, Sriyono, M. Subekti, G. Wurdianto, Hermawan, "Pembuatan sumber radiasi gamma ^{137}Cs dengan aktivitas 20 mCi dari PEB $\text{U}_3\text{Si}_2/\text{Al}$ pasca iradiasi dalam container Stainless Steel," *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir URANIA*, vol. 21, no. 3, 2015.
- [3] J. Real, F. Persin, C. C. Cauret, "Mechanisms of desorption cesium and strontium aerosols deposited on urban surfaces," *Journal of Environmental Radioactivity*, vol 62, no. 1, 2012.
- [4] J. P. Glatz, "Spent fuel dissolution and reprocessing processes," *Reference Modul in Materials Science and Materials Engineering*, vol 5, pp. 343-366, 2012.
- [5] H. Forsstran, "Spent fuel and radioactive waste management in nuclear power programs, infrastructure and methodologies for the justification of nuclear power programmes, A value in Woodhead," *Publishing Series in Energy*, pp. 465-501, 2011.
- [6] J. Sumanto, A. Jalil, Sukandar, Romadhon, "Desain perangkat pengukur aktivitas dosis pada

- renograf," *Prosiding Pertemuan Ilmiah Perekrayaan Perangkat Nuklir*, PRPN-BATAN, 14 November 2013, Serpong.
- [7] A. B. Ginting, D. Anggraini, A. Nugroho, "Pengaruh penambahan zeolit terhadap pemisahan isotop ^{137}Cs dalam pelat elemen bakar U_3Si_2-Al pasca iradiasi", *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, vol. 7, no.2, 2011.
- [8] A. Nugroho, Boybul, A. B. Ginting, "Pemungutan isotop hasil fisi ^{137}Cs dan unsur bermassa berat dari bahan bakar U_3Si_2-Al pasca iradiasi," *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, vol. 10, no.1, 2014.
- [9] A. B. Ginting, D. Anggraini, "Metode pengendapan dan metode penukar kation pada poses pemisahan cesium di dalam bahan bakar U_3Si_2-Al ", *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir URANIA*, vol. 22, no. 2, 2016.
- [10] R. C. Weast, "Handbook of Chemistry and Physics 69 th edition," Boca Raton, FL:CRC Press Inc, 1988-1989, pp. 8-115.
- [11] American Standard Test Methods, ASTM-E 692-00, "Standard Test methods for determining the content of cesium-137 in irradiation nuclear fuels by high resolution gamma-ray spectral analysis", *Standard Test Method for Nuclear Material*, USA, vol.12.1, 2000.
- [12] H. Simger, F. Arnold, H. Aufurhoff, R. Bauman, F. Kaether, S. Lindemann, L. Rauch, "Detection of ^{133}Xe from the fukusima nuclear power plant in the upper troposphere above germany," *Journal of Evironmental Radioactivity*, vol. 132, 2014.
- [13] D. Anggraini, A. Nugroho, A. B. Ginting, Y. Nampira, Boybul, "Penentuan parameter optimum proses pengendapan $CsClO_4$ pada pemisahan isotop ^{137}Cs dari larutan PEB U_3Si_2/Al pasca iradiasi," *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir Urania*, vol. 19, no. 2, 2013.
- [14] A. B. Ginting, Boybul, A. Nugroho, D. Anggraini, R. Kriswarini, "Pemisahan dan analisis ^{137}Cs dan ^{235}U dalam PEB U_3Si_2-Al pasca iradiasi untuk penentuan burn up," *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir* vol. 11, no. 2, 2015.
- [15] A. B. Ginting, H. P. Liem, "Absolute burn up measurement of LEU silicide fuel plate irradiated in the RSG GAS multipurpose reactor by destructive radiochemical technique", *Journal Annals of Nuclear Energy*, 2015.

