



PERBAIKAN SURFACE AREA ANALYZER NOVA-1000 (ALAT PENGANALISIS LUAS PERMUKAAN SERBUK)

Moch. Rosyid, Endang Nawangsih, Dewita
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN, Yogyakarta
Email : ptapb@batan.go.id

ABSTRAK

PERBAIKAN SURFACE AREA ANALYZER NOVA-1000 (ALAT PENGANALISIS LUAS PERMUKAAN SERBUK). Telah dilakukan perbaikan surface area ANALYZER NOVA 1000. Perbaikan difokuskan pada system aliran gas. Metode perbaikan dilakukan dengan memahami gambar blok diagram & prinsip operasi alat, pengecekan fungsi sensor suhu dan pembersihan saluran gas. Sebagai bukti keberhasilan kegiatan perbaikan, telah dilakukan beberapa kali pengujian dengan hasil yang sama dengan pengukuran sampel yang sama menggunakan alat lain. Hasil pengujian telah dibandingkan dengan Surface Area Reference Material (SARM), diperoleh deviasi sebesar 3,25%. Dengan telah berfungsinya alat ini pekerjaan analisis luas permukaan serbuk yang menjadi salah satu syarat kualitas serbuk UO₂ bahan bakar nuklir dapat dilakukan.

Kata Kunci : aliran-gas, luas-muka

ABSTRACT

REPAIR OF SURFACE AREA ANALYZER NOVA-1000 (POWDER SURFACE AREA ANALYSIS TOOL). Improvements have been done on ANALYZER NOVA1000 surface area. The improvements focused on gas flow system. The method of repair are understanding the drawing block diagram and operating principles of equipment, temperature sensor function checking and cleaning the gas line. As evidence of the success of the repair, testing has been done to several time and with the same sample the results measurements was compared using similar tool other institutions, and the result is same. The test results have been compared with the Surface Area Reference Material (SARM), obtained deviation of 3.25%. With the functioning of this tool, work of surface area analyzes of powder into one of the requirements of quality nuclear fuel UO₂ powder can be done.

Keyword : gas-flow, surface area

PENDAHULUAN

Kehandalan dan kualitas bahan bakar reaktor daya ditentukan oleh pengendalian kualitas bahan yang diterapkan antara lain karakterisasi serbuk UO₂ sebagai bahan bakar. Analisis luas permukaan dan distribusi pori serbuk UO₂ merupakan salah satu bagian dari karakterisasi serbuk bahan bakar yang bertujuan untuk mengontrol kualitas bahan bakar reaktor daya, agar memenuhi spesifikasi nilai luas permukaan serbuk yang dipersyaratkan, yaitu = $4,5 \pm 1 \text{ m}^2/\text{gram}^{[2]}$. Surface Area Analyzer (SAA) model NOVA-1000, alat yang dapat digunakan untuk menganalisis luas permukaan serbuk ini sejak tahun 1993 telah dimiliki PTAPB. Sejak Januari 2012 alat tersebut mengalami kerusakan yang ditandai dengan hasil

pengukuran yang negatif, baik volume gas yang terserap maupun luas permukaannya.

TEORI

Prinsip kerja SAA didasarkan pada siklus adsorpsi dan desorpsi isothermis gas N₂ oleh sampel serbuk pada suhu N₂ cair. Setiap siklus adsorpsi dan desorpsi menghasilkan variasi data tekanan proses, yang dengan hukum gas ideal $PV=NRT$ sebagai fungsi volume gas. Dengan memasukkan sejumlah volume gas nitrogen yang diketahui kedalam tabung sampel, maka sensor tekanan akan memberikan data tekanan proses yang bervariasi. Data volume gas yang dimasukkan yang telah diketahui jumlahnya dan data hasil kenaikan tekanan dibuat sebagai persamaan BET^[3] yang dipakai sebagai dasar perhitungan luas permukaan serbuk.



