



## PROSIDING SEMINAR NASIONAL

Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA  
Tanggal 15 Mei 2010, FMIPA UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

**B. 2**

ISBN : 978-979-9314-4-3

**Bidang :**

Matematika dan Pendidikan Matematika

Fisika dan Pendidikan Fisika

**Kimia dan Pendidikan Kimia**

Biologi dan Pendidikan Biologi



**Tema :**

“Peningkatan Keprofesionalan Peneliti, Pendidik dan Praktisi MIPA  
untuk Mendukung Pembangunan Karakter Bangsa”

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Yogyakarta  
Tahun 2010



## DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul	i
Tim Penyunting	ii
Kata Pengantar	iii
Sambutan Ketua Panitia	iv
Sambutan Dekan FMIPA UNY	v
Daftar Isi	vi
<b>PEMAKALAH UTAMA</b>	
M. A. J. Wasono	
SAINS DAN PENGEMBANGAN KARAKTER BANGSA	
Soelardjo Kertoatmojo,	
TATANAN INTERNAL DALAM KAITAN DENGAN BUDAYA, PENDIDIKAN DAN PENELITIAN MIPA-UNY	
<b>PEMAKALAH PENDAMPING</b>	
Ahmad Baidowi dan Suprpto Dibyosaputro	K-1
PEMODELAN KUALITAS AIR SUNGAI MENGGUNAKAN QUAL2K: STUDI KASUS SUNGAI SECANG KABUPATEN KULON PROGO PROVINSI DAERAH ISTIMEWA YOGYAKARTA	
AK. Prodjosantoso dan M. Pranjoto	K-11
LANGGAM BELAJAR DAN PRESTASI BELAJAR KIMIA ANORGANIK 2 MAHASISWA JURUSAN PENDIDIKAN KIMIA UNY YOGYAKARTA	
Achmad Hafid Affandy	K-19
SINTESIS ORTO HIDROKSI ASETOFENON, RASETOFENON DAN ETIL VERATRAT SEBAGAI BAHAN DASAR SINTESIS TURUNAN FLAVON	
Agus Sundaryono	K-25
PENGEMBANGAN LIMBAH CAIR PABRIK MINYAK KELAPA SAWIT SEBAGAI SUMBER ENERGI ALTERNATIF BIOKEROSENE DI PROVINSI BENGKULU	
Anissa A. Putri, Trisejati, Tutik D. Wahyuningsih, dan Indriana Kartini	K-33
PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP KARAKTER FISIK TiO <sub>2</sub> NANOTUBES	
Annisa Fillaeli	K-41
CEMARAN Pb DALAM MAKANAN	
Antuni Wiyarsi	K-47
PENERAPAN PENILAIAN BERBASIS KELAS (PBK) UNTUK MENINGKATKAN KUALITAS PROSES DAN HASIL PEMBELAJARAN KIMIA DASAR	
Crys Fajar Partana	K-53
PERBANDINGAN ANTARA SIKLUS CARNOT DENGAN SIKLUS K DALAM MEMPEROLEH RUMUS PERSAMAAN KONSTANTA KESETIMBANGAN REAKSI KIMIA	
Crys Fajar Partana	K-59
STRUKTUR SOLVASI ION SKANDIUM(I) DALAM AMMONIA BERBASIS PADA METODE MEKANIK Kuantum DAN	



Dante Alighiri dan Bambang Purwono	K-67
SINTESIS SENYAWA PEWARNA <i>ACIDIC CHROMIC</i> 3-(4-ALILOKSI-3-METOKSI FENIL)-1-FENIL PROP-2-EN-1-ON	
Dian Wuri Astuti Mudasir dan Adhitasari Suratman	K-77
KAJIAN PENGGUNAAN ZEOLIT TERIMMOBILISASI DITHIZON SEBAGAI ADSORBEN DALAM EKSTRAKSI FASA PADAT LARUTAN Cd(II)	
Endang Widjajanti	K-83
DAYA ADSORPSI POLIKITOSAN-AKRILAMIDA TERHADAP ION Ni(II) dan Cr(III)	
Erfan Priyambodo	K-91
PEMANFAATAN PROGRAM APLIKASI eXe (eXHTML EDITOR) DALAM PENYUSUNAN MEDIA PEMBELAJARAN KIMIA DI SEKOLAH	
Florentina Maria Titin Supriyanti, Egrina Geantaresa dan Yuyun Yuniasih	K-97
PEMANFAATAN EKSTRAK GETAH PEPAYA ( <i>Carica papaya</i> L.) SEBAGAI KOAGULAN PADA PRODUKSI KEJU <i>COTTAGE</i>	
Gebi Dwiyant dan Siti Darsati	K-105
PENGARUH PENAMBAHAN ASAM DOKOHEKSAENOAT (DHA) TERHADAP KETAHANAN SUSU PASTEURISASI	
Hari Sutrisno	K-115
SEL FOTOVOLTAIK GENERASI KE-III: PENGEMBANGAN SEL FOTOVOLTAIK BERBASIS TITANIUM DIOKSIDA	
Harjono Sastrohamidjojo dan Dini Hadiarti	K-123
KONVERSI RODINOL DARI MINYAK SEREH PERDAGANGAN MENJADI PSEUDOIONON, $\alpha$ Dan $\beta$ -IONON	
Hernani dan Sumar Hendayana	K-129
UPAYA MENINGKATKAN PENGUASAAN PENGETAHUAN KONTEN KIMIA ANALITIK DAN KETERAMPILAN GENERIK MELALUI PEMBELAJARAN BERBASIS MASALAH	
Kancono	K-137
INTERPRETASI BIREFRIGENCE MATERIAL OPTIK BERBASIS HIBRID TIOFENA-SILIKON/TCNQ	
Karim Th	K-147
SINTESIS SENYAWA 2-(2-HIDROKSI-5-METIL FENIL)- BENZOTRIAZOL DARI BENZOTRIAZOL DENGAN PARAKRESOL	
Muhammad Hidayat Jaya Miharja	K-153
STUDI SINTESIS ASETAL DARI SITRONELAL SEBAGAI PROTEKSI GUGUS FUNGSI KARBONIL ALDEHIDA	
Nur Istiqamah, Dwi Siswanta, dan Mudasir	K-161
SINTESIS, KARAKTERISASI KITOSAN TERMODIFIKASI ESTER DAN STUDI AWAL ADSORPSI Cu (II)	
M. Pranjoto Utomo	K-167
<i>GREEN CHEMISTRY</i> DENGAN KIMIA KATALISIS	
Rr. Lis Permana Sari	K-175
PENGEMBANGAN INSTRUMEN <i>PERFORMANCE ASSESSMENT</i> SEBAGAI BENTUK PENILAIAN BERKARAKTER KIMIA	

