

KRIOSTAT NITROGEN CAIR UNTUK DIFFRAKSI NEUTRON

Marsongkohadi<sup>\*)</sup>

Anung Kusnowo<sup>\*\*)</sup>

R I N G K A S A N

Diuraikan perancangan dan pembuatan suatu kriostat nitrogen cair untuk percobaan difraksi neutron. Kriostat tersebut dibuat dari stainless-steel dan tembaga, sedangkan cendelanya dari aluminium setebal 1 mm. Volume wadah nitrogen cair adalah delapan liter, dan diisolir dari udara luar dengan dinding vakuum yang bertekanan  $2 \times 10^{-4}$  torr. Nitrogen cair menguap rata-rata sebanyak 1,3 liter per jam, sedangkan "cool down losses" adalah dua liter. Suhu cuplikan diukur dengan thermometer resistor karbon atau dengan thermokopel tembaga-konstantan. Suatu alat untuk mengukur tinggi permukaan nitrogen cair, telah dibuat dari beberapa resistor karbon. Dengan mengisi kriostat sebanyak limabelas liter nitrogen cair, suhu cuplikan dapat dipertahankan pada  $110^{\circ}\text{K}$ , selama sembilan jam.

A B S T R A C T

The design and construction of an all-metal liquid nitrogen cryostat for neutron diffraction experiments is described. The

---

<sup>\*)</sup> Departemen Fisika, Institut Teknologi Bandung dan Pusat Reaktor Atom Bandung, BATAN.

<sup>\*\*)</sup> Lembaga Fisika Nasional, L.I.P.I.

*cryostat is made of stainless-steel and copper with 1 mm thick aluminum window. The liquid nitrogen container has a volume of eight liters, and is isolated from the surrounding atmosphere by a vacuum jacket, with a pressure of  $2 \times 10^{-4}$  torr. The mean evaporation rate of the liquid nitrogen is 1.3 liters per hour, whereas the cool down losses is two liters. The temperature of the sample is measured with a carbon resistor thermometer or a copper-constantan thermocouple. A dipmeter is constructed of several carbon resistors. By filling the cryostat with fifteen liters of liquid nitrogen, the temperature of the sample is held constant  $110^\circ\text{K}$ , for nine hours.*

## 1. PENDAHULUAN

Salah satu fenomena yang dapat diselidiki dengan difraksi neutron, ialah maknetisme. Interaksi antara momen maknetik neutron dengan momen maknetik atom dari suatu bahan, menimbulkan hamburan maknetik, disamping hamburan yang ditimbulkan oleh inti-inti atom bahan tersebut. Besarnya momen maknetik, orientasi spin, dan distribusi dari elektron-elektron yang tak berpasangan, dalam prinsipnya dapat ditentukan dari hamburan maknetik ini. Suhu Neel dari bahan-bahan ferri, ferro dan antiferromaknetik, biasanya sangat rendah. Karena itu untuk menyelidiki bahan-bahan tersebut, telah dibuat suatu kriostat yang dapat menurunkan suhu di bawah suhu Neelnya, dan pada waktu yang bersamaan cuplikan tersebut disinari dengan berkas neutron monokromatik.

Pada umumnya, pembuatan kriostat untuk difraksi neutron lebih sederhana dari pada pembuatan kriostat untuk difraksi sinar X, karena koefisien absorpsi neutron untuk bahan-bahan sangat kecil. Oleh karena itu, cendela untuk penyinaran cuplikan dapat terbuat dari pelat alluminium tipis. Ini sangat menyederhanakan pembuatan alat tersebut.

## 2. DISKRIPSI KRIOSTAT DAN PERALATAN PEMBANTU

### a. Kriostat

Kriostat yang telah dibuat, ialah type Wollan & Shull,<sup>(1)</sup> terdiri dari suatu Dewar besar untuk wadah nitrogen cair, sedangkan cuplikan ada di bawahnya. Untuk cuplikan be-

