

# PENGARUH WAKTU *MILLING* SERBUK GRAFIT TERHADAP KANDUNGAN UNSUR PENGOTOR YANG DIANALISIS DENGAN TEKNIK ANALISIS AKTIVASI NEUTRON (AAN)

Yunasfi<sup>(1)</sup> dan Th. Rina M<sup>(1)</sup>

1. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) – BATAN  
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang

## ABSTRAK

**PENGARUH WAKTU *MILLING* SERBUK GRAFIT TERHADAP UNSUR PENGOTOR YANG DIANALISIS DENGAN TEKNIK ANALISIS AKTIVASI NEUTRON (AAN).** Telah dilakukan penelitian tentang efek waktu *milling* serbuk grafit terhadap kuantitas unsur pengotor yang dianalisis dengan teknik analisis aktivasi neutron. Proses *milling* serbuk grafit dilakukan dengan teknik *High Energy Milling (HEM)* pada temperatur ruang, menggunakan vial dan bola-bola yang terbuat dari bahan *Stainless Steel (SS)*. *Milling* dilakukan masing-masing selama 25, 50, 75 dan 100 jam. Hasil analisis kualitatif dengan teknik AAN menunjukkan bahwa unsur-unsur pengotor yang terkandung di dalam serbuk grafit adalah Fe, Cr, V, Co, Sc, Mn, Al, Eu, La, Na, Se, Hf, dan Th. Dengan adanya proses *milling* terhadap serbuk grafit maka konsentrasi unsur-unsur pengotor V, Mn, Cr, dan Fe meningkat. Peningkatan terbesar kuantitas unsur-unsur pengotor untuk Vanadium (V) pada waktu *milling* 50 jam (554,41 %), Mn pada waktu *milling* 25 jam (190,13%), Cr pada waktu *milling* 50 jam (837,07%) dan Fe pada waktu *milling* 50 jam (53,31%). Pada proses *milling* 100 jam diperoleh kandungan unsur-unsur pengotor paling rendah. Dengan demikian, waktu *milling* yang optimal untuk pemrosesan serbuk grafit adalah 100 jam.

**Kata Kunci :** Unsur pengotor, serbuk grafit, Analisis Aktivasi Neutron, *High Energy Milling*.

## ABSTRACT

**EFFECTS OF MILLING TIMES OF GRAPHITE POWDERS AGAINST THE IMPURITIES ANALYZED BY NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS.** Research about the effects of milling times of graphite powders against the impurities analyzed by with Neutron Activation Analysis (NAA) technique was carried out. Milling process of graphite powders was carried out using High Energy Milling (HEM) technique at room temperature using vial and balls mill made from Stainless Steel (SS) material. Graphite powder was milled in various times from 25 hours until 100 hours. Qualitative analysis by AAN showed that the impurities detected in graphite powders were Fe, Cr, V, Co, Sc, Mn, Al, Eu, La, Na, Se, Hf, and Th elements. The results showed that milling process of graphite powders increased the concentration of V, Mn, Cr, and Fe. The largest increasing of impurities are Vanadium (V) for 50 hours (554,41%), Mn for 25 hours (190,13 %), Cr for 50 hours (837,07%) and Fe for 50 hours (53,31 %) milling times. Milling process for 100 hours has the lowest concentrations of impurities, therefore, the optimum for processing of graphite powders was 100 hours.

**Keywords:** Impurities, graphite powders, Neutron Activation Analysis, *High Energy Milling*

## PENDAHULUAN

Grafit merupakan salah satu material yang penting dalam konstruksi reaktor nuklir, biasanya digunakan sebagai moderator dan reflektor dalam reaktor riset<sup>[1]</sup>. Dan juga, grafit digunakan sebagai pelapisan pada bagian dalam kelongsong bahan bakar reaktor daya. Saat ini, di dunia sedang dikembangkan penggunaan grafit sebagai bahan struktur reaktor. Dalam penggunaannya, sangat diperlukan grafit yang mempunyai kemurnian tinggi dan sifat fisik yang tinggi. Untuk mendapatkan serbuk grafit yang mempunyai sifat fisik yang tinggi maka dapat dilakukan dengan preparasi serbuk grafit dengan teknik *milling*. *Milling* secara mekanik merupakan suatu teknik yang sederhana dan efektif untuk menumbuhkan kristal padat (ukuran butiran kristal menjadi lebih kecil) tanpa melalui fasa vaporasi atau reaksi kimia, seperti yang biasanya diperlukan dalam proses sintesa lainnya. Proses *milling* dimulai dengan deformasi yang berulang-ulang dan menghancurkan partikel serbuk sehingga partikel menjadi lebih kecil<sup>[2]</sup>.