## INTERPRETASI BIREFRINGENCE MATERIAL OPTIK BERBASIS HIBRID TIOFENA-SILIKON/TCNQ

Kancono<sup>[1]</sup>

e-mail : [kanconow@yahoo.co.id](mailto:kanconow@yahoo.co.id)

<sup>[1]</sup>Program Studi Pendidikan Kimia, FKIP, Universitas Bengkulu

### Abstrak

Pembentukan material optik hibrid organik-anorganik tiofena-Silikon/TCNQ dengan gejala-gejala Perpindahan Muatan Kompleks (CTC) dapat ditunjukkan pada adanya spektra vibrasi yang kuat dari  $C\equiv N$  yang muncul dari TCNQ, yaitu pada puncak 2184, 2120 dan 1595  $cm^{-1}$  sebagai puncak karakteristik CTC. Karakterisasi melalui kajian morfologi foto EDX-SEM bahwa material yang mengalami CTC membentuk agregat dengan diameter 10 – 20 micron. Ada pengaruh penurunan orientasi struktur mikro dalam larutan DMF sehingga menimbulkan waktu gelifikasi semakin cepat. Proses orientasi ini terjadi pada perlakuan *thermal-mechanical* yang berkorelasi linier dengan perubahan indeks refraksi bias-ganda (birefringence). Dari hasil pengamatan dapat disimpulkan bahwa ada suatu korelasi nyata dari indeks-refraksi mikro struktur yang mempengaruhi birefringence, yaitu adanya pengaruh penambahan matriks Si-O dan TCNQ pada bahan yang mengandung tertiofena, sehingga dapat menurunkan nilai birefringencenya. Hal ini karena meningkatnya jumlah matriks Si-O lebih banyak dibanding dengan peningkatan jumlah mol TCNQ. Penurunan nilai ini teramati dalam penambahan matriks Si-O pada batas deteksi  $0.3 \times 10^{-3}$  sedangkan pada penambahan TCNQ sebesar  $0.5 \times 10^{-3}$ .

**Kata kunci:** Charge Transfer Complexes (CTC), Birefringence, sol-gel.

## I. PENDAHULUAN

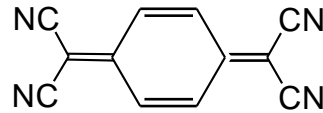
### a. Latar belakang

Dalam dekade tahun 2000-an, divisi-divisi bidang riset sains dan teknologi dunia telah gencar mengembangkan suatu bahan baru keramik yang bersifat optik dan elektrokromik (yaitu yang bersifat elektronik dan sekaligus berfungsi memberi efek tampilan optis tertentu). Senyawa oligotiofena ( $C_4H_4S$ )<sub>n</sub> merupakan salah satu senyawa yang telah dieksploitasi untuk riset tersebut. Senyawa ini memiliki salah satu karakteristik sifat kimia yang kaya dengan elektron (*electron rich*) sehingga diharapkan dapat menghasilkan bahan baru dengan sifat elektrik dan optik tertentu.

Metode pembuatan bahan baru tersebut dapat dilakukan dengan reaksi polikondensasi hidrolitis dari suatu senyawa awal bertanda (*precursor*) dengan senyawa organologam berbasis silikon. Proses polikondensasi hidrolitis tersebut melalui tahapan penuaan (*ageing*) sol-gel dan sintering, sehingga pada daerah annealing terbentuknya matriks silisium dapat dimodifikasi secara fungsional. Bahan yang dihasilkan pada penelitian ini diharapkan bersifat sebagai nanostruktur atau nanokomposit, tergantung pada proses penyediaannya. Bahan keramik bersifat sebagai nanostruktur jika dalam analisis ditemukan ikatan (*link*) yang terjadi antara senyawa bertanda (*organic precursor*) dengan matriks yang terbentuk melalui proses *ageing*, dan sebaliknya disebut nanokomposit jika tidak terjadi ikatan.