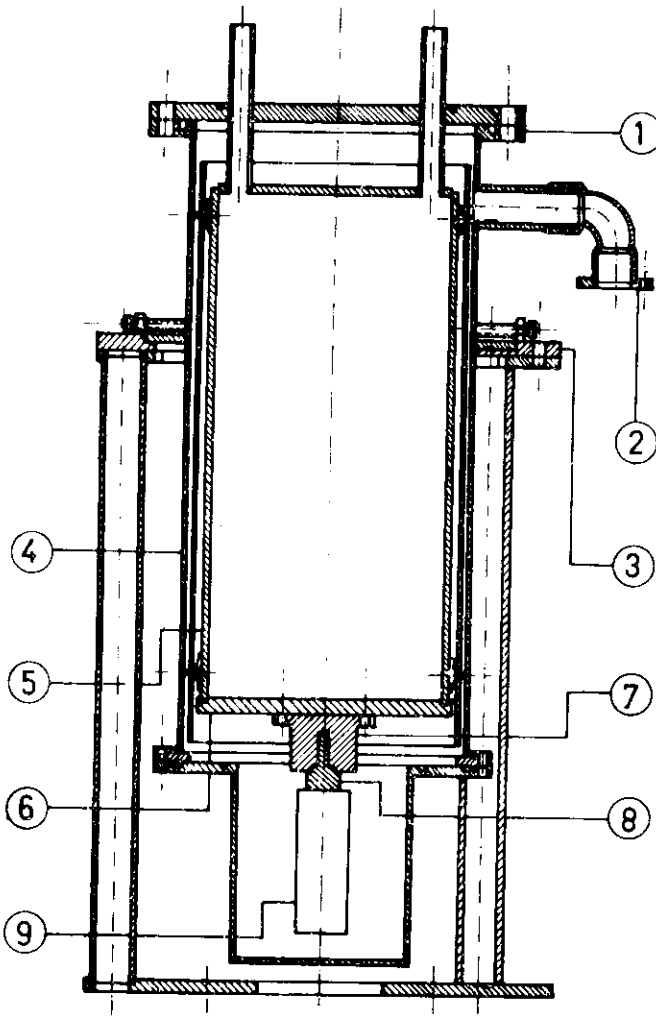
rupa kristal tunggal, dipakai suatu goniometer yang dipasang di bawah Dewar. Keuntungan system ini ialah dapat dipakainya goniometer-head yang kecil dan sederhana, sedangkan kriostat tak berubah posisinya terhadap meja spektrometer. Orientasi dari cuplikan kristal tunggal ini, dilakukan dengan "remote control" dari luar, atau dengan membuka kriostat dari bawah. Inilah yang merupakan kelemahannya, karena sering menimbulkan kebocoran dalam ruang vakuum.

Abraham,<sup>(2)</sup> dapat menghindari kesukaran ini, dengan membuat suatu kriostat yang goniometernya ditaruh di luar, sehingga orientasi kristal dapat dilakukan dengan mudah. Seluruh kriostat bergerak di atas goniometer tersebut. Akan tetapi pembuatannya menjadi amat rumit.

Kriostat yang kami buat berdasarkan rancangan dari "Bhabha Atomic Research Centre", India,<sup>(3)</sup> beberapa perubahan terpaksa dilakukan, karena terbatasnya bahan-bahan dan kemampuan perbengkelan disini. Gambar 1, menunjukkan penampang bujur dari kriostat tersebut. Tinggi dan diameter dari kamar vakuumnya adalah 13 3/4 inci dan 9 inci. Dinding dari kamar vakuum tersebut terbuat dari stainless-steel, sedangkan wadah dari nitrogen cair terbuat dari tembaga dengan volume delapan liter. Cendela untuk menyinari cuplikan, terbuat dari alluminium setebal 1 mm, atas pertimbangan bahwa alluminium mempunyai koefisien absorpsi yang kecil untuk neutron. Akan tetapi dalam percobaan diffraksi, cendela alluminium ini, memberi juga pola diffraksi, sehingga sebelum cuplikan dipasang haruslah pola diffraksi dari kriostat yang kosong ditentukan terlebih dahulu. Kriostat dapat berdiri karena ditunjang oleh tiga buah kaki. Ketiga buah kaki itu dipasang sedemikian rupa sehingga tidak menghalang-halangi berkas neutron yang datang. Untuk memudahkan orientasi dari cuplikan kristal tunggal, maka seluruh kriostat dapat diputar-putar mengelilingi suatu sumbu yang berimpit dengan sumbu kriostat itu sendiri. Posisinya dapat dibaca pada skala yang tersedia. Setelah tepat orientasinya, maka seluruh kriostat tersebut disekrup pada meja spektrometer, dan ikut berputar dengannya. Perbandingan kecepatan perputaran meja spektrometer dan lengan spektrometer adalah tepat 1 : 2.

#### b. System Vakuum

Untuk mengurangi penguapan nitrogen cair, maka wadah nitrogen cair ini haruslah diisolir terhadap udara luar. Isolasi panas yang dipakai pada suatu kriostat lazimnya ialah dengan dinding vakuum. Karena tekanan dari kamar vakuum ini harus serendah mungkin, maka system vakuum yang dipergunakan biasanya terdiri dari suatu pompa difusi yang dipasang seca-



