

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 HASIL X-RAY DIFFRACTOMETER (XRD)

Untuk menentukan besar kristalit dari unsur penyusun utama *layer* oksida DSSC maka dilakukan pengujian XRD. Pengujian dilakukan untuk material ZnO, TiO<sub>2</sub> Merck, dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25. Besarnya nilai kristalit dari unsur penyusun *layer* oksida tersebut selanjutnya akan dibandingkan dengan nilai voltase yang dihasilkan oleh masing-masing unsur.

Untuk mengukur besar kristalit, dari hasil grafik XRD masing-masing unsur tersebut, diambil 5–7 titik puncak (*peak*) tertinggi. Dengan menggunakan program *peakfit* didapatkan nilai *full width at half maximum* (FWHM) atau lebar penuh dari setengah tinggi maximum. Nilai FWHM adalah besar *broadening* total atau pelebaran total dari kristalit, yang merupakan gabungan dari pelebaran kristal, pelebaran regangan, dan pelebaran instrumen. Maka untuk menghilangkan faktor pelebaran instrumen, selanjutnya nilai tersebut dimasukkan ke dalam persamaan pelebaran:

$$Br^2 = B_{total} - B_{instrumen} \quad (4.1)$$

Nilai di atas digunakan untuk tipikal respon difraksi Gaussian. Nilai  $B_{instrumen}$  di dapat dari hasil XRD TiO<sub>2</sub> Merck *anneal*. Hal ini dimaksudkan untuk mengurangi penyimpangan nilai karena kesalahan alat. Dengan menggunakan TiO<sub>2</sub> Merck *anneal*, diharapkan kristalit yang cukup besar mampu mendifraksi keseluruhan sinar-X yang ditembakkan oleh mesin XRD. Adanya nilai *broadening* dari sampel TiO<sub>2</sub> *anneal* menunjukkan penyimpangan akibat alat.

Selanjutnya nilai  $Br$  dimasukkan ke dalam diagram *scatter* sebagai X-axis, sedangkan  $\sin\theta$  sebagai Y-axis. Dengan menggunakan interpolasi, nilai konstanta

(c) dari persamaan pada diagram *scatter* diperoleh. Konstanta ini digunakan untuk menghitung besar kristalit ( $t$ ) dengan rumus Scherrer:

$$t = \frac{k\lambda}{c} \quad (4.2)$$

dimana  $k$  adalah tetapan Scherrer sebesar 0.89 dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang dari sinar-X sebesar 1.54056 Å atau 0.154056 nm. Hasil pengukuran tetapan pelebaran instrumen ( $B_{instrumen}$ ) menggunakan TiO<sub>2</sub> yang dilakukan proses *anneal* ditunjukkan oleh Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Hasil pengolahan data pelebaran difraksi instrumen

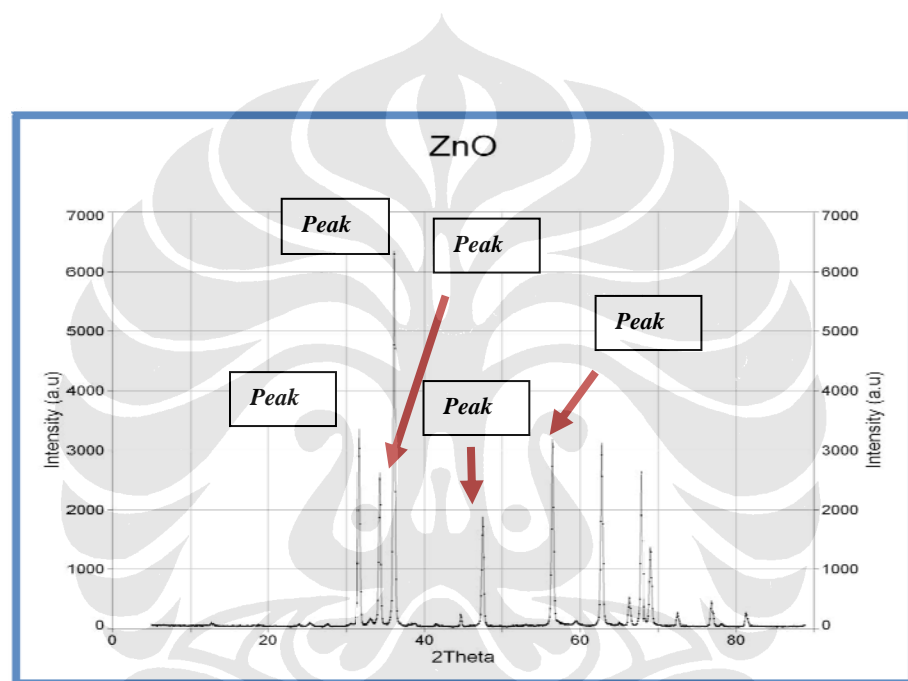
Peak	2θ	Bins (derajat)	Bins (radian)	Bins <sup>2</sup>
1	25.42	0.17174433	0.002997	8.98201E-06
2	48.14	0.18065117	0.003153	9.94141E-06
3	37.91	0.19925136	0.003478	1.20965E-05
4	53.98	0.16312872	0.002847	8.10541E-06
5	55.16	0.16583788	0.002894	8.37524E-06
6	62.77	0.16163445	0.002821	7.95804E-06
7	75.13	0.17377974	0.003033	9.19909E-06
8	68.84	0.16044641	0.0028	0.00000784
9	70.37	0.16628056	0.002902	8.4216E-06

