

## PEMBUATAN SUMBER ION TIPE IONISASI TERMAL UNTUK SPEKTROMETER MASSA

Djoko S.P., Sutadji S., Suprpto, Sukidi  
Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta - Badan Tenaga Atom Nasional

### ABSTRAK

PEMBUATAN SUMBER ION TIPE IONISASI TERMAL UNTUK SPEKTROMETER MASSA. Sebagai salah satu komponen utama spektrometer massa, sumber ion mempunyai peranan yang sangat penting untuk menghasilkan ion-ion dari bahan cuplikan yang akan dianalisis dengan spektrometer massa. Sumber ion tipe ionisasi termal untuk spektrometer massa telah dibuat untuk analisis cuplikan padat jenis anorganik. Sumber ion yang telah dibuat dari bahan baja tahan karat (SS) terdiri dari ruang ionisasi berbentuk silinder dengan ukuran diameter dan tinggi masing-masing 25 mm, elektrode ekstraktor, lensa einzel dan celah keluaran sumber ion. Di dalam ruang ionisasi sumber ion terdapat 3 buah filamen yaitu sebuah filamen pemanas cuplikan terbuat dari bahan rhenium dan 2 buah filamen pemanas ruang ionisasi terbuat dari bahan tungsten. Hasil pengujian sumber ion menunjukkan bahwa untuk arus filamen pemanas cuplikan tidak lebih dari 2,9 A dan arus filamen pemanas ruang ionisasi tidak lebih dari 5,1 A sumber ion dapat menghasilkan arus berkas ion terfokus hingga  $0,6 \mu\text{A}$  pada kondisi tegangan ekstraktor 4 kV, tegangan lensa 4 kV dan tegangan pemercepat 5,6 kV.

### ABSTRACT

FABRICATION OF THERMAL IONIZATION SOURCE FOR MASS SPECTROMETER. As one of the main parts of a mass spectrometer, the ionization source has an important role to produce ions from the sample analysed by a mass spectrometer. A thermal ionization source has been fabricated for the analysis inorganic solid samples using a mass spectrometer. The source has a cylindrical ionization chamber, 25 mm in diameter and 25 mm in height, extracting electrode, einzel lens and ion source output slit. There are three heating filaments in the ionization chamber. The first one is a rhenium filament for sample heating and the others are tungsten filaments for ionization chamber heating. Experimental results showed that under operating conditions of 4 kV extracting voltage, 4 kV einzel lens voltage, 5.6 kV accelerating voltage, a current in the sample heating filament of less than 2.9 A and a current in the ionization chamber heating filament of less than 5.1 A, the ion source is capable of producing anion current of  $0.6 \mu\text{A}$ .

### PENDAHULUAN

Telah diketahui spektrometer massa sebagai alat analisis mempunyai keunggulan yaitu mampu mengukur massa dengan jangkauan nilai massa yang besar dan mempunyai kepekaan yang tinggi hingga orde ppb [1]. Spektrometer massa pada umumnya mempunyai sumber ion, analisator ion, kolektor ion dan sistem vakum sebagai komponen utamanya. Sumber ion sebagai salah satu bagian utama spektrometer massa mempunyai peranan yang sangat penting yaitu sebagai penghasil ion-ion dari cuplikan yang akan dianalisis. Sumber ion untuk spektrometer massa ada beberapa tipe. Pemilihan tipe sumber ion tersebut ditentukan oleh keadaan atau fase cuplikan yang akan dianalisis serta jenis informasi yang diperlukan dari hasil analisis tersebut [1]. Sumber ion tipe ionisasi termal merupakan salah satu tipe sumber ion

untuk cuplikan fase padat, terutama cuplikan jenis anorganik [2].

Ionisasi bahan cuplikan di dalam sumber ion tipe ionisasi termal terjadi secara termal, yaitu karena pemanasan cuplikan pada filamen yang dialiri arus listrik. Biasanya bahan cuplikan dilapiskan pada filamen secara *coating* atau secara injeksi. Jika cuplikan pada filamen tersebut dipanaskan, maka akan terjadi penguapan, di mana selain partikel (atom/molekul) netral, uap tersebut juga mengandung ion-ion dari bahan cuplikan, dengan kebolehjadian terbentuknya ion positif lebih besar dari pada ion negatif [1]. Besarnya kebolehjadian tersebut ditentukan oleh potensial ionisasi bahan cuplikan ( $E_i$ ) dan fungsi kerja bahan filamen ( $\phi$ ). Perbandingan jumlah ion positif ( $n^+$ ) terhadap jumlah partikel netral ( $n^0$ ) yang terjadi karena penguapan