Gambar 1

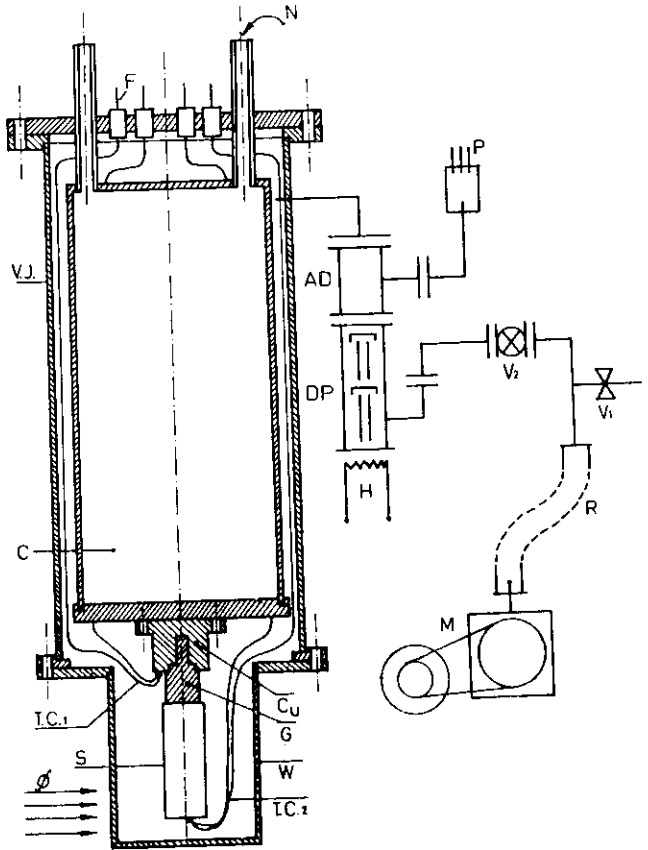
## Keterangan Gambar:

- |                        |                  |
|------------------------|------------------|
| 1. Pelat penutup atas  | 6. Pelat tembaga |
| 2. Kopling penghubung  | 7. Balok tembaga |
| 3. Penyangga           | 8. Goniometer    |
| 4. Anti radiasi        | 9. Cuplikan      |
| 5. Wadah nitrogen cair |                  |

Gambar 2

Keterangan gambar:

- M : Pompa mekanik
- R : Pipa karet penghubung
- V<sub>1</sub> : Keran untuk udara luar
- V<sub>2</sub> : Keran untuk pompa difusi
- DP : Pompa difusi
- H : Pemanas pompa difusi
- AD : Adaptor
- P : Penning gauge
- W : Jendela aluminium
- G : Goniometer
- S : Cuplikan
- I.C.<sub>1</sub> : Thermo kopel
- C : Kriostat
- Ø : Netron
- V.J. : Vakum jaket
- Cu : Blok tembaga
- F : Kabel-2 untuk thermo kopel
- N : Untuk mengisi nitrogen cair



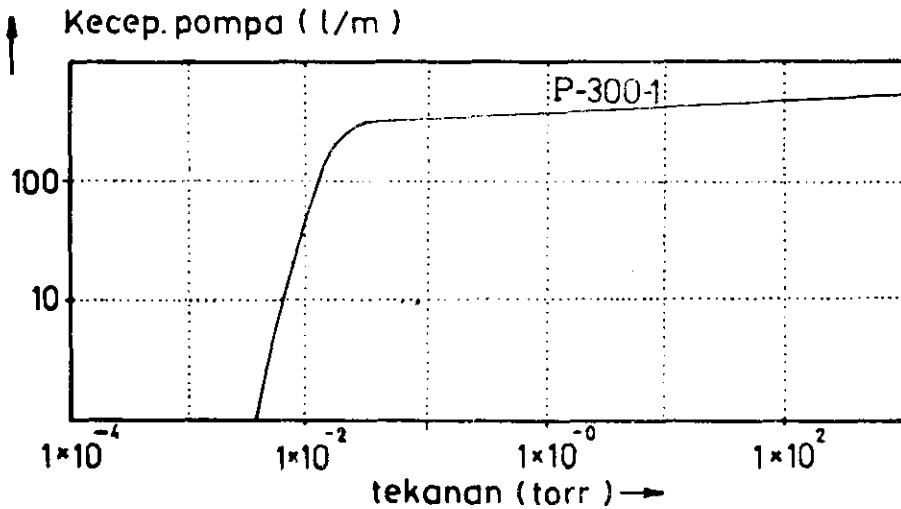
ra kaskade dengan pompa mekanik. Bagan dari system vakuum serta kriostat dapat dilihat dalam gambar 2.

### *Pompa Mekanik*

Mengingat volume yang harus dihisap cukup besar, yakni 30 liter, maka kapasitas dari pompa mekanik haruslah cukup besar. Karena itu maka dipilih pompa mekanik buatan Shimadzu, Jepang, dengan spesifikasi sebagai berikut:

Type	P-300-1
Kecepatan	300 liter/menit
Tekanan terendah yang dapat dicapai	$10^{-3}$ torr
Isi minyak	4 liter

Grafik antara kecepatan pompa sebagai fungsi dari tekanan dapat dilihat dalam gambar 3.



