

STUDI PENGGUNAAN EPMA UNTUK MATERIAL TERIRADIASI DI INSTALASI RADIOMETALURGI

Antonio Gogo

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir
Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong , Banten, Indonesia, 15313
antonio@batan.go.id

Abstrak—Telah dilakukan studi penggunaan EPMA untuk material teriradiasi di Instalasi Radiometalurgi. Studi ini diharapkan dapat membantu pihak manajemen pengelola IRM dalam merencanakan program peningkatan kemampuan uji fasilitas IRM. Pemilihan EPMA dengan pertimbangan bahwa EPMA sudah banyak digunakan untuk karakterisasi material teriradiasi dan juga kemampuan untuk analisis sampel yang lebih kecil sehingga dapat mengurangi risiko paparan radiasi. Studi ini merupakan perpaduan studi literatur, pengalaman penulis serta komunikasi langsung dengan pihak pembuat. Studi dilakukan terhadap peralatan EPMA yang memang sudah didesain khusus untuk analisis material pasca iradiasi, berupa penempatan perisai radiasi di sekitar *x-ray counter*, spektrometer dan anjungan sampel. Peralatan dukung utama berupa wadah pengungkung EPMA berupa kotak perisai radiasi dengan ukuran tertentu sehingga operator aman dari paparan radiasi γ . Pengurangan biaya pembuatan kotak perisai radiasi dilakukan dengan penempatan pada sudut ruangan sehingga hanya dua sisi dinding dengan perisai radiasi. Alternatif terbaik penempatan EPMA di ruang 142 IRM. *Sputtering coater* untuk sampel non konduktif dapat ditempatkan di dalam kotak perisai radiasi EPMA.

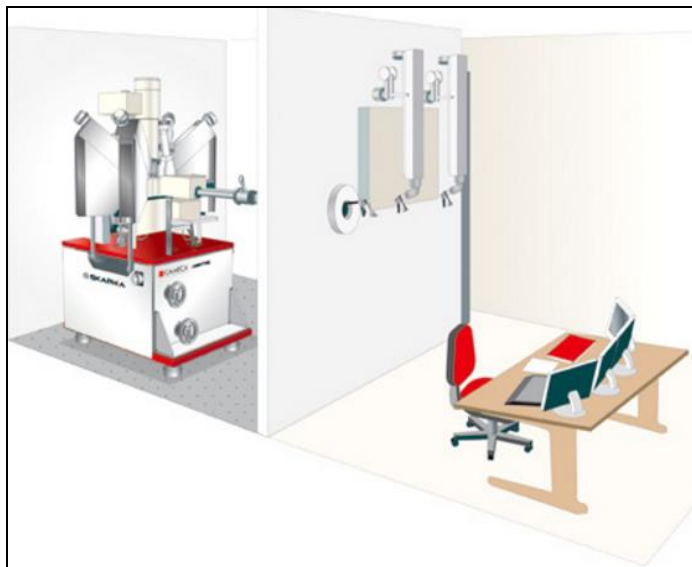
Kata Kunci – EPMA, sampel material teriradiasi, Instalasi Radiometalurgi

I. PENDAHULUAN

Mikroskopi elektron secara luas sudah digunakan dalam uji pasca iradiasi untuk karakterisasi material. Metoda umum yang digunakan yaitu *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Electron Probe Microanalysis (EPMA)*. Beberapa produsen dari kedua alat tersebut sudah melakukan modifikasi dengan menempatkan perisai radiasi di sekitar *x-ray counter*, spektrometer dan anjungan sampel (*specimen stage*) sehingga batas deteksi yang baik dapat terjamin sekalipun digunakan untuk mengukur unsur yang ringan (*light element*). Contoh peralatan EPMA yang sudah didesain untuk karakterisasi material pasca iradiasi yaitu, CAMECA Skaphia (tahun 2016) dan JEOL JXA-8230 EPMA (digunakan di KAERI, *Korea Atomic Energy Research Institute*, sejak 2012) [1][8].