dinyatakan oleh persamaan Langmuir-Saha sebagai berikut [2]:

$$\frac{n^+}{n^0} = \exp \left[ \frac{e (\phi - Ei)}{kT} \right] \quad (1)$$

$e$  = muatan elektron,  $k$  = tetapan Boltzmann dan  $T$  = suhu dalam Kelvin. Perbandingan jumlah ion positif terhadap jumlah partikel netral seperti pada persamaan di atas disebut juga sebagai efisiensi ionisasi. Untuk efisiensi ionisasi yang tinggi ( $n^+/n^0 > 1$ ), diperlukan filamen yang terbuat dari bahan yang mempunyai fungsi kerja lebih tinggi dari pada potensial ionisasi bahan cuplikan dan suhu dipertahankan serendah mungkin, dalam arti suhu tidak jauh di atas suhu penguapan bahan cuplikan. Disamping fungsi kerja yang tinggi bahan untuk filamen harus mempunyai titik lebur yang tinggi (tahan panas) dan diusahakan semurni mungkin. Beberapa bahan yang biasa dipergunakan sebagai filamen misalnya tantalum (4,19 eV; 2996 °C), tungsten (4,52 eV; 3380 °C), rhenium (5,12 eV; 3180 °C) dan lain-lain [1,3]. Sumber ion tipe ionisasi termal banyak digunakan untuk cuplikan padat jenis anorganik karena pada umumnya mempunyai potensial ionisasi rendah, yaitu antara 3 sampai 6 eV. Sebaliknya untuk cuplikan jenis organik sumber ion tipe ini tidak cocok, karena pada umumnya potensial ionisasinya cukup tinggi, yaitu antara 7 sampai 16 eV (2).

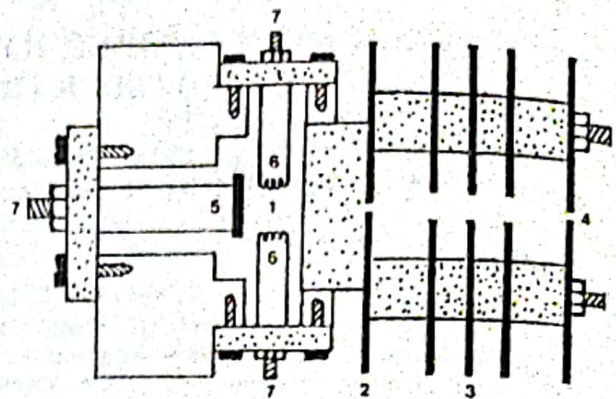
Dalam makalah ini dibahas tentang pembuatan sumber ion tipe ionisasi termal. Sumber ion ini akan digunakan pada spektrometer massa untuk analisis cuplikan padat anorganik. Metode yang dipakai pada penelitian pembuatan sumber ion ini adalah metode empiris, yaitu diawali dengan perancangan sumber ion, kemudian pembuatan bagian-bagian sumber ion, pengkonstruksian dan akhirnya pengujian untuk mendapatkan watak dari sumber ion yang telah dibuat. Penelitian pembuatan sumber ion ini merupakan salah satu kegiatan penelitian dari Proyek Penelitian Aplikasi Radiasi Ion Dalam Industri di PPNY-BATAN Yogyakarta.

## TATAKERJA

### Rancangan Sumber Ion.

Rancangan sumber ion tipe ionisasi termal yang telah dibuat dapat dilihat pada Gambar 1.

Sumber ion ini mempunyai ruang ionisasi berbentuk silinder yang terbuat dari bahan baja tahan karat (SS) dengan ukuran diameter dan tinggi masing-masing 25 mm. Di dalam ruang ionisasi terdapat sebuah filamen pemanas cu-



### Keterangan:

1 = Ruang ionisasi, 2 = Ekstraktor, 3 = Lensa einzel, 4 = Celah sumber ion, 5 = Filamen cuplikan, 6 = Filamen ruang ionisasi, 7 = Dudukan filamen