Gambar 3

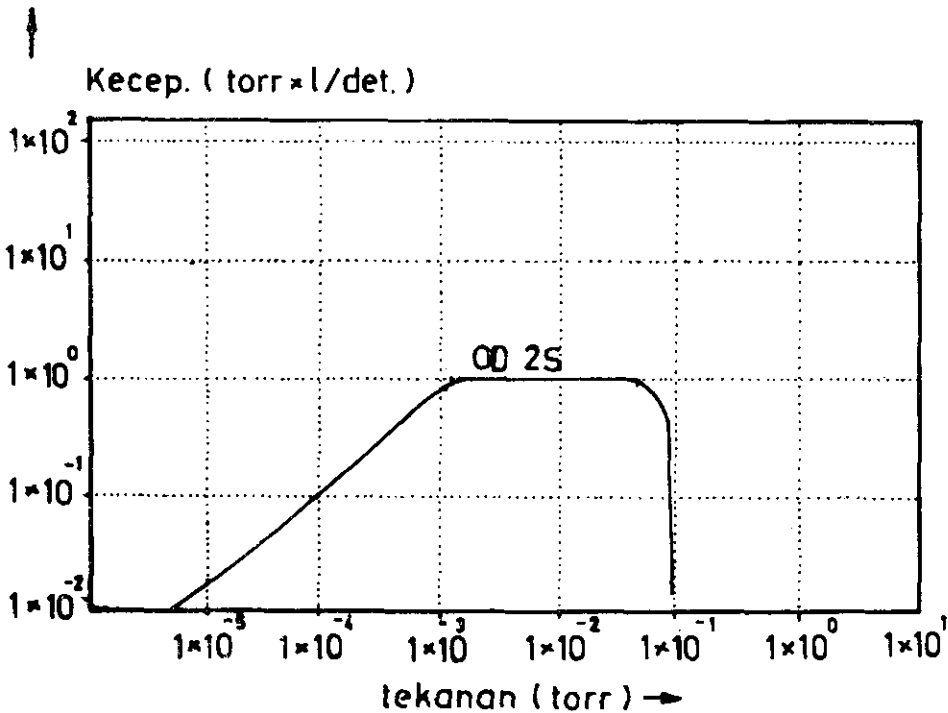
### *Pompa Diffusi*

Pemilihan dari pompa diffusi dibatasi oleh bentuk geometris dari kriostat. Pompa diffusi ini, harus dipasang sedekat mungkin dengan kriostat, tanpa pipa penyambung untuk

mencegah kebocoran-kebocoran. Oleh karena itu maka pompa difusi ini langsung dipasang melekat pada kriostat. Ukuran panjang dari pompa ini haruslah sedemikian rupa sehingga tidak menghalangi berkas neutron yang datang. Karena itu dipilih pompa difusi buatan Shimadzu, Jepang dengan spesifikasi sebagai berikut:

Type	OD-2S
Tekanan terendah yang mungkin tercapai	$10^{-6}$ torr
Kecepatan	70 liter/detik
Tekanan awal yang diperlukan	0,15 torr
Daya dari pemanas	350 watt
Pendinginan	Air

Grafik antara kecepatan pompa vs tekanan dapat dilihat dalam gambar 4.



Gambar 4

Pompa difusi dihubungkan dengan pompa mekanik dengan pipa karet sepanjang tiga meter dan diameter dalamnya satu inci. Ini dimaksudkan supaya kriostat beserta pompa difusinya

dapat berputar bebas mengikuti perputaran meja spektrometer, sedangkan pompa mekanik dapat diletakkan di atas lantai.

c. *Alat pengukur suhu cuplikan*

Pada percobaan-percobaan yang terdahulu, telah dipakai thermokopel tembaga-konstantan untuk mengukur suhu cuplikan. Akan tetapi hasil pengukuran harus dikoreksi karena keadaan ketika peneraan dilakukan, tidak sama dengan keadaan pada waktu pengukuran suhu cuplikan. Ini disebabkan karena pada waktu kriostat diisi, terjadilah lapisan es pada tutup atas kriostat dan kabel-kabel thermokopel. Dengan demikian suhu yang ditunjukkan oleh thermokopel harus dikoreksi dengan suhu kamar.

Untuk menghindari kesukaran ini, maka suhu cuplikan juga diukur dengan thermometer resistor karbon. Beberapa resistor karbon telah diselidiki,<sup>(4)</sup> diantaranya ada yang cukup baik untuk pengukuran suhu rendah. Resistor karbon buatan Girard-Hopkins, dapat dipakai dan relasi antara tahanan R dengan suhu T, memenuhi persamaan tiga-parameter dari Clement dan Quinell,<sup>(5)</sup> yakni,

$$\log R + K/\log R = A + B/T \quad (1)$$

dimana dalam percobaan ini konstanta-konstanta K, A dan B ditentukan dari tiga titik kalibrasi. Kami mendapat  $K = 2,712$ ;  $A = 3,291$  dan  $B = 2,627$ . Reprodusibilitas dari thermometer ini ialah 4 persen pada suhu  $103^\circ\text{K}$  dan sensitivitasnya adalah sedemikian rupa sehingga dengan ketelitian pengukuran tahanan 0,1 persen, dapat dibedakan suhu sebesar  $0,4^\circ\text{K}$  pada  $93^\circ\text{K}$ .

d. *Alat pengukur tinggi permukaan Nitrogen cair.*

Tinggi permukaan nitrogen cair tidak dapat dilihat dari luar, sehingga perlu dibuat suatu alat untuk mengukurnya.

