

Analisis Struktur Kristal Silika (SiO_2) dengan Metode *Sol Gel* sebagai Aplikasi TLD (*Thermoluminescence Dosimeter*)

Nurul Azmi^{1*}, Rini Safitri², Mursal², Amsir³, Zakia Masrurah³

¹ Program Studi Pendidikan Fisika, FKIP, Universitas Abulyatama

² Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Syiah Kuala

³ Program Studi Teknik Geofisika, FT, Universitas Syiah Kuala

Corresponding Author's e-mail : nurul.azmi_fisika@abulyatama.ac.id*

ARMADA
JURNAL PENELITIAN MULTIDISIPLIN

e-ISSN: 2964-2981

ARMADA : Jurnal Penelitian Multidisiplin

<https://ejournal.45mataram.ac.id/index.php/armada>

Vol. 2, No. 6 June 2024

Page: 361-366

DOI:

<https://doi.org/10.55681/armada.v2i6.1344>

Article History:

Received: May, 10 2024

Revised: June, 12 2024

Accepted: June, 17 2024

Abstract : Silica (SiO_2) has been synthesized by sol gel method as one of the TLD materials. This research aims to synthesize TLD material from SiO_2 and see the shape of the crystal structure, surface morphology, along with the optical properties of the material. The basic chemical composition used in this research is tetraethyl orthosilicate (TEOS) (4.5% mol), water (85.1% mol), hydrochloric acid (6.1% mol), ethylene glycol (4.3% mol). The result of the mixing was put into a disc-shaped mold that was 1 mm thick and 2 cm and 8 mm in diameter. The dried gel samples obtained were then sintered at 350°C, 500°C, and 830°C. Then the SiO_2 samples were characterized using XRD and SEM/EDS. The results showed that the structure of SiO_2 is still amorphous, but has a small crystal grain size of 3.03 nm. The surface morphology of SiO_2 looks homogeneously distributed. Based on the characteristics of the material can be concluded that, aluminum doped silica can be used as TLD.

Keywords : Crystal Size, Crystal Structure, SiO_2 , Sol Gel Method.

Abstrak : Telah dilakukan sintesa silika (SiO_2) dengan metode sol gel sebagai salah satu material TLD. Penelitian ini bertujuan mensintesa material TLD dari bahan SiO_2 dan melihat bentuk struktur kristal, morfologi permukaan, beserta dari sifat optik material tersebut. Komposisi dasar kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah tetraethyl orthosilicate (TEOS) (4.5% mol), air (85.1% mol), hydrochloric acid (6.1% mol), etilen glikol (4.3% mol). Hasil dari pencampuran dimasukkan ke dalam cetakan berbentuk cakram yang tebalnya 1 mm dan diameter 2 cm dan 8 mm. Sampel gel kering yang diperoleh selanjutnya di sintering pada suhu 350°C, 500°C, dan 830°C. Kemudian sampel SiO_2 dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM/EDS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa struktur SiO_2 yang masih berbentuk amorf, namun memiliki ukuran butir kristal yang kecil sebesar 3,03 nm. Morfologi permukaan dari SiO_2 terlihat terdistribusi secara homogen. Berdasarkan karakteristik dari bahan tersebut dapat disimpulkan bahwa, silika doping aluminium dapat digunakan sebagai TLD.

Kata Kunci : Metode Sol Gel, SiO_2 , Struktur Kristal, Ukuran Kristal.

PENDAHULUAN

Seiring dengan berkembangnya radiasi pengion dalam berbagai bidang, maka sangat perlu adanya sebuah detektor untuk mendeteksi radiasi salah satu yang digunakan adalah Thermoluminescence Dosimeter (TLD). TLD salah satu alat pendeteksi radiasi yang digunakan perorangan dan sangat responsif terhadap radiasi. Untuk meningkatkan penggunaan TLD makanya dibutuhkan material-material yang dapat merespon atau tingkat kepekaannya terhadap radiasi. Telah banyak peneliti menemukan material yang dapat digunakan sebagai TLD untuk dimanfaatkan sebagai alat ukur dosis. Jenis-jenis material yang telah digunakan adalah lithium fluoride (LiF), lithium borate ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), beryllium oxide (BeO), aluminum oxide (Al_2O_3), calcium sulphate (CaSO_4), calcium fluoride (CaF_2) dan bahan-bahan lain yang termasuk bahan fosfor : NaCl (Akhadi, 2000).