Dalam proses *milling* ini biasanya digunakan vial dan bola-bola yang terbuat dari bahan *stainless steel* (SS) yang diprediksi menyebabkan lepasnya unsur penyusun SS ke dalam bahan objek<sup>[3]</sup> Ying Chen et.al.<sup>[4,5]</sup> telah melaporkan bahwa bahan pengotor Fe ditemukan dalam sampel serbuk grafit yang diproses *milling* dengan teknik *ball milling* sampai 50 jam atau lebih, sedangkan jumlah kandungan unsur Fe dalam sampel grafit hasil proses *milling* tersebut tidak dilaporkan. Untuk mengetahui keefektifan penggunaan teknik *milling* ini sangat diperlukan informasi tentang keberadaan unsur-unsur pengotor dalam sampel hasil proses *milling*, sehingga dapat diketahui tingkat kemurnian dari sampel hasil proses *milling* tersebut.

Unsur-unsur pengotor dalam bahan hasil proses *milling* konsentrasinya sangat kecil hingga orde nano gram. Untuk

kuantifikasi kandungan unsur-unsur dalam jumlah kecil, dituntut adanya teknik analisis dengan sensitifitas tinggi. Hanya beberapa teknik analisis yang mampu untuk menentukan jumlah unsur yang demikian kecil ini. Penggunaan *Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry* (ICP-MS), *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS), Elektrokimia dan *Inductively Coupled Plasma-Emmision Spectrometry* (ICP-ES) untuk analisis unsur kelumit telah banyak dipublikasikan. Namun, teknik ini memerlukan perlakuan kimia berupa peleburan dan pelarutan yang tidak jarang merupakan sumber yang potensial terjadinya kontaminasi. Hal ini bisa diatasi dengan menggunakan teknik nuklir AAN<sup>[6]</sup>. Teknik nuklir ini mempunyai keunggulan, antara lain tidak memerlukan perlakuan kimia terlebih dahulu, mempunyai kemampuan untuk menentukan unsur secara serempak (multi-unsur), sensitivitas dan selektifitas yang bisa diandalkan.

Dalam penelitian ini akan dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif unsur pengotor dalam serbuk grafit yang memiliki kemurnian 99,5% sebelum dan sesudah proses *milling*, dengan teknik AAN. Diharapkan hasil analisis ini dapat memberikan informasi tentang pemanfaatan teknik *milling* dan waktu optimal proses *milling* berdasarkan kandungan pengotor paling rendah, sehingga produk *milling* ini dapat digunakan sebagai divais elektronik dan dapat digunakan sebagai lapisan dalam kelongsong bahan bakar reaktor nuklir.

## TEORI

### • Perhitungan analisis secara kuantitatif

Perhitungan kuantitatif hasil pengujian untuk unsur-unsur dengan waktu paruh pendek dilakukan secara komparatif dibandingkan terhadap SRM 2780 dan untuk unsur-unsur dengan waktu paruh medium dan panjang menggunakan bantuan perangkat lunak  $k_0$ -IAEA.

Persamaan yang digunakan pada perhitungan konsentrasi unsur dalam cuplikan dengan teknik komparatif adalah sebagai berikut :<sup>[6]</sup>

$$W_{s\text{ampel}} = W_{s\text{tan dar}} \frac{A_{s\text{ampel}}}{A_{s\text{tan dar}}} \quad (1)$$

dengan,

W = berat cuplikan atau standar (mg),  
A = aktivitas radionuklida diamati dalam cuplikan atau standar (cacah per detik).

Untuk analisis kuantitatif unsur dengan waktu paruh medium seperti Br dan unsur dengan waktu paruh panjang seperti Fe digunakan teknik yang berbasis pada komparator tunggal, dengan memanfaatkan tetapan  $k_0$ .

Teknologi  $k_0$ -AAN merupakan salah satu analisis teknik nuklir yang dapat digunakan untuk menentukan multi unsur secara serempak dengan ketelitian dan akurasi yang sangat baik. Kelebihan lain dari metoda ini adalah tidak memerlukan standar yang sama dengan unsur yang akan ditentukan. Dalam  $k_0$ -AAN, kuantifikasi unsur-unsur dalam suatu cuplikan, dihitung berdasarkan formulasi dari Frans de Corte, yang tidak bergantung pada ketersediaan unsur standar, melainkan pada parameter kanal iradiasi  $\alpha$ ,  $f$ , temperatur, fluks neutron, geometri pencacahan dan tetapan  $k_0$ . Penentuan  $\alpha$  dan  $f$  dengan teknik "*triple bar methode*" dan "*bi-isotopic*", sebagaimana yang direkomendasikan oleh Frans de Corte<sup>[6]</sup>, relatif lebih sederhana dibandingkan dengan teknik Cd-rasio yang lazim digunakan. Teknik  $k_0$ -AAN menuntut adanya komparator tunggal  $^{198}\text{Au}$  untuk menentukan fluks neutron termal. Hal ini disebabkan penentuan tetapan  $k_0$  dihitung terhadap isotop  $^{198}\text{Au}$ . Berkaitan dengan hal ini, IRMM telah merekomendasikan penggunaan paduan Al-0,1 % Au sebagai komparator. Penentuan