Alat ini dibuat berdasarkan gagasan dari Thompson dan Cernolovec,<sup>(6)</sup> dengan sensor dua buah resistor karbon ( $\frac{1}{2}$  watt, 200 Ohm), yang dipasang pada lengan jembatan Wheatsone. Apabila salah sebuah sensor tersebut masuk ke dalam nitrogen cair, maka jembatan menjadi tidak setimbang dan galvanometer menunjukkan suatu simpangan. Akan tetapi, apabila kedua resistor tersebut masuk ke dalam nitrogen cair, maka jembatan menjadi setimbang kembali. Dengan cara ini, maka tinggi permukaan nit-



rogen cair dapat ditentukan. Grafik antara tinggi (h), sebagai fungsi dari waktu (t), dapat dilihat dalam gambar 6. Dari grafik ini, dapat dilihat bahwa penurunan nitrogen cair sebesar 5 cm, terjadi dalam waktu 42 menit, sehingga dapat dihitung kecepatan penguapan nitrogen cair, yakni 1,3 liter per jam.

### 3. PERHITUNGAN KEBOCORAN PANAS

Panas yang masuk ke dalam kriostat, pada umumnya melalui radiasi, konduksi gas, konduksi melalui pipa-pipa, dan sebab-sebab lain. Untuk mengetahui peranan masing-masing kebocoran panas tersebut, maka kami telah menghitungnya secara kasar.

Jumlah panas yang masuk ke dalam kriostat, dapat dituliskan sebagai,

$$Q_{\text{total}} = q_r + q_g + q_s + q_l \quad (2)$$

dimana  $Q_{\text{total}}$  adalah jumlah panas yang masuk ke dalam kriostat per satuan waktu, sedangkan  $q_r$ ,  $q_g$ ,  $q_s$  dan  $q_l$ , masing-masing adalah panas yang masuk per satuan waktu, melalui radiasi, konduksi gas, konduksi melalui zat padat dan sebab-sebab lain, yang belum diperhitungkan.

Adapun  $q_r$  dapat dihitung dari, (7)

$$q_r = \epsilon \sigma A_1 (T_2^4 - T_1^4) \quad (3)$$

dimana  $E$  adalah emitivitas efektif untuk kedua permukaan. Untuk permukaan berupa silinder koaksial,  $E$  dapat dihitung dari,

$$E = \frac{e_1 e_2}{e_2 + (A_1/A_2) (1-e_2) e_1} \quad (4)$$

sedangkan  $\sigma$  adalah konstanta Stefan-Boltzmann.

$A_1$  dan  $A_2$  masing-masing adalah luas permukaan dengan suhu  $T_1$  dan  $T_2$ . Dengan mengambil  $T_2 = 300^\circ\text{K}$  dan  $T_1 = 77^\circ\text{K}$ , dan harga-

harga  $e_1$  dan  $e_2$  didapat dalam tabel, (8) maka hasil perhitungan kasar adalah,

$$q_r = 0,69 \text{ Watt.}$$

Konduksi panas melalui gas dapat dihitung dari,

$$q_g = \left(\frac{\gamma+1}{\gamma-1}\right) (R/8\pi MT)^{\frac{1}{2}} A_1 \alpha P (T_2 - T_1) \quad (5)$$

dimana  $\gamma = C_p/C_v$ ;  $\alpha$  adalah koefisien akomodasi,  $P$ -tekanan gas,  $M$ -berat molekul gas,  $R$ -konstanta gas dan  $A_1$  dan  $A_2$  masing-masing adalah luas permukaan dalam dan luar.

Harga dari  $\left(\frac{\gamma+1}{\gamma-1}\right) (R/8\pi MT)^{\frac{1}{2}}$  dan  $\alpha$  masing-masing dapat dihitung dari tabel, (8).  
Dari perhitungan kasar kita mendapat,

$$q_g = 1,23 \text{ Watt.}$$

Penghantaran panas melalui pipa-pipa penghubung merupakan faktor yang terbesar, dan dapat dihitung dari,

$$q_s = \frac{k A_m (T_2 - T_1)}{l} \quad (6)$$

dimana  $k$  adalah konduktivitas panas rata-rata,  $A_m$  luas permukaan, dan  $l$  adalah panjang pipa.

Maka kita mendapat,

$$q_s = 66,7 \text{ Watt.}$$

Panas total yang masuk ke dalam kriostat, dapat ditentukan secara eksperimen, yaitu dari volume nitrogen cair yang menguap dalam waktu tertentu.

Ini menghasilkan  $Q = 90,8 \text{ Watt}$ . Dari kebocoran panas yang

telah ditentukan nyatalah bahwa kebocoran melalui pipa-pipa yang terbesar. Ini disebabkan kesalahan dalam pemilihan bahan pipa-pipa. Pemilihan ini juga berdasarkan kemampuan pengelasan dari bengkel disini.

