

B. 1

# LAPORAN PENELITIAN FUNDAMENTAL TAHUN KE II



## JUDUL

PENGARUH CHARGE TRANSFER COMPLEXES (CTC) DARI  
TETRACYANOQUIODIMETHANE (TCNQ) DAN OLIGOTIOFENA  
TERHADAP SIFAT BAHAN BERPORI BERBASIS SILIKON

Disusun Oleh :

Dr. KANCONO, M.Si  
RINA ELVIA, S.Si, M.Si

0,6  
1,2  
1  
-----  
2,8

DIBIAYAI OLEH DIPA UNIB NO. 024.0/023-04.2/VIII/2009  
BERDASARKAN SURAT KONTRAK  
NOMOR 2804/H30.10.06.01/HK/2009 TANGGAL 01 APRIL 2009

FAKULTAS KEGURUAN DAN ILMU PENDIDIKAN  
**UNIVERSITAS BENGKULU**  
NOVEMBER 2009



DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL  
UNIVERSITAS BENGKULU  
LEMBAGA PENELITIAN

Jalan Raya Kandang Limun Bengkulu Telp (0736) 21170, 342584  
Faksimile (0736) 342584 Kode Pos 38371 A

SURAT KETERANGAN

Nomor: 369 /H30.10/PL/2009

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Drs. Sarwit Sarwono, M.Hum.  
NIP : 19581112 198603 1 002  
Jabatan : Ketua Lembaga Penelitian  
: Universitas Bengkulu

Dengan ini menerangkan bahwa :

NO	Nama	NIP	Jabatan	Fakultas
1	Dr. Kancono, M.Si.	131669152	Ketua Peneliti	KIP
2	Rina Elvina, S.Si., M.Si.	132262197	Anggota	KIP

Benar-benar telah melaksanakan/mengadakan penelitian **Fundamental Tahun Pertama** dengan judul : "Pengaruh Charge Tranfer Complexes (CTC) Tetracyanoquiodimethar TCNQ) dan Oligotiofena Terhadap Sifat Bahan Berpori Berbasis Silikon".

Jangka Waktu Penelitian : 8 ( Delapan Bulan )

Hasil penelitian tersebut telah dikoreksi oleh Tim Pertimbangan Penelitian Lembaga Penelitian Universitas Bengkulu dan memenuhi syarat.

Demikian surat keterangan kami buat dengan sebenar-benarnya dan dapat dipergunakan keperluan yang bersangkutan sebagai tenaga edukatif

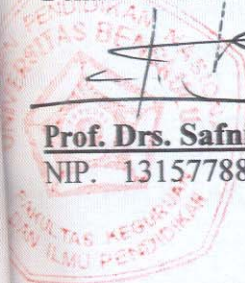

Bengkulu, 7 Desember 2009  
Ketua,

Drs. Sarwit Sarwono, M.Hum.  
NIP 19581112 198603 1 002

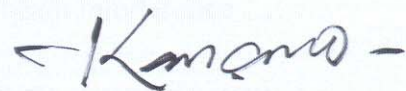
## HALAMAN PENGESAHAN

1. Judul Penelitian : Pengaruh *Charge Transfer Complexes* (CTC) Dari Tetracyanoquiodimethane (TCNQ) Dan Oligotiofena Terhadap Sifat Bahan Berpori Berbasis Silikon
2. Peneliti Utama
  - a. Nama lengkap : **Dr. Kancono, M.Si**
  - b. Jenis Kelamin : Laki-laki
  - c. NIP : 131669152
  - d. Pangkat/Golongan : Pembina/IVa
  - e. Jabatan struktural : Sekretaris Program Studi Pendidikan Kimia
  - f. Jabatan fungsional : Lektor Kepala
  - g. Fakultas/Jurusan : Keguruan dan Ilmu Pendidikan
  - h. Pusat Penelitian : Lembaga Penelitian Universitas Bengkulu
3. Jumlah Tim Penelitian : 2 Orang
4. Lokasi Penelitian : Lab. Kimia UNIB dan Balai Keramik Bandung
5. Kerjasama dengan institusi lain : Tidak
6. Masa Penelitian : 2 Tahun
7. Biaya yang diperlukan : Rp. 80.000.000,- (Delapan puluh juta rupiah)
  - a. Tahun Pertama : Rp 40.000.000,-
  - b. Tahun Kedua : Rp 40.000.000,-

Mengetahui,  
Dekan Fakultas

  
  
**Prof. Drs. Safnil, MA., PhD**  
NIP. 131577885

Bengkulu, 1 November 2009  
Ketua Peneliti,

  
**Dr. Kancono, M.Si**  
NIP. 131669152

Menyetujui,  
Ketua Lembaga Penelitian,

  
  
**Drs. Sarwit Sarwono, M. Hum**  
NIP. 131601662

## ABSTRACT

Charge transfer complexes (CTC) can be readily introduced into material by cohydrolyse-copolymerisation of bis-silylated oligothiophenes with TMOS and TEOS in the presence of TCNQ. CTC formation is shown in the visible spectrum of the xerogel by the band at 850 nm characteristic of the TCNQ<sup>-</sup> radical anion. The CTC bands are weak and the complex is easily destroyed by washing with acetone, which removes the TCNQ.

Birefringence studies show a weak organisation in the gels prepared in the presence of alkoxysilanes, either with or without TCNQ. In contrast, SAXS studies show an organisation only for a single gel which disappear on elimination of TCNQ by washing with acetone. Electron microscope studies show the presence of spheres rich in silicon in the case of the gels prepared in the presence of TCNQ.

## I. PENDAHULUAN

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.

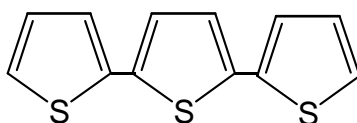
Metode pembuatan bahan baru tersebut dapat dilakukan dengan reaksi polikondensasi hidrolitis dari suatu senyawa awal bertanda (*precursor*) dengan senyawa organologam berbasis silikon. Proses polikondensasi hidrolitis tersebut melalui tahapan penuaan (*ageing*) sol-gel dan sintering, sehingga pada daerah 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.

### A. Oligotiofena ( $C_4H_4S$ )<sub>n</sub>

Senyawa oligotiofena ( $C_4H_4S$ )<sub>n</sub> dimana oligo adalah makromolekul yang terbentuk dari monomer dengan  $n < 9$ . Senyawa ini memiliki salah satu karakteristik sifat kimia yang

kaya dengan elektron (*electron rich*) dan dapat menghasilkan bahan baru dengan sifat elektrik dan optik tertentu.

Tertiofena adalah suatu polimer semi-kristalin dari tiofena dengan jumlah molekul 3, seperti ditunjukkan pada gambar 1. Tertiofena memiliki arti komersil yang perlu dipertimbangkan, karena diprediksi mempunyai penggunaan yang luas di dalam modifikasi cecair kristal (*liquid crystal*), film dan bahan polimer listrik (*conducting polimer*).



Gambar 1. Tertiofena,  $(C_4H_4S)_3$

Tertiofena ini sangat mewakili untuk studi perbandingan yang detail/terperinci ditinjau dari orientasi molekular yang dapat terjadi oleh pengaruh suatu pelarut seperti *dimetylformamide* (DMF) atau senyawa polar lainnya, seperti *tetracyanoquiodimethane* (TCNQ).

Senyawa oligotiofena mempunyai warna yang bervariasi tergantung dari jumlah ring tiofena-nya ( $C_4H_4S$ ), tiofena ( $C_4H_4S$ ) – berupa cecair pada temperature kamar dan transparan, bitiofena ( $C_4H_4S$ )<sub>2</sub> – berupa padatan transparan biru muda, tertiofena ( $C_4H_4S$ )<sub>3</sub> – berupa padatan transparan kuning, tetratiofena ( $C_4H_4S$ )<sub>4</sub> hingga nona-tiofena( $C_4H_4S$ )<sub>9</sub>, sebagai padatan transparan yang berwarna kuning hingga kehijauan.