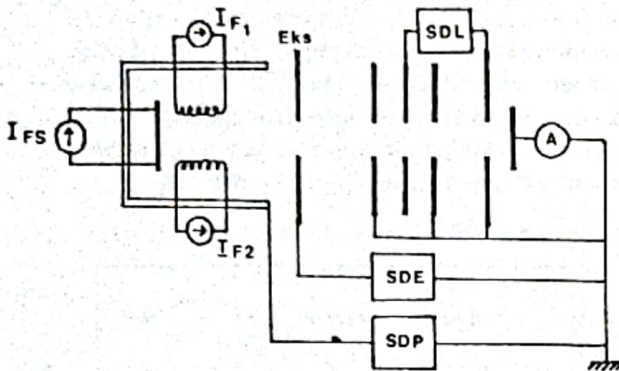
Gambar 1. Rancangan sumber ion tipe ionisasi termal

plikan berbentuk plat yang terbuat dari bahan rhenium dengan ukuran panjang 8 mm, lebar 1 mm, dan 2 buah filamen pemanas ruang ionisasi berbentuk spiral yang terbuat dari kawat tungsten dengan ukuran panjang spiral 10 mm terdiri dari 16 gulungan dengan diameter gulungan 1,5 mm, sedangkan diameter kawat tungsten 0,25 mm. Untuk mengeluarkan ion-ion yang terbentuk di dalam ruang ionisasi maka di belakang ruang ionisasi dipasang elektrode ekstraktor berbentuk keping berdiameter 55 mm yang mempunyai celah berdiameter 2 mm. Ion-ion yang telah dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion selanjutnya perlu dibentuk menjadi berkas ion yang terfokus pada celah sumber ion, sehingga diharapkan semua ion dapat melewati celah sumber ion dan masuk ke dalam sistem analisator spektrometer massa. Untuk memfokuskan berkas ion tersebut maka di antara elektrode ekstraktor dan celah sumber ion ditempatkan sistem lensa elektrostatis (lensa einzel) yang terdiri dari 3 buah keping berdiameter 55 mm dan diameter lubang keping 15 mm. Jarak antar keping lensa adalah 5 mm. Sedangkan jarak dari sistem lensa terhadap elektrode ekstraktor dan terhadap celah sumber ion masing-masing 10 mm. Untuk menghindari kontak antara bagian-bagian sumber ion tersebut satu terhadap yang lain, di mana masing-masing bagian sumber ion terbuat dari bahan baja tahan karat (SS), maka di antara bagian-bagian sumber ion tersebut dipasang isolator dari bahan alumina.



### Pengujian Sumber Ion

Sebelum sumber ion dapat digunakan pada spektrometer massa, maka harus diketahui dahulu watak sumber ion tersebut. Watak ini penting untuk menentukan kondisi operasi sumber ion. Oleh karena itu telah dilakukan pengujian terhadap sumber ion yang telah dibuat dengan skema pengujian seperti pada Gambar 2.



#### Keterangan:

SDL = sumber daya lensa, SDE = sumber daya ekstraktor, SDP = sumber daya pemercepat, IF = sumber arus filamen, Eks = elektrode ekstraktor

Gambar 2. Skema pengujian sumber ion tipe ionisasi termal

Selama pengujian sumber ion ditempatkan di dalam ruang vakum (vacuum chamber) dengan kevakuman yang dapat dicapai antara 6 sampai  $8 \times 10^{-6}$  torr. Cuplikan yang digunakan untuk pengujian sumber ion adalah cuplikan  $^{235}\text{U}$  diperkaya 1%. Parameter-parameter yang diuji untuk sumber ion tipe ionisasi termal meliputi arus filamen, tegangan ekstraktor, tegangan lensa dan tegangan pemercepat. Arus ion yang dihasilkan oleh sumber ion diukur dengan cara menempatkan sasaran (target) di belakang celah sumber ion dan diukur arusnya dengan meter arus searah.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Di dalam sumber ion tipe ionisasi termal peranan filamen di dalam ruang ionisasi sumber ion sangat penting. Sumber ion yang telah dibuat adalah tipe *triple filament* karena jumlah filamen di dalam ruang ionisasi sumber ion tersebut ada 3 buah, yaitu sebuah filamen untuk memanasi cuplikan dan 2 buah filamen lain untuk memanasi ruang ionisasi sumber ion. Dibandingkan dengan sumber ion tipe *single filament*, yaitu sumber ion tipe ionisasi termal yang hanya mempunyai sebuah filamen untuk

memanasi cuplikan saja, maka sumber ion tipe *triple filament* ini lebih menguntungkan, yaitu cuplikan lebih tahan lama (*longlife sample*). Pemanasan cuplikan tidak perlu pada suhu yang terlalu tinggi, asal sudah terjadi emisi termionik sudah cukup.