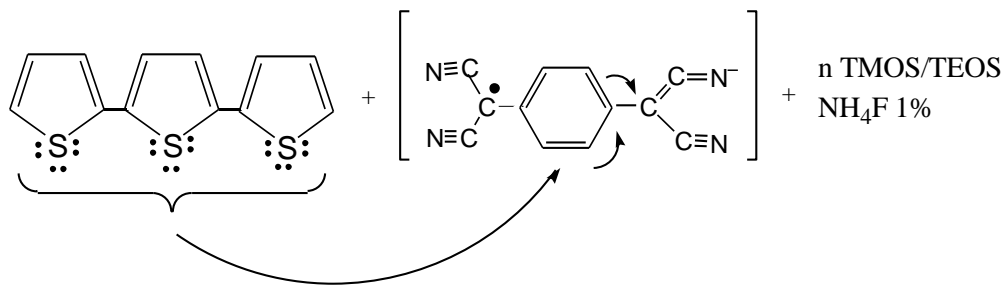
Karakteristik gejala dan sifat-sifat yang muncul pada bahan keramik silika berpori dengan adanya senyawa *Tetracyanoquinodimethane* (TCNQ) dalam matriks hasil kondensasi tetrametoksisilan (TMOS) merupakan fenomena untuk mengetahui sifat mikrostrukturnya. Hal ini karena timbulnya gejala perpindahan muatan kompleks (CTC). Keberadaan TCNQ dalam 2, 5-*tertiofena* dan matriks silica mempengaruhi berbagai gejala karakteristik yang menarik, antara lain adanya gejala optis *birefringence* dan orientasi (perubahan) organisasi struktur mikro (*microstructure*).

TCNQ merupakan senyawa uji yang umum digunakan dalam berbagai riset bahan, karena memiliki berbagai kekhususan, yaitu : memiliki gugus nitril (CN) yang radikal dan reaktif, dimana terdapat ikatan rangkap, yang dapat terdiri dari 1 sigma ( $\rho$ ) dan 2 phi ( $\Pi$ ) sebagai jembatan untuk perpindahan elektron (*transfer electron*) dalam interaksi elektron yang koordinatif pada sub orbital lain, seperti ditunjukkan pada gambar 1. Dengan sifat yang khusus tersebut, sehingga dapat dimanfaatkan lebih jauh untuk mempelajari pengaruh dan hubungan gejala CTC ini dengan sifat elektrokromik suatu bahan.



Gambar 1. Struktur senyawa *tetracyanoquinodimethane* (TCNQ)

Gejala CTC (*Charge Transfer Complexes*) adalah salah satu gejala yang dapat diamati dengan spektroskopi ultra-violet dan tampak, yang timbul karena terjadinya transfer elektron pada kromofor dengan transfer elektron phi ( $\Pi$ ) yang menimbulkan puncak serapan (*absorbance*) spesifik di sebagian daerah UV (0 – 190 nm), seperti ditunjukkan pada gambar 2. (R.J.P. Corriu et all, 1994).



Gambar 2. Skema terjadinya CTC antara tertiofena dengan TCNQ dalam matriks  $\text{SiO}_2$  dari TMOS ataupun TEOS

**Birefringence** (indeks bias ganda).

*Birefringence* adalah efek pantulan atau refleksi dari interferensi dari dua panjang gelombang cahaya dengan sudut elevasi cahaya datang yang berbeda. Efek ini timbul karena perbedaan sudut elevasi cahaya, pengaruh luar (*outer molecular*) seperti iklim dan kelembaban. Namun selain itu juga dikarenakan faktor internal (*inner molecular*) dari struktur mikro yang tidak terlepas dari sifat khas bahan yang mampu memberikan perbedaan kekuatan pantulan. Birefringence merupakan parameter yang membantu menentukan orientasi mikro struktur molekul suatu bahan. Guna medeteksi perubahan mikrostruktur via penentuan indeks bias suatu material digunakan teknik *Interferometric* (N. Barakat and A.A. Hamza, 1990).

**Perumusan Indeks bias ganda (birefringence)**

Ketajaman refleksi sering difungsikan sebagai indeks refraksi, yang dipengaruhi oleh sifat-sifat karakteristik molekul/agregat tertentu. Struktur mikro berpengaruh dominan terhadap kekuatan refleksi/pantulan cahaya daerah struktur (F) teramati per luasan (A) sampel, sehingga indeks refraksi dirumuskan sebagai persamaan (1) (R.J. Samuel's., 1974, dan A.A. Hamza and J. Sikorski. 1978):

$$n = n_L + (F/A)(\lambda/h) \tag{1}$$

Dimana:  $n_L$  adalah indeks-refraksi cairan,  $n$  adalah indeks bias cahaya polar,  $h$  adalah jarak antara teflon atau ketebalan ( $15 \times 10^{-6} \mu\text{m}$ ),  $A$  adalah luas penampang-lintang total dan  $F$  adalah luas penampang lintang daerah analisis,  $\lambda$  adalah panjang gelombang (dalam  $\mu\text{m}$ ).