$$\frac{1}{X\left(\frac{P_0}{P}\right) - 1} = \frac{1}{X_m C} + \frac{C - 1}{X_m C} \times \frac{P}{P_0}$$

Keterangan :

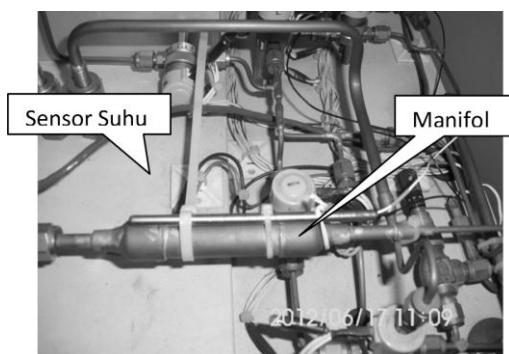
- P = tekanan kesetimbangan adsorpsi
- P₀ = tekanan jenuh adsorpsi
- X = berat gas yang diserap pada tekanan kesetimbangan P
- X_m = berat gas yang diserap sebagai lapisan tunggal
- C = tetapan energi adsorpsi
- P/P₀ = tekanan relatif adsorpsi



Gambar 1. Surface Area Analyzer

Prinsip perhitungannya adalah dengan mengetahui jumlah volume gas adsorbate total yang dimasukkan kedalam tabung kosong tanpa sampel dan mengetahui jumlah volume gas adsorbate yang tidak terserap oleh sampel, maka jumlah volume gas yang diserap oleh sampel dapat diketahui. Selanjutnya mengkonversi satuan volume menjadi satuan luasan dengan bantuan data luas bagian molekul gas N₂ = 16,2 Å²

TATA KERJA



Gambar 2. Posisi sensor suhu.

Alat dan Bahan

- Tool kit, multi-meter, *variable resistor*, timbangan
- Gas N₂ UHP dengan barometernya, Nitrogen cair, Alkohol, Sampel TiO₂ dan Al₂O₃

Cara Kerja

Identifikasi kerusakan

Alat dilaporkan tidak bekerja normal, hal ini dibuktikan pada hasil pengukuran yang menunjukkan angka negatif. Baik untuk gas yang terserap sampel maupun luas permukaannya. Kasus yang sama pernah terjadi, solusi yang diambil saat itu adalah dengan mengganti sensor suhu. Setelah sensor suhu diganti, alat berfungsi normal kembali.

Pengujian sensor

Berdasarkan informasi tersebut maka upaya perbaikan diarahkan pada sensor suhu. Sebelum dilakukan penggantian sensor suhu, perlu diyakinkan bahwa memang sensor tersebut benar-benar rusak

Pengujian sensor dilakukan dengan cara memasang *variable resistor* (VR) 5 M Ohm secara parallel dengan sensor, setelah alat dihidupkan, secara berkala VR diatur dan hasil pengukuran diamati. Hasil pengukuran masih tetap menunjukkan angka negatif, dengan demikian bukan sensor suhu yang menyebabkan negatif.

