

POLIMERISASI 3,5-DI-TERT.-BUTIL-4-HIDROKSIBENZILAKRILAT DENGAN DEKALIN SECARA INSITU DALAM TABUNG SAMPEL SPEKTROMETER NMR ¹³C

NENG SRI SUHARTY

Jurusan Kimia – FMIPA, Universitas Sebelas Maret

ABSTRAK

Reaksi polimerisasi 3,5-di-tert.-butil-4-hidroksibenzil akrilat (DBBA) dengan dekalin dilakukan dalam tabung sampel mesin NMR adalah suatu model reaksi untuk mengamati langsung perubahan atom karbon dari gugus reaktif selama proses reaksi terjadi tanpa penambahan senyawa lain pada pengukuran tersebut. Proses polimerisasi insitu DBBA dengan dekalin dilakukan secara reaktif dengan dibantu inisiator Trigonox 101 dan sedikit dekalin terdeuterasi pada suhu 373°K selama 25 jam. Spektrum NMR ¹³C senyawa dekalin pada suhu panas akan mengakibatkan terjadinya pemecahan dua puncak serapan gugus metilen menjadi empat puncak serapan dikarenakan terjadinya rotasi bolak balik dari kedua cincin dekalin pada suhu tinggi. Hasil polimer DBBA-dekalin secara insitu setelah pemanasan 25 jam yang direkam spektrumnya pada suhu 373°K menampilkan perubahan atom karbon tertier gugus metin (trans) dari dekalin menjadi karbon kuarternar, dan karbon tertier ikatan rangkap dari gugus vinil DBBA berubah menjadi karbon tertier dan karbon sekunder ikatan tunggal. Spektrum tersebut menampilkan pola spektrum yang sama dengan spektrum NMR ¹³C polimerisasi DBBA-dekalin yang diproses reaktif dalam labu reaksi.

Kata kunci: insitu, *grafting*, proses reaktif

1. PENDAHULUAN

Sudah sejak lama senyawa turunan hindered fenol dikenal sebagai suatu stabiliser panas yang baik. Senyawa 3,5-di-tert.-butil-4-hidroksibenzil akrilat (DBBA) adalah suatu antioksidan yang strukturnya berdasarkan pada hindered fenol yang mempunyai gugus reaktif vinil. Keberadaan gugus reaktif tersebut dengan dibantu inisiator radikal bebas membuat senyawa DBBA dapat berpolimerisasi dengan monomer lain, yang dikenal sebagai proses reaktif. (Suharty, 1993 dan Pujaatmaka, 1982).

Reaksi polimerisasi DBBA secara insitu dalam tabung sampel spektrometer NMR ¹³C adalah suatu model reaksi dengan tujuan untuk mempelajari mekanisme reaksi dari *grafting* DBBA pada polipropilen (DBBA-g-PP) yang diproses secara reaktif dalam suatu torquerheometer. (Robjohn, 1963 dan Suharty, 1993). Mengingat polimer polipropilen (PP) memiliki proton labil dari gugus metin cukup

banyak, sedangkan gugus reaktif dari senyawa DBBA terbatas maka reaksi polimerisasi yang dilakukan tidak dapat terjadi penempelan (*grafting*) DBBA pada seluruh karbon gugus metin tersebut. Disamping itu produk polimerisasi yang terbentuk cenderung merupakan materi padatan, dimana pengukuran atom karbon-13 pada kondisi padat relatif sulit. (Johnson, 1987 dan Sanders, 1987). Oleh karena itu untuk mengetahui secara struktural apakah proton dari gugus metin tersebut sudah digantikan oleh DBBA maka senyawa polimer PP digantikan oleh senyawa hidrokarbon lebih sederhana yaitu senyawa dekalin (campuran cis dan trans) yang memiliki proton metin labil seperti halnya polimer PP. (Finair, 1967 dan Suharty, 1993). Dengan hidrokarbon sederhana tersebut maka jumlah mol masing-masing reaktan dapat disesuaikan dengan kebutuhannya. Reaksi yang terjadi lebih mudah diikuti dan diamati secara struktural tanpa penambahan

senyawa lain yang dapat mengganggu pengamatan, khususnya perubahan atom karbon dengan mempergunakan alat spektrometer NMR ^{13}C .

Model reaksi polimerisasi umumnya dilakukan dalam suatu alat reaktor seperti: labu reaksi alas bulat berleher tiga yang dilengkapi dengan alat refluk, pengaduk mekanik, termometer dan di bawah kondisi gas argon. Namun pada penelitian ini polimerisasi DBBA dengan dekalin secara insitu dilakukan dalam tabung sampel spektrometer NMR. ^{13}C , perubahan atom karbon baik senyawa DBBA maupun dekalin dari reaksi yang terjadi dapat langsung diamati dalam fase larutan pada suhu reaksi tanpa perubahan kondisi dan penambahan senyawa pembantu lainnya. (Suharty, 1993).

