

**DIKTAT
PENGUKURAN BAHAN NUKLIR**

**PELATIHAN PENGURUS DAN PENGAWAS
INVENTORI BAHAN NUKLIR**



Direktorat Pengembangan Kompetensi
dan
Direktorat Pengelolaan Fasilitas Ketenaganukliran

**BADAN RISET DAN INOVASI NASIONAL
2023**

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	3
A. Tujuan instruksional umum ;	3
B. Tujuan instruksional khusus.	3
DAFTAR ISI	2
BAB I.....	4
PENDAHULUAN	4
BAB II.....	6
BAHAN NUKLIR	6
BAB III.....	7
DESTRUCTIVE ASSAY	7
A. Umum.....	7
B. Penimbangan Bahan Nuklir.....	8
C. Gravimetri.....	9
D. Potensiometri Titrasi	9
E. Spektrofotometri dan Flourimetri	10
F. Atomic Emission Spectrometry (AES)	12
G. Spektrometri Alpha.....	13
H. Spektrometri Massa	16
BAB IV	18
NON DESTRUCTIVE ASSAY	18
A. Umum.....	18
B. Flouresesi Sinar-X.....	18
C. Radiometri Gamma	20
D. Pengukuran Neutron	28
E. Calorimetry.....	32
PENUTUP	34
PUSTAKA	35

KATA PENGANTAR

Materi diklat ini dimaksudkan untuk memberikan pengetahuan dasar tentang metode dan peralatan untuk analisis bahan nuklir yang dapat digunakan untuk menverifikasi bahan nuklir yang menjadi tanggung jawab Petugas inventori bahan nuklir dalam suatu fasilitas nuklir. Petugas ini bertanggung jawab dalam terlaksananya sistem seifgard bahan nuklir agar pengelolaan bahan nuklir dalam fasilitas ini dapat ditelusuri. Adapun petugas ini dipersyaratkan memiliki kompetensi dan mempunyai surat izin bekerja sebagai pengurus atau pengawas inventori bahan nuklir. Hal ini sesuai dengan PERATURAN KEPALA BADAN PENGAWAS TENAGA NUKLIR yang berkaitan dengan IZIN BEKERJA PETUGAS INSTALASI DAN BAHAN NUKLIR. Dengan materi ini peserta dapat memilih metode dan melakukan pengukuran bahan nuklir yang sesuai dengan fasilitas dimana dia bekerja.

Modul ini berisi pokok bahasan tentang metode dan peralatan analisis/pengukuran bahan nuklir serta batasan kemampuan pengukuran metode tersebut

Tujuan instruksional umum:

Setelah mengikuti pembelajaran materi ini, peserta memahami dan mampu menjelaskan metode merusak (*Destructive Assay*) dan metode tidak merusak (*Non-Destructive Assay*) yang dapat digunakan untuk melakukan pengukuran bahan nuklir dan mampu melakukan pengukuran bahan nuklir di tempat kerjanya.

Tujuan instruksional khusus:

Setelah mengikuti pembelajaran materi ini, peserta mampu:

- menjelaskan tentang sifat bahan nuklir,
- menjelaskan tentang pengukuran merusak dan pengukuran tidak merusak bahan nuklir,
- menjelaskan tentang teknik pengukuran bahan nuklir, dan
- melaksanakan pengukuran bahan nuklir di fasilitasnya.

BAB I

PENDAHULUAN

Bahan nuklir merupakan bahan strategis yang perlu dilakukan pengamanan (*safeguards*), hal ini dilakukan untuk menjaga bahwa bahan tersebut tidak di salah gunakan dalam kegiatan yang tidak dapat dipertanggungjawabkan. Pengamanan bahan nuklir dilakukan dengan cara pengamanan fisik tentang keberadaan bahan nuklir tersebut dan data ketertelusuran perubahan dan penggunaan bahan tersebut. Dalam fasilitas nuklir yang melaksanakan penelitian dan pengembangan bahan bakar nuklir, ketertelusuran keberadaan bahan nuklir dipantau sejak bahan nuklir diperoleh, disimpan, dan digunakan untuk pembuatan bahan bakar hingga pengujian setelah bahan bakar ini digunakan dalam reaktor nuklir sampai bahan tersebut dilimbahkan. Oleh sebab itu keberadaan bahan nuklir tersebut harus dapat dipantau sehingga perlu dilakukan akuntansi bahan nuklir. Bahan nuklir dipantau, dipastikan keberadaannya, dan jumlahnya selama diproses, saat hilang akibat proses, dan bahan nuklir yang berada dalam limbah.

Data jumlah bahan nuklir tersebut dapat diketahui dengan melakukan pengukuran/analisis bahan nuklir. Data hasil pengukuran/analisis bahan nuklir bermanfaat bagi fasilitas, Negara dan IAEA. Manfaat-manfaat tersebut, yaitu:

- Manfaat untuk fasilitas adalah data hasil pengukuran dapat digunakan sebagai:
 - Kedapatan kembali bahan nuklir dalam penggunaannya.
 - Proses kontrol dari kegiatan yang dilakukan.
 - Jaminan kualitas dari proses kegiatan atau produk yang dihasilkan.
- Manfaat untuk Negara adalah data analisis digunakan sebagai:
 - Pertimbangan lingkungan.
 - *Safeguards* bahan nuklir (tingkat Nasional).
- Manfaat untuk IAEA, yaitu data analisis digunakan untuk *safeguards* bahan nuklir (tingkat Internasional).

Dilihat dari manfaatnya, data hasil analisis/pengukuran bahan nuklir mempunyai peran yang penting dan lingkup yang luas. Oleh karena itu, diperlukan pemilihan metode yang tepat sehingga pengukuran bahan nuklir dapat dilakukan secara cepat dan

memberikan hasil yang tepat. Metode yang digunakan harus sesuai dengan peralatan, keahlian personel, serta standar dan prosedur kontrol kualitas yang dimiliki oleh fasilitas.

Bahan nuklir yang termasuk dalam pada sistem akuntansi bahan nuklir atau *system safeguards* adalah plutonium, uranium, dan torium. Sifat kimia dari bahan tersebut adalah dapat mempunyai tingkat oksidasi ganda, dan dapat membentuk senyawa kompleks yang dapat menyerap/memancarkan sinar ultraviolet. Selain itu, mereka merupakan logam berat dan radioaktif, sehingga pengukuran bahan nuklir tersebut dapat dilakukan berdasarkan kedua sifatnya, yaitu dengan cara merusak (*destructive assay*) dan tidak merusak (*non-destructive assay*).

BAB II

BAHAN NUKLIR

Bahan nuklir yang terkena *safeguards* merupakan bahan-bahan yang dapat mengalami pembelahan jika ditembak dengan neutron atau bahan yang dapat dibuat sebagai bahan dapat belah yang termasuk bahan ini yaitu torium, uranium, dan plutonium. Mereka termasuk dalam golongan aktinida dan mempunyai beberapa tingkat valensi. Torium dapat mempunyai valensi Th^{+4} dan Th^{+2} , uranium dalam larutan mempunyai valensi U^{+4} dan U^{+6} , sedangkan plutonium mempunyai valensi Pu^{+4} dan Pu^{+3} . Unsur tersebut dapat membentuk senyawa kompleks dengan asam anorganik maupun organik, seperti asam nitrat membentuk senyawa kompleks nitrat dalam bentuk UO_2^{+2} , Pu^{+4} , dan Th^{+4} . Susunan elektron dari unsur tersebut berada dalam orbital elektron dengan elektron terluar pada orbital 7s. Oleh karena itu, pengukuran mereka dapat ditentukan berdasarkan sifat kimia tersebut, yaitu dengan metode merusak atau *destructive essay* (DA).

Selain sifat uranium, plutonium, dan torium yang telah disebutkan, sifat lainnya yaitu mereka termasuk dalam inti berat. Inti dari isotop torium, uranium, dan plutonium merupakan inti yang tidak stabil sehingga bersifat radioaktif dengan memancarkan radiasi alfa. Anak luruhnya meluruh memancarkan radiasi alfa dan beta. Beberapa peluruhan mereka diikuti pemancaran radiasi gamma. Interaksi radiasi alfa dari bahan nuklir tersebut mengenai matrik akan memancarkan sinar infra merah (panas). Selain itu, dapat juga memancarkan neutron tunggal dari reaksi (α, n) hal ini dikenal dengan *delayed neutron* juga *coincidence neutron*. Bahan nuklir tersebut di atas dengan neutron dapat mengalami reaksi pembelahan. Berdasarkan sifat sifat tersebut analisis bahan nuklir tersebut dapat dilakukan dengan *non-destruktif essay* (NDA).

BAB III

DESTRUCTIVE ASSAY

3.1. Umum

Penentuan kandungan bahan nuklir dengan cara merusak dilakukan untuk memperoleh data akurat tentang kandungan bahan nuklir dalam suatu matrik. Proses analisis ini dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu:

a. Pengukuran bagian besar

Bagian besar bahan nuklir ditentukan untuk mengetahui jumlah total bahan nuklir masuk dalam pembukuan, total bahan ini dapat diukur berdasarkan berat, volume atau aliran.

b. *Sampling*

Sampling merupakan bagian kegiatan yang bertujuan untuk mereduksi bagian bahan yang akan dianalisis. Penentuan kandungan bahan nuklir dalam bahan hasil *sampling* dapat megeneralisasi kandungan bahan nuklir dalam bagian besar bahan nuklir tersebut. Beberapa metode *sampling* yang umum digunakan dalam *destructive assay* diantaranya: metode sample cara pemungutan random, sistem pengangkatan, dan pencuplik pusat.

c. Penyiapan sampel

Analisis dengan cara *destructive assay* akan menghasilkan data yang teliti. Hal ini disebabkan analisis dilakukan dengan memperhatikan beberapa faktor yaitu: sampel diubah hingga sesuai untuk kebutuhan pengukuran dengan metode yang digunakan dan meminimumkan faktor gangguan dalam pengukuran. Sehubungan dengan keadaan tersebut, maka penentuan dengan cara ini dilakukan melalui tahapan pelaturan dan pemisahan.

d. Pengukuran kandungan/konsentrasi bahan nuklir

Pengukuran kandungan bahan nuklir dilakukan dengan cara mengukur besaran fisika yang sebanding dengan kandungan bahan nuklir yang ditentukan, metode analisis yang umum digunakan dalam analisis bahan nuklir yaitu:

- metode penimbangan dan grafimetri,
- potensiometri titrasi,

- spektrofotometer uv-visible,
- luminiscensi,
- ICP-AES untuk analisis pengotor dalam bahan nuklir,
- spektrometri alfa, dan
- spektrometri masa.