kuantitatif unsur-unsur dilakukan berdasarkan rumus dari Frans de Corte yaitu:<sup>[7]</sup>

$$\rho_a = \frac{[\frac{N_p/t_m}{SDC.W}]_a}{[\frac{N_p/t_m}{SDC.W}]_m} \cdot \frac{k_{0,Au}(m)(G_{th,m} \cdot f + G_{e,m} \cdot Q_{0,m}(\alpha)) \cdot \epsilon_{p,m}}{k_{0,Au}(a)(G_{th,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha)) \cdot \epsilon_{p,a}} \cdot 10^6 \quad (1)$$

$$(2)$$

dengan,

$\rho_a$  : konsentrasi analit dalam cuplikan ( $\mu\text{g/g}$ ),

$m$  : fluks monitor yang diiradiasi bersama-sama,

$N_p$  : jumlah cacah yang dikumpulkan pada puncak energi penuh, setelah dikoreksi

terhadap pulsa yang hilang,

$t_m$  : selang waktu pengukuran (detik),

$S$  : faktor saturasi ( $= 1 - e^{-\lambda t_{irr}}$ );  $\lambda$  = tetapan peluruhan =  $(\ln 2)/t_{1/2}$ ,  $t_{1/2}$  adalah waktu paruh radionuklida diamati, dan  $t_{irr}$  adalah waktu iradiasi (detik),

$D$  : faktor peluruhan ( $= 1 - e^{-\lambda t_d}$ ), dengan  $t_d$  adalah waktu peluruhan (dari akhir iradiasi hingga mulai pencacahan),

$C$  : faktor pencacahan koreksi [ $= (1 - e^{-\lambda t_m}) / \lambda t_m$ ], koreksi peluruhan selama pencacahan,

$k_{0,m}(a)$  : faktor  $k_0$  analit dibandingkan monitor [ $= k_{0,c}(a)/k_{0,c}(m)$ ],

$G_{th}$  : faktor koreksi diri untuk neutron termal,

$G_e$  : faktor koreksi diri untuk neutron epitermal,

$W$  : massa cuplikan yang diiradiasi (g),

$\epsilon_p$  : efisiensi detektor dari puncak energi penuh =  $\frac{\epsilon_g}{P/T}$ ,  $\epsilon_g$  adalah efisiensi geometri,

$P/T$  : rasio *peak to total* yang nilainya berbeda antara satu detektor dengan lainnya,

$f$  : rasio fluks termal terhadap epitermal,

$\alpha$  :penyimpangan energi (spektrum) neutron epitermal dari distribusi  $1/E$ ,  
 $Q_0$  :rasio integral resonansi dengan tampang lintang aktivasi termal =  $I_0/\sigma_0$ .

**TATA KERJA**

• **Preparasi cuplikan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk grafit (karbon, C) 99,5 % dengan ukuran 10  $\mu\text{m}$ . Serbuk grafit ditimbang dengan neraca mikro masing-masing sebanyak 20 gram, kemudian diproses *milling* selama 25, 50, 75 jam dan 100 jam dengan menggunakan teknik HEM, *SPEX CertiPrep 8000M Mixer/Mill* yang terdapat di Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir (BKAN), PTBIN-BATAN. Perbandingan berat bola/berat cuplikan sekitar 1,5 : 1 dalam *vial* besar (50 cc) pada temperatur ruang. Untuk menghindari kerusakan pada alat *milling* akibat peningkatan suhu motor yang terlalu tinggi, maka untuk setiap siklus *milling* selama 90 menit, proses dihentikan sekitar 0,5 jam untuk tujuan pendinginan motor. Dalam proses *milling* ini *vial* serta bola yang digunakan terbuat dari bahan *stainless steel*.

• **Analisis cuplikan dengan menggunakan teknik AAN**

Cuplikan yang ditimbang dengan neraca mikro sekitar 50 mg, masing-masing jenis cuplikan 6 replikat, 2 replikat untuk iradiasi panjang (1 jam), 2 replikat iradiasi medium (5 menit) dan sisanya untuk iradiasi pendek (1 menit) dimasukkan ke dalam *vial low-density polyethylene* (LDPE). Bersamaan dengan penyiapan cuplikan, disiapkan pula di dalam *vial* LDPE,  $\pm 3$  mg kawat Al-Au 0,1 % yang diproduksi oleh *Institute for Reference Materials and Measurement* (IRMM) sebagai pemantau fluks. Sebagai kontrol teknik digunakan bahan acuan standar NIST SRM 2780 *Hard Rock Mine waste*.