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Metoda

Bahan yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah senyawa DBBA (yang baru disintesa), CDCl_3 , dekalin (campuran cis dan trans), dekalin terdeuterasi dan Trigonox 101 sebagai inisiator radikal bebas.

Pengukuran spektra NMR ^{13}C dalam penelitian ini dilakukan dalam kondisi larutan kecuali disebutkan lain. Semua spektra direkam dalam suatu Bruker AC 300 High Resolution NMR Spektrometer. Untuk pengukuran dalam kondisi larutan, sampel dilarutkan dalam CDCl_3 dan NMR ^{13}C spektra dilakukan pada temperatur kamar dengan mempergunakan metoda JMOD (J-modulated spin echo) kecuali bila disebutkan lain. Metoda JMOD memberikan spektra NMR ^{13}C dengan sebaran resonansi positif (+) dan negatif

(-). Sebagai contoh, gugus metil suatu karbon primer ($-\text{CH}_3$) dan karbon tertier ($>\text{CH}-$) puncak serapan muncul sebagai nilai positif (+), sedangkan metilen suatu karbon sekunder ($-\text{CH}_2-$) dan karbon kuarternar ($>\text{C}<$) menampilkan nilai negatif (-). Dalam hal polimerisasi secara insitu dalam tabung sampel pada suhu 373°K , perekaman dilakukan dengan mempergunakan metode rutin tekanan tunggal yang menampilkan semua spektra resonansi spektrometer NMR ^{13}C berada hanya pada nilai positif (+). (Sanders, 1987).

Proses reaktif secara insitu dalam tabung sampel spektrometer NMR ^{13}C yang dilakukan sebagai berikut: 1) larutan 10% DBBA dan 0,02 molar ratio Trigonox 101 dalam dekalin (campuran cis dan trans) dan sedikit dekalin terdeuterasi dimasukkan ke dalam tabung sampel NMR ^{13}C pada suhu 296°K (23°C), pada keadaan ini (sebelum pemanasan) spektrum NMR ^{13}C dari campuran tersebut direkam dengan metoda JMOD. 2) Kemudian suhu mesin spektrometer NMR dinaikkan sampai 373°K (100°C), demi keamanan mesin maka tinggi temperatur yang tidak dibenarkan lebih dari 373°K , setelah satu jam dalam kondisi ini maka spektrum ^{13}C dari campuran tersebut direkam pada suhu 373°K dengan metoda rutin tekanan tunggal. Dan seterusnya dilakukan perekaman spektrum ^{13}C setiap jam selama proses berlangsung 25 jam. 3) Pada jam yang ke-duapuluhlima dilakukan perekaman data proses terakhir pada suhu 373°K dengan metoda rutin tekanan tunggal.

Hasil ketiga rekaman data spektrum ^{13}C yang diperoleh tersebut di atas dibandingkan dengan: a) spektrum NMR ^{13}C larutan

senyawa DBBA murni dalam CDCl_3 , b) spektrum larutan dekalin murni dalam CDCl_3 pada suhu kamar, c) spektrum larutan dekalin dan sedikit dekalin terdeuterasi pada suhu 373°K , d) spektrum larutan polimer DBBA-dekalin (yang diproses dalam labu reaksi selama 5 jam pada suhu 180°C) dalam CDCl_3 dan pengukuran dilakukan pada suhu kamar dengan metoda JMOD.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

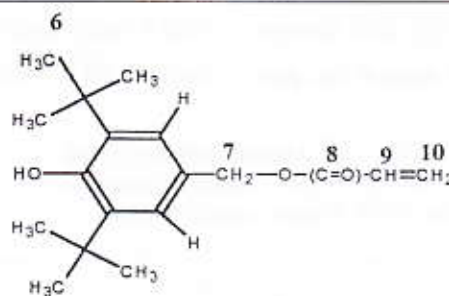
Spektrum larutan DBBA murni dalam kloroform terdeuterasi (CDCl_3) menunjukkan spesifik pergeseran kimia karbon sebagai berikut: a) karbon dari gugus aromatik: C no. 1 ($=\text{COH}-$) pada (-) 154,0; C no. 2 ($>\text{C}=\text{}$) pada 136,0; C no. 3 ($=\text{CH}-$) pada (+) 125,8; (C no. 4, $>\text{C}=\text{}$) pada (-) 128,4 ppm; b) karbon dari gugus butil tertier: C no. 5 ($>\text{C}<$) pada (-) 34,3 ppm;