Guna peningkatan kemampuan uji pasca iradiasi di Instalasi Radiometalurgi (IRM), perlu dipertimbangkan untuk penggunaan peralatan uji untuk analisis mikro memakai peralatan mikroskopi elektron, khususnya CAMECA Skaphia. Kemungkinan penggunaan alat ini di IRM perlu didahului dengan studi terhadap peralatan tersebut,

Fasilitas yang tersedia di IRM terkait dengan proses preparasi sampel, transfer sampel, ruangan yang digunakan, peralatan dukung dan lainnya.



Gambar 1. EPMA di dalam kotak perisai radiasi dengan unit pengendali di luar^[1].

Tulisan ini dibuat sebagai studi awal dari rencana memperkuat kemampuan uji pasca iradiasi dari IRM yang mengarah ke kemampuan untuk melakukan analisis mikro terhadap bahan bakar nuklir dan material komponen reaktor pasca iradiasi lainnya. Alasan pemilihan EPMA untuk studi ini adalah bahwa sudah banyak EPMA digunakan untuk uji pasca iradiasi, dan EPMA mampu untuk menganalisis sampel yang lebih kecil sehingga risiko terhadap paparan radiasi lebih kecil pula. Studi literatur ini dipadukan juga dengan pengalaman penulis dalam studi terkait dengan penggunaan peralatan SEM dan EPMA untuk karakterisasi material pasca iradiasi (*IAEA-fellowship* di KAERI dan Program MEXT di JAERI). Diharapkan informasi dari hasil studi ini dapat membantu pihak manajemen pengelola IRM dalam merencanakan program peningkatan kemampuan fasilitas IRM.

II. TEORI [2][3][4]

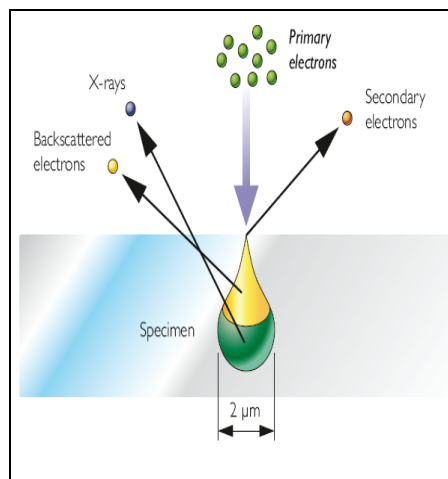
EPMA adalah teknik analisis tak merusak yang secara luas digunakan untuk menentukan komposisi lokal dari sampel padat. Teknik ini didasarkan pada pengukuran karakteristik intensitas sinar-x yang dipancarkan oleh unsur yang ada dalam sampel pada saat disinari berkas elektron terfokus (Gambar 2). Pada setiap unsur, rasio dari intensitas sinar-x karakteristik yang dipancarkan dari sampel dengan yang dipancarkan dari standar yang komposisinya sudah diketahui dan terukur.

Secondary Electrons (SE) dan *Backscattered Electrons (BSE)* yang dihasilkan dari tumbukan elektron dan sampel, digunakan untuk membuat gambar dari sampel. SE merupakan hasil dari *incident electron* yang melepaskan energi ke elektron dari sampel. Elektron yang berenergi ini kemudian meninggalkan sampel dengan energi kinetik yang sangat kecil. Karena energi yang rendah maka hanya SE yang terbentuk di dekat permukaan yang dapat keluar dari sampel dan dapat dideteksi. Variasi dalam topografi permukaan akan mengubah hasil SE. Hasil ini tergantung pada sudut kemiringan permukaan, emisi yang ditingkatkan di tepi dan partikel kecil, serta kekasaran permukaan (lihat gambar 3a). BSE adalah berkas elektron yang bangkit kembali dari sampel setelah tumbukan dengan atom dari sampel. Mekanisme kontras yang paling penting dari BSE adalah ketergantungan koefisien *backscattering* pada nomor atom rata-rata. Daerah dengan unsur yang nomor atomnya yang lebih tinggi tampak lebih terang daripada unsur dengan nomor atom yang lebih rendah pada gambar BSE. Hal ini memungkinkan fasa dengan perbedaan nomor atom dapat dikenali (lihat Gambar 3b). Hasil dari BSE juga sensitif terhadap kemiringan kristal kecil sehingga memungkinkan untuk memisahkan orientasi butir yang berbeda pada bahan polikristalin (lihat Gambar 4).