Material TLD yang beredar di pasaran saat ini masih tergolong mahal, hal ini disebabkan karena bahan yang digunakan untuk membuat TLD sangatlah mahal dan proses yang digunakan sangat modern dan membutuhkan waktu yang lama. Material TLD yang sering digunakan saat ini dapat merespon radiasi dengan baik, namun memiliki kekurangan yaitu membutuhkan penyimpanan yang stabil, memiliki efek fading yaitu berkurangnya respon TL pada saat pembacaan, sensitif terhadap cahaya, dan membutuhkan proses annealing yang cukup lama untuk membuat material TLD stabil tanpa radiasi (Sani, et.al, 2014).

Dalam penelitian ini akan digunakan Dalam penelitian ini akan dilakukan, silika dipilih sebagai bahan alternatif. Silika merupakan suatu bahan dasar serat optik, dimana perkembangan teknologi material saat ini mengarah pada pengujian bahan serat optik yang dapat dimanfaatkan sebagai TL. Seperti penelitian sebelumnya oleh David (2004) suatu material yang berbahan dasar serat optik dapat merespons cahaya dan setelah diuji mampu menyerap radiasi. Silika memiliki kemampuan yang cukup baik dalam merespon radiasi dan tidak membutuhkan waktu yang lama pada proses annealing untuk menstabilkan TLD (Yusoff, et.al., 2005).

Material TLD dari bahan silika umumnya masih dalam bentuk serbuk. Namun dalam penelitian ini peneliti silika metode sol gel dan merancang dalam bentuk cakram. Metode sol gel dipilih karena metode ini memiliki beberapa keunggulan, yaitu proses berlangsung pada temperatur rendah (27°C), prosesnya relatif lebih mudah, bisa diaplikasikan dalam segala kondisi, menghasilkan produk yang tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi jika parameternya divariasikan. Parameter yang akan diukur dan diamati dalam penelitian ini adalah parameter yang berhubungan dengan proses pembuatan silika dengan teknik pengujian atomik penyusunan silika dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD), beserta pengujian morfologi permukaan dari sampel silika doping aluminium dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM). Pengujian ini perlu dilakukan mengingat saat ini proses pembuatan silika doping aluminium untuk TLD masih dalam tahap penelitian dan terus berkembang dalam berbagai metode.

METODE PENELITIAN

Komposisi dasar kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah tetraethyl orthosilicate (TEOS) (4.5% mol), air (85.1% mol), hydrochloric acid (6.1% mol), etilen glikol (4.3% mol). Dalam penelitian ini yang menjadi precursor adalah tetraethyl orthosilicate (TEOS) dan yang menjadi pelarut adalah air, etilen glikol dan hydrochloric acid. Pada proses awal pembuatan larutan, dilakukan pencampuran larutan TEOS dengan hydrochloric acid selama 15 menit. Kemudian setelah larutan terlarut dengan merata dilakukan penambahan air + etilen glikol dan yang terakhir tetraethyl orthosilicate. Larutan tersebut diaduk menggunakan magnetic stirer selama 80 menit sampai larutan berubah menjadi sol, kemudian dimasukkan kedalam cetakan yang telah disediakan. Pencampuran Ethylene glycol dapat mengurangi kemungkinan terjadinya retakan yang disebabkan oleh tekanan kapiler. Penambahan bahan pelarut seperti etanol yang umum juga akan mengurangi kemungkinan pecahnya sampel selama proses pengeringan.