c) karbon dari gugus metil: C no.6 ($-\text{CH}_3$) pada (+) 30,2 ppm; d) karbon gugus metilen: C no. 7 ($-\text{CH}_2-\text{O}-$) pada (-) 67,2 ppm; e) karbon dari gugus karbonil: C no. 8 ($-\text{O}-(\text{C}=\text{O})-$) pada (-) 166,1 ppm; dan f) karbon ikatan rangkap gugus akrilik: C no 9 ($-\text{CH}=\text{}$) pada (+) 128,6; C no. 10 ($=\text{CH}_2$) pada (-) 130,1 ppm seperti terlihat pada tabel 1. (Kemp, 1975 dan Suharty, 1993).

Spektrum NMR ^{13}C larutan dekalin murni dalam CDCl_3 pada suhu kamar menampilkan pergeseran kimia sebagai berikut: a) karbon gugus metin: C no. D_1 dari trans ($>\text{CH}-$) pada (+) 42,0; C no D_2 dari cis ($>\text{CH}-$) pada (+) 36,7 ppm; b) karbon gugus metilen: C no. D_3 ($>\text{CH}_2<$) pada 34,4; C no. D_4 ($>\text{CH}_2<$) pada 26,8 ppm (lihat tabel 2). Bila larutan dekalin dengan keberadaan sedikit dekalin terdeuterasi tersebut dipanaskan sampai 373°K dan pengukuran dilakukan pada suhu

Tabel 1. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan DBBA murni dalam CDCl_3 pengukuran dilakukan pada suhu kamar direkam dengan metoda JMOD

C No	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
1	154,0	(-)	0,4	1
2	136,1	(-)	0,9	2
3	125,8	(+)	4,0	2
4	128,4	(-)	0,6	1
5	34,3	(-)	1,3	2
6	30,2	(+)	12,1	6
7	67,2	(-)	1,8	1
8	166,1	(-)	0,2	1
9	128,6	(+)	1,3	1
10	130,1	(-)	1,4	1



Tabel 2. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan dekalin murni dalam $CDCl_3$ pengukuran pada suhu kamar $296^{\circ}K$ ($23^{\circ}C$) dengan metoda JMOD

C No	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
D ₁	42,0	(+)	0,8	1
D ₂	36,7	(+)	0,7	1
D ₃	34,4	(-)	18,3	4
D ₄	26,8	(-)	20,1	4

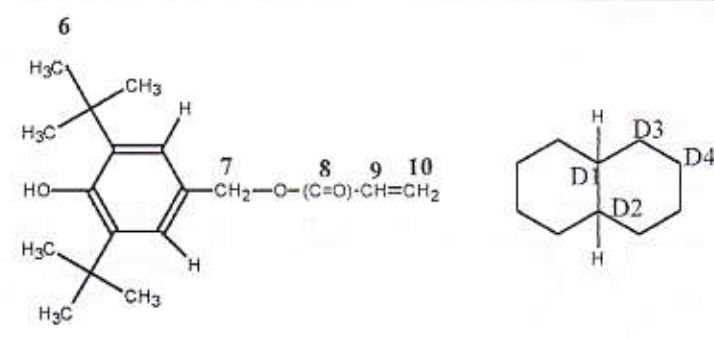
$373^{\circ}K$, kedua puncak serapan gugus metilen- CH_2 - (C no. D₃ dan D₄ tabel 2) dari senyawa dekalin pecah menjadi 4 puncak serapan baru yaitu masing-masing pada $\delta = (+)$ 24,1 (C no. D₃), $(+)$ 26,8 (C no. D₄), $(-)$ 29,5 (C no. D₅) dan $(-)$ 34,4 ppm (C no. D₆), seperti terlihat pada tabel 3. Perubahan ini terjadi disebabkan adanya rotasi bolak balik dari kedua cincin dekalin pada suhu tinggi. Sedangkan bila larutan dekalin tersebut didinginkan dan perekaman dilakukan pada suhu kamar lagi maka keempat puncak serapan tadi berubah menjadi dua pun-

cak kembali seperti pada tabel 2. Spektrum ^{13}C NMR campuran larutan DBBA dalam dekalin sebelum pemanasan direkam dengan menggunakan metoda JMOD (seperti terlihat pada tabel 4), dimana resonansi spektrum ditampilkan dengan nilai positif (+) dan negatif (-). Spektrum memberikan beberapa pergeseran kimia karbon sebagai berikut: puncak serapan yang berhubungan dengan senyawa DBBA menunjukkan kesamaan dengan serapan larutan DBBA murni pada tabel 1; selain itu untuk senyawa dekalin ditampilkan: a) karbon gugus