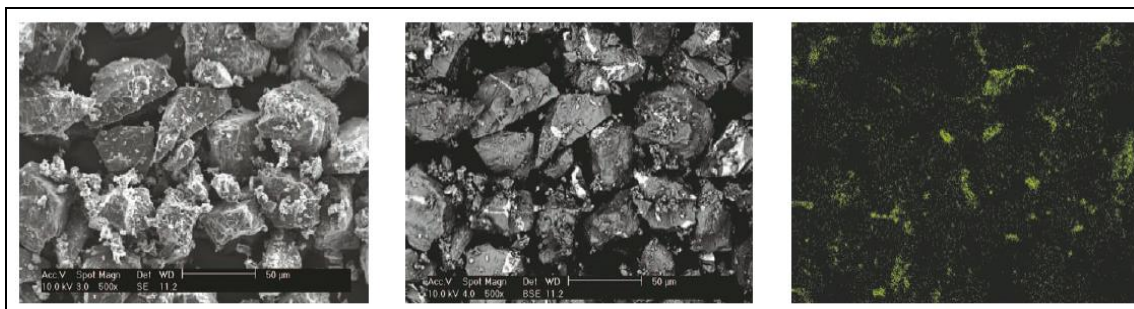
Kelebihan analisa material dengan EPMA adalah:

1. Dapat menganalisa dengan cepat dan akurat material dengan ukuran 1 mm, tanpa melakukan kerusakan pada material (*non destructive analysis*).
2. Spektrum sinar-x yang dihasilkan dimanfaatkan untuk mengetahui unsur penyusun dari suatu material (analisa kualitatif).
3. Sifat sinar-x yang dihasilkan juga dapat dimanfaatkan untuk mengetahui distribusi unsur dalam luas tertentu dari material yang sedang dianalisa sehingga komposisi mikro dari suatu material dapat diketahui.

Dengan kemampuan menyajikan struktur mikro dari material, dan mampu untuk menganalisa baik secara kualitatif maupun semi kuantitatif, EPMA dengan perisai radiasi dapat digunakan untuk mendapatkan pemahaman yang lebih baik terkait dengan kinerja bahan bakar, eksplorasi material dan kerusakan radiasi, pengembangan paduan inovatif dari bahan struktur, optimalisasi siklus bahan bakar nuklir dan lainnya [1].

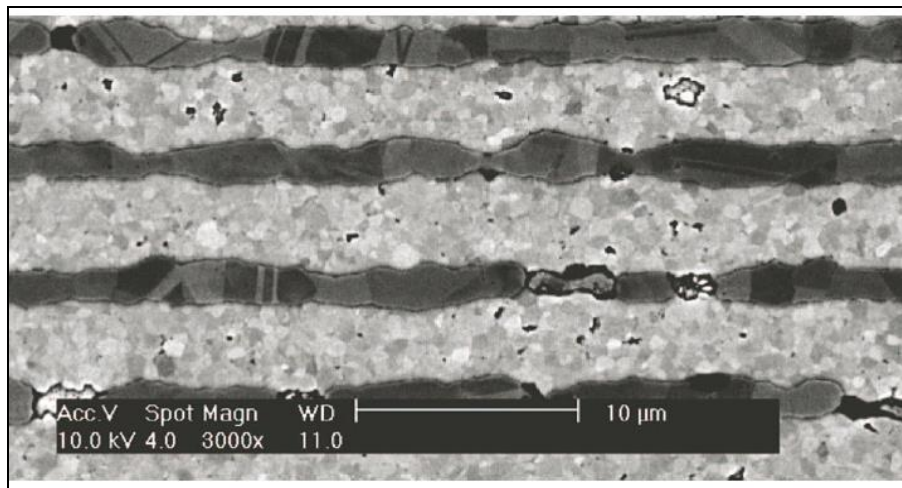


Gambar 2. Skema dari berbagai sinyal yang dibangkitkan oleh interaksi berkas elektron dengan material [3].