### Faktor Koreksi.

Dalam pengukuran nilai birefringence ada ketidaksesuaian metode yang bersifat kondisional, yaitu yang disebabkan oleh iklim atau cuaca lokasi tertentu yang memerlukan kontrol konversi untuk menentukan konstanta bias cahaya. Konstanta atau *faktor koreksi* tersebut merupakan pengaruh intensitas cahaya dari kondisi setempat. Hingga kini ketidaksesuaian ini belum dipecahkan secara teoritis dengan cara konversi manipulasi matematis, sehingga hasil pengamatan nilai praktis birefringence bahan yang sama di satu tempat dapat berbeda dengan nilai praktis birefringence di tempat lain. Hal demikian memerlukan suatu perhatian tersendiri untuk selalu dicarikan penyelesaiannya oleh para ahli kimia, fisika dan matematik. Hal ini perlu disadari, walaupun telah tersedia tester pengontrol, namun sangat eksklusif dan hanya dimiliki oleh laboratorium tertentu.

Faktor-faktor yang berpengaruh pada nilai birefringence, meliputi: kepadatan (*Density*) dan kekristalan (*Crystallinity*), pengaruh purata kepolaran monomer terhadap sifat bahan dan pengaruh refraksi molar dan daya pantul permukaan. Secara analog dapat dirumuskan untuk  $n''$ . ( $n_L$  adalah indeks refraksi cairan/liquid,  $h$  adalah inter-fringe spacing atau jarak antar kaca objek atau Teflon),  $A$  adalah luas penampang lintang sampel,  $F$  adalah daerah pergeseran dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sumber yang digunakan,  $n''$  and  $n_L$  masing-masing adalah indeks refraksi sample pada daerah berbeda sepanjang poros, garis tengah sampel. Sehingga pengukuran birefringence secara langsung dapat dilakukan pada objek dengan posisi yang dimanipulasi, kemudian secara bersamaan gambar dapat diduplikasi, secara matematis dirumuskan sebagai (2) (A.A. Hamza and J. Sikorski. 1978) :

$$\Delta n = (F/A)(\lambda/h) \quad (2)$$

Nilai kedua indeks refraksi  $n''$  dan  $n_L$ .

### b. Perumusan masalah:

Beberapa permasalahan ini muncul pada penelitian sebelumnya sebagai hasil pengamatan dasar yang perlu dicarikan jawabannya, yakni :

1. Penggunaan TCNQ sebagai agen CTC memiliki kelebihan dan kekurangan yang tidak mudah diantisipasi, yaitu sensitifitasnya terhadap oksidasi karena cahaya dan udara bebas. Dalam penelitian ini sejauh manakah upaya teknis dapat mengatasinya.
2. Senyawa tertiofena, padatnya berupa serbuk memiliki sifat yang dapat dikontrol. Sedangkan larutannya dalam pelarut non-polar telah berubah semakin tinggi, namun secara fisik sangat mudah mengalami perubahan warna jika terkena cahaya matahari. Sejauh manakah problema ini dapat diatasi?
3. Ada terdapat kesulitan analisis menggunakan spektroskopi UV-Vis dikarenakan pada umumnya hampir semua spektroskopi UV-Vis hanya diperuntukkan bagi sampel cairan, sedangkan sampel penelitian ini berupa padatan, sejauh manakah faktor koreksi dan teknik spektroskopi UV-Vis dapat dimodifikasi untuk padatan?.

### c. Tujuan dan Manfaat Penelitian

Tujuan dari pembahasan tentang Interpretasi Birefringence Material Optik Berbasis Hibrid Tiofena-Silikon/TCNQ ini dapat dirinci dalam tiga bagian utama, yaitu:

1. Mengetahui gejala bahan terutama adanya perpindahan muatan kompleks (CTC) tiofena-Si/TCNQ, secara detail sehingga dapat menemukan hubungan antara suatu konsep atau teori dengan fakta tentang pengaruh sifat fisik dan kimia serta sifat mekanik suatu bahan.



2. Mengumpulkan data-data daerah karakteristik annealing pada proses pemanasan (*sintering* atau *heating*), untuk acuan modifikasi pembuatan bahan baru dengan sifat sejenis. Terutama melalui karakterisasi morfologi foto EDX-SEM tentang material yang mengalami CTC dan pembentukan agregat.
3. Mempelajari pengaruh penambahan matriks Si-O dan TCNQ pada bahan yang mengandung tertiofena dan pengaruh perubahan orientasi pada perlakuan *thermal-mechanical* pada perubahan indeks refraksi bias-ganda (birefringence).

Sedangkan manfaat penelitian yang telah dilakukan ini akan banyak berarti dalam dunia industri keramik terutama optik sebagai bahan dasar untuk :

1. Mengungkap permasalahan yang belum terjawab antara teori dan fakta, ada pengaruh struktur mikro, kristalinitas dan kepadatan molekul, serta dimodifikasi refraksi melalui pelarutan, terhadap sifat optis suatu bahan optik keramik yang mengandung oligotiofena.
2. Mencari jawaban atas sebuah fakta dengan melakukan penelusuran antara teori fisika dan penjabaran matematis sebagai *konversi* penentuan nilai birefringence. Karena nilai fakta birefringence sangat berbeda pada kondisi pengukuran yang berbeda. Hal itu perlu dilakukan kajian sebagai penjelasan konsep terhadap perumusan terdahulu.

## II. METODE

### Bahan-bahan:

Bahan kimia yang digunakan: TMOS dan TEOS dari Aldrich, 1%  $\text{NH}_4\text{F}$  dalam  $\text{H}_2\text{O}$  sebagai katalisator dan 2,5-tertiofena, dimetilformamid (DMF) dan tetrahidrofuran (THF).  
Material dan peralatan: mikroskop polarisasi dan lem Teflon non-silikon.