Tabel 3. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan dekalin murni dan sedikit dekalin terdeuterasi setelah dipanaskan selama 1 jam dalam tabung sampel NMR pada suhu $373^{\circ}K$ pengukuran pada suhu $373^{\circ}K$ dengan metoda JMOD

C No.	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
D1	42,0	(+)	0,6	1
D2	36,7	(+)	0,5	1
D3	24,1	(-)	8,0	2
D4	26,8	(-)	9,2	2
D5	29,8	(-)	6,0	2
D6	34,4	(-)	7,1	2

Tabel 4. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan 10% DBBA dengan dekalin inisiator Trigonox 101 dalam tabung sampel NMR pada suhu 296°C



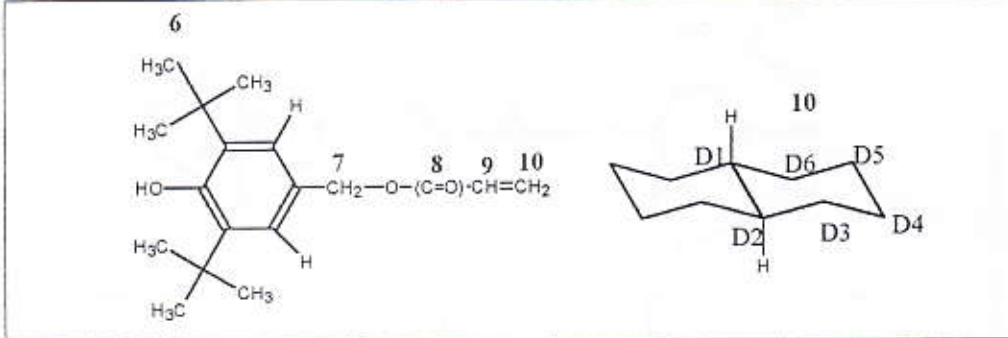
C No	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
1	153,4	(+)	0,20	1
2	135,5	(-)	0,45	2
3	125,4	(+)	1,20	2
4	126,0	(-)	0,41	1
5/D3	33,8	(-)	21,71	2+4
6	29,7	(+)	6,32	6
7	66,7	(-)	0,50	1
8	165,6	(-)	0,21	1
9	128,2	(+)	0,12	1
10	130,0	(-)	0,43	1
D1	43,1	(+)	12,0	1
D2	35,7	(+)	11,0	1
D4	24,0	(-)	21,01	4

metilen ($-CH_2-$): C no. D₄ pada (-) 24,0; dan C no. D₃ pada (-) 33,8 ppm; b) karbon gugus metin ($>CH-$): C no. D₂ cis pada (+) 35,7 dan C no. D₁ dari trans pada (+) 43,1 ppm. Dari data puncak serapan tersebut di atas bila dibandingkan dengan spektrum tabel 1 dan tabel 2 jelas terlihat belum terjadi perubahan apapun dari kedua reaktan yang berarti belum terjadi reaksi. (Suharty, 1993 dan Kemp, 1975).

Setelah reaksi berjalan 1 jam pada pemanasan 373°K, perekaman spektrum campuran DBBA dengan dekalin dilakukan dengan metoda rutin tekanan tunggal, dimana semua puncak serapan resonansi hanya muncul pada posisi nilai positif (+). Spektrum NMR ^{13}C

(lihat tabel 5) menampilkan pergeseran kimia sebagai berikut: puncak serapan yang berhubungan dengan senyawa DBBA belum menunjukkan adanya perubahan dibandingkan data spektrum tabel 1, terutama ikatan rangkap pada akrilik: C no. 9 pada (+) 129,7 dan C no. 10 pada (+) 130,3 ppm masih muncul. Sedangkan pada senyawa dekalin mulai terjadi perubahan sebagai berikut, kedua puncak gugus metilen: C no. D₃ dan D₄ sebelum pemanasan, pecah menjadi empat puncak yang baru: C no. D₃ pada (+) 25,2; C no. D₄ pada (+) 27,9; C no. D₅ pada (+) 30,5 dan C no. D₆ pada 35,4 ppm, hal ini dikarenakan adanya rotasi bolak balik pada kedua cincin dekalin.