3.2. Penimbangan Bahan Nuklir

Bulk bahan nuklir ditentukan dengan cara menimbang bahan tersebut. Penimbangan harus dalam keadaan baik dan tertelusur pada satuan internasional untuk memperoleh data penimbangan yang tepat timbangan. Oleh karena itu, alat timbangan perlu dikalibrasi sebelum digunakan. Penimbangan *bulk* bahan nuklir dilakukan dilakukan dengan menggunakan timbangan yang mempunyai jangkauan kerja sesuai dengan beban bahan yang ditimbang. Adapun jenis timbangan yang digunakan untuk penimbangan ini diantaranya:

a. *Strain gauge load cell*

Timbangan ini mempunyai kemampuan untuk menimbang 1kg sampai dengan lebih dari 100kg dengan kesalahan random antara 0,1 sampai dengan 0,01%RSD dan kesalahan sistematik 2 sampai dengan 0,01% RSD.



Gambar 1. *Strain gauge load cell*

b. Timbangan elektronik

Timbangan ini digunakan untuk menimbang sampel yang ringan (sampai dengan 30 kg), mempunyai kesalahan random 0,02 sampai dengan 0,001% RSD dan kesalahan sistematik antara 0,01 sampai dengan 0,001% RSD.



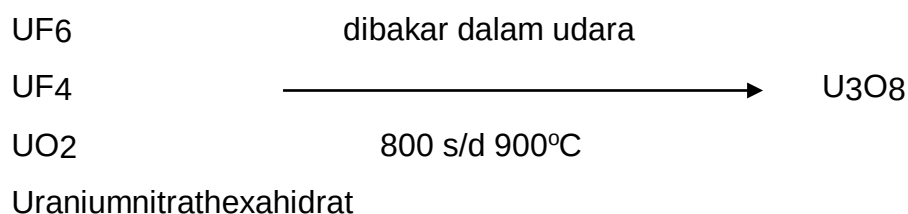
Gambar 2. Timbangan elektronik

c. Timbangan analitik.

Timbangan ini digunakan untuk menimbang sampel dalam rangka penyiapan cuplikan untuk analisis. Adapun kemampuan timbangan ini sampai 200 g sampel dengan kesalahan random 0,02 sampai dengan 0,001% RSD dan kesalahan sistematik antara 0,01 sampai dengan 0,001% RSD.

3.3. Gravimetri

Uranium dapat dibentuk menjadi suatu senyawa stabil dengan mereaksikannya dengan suatu pereaksi. Senyawa uranium yang dihasilkan, kemudian dikeringkan dan ditimbang. Kandungan uranium ditentukan berdasarkan berat senyawa uranium tersebut. Metode ini dapat digunakan untuk penentuan uranium dalam 5 sampai dengan 10 g sampel suatu senyawa yang mengandung uranium dengan total pengotor lebih kecil dari 500 µg/g. Unsur pengotor ditentukan dengan metode *Atomic Emission Spectroscopy* (AES), yang digunakan untuk mengoreksi hasil penentuan. Contoh :



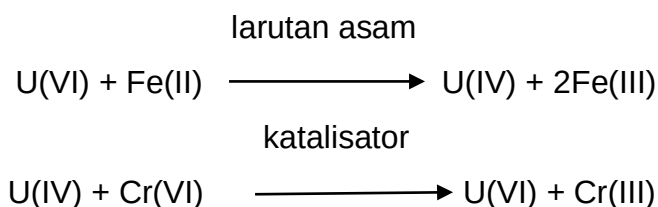
3.4. Potensiometri Titrasi

Metode titrasi merupakan metode yang berdasarkan pada proses oksidasi dan reduksi yang dilakukan pada bahan yang akan dianalisis, sehingga analisis berdasarkan bilangan valensi yang dimiliki bahan nuklir. Uranium ditentukan dengan metode Davies and

Gray yang telah dimodifikasi oleh Laboratorium New Brunswick atau coulometric titration metode Goldbeck dan Lerner.

Langkah dari analisis Davies and Gray, yaitu U(VI) direduksi dengan menggunakan Fe(II) dalam H_3PO_4 dan kelebihan Fe(II) dioksidasi dengan HNO_3 dengan adanya katalisator Mo(IV). Suatu diluent V(IV) dan larutan buffer redoks ditambahkan dan V(V) dihasilkan pada elektroda emas untuk menetapkan kadar U(IV). Titrasi dilakukan secara potensiometri menggunakan suatu elektroda platina. Penyimpangan hasil pengukuran ini disebabkan oleh adanya gangguan dari ion-ion logam yang bereaksi dengan pereaksi yang digunakan.

Reaksi oksidasi reduksi yang terjadi pada penentuan ini adalah:



Penentuan plutonium dilakukan dengan mereduksi plutonium menjadi Pu(III) dalam elektrolit HCl-Asam Sulfamat. Pu(III) dioksidasi menjadi Pu(IV) dengan menggunakan NaH_2PO_4 . Ketelitian penentuan dengan metode ini 0,05% dengan bias antara 0,03 sampai dengan 0,05% RSD.

3.5. Spektrofotometri dan Flourimetri

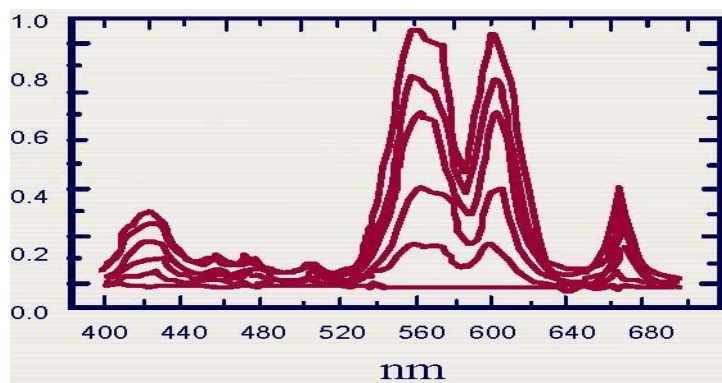
Atom dalam bahan nuklir mudah membentuk senyawa kompleks dengan asam organik atau anorganik yang digunakan mempunyai gugus *chromofor* yang dapat menyerap dan memancarkan kembali sinar elektromagnetik. Oleh karena itu, bahan nuklir dapat dianalisis dengan metode fluoresensi atau spektrometri ultraviolet. Senyawa organik yang sering digunakan untuk membentuk senyawa kompleks dalam pengukuran spektrofotometer diantaranya dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Senyawa organik dalam pengukuran spektrofotometer

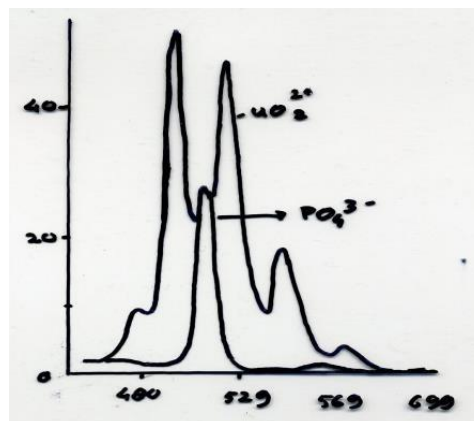
Pereaksi	Indeks Molar Absorbansi
Thiosianat, dalam air	3770
Thisianat dalam aseton berair	3900
Oxine	3000-6500
Thoronol	16400

Pereaksi	Indeks Molar Absorbansi
Dibenzoilmethane	19000
Arsenazo	22000
1-(2Pyridilazo)-2-napthanol	23000

Asam anorganik yang sering digunakan sebagai mengompleks uranium antara lain asam nitrat, asam sulfat, dan asam fosfat. Pada Gambar 3 ditunjukkan spektrum dari fluoresensi uranium phosphate dan benzoiltrifluoroacetone. Penentuan ini dilakukan dengan membuat persamaan kalibrasi dengan mengukur absorbansi atau fluoresensi larutan standar yang mengandung kompleks uranium, thorium atau plutonium. Nilai kandungan bahan yang ditentukan dengan memasukkan nilai fluoresensi/serapan dari sampel ke dalam persamaan/kurva kalibrasi bahan nuklir yang bersangkutan.



Gambar 3. Spektrum Pu(III) menggunakan pereaksi 2M HCl

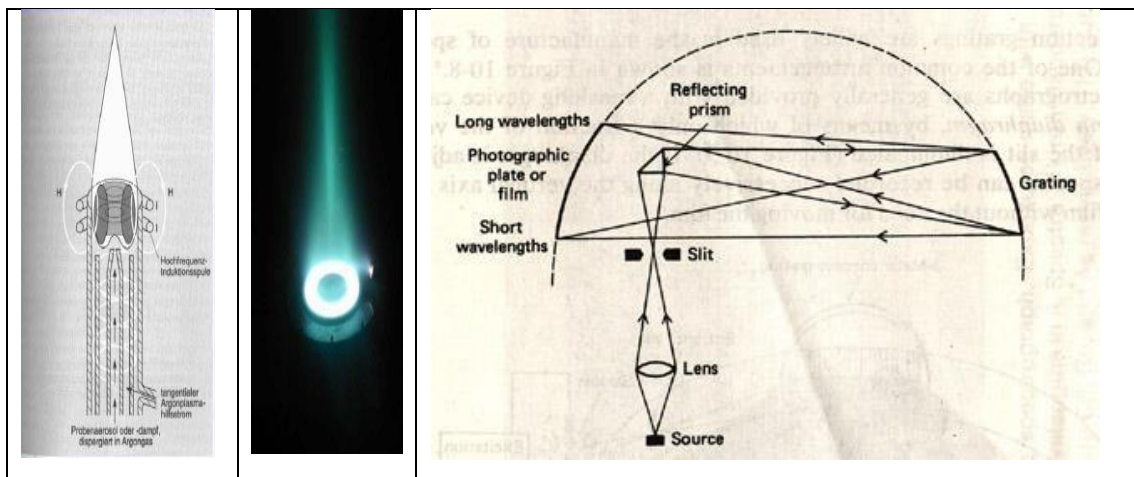


Gambar 4. Spektrum fluoresen uranium phosphat

3.6. Atomic Emission Spectrometry (AES)

Unsur pengotor dalam bahan nuklir ditentukan dengan menggunakan metode *atomic emission* spektrometri. Penentuan unsur ini didasarkan pada intensitas sinar yang dipancarkan oleh sinar yang dipancarkan dari atom yang mengalami deeksitasi.