## B. Sifat Optis Tertiofena

Tertiofena dapat siap dibuat sebagai cecair kristal cukup baik untuk pembuatan material optik atau gelas dengan menggunakan teknik yang bervariasi. Tertiofena yang berupa cecair kristal, secara normal memiliki sifat *isotropis*, karena memiliki orientasi molekular yang acak, namun dengan teknik fisika tertentu dapat dibuat *anisotrop* (teratur) dengan menerapkan suatu perlakuan tekanan secara mekanis pada bahan sol-gel, atau dengan pukulan dan tekanan dalam pencetakan keadaan padat (*solid-state*) (I.M. Fouda and H.M. Shabana, 1999).

Sifat optis anisotropi dapat berubah secara struktural dari dalam (*inner structural changes*) sedemikian rupa sehingga molekul cecair kristal memiliki sifat struktur yang teratur, sehingga dapat dioptimalkan kegunaannya untuk bahan-bahan industri optik dan keramik konduktor. Perubahan dapat dilakukan dari luar, melalui proses pemanasan, untuk meningkatkan mobilitas rantai tiofena dan mobilitas molekul axis dalam struktur mikro-nya.

Pada bagian kristal dari cerair kristal tertiofena dapat memberi modulus tegar yang tinggi, sifat kekenyalan dan tegangan-tarik yang tinggi. Sedangkan pada bagian amorph memiliki fleksibilitas cairan pemanjangan dan mengembang. Sehingga perlakuan *thermo-mechanical* atas oligotiofena, dapat mengakibatkan perubahan struktur molekulnya, hal ini telah diselidiki oleh banyak pengarang (J.H. Dumbleton, J.B. Bell and T. Murayama. 1968).

### C. Karakterisasi Charge Transfer Complexes (Perpindahan Muatan Kompleks)

Pengetahuan yang mendasari tentang sifat fisis dan kimia oligotiofena di atas nampak bahwa dari formasi kristalnya dapat dimodifikasi dengan berbagai teknik, yaitu dengan melakukan modifikasi pada daerah dimana terjadi transisi perubahan struktur dari cair ke padat (*annealing area*).

Selain perlakuan *thermal-mecanical*, satu hal yang sangat penting adalah pelarut yang tepat, sehingga dapat menghasilkan modifikasi struktural bentuk lain dari oligotiofena. Modifikasi ini berbeda dengan perlakuan menggunakan panas (*thermal*). Bahan pelarut untuk perlakuan sebelum penelitian perlu diselidiki kepolarannya (*polarity*) guna meningkatkan kekerasan (*hardness*) setelah berubah menjadi padat. Kemudian dari sifat kepolaran pelarut tadi dapat dimodifikasi morfologi molekular bahan, yang dapat diamati dengan *scanning electron microscopy* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

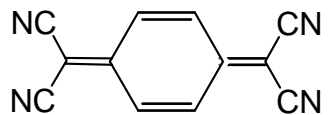
Dalam penelitian ini digunakan pelarut *dimethylformamide* (DMF) yang telah diuji sebagai suatu medium yang mampu berinteraksi memproduksi perubahan struktural.

Sedangkan karakterisasi yang dilakukan meliputi karakteristik gejala dan sifat-sifat yang muncul pada bahan keramik silika berpori dengan adanya gejala perpindahan muatan kompleks (*Charge Transfer Complexes* = CTC) yang terjadi antara senyawa oligotiofena (ter- dan tetra-) dengan senyawa *Tetracyanoquino-dimethane* (TCNQ) yang terbentuk dalam matriks hasil kondensasi tetrametoksisilan (TMOS). Alat karakterisasi terdiri dari *spectroscopy ultra violet tampak* (*UV-Vis. Spectroscopy*) dan *Fourier Transport Infrared* (FTIR).



Selain timbulnya gejala CTC, keberadaan TCNQ dalam 2, 5-*tertiofena* mempengaruhi berbagai gejala karakteristik yang menarik, antara lain adanya gejala optis *birefringence* dan orientasi (perubahan) organisasi struktur mikro (*microstructure*) material baru.

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 2.



Gambar 2. Struktur senyawa *tetracyanoquinodimethane* (TCNQ)

Dengan sifat yang khusus tersebut, sehingga dapat dimanfaatkan lebih jauh untuk mempelajari pengaruh dan hubungan gejala CTC ini dengan sifat elektrokromik suatu bahan. Namun demikian, adanya efek lainnya juga timbul, yaitu pada efek tampilan bahan yang berkaitan dengan sifat optis dan struktur mikro-nya. Oleh karenanya, lebih utama dan menarik dalam penelitian ini dipelajari adanya pengaruh CTC terhadap *birefringence* bahan yang dihasilkan.

#### **D. Permasalahan Penelitian**

Gejala dan kondisi suatu bahan berpori (*porous material*) dan keramik sangat menarik untuk dipelajari dan dikaji lebih jauh, hal ini untuk memberikan pemahaman terhadap karakteristik dan pengaruh sifat bahan terhadap efek tampilan. Namun demikian terdapat beberapa permasalahan yang sangat krusial dalam melakukan kajian optik birefringence yang dapat dirinci dalam dua kelompok permasalahan, sebagai berikut :

##### **A. Permasalah substansi penelitian :**

1. Penggunaan TCNQ sebagai agen CTC memiliki kelebihan dan kekurangan yang tidak mudah diantisipasi, yaitu sensitifitasnya terhadap oksidasi karena cahaya dan udara bebas. Beberapa cara untuk mengatasinya selama ini adalah dengan perlakuan ruang kedap cahaya dan oksidasi, dan pemilihan pelarut yang inert terhadap oksidasi udara bebas, yaitu dengan DMF (*dimethylformamide*), kemudian mengontrol kepekatan larutan, dikarenakan semakin pekat larutan TCNQ dalam DMF maka kemampuan teroksidasi semakin tinggi dan cepat tidak terkontrol dalam hitungan detik.
2. Senyawa precursor, dalam hal ini adalah tertiofena, padatnya berupa serbuk memiliki sifat yang dapat dikontrol. Sedangkan larutannya dalam pelarut non-polar telah semakin tinggi, namun sangat mudah mengalami perubahan warna jika terkena cahaya matahari, dimana ikatan rangkap C=C telah terputus dan teradisi oleh unsur-unsur reaktif dalam pelarut. Hal tersebut merupakan masalah yang sukar diantisipasi walaupun dengan teknik pelarutan di ruang kedap cahaya atau menggunakan botol berwarna gelap.

3. Pengukuran dan penentuan nilai *birefringence* yang diguna selama ini ditemukan ketidaksesuaian antara teori dan hasil praktis, karena adanya pengaruh luar (cuaca, iklim, dan kelembaban). Sehingga secara fundamental sangat perlu dicarikan penyelesaian pendekatan secara matematis, hubungan pada rumus nilai indeks bias-ganda (birefringence):  $\Delta n = (F/A)(\lambda/h)$ , hal ini guna menghasilkan rumusan dan cara penghitungan secara baku (*standard*) yang dapat diterima secara argumentatif dan matematis.

**B. Permasalahan teknis pelaksanaan penelitian:**

1. Selama ini sifat-sifat bahan keramik optik jarang mendapat perhatian dalam riset di dalam negeri dan tidak berkembang dibanding dengan riset tentang katalis zeolit yang aplikasinya nampak jelas pada industri perminyakan, padahal riset tentang keramik yang bersifat optis ini lebih khusus dan tidak kalah menariknya untuk aplikasi pada industri ICT dan assesoris optik.
2. Masalah yang mungkin telah dihadapi adalah belum adanya net-work berkomunikasi dan pakar dibidang kimia material keramik, terutama bidang optik di dalam negeri pada riset di tingkat perguruan tinggi maupun lembaga penelitian lainnya (BATAN, LIPI, BPPT) yang bertujuan menghasilkan beberapa bahan keramik yang mendukung industri strategis (contoh: riset berbagai optik dan cat kamuflase).
3. Dengan alasan tersebut sebelumnya, dimungkinkan kurang tersediannya kemudahan (fasilitas) terutama jurnal kimia material di kepustakaan nasional, alat-alat analisis di laboratorium-laboratorium pemerintah.