### A. Penyediaan sol-gels untuk pengamatan SEM

Dalam tabung reaksi campurkan 2,5-tertiofena dan TEOS dengan perbandingan variasi mol ; ( a) 1: 4, ( b) 1: 6 dan ( c) 1: 8, dan katalisator 1%  $\text{NH}_4\text{F}$ , kemudian panaskan dalam bak berisi olefin pada temperatur 60 °C. Amati waktu terbentuknya gel, kemudian panaskan selama 24 jam pada 100 °C. Kemudian gel dibagi dua satu sebagai sampel yang tidak dicuci (A) dan lainnya dicuci dengan diethylether (B). Kedua gel (A) dan (B) dipanaskan secara terpisah pada 150 °C selama 4 jam. Kedua produk tersebut dibuat serbuk untuk diamati menggunakan SEM.

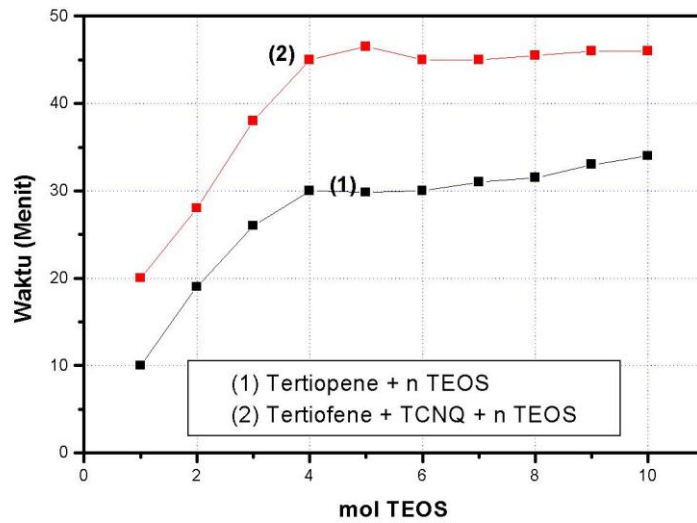
### B. Pengamatan gejala birefringence.

Gejala birefringence diamati dengan cara pendekatan molecular. Siapkan sel Teflon dengan ketebalan pori  $15 \times 10^{-6} \mu\text{m}$ . Siapkan tiga macam capuran, yaitu precursor 2,5-terthiofena dan TEOS dengan variasi mol; (a) 1 : 4, (b) 1 : 6, (c) 1: 8 dan (d) 1 : 10, masing-masing ditambah katalis 1%  $\text{NH}_4\text{F}/\text{H}_2\text{O}$ . Suntikan campuran ke dalam pori Teflon tersebut. Simpanlah dalam desikator pada 140 °C untuk periode 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Gejala birefringence dapat diamati menggunakan mikroskop polarisator, dan mengatur pemutaran objek dengan kelipatan 30° mulai dari 0° hingga 180°.

## III. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

### A. Pengaruh jumlah mol TEOS terhadap waktu pembentukan gel

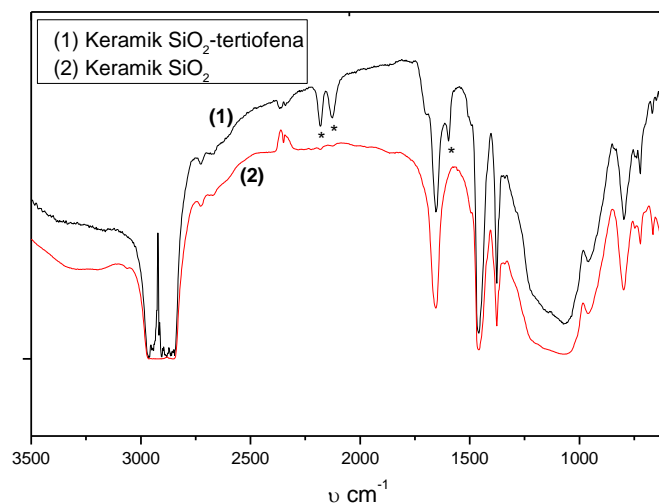
Dalam tabung reaksi campurkan 2,5-tertiofena dalam THF dan TEOS dengan perbandingan variasi mol ; ( a) 1: 4, ( b) 1: 6, ( c) 1: 8, dan (d) 1:10 dengan katalisator 1%  $\text{NH}_4\text{F}$ , kemudian panaskan dalam bak olefin pada suhu 60 °C. Dalam tabung kedua TCNQ dilarutkan dalam DMF pada suhu-kamar, kemudian ditambahkan pada tertiofena dan TEOS dengan variasi perbandingan mol sebagai ; ( a) 1: 4, ( b) 1: 6, ( c) 1: 8, dan (d) 1 : 10 dan katalisator 1%  $\text{NH}_4\text{F}$ , untuk kemudian dilakukan gelifikasi dalam bak olefin yang sama pada temperatur 60 °C. Data waktu terbentuknya gel (*gelification time*), sebagai ditunjukkan dalam Tabel 1 dan gambar 3.