Kebocoran panas dari sebab-sebab lain juga cukup tinggi, yakni 22,1 Watt atau 24,4 persen dari kebocoran total. Perbaikan kriostat untuk memperkecil kebocoran-kebocoran panas sedang diusahakan.

Untuk mengetahui berapa banyak nitrogen cair yang menguap, sebelum keseimbangan thermis tercapai, harus dihitung dulu kapasitas panas seluruh system. Maka "cool down losses" dapat dihitung yakni sebesar 2 liter.

#### 4. KARAKTERISTIK DARI SYSTEM KRIOSTAT

##### a. System Vakuum

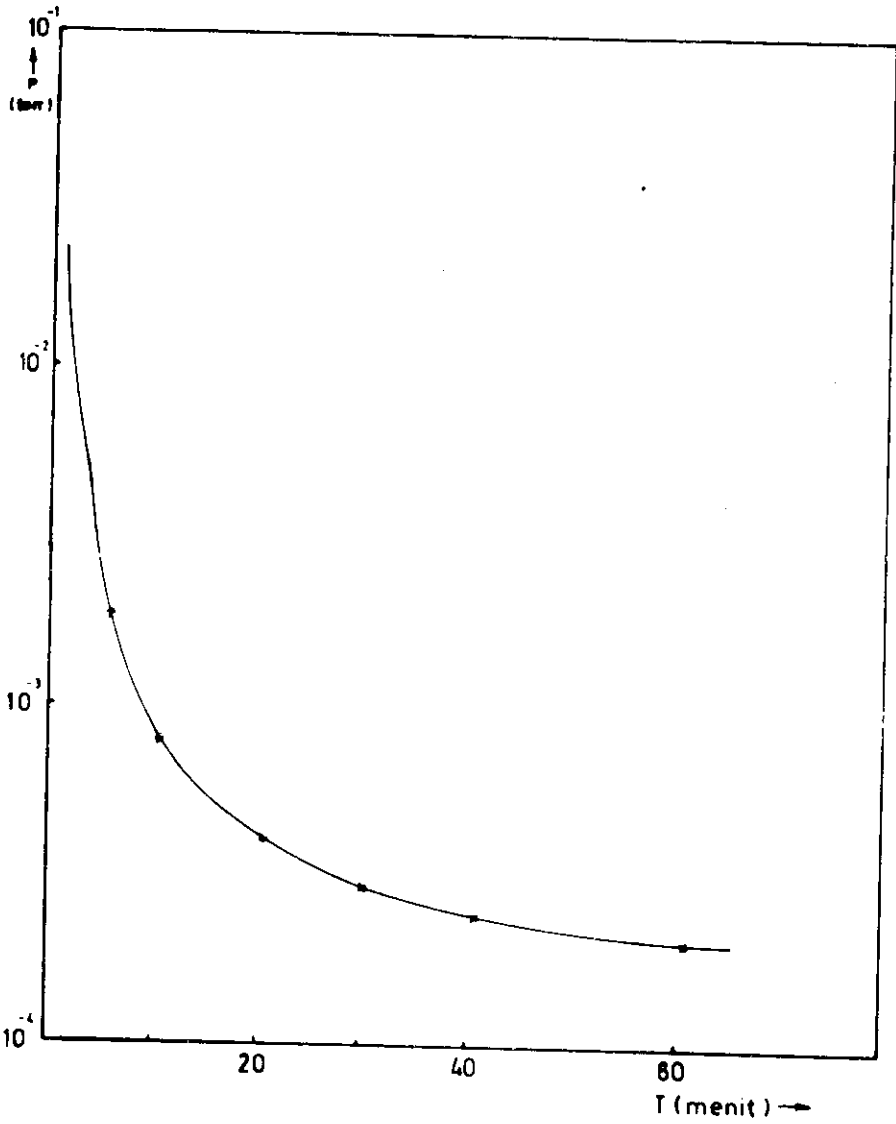
Gambar 5 menunjukkan grafik antara tekanan (p) dengan waktu (t). Dari grafik itu terlihatlah bahwa untuk mencapai tekanan terendah yakni,  $2 \times 10^{-4}$  torr. Diperlukan waktu lebih kurang 60 menit. Apabila tekanan terendah telah tercapai, maka barulah nitrogen cair dimasukkan. Tekanan ini dapat diperrendah lagi apabila dipakai perangkat nitrogen cair (liquid nitrogen trap).

##### b. Suhu cuplikan sebagai fungsi dari waktu

Dalam percobaan diffraksi neutron, biasanya dibutuhkan waktu beberapa jam untuk menentukan pola diffraksi. Selama itu, suhu cuplikan harus tetap.