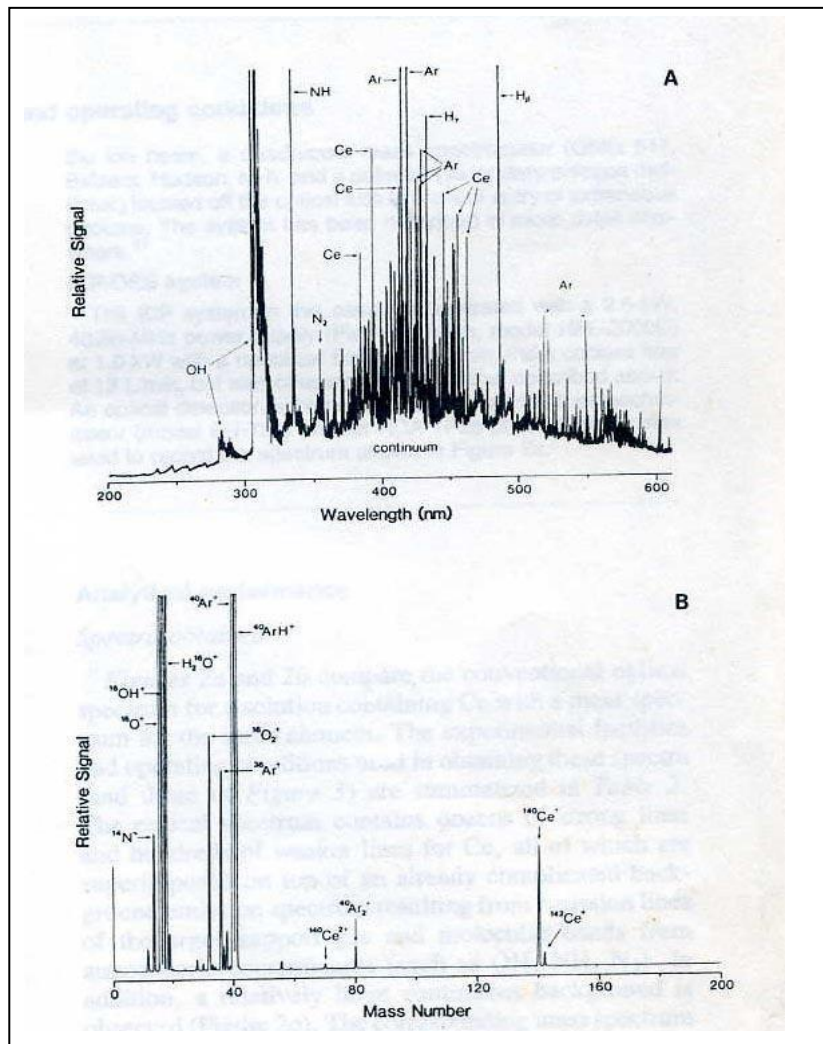
Bila suatu atom diberi energi yang sesuai dengan energi untuk mengeksitasi elektron dalam kulit terluar atom tersebut, maka elektron akan berpindah dari kulit orbital luar ke kulit diluarnya lagi yang mempunyai energi lebih tinggi. Keadaan atom tereksitasi tidak stabil dan akan kembali lagi pada keadaan dasar dengan memancar sinar. Sinar yang dipancarkan dari suatu atom yang mengalami deeksitasi mempunyai panjang gelombang tertentu di daerah ultra violet atau sinar tampak. Beberapa metode untuk eksitasi diantaranya: Lucutan listrik dan *inductively coupled plasma* (ICP).



Gambar 5. Eksitasi dengan ICP

Sinar yang dipancarkan tersebut dianalisis dengan melewati pada suatu prisma *grating* yang memecah sinar menjadi sinar monokromatis. Sinar monokromatis ini diterima oleh *fotomultiplier tube* yang berada pada panjang gelombang tertentu, guna mengukur intensitas sinar. Intensitas sinar ini sesuai dengan kandungan unsur yang dianalisis.

Pengukuran dilakukan dengan cara relatif dengan pengukuran bahan standar kalibrasi. Limit pengukuran unsur dengan metode ini adalah 0,01 ppm dengan bias pengukuran lebih kecil dari 1% dan relatif standar deviasi lebih kecil dari 3%.



Gambar 6. Spektrum emisi cerium

3.7. Spektrometri Alfa

Uranium, plutonium, dan torium termasuk dalam berat dan isotopnya merupakan inti radioaktif. Inti atom atom tersebut meluruh dengan memancarkan radiasi partikel alfa. Radiasi yang dipancarkan oleh masing masing radioisotop bahan nuklir mempunyai energi yang berbeda. Berdasarkan sifat tersebut maka bahan nuklir dapat dianalisis dengan menggunakan metode spektrometri alfa.

Dalam proses peluruhan inti, jumlah inti tidak stabil dinyatakan sebagai fungsi eksponen terhadap waktu :

$$N = N_0 \cdot e^{-\lambda t}$$

dengan:

N : jumlah suatu inti tidak stabil pada waktu t

N_0 : jumlah inti di atas pada waktu $t = 0$

λ : tetapan peluruhan, parameter karakteristik eksponensial

Suatu spesies inti mempunyai tetapan peluruhan. Peluruhan radioaktif dinyatakan dalam persamaan waktu paruh ($T_{1/2}$) yang dihubungkan dengan tetapan peluruhan. Persamaan waktu paruh, yaitu:

$$T_{1/2} = (\ln 2)/\lambda$$

Laju peluruhannya dinyatakan dalam persamaan:

$$R = (1,32 \times 10^{10})/(A \cdot T_{1/2})$$

dengan

R : laju peluruhan per detik per gram

$T_{1/2}$: waktu paruh dalam tahun

Sebagai contoh sinar gamma dari U-235 memancarkan partikel alfa dengan waktu paruh $7,038 \times 10^8$ tahun. Laju pemancaran alfa $7,98 \times 10^4$ /g.dt. Reaksi yang terjadi dalam reaksi peluruhan alpha adalah sebagai berikut:



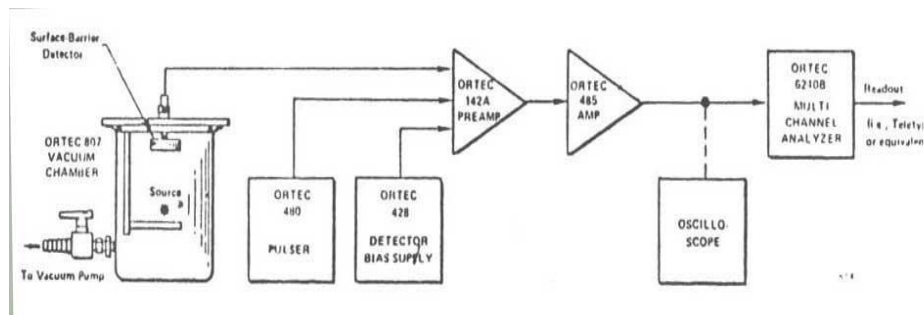
Energi alfa yang dipancarkan berkisar 4 sampai dengan 10 MeV dan waktu paruh antara 10^6 - 10^{10} tahun. Inti dengan antara waktu hidup pendek akan meluruh dengan memancarkan partikel alfa dengan energi tinggi.

Tabel 2. Energi radiasi alpha dan aktifitas jenis isotop uranium

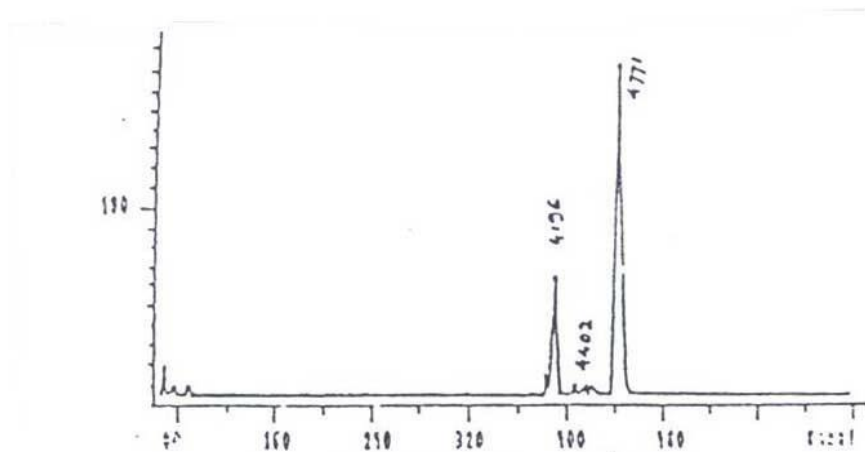
Nuklida	Energi maksimum keV	Aktivitas jenis (Bq/g)
${}^{233}\text{U}$	4824; 4783	$3,57 \times 10^8$
${}^{234}\text{U}$	4772; 4723	$2,31 \times 10^8$
${}^{235}\text{U}$	4402	$8,00 \times 10^4$
${}^{236}\text{U}$	4494; 4445	$2,39 \times 10^6$
${}^{238}\text{U}$	4205	$1,24 \times 10^4$

Peralatan yang digunakan untuk analisis ini yaitu:

- Alat penyiapan sampel yang digunakan untuk memperoleh sebaran lapisan tunggal bahan nuklir .
- Detektor sawar muka (*Surface barrier*)
- Penganalisa salur ganda atau *multi-channel analyzer* (MCA)



Gambar 7. Skema alat spektrometer alpha



Gambar 8. Spektrum alpha dari uranium alam

Spektrometer alfa perlu dikalibrasi untuk menganalisis radionuklida pemancar alfa.

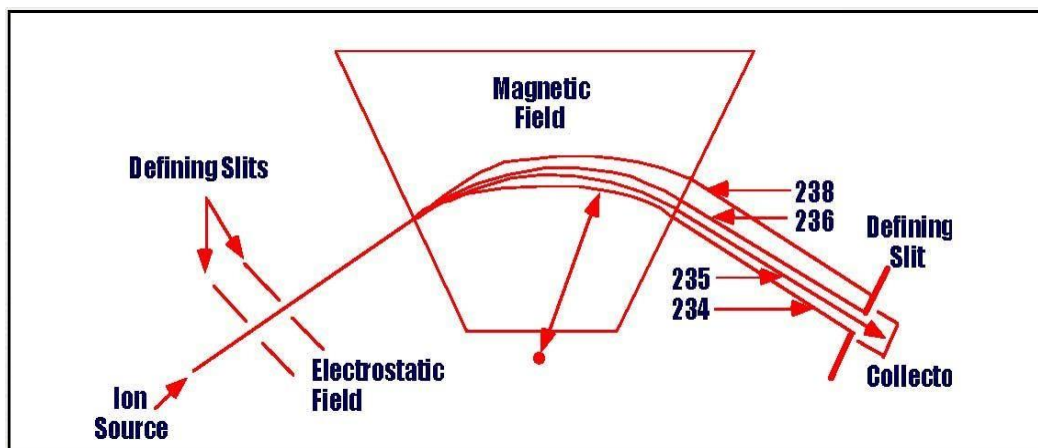
Jenis kalibrasi, yaitu:

- Kalibrasi energi untuk menentukan alamat nomer salur pada pita energi.
- Kalibrasi efisiensi untuk menentukan kesesuaian antara luas puncak dengan tingkat radioaktivitas.