Gambar 3. Hubungan jumlah mol TEOS versus waktu pembentukan gel (t)

### B. Analisis Gejala Charge Transfer Complexes (CTC) dengan FTIR

Gambar 4, menunjukkan terjadinya CTC pada bahan baru yang mengandung TCNQ telah memunculkan stretching  $C\equiv N$  dan  $C=N$  serta  $C-N$  pada puncak-puncak tertentu, sedangkan yang tidak mengalami CTC tidak memunculkan satupun puncak-puncak tersebut. (Kancono; W.E. Douglas, and R.J.P. Corriu, 2000). Pengaruh CTC dalam suatu bahan dapat dilihat dari berbagai data spectra, terutama dari spectra ultra violet dan tampak dan FTIR. Hal yang sangat mudah dipelajari adalah analisis FTIR adanya CTC. Pengamatan CTC menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) merupakan salah satu jalan keluar, sekaligus untuk mempelajari beberapa spektra vibrasi karakteristik yang muncul. Cara ini ditempuh juga sebagai alternatif menghadirkan data pendukung tentang terjadinya CTC yang menimbulkan vibrasi rapatan dan rengangan (*stretching*) serta vibrasi putaran (*rocking*) dan gunting (*twisting*) yang muncul sebagai *overtone* pendukung.



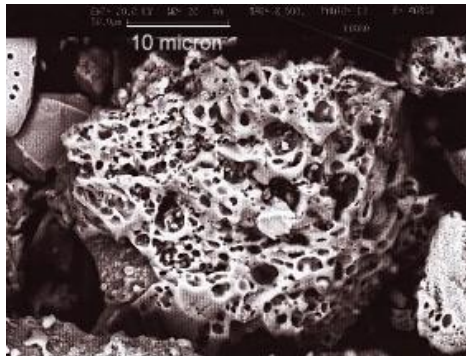
Gambar 4. Spektra FTIR terjadinya CTC pada keramik  $SiO_2$  yang mengandung tertiofena

### C. Analisis Scanning Electron Microcopy (SEM)

Analisis gambar SEM menunjukkan bahwa morfologi material keramik yang telah terbentuk (Tertiofene + TCNQ + n TEOS) memiliki suatu agregat dengan diameter 10 sampai dengan 20



microm, dengan adanya TCNQ, seperti ditunjukkan pada gambar 6. Sedangkan pada sampel yang tidak mengandung TCNQ agregat ini tidak ditemukan.



Gambar 6. Agregat yang terjadi karena pengaruh adanya TCNQ dalam sampel

#### D. Penentuan birefringence dengan Metode Two-beam interference

Penyiapan sampel tertiofena + TCNQ/DMF dan  $n$  TEOS dilakukan dalam tabung inert, setelah dicampur homogen, cairan ini diambil dengan siring untuk dimasukkan ke dalam celah antara dua lempeng Teflon dengan ketebalan,  $\delta = 15 \times 10^{-6} \mu\text{m}$ , yang disiapkan sebagai objek microinterferograms.

Pada pengukuran sampel tertiofena + 4 mol TEOS, cahaya monokromator polarisasi menggunakan panjang gelombang  $\lambda = 546 \text{ nm}$ , dilakukan menyeberangi sumbu objek microinferogram, dimana indeks refraksi cecair kristal awal,  $n_L=1.5742$  pada  $31^\circ\text{C}$ . Sehingga, nilai birefringence  $\Delta n$  dapat dihitung dengan persamaan (1) dan (2), seperti disajikan dalam table 1.

Table 1. Waktu annealing ( $t$ ), indeks refraksi  $n$  dan  $n_L$  serta nilai birefringence-nya

Sampel	$t_{\text{annealing}}$ (menit)	$n$	$n_L$	$\Delta n$
(T+4TEOS)	30,0	1,5542	1,5472	$7,0 \times 10^{-3}$
(T+6TEOS)	30,0	1,5444	1,5384	$6,0 \times 10^{-3}$
(T+8TEOS)	31,5	1,5430	1,5380	$5,0 \times 10^{-3}$
(T+10TEOS)	34,0	1,5424	1,5384	$4,0 \times 10^{-3}$
(T+TCNQ+4TEOS)	45,0	1,6945	1,6915	$3,0 \times 10^{-3}$
(T+TCNQ+6TEOS)	45,0	1,6983	1,6958	$2,5 \times 10^{-3}$
(T+TCNQ+8TEOS)	45,5	1,6998	1,6979	$1,9 \times 10^{-3}$
(T+TCNQ+10TEOS)	46,0	1,7011	1,7003	$0,8 \times 10^{-3}$

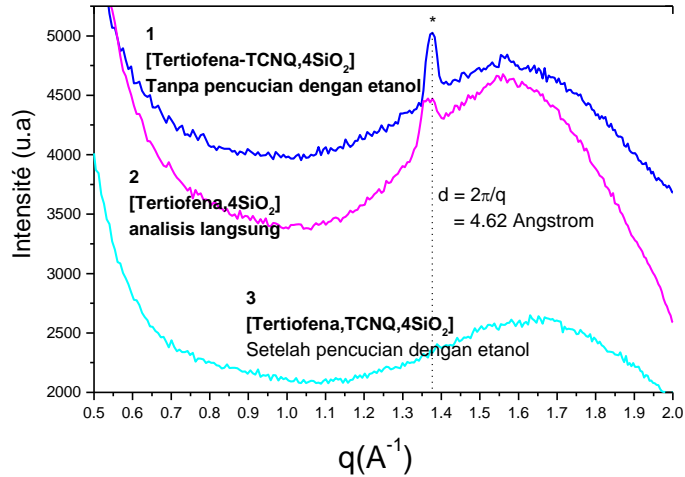
#### E. Pengaruh TCNQ terhadap birefringence

Sifat mikrostruktur internal suatu bahan dipengaruhi oleh susunan atau pola tatanan molekul dan agregat (kumpulan partikel dari molekul-molekul tertentu) di dalam senyawa tersebut. Struktur tersebut dapat dibedakan sebagai phase isotropik (acak) dan phase anisotropik (teratur) yang meliputi konfigurasi *nematik* dan *smektik* tertentu.