Larutan yang telah dicampur didiamkan pada suhu 27°C selama 24 jam larutan berubah menjadi gel, larutan didiamkan kembali pada suhu 27°C selama 24 jam. Kemudian dilakukan pemanasan dengan suhu 45°C selama 72 jam, sampel terlihat mulai sedikit menyusut dan

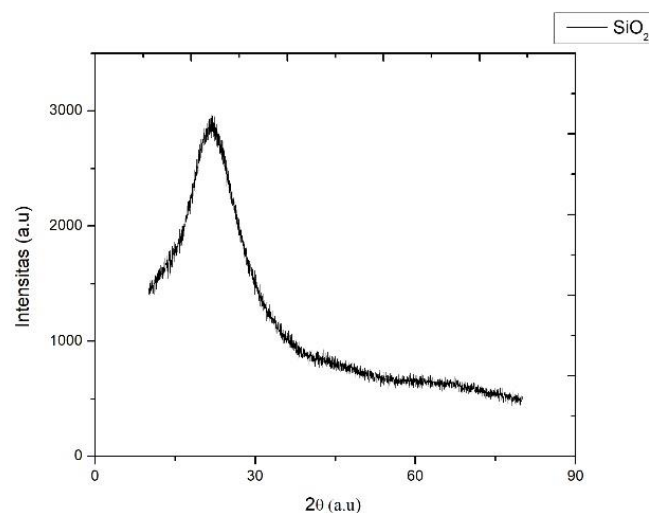
meretak. Kemudian dinaikkan suhu menjadi 65°C selama 24 jam, sampel terlihat masih dalam bentuk gel dan retak. Selanjutnya dilakukan proses pengeringan dari sampel yang dihasilkan pada suhu 80°C selama 48 jam, sampel terlihat semakin banyak retak dan menyusut. Kemudian dilakukan pemanasan kembali dengan suhu 110°C selama 24 jam, sampel yang dihasilkan kering dan sedikit kecoklatan.

Setelah diperoleh sampel gel kering maka disinter dengan laju 3°/menit dengan waktu tahan 15 menit pada suhu 350°C, 500 sampai 830°C untuk sampel SiO₂. Sintering ini dilakukan agar senyawa organik yang ada pada gel dapat hilang, baik diudara ataupun di vakum agar dapat dihasilkan sampel kaca padat. Dalam beberapa kasus sampel di panaskan pada temperatur yang tinggi agar lebih mengendurkan strukturnya dan juga untuk mengusir kotoran yang tidak diinginkan dan bertahan pada proses sintering pada suhu rendah.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan pengamatan gambar dan data hasil X-Ray diffraction (XRD) dilakukan analisis identifikasi fasa dengan memperhatikan sudut 2θ , faktor jarak kisi (d), intensitas (I/I_0), fasa dan struktur kristal. Identifikasi ini dilakukan dengan mencocokkan menggunakan data base PDF-ICDD. Proses pencocokan dilakukan dengan pendekatan sudut 2θ . Hasil pencocokan menunjukkan bahwa puncak-puncak yang didapatkan dari XRD sesuai dengan puncak-puncak SiO₂.

E Dari data hasil XRD yang diperoleh dalam penelitian ini, seperti yang ditunjukkan pada lampiran dua, terlihat secara spesifik hasil perhitungan dhkl untuk puncak-puncak yang diperoleh dan perbandingannya dengan dhkl yang diidentifikasi berdasarkan data base PDF (Powder Diffraction File)-ICDD (International Center for Diffraction Data). Dari tabel tersebut terlihat munculnya sudut-sudut SiO₂ yang diperoleh dari identifikasi nilai dhkl. Bidang-bidang yang diperoleh dari hasil penelitian dicocokkan dengan database PDF-ICDD. Berdasarkan data yang didapatkan puncak yang dihasilkan sesuai dengan SiO₂.