Dari hasil nilai  $B_{instrumen}$  di atas, untuk pengolahan data pada TiO<sub>2</sub> Merck dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25 digunakan nilai  $B_{instrumen}$  yang sesuai dengan tiap *peak*, sedangkan untuk ZnO digunakan nilai rata-rata  $B_{instrumen}$ :

$$B_{instrumen} = \frac{\Sigma B_{instrumen}}{\Sigma data} = 8.99103E-06$$

#### 4.1.1 Hasil Pengukuran Besar Kristalit ZnO

Pada percobaan yang dilakukan, material ZnO digunakan sebagai material dasar *layer* oksida. Jenis dan banyaknya ZnO yang digunakan sama dalam setiap komposisi. Hal ini dimaksudkan agar pengaruh pengisian dari variabel TiO<sub>2</sub> Merck dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25 dapat diukur terhadap suatu basis yang stabil. Hasil grafik XRD material ZnO diilustrasikan pada Gambar 4.1.



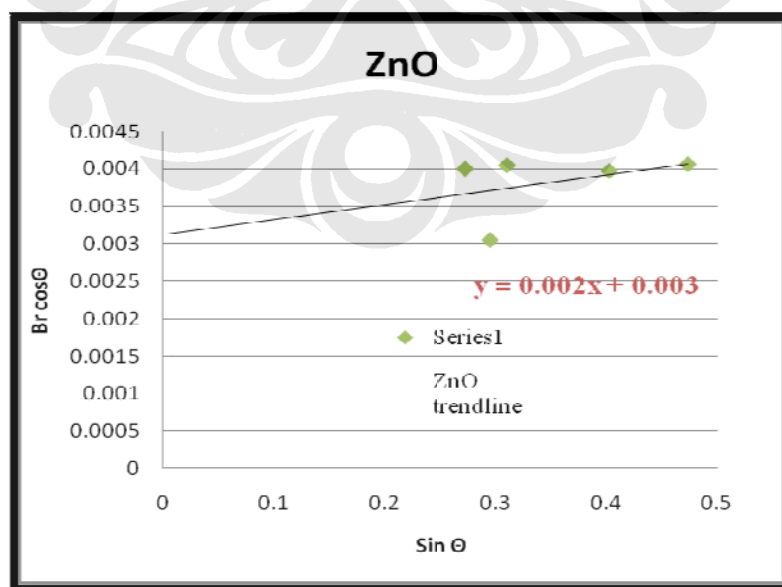
**Gambar 4.1** Hasil XRD ZnO

Dari grafik hasil XRD diambil lima puncak (*peak*) tertinggi sebagaimana ditunjukkan pada gambar 4.1 di atas. Kemudian dilakukan pengolahan data untuk mendapatkan besar kristalit dari material ZnO. Nilai pelebaran instrumen yang digunakan adalah pelebaran instrumen rata-rata, hal ini dikarenakan material uji dan material *anneal* yang digunakan berbeda. Kemudian kelima puncak difraksi yang digunakan dibuat grafik *scatter*, selanjutnya dari hasil interpolasi didapatkan nilai konstanta untuk menghitung besar kristalit dengan persamaan (4.2).