Gambar 3: Sebuah Pd berisi bubuk dicitrakan menggunakan tiga teknik yang berbeda, yang menyediakan informasi yang saling melengkapi: (a) gambar SE (b) BSE gambar (c) X-ray elemen pemetaan Pd. Citra SE memberikan sebuah luasan dari kedalaman lapangan, tetapi tidak menampilkan variasi komposisi. Pada citra BSE, area yang banyak Pd terlihat lebih terang [3].

Dengan menggunakan EPMA yang telah dipersiapkan untuk analisis material teriradiasi, maka langkah berikutnya adalah bagaimana mempersiapkan wadah kotak perisai radiasi dengan perlengkapannya, untuk menempatkan EPMA tersebut di dalamnya sehingga pada saat penanganan sampel teriradiasi, operator terlindungi dari bahaya radiasi, dan EPMA tetap dapat dioperasikan dengan mudah.



Gambar 4: Citra BSE dari penampang kapasitor keramik multilayer. Multilayer ini terdiri dari urutan berulang dari dua bahan. Material yang berbeda ini dapat dengan mudah dibedakan berdasarkan kontras dari unsur. Dalam setiap lapisan, banyak kristal dapat dilihat karena sensitivitas BSE untuk orientasi kristal.[3]

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Skaphia, EPMA berperisai radiasi [1]

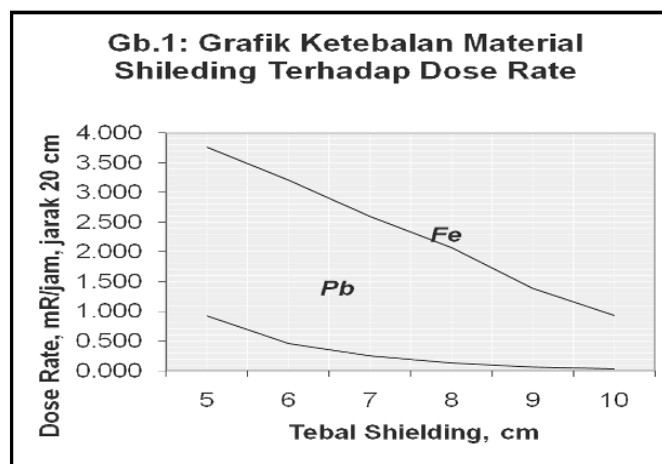
Dengan menggunakan 4 unit *Wavelength-dispersive X-ray spectroscopy* (WDXS or WDS), hampir semua unsur pada tabel periodik dapat dianalisa, dan informasi tentang komposisi unsur utama dan *trace elements* dari material radioaktif dapat diungkap. Informasi ini dapat diperoleh dari *sub-micron areas* dengan presisi dan akurasi tinggi. Dalam analisis terhadap bahan bakar nuklir, unsur utama yang dianalisis adalah U dan Pu, serta unsur disintegrasi seperti Americium (Am), Curium (Cm) dan Xenon (Xe). Sistem pada Skaphia EPMA dirancang untuk dapat menerima pancaran radiasi β dan γ dengan *level* paparan radiasi γ maksimum yang dapat diterima 111 GBq pada energi 0,75 MeV.

Semua WDS analyser (maksimum 4 unit), detektor termasuk anjungan sampel (specimen stage) sudah menggunakan perisai radiasi, yaitu; material Denal (Tungsten-Nickel-Iron-Cobalt Alloy, *MatWeb*). Detektor SE menggunakan orientasi khusus untuk menghindari dampak dari radiasi gamma. Perangkat lunak yang digunakan sudah mengakomodasi semua fitur yang diperlukan untuk analisis kuantitatif, pemetaan sinar-x, garis akuisisi profil dan pengolahan data. Kolom, spektrometer dan anjungan sampel dipasang di dalam hot cell atau kotak dengan perisai radiasi. Manipulator atau manipulator bola dapat digunakan untuk menempatkan/ mengambil sampel radioaktif. Instrumen pengendali dapat mengendalikan dari luar hot cell atau kotak dengan perisai radiasi secara elektronik dan ter-komputerisasi.