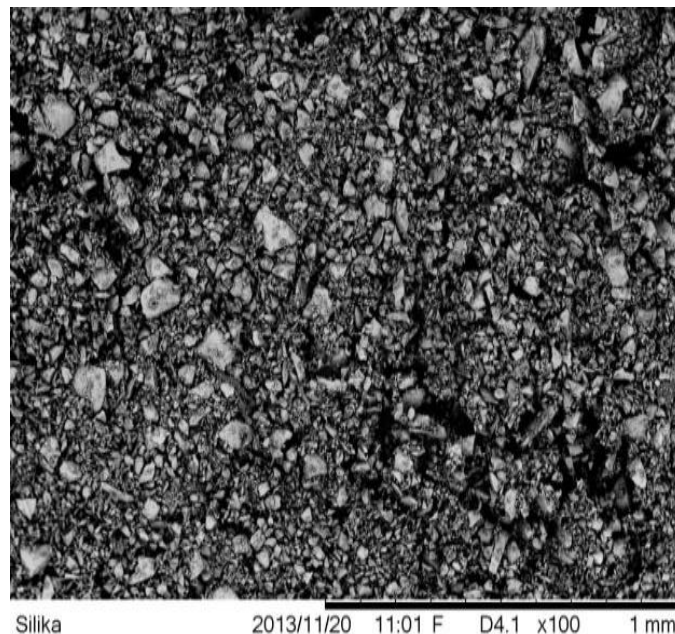
Gambar 1. Grafik XRD dari sampel SiO₂.

Dari hasil pencocokan menunjukkan perbandingan nilai sudut 2θ dari hasil pengukuran setiap sampel dengan nilai sudut 2θ dari kartu PDF-ICDD. Nilai sudut 2θ ini bersifat sangat karakteristik untuk setiap material yang diukur, dan kesesuaian nilai sudut 2θ hasil pengukuran dengan nilai sudut 2θ standar ICDD menunjukkan bahwa sampel yang diuji mempunyai struktur Kristal yang sama dengan yang dinyatakan dalam standar ICDD. Sudut SiO₂ hanya muncul pada sudut (2θ) 21,86; 23,42; dan 27,46 dengan hkl nya 100, 511, dan 442. pada Gambar 1. Pada setiap daerah sampel SiO₂ telah menunjukkan struktur kristal. Perbedaan intensitas puncak difraksi menyebabkan derajat kekristalan atau ukuran butir kristal sampel berbeda. Pada sampel

SiO₂ yang terlihat intensitas tertinggi terletak pada sudut 21,860 dengan dhkl = 4,0628 dan hkl = 100. Menurut Yusoff (2005), jarak antar bidang dari bahan silika adalah $d = 4,07\text{\AA}$, dengan demikian bahan silika sesuai dengan bentuk kristalbolit SiO₂.

Intensitas puncak yang dihasilkan dari pola difraksi dipengaruhi dari temperatur yang diberikan semakin tinggi temperatur yang diberikan maka intensitas puncak yang akan dihasilkan akan semakin tinggi. Namun dalam penelitian ini temperatur pemanasan yang diberikan konstan atau sama, Tinggi intensitas puncak dipengaruhi oleh banyaknya bidang-bidang pemantul pada susunan atom SiO₂. semakin banyak bidang-bidang pemantul, interferensi dari gelombang terdifraksi akan saling menguatkan yang menyebabkan semakin tinggi pula intensitasnya. Dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Yusoff (2005) hasil XRD dari bahan SiO₂ menunjukkan amorf. Namun bahan SiO₂ ini memiliki kemampuan dalam merespon radiasi dengan baik. Hal ini menunjukkan kesesuaian dengan sampel SiO₂ yang telah diperoleh sehingga berpotensi digunakan sebagai material TLD.

Berdasarkan hasil pola difraksi sampel SiO₂ terlihat bahwa puncak difraksi memiliki pelebaran besar pelebaran puncak ini dapat diketahui melalui nilai FWHM. Hal ini dapat digunakan untuk memprediksi ukuran partikel kristal yang terbentuk. Semakin lebar puncak difraksi maka akan menunjukkan nilai FWHM yang semakin besar sehingga partikel (kristal) yang terbentuk berukuran kecil. Sebaliknya semakin sempit puncak difraksi yang dihasilkan maka nilai FWHM yang diperoleh semakin kecil dan ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar. Dari hasil pencocokan sampel diperoleh nilai FWHM untuk sampel SiO₂ adalah 2.8134 pada sudut $2\theta^0$ yaitu 18.46 dengan ukuran butir 3.03 nm.