Energi Puncak digunakan untuk analisis kualitatif dari nuklida pemancar alfa dalam sampel. Besar luas puncak digunakan untuk analisis kuantitatif radionuklida yang diukur (tingkat radioaktifitas). Komposisi isotopik bahan nuklir ditentukan melalui perhitungan dengan mengubah satuan radioaktivitas ke satuan berat/satuan atom. Sedangkan kuantitatif suatu bahan nuklir dapat ditentukan dengan metode pengenceran isotop.

3.8. Spektrometri Massa

Analisis dengan metode ini didasarkan pada pengukuran ion dari isotop dalam sampel. Proses analisis dengan metode ini dimulai dengan pembentukan ion dalam ruang pengion yang kemudian ion-ion ini dipisahkan berdasarkan massanya dengan menggunakan medan magnet penganalisa. Ion-ion yang terpisahkan ini dideteksi dengan menggunakan detektor fotomultiplier. Proses ini ditunjukkan dalam Gambar 9. Adapun cara membentuk ion untuk analisis dengan spektrometer massa yaitu: penumbukan ion, penumbukan elektron, ionisasi termal, dan *inductively coupled plasma* (ICP).



Gambar 9. Proses analisis dengan spektrometer massa

Metode analisis ini digunakan untuk menentukan distribusi isotopik yang didasarkan pada tinggi puncak spektrum hasil analisis. Distribusi yang dihasilkan dari perhitungan puncak ini adalah atom distribusi isotopik. Distribusi berat isotopik dihitung dengan mengalikan faktor berat isotop pada puncak dari isotop yang bersangkutan.

Contoh perhitungan isotop ^{235}U dari UO_2 yang mengandung ^{234}U , ^{235}U , ^{236}U , dan ^{238}U .

$$\%atom^{235}\text{U} = \frac{I_{235}}{I_{234} + I_{235} + I_{236} + I_{238}} \times 100\%$$

dengan I adalah Intensitas Puncak.

Di samping untuk menghitung distribusi isotopik, metode spektrometri massa juga digunakan untuk penentuan kuantitatif uranium, torium maupun plutonium total dalam sampel. Analisis dilakukan dengan pengenceran isotop (*Isotopic dilution*). Analisis ini dilakukan dengan menambahkan isotop dari unsur yang bersangkutan tetapi massa dari isotop tersebut tidak sama dengan massa isotop dalam sampel. Isotop yang biasa

ditambahkan untuk menganalisis uranium adalah ^{233}U dan untuk penentuan Pu menggunakan ^{244}Pu .

Analisis dengan metode spektrometri massa dapat mengukur sampel hingga massa sampel dalam orde ng. Bila dalam sampel mengandung isotop lain yang mempunyai massa sama dengan isotop yang di analisis, hal ini akan mengganggu pengukuran. Oleh karena itu perlu didahului dengan pemisahan.

BAB IV

NON DESTRUCTIVE ASSAY

4.1. Umum

Penentuan kandungan bahan nuklir dengan cara tidak merusak dilakukan untuk memperoleh data kandungan bahan nuklir dalam suatu matrik secara cepat akurat. Proses analisis ini dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu:

a. Pengukuran bagian besar

Bagian besar bahan nuklir ditentukan untuk mengetahui jumlah total bahan nuklir masuk dalam pembukuan. Total bahan ini dapat diukur berdasarkan berat, volume atau aliran.

b. Penyiapan sampel

Analisis dengan cara *non destructive assay* akan menghasilkan data yang teliti. Hal ini dapat diperoleh dengan melakukan homogenisasi sampel dalam wadah.

c. Pengukuran kandungan/konsentrasi bahan nuklir

Pengukuran kandungan bahan nuklir dilakukan dengan cara mengukur besaran fisika yang sebanding dengan kandungan bahan nuklir yang ditentukan. Metode analisis yang umum digunakan dalam analisis bahan nuklir yaitu:

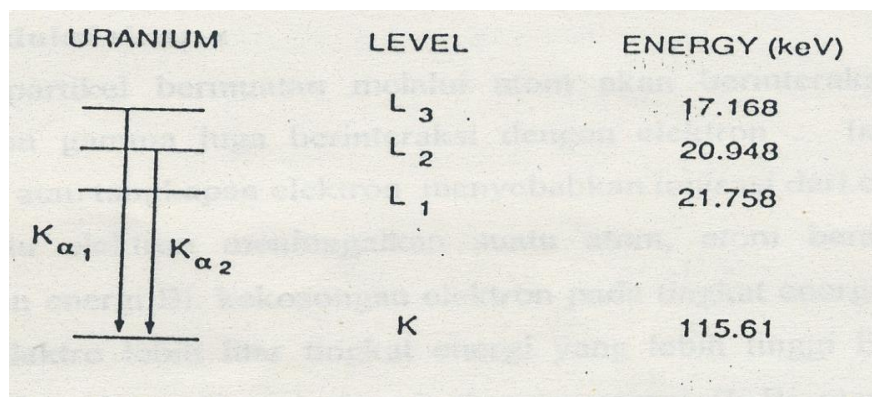
- Pasif NDA: radiasi yang dipancarkan oleh bahan radioaktif yang diukur. Radiasi yang dipantau adalah radiasi gamma atau radiasi neutron.
- Aktif NDA: pengukuran dengan metoda ini memerlukan adanya sumber di luar bahan yang di uji. Sumber pengaktifan yang digunakan adalah sumber neutron dan sumber gamma. Contoh dari metode aktif NDA antara lain Floresensi Sinar-x, Spektrometri gamma pasif dan gamma aktif, *Active Neutron Coincidence Counting*, dan Kalorimetri.

4.2. Flouresesi Sinar-X

4.2.1. Produksi sinar-x

Elektron dalam atom menempati orbital dinyatakan sebagai K, L1, L2, L3, M1,... M5, yang mempunyai energi tertentu. Sebagai contoh tingkat energi elektron atom uranium digambarkan dalam gambar 2. Gaya elektrik elektron dengan muatan positif inti sebagai inverse kuadrat dari pemisahan, elektron paling dekat dengan inti (elektron kulit K)

mempunyai energi ikat paling tinggi. Energi ikat elektron adalah energi minimum untuk melepaskan elektron dari atom. Sifat atom sangat ditentukan oleh konfigurasi elektron di dalamnya. Jika suatu elektron pindah dari tingkat energi lebih tinggi ke tingkat energi yang lebih rendah akan memancarkan suatu radiasi sinar-x. spektrum radiasi sinar-x ini terdiri dari spektrum kontinyu dan spektrum diskrit (energi karakteristik). Berdasarkan intensitas sinar-x karakteristik yang sesuai dengan energi sinar-x atom yang bersangkutan kandungan bahan nuklir ditentukan. Gambar 10 menunjukkan hubungan antara *yield* fluoresensi kulit K dengan nomer atom.



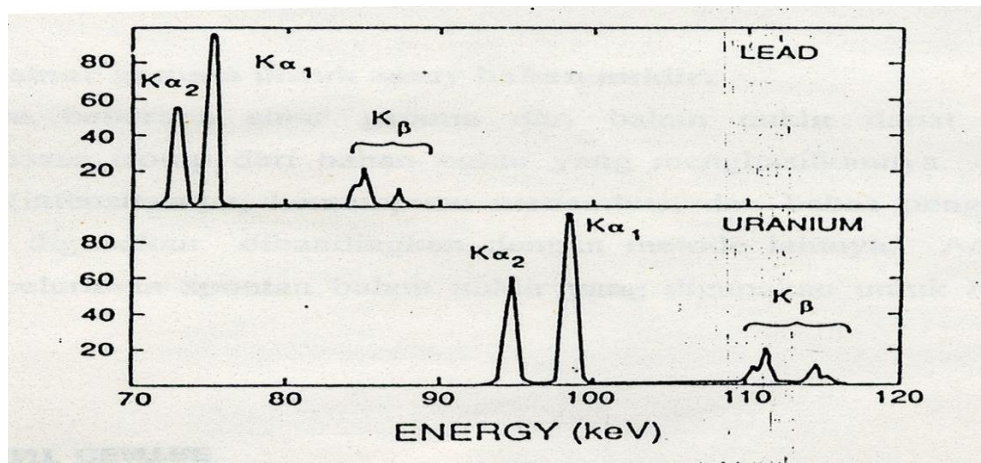
Gambar 10. Tingkat energi orbital elektron dalam uranium

Intesitas sinar-x karakteristik yang dideteksi (Y) tergantung pada: jumlah kejadian fotolistrik pada partikel (n), jumlah atom dalam luasan sampel (N) tampag lintang produksi sinar-x untuk unsur yang dianalisis pada energi bersangkutan, $\sigma^x(E)$ barn, T faktor transmisi untuk sinar-x yang melalui filter, geometri deteksi (ϕ) dan efisiensi detektor (ϵ). Adapun hubungan faktor di atas dengan Intensitas sinar-x ditunjukkan dalam persamaan berikut.

$$Y = n N \sigma^x(E) T \epsilon \phi / 4\pi$$

4.2.2. Spektrum karakteristik sinar-x

Elektron dalam atom torium, uranium, dan plutonium terdistribusi pada orbital elektron yang mempunyai tingkat energi tertentu dan karakteristik. Elektron elektron atom tersebut bila dikenai gelombang elektromagnetik akan mengalami transisi ke orbital lainnya atau dapat terlepas dari orbitalnya. Elektron dalam masing masing orbital bersifat diskrit dan karakteristik Suatu unsur memancarkan spektrum sinar-x karakteristik, denga pola spektrum sinar-x yang sama, tetapi energinya berbeda. Gambar 11 menunjukkan spektrum karakteristik sinar-x untuk Pb dan U.

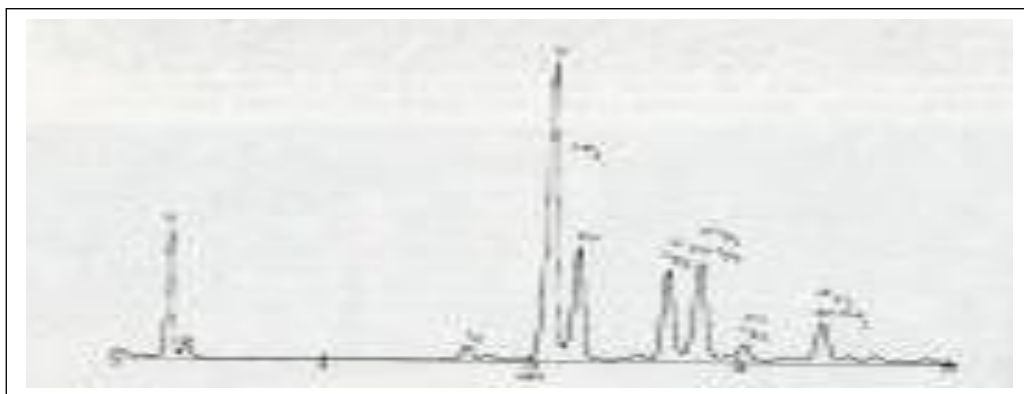


Gambar 11. Spektrum sinar x karakteristik U dan Pb

Tabel 3 menunjukkan sejumlah sinar-x dari kulit K dari uranium dan plutonium. Sedangkan spektrum floresensi sinar-x dari unsur tersebut ditunjukkan dalam Gambar 12.