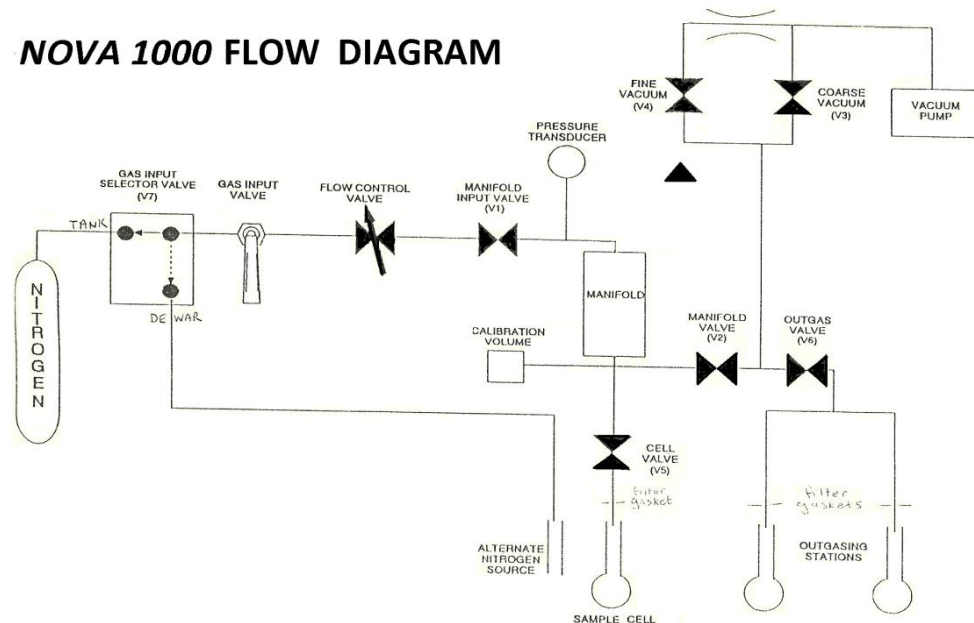
Memahami prinsip kerja alat

Ada beberapa *solenoid valve* seperti : *manifold input Valve* (V1), *manifold valve* (V2), *Coarse vacuum Valve* (V3), *Fine vacuum Valve* (V4), *Cell Valve* (V5) yang bekerjanya diatur sedemikian rupa sesuai proses yang sedang berlangsung, sampai proses pengukuran luas permukaan selesai, seperti dijelaskan pada Gambar 3. Setiap *solenoid valve* dilengkapi dengan *LED* sehingga bisa diketahui kondisinya on atau off setiap saat.

Pada saat *degassing valve* V1 off, V2-V3-V4 on dan V6 off. Pada kondisi ini tabung sampel divakum sampai semua pori bersih dari uap air. Pada saat pengukuran, sampel dipindah ke tempat sampel *cell* kemudian divakum. Ketika dilakukan *acquiring data*, V2-V3-V4 tertutup, V1 terbuka sesaat kemudian kembali tertutup. Terbukanya V1 memberikan sedikit catu gas yang akan terserap pada permukaan sampel. Selanjutnya *manifold* kembali divakum, V2-V3-V4 terbuka V1 dan V5 tertutup. kondisi manifold kembali divakum untuk siap diisi N₂ lagi agar diserap sampel demikian seterusnya sampai *acquiring data* terakhir baru dihitung volume gas yang terserap dan luas muka sampel.



NOVA 1000 FLOW DIAGRAM



Gambar 3. Flow Diagram SAA NOVA -1000

Perbaikan

Dari pemahaman prinsip kerja alat, dibuat analisa bahwa kemungkinan penyebab hasil pengukuran negatif adalah catu gas terlalu banyak, disamping saluran gas tidak lancar, sehingga hasil perhitungan P/P_0 yang dicapai selalu di atas yang diperkirakan.

Dari persamaan 1 terlihat bahwa tekanan relatif P/P_0 sangat berpengaruh pada hasil pengukuran luas permukaan. Disamping itu didapatkan koefisien korelasi yang rendah ($R=0,2544$) maka diduga aliran gas tidak lancar sehingga tekanan di dalam *manifold* tidak stabil. Berdasarkan hal itu, perbaikan dilakukan pada aliran gas yang masuk ke dalam alat (*manifold*).

Perbaikan aliran gas dilakukan dengan membersihkan saluran gas. Pembersihan dilakukan dengan cara melepas pipa gas (adsorbate) kemudian diberi tekanan gas N_2 . Gas tidak keluar sebelum pentil penahan didorong. Setelah pentil penahan didorong gas N_2 keluar dengan tekanan tinggi. Diharapkan tekanan tinggi tersebut dapat mendorong kotoran-kotoran yang mengganggu aliran gas keluar. Setelah itu pengaturan aliran gas dikembalikan ke posisi normal dan pipa dipasang kembali.