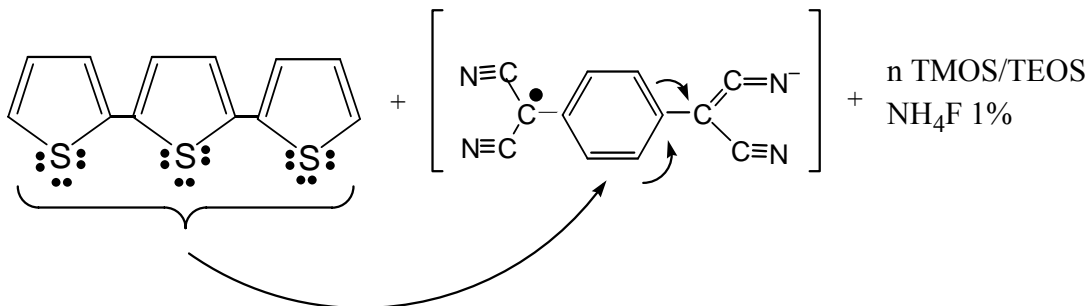
## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Charge Transfer Complexes

Kajian tentang pengaruh CTC dalam suatu bahan keramik dan optik telah banyak dilakukan oleh para ahli, namun secara karakteristik setiap bahan memiliki gejala dan kekhususan sifat tersendiri. Oleh karenanya sangat jarang ditemukan kesamaan data analisis jika tidak dilakukan pada kondisi yang memiliki persisi sama.

Bahan berpori berbasis silisium, yang dimaksud dalam hal ini adalah bahan silika yang mengalami proses akhir terbentuk suatu aerogel (*xerogel*), atau disebut sebagai keramik silika, dimana unsur organik yang berupa cairan telah dihilangkan sama sekali melalui proses penuaan (*ageing*) dengan pemanasan dengan penguapan (*sintering*).

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 3. (R.J.P. Corriu et all, 1994).



Gambar 3. Skema terjadinya CTC antara tertiofena dengan TCNQ dalam matriks  $\text{SiO}_2$  dari TMOS ataupun TEOS

Ada terdapat kesulitan menganalisis menggunakan spektroskopi UV-Vis dikarenakan pada umumnya hampir semua spektroskopi UV-Vis hanya diperuntukkan bagi sampel cairan, sehingga jika sampel berupa padatan, memerlukan konversi teori-teori reflektansi dari Kubelk-Munk atau jika tidak, maka perlu adanya konversi dan modifikasi teknik tertentu pada alat spektroskopi UV-Vis untuk padatan.

## **B. Birefringence**

*Birefringence* (indeks bias ganda) adalah efek pantulan atau refleksi dari interferensi dua panjang gelombang cahaya dengan sudut elevasi atau 2 (dua) cahaya datang dengan sudut yang berbeda, lebih umum efek ini disebut sebagai indeks bias-ganda atau *birefringence*. Efek ini timbul tidak semata karena hal perbedaan sudut elevasi cahaya, namun juga dikarenakan faktor internal (*inner molecular*) dari struktur mikro yang tidak terlepas dari sifat khas bahan yang mampu memberikan perbedaan kekuatan pantulan. Selain juga adanya pengaruh luar (*outer molecular*), seperti cuaca/iklim dan kelembaban.

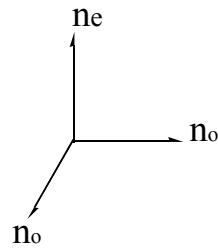
Dalam karakterisasi sifat optik digunakan teknik *Interferometric* guna mendeteksi perubahan mikrostruktur via penentuan indeks bias kenampakan cahaya bias-ganda (*birefringence*) suatu material. Birefringence (kenampakan bias ganda) adalah parameter yang membantu menentukan orientasi mikro struktur molekul suatu bahan (N. Barakat and A.A. Hamza, 1990).

Penentuan indeks bias-ganda (*birefringence*) dilakukan sepanjang dan melintasi poros sampel, menggunakan teknik *two-beam interferometri* dengan alat *microscope polarisator*. Nilai-nilai *birefringence* ini untuk dibandingkan dengan parameter structural

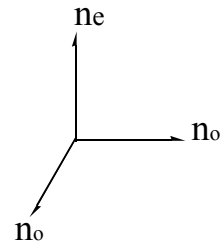
yang berpengaruh dari lingkungan. Parameter struktural yang digunakan untuk mengevaluasi hasil antara lain : kepadatan (*density*), kekristalan (*crystallinty*) dan fungsi orientasi yang merupakan fungsi waktu, kepolaran pelarut dan temperatur.

### C. Sifat mikrostruktur

Sifat mikrostruktur internal suatu bahan dipengaruhi oleh susunan atau pola tatanan molekul dan agregat (kumpulan partikel dari molekul-molekul tertentu) di dalam senyawa tersebut. Strukturnya dapat dibedakan sebagai phase isotropik (acak) dan phase anisotropik (teratur) yang meliputi konfigurasi *nematik* dan *smektik* tertentu, seperti ditunjukkan pada gambar 4.



Sumbu kuadran Phase Isotrope  
pemutaran sumber cahaya  $90^\circ$   
(birefringence,  $\Delta n < 0$ )



Sumbu kuadran Phase Anisotrope  
pemutaran sumber cahaya  $90^\circ$   
(birefringence,  $\Delta n > 0$ )



Susunan Acak



Nematik  
(struktur lamella)



Smektik

Gambar 4. Skema phase Isotropik (acak) dan Anisotropik (teratur)

Kondisi struktur mikro anisotropik memiliki indeks refraksi yang lebih kecil daripada kondisi struktur isotropik, hal ini berkaitan dengan keteraturan susunan molekul dan agregatnya yang memiliki kemampuan merefleksikan/memantulkan cahaya datang tanpa direduksi, sehingga energi cahaya yang dipantulkan memiliki indeks refraksi besar ( $n >$ ). Pada kondisi isotropik energi cahaya datang telah tereduksi oleh molekul/ agregat yang berserak tidak teratur, sehingga ketajaman pantulan cahaya menurun dengan indeks refraksi yang semakin kecil ( $n <$ ) sehingga berpengaruh pada  $\Delta n$ .

#### **D. 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 meruptelah daerah struktur (F) teramati per luasan (A) sampel, sehingga indeks refraksi dirumuskan sebagai berikut (R.J. Samuel's., 1974, dan A.A. Hamza and J. Sikorski. 1978):

$$n = n_L + (F/A)(\lambda/h)$$

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 adalah luas penampang-lintang total dan

$F$  adalah luas penampang lintang daerah analisis

$\lambda$  adalah panjang gelombang (dalam  $\mu\text{m}$ )

Struktur mikro yang memiliki sifat isotropik dengan indeks refraksi semakin besar memiliki perbedaan indeks refraksi antara indeks bias liquid dan indeks refraksi cahaya polarisator yang tinggi ( $\Delta n >$ ), sehingga menimbulkan efek birefringence semakin kuat.

Ketajaman efek birefringence ditentukan oleh perbedaan nilai indeks bias bahan dengan indeks refraksi cahaya mikroskop polarisasi yang ditunjukkan oleh persamaan berikut :

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

Dalam penelitian ini pengaruh sifat CTC antara tertiofena dengan TCNQ pada matriks silika terhadap indeks refraksinya telah didata melalui suatu percobaan menggunakan mikroskopi polarisasi (*micropolarisation*) sebagai nilai birefringence-nya. Sedangkan organisasi struktur mikro bahan yang dihasilkan (berupa keramik) telah dianalisis menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Small Angle X-Ray Scattering* (SAXS).

#### **E. Perlunya 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 ditempat lain. Hal



demikian memerlukan suatu perhatian tersendiri untuk selalu dicarikan penyelesaiannya oleh para ahli kimia, fisika dan matematik, walaupun telah tersedia tester pengontrol, namun sangat eksklusif dan hanya dimiliki oleh laboratorium tertentu.