Tabel 3. Major sinar-x K dari uranium dan plutonium

Sinar-x	Tingkat		Energi (KeV)		Intensitas	
	Akhir	Awal	Uranium	Plutonium	Uranium	Plutonium
$K_{\alpha 2}$	K	L2	94,67	99,55	61,9	62,5
$K_{\alpha 1}$	K	L3	98,44	103,76	100	100
$K_{\beta 1}$	K	M3	111,30	117,26	22,0	22,22
$K_{\beta 2}$	K	N2-5	114,5	120,6	12,3	12,5
$K_{\beta 3}$	K	M2	110,41	116,27	11,6	11,7

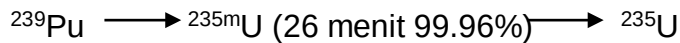


Gambar 12. Spektrum fluoresensi sinar-x dari U-Pu, batasan energi 3 s/d 23 keV

4.3. Radiometri Gamma

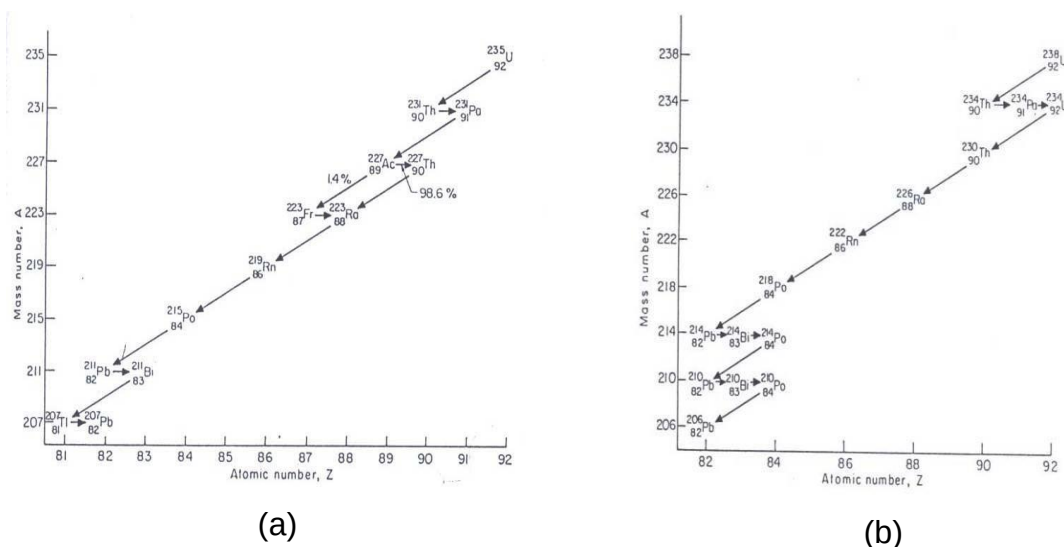
Uranium, plutonium, dan torium termasuk dalam berat dan isotopnya merupakan inti radioaktif. Inti atom atom tersebut meluruh dengan memancarkan radiasi partikel alfa dan beberapa diantaranya peluruhan tersebut diikuti dengan pemencaran radiasi gamma.

Dalam beberapa kasus, peluruhan alfa pada suatu keadaan tereksitasi mempunyai waktu hidup lebih panjang dari 10^{-14} detik. Bila waktu hidup lebih panjang dari 10^{-6} detik dikenal sebagai isomer dari inti dalam keadaan dasar. Contoh suatu isomer yaitu peluruhan alfa ^{239}Pu menjadi ^{235}U :



Seluruh partikel alfa, sinar gamma, dan elektron konversi internal yang dihasilkan dari peluruhan mempunyai energi diskrit dan karakteristik, oleh sebab itu pengukuran bahan nuklir tersebut dapat dilakukan dengan mengukur radiasi yang dipancarkan.

Berdasarkan sifat peluruhan uranium (Gambar 13), maka analisis bahan nuklir uranium dan plutonium dapat dilakukan dengan cara radiometri, yaitu dengan cara mengukur radioaktivitas isotop uranium atau melalui pengukuran radioaktivitas anak luruh atau hasil belah uranium-235. Pengukuran ini dilakukan dengan cara mengukur radiasi gamma atau radiasi alfa dari isotop uranium atau mengukur radiasi gamma radionuklida yang bersangkutan dengan uranium.



Gambar 13. Proses peluruhan ^{235}U (a) dan peluruhan ^{238}U (b)

Beberapa sinar gamma dari bahan nuklir dapat digunakan untuk menentukan massa isotop dari bahan nuklir yang menghasilkannya. Karena sifat dari sinar gamma (intensitasnya, kemampuan menembus, dan bebas pengaruh), maka sinar gamma sering digunakan dibandingkan dengan metode lainnya. Adapun tanda sinar gamma hasil peluruhan spontan bahan nuklir yang digunakan untuk NDA Ditunjukkan dalam Tabel 4.

Tabel 4. Tanda sinar gamma yang digunakan dalam NDA

Isotop	Energi (Kev)	Aktivitas ($\gamma/\text{g.s}$)	Jangkauan tembus (mm)	
			Z tinggi, ρ	Z rendah, ρ
234U	120,9	$9,35 \times 10^4$	0,23	69
235U	143,8	$8,40 \times 10^3$	0,36	73
	185,7	$4,32 \times 10^4$	0,69	80
238U	766,4c	$2,57 \times 10^1$	10,0	139
	1001,0c	$7,34 \times 10^1$	13,3	159
238Pu	152,7	$5,90 \times 10^6$	0,40	75
	766,4	$1,387 \times 10^5$	9,5	139
239Pu	129,3	$1,436 \times 10^5$	0,27	71
	413,7	$3,416 \times 10^4$	3,7	106
240Pu	45,2	$3,80 \times 10^6$	0,07	25
	160,3	$3,37 \times 10^4$	0,45	76
	642,5	$1,044 \times 10^3$	7,4	127
241Pu	148,6	$7,15 \times 10^6$	0,37	74
	208,0d	$2,041 \times 10^7$	0,86	83
241Am	59,5	$4,54 \times 10^{10}$	0,14	38
	125,3	$5,16 \times 10^6$	0,26	70

Dalam proses peluruhan inti, jumlah inti tidak stabil dinyatakan sebagai fungsi eksponen terhadap waktu :

$$N = N_0 \cdot e^{-\lambda t}$$

dengan:

N : jumlah suatu inti tidak stabil pada waktu t

N_0 : jumlah inti di atas pada waktu t = 0

λ : tetapan peluruhan, parameter karakteristik eksponensial

Suatu spesies inti mempunyai tetapan peluruhan. Peluruhan radioaktif dinyatakan dalam persamaan waktu paruh ($T_{1/2}$) yang dihubungkan dengan tetapan peluruhan dengan persamaan :

$$T_{1/2} = (\ln 2)/\lambda$$

Laju peluruhan dinyatakan dalam persamaan:

$$R = (1,32 \times 10^{10}) / (A \cdot T_{1/2})$$

dengan:

R : laju peluruhan per detik per gram

$T_{1/2}$: waktu paruh dalam tahun

Penghitungan dalam pengukuran kuantitatif uranium menggunakan metode ini ditentukan dengan mengukur intensitas radiasi pada energi yang bersangkutan, yang dinyatakan dalam net area per waktu pencacahan. Bila net area per waktu pencacahan sampel dinyatakan sebagai cacah per detik (Cps)_{sampel} dan standar mengandung isotop uranium beraktivitas A_{st} adalah (Cps)_{st}, maka untuk menghitung kandungan uranium dalam sampel didasarkan pada penggunaan rumus berikut:

$$A = \frac{(Cps)_i}{E \times Y_i}$$

dengan:

E : Efisiensi pengukuran

Y_i : Prosentasi radioaktivitas pada energi pengukuran

Bila pengukuran standar dan cuplikan dilakukan pada energi radiasi alfa yang sama, maka penentuan tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan relatif :

$$\frac{(Cps)_{\text{sampel}}}{(Cps)_{\text{st}}} = \frac{A_{\text{sampel}}}{A_{\text{st}}}$$

atau

$$A_{\text{sampel}} = \frac{(Cps)_{\text{sampel}}}{(Cps)_{\text{st}}} \times A_{\text{st}}$$

Berdasarkan persamaan di atas dapat diturunkan menjadi persamaan perbandingan isotop uranium-235 terhadap isotop uranium-238, sehingga persamaan tersebut menjadi:

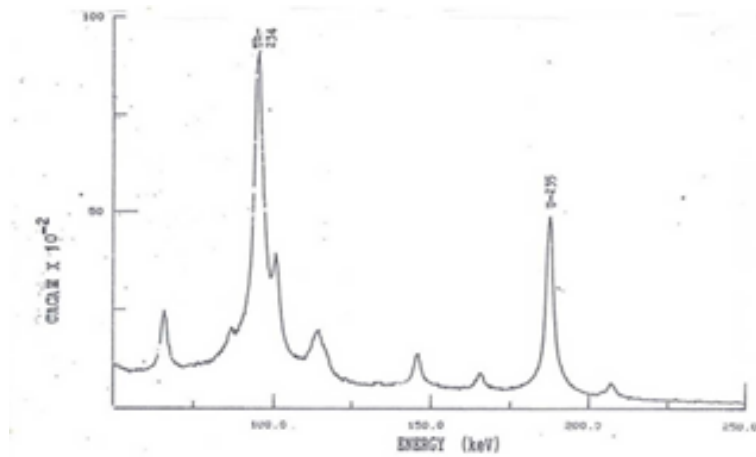
$$\{(N)_{U-235/U-238}\}_{\text{sampel}} = \frac{\{(Cps)_{U-235/U-238}\}_{\text{sampel}}}{\{(Cps)_{U-235/U-238}\}_{\text{st}}} \times \{(N)_{U-235/U-238}\}_{\text{st}}$$

$(N)_{U-235/U-238}$ = Perbandingan atom uranium-235/uranium-238

Sedangkan prosentase isotop uranium dalam uranium-235 dalam sampel adalah :