B. Desain *shielded box* (kotak perisai radiasi)

Fungsi utama dari kotak perisai radiasi adalah untuk melindungi operator EPMA selama proses *loading* sampel, proses perolehan data mikro analisis dan proses *unloading* sampel dari material teriradiasi. Dengan demikian maka kotak berperisai radiasi berfungsi juga untuk mewadahi kolom, spektrometer (4 unit WDS) dan anjungan sampel. Dengan maksimum 4 unit WDS, ukuran minimal dari kotak berperisai radiasi yaitu; panjang 2,1 m, lebar 1,95 m dan tinggi 2,2 m [5].

Berdasarkan asumsi aktivitas sampel sebesar 1,0 Ci telah dihitung laju dosis pada jarak 20 cm untuk Pb dan Fe (Gambar-5). Sebagai contoh untuk jarak 20 cm (jarak sumber radiasi ke permukaan perisai radiasi), tebal perisai radiasi 10 cm yang terbuat dari baja, laju dosisnya sebesar 1 mR/jam. Pb dengan tebal 6 cm, laju dosisnya sebesar 0,5 mR/jam [6]. Asumsi aktivitas sampel yang digunakan dalam perhitungan ini diambil dari elemen bakar MTR yang digunakan RSG-GAS. Aktivitas maksimal sampel ditentukan berdasarkan aktivitas jenis elemen bakar tersebut kemudian dikalikan dengan volume sampel. Ukuran sampel disesuaikan dengan kemampuan penanganannya di *hot cell*.



Gambar 5 Grafik hasil perhitungan ketebalan material perisai radiasi terhadap laju dosis pada jarak 20 cm [6].

Dengan telah ditentukan ukuran utama bagian dalam dan tebal perisai radiasi, maka desain rinci kotak perisai radiasi untuk Skaphia EPMA dapat dilakukan dan dilengkapi dengan kebutuhan lainnya, seperti; manipulator, koneksi dengan *transfer cask*, *lead glass*, ventilasi udara, jalur kabel instrumentasi dan daya, koneksi dengan *rotary pump*, sistem pendingin dan lainnya.

Dengan tetap mempertimbangkan aspek keselamatan, dinding dari kotak berperisai radiasi dapat dibuat hanya sebagian, setebal perisai radiasinya. Hal ini

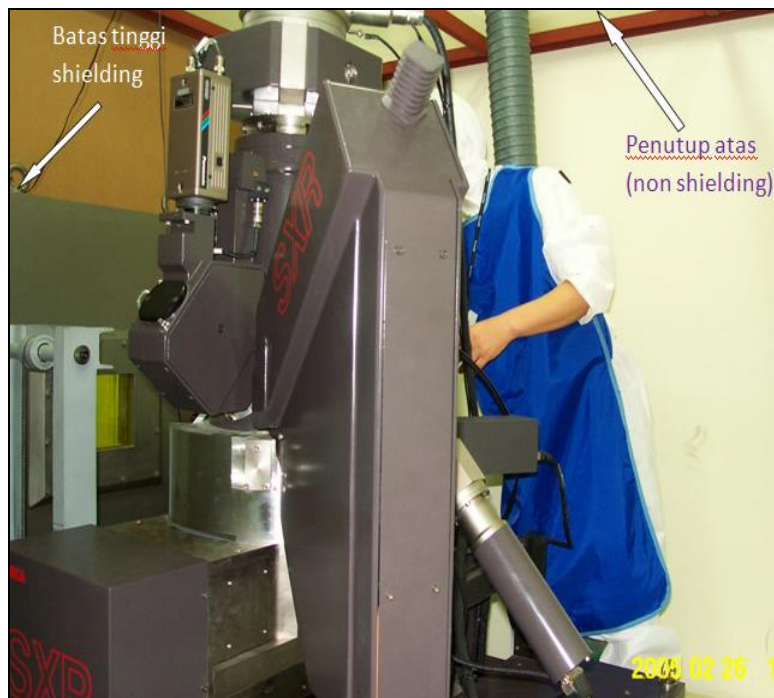
dapat mengurangi biaya pembuatan kotak perisai radiasi EPMA secara signifikan. Asumsi desain yang dapat digunakan adalah sebagai berikut;

- sumber radiasi berupa titik dan berada pada ketinggian tertentu, misalnya sekitar 20 cm dari lantai EPMA di dalam di dalam kotak berperisai radiasi, terutama saat proses *loading* dan *unloading* sampel dari *transfer cask* dan anjungan sampel EPMA;
- ketinggian dinding perisai radiasi pada bagian luar kotak perisai radiasi lebih tinggi dari posisi operator sehingga radiasi gamma langsung dari sampel tetap dibawah batas aman.