Pemecahan permasalahan tersebut di atas, untuk 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 khusus. Oleh karenanya, pada pengamatan birefringence ini diperlukan ahli fisika teori dan fisika teknik.

#### **F. Faktor-faktor yang berpengaruh pada nilai birefringence**

Seperti telah disebutkan bahwa secara keseluruhan dari gambar yang telah dimanipulasi diatur sedemikian pada objek microscop polarisator, akan dapat diamati adanya interferensi dari dua berkas cahaya datang.

Faktor-faktor utama yang berpengaruh pada nilai birefringence adalah :

1. Pengaruh Kepadatan (*Density*) and Kekristalan (*Crystallinity*)
2. Pengaruh Purata Kepolaran Satuan Suatu Monomer
3. Pengaruh Refraktifitas Molar dan Daya Pantul Permukaan

Analisis sample secara langsung pada objek microscopy polarisator dapat digunakan untuk mengukur rata-rata indeks refraksi sampel keramik yang dihasilkan, berdasarkan rumusan sebagai persamaan (1) (A.A. Hamza and J. Sikorski. 1978):

$$n'' = n_L + (F''/A)(\lambda/h) \quad (1)$$

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.

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  $n_L$  dapat digunakan untuk menghitung kepolaran per satuan volume (*polarizabilities per unite volume*), sebagai parameter kepolaran optik  $P''$  dan  $P_L$ , dinyatakan sebagai persamaan (3) (A.A. Hamza and J. Sikorski. 1978) :

$$P'' = \frac{\epsilon}{4\pi} \left[ \frac{(n''^2 - 1)}{(n''^2 + 2)} \right] \quad (3)$$

Perumusan yang sama berlaku juga untuk  $P_L$ .

### **G.1. Pengaruh Kepadatan (*Density*) and Kekristalan (*Crystallinity*)**

Menurut de Vries et al. (H. De Vries, C. Bonnebat and J. Beautemps, 1977), hubungan antara kepadatan dan kekristalan dirumuskan sebagai persamaan (4) :

$$\rho \left[ \frac{(n''^2 - 1)}{(n''^2 + 2)} \right]^{-1} = C \quad (4)$$

Kerapatan atau densitas ( $\rho$ ) material keramik diasumsikan dipengaruhi faktor kepolaran (*polarizability factor*)  $(n^{n^2} - 1)/(n^{n^2} + 2)$ , konstan sehingga perlu adanya tetapan untuk material optik, yang diberikan simbol  $C$ . Hubungan densitas dengan parameter derajat kekristalan (*degree of crystallinity*,  $\chi$ , ) dinyatakan dengan persamaan (5)

$$\chi = \frac{(\rho - \rho_a)}{(\rho_c - \rho_a)} \quad (5)$$

Dimana  $\rho_c$  dan  $\rho_a$  adalah densitas kristal daerah kristalin dan non-kristalin.

## G.2. Pengaruh Purata Kepolaran Monomer Terhadap Sifat Bahan

Suatu polymer dengan kepadatan  $\rho$  dan berat molekul monomer  $M$ , memiliki satuan untuk menentukan banyaknya monomer tiap volume, sebagai persamaan (6)

$$N_m = \frac{(N_A \cdot \rho_a)}{M} \quad (6)$$

Dimana  $N_A$  adalah bilangan Avogadro  $6.02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$  dan  $M$  berat molekul.

Indeks refraksi polimer tergantung pada kepolaran total dari molekulnya, hal ini ditunjukkan oleh persamaan Lorentz–Lorenz sebagai persamaan (7)

$$\frac{(n^{n^2} - 1)}{(n^{n^2} + 2)} = \frac{N_m \cdot \alpha''}{3\psi_0} \quad (7)$$

Secara analog persamaan tersebut digunakan untuk perumusan  $\alpha_L$  ( $\alpha''$  dan  $\alpha_L$  masing-masing kepolaran satuan monomer atau *polarizabilities of monomer unit* yang parallel dan arah sejajar), sedang  $\psi_0$ , permetifitas empirik ruang bebas,  $8.85 \times 10^{-12} \text{ F m}^{-1}$ .

### G.3. Pengaruh Refraksi Molar dan Daya Pantul Permukaan

Hubungan Lorentz–Lorenz dengan kepolaran total (*total polarizability*) suatu molekul dinyatakan dengan indeks refraksi molar (*molar refractivity*  $R'$ ) pada persamaan (8).

$$\frac{(n^2 - 1) M}{(n^2 + 2) \rho} = \frac{4}{3} \pi N_A \alpha = R' \quad (8)$$

Dimana  $\bar{n}$  adalah rata-rata indeks refraksi (*isotropic refractive index*),  $\rho$  adalah densitas,  $N_A$  bilangan Avogadro,  $M$  berat molekul dan  $\alpha$ , purata kepolaran.

Daya pantul permukaan (*surface reflectivity*) suatu polimer dengan cahaya normal ditunjukkan dengan persamaan Fresnel, dan dengan mengetahui purata indeks refraksi (*refraction index*),  $\bar{n}^2$ , maka persentase refleksi (dalam udara) dapat dinyatakan dengan persamaan (9)

$$R = \left( \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right)^2 \times 100 \quad (9)$$

*Namun, pada pelaksanaan penelitian fundamental yang pertama kali ini hanya akan difokuskan untuk mempelajari dan mengkaji pengaruh CTC dari tertiofena dan TCNQ dalam kaitannya dengan struktur mikro dan sifat optik bahan yang dihasilkan, yaitu birefringence.*

### III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

Tujuan dari penelitian fundamental tentang *Pengaruh Charge Transfer Kompleks dari Tetracyanoquinodimethane (TCNQ) dan Tertiofena Terhadap Bahan Berpori Berbasis Silikon* ini dapat dirinci dalam tiga bagian utama, yaitu:

1. Mengetahui gejala bahan 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. Merumuskan suatu konsep dan teori tentang pengaruh karakteristik hubungan antara gejala *Charge Transfer Complexes (CTC)* dalam bahan keramik berpori mengandung precursor tertiofena dan  $\text{SiO}_2$ , sebagai deskripsi konseptual.
3. Mengumpulkan data-data daerah karakteristik annealing pada proses pemanasan (*sintering* atau *heating*), untuk acuan modifikasi pembuatan bahan baru dengan sifat sejenis.

Sedangkan manfaat penelitian ini lebih berarti sebagai bahan dasar untuk mengungkap permasalahan yang belum terjawab antara teori dan fakta, bahwa ada pengaruh struktur mikro, kristalinitas dan kepadatan molekul, serta dimodifikasi refraksi melalui pelarutan, terhadap sifat optis suatu bahan optik keramik yang mengandung oligotiofena. Data tersebut sebagai langkah awal yang mendasari suatu penelitian lanjut untuk mencari jawaban dan melakukan penelusuran 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.

#### **IV. METODE PENELITIAN**

##### **Bahan-bahan:**

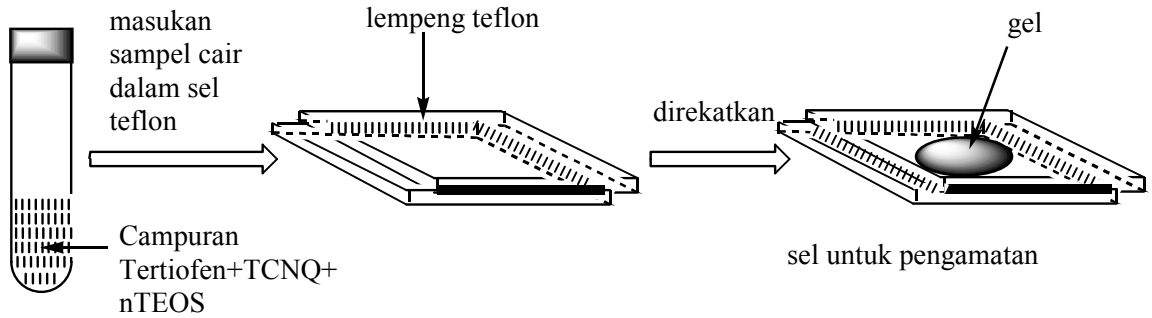
Bahan kimia yang digunakan: TMOS dan TEOS dari Aldrich, 1%  $\text{NH}_4\text{F}$  dalam  $\text{H}_2\text{O}$  sebagai katalisator dan 2,5-tertiofena, dimetilformamid (DMF) dan tetrahidrofurana (THF). Material dan peralatan : mikroskop polarisasi dan lem teflon non-silikon.