Tabel 5. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan 10% DBBA dalam dekalin dengan inisiator Trigonox 101 dan sedikit dekalin terdeuterasi di dalam tabung sampel NMR setelah pemanasan 1 jam pada suhu 373°K pengukuran dilakukan pada suhu 373°K dengan metoda rutin tekanan tunggal



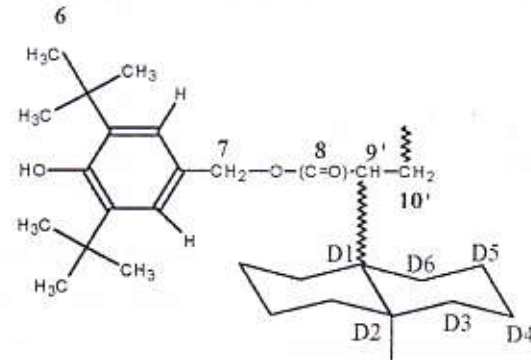
C No	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
1	154,7	(+)	0,26	1
2	137,4	(+)	0,60	2
3	126,3	(+)	1,41	2
4	129,2	(+)	0,59	1
5/D ₆	35,4	(+)	23,88	2+2
6	31,3	(+)	4,57	6
7	67,2	(+)	0,67	1
8	165,6	(+)	0,26	1
9	129,7	(+)	0,10	1
10	130,3	(+)	0,53	1
D ₁	44,9	(+)	11,0	1
D ₂	37,7	(+)	10,75	1
D ₃	25,2	(+)	22,34	2
D ₄	27,9	(+)	23,02	2
D ₅	30,5	(+)	21,18	2

Pada pemanasan lebih lanjut setelah 25 jam proses reaksi dalam tabung sampel mesin NMR terjadi beberapa perubahan: diantaranya kedua puncak serapan ikatan karbon tidak jenuh gugus akrilik senyawa DBBA sama sekali hilang (lihat tabel 6). Dan munculnya puncak-puncak serapan baru dari penjumlahan ikatan rangkap gugus akrilik: C no. 10' (-CH₂-) pada (+) 24,4 dan penjumlahan gugus metin lain yang baru: C no. 9' (>CH-) pada 44,9 ppm yang bertumpang tindih dengan serapan senyawa dekalin: C no. D₁. Disisi lain satu dari gugus metin dari dekalin pada δ = (+) 44,9 ppm yang dikenal sebagai gugus >CH-trans yang lebih mudah diserang dibandingkan

bentuk cisnya, yang berikutnya mampu melakukan penempelan terhadap DBBA. Hal tersebut menunjukkan telah terjadinya reaksi gugus reaktif vinil dari DBBA dengan gugus reaktif metin pada dekalin. (Silverstein, 1963; William, 1973 dan Suharty, 1993).

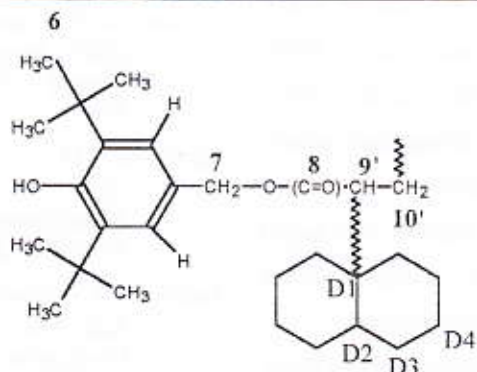
Spektrum NMR C^{13} larutan polimer DBBA-dekalin yang diproses reaktif dalam labu reaksi direfluk selama 5 jam pada 180°C, dilakukan pengukuran pada suhu kamar dengan menggunakan metoda JMOD (lihat tabel 7). Bila spektrum tersebut dibandingkan dengan data spektrum polimer DBBA-dekalin secara insitu maka terlihat sebaran puncak serapan dari atom karbon kedua polimer tersebut sama.

Tabel 6. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan 10% DBBA dalam dekalin dengan inisiator Trigonox 101 dan sedikit dekalin terdeuterasi didalam tabung sampel NMR setelah pemanasan 25 jam pada suhu 373°K pengukuran dilakukan pada suhu 373°K dengan metoda rutin tekanan tunggal



C No	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
1	154,7	(+)	0,07	1
2	137,4	(+)	0,07	2
3	126,4	(+)	0,23	2
4	129,2	(+)	0,10	1
5/D6	35,4	(+)	24,59	2+2
6	31,4	(+)	1,83	6
7	67,2	(+)	0,89	1
8	173,9	(+)	0,05	1
9'/D1	44,9	(+)	8,88	1+1
10'	24,4	(+)	0,11	1
D2	37,7	(+)	10,79	1
D3	25,2	(+)	22,87	2
D4	27,9	(+)	25,55	2
D5	30,5	(+)	21,55	2

Tabel 7. Analisa spektrum NMR C^{13} larutan polimer DBBA-dekalin dalam $CDCl_3$ yang diproses reaktif dalam labu reaksi selama 5 jam pada suhu 180°C, pengukuran dilakukan pada suhu kamar dengan metoda JMOD.