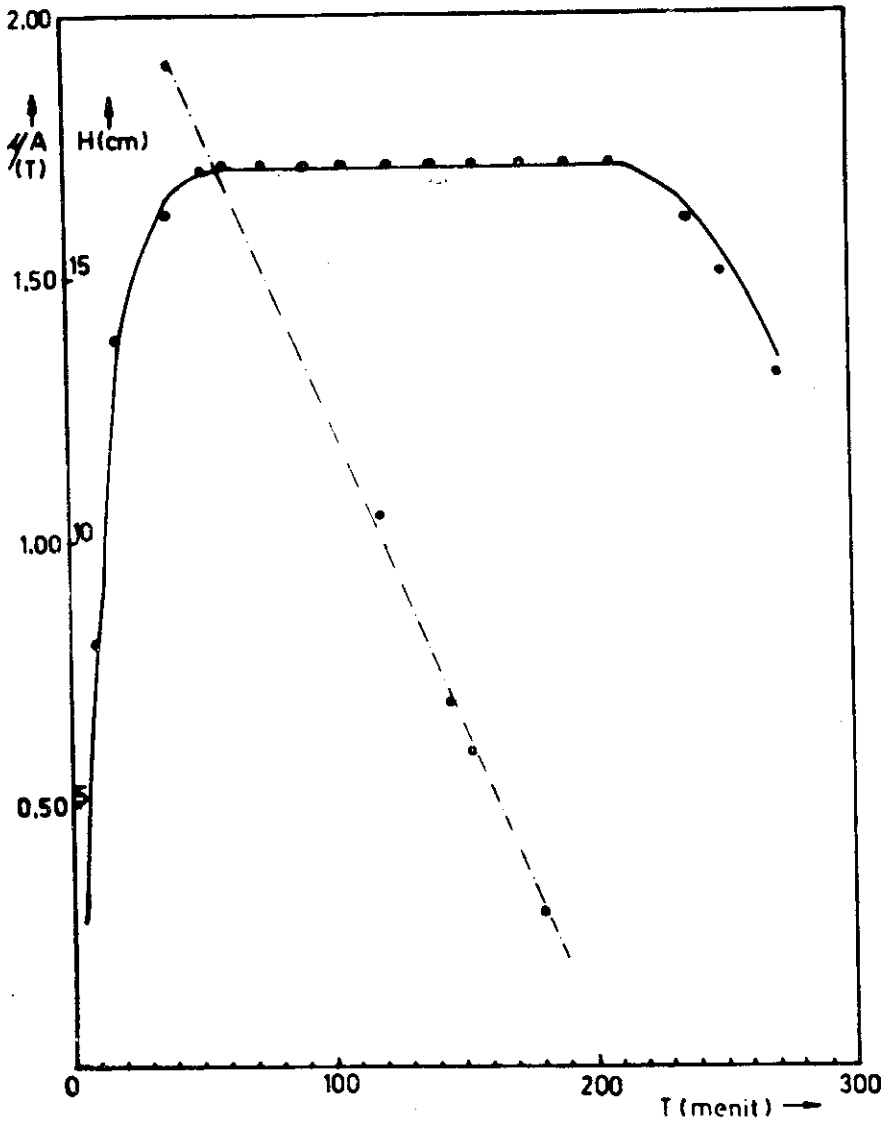
Untuk menguji kriostat, telah dilakukan pengukuran suhu cuplikan dan tinggi permukaan nitrogen cair, sebagai fungsi dari waktu.

Apabila kriostat diisi dengan nitrogen cair sebanyak tujuh liter, maka suhu cuplikan dapat dipertahankan selama 185 menit, seperti yang terlihat dalam gambar 6. Ini tidak cukup lama untuk menentukan pola diffraksi. Akan tetapi dengan mengisi tiga kali, sehingga mencapai limabelas liter, maka suhu cuplikan dapat dipertahankan selama sembilan jam, dan ini cukup lama untuk menentukan pola diffraksi. Dengan menentukan tinggi permukaan nitrogen cair selama percobaan dilakukan, maka kita dapat menentukan saat yang paling baik untuk mengisi lagi kriostat. Pernyataan saat yang paling baik untuk mengisi lagi ialah, apabila permukaan nitrogen cair telah mencapai 6 cm. Pengaruh dari pensisian ini, tidaklah besar, seperti dapat dilihat dalam gambar 7.