##### **Penyediaan sol-gels untuk pengamatan SEM, XRD dan SAXS.**

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, XRD dan SAXS.

##### **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, seperti ditunjukkan pada gambar 5 .

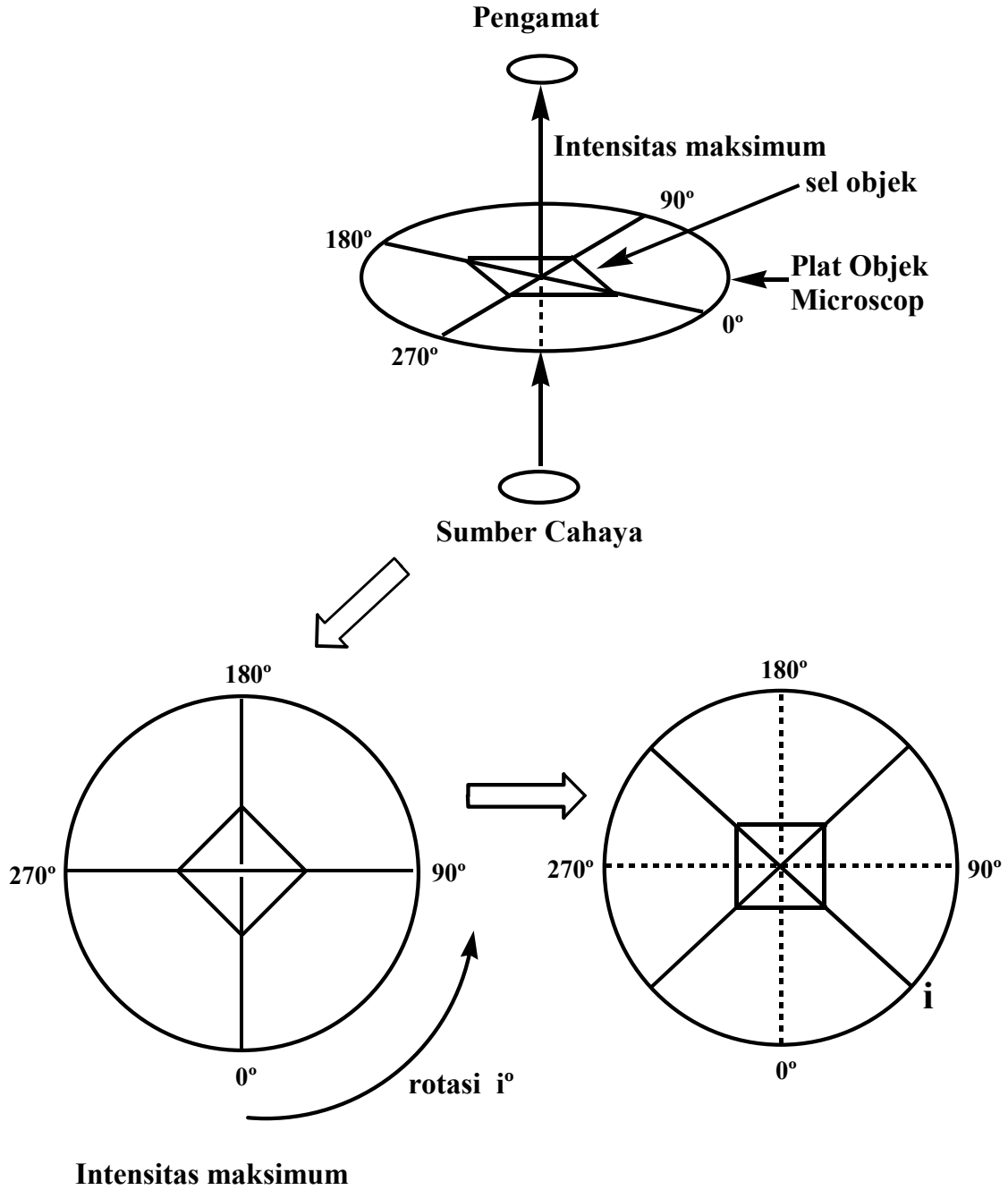


Gambar 5. Teknik preprasi sampel untuk penentuan sifat optic, birefringence

Kemudian gejala birefringence dapat diamati menggunakan mikroskop polarisator, dan mengatur pemutaran objek dengan kelipatan  $30^\circ$  mulai dari  $0^\circ$  hingga  $180^\circ$ .

Teknik pengamatan birefringence seperti ditunjukkan dalam skema gambar berikut di bawah ini, sedangkan keterangan penghitungan birefringence dengan konstanta  $C = 0,825$  untuk sumber cahaya lampu dalam ruang kedap cahaya, secara teknis seperti dijelaskan pada gambar 6.

Jika teramati perubahan ketajaman tampilan pada posisi putaran ( $i$ ) yaitu pada batas minimum  $a$  ( $i >$ ) dan batas maksimum  $b$  ( $i <$ ), maka posisi pengamatan disimbolkan sebagai ( $i_{obj}$ ) adalah sebesar  $(a + b)/2$ , sehingga nilai beda indeks bias ganda atau birefringence ( $\Delta n$ ) merupakan hasil kali antara  $i_{obj}$  dengan konstanta  $C = 0,825$  dan dibagi dengan ketebalan pori ( $\delta$ ) sampel seperti yang telah ditetapkan,  $16 \times 10^{-6} \mu m$ . Sehingga secara eksperimen nilai birefringence dirumuskan sebagai:  $\Delta n = (i_{obj} \times C) / \delta$ .



Gambar 6. Skema metode *Two-beam interference* untuk pengamatan birefringence

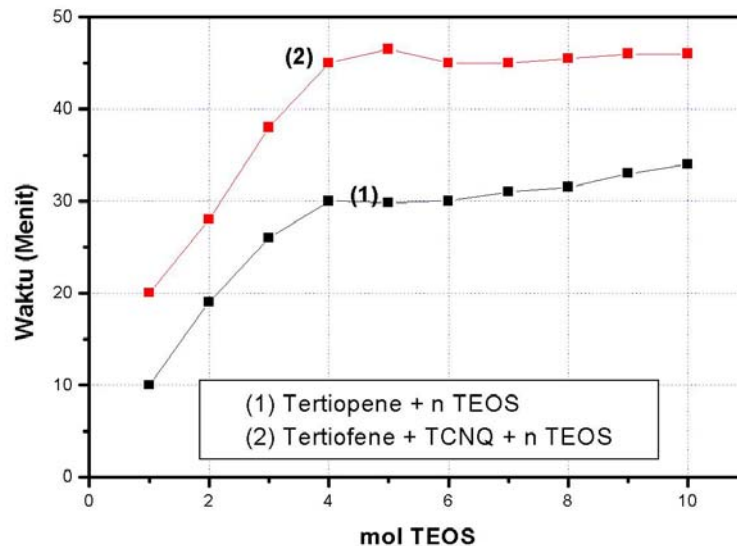


## V. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 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 temperatur 60 °C.