Pengujian

Pengujian awal dilakukan tanpa dilakukan pengkondisian sampel. Pengujian ini hanya untuk mengetahui apakah hasil pengukuran masih negatif ataukah tidak, juga sebagai bahan pembandingan dengan data pengukuran setelah dilakukan pengkondisian sampel.

Pengujian akhir dilakukan didahului pengkondisian sampel (degasing). Degasing sampel dilakukan dengan cara sampel dipanaskan di dalam degasing mantel pada suhu $300^\circ C$ dan dialiri gas N_2 selama 3 jam. Setelah itu baru dilakukan pengukuran / analisa.



Gambar 4. Kran catu gas Nitrogen ke alat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian sensor suhu

Hasil pengujian menunjukkan bahwa sensor suhu masih baik sehingga harus ditentukan lagi penyebab hasil negatif.

Pembersihan saluran gas.

Dalam pembersihan saluran gas didapatkan delta tekanan yang besar antara sebelum pentil didorong dengan sesudahnya. Aliran gas N_2 yang terlalu besar dan saluran gas yang tersendat menyebabkan hasil pengukuran yang negatif. (seolah-olah sampel tidak menyerap gas N_2 tetapi malah mengeluarkan gas). Untuk menghindari kondisi tersebut, kran catu gas diputar $\pm 6^\circ$ searah



jarum jam (mengecil). Selanjutnya setelah pembersihan saluran gas dilakukan pengujian alat pada kondisi aliran gas tersebut. Dalam pengujian tersebut penurunan tekanan gas saat *aquiring data* terus dipantau. Hasil pengujian dijelaskan pada Tabel 2.

Pada perhitungan yang dilakukan oleh program komputer didapatkan $R = 0,98039$, ini artinya aliran gas telah lancar dan stabil. Namun meski luas muka tidak negatif tetapi luas permukaan yang diperoleh masih jauh dari harapan. Hal ini menunjukkan aliran gas yang terlalu besar. Langkah selanjutnya adalah kran catu gas ditutup rapat kemudian dibuka 2 putaran kemudian kembali dilakukan pengukuran yang hasilnya disajikan pada Tabel 3.

Pada perhitungan didapatkan $R = 0,99704$, ini artinya aliran gas telah lancar dan stabil. Di

samping itu luas permukaan hasil perhitungan mendekati yang diharapkan. Langkah berikutnya menaikkan dan menurunkan sedikit aliran gas. Hasilnya tidak ada perubahan signifikan pada luas muka, seperti disajikan pada Tabel 4.

Diperoleh hasil luas permukaan yang tidak jauh berbeda meskipun *valve* diatur + atau -. Namun demikian karena pengukuran luas muka masih 93,66, sedang luas muka seharusnya = $105,72 \text{ m}^2/\text{g}$ maka hasil pengukuran belum benar. Penyebab penyimpangan hasil pengukuran adalah gas N_2 yang terserap tidak maksimum karena bahan belum bersih, sehingga perlu dilakukan *degasing*.

Menguji fungsi sistem setelah dilakukan pengondisian sampel (*degasing*).

Pengujian alat untuk sampel Al_2O_3 , setelah dilakukan *degasing* dijelaskan pada Tabel 5.

Tabel 1. Pengamatan delta tekanan gas ke alat.

Sebelum	Sesudah	Delta	Pembahasan
6	2,5	3,5	Delta yang besar menunjukkan aliran gas N_2 yang terlalu besar. (biasanya penurunannya hanya $\pm 1,5$ bar)
4	2	2	

Tabel 2. Pengujian alat dengan sampel TiO_2 dengan luas muka seharusnya $54 \text{ m}^2/\text{g}$.