Penjelasan di atas disajikan pada Gambar 6 dan 7. Kotak perisai radiasi yang ditempatkan pada sudut suatu ruangan sehingga dinding perisai radiasi yang digunakan hanya dua sisi, sedangkan dua sisi lainnya adalah tembok ruangan. Sistem transfer sampel menggunakan *transfer cask* khusus yang dapat dimasukkan ke dalam kotak perisai radiasi secara vertikal dengan mekanisme gerak menggunakan motor. *Transfer cask* ini juga terkoneksi ke *hot cell* secara vertikal melalui atap *hot cell*. Di IRM akan menggunakan *transfer cask* secara horizontal dapat melalui *adapter transfer cask* di belakang *hot cell* 112 atau 104.



Gambar 6: Contoh kotak berperisai radiasi EPMA [7]



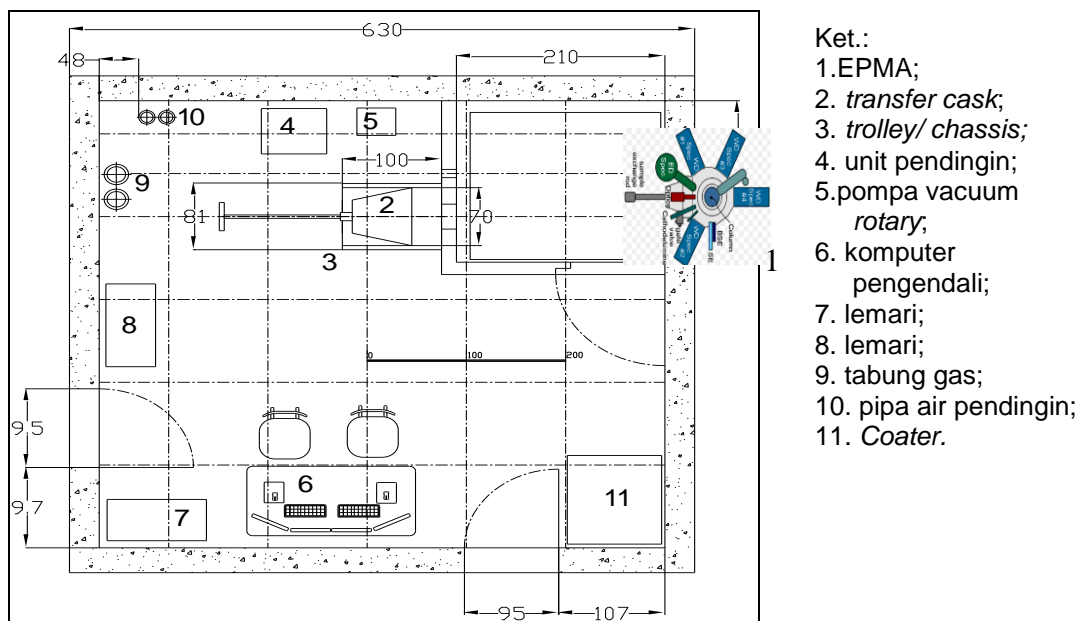
Gambar 7: Contoh bagian dalam kotak berperisai radiasi EPMA [7]