Target berupa cuplikan, pemantau fluks dan bahan acuan standar masing-masing dibungkus dengan aluminium foil, disusun menjadi 1 *layer* dan dimasukkan ke dalam kapsul iradiasi yang terbuat dari polietilen untuk iradiasi pendek dan medium dan aluminium untuk iradiasi panjang. Iradiasi dilakukan di fasilitas iradiasi *Rabbit System* (RS) Reaktor Serba Guna (RSG) G.A. Siwabessy dengan kondisi eksperimen seperti yang tercantum dalam Tabel 1 berikut ini.

Tabel 1. Kondisi eksperimen dengan teknik AAN komparatif dan  $k_0$ -AAN

Lokasi Iradiasi	Parameter Reaktor	Waktu iradiasi	Waktu pendinginan	Waktu Pencacahan	Unsur ditentukan
RS4	$\Phi t \approx 10^{17} \text{ n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$	60 detik	$\approx 300$ detik	150 detik	Al, V, Mn
RS 1	$\Phi t \approx 3,510^{17} \pm 4,6 \cdot 10^{15} \text{ n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ $f = 38,7 \pm 1$ $\alpha = 0,020 \pm 0,001$ $\Phi_f/\Phi t = 0,142 \pm 0,001$ $T = 320 \pm 5 \text{ }^0\text{K}$	300 detik	2 hari	900 detik	Na, Br, La, Eu
RS3	$\Phi t \approx 4,410^{17} \pm 5,6 \cdot 10^{15} \text{ n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ $f = 38,7 \pm 1$ $\alpha = 0,020 \pm 0,001$ $\Phi_f/\Phi t = 0,142 \pm 0,001$ $T = 320 \pm 5 \text{ }^0\text{K}$	3600 detik	7-10 hari	1800-3600 detik	Fe, Cr, Co, Sc, Se, Hf, Th

### • Pencacahan cuplikan pasca iradiasi dan analisis kuantitatif

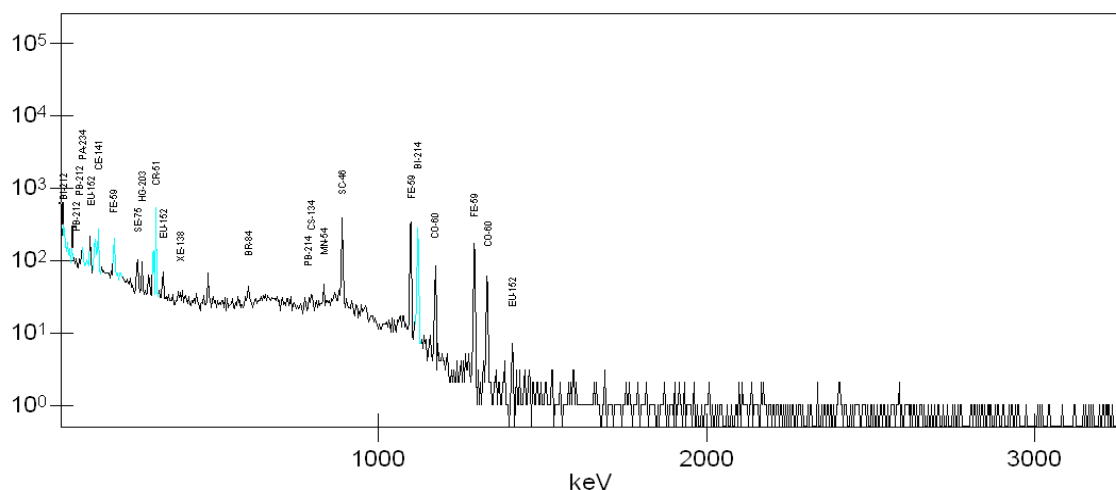
Cuplikan pasca iradiasi diluruhkan /didinginkan sebelum dicacah. Pencacahan cuplikan dilakukan dengan menggunakan detektor Germanium yang mempunyai kemurnian tinggi HPGe ( $\epsilon = 15\%$ , FWHM=1,89 keV pada E= 1,33 MeV), yang digabungkan dengan penganalisis puncak multi saluran. Jarak cuplikan, bahan acuan standar dan fluks monitor terhadap permukaan detektor 75 mm, dengan waktu cacah seperti tertera pada Tabel 1.