C No	δ (ppm)	(+) / (-)	Intensitas %	Total C
1	153,8	(-)	0,3	1
2	135,9	(-)	0,6	2

Tabel 7. Lanjutan

3	125,7	(+)	1,3	2
4	125,9	(-)	0,2	2+1
5/D3	34,2	(-)	1,7	1
6	30,1	(+)	12,0	6
7	67,2	(-)	0,7	1
8	174,7	(-)	0,1	1
9'/D1	43,5	(+)	0,2	1+1
10'	21,7	(-)	0,7	1
D2	36,2	(+)	0,9	1
D4	26,7	(-)	0,7	1

IV. KESIMPULAN

1. Spektrum NMR C^{13} senyawa dekalin murni pada suhu kamar menampilkan 4 kelompok atom karbon, sedangkan pengukuran pada suhu $373^{\circ}K$ akan menampilkan 6 kelompok.
2. Spektrum NMR C^{13} campuran 10% DBBA dalam dekalin diproses secara reaktif pada suhu kamar tidak menampilkan perubahan atom karbon.
3. Spektrum NMR C^{13} campuran 10% DBBA dalam dekalin diproses secara reaktif selama 1 jam pada suhu $373^{\circ}K$ hanya menampilkan perubahan atom karbon dari dekalin dari 4 menjadi 6 kelompok belum ada perubahan atom karbon dari senyawa DBBA.
4. Spektrum NMR C^{13} campuran 10% DBBA dalam dekalin diproses secara reaktif selama 25 jam pada suhu $373^{\circ}K$ menampilkan perubahan atom karbon tertier gugus metin (trans) dari dekalin menjadi karbon kuarterner, karbon tertier dan sekunder ikatan rangkap dari gugus vinil DBBA berubah menjadi karbon tertier dan sekunder ikatan tunggal.
5. Spektrum NMR C^{13} campuran 10% DBBA dalam dekalin diproses secara reaktif selama 25 jam pada suhu $373^{\circ}K$ dalam

tabung sampel mesin spektrometer NMR, menampilkan pola spektrum yang sama dengan spektrum NMR C^{13} polimerisasi DBBA-PP yang diproses reaktif dalam labu reaksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Finair.I.L., *Organic Chemistry*, Vol.I, 5th Edition, ELBS and Longmans, Green & Co Ltd, 1967
- Johnson.L.T., Jankowski.W.C., *Carbon-13 NMR Spectra*, John Wiley & Sons, New York, 1987
- Kemp.W., *Organic Spectroscopy*, The Macmillan Press Ltd., London, 1975
- Pudjaatmaka, A.H., Fessenden, R.J., and Fessenden, J.S., *Kimia Organik*, Edisi II, Penerbit Erlangga, Jakarta, 1982.
- Robjohn, N., *Organic Synthesis*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1963
- Sanders.J.M.K., and Hunter.B.K., *Modern NMR Spectroscopy*, Chapter 1&9, Oxford University Press, Oxford, 1987
- Silverstein,R.M., Bassler,C.G., and Marill,T.C., *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, John Wiley & Sons., New York, 1963.
- Suharty.N.S., *Disertasi PhD*, Chem Eng & App.Chem., Aston University, Birmingham, United Kingdom, 1993.
- William, D.H. and Fleming,O., *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*,Mc Graw Hill, London, 1973.

multilayer.

Karakterisasi lapisan tipis CdS dilakukan dengan alat difraktometer sinar-X, untuk mengukur struktur kristal, alat uji resistivitas listrik, dan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk menguji struktur mikro.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan

CdCl₂, aceton, dan thiourea (merk), kaca glass, beker glass, aquadest

Alat

Alat pemanas dan pengaduk, alat Spray nozzle dan perlengkapannya, timbangan, alat pengukur resistivitas listrik dan perlengkapannya, alat SEM (Philips), alat difraktometer sinar-X, tipe XD-610 (Shimadzu).

Percobaan

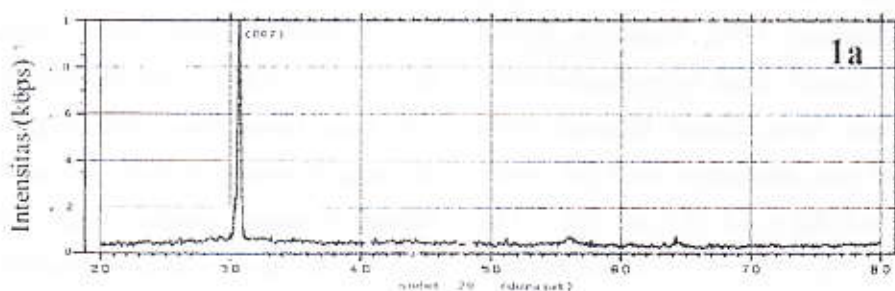
Sintesis lapisan tipis CdS dengan metoda spraying pyrolisis dari larutan CdCl₂ (0,01M) dan thiourea (0,01M) pada substrat kaca glass. Atomisasi dari larutan menggunakan *spray nozzle*, untuk membantu memompa udara menjadi *carrier gas*. Laju *spray nozzle* 12 cm³/menit dan variasi waktu 5, 10, 15, 20 dan