C. Penentuan lokasi EPMA

Formasi *hot cell* dengan *operating area* dan *service area* dari di IRM sudah dirancang khusus dengan mempertimbangkan aspek proteksi radiasi proses uji pasca iradiasi dan kemudahan dalam pengelolaan fasilitas *hot cell*. Apabila kotak perisai radiasi dengan EPMA berada di dalamnya dipasang menempel ke *hot cell*, maka tidak memerlukan sistem transfer sampel, karena terkoneksi langsung dengan *hot cell*. Dalam hal ini hanya ada dua *hot cell* yang mempunyai akses material, yaitu *hot cell* 104 dan 112. Penempatan kotak perisai radiasi di belakang *hot cell* 104 menghalangi manuver buka-tutup *wall plug hot cell* 103. Penempatan pada belakang *hot cell* 112 memungkinkan untuk dilakukan. Ukuran minimal ruang yang dibutuhkan adalah 2,1 x 1,95 m, dan belum termasuk kelengkapan lainnya seperti manipulator dan lainnya. Hal ini tentu saja mengganggu aktivitas lainnya di *service area* IRM (area di belakang *hot cell*). Selain itu, keberadaan operator dan sistem kendali di *service area* yang merupakan zona III (kuning), juga tidak tepat. Dengan demikian operator dan sistem kendali berada di *operating area*. Hal ini menyebabkan sistem pengkabelan dari sistem kendali (instrumentasi) harus terhubung dari *service area* di belakang *hot cell* 112 ke *operating area* di depan *hot cell* 112. Hal ini tentu saja tidak mudah dilakukan dan harus didukung dengan sistem visualisasi dengan menggunakan kamera.

Alternatif lain yaitu dengan menempatkannya pada suatu ruangan. Alternatif ini memerlukan sistem transfer sampel dengan *transfer cask* horizontal melalui *adapter transfer cask* di belakang *hot cell* 112 atau 104. Alternatif ruangan lain di IRM yang dapat digunakan adalah ruangan di lantai *basement*, yaitu ruang 025 (*transfer storage*) atau 021 (ruang *decoshop*), yang merupakan bagian dari ruang *decoshop* (Gambar 9). *Transfer cask* tetap diperlukan dan ditransfer melalui *hatch* lantai *service area* menggunakan *service area crane* ke lantai *basement*. Ruang antara ruangan 025 atau 021 terlalu dekat dengan *decoshop*. Ruangan lainnya yang memungkinkan di *basement* relatif lebih jauh dan masih memerlukan prasarana lainnya seperti air pendingin, catu daya dan sebagainya.

Alternatif lain untuk menempatkan EPMA adalah ruangan 142. Desain *layout* EPMA dengan kotak perisai radiasi dan peralatan dukungnya sama untuk ruangan 142 maupun ruang yang di *basement*. Keduanya tetap memerlukan sistem transfer sampel dari *hot cell* 104 atau 112 yang menggunakan *transfer cask* horizontal dan untuk ruang 142 melalui ruangan TEM yaitu ruang 139. Ruang 142 sudah didesain untuk peralatan mikroskopi elektron (SEM), maka sudah tersedia udara tekan dan air pendingin, tetapi peralatan SEM (saat ini dalam keadaan rusak) harus dikeluarkan.

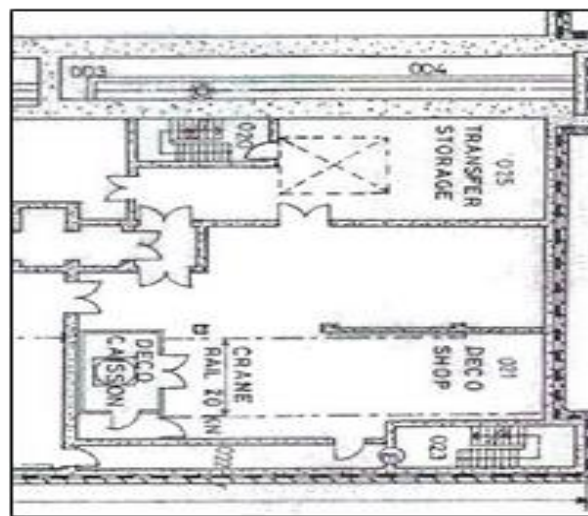


Gambar 8: Skema EPMA di Ruang 142 IRM (ukuran dalam centimeter)