Ketajaman efek birefringence ditentukan oleh perbedaan nilai indeks bias bahan dengan indeks refraksi cahaya mikroskop polarisasi yang ditunjukkan dalam table 1. Faktor koreksi dalam penentuan real birefringence sementara ini hanya dapat diatasi dengan cara mengambil dokumentasi foto struktur mikro dan foto *microscopic birefringence* dari sampel bahan yang diamati, yaitu dengan memodifikasi teknik menempatkan alat kamera foto *digital-electronic*

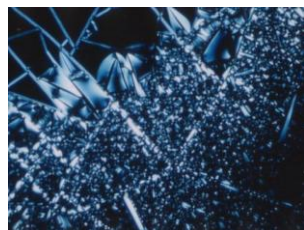
yang dihubungkan pada objek microscope dengan rangkaian transducer atau transformer yang disisipkan secara khusus.

Organisasi struktur mikro bahan yang dihasilkan (berupa keramik) telah dianalisis menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Small Angle X-Ray Scattering* (SAXS), seperti ditunjukkan pada gambar 6.

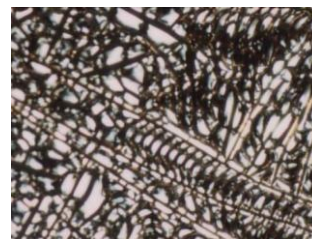


Gambar 6. Analisis difraktogram SAXS adanya puncak tajam CTC pada  $d = 4,62 \text{ \AA}$

Hasil pengamatan menunjukkan adanya pengaruh penambahan matriks Si-O dan TCNQ pada bahan yang mengandung tertiofena akan menurunkan nilai birefringence. Hal ini karena meningkatnya jumlah matriks Si-O lebih banyak dibanding dengan peningkatan jumlah mol TCNQ. Penurunan nilai ini teramati dalam batas deteksi  $0.3 \times 10^{-3}$  untuk penambahan matriks Si-O dan sebesar  $0.5 \times 10^{-3}$  untuk penambahan TCNQ, seperti ditunjukkan pada gambar 7 dan 8.

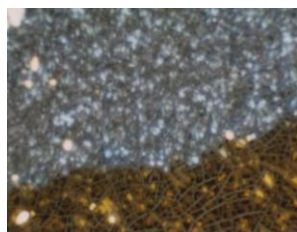


Tertiofene + SiO<sub>2</sub> (1 : 4)  
( $\Delta n = 7 \times 10^{-3}$ )

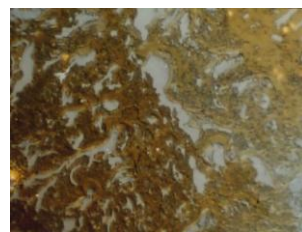


Tertiofene + SiO<sub>2</sub> (1 : 8)  
 $\Delta n = 5 \times 10^{-3}$

Gambar 7. Keramik tanpa CTC (a) Tampilan keramik SiO<sub>2</sub> – tertiofena (b) Berkurangnya nilai birefringence karena meningkatnya SiO<sub>2</sub>.



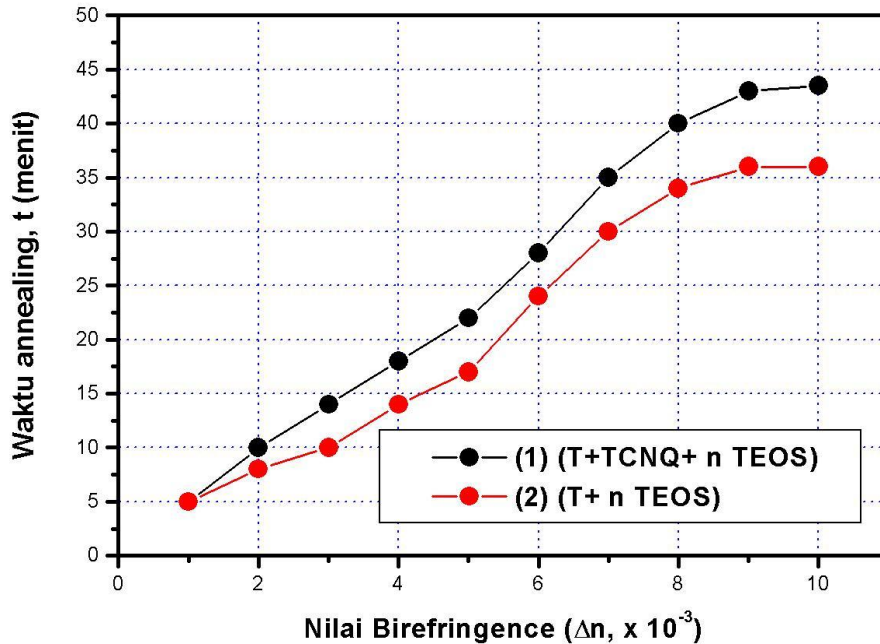
Tertiofene + TCNQ + SiO<sub>2</sub> (1 : 1 : 4)  
( $\Delta n = 3.0 \times 10^{-3}$ )