Besarnya nilai kristalit ZnO digunakan sebagai dasar pembandingan terhadap besar kristalit TiO<sub>2</sub> Merck dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25. Hal inilah yang dijadikan acuan terhadap pengaruh voltase yang dihasilkan. Tabel hasil pengolahan data pelebaran (*broadening*) difraksi ZnO menggunakan rumus Scherrer dapat dilihat pada Tabel 4.2 sedangkan hasil grafik interpolasi diilustrasikan pada Gambar 4.2.

**Tabel 4.2** Hasil pengolahan data pelebaran ZnO

Peak	B (derajat)	B (rad)	Br	Cos $\Theta$	Sin $\Theta$	Br cos $\theta$
36.13	0.2983699	0.005208	1.81274 $\times 10^{-5}$	0.9507	0.3101	0.004048
31.64	0.29376224	0.005127	1.72963 $\times 10^{-5}$	0.9622	0.2726	0.004001
56.49	0.31512846	0.0055	2.12593 $\times 10^{-5}$	0.8809	0.4733	0.004062
34.31	0.25076347	0.004377	1.0164 $\times 10^{-5}$	0.9555	0.295	0.003046
47.43	0.30211057	0.005273	1.88116 $\times 10^{-5}$	0.9155	0.4023	0.003971



**Gambar 4.2** Grafik interpolasi ZnO

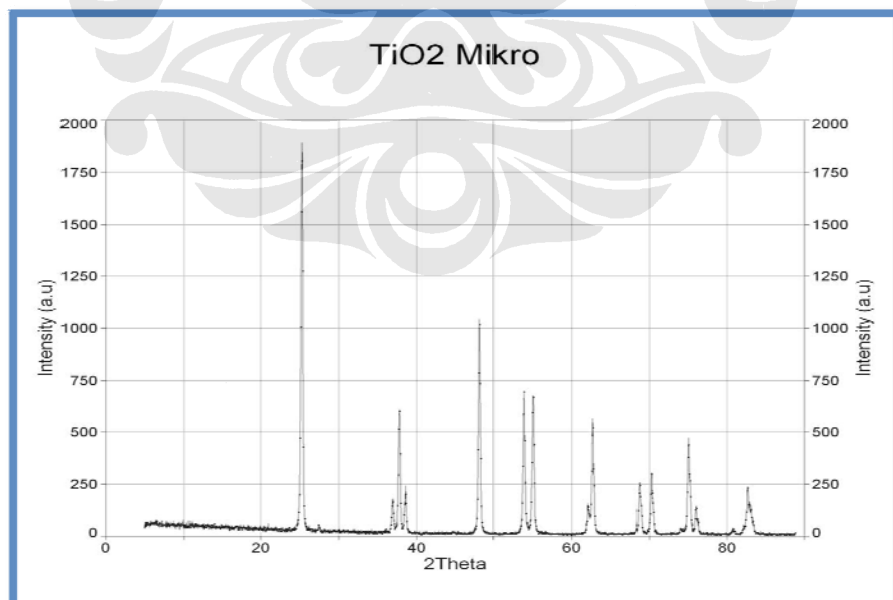
Dengan memasukkan konstanta hasil interpolasi ke dalam rumus Scherrer didapatkan nilai kristalit:

$$\text{— } 45.7 \text{ nm}$$

nilai ini selanjutnya akan dibandingkan dengan ukuran kristalit TiO<sub>2</sub> Merck dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25.

#### 4.1.2 Hasil Pengukuran Besar Kristalit TiO<sub>2</sub> Merck

Untuk membuktikan bahwa penurunan voltase DSSC dengan pengisian TiO<sub>2</sub> Merck disebabkan oleh ukuran kristalitnya yang besar, maka uji XRD dilakukan. Grafik hasil uji XRD TiO<sub>2</sub> Merck ditunjukkan oleh Gambar 4.3.