Program GENIE 2000 digunakan pada akuisisi data dan analisis luas puncak gama yang dipancarkan oleh radionuklida di

dalam cuplikan. Dengan program ini dibuat konversi dengan format \*.rpt, dan dengan fasilitas konversi cvt yang ada dalam perangkat lunak  $k_0$ -IAEA, spektrum hasil pencacahan dikonversi dalam format \*.k<sub>0</sub>s.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

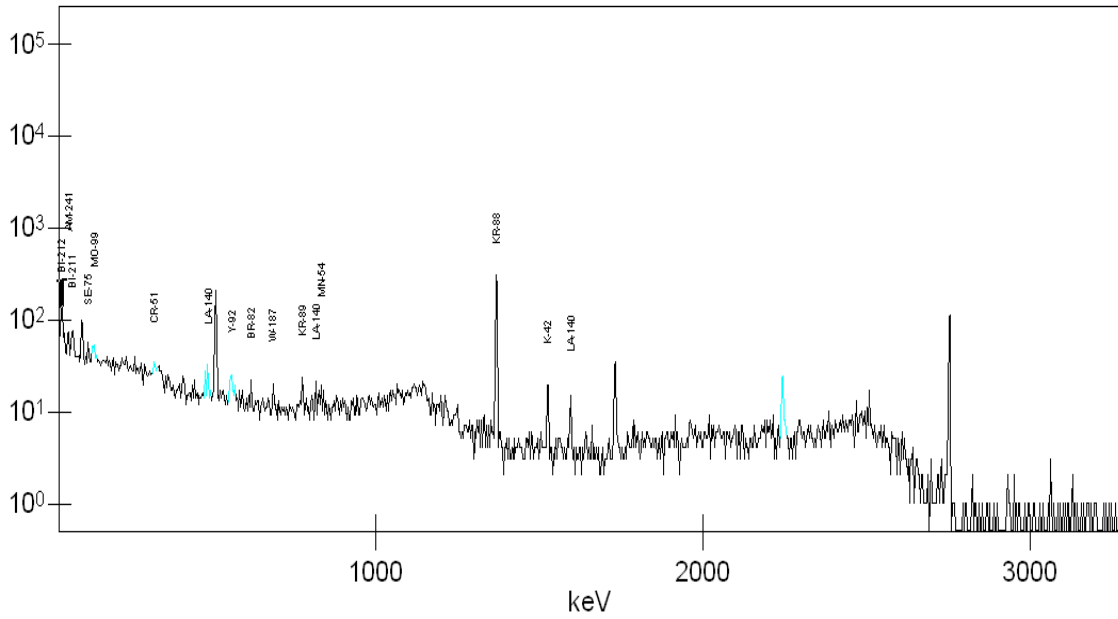
Spektrum gama hasil pencacahan untuk cuplikan grafit sebelum proses *milling* (*milling* 0 jam) ditunjukkan pada Gambar 1, 2 dan 3. Pada Gambar 1 terlihat spektrum gama cuplikan serbuk grafit sebelum proses *milling* dengan iradiasi selama 3600 detik dan pendinginan 7 hari. Dari gambar ini dapat diidentifikasi adanya unsur-unsur Fe, Cr, Co, Se, Hf, Th dan Sc.



Gambar 1. Spektrum gama cuplikan grafit *milling* 0 jam, iradiasi 3600 detik, pendinginan 7 hari

Pada Gambar 2 terlihat spektrum gama cuplikan serbuk grafit sebelum proses *milling* dengan iradiasi selama 300 detik dan

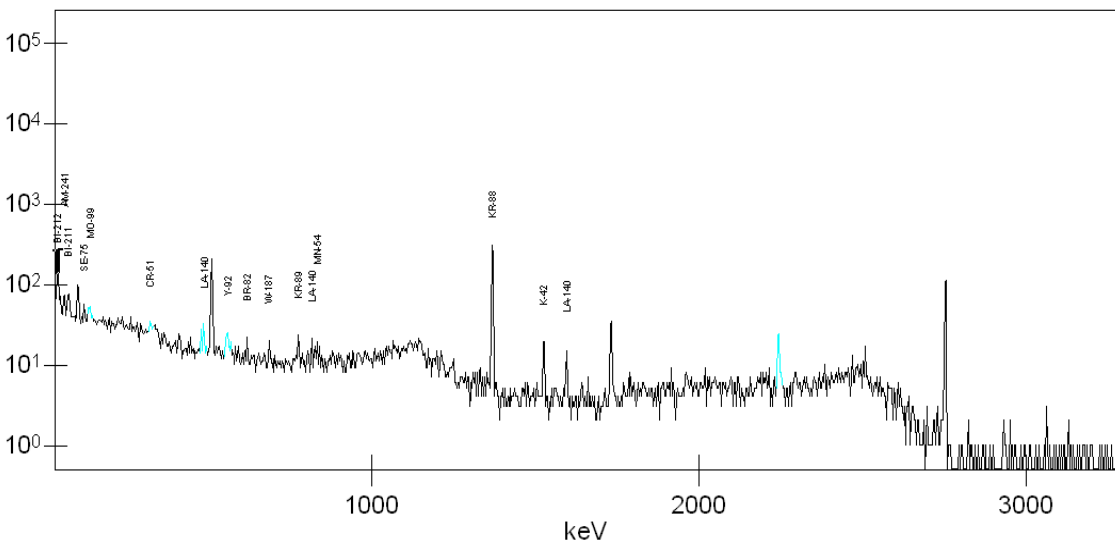
pendinginan 2 hari. Dari Gambar 2 dapat diidentifikasi adanya unsur-unsur La, Na, dan Eu.