30 menit serta suhunya 225°C. Lapisan tipis CdS yang dihasilkan diukur *resistivitas listrik* (untuk mengetahui sifat listrik dilakukan secara manual yaitu menempatkan lapisan tipis CdS dalam suatu rangkaian tertutup yang dilengkapi mikrovoltmeter/resistansi/power supply (Harsono, 1998)), *struktur kristal* dengan difraktometer sinar-X (kecepatan penyapuan :4°/menit, preset time 1 detik, voltage : 30 kV, arus : 30 mA, sudut 2 θ : 20-80°. Dari pengukuran diperoleh spektrum dan data tentang sudut 2 θ (deg.), d(Å), intensitas relatif, FWHM (deg.), kemudian data tersebut dilakukan penghitungan, hasilnya dibandingkan dengan data standard IPDF dan ASTM, sehingga diperoleh orientasi bidang (hkl) dan parameter kisi (a,c)). Untuk mengukur bentuk permukaan dari lapisan tipis CdS diukur dengan SEM, sebelumnya permukaan lapisan CdS dilapis dengan emas agar konduktor.

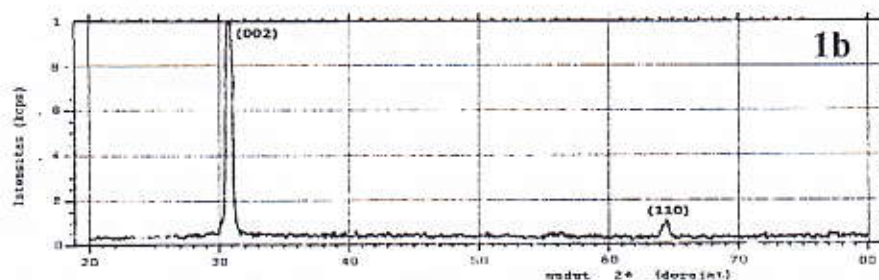
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Struktur kristal

Hasil pengukuran yang diperoleh dari difraktometer sinar-x dari bahan lapisan tipis CdS disajikan pada Gambar 1a dan 1b, serta Tabel 1.



Gambar 1a. Difraktogram sinar-x dari lapisan tipis CdS, pada waktu deposit 5 menit.



Gambar 1b. Difraktogram sinar-x dari lapisan tipis CdS, pada waktu deposit 30 menit.

Tabel 1. Data numerik dari lapisan tipis CdS

Waktu Deposit	2 θ (°)	Jarak d (Å)	I/I ₀	F _{WHM} (°)	Intensitas (kcps)	Bidang (hkl)
5 menit	30,873	2,0899	100	0,442	1,037	(002)
30 menit	30,912	2,0867	100	0,422	1,199	(002)
	65,472	1,8073	14	0,497	0,474	(110)

Pada Gambar 1a, ditunjukkan spektrum difraktogram sinar-X, ada satu puncak difraksi, dengan orientasi bidang *hkl* (002), parameter kisi $a = 4,0996 \text{ \AA}$ dan $c = 6,6841 \text{ \AA}$ serta struktur kristal berbentuk hexagonal pada waktu deposit 5 menit.

Gambar 1b, menunjukkan adanya dua puncak difraksi, dengan orientasi bidang *hkl* (002) dan (110), parameter kisi $a = 4,0996 \text{ \AA}$ dan $c = 6,6841 \text{ \AA}$ serta struktur kristal berbentuk hexagonal dan waktu deposit 30 menit. Hal ini terjadi karena makin lama waktu deposit, makin kasar permukaannya sehingga bidang yang dominan yang tumbuh pada lapisan tersebut. Nilai parameter kisi a dan c , hasil penelitian ini sesuai peneliti terdahulu yaitu parameter kisi $a = 4,132 \text{ \AA}$ dan $c = 6,77 \text{ \AA}$ [2], parameter kisi $a = 4,136 \text{ \AA}$ dan $c = 6,714 \text{ \AA}$ [5], parameter kisi $a = 4,1368 \text{ \AA}$ dan $c = 6,7163 \text{ \AA}$. (Arya, 1999).

Analisis Struktur mikro

Pengamatan morfologi permukaan dari

lapisan tipis CdS dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM), dapat dilihat pada Gambar 2a, 2b, dan 2c.