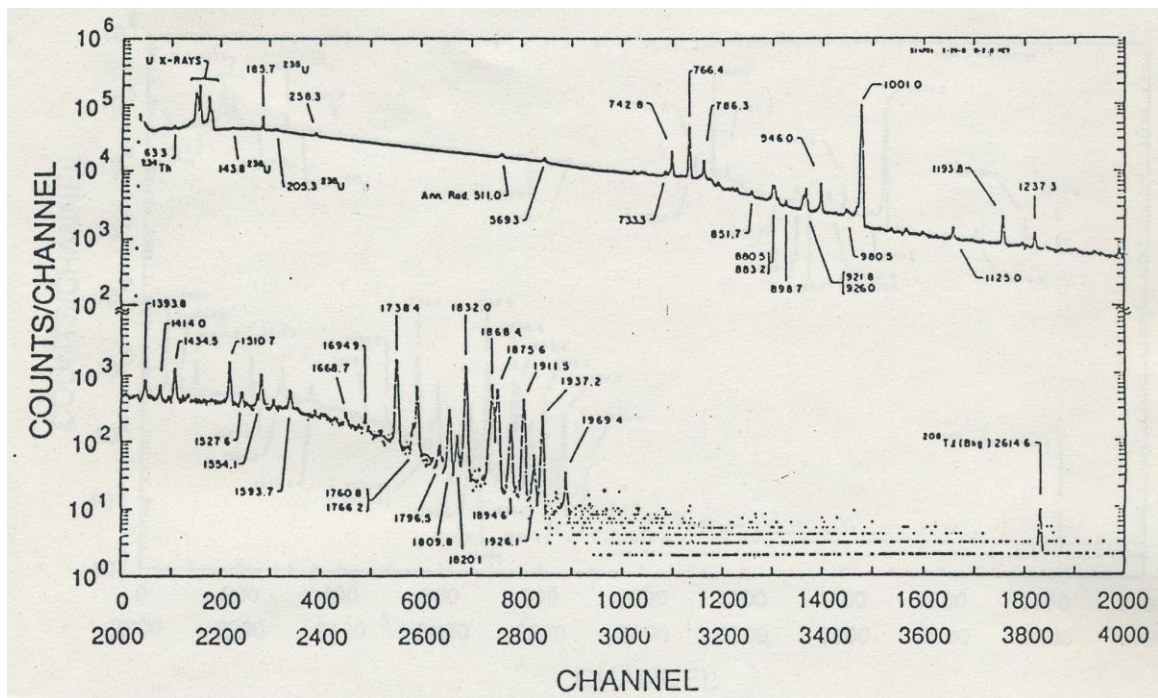
$$\% {}^{235}\text{U} = \frac{{}^{235}\text{U}}{{}^{234}\text{U} + {}^{235}\text{U} + {}^{236}\text{U} + {}^{238}\text{U}} \times 100\%$$

$${}^i\text{U} = (N)_{\text{U}-i} / 6,02 \cdot 10^{23} \times = (\text{Cps})_i / (E \times Y_i \times A_i / 6,02 \cdot 10^{23})$$

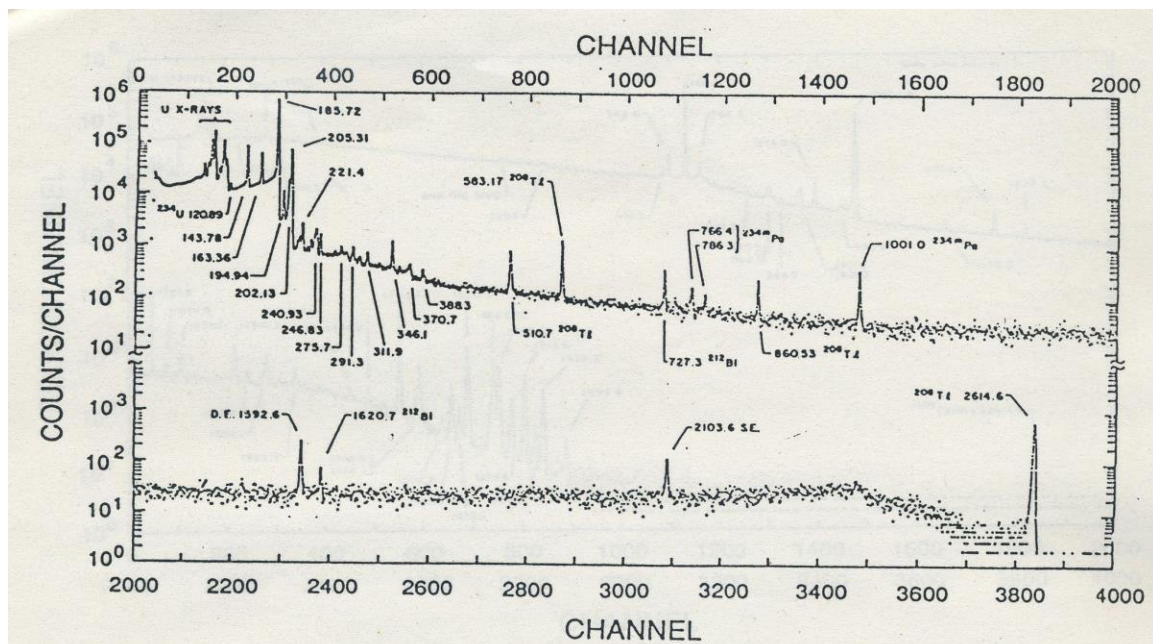
Gambar 14. Spektrum gamma dari U_3O_8

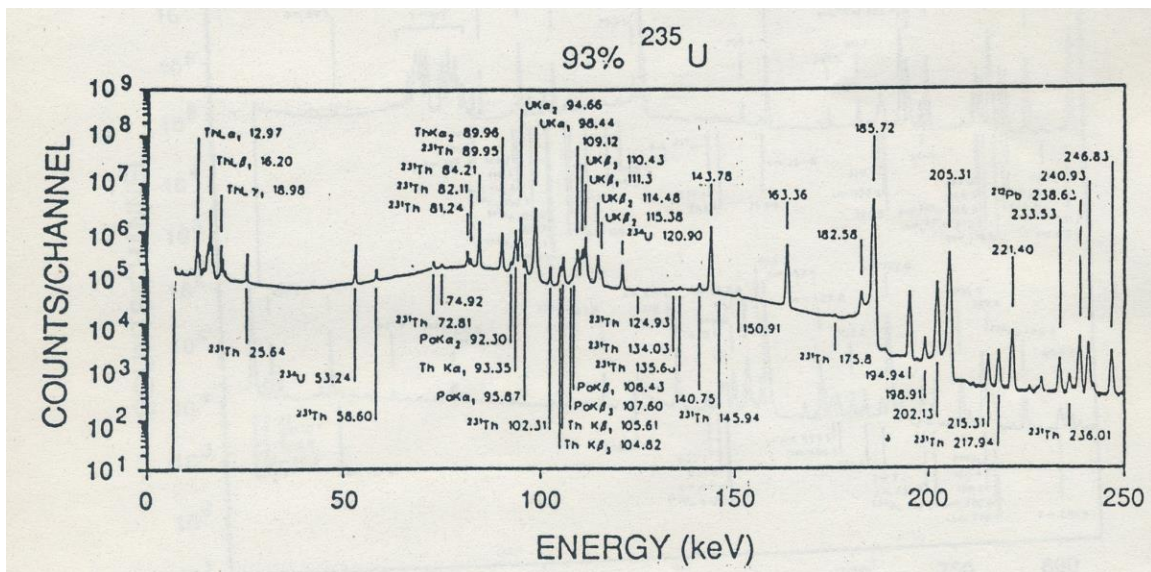
4.4. Bentuk Spektrum Sinar Gamma dari Bahan Nuklir

Gambar 15 sampai dengan 20 menunjukkan spektra gamma uranium, plutonium, dan torium. Spektra gamma uranium pengkayaan tinggi menunjukkan adanya sinar gamma karakteristik dari ${}^{235}\text{U}$ dan anak luruh ${}^{238}\text{U}$ (${}^{234\text{m}}\text{Pa}$). Intensitas sinar gamma antara 140 sampai dengan 210 keV sering digunakan untuk pengukuran (assay) ${}^{235}\text{U}$ (Gambar 16) menunjukkan daerah yang lebih jelas. Sebagai perbandingan, pada Gambar 15. menunjukkan spektrum uranium deplesi. Radiasi anak luruh Uranium-238 sering digunakan untuk penentuan ${}^{238}\text{U}$ (Gambar 17). Pada spektra ${}^{239}\text{Pu}$ (Gambar 18 dan 19) perbedaan tinggi puncak antara ke dua spektrum tersebut digunakan untuk menentukan komposisi isotopik plutonium yang dianalisis. Sedangkan Gambar 20 menunjukkan spektrum karakteristik sinar gamma ${}^{232}\text{Th}$. Sejumlah sinar gamma dari torium berasal dari anak luruhnya.