Gambar 2. Spektrum gama cuplikan grafit *milling* 0 jam, iradiasi 300 detik, pendinginan 2 hari

Pada Gambar 3, terlihat spektrum gama cuplikan serbuk grafit sebelum proses *milling* dengan iradiasi selama 60 detik dan

pendinginan 5 menit. Dari Gambar 3 dapat diidentifikasi adanya unsur-unsur Mn, Al, V, dan Na.



Gambar 3. Spektrum gamma cuplikan grafit *milling* 0 jam , iradiasi 60 detik, pendinginan 5 menit

Hasil analisis kualitatif serbuk grafit sebelum proses *milling* menunjukkan bahwa grafit standar yang digunakan dalam penelitian ini mengandung unsur-unsur Fe,

Cr, Co, Sc, Mn, Al, V, Na, La, Eu, Se, Hf, dan Th. Adanya unsur-unsur pengotor dalam serbuk grafit sebelum diproses *milling* (0 jam *milling*) ini menunjukkan bahwa serbuk grafit

yang digunakan bukanlah serbuk grafit yang mempunyai tingkat kemurnian tinggi. Menurut data yang diperoleh dari penyuplai bahan serbuk grafit ini, ditunjukkan bahwa serbuk grafit mempunyai tingkat kemurnian 99,5 %. Berarti bahwa di dalam serbuk grafit tersebut terdapat 0,5 % bahan pengotor. Untuk mengetahui besarnya konsentrasi unsur-unsur pengotor terdapat dalam serbuk grafit ini maka dilakukan analisis kuantitatif.

Hasil analisis kuantitatif serbuk grafit sebelum proses *milling* (0 jam *milling*) dan sesudah proses *milling* dengan teknik HEM menggunakan teknik AAN ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan konsentrasinya, unsur pengotor dalam grafit sebelum proses *milling* dapat dikelompokkan atas: unsur pengotor dengan konsentrasi > 2 µg/g meliputi Na, Al, Mn, V, Cr, Fe dan Co, sedangkan unsur lainnya memiliki konsentrasi < 2 µg/g.

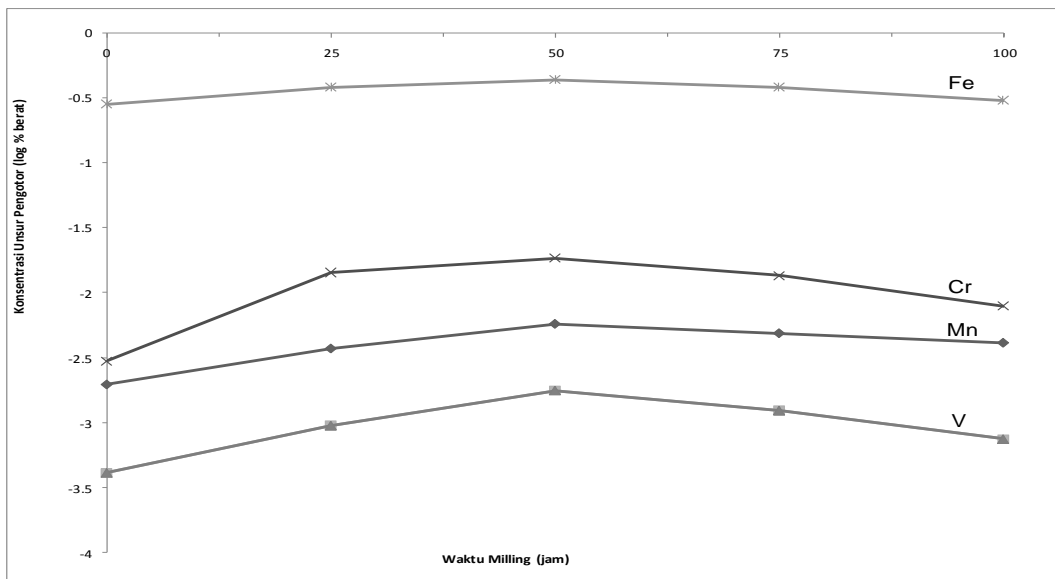
Tabel 2. Data hasil analisis unsur-unsur pengotor dalam serbuk grafit sebelum (0 jam) dan sesudah proses *milling* sampai 100 jam