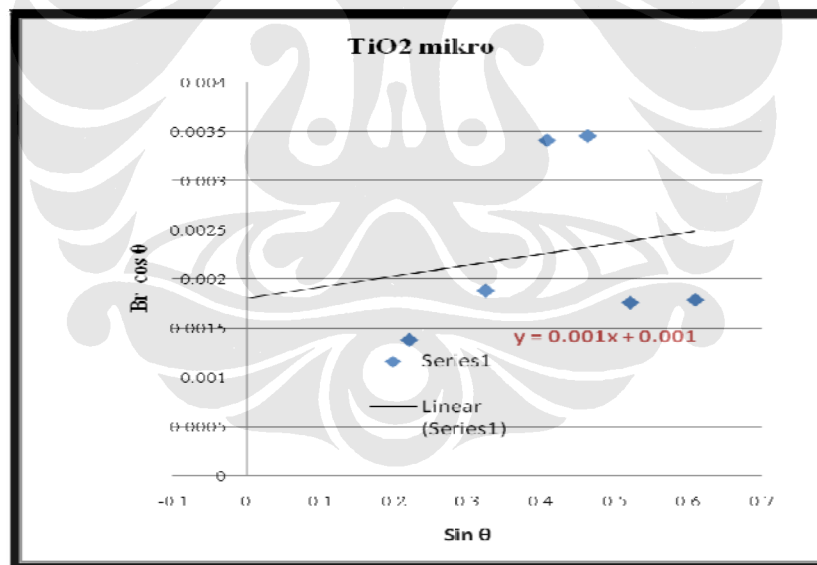


**Gambar 4.3** Hasil XRD TiO<sub>2</sub> Merck

Hasil dari perhitungan besar pelebaran pada TiO<sub>2</sub> Merck diperlihatkan pada Tabel 4.3 dan Grafik interpolasi diperlihatkan pada Gambar 4.4.

**Tabel 4.3** Tabel data pelebaran TiO<sub>2</sub> Merck

Peak	B (derajat)	B (rad)	Br	cos $\theta$	Sin $\theta$	Br cos $\theta$
25.33	0.19000875	0.003316	0.00142	0.97567	0.2192502	0.001385
48.05	0.28007223	0.004888	0.00374	0.91337	0.4071352	0.003412
37.82	0.22969858	0.004009	0.00199	0.94603	0.3240825	0.001886
55.07	0.27822028	0.004856	0.0039	0.88672	0.4623001	0.003458
62.72	0.20035687	0.003497	0.00207	0.85391	0.5204136	0.001765
75.04	0.21670417	0.003782	0.00226	0.79314	0.6090383	0.001792



**Gambar 4.4** Grafik interpolasi TiO<sub>2</sub> Merck

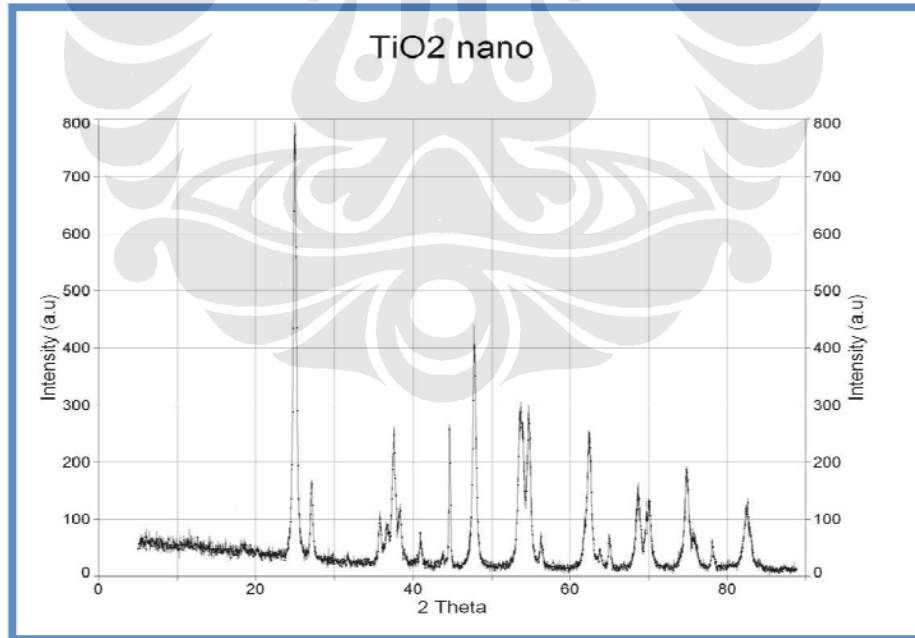
Dengan memasukkan nilai konstanta ( $c$ ) yang didapat dari hasil interpolasi pelebaran difraksi puncak ke dalam persamaan Scherrer, didapatkan besar kristalit:

— 137.1 nm

Jika dibandingkan dengan besar kristali dari ZnO, besar kristalit dari TiO<sub>2</sub> Merck jauh lebih besar. Hal ini sesuai dengan hipotesis awal yaitu, semakin kecilnya voltase yang dihasilkan oleh DSSC dengan tingkat pengisian TiO<sub>2</sub> Merck antara lain disebabkan oleh ukuran kristalitnya yang besar.

#### 4.1.3 Hasil Pengukuran Besar Kristalit TiO<sub>2</sub> Degussa P25

Untuk membuktikan bahwa kenaikan voltase pada DSSC dengan variabel TiO<sub>2</sub> Degussa P25 diakibatkan oleh kristalitnya yang kecil, maka dilakukan juga uji XRD. Grafik hasil XRD TiO<sub>2</sub> Degussa P25 ditunjukkan oleh gambar 4.5.

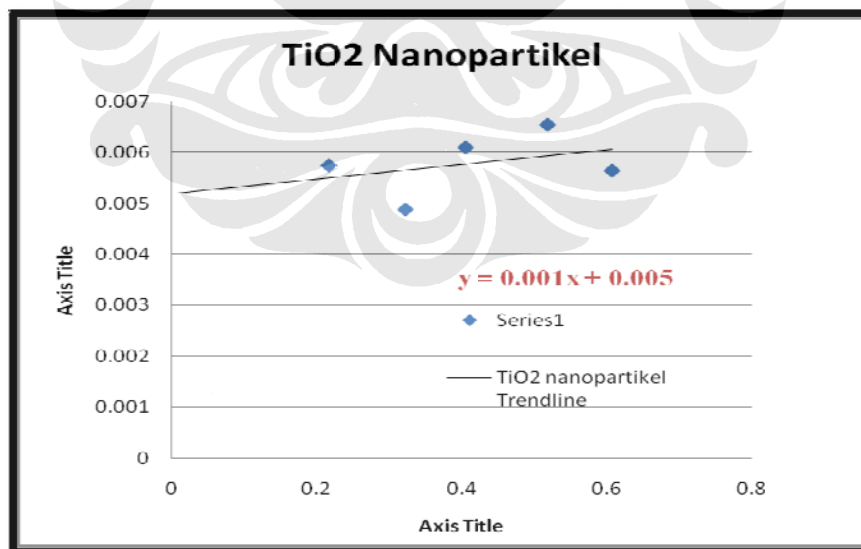


**Gambar 4.5** Hasil XRD TiO<sub>2</sub> Degussa P25 (Degussa P25)

Pada pengolahan data TiO<sub>2</sub> nanopartikel,  $Br_{instrumen}$  instrumen yang digunakan disesuaikan dengan tiap puncak difraksi yang sebanding dengan TiO<sub>2</sub> *anneal*. Data hasil pengolahan besar pelebaran difraksi kristalit TiO<sub>2</sub> Degussa P25 ditunjukkan oleh Tabel 4.4 dan grafik interpolasi diilustrasikan oleh Gambar 4.6.