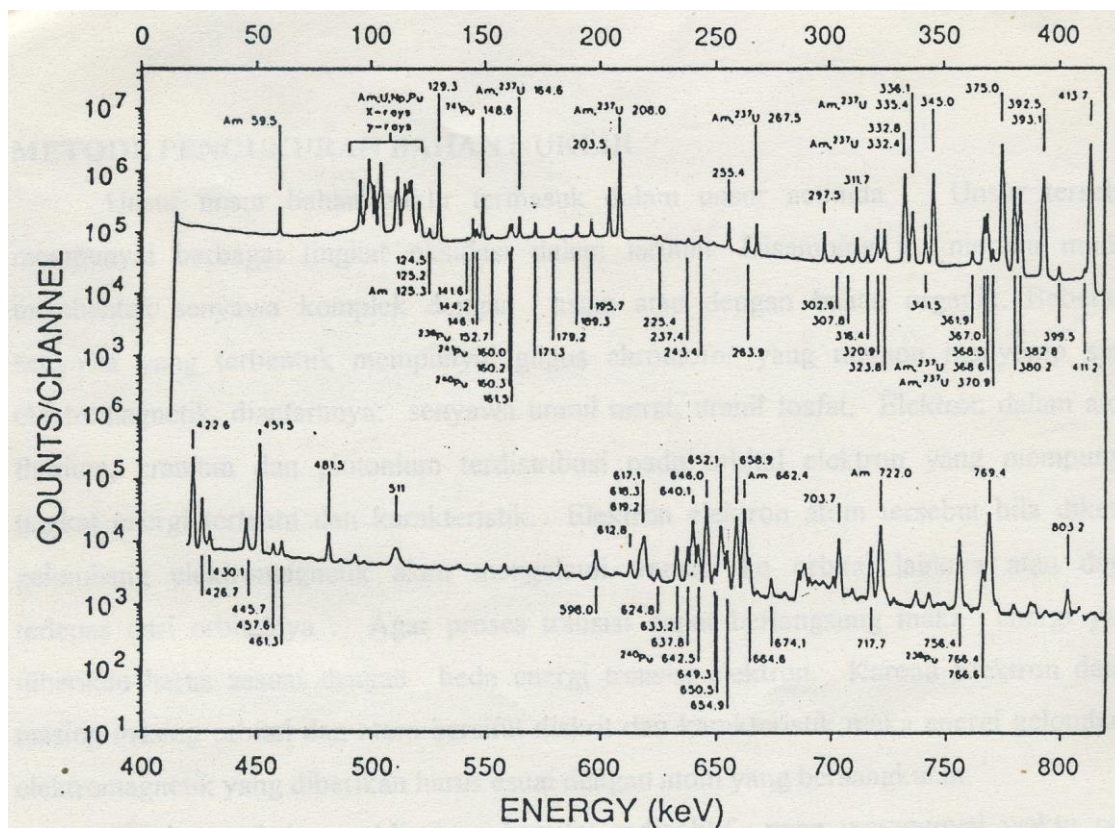


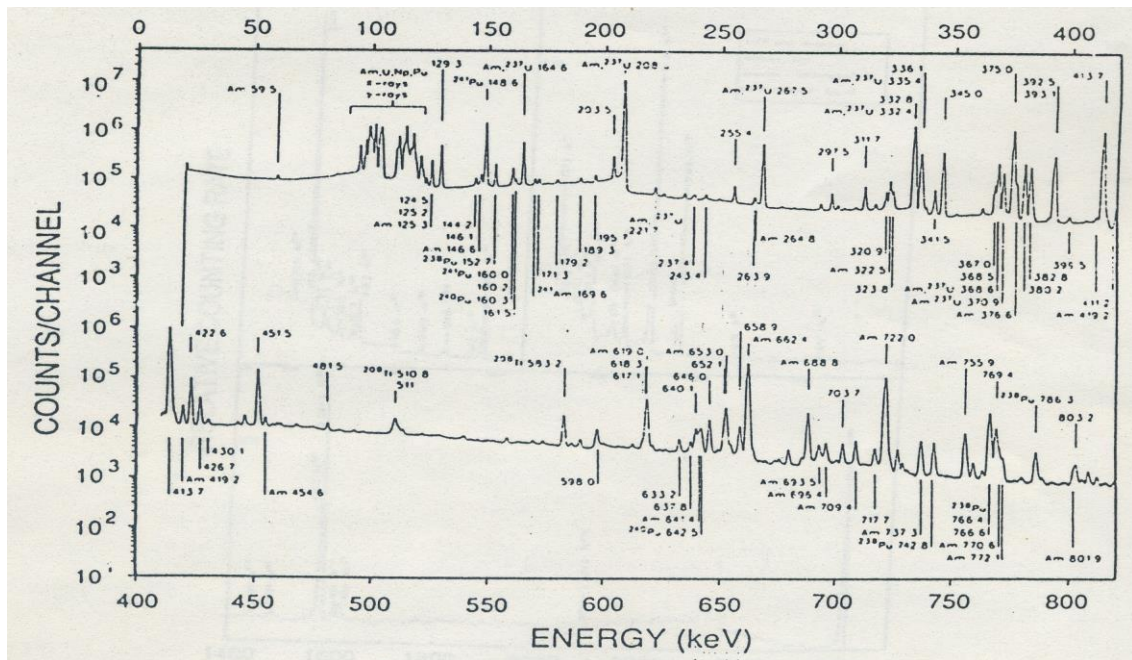
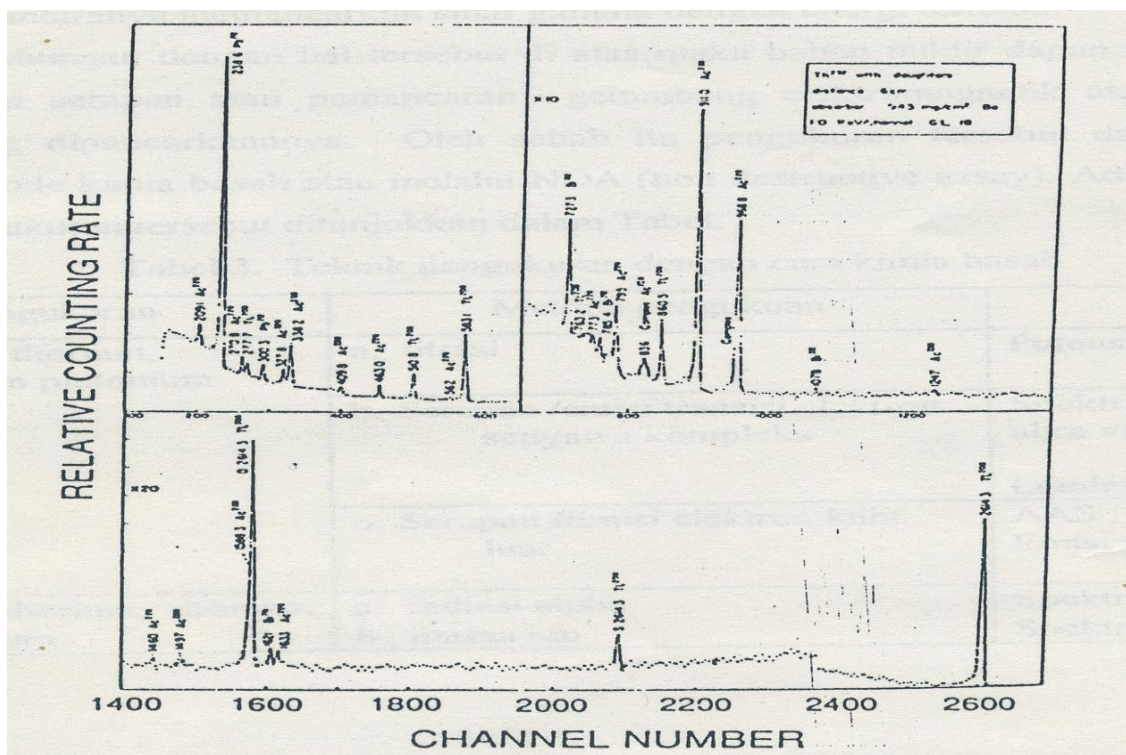
Gambar 15. Spektrum gamma uranium deplesi

Gambar 16. Spektrum sinar gamma uranium diperkaya 93% ^{235}U (energi dalam keV)



Gambar 17. Spektrum sinar gamma Uranium-235 diperkaya 93%

Gambar 18. Spektrum sinar gamma plutonium derajat bakar rendah (6% ^{240}Pu)

Gambar 19. Spektrum gamma ^{240}Pu 14% dan ^{241}Am 1,2%Gambar 20. Spektrum gamma ^{234}Th dan anak luruh dari ^{232}Th

4.5. Pengukuran Neutron

Pengukuran NDA dengan menggunakan neutron berdasarkan pada:

- Neutron dari pembelahan spontan digunakan untuk penentuan plutonium total dan deret isotop plutonium.

$$^{240}\text{Pu}_{\text{eff}} = 2.52(^{238}\text{Pu}) + ^{240}\text{Pu} + 1.68(^{242}\text{Pu})$$

Neutron yang dipancarkan adalah multiplet antara 0 sampai dengan 8.

- Pembelahan tumbukan neutron sebagai tanda untuk bahan dapat belah plutonium dan uranium. Pancaran neutron yang terjadi antara 0 sampai dengan 8 Burst. Neutron emisi yang dipancarkan tergantung pada geometri dan densitas sampel.
- Daya tembus neutron yang besar digunakan pada essay dalam jumlah besar secara cepat pada sampel padat.
- Data neutron dapat diperoleh secara cepat guna menginformasikan tentang isotop sampel.

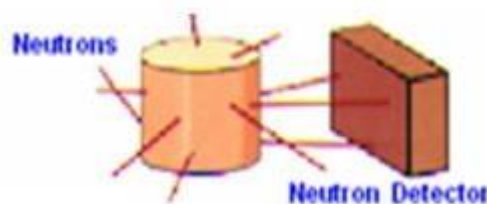
Adapun sumber neutron yang digunakan dalam NDA berasal dari:

- Pembelahan spontan dari isotop plutonium.
- Tumbukan pembelahan yang berasal dari reaksi pembelahan uranium-235 atau plutonium-239.
- Reaksi (α, n), dalam neutron yang dihasilkan dari reaksi ini mempunyai energi random tergantung pada komposisi sampel.

Beberapa teknik pengukuran dengan menggunakan metode pendeteksian neutron, terdiri dari pengukuran tidak menggunakan sumber (metode pasif neutron assay) dan menggunakan sumber (metode aktif neutron assay).

4.5.1. Metode *Pasif Neutron Assay*

Neutron yang dipancarkan secara spontan oleh sampel langsung dideteksi oleh detektor. Adapun skema pengukuran tersebut ditunjukkan dalam Gambar IV.12.



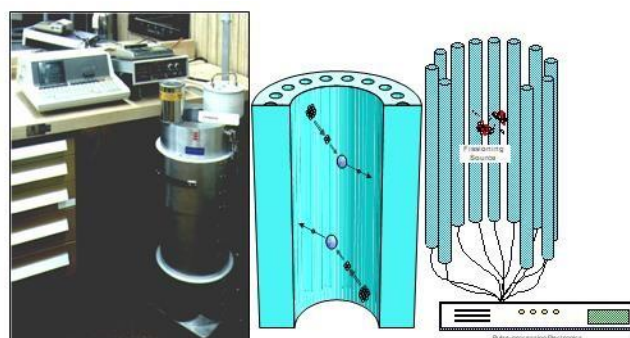
Gambar 21. Skema susunan sampel dan detektor pada metode pasif *neutron assay*

Jumlah neutron yang terdeteksi oleh detektor dari sampel dibandingkan dengan jumlah neutron hasil pendeteksian bahan standar yang telah diketahui kandungannya. Metode ini umumnya digunakan untuk pengukuran plutonium total atau isotop plutonium. Dasar pendeteksian isotop dapat belah ini ditunjukkan dalam Tabel 5.

Tabel 5. Dasar Pendeteksian Isotop Dapat Belah

Isotop	n pembelahan spontan/g-s
Pembelahan spontan	
^{238}U	0.011
^{238}Pu	2.500
^{240}Pu	1.100
^{242}Pu	1.700
^{244}Cm	11.000.000
(α, n) neutron	
^{240}Pu oksida	170
^{240}Pu florida	16.000

Passive Neutron Coincidence Counting digunakan untuk bahan nuklir dengan metode pasif neutron assay. Pengukuran ini menggunakan detektor neutron ^3He yang mengelilingi sampel yang akan ditentukan kandungan bahan dapat belah. Sedangkan peralatan yang digunakan ditunjukkan dalam Gambar 22.