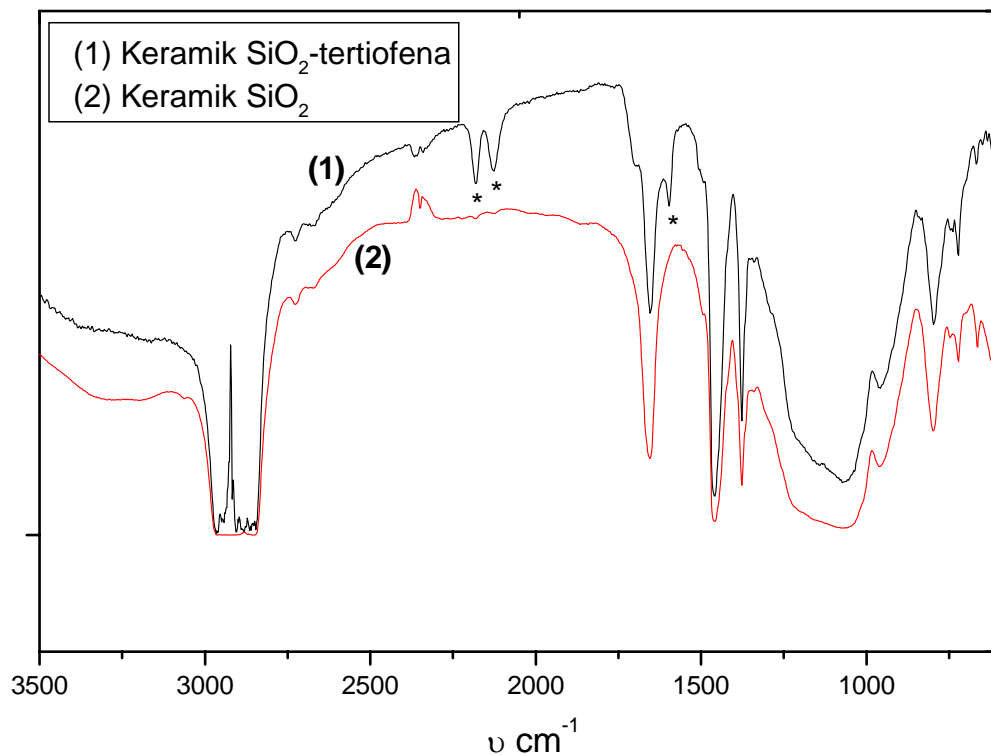
Dalam tabung kedua TCNQ dilarutkan dalam DMF pada suhu-kamar, kemudian ditambahkan pada tertiofena dan TEOS dengan variasi perbandingan mol sebagai ; ( a ) 1: 4, ( b ) 1: 6, ( c ) 1: 8, dan ( d ) 1 : 10 dan katalisator 1%  $\text{NH}_4\text{F}$ , untuk kemudian dilakukan gelifikasi dalam bak olefin yang sama pada temperatur 60 °C. Data waktu terbentuknya gel (*gelification time*), sebagai ditunjukkan dalam gambar 7.



Gambar 7. Hubungan jumlah mol TEOS versus waktu pembentukan gel (t)

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

Gambar 8, 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).



Gambar 8. Spektra FTIR terjadinya CTC pada keramik SiO<sub>2</sub> yang mengandung tertiofena

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.

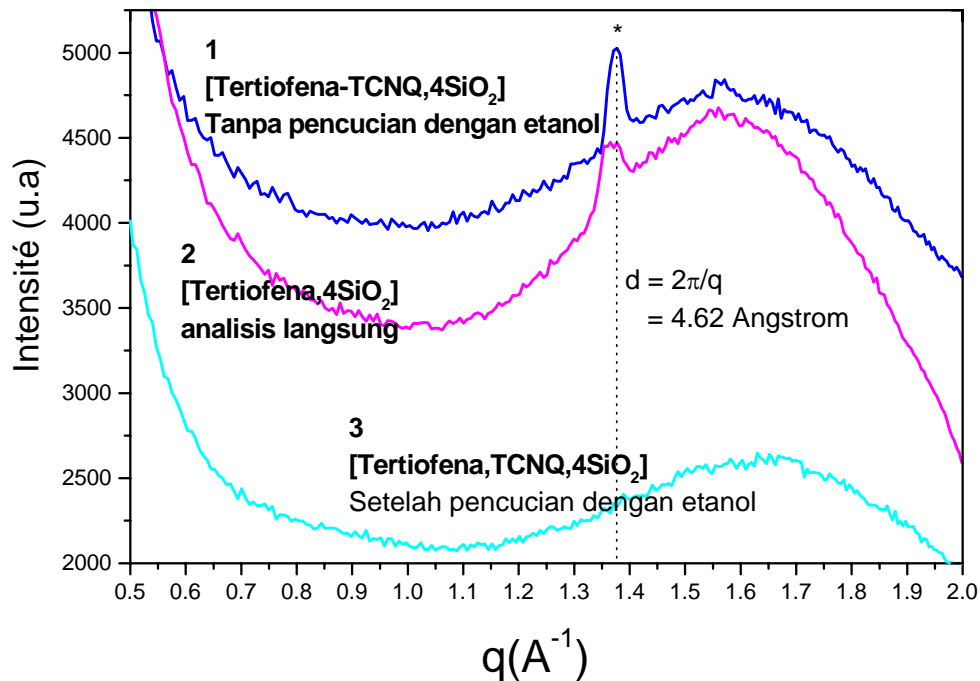
Cara ini ditempuh juga sebagai alternatif menghadirkan data pendukung tentang terjadinya CTC yang menimbulkan vibrasi rapatan dan rengangan (*stretching*) serta vibrasi putaran (*rocking*) dan gunting (*twisting*) yang muncul sebagai *overtone* pendukung.

### **C. Pengaruh CTC dengan struktur mikro : Kajian difraktogram SAXS**

Gambar 9, menunjukkan munculnya puncak tajam dalam difraktogram SAXS pada posisi sudut refraksi  $\Theta$  tertentu dengan jarak antara lapisan ( $d$ ) = 4.6 Å. Sedangkan tanpa adanya TCNQ, bahan berupa amorph dan tidak beraturan (*disorder*), ditandai dengan hilangnya puncak karakteristik setelah material tersebut dicuci dengan pelarut organik polar, aseton (Kancono, W.E. Douglas, and R.J.P. Corriu, 2000).

Kajian tentang pengaruh TCNQ terhadap struktur mikro bahan keramik berpori yang mengandung *2,3-bis(trimetoksisilyl)tertiofena* telah dilakukan dengan menggunakan analisis EDX –SEM dan dapat ditunjukkan bahwa dengan adanya TCNQ telah terbentuk CTC yang menimbulkan efek agregat gumpalan yang lebih besar berdiameter 10µm, sedangkan tanpa TCNQ gumpalan atau bulatan menjadi lebih kecil (< 5µm). Kajian tentang pengaruh TCNQ terhadap struktur mikro tersebut juga telah pernah dilakukan

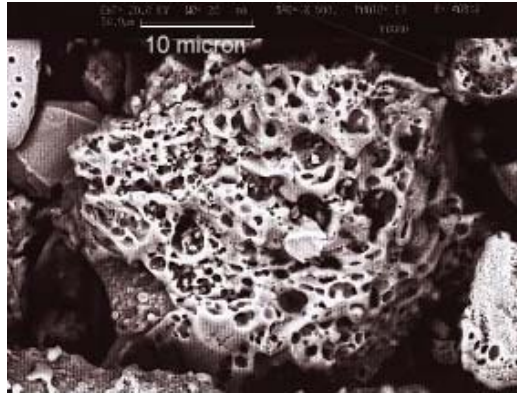
dengan analisis SAXS. Adanya TCNQ telah memberikan pengaruh pada organisasi padatan amorph dengan struktur mikro dan membentuk konfigurasi gugus organik dengan susunan *lamella*.



Gambar 9. Analisis diffraktogram SAXS adanya puncak tajam CTC pada  $d = 4,62$  A

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

Analisis gambar SEM menunjukkan bahwa morfologi material keramik yang telah terbentuk (Tertiofena + TCNQ + n TEOS) memiliki suatu agregat dengan diameter 10 sampai dengan 20 microm, dengan adanya TCNQ, seperti ditunjukkan pada gambar 10. Sedangkan pada sampel yang tidak mengandung TCNQ agregat ini tidak ditemukan.