Tertiofene + TCNQ + SiO<sub>2</sub> (1 : 1 : 8)  
( $\Delta n = 1.0 \times 10^{-3}$ )

Gambar 8. Keramik dengan adanya CTC (a) Tampilan adanya CTC dalam matriks sistem keramik SiO<sub>2</sub> – tertiofena (b) Berkurangnya nilai birefringence

Pengaruh lain adalah adanya orientasi rantai yang menyebabkan meningkatnya waktu annealing dan waktu pelarutan dalam DMF, sehingga mempengaruhi naiknya nilai birefringence. Pada gambar 9 ditunjukkan hubungan antara waktu annealing dan birefringence sampel yang timbul dalam larutan DMF. Hal tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya birefringence dibarengi dengan meningkatnya waktu annealing.



Gambar 9. Hubungan antara waktu annealing dan Nilai birefringence

#### IV. SIMPULAN DAN SARAN

##### A. Kesimpulan

Penelitian ini telah menghasilkan suatu simpulan sebagai berikut:

1. Pembentukan CTC dapat ditunjukkan pada adanya spektra vibrasi yang kuat dari  $C\equiv N$  yang muncul dari TCNQ, yaitu pada puncak 2184, 2120 dan  $1595\text{ cm}^{-1}$  sebagai puncak karakteristik CTC.
2. Karakterisasi melalui kajian morfologi foto EDX-SEM bahwa material yang mengalami CTC membentuk agregat dengan diameter 10 – 20 micron. Proses orientasi ini terjadi pada perlakuan *thermal-mechanical* yang berkorelasi linier dengan perubahan indeks refraksi bias-ganda (birefringence). Dapat disimpulkan bahwa ada suatu korelasi nyata antar indeks-refraksi keadaan mikro struktur yang mempengaruhi birefringence.
3. Pengaruh penambahan matriks Si-O dan TCNQ pada bahan yang mengandung tertiofena akan menurunkan nilai birefringence. Hal ini juga berakibat pada penurunan orientasi struktur mikro dalam larutan DMF sehingga menimbulkan waktu gelifikasi semakin cepat, karena meningkatnya jumlah matriks Si-O lebih banyak dibanding dengan peningkatan jumlah mol TCNQ. Penurunan nilai ini teramati dalam batas deteksi  $0.3 \times 10^{-3}$  untuk penambahan matriks Si-O dan sebesar  $0.5 \times 10^{-3}$  untuk penambahan TCNQ.



## B. Saran dan rekomendasi

Penelitian ini baru merupakan langkah awal untuk mengungkap gejala CTC dalam material berpori berbasis silicon. Beberapa hal yang masih perlu dikaji lebih lanjut adalah adanya pengaruh derajat kristalan (*degree of crystallinity*) dan kepadatan (*density*) molekul precursor serta purata kepolaran per satuan monomer. Sedangkan adanya reflektansi (pantulan bias) kemungkinan besar dipengaruhi oleh pelarutan, seperti juga pengaruh waktu annealing, perlakuan dalam pencetakan dan pemanasan (*thermal mechanical*).

## DAFTAR PUSTAKA

- I.M. Fouda and H.M. Shabana. 1999. *J. Phys. Cond. Matter* **11**, p. 3371
- H. M. Shabana. 2004, *Polymer Testing* , Volume 23, Issue 3 , Pages 291-297
- R.J.P. Corriu, J.E. Moreau, P. Thepot, and M.C.M. Wong, 1994. "Trialkoxysilyl Mono-, Bi-, and Terthiophenes as Molecular Precursors of Hybrid Organic-Inorganic Materials," *Chem. Mater*, vol 6, pp. 640-649.
- Kancono; W.E. Douglas, and R.J.P. Corriu, 2000. "Effect of TCNQ Charge Transfer Complexes Formation on Structure of Organic-Inorganic Hybrids Prepared from 2, 5'- bis(trimethoxysilyl)oligothiophene", *In Proceeding Second International Inorganic Materials*; Ed.: Elsevier, University of California, Santa Barbara, pp 131-132.
- I.M. Fouda and H.M. Shabana. 2001. *J. Appl. Polym. Sci.* **82**, p. 2387
- Kancono, N and H.B. Senin, 2006. Gelification Effects on The Structur and Birefringence of Charge Transfer Complexes Tertiofene Bisililated-TCNQ Hybrid Materials, *Materials Science Forum*, Vols. 517 (June 2006), pp. 257 -261
- Kancono and H.B. Senin. 2007. Effect Terthiophene Units on The Microstructure and Birefringence of SiO<sub>2</sub> Gels Prepared Via Sol-Gel Processing, *Solid State Science and Technology, AIP Conference Proceeedings on The 2<sup>nd</sup> International Conference on Solid State Science and Technology-2006, Kuala Terengganu, Malaysia, American Insitute of Physics*, Vol. 909, Melville, New York, pp 223 – 227.
- Kancono dan Rina Elvia, 2009. *Pengaruh Charge Transfer Kompleks dari Tetracyanoquinodimethane (TCNQ) dan Tertiofena Terhadap Bahan Berpori Berbasis Silikon*, Laporan Penelitian Fundamental DP2M Dikti 2009, Lembaga Penelitian Universitas Bengkulu, Bengkulu.