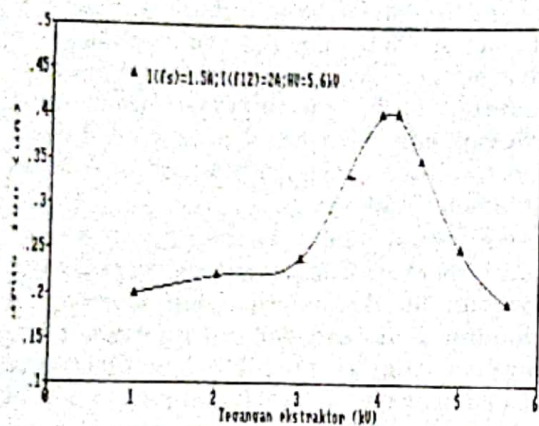
Seperti telah disebutkan di muka bahwa selain ion-ion pada emisi termionik juga teremisikan atom-atom netral. Dengan adanya pemanasan ruang ionisasi sumber ion oleh 2 buah filamen yang lain maka gerakan ion-ion dan atom-atom netral di dalam ruang ionisasi sumber ion menjadi lebih agresif sehingga kemungkinan terjadi tumbukan di antara mereka menjadi lebih besar. Akibat tumbukan tersebut atom-atom netral dapat terionisasi, sehingga menambah jumlah ion yang terbentuk di dalam ruang ionisasi sumber ion. Agar tumbukan yang terjadi semakin banyak, maka suhu kedua filamen tersebut harus lebih tinggi dari pada suhu filamen cuplikan. Ini berarti arus pada kedua filamen tersebut harus lebih besar dari arus pada filamen cuplikan.

Pengamatan secara langsung banyaknya ion yang terbentuk di dalam ruang ionisasi sumber ion sulit dilaksanakan. Oleh karena itu pengamatan dilakukan dengan mengukur banyaknya ion yang dapat dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion. Sebagai sumber ion positif untuk spektrometer massa maka agar ion positif dapat dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion dipergunakan elektrode ekstraktor yang mempunyai potensial lebih rendah terhadap potensial ruang ionisasi sumber ion. Untuk mengamati ion yang dapat dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion maka di belakang ekstraktor diletakkan sasaran yang terhubung dengan meter arus searah. Tegangan ekstraktor yang terpasang pada saat pengamatan arus filamen adalah 3 kV, sedangkan ruang ionisasi sumber ion pada 4 kV. Pada saat filamen cuplikan diberi arus 1,5 A dan filamen pemanas ruang ionisasi sumber ion belum diberi arus, pada sasaran tersebut terukur arus ion sebesar  $0,4 \mu\text{A}$ . Sedangkan pada saat kedua filamen pemanas ruang ionisasi diberi arus 2 A arus ion yang terukur mencapai  $0,6 \mu\text{A}$ . Jelas bahwa kedua filamen pemanas ruang ionisasi dapat menambah jumlah ion di dalam ruang ionisasi sumber ion. Dengan kata lain dapat menaikkan efisiensi ionisasi sumber ion. Bila arus filamen cuplikan dinaikkan, arus ion yang terukur juga bertambah. Tetapi pada suatu saat arus ion bahkan menurun, yaitu bila arus filamen cuplikan lebih besar dari 2,9 A. Hal serupa juga dialami oleh



arus filamen pemanas ruang ionisasi sumber ion. Bila arus pada kedua filamen tersebut lebih dari 5,1 A arus ion menurun. Oleh karena itu untuk pengujian parameter lain dari sumber ion yang telah dibuat arus pada ketiga filamen tidak melebihi kedua nilai batas arus tersebut.

Untuk mengetahui pengaruh tegangan ekstraktor terhadap jumlah ion yang dapat dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion, tegangan ekstraktor divariasikan mulai dari 0 kV. Arus filamen cuplikan dan filamen pemanas ruang ionisasi sumber ion masing-masing ditentukan 1,5 dan 2 A. Sementara itu lensa einzel belum berfungsi. Hasil pengamatan seperti disajikan pada Gambar 3.