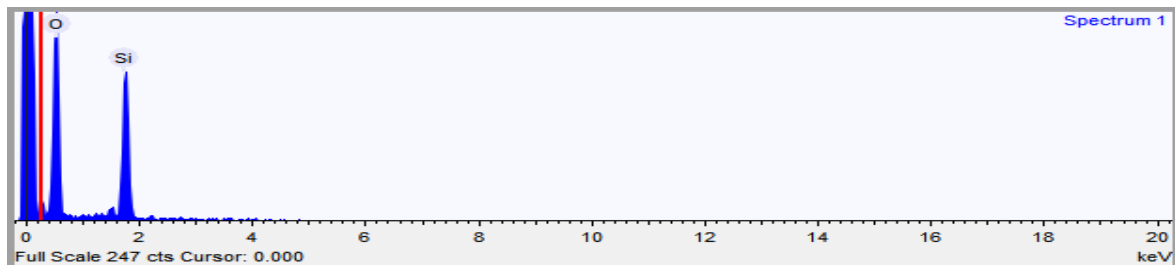
Gambar 2. Hasil SEM dari SiO₂ dari 100x pembesaran

Ukuran kristal sangat mempengaruhi material TLD, semakin besar ukuran Kristal maka intensitas TL semakin meningkat. Semakin kecil ukuran Kristal maka akan semakin kecil pula intensitas TL yang direspon dari material tersebut. Hal ini juga akan berpengaruh pada proses pembentukan perangkat elektron, hole dan pusat luminesensi yang terdapat pada material yang disinari dengan radiasi (Carvalho, 2010). Dari penelitian ini menunjukkan bahwa material SiO₂ berpotensi sebagai material TLD karena memiliki ukuran Kristal yang besar.

Berdasarkan analisa dari uji SEM terlihat dari Gambar 2. menunjukkan struktur morfologi pada setiap sampel SiO₂ terlihat susunan partikel terdistribusi secara homogen. Sampel SiO₂ yang diuji berbentuk serbuk terlihat permukaan yang rata dan tidak terlihat keretakan pada setiap sampel. Kehomogenan suatu bahan sangat mempengaruhi pada respon TL, semakin

homogen suatu bahan maka bahan tersebut dapat merespon TL dengan baik (Karczmarska, 2012). Sehingga bahan SiO₂ yang dihasilkan berpotensi sebagai material TLD. Berdasarkan analisa dari uji SEM terlihat dari Gambar 2. menunjukkan struktur morfologi pada setiap sampel SiO₂ terlihat susunan partikel terdistribusi secara homogen. Sampel SiO₂ yang diuji berbentuk serbuk terlihat permukaan yang rata dan tidak terlihat keretakan pada setiap sampel. Kehomogenan suatu bahan sangat mempengaruhi pada respon TL, semakin homogen suatu bahan maka bahan tersebut dapat merespon TL dengan baik (Karczmarska, 2012). Sehingga bahan SiO₂ yang dihasilkan berpotensi sebagai material TLD.

Berdasarkan dengan perbesaran yang sama (100 kali) ukuran serbuk dari hasil foto SEM sulit ditentukan, hal ini disebabkan oleh partikel serbuk SiO₂ dalam penelitian ini sangat kecil. Gambar 2 foto SEM menunjukkan distribusi ukuran partikel dari SiO₂ yang sama dengan ukuran Kristal hasil XRD dengan ukuran yang kecil. Dari struktur morfologi permukaan SiO₂, maka dapat diperoleh % atomik yang terdapat pada setiap sampel dengan menggunakan alat *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) seperti pada Gambar 3. Dari analisa EDS ternyata unsur yang terkandung pada setiap sampel adalah Si dan O, jumlah kandungan Si adalah 37.364 % atomik sedangkan jumlah O adalah 62.636 % atomik. Berdasarkan hasil EDS komposisi dari O masih lebih dominan dari pada Si.