**Tabel 4.4** Tabel data pelebaran TiO<sub>2</sub> Degussa P25

Peak	B deg	B rad	Br	cos $\theta$	sin $\theta$	Br cos $\theta$
25.007	0.37832	0.0066	0.00588	0.9762828	0.2164993	0.005744
47.7471	0.42244	0.00737	0.00666	0.9144411	0.4047191	0.0060945
37.5701	0.35651	0.00622	0.00516	0.9467333	0.3220186	0.0048847
62.5215	0.46705	0.00815	0.00765	0.8548147	0.5189334	0.0065376
74.8325	0.44266	0.00773	0.00711	0.7942422	0.6076013	0.0056437



**Gambar 4.6** Grafik interpolasi TiO<sub>2</sub> Degussa P25



Dari nilai konstanta yang didapat dari grafik interpolasi maka didapatkan besar kristalit:

$$t = \frac{k\lambda}{c} = 27.42 \text{ nm}$$

## 4.2 PENGAMATAN VISUAL

### 4.2.1 Pencampuran Pasta *Layer* Oksida

Pada Gambar 4.7 di bawah, menunjukkan serbuk dari ZnO, TiO<sub>2</sub> Merck, dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25 sebelum dibuat pasta *layer* oksida.



**Gambar 4.7** Dari kiri ke kanan menunjukkan bubuk ZnO, TiO<sub>2</sub> Merck, dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25

Pada proses pembuatan *layer* oksida ZnO, 3 gr bubuk ZnO dicampur dengan 5 ml CH<sub>3</sub>COOH pH 3. Setelah CH<sub>3</sub>COOH ditambahkan perlahan ke dalam ZnO sambil dilumpang, hasilnya menunjukkan pasta ZnO yang cukup encer dan berwarna putih.

*Layer* TiO<sub>2</sub> Merck partikel dibuat dengan mencampurkan 3.5 gr TiO<sub>2</sub> dengan 15ml etanol. Larutan dicampur di dalam beaker glass yang diletakkan di atas *stirrer plate* dan diaduk menggunakan *stirrer bar*. Larutan diaduk selama lebih

dari setengah jam agar  $\text{TiO}_2$  melarut sempurna. Hasilnya berupa larutan putih yang sangat encer, hal ini ditunjukkan oleh Gambar 4.8. Namun, setelah didiamkan untuk beberapa waktu, larutan akan menjadi kental. Hal ini mungkin disebabkan oleh menguapnya etanol dan pengendapan dari  $\text{TiO}_2$ .



**Gambar 4.8** Larutan  $\text{TiO}_2$  Merck dengan pelarut etanol yang diaduk di atas *stirrer plate*

Pada proses pembuatan *layer* oksida, ketika pasta ZnO dicampur dengan larutan  $\text{TiO}_2$ , perlahan kekentalan pasta bertambah. Semakin banyak larutan  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan, semakin kental hasil dari pasta *layer* oksida. Perbandingan pasta oksida sebelum dan sesudah ditambahkan dengan larutan  $\text{TiO}_2$  diperlihatkan pada Gambar 4.9.



**Gambar 4.9** Perbandingan pasta ZnO sebelum ditambah larutan  $\text{TiO}_2$  (kiri) dan sesudah ditambah larutan  $\text{TiO}_2$  (kanan)

Ketika pasta ZnO dan larutan TiO<sub>2</sub> digabungkan, terlihat adanya sedikit penggumpalan. Semakin banyak TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan semakin banyak kecenderungan pasta untuk menggumpal. Hal ini sangat terlihat jelas pada penambahan TiO<sub>2</sub> Degussa P25. Namun, setelah dilumpang lebih lama, pasta menjadi suspensi yang lebih homogen. Perubahan viscositas ini mungkin disebabkan oleh sifat ZnO yang tidak dapat larut dalam air atau etanol. Pasta *layer* oksida untuk masing-masing komposisi diperlihatkan pada Gambar 4.10.



**Gambar 4.10** Dari kiri ke kanan: ZnO, ZnO + 1 ml TiO<sub>2</sub>, ZnO + 3 ml TiO<sub>2</sub>, dan ZnO + 5 ml TiO<sub>2</sub>

#### 4.2.2 Pendeposisian *Layer* Oksida

*Layer* oksida yang terdiri dari 100 % ZnO ketika di deposisikan secara manual di atas kaca TCO, sedikit sulit untuk mendapatkan ketebalan yang merata dikarenakan pasta ZnO yang encer. Namun, semakin banyak jumlah TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan ke dalam pasta *layer* oksida, semakin mudah mendapatkan ketebalan yang merata saat pendeposisian.