Gambar 22. High-Level Neutron Coincidence Counter (HLNC)

Pancaran *prompt neutron* dari pembelahan dideteksi sebagai *coincidence neutrons*. Metode ini didesain untuk plutonium assay, dapat merespon masa isotop (contoh: 238 , 240 , ^{242}Pu). Hasil pengukuran mempunyai akurasi, yaitu:

- 0.3% to 4% dalam 300 detik untuk pengukuran Pu oksida dan Pu metal
- 2%-4% pada pengukuran Pu *scrap* dan limbah

4.5.2. Active Neutron Assay Methods

Pengukuran dengan metode ini membutuhkan sumber neutron. Di antara sumber neutron yang sering digunakan pada metode ini dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 6. Sumber Neutron

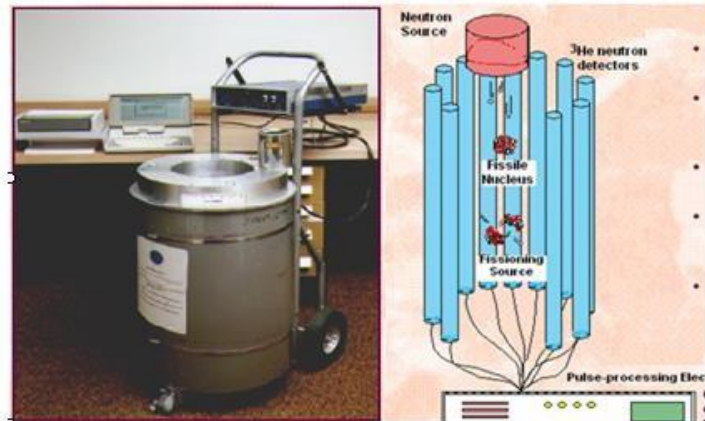
Sumber	$\langle E(n) \rangle$	n/s	Tipe
$^{241}\text{Am-Li (a,n)}$	0,5 MeV	> 100.000	random
$^{252}\text{Cf (sf)}$	2 MeV	>1.000.000.000	coincidence
$^{124}\text{Sb-Be (g,n)}$	23 MeV	> 100.000.000	random

Metode untuk membedakan sumber neutron yaitu :

- Coincidence
- Waktu penundaan
- Energi dan silding

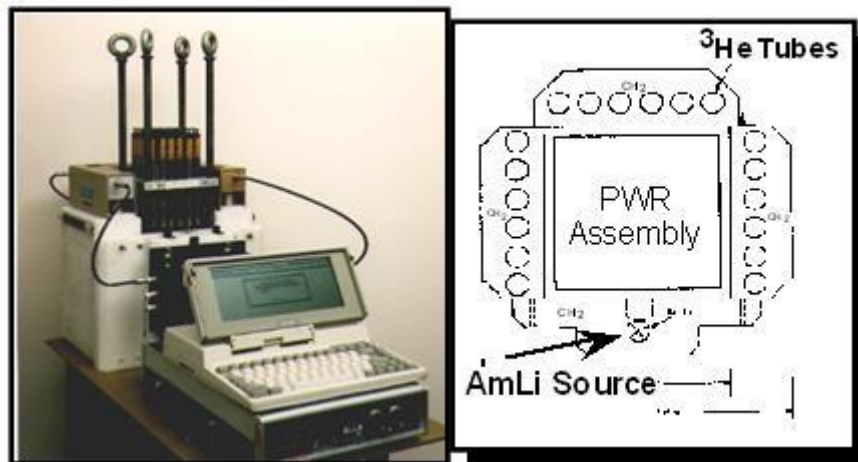
Active Neutron Coincidence Counters merupakan salah satu alat yang digunakan untuk pengukuran dengan metoda aktif NDA. Sebagai sumber neutron untuk induce pembelahan menggunakan AmLi. Pengukuran didasarkan pada pencacahan neutron coincidence dari induced pembelahan. Pertama dibutuhkan untuk menentukan uranium dan dalam pengembangannya untuk isotop dapat belah (contoh ^{235}U dan ^{239}Pu). Cacah latar yang tinggi dalam penentuan dengan metode ini akan menyebabkan sensitifitasnya berkurang, untuk memperbaiki hasil pengukurannya pengukuran dilakukan dengan membandingkannya melalui pencacahan pasif pada sumber yang digunakan.

Hasil pengukuran dengan metode ini mempunyai akurasi 1%-5% dengan waktu pengukuran 1000 detik pada pengukuran kuantitas kg HEU (hight enriched uranium) pelet. Sedangkan untuk pengukuran HEU *scrap* dan limbah mempunyai akurasi 5%-25%. Akurasi pada penggunaan sampel lain sebesar 5%-10% pada pengukuran LEU (*low enriched uranium*) oksida dan 10%-50% pada *scrap* dan limbah dengan waktu pengukuran 1000 detik. Adapun peralatan yang digunakan ditunjukkan dalam Gambar 23.



Gambar 23. Active Neutron Coincidence Counters

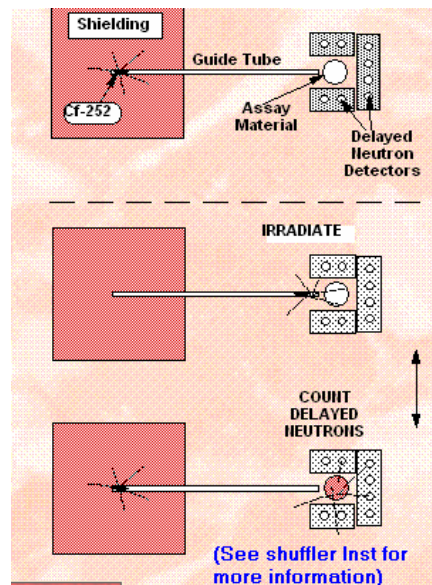
Active Neutron Coincidence Collar (UNCL), merupakan alat pengukuran bahan nuklir dengan menggunakan metode aktif neutron. Alat ini efektif digunakan untuk penentuan massa bahan dapat belah per unit panjang, akurasi pengukuran menggunakan peralatan ini adalah 2% sampai dengan 4% dalam waktu 1000 detik.



Gambar 24. Active Neutron Coincidence Collar

The Shuffler Assay, alat ini menggunakan sumber californium-252, pengukuran berlangsung bila neutron dari sumber dipaparkan ke arah sampel. Sumber neutron (Cf-252) digerakkan secara cepat (*“shuffled”*) antara *shielding*, daerah penyimpanan dan suatu massa dapat belah, neutron dari sumber bereaksi dengan bahan dapat belah menyebabkan pembelahan pada massa dapat belah dan melepaskan *delayed neutron*. *Delayed neutrons* dipancarkan dari hasil pembelahan diukur selama sumber

Cf-252 diantara silding.



Gambar 25. Active Neutron Shuffler

4.6. Calorimetry

Pengukuran dengan metode ini didasarkan dari pengukuran panas yang dihasilkan dari interaksi radiasi alfa dengan materi (peralatan sesuai dengan Gambar 26). Pengukuran ini merupakan gabungan antara data pengukuran panas dengan data penentuan isotop menggunakan gamma spektrometer atau mass spektrometer. Adapun perhitungannya menggunakan rumusan sebagai berikut :

$$G = \frac{P}{P_{eff}}$$

dengan $P_{eff} = \sum R_i \times P_i$

dengan:

G = Massa sampel (gram)

P = Power (watt)

P_{eff} = Power efektif (watt/gram)

R_i = rasio massa isotop i

P_i = Spesifik power isotop i (watt/gram)

Metode ini mampu untuk penentuan Pu oksida dan logam diatas 10 kg sampel HEU (*high enriched uranium*), presisi dari pengukuran ini antara 0,5% sampai dengan 0,1%,

ketelitian ini sangat tergantung pada matrik yang diukur.



Gambar 26. Alat Calorimeter

PENUTUP

Bahan nuklir dapat diukur melalui pendeteksian radiasi yang dipancarkannya atau melalui pengaktifan neutron. Kelebihan pengukuran bahan nuklir dengan menggunakan NDA (*non-destructive assay*) adalah tidak menghasilkan limbah dan mempunyai ketelitian 1% sampai dengan 10% dalam waktu yang singkat. Akan tetapi metode tersebut membutuhkan bahan pembanding yang mempunyai matrik dan geometri yang sesuai dengan sampel yang diukur. Bahan pembanding ini dapat diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan metode DA (*destructive assay*). Kedua metode tersebut digunakan sesuai dengan karakteristik pengukuran untuk kegiatan pengontrolan/analisis bahan nuklir.

PUSTAKA

1. IAEA, International Verification Series, No.1, "Safeguards Techniques and Equipment"Vienna 1997
2. Bapeten , "Sistem Pertanggungjawaban dan Pengendalian Bahan Nuklir", Keputusan Kepala Badan Pengawas Tenaga Nuklir, Nomor 13/Ka.BAPETEN/VI-99.
3. Undang-undang RI Nomor 10 tahun 1997 tentang Ketenaga Nuklir.
4. Gerhart Friedlander, Joseph W Kennedy, Edward S. Marcias, Julian Malcolm Miller, Nuclear Radio Chemistry, John Wiley & Sons,1981
5. JOSEPH A. GOLEB, Significance of Nuclear Material Assay Methods for Safeguards, Analytical Chemistry in Nuclear Fuel Reprocessing, edited by: W.S.lyon, Science Press Princeton, 32-39
6. YUSUF NAMPIRA, "Analisis Uranium secara Spektrometri Alpha", Proceedings Seminar PPTN-BATAN, Bandung,1989
7. YUSUF NAMPIRA, "Teknik Pengukuran aktivitas Radionuklida Pemancar Alpha dalam Cuplikan Limbah Uranium Dipadatkan dengan Semen", Proceedings Seminar Sains dan Teknologi Nuklir, PPTN-BATAN, Bandung,1997
8. Yemel'yanov, V.S and Yevstyukhin, A.I., The Metalurgy of Nuclear Fuel (Properties and Principles of the Thechnology of Uranium, Thorium and Plutonium), 1st ed. Pergamon Press.Ltd, 1969
9. NOVIARTI, YUSUF NAMPIRA., Analisis Uranium dalam Limbah Cair secara Spektrofluorometri, Prosiding Presetasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V, P2TBDU dan P2BG-BATAN Jakarta 2000. ISSN 1410- 1998
10. JDouglas Reilly, The Origin of Gamma Ray, Passive Nondestructive Assay of Nuclear Materials, edited by: Doug Reilly, Norbert Ensslin and Hasting Smith Jr, NUREG/CR-5550 –LA-UR-90-732
11. YUSUF N, HASBULLAH N, ARIF N, "Penggunaan Spektrometer Gamma untuk Penentuan Angka Banding Uranium 235/238", Proceedings Seminar Sains dan Teknologi Nuklir, PPTN-BATAN, Bandung,1998
12. REIN.J.E, "Status of Bur Up Measurement Methodology", IAEA-SM-149

13. YUSUF NAMPIRA, Analisis Uraium secara Radiometri Guna Klarifikasi Akuntansi Bahan Nuklir, Prosiding Seminar Teknologi Pengamanan Bahan Nuklir ke-5, PTPBN_BATAN, Jakarta 29 September 2004, ISSN 1412-2812.