Gambar 2. Struktur mikro permukaan dari lapisan tipis CdS pada waktu deposit a). 5 menit b). 15 menit c). 30 menit, (pembesaran 3100 X.)

Dari gambar 2a, menunjukkan struktur mikro permukaan dari lapisan tipis CdS, pada pembesaran 5000X. Pada gambar 2b, dan 2c, ditunjukkan struktur mikro permukaan dari lapisan tipis CdS, pada pembesaran 3100X, namun hasilnya tidak sama. Hal ini, disebabkan karena makin lama waktu deposit, semakin banyak lapisan CdS yang terbentuk. Sehingga permukaan lapisan makin kasar.

Menurut peneliti terdahulu (Harsono, 1998; dan Yasuhiro, 1993) menyatakan bahwa laju deposit bertambah dengan penambahan temperatur dan waktu deposit pada substrat. Sejak waktu deposit pendek, reaksi pembentukan CdS tidak sempurna dan dapat mempengaruhi ukuran butiran pada permukaan substrat. Pada waktu deposit makin lama (30 menit), ukuran butiran yang dihasilkan substrat makin kasar /tebal. Ini mungkin berhubungan dengan kehalusan permukaan substrat, hasil pembentukan campuran dalam bentuk powder.

Analisis Resistivitas listrik

Hasil pengukuran resistivitas listrik dari lapisan tipis CdS, dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Data nilai resistivitas listrik dari Lapisan tipis CdS.

Waktu deposit (menit)	Resistivitas listrik ($\times 10^{-5} \Omega \cdot \text{Cm}$)
5	7,95
10	8,42
15	9,27
20	9,99
30	11,60

Dari tabel 2, menunjukkan perbedaan nilai resistivitas listriknya dari lapisan tipis CdS,

dimana makin lama waktu deposit, semakin besar nilai resistivitasnya. Nilai ini memperlihatkan suatu nilai resistivitas listrik yang lebih besar, bila dibandingkan dengan nilai yang diperoleh dari hasil penelitian yang terdahulu, yaitu $0,8 \times 10^5 \Omega \cdot \text{Cm}$ - $6,5 \times 10^5 \Omega \cdot \text{Cm}$ (Harsono, 1998) dan $10,0 \times 10^5 \Omega \cdot \text{Cm}$ (Yasuhiro, 1993)

IV. KESIMPULAN

Lapisan tipis CdS yang dibuat dengan cara Spray Pyrolisis dengan variasi waktu deposit mempunyai struktur hexagonal dan orientasi bidang *hkl* yaitu (002) dan (110), serta parameter kisi $a = 4,0996 \text{ \AA}$, dan $c = 6,684 \text{ \AA}$. Resistivitas listrik dari lapisan tipis CdS adalah dari $7,9 \times 10^5 - 11,6 \times 10^5 \Omega \cdot \text{Cm}$. Struktur mikro dari permukaan lapisan tipis CdS makin kasar, dengan semakin lama waktu deposit.

SARAN

Oleh karena itu, dari bahasan ini menunjukkan bahwa variasi lama waktu deposit belum cukup, masih diperlukan variasi terhadap suhu, pH, konsentrasi, untuk pembentukan lapisan tipis dalam spray pyrolisis tidak hanya berhubungan dengan reaksi kimia tetapi juga mengontrol pertumbuhan sebagai permukaan lapisan tipis.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Agus S. dan Sudarman dari LSDE, BPPT, yang telah membantu penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Arya Rezavidi, Budiarto, "*Studi band gap dan struktur kristal bahan lapisan tipis CdS*", Jurnal Kimia Nusantara, JNK.99.1, hal.49-57 (1999).
- Chemsiddine and m.l. Fearheiley, "*Improved CdS Buffer/Windows layers for thin film Solar Cells*", Thin solid film 247, 3-7,(1994).
- Harsono, S., Djusmaini, D. "*Karakterisasi sifat optik dan listrik dari lapisan tipis CdS yang dibuat dengan Pyrolysis termal*", PPISM III, Serpong, 20-21 Oktober 1998, ISSN :1410-2897, hal.366-369.
- Kumazawa, S., Shibutani, T.Nishino, "*15% Highly Efficient Thin Film CdS/CdTe Solar Cell*" Technical Digest of The International PVSEV.9, Japan, (1996).
- Milton Ohring "*The Material Sciences of Thin Film*" Academic Press Inc. London, (1992).
- Yasuhiro, T, Hatanaka, Y, More, B.B.M, "*The X-ray Imaging Camera tube using sputter-deposit CdTe/CdS hetero-junction*" Transaction on electron devices 40, p.345-349, (1993).