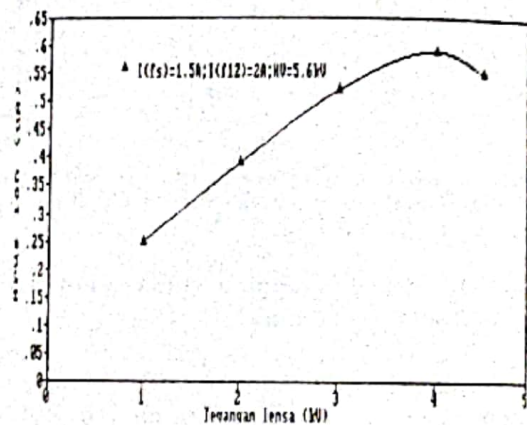


Gambar 3. Pengaruh tegangan ekstraktor terhadap arus ion

Bila tegangan ekstraktor dinaikkan maka arus ion juga bertambah besar. Hal ini dapat dipahami karena semakin banyak jumlah ion yang dapat dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion. Pada tegangan ekstraktor sekitar 4 kV, arus ion menjadi relatif konstan. Ini berarti terjadi kesetimbangan antara ion yang terbentuk dengan ion yang dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion. Tetapi bila tegangan ekstraktor mendekati 6 kV, arus ion menurun tajam, karena pada tegangan ekstraktor hampir 6 kV berarti antara ruang ionisasi dan elektrode ekstraktor hampir tidak terdapat perbedaan potensial yang cukup untuk mengeluarkan ion-ion dari ruang ionisasi sumber ion.

Pengujian selanjutnya adalah untuk mengetahui pengaruh sistem lensa einzel terhadap arus ion keluaran sumber ion. Untuk itu arus pada filamen tetap pada kondisi semula, yaitu 1,5 dan 2A. Sedangkan tegangan ekstraktor pada 4 kV, yaitu pada kondisi di mana arus ion relatif stabil. Seperti telah disebutkan di muka

bahwa lensa einzel berfungsi sebagai lensa positif yaitu untuk memfokuskan berkas ion yang telah dikeluarkan dari ruang ionisasi sumber ion sedemikian rupa sehingga berkas ion tersebut terfokus pada celah sumber ion. Jadi lensa einzel dalam hal ini harus berkelakuan sebagai lensa positif. Untuk itu lensa einzel harus diberi tegangan sedemikian rupa sehingga berkas ion positif yang melewati sistem lensa dapat terfokus pada celah sumber ion. Seberapa besar tegangan yang harus dipasang pada lensa tersebut, maka perlu dilakukan variasi tegangan lensa sedemikian rupa sehingga diperoleh berkas arus ion yang maksimum pada kondisi tegangan ekstraktor dan arus filamen tersebut di atas. Hasil pengamatan arus ion pada variasi tegangan lensa dapat terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh tegangan lensa einzel terhadap arus ion

Dari Gambar 4 terlihat bahwa pada tegangan lensa sekitar 4 kV diperoleh arus ion yang maksimum, yaitu sekitar 0,6 µA. Jadi pada kondisi seperti ini dapat dikatakan lensa einzel tersebut berkelakuan sebagai lensa positif.

Selama pengujian terhadap parameter-parameter sumber ion tersebut di atas tegangan pemercepat yang terpasang antara ruang ionisasi sumber ion dengan celah sumber ion maksimum pada 6 kV, karena apabila melebihi 6 kV akan terjadi lucutan (discharge) antara *feed-through* dengan bagian sumber ion. Oleh karena itu untuk mengetahui pengaruh tegangan pemercepat terhadap arus ion keluaran sumber ion cukup dengan menurunkan tegangan pemercepat secara perlahan-lahan dari 6 kV hingga 0. Dari pengamatan ternyata apabila tegangan pemercepat turun maka arus ion juga menjadi berkurang.



## **KESIMPULAN**

Sebagai akhir dari pembahasan dalam makalah ini dapat dikemukakan suatu kesimpulan bahwa sumber ion tipe ionisasi termal untuk spektrometer massa yang telah dibuat telah dapat dioperasikan, di mana kemampuan terhadap tegangan tinggi dengan konstruksi sumber ion seperti yang telah dibuat tidak lebih dari 6 kV. Pada kondisi operasi yang optimum sumber ion dapat menghasilkan arus ion sampai 0,6  $\mu$ A. Arus ion sebesar ini untuk analisis dengan

spektrometer massa sudah dapat dikatakan cukup.

## **UCAPAN TERIMA KASIH**

Pada kesempatan ini penulis sampaikan rasa terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada saudara Sumaryadi, Suhartono, Untung Margono dan Heri Sudarmanto atas segala jerih payah yang telah diberikan sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik.

## **DAFTAR PUSTAKA**

1. Roboz, J., Introduction to Mass Spectrometry, John Wiley and Sons, New York (1968).
2. Willard, H., et al, Instrumental Methods of Analysis, Sixth Edition, Wadsworth Publishing Company, California (1981).
3. Valyi, L., Atom and Ion Sources, John Wiley and Sons, Budapest (1977).