Gambar 10. Agregat yang terjadi karena pengaruh adanya TCNQ dalam sampel

#### **E. 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 diantara dua lempeng Teflon yang telah disiapkan dengan ketebalan tertentu, masing-masing ( $\delta = 15 \times 10^{-6} \mu\text{m}$ ), preparat ini disebut objek microinterferograms. Penggunaan Teflon dimaksudkan untuk mengeliminasi pengaruh pantulan berkas cahaya yang mengenai permukaan objek. Sehingga dapat meminimalisir kesalahan teknis penentuan birefringence. Pengamatan menggunakan microscope interferensi dua berkas (*two-beam polarising interference microscope*), adalah alat yang telah didesain khusus oleh Pluta dengan menggunakan dua sudut elevasi cahaya masuk.

Cara pertapenentuan birefringence secara langsung dari microinterferograms yang diperoleh dengan menduplikasi gambar yang di dapat, kemudian dihitung secara matematis dengan rumus (1) dan (2).

Cara kedua adalah penentuan perbedaan birefringence dengan nilai-nilai dari indeks bias

yang diperoleh melalui pengamatan sepanjang sumbu dan menyeberangi poros objek microinterferogram.

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

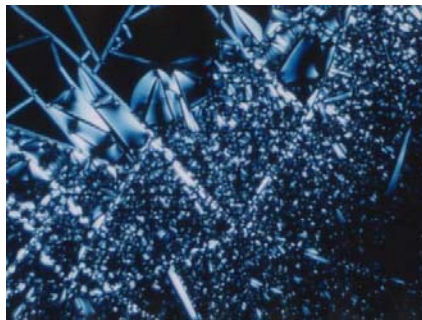
Table 1. Waktu annealing (t) , indeks refraksi n dan  $n_L$  serta nilai birefringence-nya

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	$0,8 \times 10^{-3}$

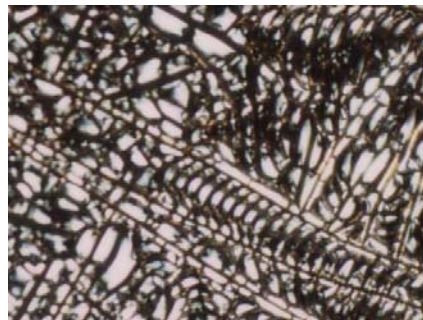
Kajian terdahulu, menyatakan bahwa ada hubungan antara gejala birefringence dengan struktur molekul yang memiliki simetri sumbu (*axial symetri*), sehingga menghasilkan kecenderungan rantai polimer tersusun parallel antara satu dengan lainnya, yang diperoleh dalam proses preparasinya.

## F. Pengaruh CTC terhadap birefringence

Gejala birefringence dipelajari menggunakan mikroskop polarisator, dimana cahaya datang dapat diatur intensitasnya menggunakan alat pengatur tertentu sehingga sesuai dengan standard untuk perlakuan pada kondisi ruang dan cuaca tertentu. Meja objek diatur sedemikian sehingga objek dapat dilakukan pemutaran hingga  $360^\circ$ . Sampel yang berupa cairan dalam pelarut DMF ataupun THF disuntikan dalam sel Teflon yang berpori atau jarak antar teflon  $15 \times 10^{-6}$  m.

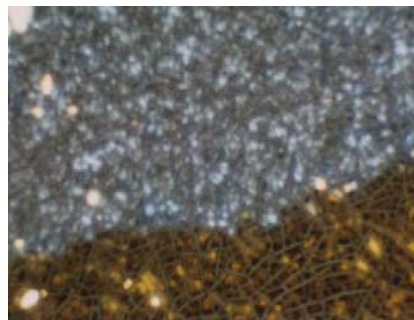


Tertiofene + SiO<sub>2</sub> (1 : 4)  
( $\Delta n = 7 \times 10^{-3}$ )

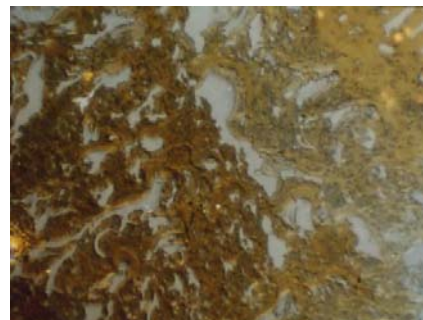


Tertiofene + SiO<sub>2</sub> (1 : 8)  
 $\Delta n = 5 \times 10^{-3}$

Gambar 11. 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)  
( $\Delta n = 3.0 \times 10^{-3}$ )

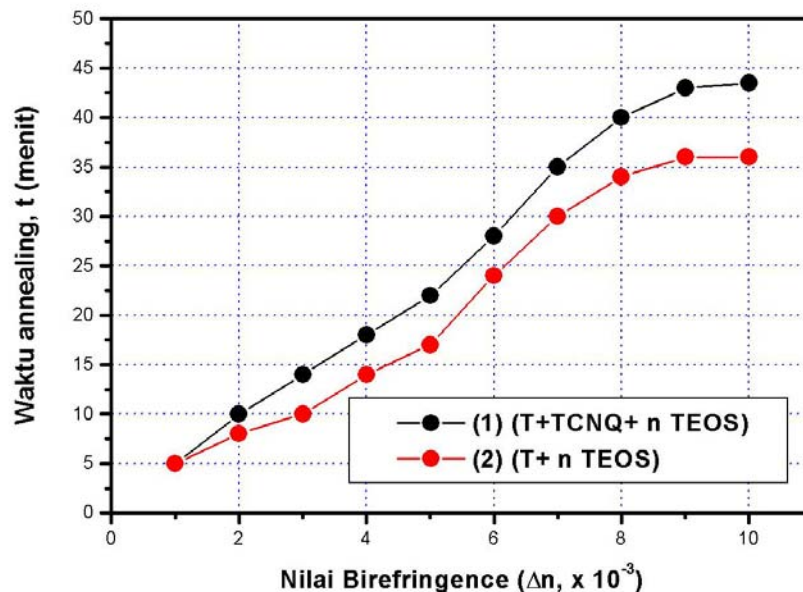


Tertiofene + TCNQ + SiO<sub>2</sub> (1 : 1: 8)  
( $\Delta n = 1.0 \times 10^{-3}$ )

Gambar 12. Keramik dengan adanya CTC (a) Tampilan adanya CTC dalam matriks sistem keramik SiO<sub>2</sub> – tertiofena  
(b) Berkurangnya nilai birefringence

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 11 dan 12 (Kancono and H.B Senin. 2006 dan 2007).

Pengaruh lain adalah adanya orientasi rantai yang menyebabkan meningkatnya waktu annealing dan waktu pelarutan dalam DMF, sehingga mempengaruhi naiknya nilai birefringence. Pada gambar 13 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 13. Hubungan antara waktu annealing dan Nilai birefringence



## VI. KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

Penelitian ini telah menghasilkan suatu simpulan sebagai berikut :

1. Gejala Perpindahan Muatan Kompleks (*Charge Transfer Complexes* = CTC) dapat sisipkan dalam nanomaterials yang disediakan melalui proses cohydrolysis-copolymerisasi senyawa tiofena dengan TMOS atau TEOS dengan adanya *tetracyanoquinodimethane* (TCNQ). 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. Ditemukan ada korelasi signifikan antara waktu annealing pembentukan gel dalam pelarut DMF hingga terbentuknya padatan keramik optik. Hal ini telah dikaji dari struktur mikronya, bahwa dengan adanya CTC (TCNQ) muncul puncak tajam pada difraktrogram SAXS dengan  $d = 4,62$  Angstrom. Sedangkan setelah pencucian dengan etanol pada material yang sama, puncak ini turun intensitasnya. Hal ini menunjukkan adanya TCNQ yang lepas dari struktur lamellarnya. Demikian juga melalui kajian morfologi foto EDX-SEM bahwa material yang mengalami CTC membentuk agregat dengan diameter 10 – 20 micron. Hasil penelitian terdahulu menunjukkan agregat ini kaya dengan silisium. Semua gejala tersebut menunjukkan adanya pengaruh CTC dari TCNQ dalam mendukung pembentukan nanostruktur pada bahan yang dihasilkan.