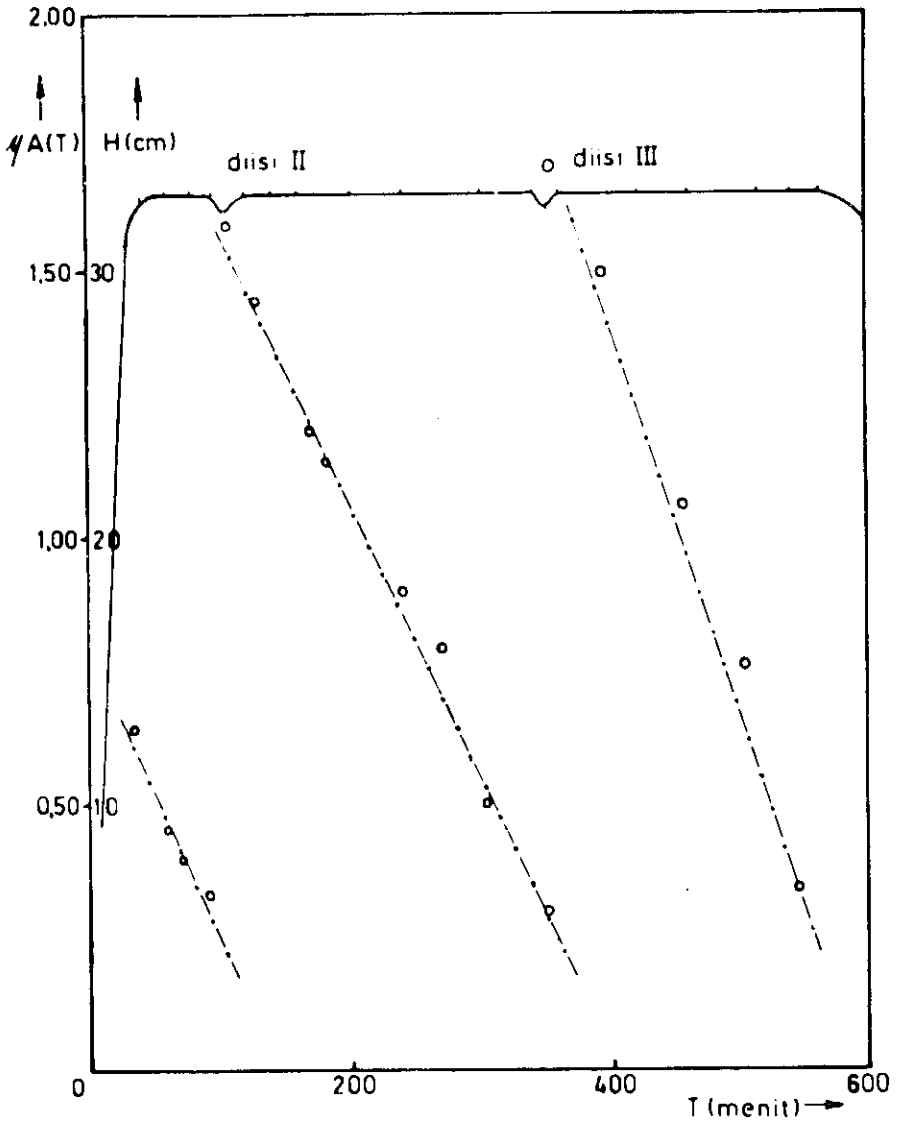
Gambar 5

Grafik antara tekanan terhadap waktu



Gambar 6

- Grafik suhu terhadap waktu
- - - Grafik tinggi cairan terhadap waktu



Gambar 7

- Grafik suhu terhadap waktu
- - - - Grafik tinggi cairan terhadap waktu

## 5. KESIMPULAN

Meskipun konsumsi nitrogen cair agak boros, kriostat yang telah dibuat ini, dapat dipakai untuk percobaan diffraksi neutron. Penghematan nitrogen cair dapat dilakukan dengan mengganti pipa-pipa penghubung dengan logam yang rendah konduktivitas panasnya. Tekanan dalam ruang vakuum dapat diturunkan dengan memasang perangkat, dan ini dapat membantu penghematan pemakaian nitrogen cair. Apabila alat ini hendak dipakai untuk jangka waktu yang lama, maka nitrogen cair dapat diisikan setiap empat jam, tanpa mengganggu keseimbangan thermis cuplikan.

### *Ucapan terima kasih*

Terima kasih kami ucapkan kepada Pusat Reaktor Atom Bandung, BATAN, yang telah membiayai proyek ini. Tak lupa kami berterima kasih kepada PINDAD, yang telah membantu kriostat dan LFN yang telah menyediakan fasilitas laboratorium.

### DAFTAR BACAAN

1. Bacon, G.N., 1962, Neutron Diffraction, 2<sup>nd</sup> ed., Oxford, p. 110.
2. Abraham S, S.G., 1960, Rev. Sci. Instrum., 31, 174.
3. Rancangan lengkap dari kriostat telah dipinjam dari Dr. P. R. Vijayaraghavan dari Bhabha Atomic Research Center, Bombay, India.
4. Marsongkohadi, Kreshna, A. dan Made Ngurah Agung, Proceedings ITB., Vol. 9, No. 1, 1974.
5. Clemen, J.R. and Quinell, E.H., 1952, Rev. Sci. Instrum., 23, 213.
6. Tomson C.W. and Cernolovek, L., 1969, Rev. Sci. Instrum., 40, 1963.
7. Vance, R.W., 1962, Applied Cryogenic Engineering, John Wiley & Sons Inc., N.Y.
8. Corruccini, R.J., 1957, Chem. Engr. Prog., 53, 262, 342 dan 397.

*(Diterima 22 Agustus 1974)*