Pengujian ke	Parameter pengamatan	<i>Aquiring data 1</i>	<i>Aquiring data 2</i>	<i>Aquiring data 3</i>	<i>Aquiring data 4</i>	<i>Aquiring data 5</i>	Luas muka
3	Penurunan tekanan	4,6 – 1,6	4 – 1,5	4,5 – 1,6	4,6 – 1,7	4,6 – 1,7	12,5175
	P / P_0 tercapai	0,1137	0,1445	0,2030	0,2518	0,3014	
	P / P_0 diinginkan	0,1	0,15	0,2	0,25	0,3	54

Tabel 3. Pengujian alat dengan sampel Al_2O_3 dengan luas muka seharusnya $105 \text{ m}^2/\text{g}$.

Pengujian ke	Parameter pengamatan	<i>Aquiring data 1</i>	<i>Aquiring data 2</i>	<i>Aquiring data 3</i>	<i>Aquiring data 4</i>	<i>Aquiring data 5</i>	Luas muka
8	Penurunan tekanan	5,8 – 4,7	4,5 – 4	4,8 – 4,1	4,5 – 4,2	4,4 – 4,2	89,4186
	P / P_0 tercapai	0,1026	0,1468	0,1968	0,2459	0,2953	
	P / P_0 diinginkan	0,1	0,15	0,2	0,25	0,3	105

Tabel 4. Pengukuran pada variasi aliran gas.

Pengujian ke	Catu gas	Skala <i>Flow Control Valve</i>	P/ P_0 (1)	Luas Muka
11	Normal	8,3	0,1014	93,66
12	Dikurangi	7,8	0,1003	92,464
13	Ditambah	8,8	0,1001	91,316

Tabel 5. Pengujian alat dengan sampel Al_2O_3 dengan luas muka seharusnya $105 \text{ m}^2/\text{g}$.

Pengujian ke	Parameter pengamatan	<i>Aquiring data 1</i>	<i>Aquiring data 2</i>	<i>Aquiring data 3</i>	<i>Aquiring data 4</i>	<i>Aquiring data 5</i>	Luas muka
25	Penurunan tekanan	5,8 – 4,7	4,5 – 4	4,8 – 4,1	4,5 – 4,2	4,4 – 4,2	102,275
	P / P_0 tercapai	0,09744	0,14321	0,19302	0,24280	0,29268	
	P / P_0 diinginkan	0,1	0,15	0,2	0,25	0,3	



**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**

Hasil pengukuran terakhir menunjukkan bahwa :

1. Ketika P / P_0 tercapai lebih kecil dari P / P_0 yang diinginkan, menunjukkan bahwa proses pengukuran telah benar.
2. Setelah didahului dengan *degasing* sampel maka hasil pengukuran telah benar.
3. Setelah dibandingkan dengan data Surface Area Reference Material, hasil pengukuran mendekati data SARM dengan deviasi = $(105,72 - 102,275) / 105,72 \times 100\% = 3,25\%$ maka hasil pengukuran dapat diyakini kebenarannya.

KESIMPULAN

Surface Area Nova 1000 telah berfungsi dengan baik hal ini dibuktikan dengan hasil pengujian diperoleh deviasi 3,25% dari nilai sebenarnya. Untuk mendapatkan hasil pengukuran yang benar, *degasing* mutlak harus dilakukan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Disampaikan rasa terimakasih kepada saudara Djati Gunawan, selaku pakar peralatan

analisis kimia yang telah menyelia dan membimbing dalam melakukan perbaikan dan berkenan membandingkan hasil pengujian ke institusi lain, kepada saudara Rakis Ismanto yang telah membantu melakukan perbaikan.

DAFTAR PUSTAKA

1. S. LOWELL, 1991, "Introduction to Powder Surface Area", John Wiley & Sons, New York, 1991
2. MUJINEM, dkk "Perbaikan Surface Areameter Sorptomatic 1800 (Alat Penganalisis Luas Permukaan Serbuk)", Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2008 ISSN 0854 – 5561
3. www.quantachrome.com "Quantachrome Instruments Primer Series"
4. anonim "NOVA-1000 Reference manual".