Gambar 3. Hasil EDS pada sampel SiO₂

KESIMPULAN

Hasil penelitian sintesa SiO₂ memiliki struktur kristal yang berbentuk amorf dengan puncak intensitas tertinggi pada 100 dan 422. Intensitas yang berbeda dari bahan SiO₂ mulai menunjukkan kekristalisasi, hal ini dipengaruhi dari proses annealing dengan suhu yang tinggi. Perbedaan intensitas puncak difraksi juga menyebabkan derajat kekristalan atau ukuran butir kristal sampel berbeda di tunjukan dengan nilai ukuran butir kristal yang rendah sebesar 3,03 nm. Berdasarkan hasil SEM morfologi permukaan dari SiO₂ terdistribusi secara homogen, kehomogenan sangat mempengaruhi dalam respon radiasi. Berdasarkan hasil yang diperoleh SiO₂ sangat cocok digunakan sebagai salah satu material TLD.

Saran untuk penelitian kedepan dapat menggunakan beberapa metode sintesa yang berbeda dan mendoping bahan SiO₂ dengan material pendoping yang lainnya agar bentuk kristalnya lebih terlihat. Juga dapat dicoba dengan memvariasikan proses sintering dan annealing pada material yang telah didoping maupun tidak didoping.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah memberi dukungan baik moril maupun materil terhadap pelaksanaan kegiatan ini. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada para pembaca dan juga teman-teman yang sudah mendukung penulis dalam menyelesaikan proses penulisan ini. Penulis juga mengucapkan terimakasih Laboratorium Material FMIPA USK, Laboratorium FT Mesin USK yang telah menguji sampel penelitian dan rekan-rekan pengolahan data. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada seluruh kenalan dan sahabat yang sudah memberikan arahan dan perbaikan terhadap naskah tulisan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhadi, Mukhlis. 2000. Dasar-dasar Proteksi Radiasi. Rineka Cipta: Jakarta.
 Akhadi, M. 1997. Pengantar Teknologi Nuklir, Rineka Cipta, Jakarta.

- Akhadi, M dan Thamrin MT. 1998. Fenomena Termoluminesensi Dan Pemanfaatannya Dalam Dosimetri. Pusat Buletin ALARA 2 (2). Desember:19 – 25.
- Beiser, Arthur. 1992. Konsep Fisika Modern. Erlangga: Jakarta.
- Boel, Trealia. 2009. Dental Radiografi Prinsip dan Teknik. USU Pres: Medan.
- Callister. 1940. Material Science and Engineering. Third Edition John Willey and Sons, Inc.
- Carvalho, et.al., 2010. Effect of Partikel Size in the TL Respons of Natural Quartz sensitized by High Dose of Gamma Radiation and Heat-Treatments. Material Research, version ISSN. Vol.13 no.2. Sao Carios.
- Helfi Y dan Akhadi M. 2004. Faktor-faktor Koreksi dalam Evaluasi Dosis Perorangan dengan Dosimeter Thermoluminesensi. Buletin Alara: Jakarta. Vol. 5. No. 2 & 3. 69-78.
- Widodo, Slamet, 2010. Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas. Seminar Rekayasa Kimia. ISSN : 1411-4216.
- Wolbarst, Anthony Brinton. 1993. Physics of Radiology. Prentice Hall: London.
- Yazici, et.al., 2001. The Investigation of the Thermoluminescence Emission Bands of LiF:Mg, Ti (TLD-100) by a simple Developed Modal. Turk J Phys. 333-343.TUBITAK.
- Yusoff, A.L., Hugtenburg, R.P. and Bradley, D.A. 2005. Review of development of silica-based thermoluminescence dosimeter. Radiation Physics Chemistry, 74, 459 – 481.
- Turner, F.M. 1956. The Condensed Chemical Dictionary, ed.5. Reinhold Publishing Corporation: New York.
- Zawrah, M. F., El-Kheshen, A. A., Abd-El-All, H. 2009. Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles, Journal of Ovonic Reasearch, vol.5, No.5, pp.129-133.