Unsur	Konsentrasi Unsur Pengotor (µg/g) masing-masing waktu <i>milling</i>				
	0 jam	25 jam	50 jam	75 jam	100 jam
Na	113,50 ± 5,11	94,29 ± 5,37	101,67 ± 2,78	95,30 ± 4,10	95,02 ± 2,09
Al	7256,16 ± 316,71	2758,15 ± 158,77	5029,99 ± 17,36	2006,30 ± 144,28	3539,95 ± 267,01
La	0,77 ± 0,08	1,09 ± 0,15	1,67 ± 0,06	0,07 ± 0,01	0,70 ± 0,05
Eu	0,05 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,04 ± 0,01
Co	2,45 ± 0,17	1,99 ± 0,06	13,19 ± 0,24	1,77 ± 0,04	1,72 ± 0,06
Sc	0,27 ± 0,02	0,25 ± 0,01	0,26 ± 0,01	0,23 ± 0,01	0,23 ± 0,01
Se	1,26 ± 0,53	1,37 ± 0,38	1,56 ± 0,30	1,18 ± 0,25	1,06 ± 0,25
Hf	0,14 ± 0,03	0,14 ± 0,02	0,09 ± 0,02	0,14 ± 0,01	0,09 ± 0,02
Th	0,22 ± 0,05	0,23 ± 0,02	0,20 ± 0,02	0,13 ± 0,01	0,11 ± 0,01
Mn	19,66 ± 2,3	57,04 ± 3,09	36,99 ± 2,82	48,40 ± 1,80	40,92 ± 3,29
V	4,08 ± 0,82	9,46 ± 0,98	26,70 ± 0,48	12,36 ± 1,27	7,43 ± 1,20
Cr	19,77 ± 0,57	143,40 ± 2,44	185,26 ± 2,29	136,05 ± 1,67	79,09 ± 1,02
Fe	2857,00 ± 129	3861,00 ± 259	4380,00 ± 192	3850,00 ± 132	3050,00 ± 186

Pada Tabel 2, terlihat bahwa dengan adanya proses *milling*, ternyata kandungan unsur-unsur pengotor Na, Al, La, Eu, Sc, Se, Co, Hf dan Th tidak mengalami peningkatan. Hal ini menunjukkan bahwa proses *milling* tidak menyebabkan kandungan unsur-unsur tersebut bertambah, dan keberadaan unsur-unsur ini murni bawaan dari pengotor serbuk grafit. Sedangkan untuk unsur-unsur pengotor Mn, V, Cr dan Fe mengalami peningkatan karena adanya proses *milling*. Hal ini disebabkan karena terjadinya tumbukan antara serbuk grafit dengan vial dan bola-bola *milling* selama proses *milling* sehingga kemungkinan unsur-unsur penyusun vial dan bola-bola *milling* yang terbuat dari *stainless steel* terlepas. Kemungkinan *stainless steel* (SS) yang digunakan untuk pembuat vial dan bola-bola *milling* adalah jenis SS *duplex* 2304 yang

mempunyai komposisi unsur-unsur C (0,02 %), Si (0,52 %), Mn (1,85 %), P (0,02 %), S (0,001 %), Cr (23 %), Ni (5,7 %), N (0,19 %), Mo (3,28 %), V (0,07 %), Br (0,04 %), Cu (0,13 %), W (0,02 %), Co (0,02 %), Fe (sisanya).<sup>[8]</sup>

Kandungan unsur-unsur pengotor ini meningkat seiring dengan pertambahan waktu *milling* yaitu sampai waktu 50 jam. Tetapi pada waktu *milling* melebihi 50 jam maka kandungan unsur-unsur pengotor tersebut mulai berkurang. Hasil plot analisis unsur-unsur pengotor dalam serbuk grafit yang mengalami peningkatan selama proses *milling* pada variasi waktu (0 – 100 jam) dengan teknik AAN ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Peningkatan konsentrasi unsur-unsur pengotor dalam serbuk grafit hasil proses *milling* selama (0-100 jam)

Pada Gambar 4 ditunjukkan kecenderungan konsentrasi masing-masing unsur pengotor V, Mn, Cr dan Fe mengalami

peningkatan setelah proses *milling*. Prosentase peningkatan unsur-unsur pengotor tersebut ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Prosentasi peningkatan unsur-unsur pengotor serbuk grafit setelah proses *milling* (%)

Unsur pengotor	Waktu Milling (jam)			
	25	50	75	100
V	131,86	554,41	202,94	82,11
Mn	190,13	88,15	146,19	108,14
Cr	625,34	837,07	588,16	300,04
Fe	35,14	53,31	34,75	6,76