3. 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 kajian SAX untuk mempelajari organisasi struktur bahan keramik yang mengalami gejala CTC dari tiofena dan TCNQ, dapat ditunjukkan munculnya struktur kristalin, semi kristalin dan amorph, Hal ini ditunjukkan pada gambar 9., adanya puncak tajam pada  $d = 4,62$  Angstrom, yang diidentifikasi sebagai bentuk kristalin karena pengaruh CTC, kemudian menurun menjadi semakin tumpul karena pengaruh CTC dihilangkan, yang diindikasikan sebagai semi-kristalin dan pada kurve yang tumpul menunjukkan bentuk amorph, dimana sama sekali tidak terdapat gejala CTC.

Daerah annealing pembentukan material CTC ini ditunjukkan pada table 13, bahwa pada waktu annealing diatas 40 menit, nilai birefringence menunjukkan posisi paling tinggi.

Aspek birefringence ( $\Delta n$ ), dapat dikaitkan dengan morfologi, tekstur, dan mikrostruktur bahan, sehingga dapat diartikan bahwa dengan meningkatnya waktu annealing, maka nilai birefringence menjadi meningkatnya. Dapat disimpulkan bahwa ada suatu korelasi nyata antar indeks-refraksi keadaan mikro struktur yang mempengaruhi birefringence.

## **B. Saran-saran**

1. Suatu metoda *two-beam interferometric* telah dilakukan untuk penentuan indeks bias-ganda dan orientasi yang molecular mikro strukturnya, namun perlu diperhatikan adanya faktor-faktor pengamatan dan kesalahan perlakuan manusia (paralak), sehingga pengukuran tidak akurat.
2. Perlu dipertimbangkan adanya pengaruh pelarut DMF, karena menunjukkan adanya gejala yang dimungkinkan berkontribusi pada orientasi mikrostruktur pada proses pembentukan sol-gel, seperti yang telah ditunjukkan pada gambar SEM maupun difraktogram SAXS.
3. Penelitian ini baru merupakan langkah awal untuk mengungkap gejala CTC dalam material berpori berbasis silicon. Beberapa hal yang masih perlu dikaji lebih jauh 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 waktu annealing, perlakuan dalam pencetakan dan pemanasan (*thermal mechanical*).

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis dengan ini mengucapkan terima kasih yang tak terhingga kepada Professor Dr. R.J.P. Corriu dan Dr. William Douglas (Division Heterochimie et Catalist, Universite de Montpellier II, France) yang telah banyak memberikan arahan dan nasehat dalam mengawali bagian penelitian ini melalui email pribadi maupun email group alumni *Chimie Moleculaire de Elaboration du Solide, Universite Technologie Languedoc-Rousillon, Montpellier, France*.

Tidak lupa pula disampaikan banyak terima kasih atas partisipasi dan diskusi yang panjang lebar untuk beberapa permasalahan penelitian ini kepada Professor Dr. Senin Bin Hasan (*almarhum*) dari Jabatan Sains Fisik, Universiti Malaysia Terengganu (UMT), Kuala Terengganu.

## DAFTAR PUSTAKA

- R.J. Samuel's. 1974. *Structured Polymer Properties*, Wiley, New York
- R.G. Matthews, A. Ajji, M.M. Dumoulin and R.E. Prud'homme. 1999. *Polym. Eng. Sci.* **39** 12, p. 2377.
- F. Decandi, V. Vittoria and A. Peterlin. 1985. *J. Polym. Sci. Polym. Phys. Edn.* **23**, p. 1217.
- 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
- J.H. Dumbleton, J.B. Bell and T. Murayama (1968) *J. Appl. Polym. Sci.* **12**, p. 2491
- N. Barakat and A.A. Hamza (1990). *Interferometry of Fibrous Materials*, Hilger, London.
- A.A. Hamza and J. Sikorski. 1978. *J. Microscopy* **113**, p. 15.
- D.A.A. Hemsley. 1989. In: *Applied Polymer Light Microscopy*, Elsevier, London, p. 193.
- M. Pluta. *Opt. Acta* **18** (1971), p. 661
- H. De Vries, C. Bonnebat and J. Beautemps. *J. Polym. Sci. Polym. Symp.* **58** (1977), p. 109.
- Corriu, R. J. P.; Young, J. C. 1989. *Chapter 20 in The Chemistry of Organic Silicon Compounds*; Wiley: New York
- 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. "Preparation and Studies of Charge-Transfer Complex of Xerogel Organic-Inorganic Hybrids of Terthiophene with Present of TCNQ, *In Proceeding 5<sup>th</sup> ISSM*; Ed.; ISTECS - EUROPE & PPI Prancis: Paris, pp 260-263.

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(trimethoxy-silyl)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, W.E. Douglas and R.J.P. Corriu. 2002. "Oligothiophene / TCNQ Charge Transfer Complexes in Organic-Inorganic Hybrids Materials: Influence of TCNQ in Gel Structure", *Dissertation Published by: Atelier National de Reproduction de These (ANRT)*, Grenoble, France.

Kancono, N and H.B. Senin, 2006. Gelification Effects on The Structure and Birefringence of Charge Transfer Complexes Terthiophene 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 Proceedings 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

## LAMPIRAN

### BIOGRAFI/DAFTAR RIWAYAT HIDUP PENELITI I

1. Nama Lengkap dan Gelar : Dr. Kancono, M.Si
2. Tempat dan Tanggal Lahir : Cilacap, 26 Desember 1959
3. Instansi : FKIP/ Universitas Bengkulu
4. Alamat Instansi : Jurusan Pend. MIPA,  
Prodi. Pend. Kimia,  
Gedung Dekanat FKIP,  
Universitas Bengkulu
5. Fakultas/Jurusan/Program Studi : FKIP/Jur. P. MIPA/Pendidikan Kimia
6. Pangkat/Golongan/NIP : Pembina/IV a/ 131669152
7. Bidang Keahlian : Kimia Anorganik dan Kimia Bahan
8. Sejarah Pendidikan : 1) S1- IKIP Yogyakarta, 1985  
2) S2- UGM Yogyakarta, 1994  
3) S3-Universite Montpellier II,  
Prancis, 2001
9. Kedudukan dalam tim : Peneliti Utama

### Publikasi Ilmiah

Kancono; W.E. Douglas, and R.J.P. Corriu, 2000. "Preparation and Studies of Charge-Transfer Complex of Xerogel Organic-Inorganic Hybrids of Terthiophene with Present of TCNQ, *In Proceeding 5<sup>th</sup> ISSM*; Ed.; ISTECS - EUROPE & PPI Prancis: Paris, pp 260-263.

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(trimethoxy-silyl)oligothiophene", *In Proceeding Second International Inorganic Materials*; Ed.: Elsevier, University of California, Santa Barbara, pp 131-132.

Kancono, W.E. Douglas and R.J.P. Corriu. 2002. "Oligothiophene / TCNQ Charge Transfer Complexes in Organic-Inorganic Hybrids Materials: Influence of TCNQ in Gel Structure", *Dissertation Published by: Atelier National de Reproduction de These (ANRT)*, Grenoble, France.

Kancono, N and H.B. Senin, 2006. Gelification Effects on The Structure and Birefringence of Charge Transfer Complexes Tertiope 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 Proceedings 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

## DAFTAR RIWAYAT HIDUP ANGGOTA PENELITI

1. Nama Lengkap dan Gelar : **Rina Elvina, S.Si, M.Si**
2. Tempat dan Tanggal Lahir : Bukittinggi, 12 Mei 1975
3. Instansi : FKIP/ Universitas Bengkulu
4. Alamat Instansi : Jurusan Pend. MIPA, Prodi. Pend. Kimia,  
Gedung Dekanat FKIP,  
Universitas Bengkulu
5. Fakultas/Jurusan/Program Studi : FKIP/Jur. P. MIPA/Pendidikan Kimia
6. Pangkat/Golongan/NIP : Asisten Ahli/III b/ 131669152
7. Bidang Keahlian : Kimia Fisika
8. Sejarah Pendidikan : 1) S1- Kimia UNAND, Padang  
2) S2- Kimia, ITB, Bandung
  
9. Kedudukan dalam tim : Anggota Peneliti

**Publikasi Ilmiah:** *(dalam 5 tahun terakhir)*

*(Belum terdokumentasi)*