D. Preparasi sampel

Material yang akan dianalisa harus diketahui terlebih dahulu konduktor atau tidak, karena hal ini bergantung kepada proses selanjutnya. Ukuran sampel $\pm 3 \text{ mm}^2$, dan apabila sampel bukan konduktor maka harus dilapisi dengan Au atau C. Setelah proses *sputtering*, sampel baru dapat dianalisa. Berdasarkan panjang gelombang

masing-masing unsur dapat diketahui unsur apa saja yang ada pada material tersebut. Pemotongan sampel dan proses *mounting* dapat dilakukan di *hotcell* 104. Proses *sputtering* dapat dilakukan di dalam kotak perisai radiasi dari EPMA dengan menempatkan peralatan *sputtering* di dalamnya. Dengan peralatan *sputtering* di dalam kotak perisai radiasi, maka diperlukan 2 unit manipulator. Peralatan *sputtering* juga dibuat agar mudah ditangani dengan manipulator (Gambar 10). Penanganan sampel termasuk *loading* dan *unloading* ke *specimen stage* EPMA serta proses *sputtering* dilakukan dengan manipulator pada kotak perisai radiasi yang juga dilengkapi dengan *lead glass*.



Gambar 9: Skema ruang di *basement* IRM



Gambar 10: Contoh *sputter coating* di dalam kotak berperisai radiasi [9]

IV. KESIMPULAN

Penggunaan perisai radiasi di sekitar *x-ray counter*, spektrometer dan anjungan sampel (*specimen stage*) pada EPMA sehingga dan dapat digunakan untuk karakterisasi material teriradiasi. Penempatan EPMA di dalam kotak perisai radiasi, yang dilengkapi manipulator, *lead glass* dan sistem ventilasi maka penggunaan EPMA untuk sampel teriradiasi, aman bagi operator. Ruang 142 di IRM merupakan alternatif terbaik untuk instalasi EPMA dengan kotak perisai radiasi. Pemanfaatan sudut ruangan, dan penggunaan dinding perisai radiasi yang tidak tinggi, dapat menghemat pembiayaan pembuatan kotak perisai radiasi. Dengan ukuran minimal ruang yang dibutuhkan dan tebal dari kotak perisai radiasi sudah diperoleh, maka desain rinci kotak perisai radiasi sudah dapat dibuat. Sampel teriradiasi dapat dipreparasi di dalam *hot cell*, dan pelapisan (proses *sputtering*) sampel non konduktif dapat dilakukan di dalam kotak perisai radiasi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] <http://www.cameca.com/instruments-for-research/shielded-epma.aspx>, 2016.
- [2] Handbook of instrumental techniques from CCiTUB Electron probe microanalysis: principles and applications Xavier Llovet Unitat Microsonda Electrònica, CCiTUB, Universitat de Barcelona. Lluís Solé i Sabarís, 1-3. 08028 Barcelona. Spain. email: xavier@ccit.ub.edu
- [3] Scanning Electron Microscopy/ Electron Probe X-ray Microanalysis (SEM/EPMA) Philips Innovation Services [www.innovationlabs.philips.com /.../ material-analysis-sem.pdf](http://www.innovationlabs.philips.com/.../material-analysis-sem.pdf) Technical Note 17 November 2013.
- [4] Lusiana dan Ika Kartika, Aplikasi Electron Probe Microanalizer di Bidang Teknik Metalurgi, J. Mikroskopi dan Mikroanalisis Vol. 3 No. 1, 2000.
- [5] Komunikasi pribadi, Mona Pierrette MORET, PhD dari CAMECA, 2016.
- [6] Antonio Gogo dkk., Penentuan Kriteria Peralatan Dukung SEM untuk Pengamatan dan Analisis Material Teriradiasi, Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2008, ISSN 0854-5561.
- [7] Anonim, hasil studi penulis ke IMEF-KAERI, IAEA-Fellowship 2004-2005
- [8] Y.H. Jung dkk., *Shielded EPMA from CAMECA to JEOL, Preliminary Performance Comparison Transactions of the Korean Nuclear Society Autumn Meeting*, Gyeongju, Korea, October 25-26, 2012
- [9] Antonio Gogo Studi Preparasi Sampel Teriradiasi untuk Pengamatan dan Analisis dengan SEM di IRM, Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2007, ISSN 0854-5561.