Pada Tabel 3, ditunjukkan besarnya prosentasi peningkatan kandungan unsur-unsur pengotor V, Mn, Cr dan Fe selama proses *milling* 50 jam, sedangkan peningkatan kandungan unsur-unsur pengotor cenderung mengalami penurunan pada waktu *milling* di atas 50 jam. Kecuali unsur Mn, terjadi peningkatan maksimal pada waktu *milling* 25 jam dan mengalami fluktuasi

pada waktu *milling* di atas 25 jam. Penurunan kandungan unsur Mn ini kemungkinan disebabkan jumlah unsur Mn dalam SS yang digunakan sebagai vial dan bola-bala *milling* mulai berkurang. Waktu *milling* di atas 50 jam, prosentase peningkatan kandungan unsur-unsur pengotor ini cenderung mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena kandungan unsur-unsur penyusun vial dan bola-bala *milling* sudah berkurang akibat terlalu lama terjadi proses tumbukan. Dalam



proses *milling* ini, setiap proses *milling* selalu dimulai dari 0 jam sedangkan vial dan bola-bola *milling* adalah sama untuk semua waktu proses *milling* yang dilaksanakan. Kemungkinan untuk waktu *milling* di atas 50 jam, kandungan unsur-unsur penyusun bola-bola *milling* dan vial (yang terbuat dari *stainless steel*) tersebut mulai berkurang karena kandungan unsur-unsur penyusun vial dan bola-bola *milling* mengalami lewat jenuh akibat selama terlalu lama dipakai untuk proses *milling* sehingga unsur-unsur penyusun tersebut tidak meningkatkan kandungan unsur-unsur pengotor dalam serbuk grafit.

## SIMPULAN

Dari hasil analisis kuantitatif dengan teknik AAN menunjukkan bahwa unsur-unsur pengotor dalam serbuk grafit ini adalah unsur-unsur Fe, Cr, V, Co, Sc, Mn, Al, Eu, La, Na, Se, Hf, dan Th. Dengan adanya proses *milling* terhadap serbuk grafit maka konsentrasi unsur-unsur pengotor Fe, Cr, V, dan Mn meningkat. Peningkatan terbesar unsur-unsur pengotor : V pada waktu *milling* 50 jam (554,41 %), Mn pada waktu *milling* 25 jam (190,13%), Cr pada waktu *milling* 50 jam (837,07%) dan Fe pada waktu *milling* 50 jam (53,31%). Pada proses *milling* 100 jam diperoleh kandungan unsur-unsur pengotor paling rendah. Dengan demikian, waktu *milling* yang optimal untuk pemrosesan serbuk grafit adalah 100 jam.

## DAFTAR PUSTAKA

1. WIKIPEDIA. *Nuclear Graphite*, [http://en.wikipedia.org/wiki/Nuclear\\_graphite](http://en.wikipedia.org/wiki/Nuclear_graphite).
2. A. CALKA, D. WEXLER. "Mechanical Milling Assisted by Electrical Discharge". <http://www.nature.com/nature/journal/V419/n6309/full/nature00985.htm>
3. J. M. SONG, D. I. KIM, S. J. SHIN, S. H. MOON, K. M. KIM and K.S RHYU. "Comparison of the Effects of Sample Preparation Temperature, Milling Time and Carbon Content on Soft Ferrite, Hard Ferrite and Alnico Magnet EM Wave Absorbers". Journal of Korean Physical Society, Vol. 45, No. 4, Oktober 2004, hlm. 1040-1044.
4. Y. CHEN, J. F. GERALD, L. T. CHADDERTON, L. CLAFFRON. "Nanoporous Carbon Produced by Ball Milling". Appl. Phys. Lett. Vol. 74, No. 10 (1999), hlm. 2782 -2784.
5. Y. CHEN, J. F. GERALD, L. T. CHADDERTON, L. CLAFFRON. "Investigation Nanoporous Carbon Powders Produced by High Energy Ball Milling and Formation of Carbon Nanotube During Subsequent Annealing". Materials Science Forum Vols. 312-314 (1999) pp. 375-380.
6. ANOIM, IAEA-TECDOC-564. "Practical Aspects of Operating a Neutron Activation Analysis Laboratory". IAEA, Viena 1990, hlm.18.
7. F. DE. CORTE. "The  $k_0$ -Standardization Method, a Move to the Optimization of Neutron Activation Analysis". Tahun 1987, hlm. 33-35.
8. K. UMAM. "Dua Material Berbahan Dasar *Stainless Steel* pada Industri Penyulingan Minyak Bumi, Departemen Metalurgi dan Material". Fakultas Teknik UI 2008. hlm.5  
<http://www.scribd.com/doc/8767550/Analisa-Kegagalan-Dua-Material-Berbahan-Dasar-Stainless-Steel-Pada-Industri-Penyulingan-Minyak-Bumi>.