Namun, saat *layer* oksida telah mengering dan dilepaskan dari *scotch tape*, *layer* oksida yang terbuat dari 100 % ZnO menempel dengan baik pada kaca dan tidak mudah rontok. Sebaliknya semakin banyak jumlah TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan, *layer*

oksida yang terbentuk semakin rapuh dan mudah rontok. Hal ini terbukti ketika TCO dilepaskan dari *scotch tape* banyak *layer* oksida yang terkelupas dari permukaan TCO. Hal ini juga mempengaruhi kondisi *layer* oksida ketika disensitasi. Semakin rapuh permukaan *layer*, ketika dicelupkan ke dalam zat pewarna, semakin cepat *layer* oksida hancur dan semakin bersifat hidrofobik.

Dikarenakan sulitnya mendapatkan gambar visual dari daya lekat masing-masing *layer* oksida untuk setiap komposisi *layer* yang berbeda, maka perbedaannya diilustrasikan pada tabel 4.5.

**Tabel 4.5** Perbandingan daya lekat *layer* oksida pada permukaan TCO pada tiap komposisi yang berbeda

Komposisi	ZnO	TiO <sub>2</sub> (3.5 gr dalam 15 ml)	Kemudahan saat pendeposisian	Daya lekat <i>layer</i> oksida
I	3 gr dalam 5ml		*	***
II	3 gr dalam 5ml	1 ml	**	***
III	3 gr dalam 5ml	3 ml	**	**
IV	3 gr dalam 5ml	5 ml	***	*

Keterangan : \* = , \*\* = cukup, \*\*\* = baik

Hal tersebut di atas mungkin dikarenakan oleh gaya kohesi antar partikel ZnO dan TiO<sub>2</sub>, dan gaya kohesi antara *layer* oksida dengan permukaan TCO yang berbeda-beda pada tiap komposisi. Selain itu hal ini juga dimungkinkan karena pengaruh dari pelarut pasta ZnO dan TiO<sub>2</sub> yang berbeda. Ketika kedua larutan atau pasta tersebut digabungkan, semakin banyak TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan, pasta yang terbentuk semakin kental dan menggumpal. Sebagaimana ditunjukkan oleh

Gambar 4.3 sebelumnya. Hal ini salah satunya disebabkan oleh sifat kimiawi ZnO yang dapat larut dalam basa atau asam, akan tetapi tidak dapat larut pada air atau etanol [23]. Sehingga hal ini menyebabkan struktur *layer* oksida yang semakin rapuh.

#### 4.2.3 Proses Sintering *Layer* Oksida

Proses sintering dilakukan pada oven *Nabertherm* pada suhu  $450^{\circ}$  selama 35 menit. Hal ini dimaksudkan agar proses penyatuan dari partikel ZnO dan  $TiO_2$  terikat sempurna. Selain itu diharapkan dengan suhu yang tinggi dan waktu yang cukup lama, pelarut yang digunakan pada pembuatan pasta *layer* oksida seperti etanol dan  $CH_3COOH$  dapat terevaporasi sehingga partikel *layer* oksida yang tersisa membentuk nanopori.

Menurut literatur, saat proses sintering akan terjadi perubahan warna dari *layer* oksida dari putih yang kemudian menguning atau menjadi coklat kehitam-hitaman dan kemudian akan berubah kembali menjadi putih. Hal ini menunjukkan bahwa proses sintering telah terjadi [28].

Pada percobaan yang dilakukan, saat proses perubahan warna tidak dapat dilihat. Dikarenakan pintu oven *Nabertherm* yang digunakan tidak mempunyai kaca. Namun, setelah proses sintering selama 35 menit kemudian dikeluarkan dari oven, terlihat warna *layer* oksida yang sedikit kekuning-kuningan. Saat didinginkan pada suhu ruang, perlahan *layer* oksida berubah kembali menjadi berwarna putih.

Hal ini membuktikan bahwa proses sintering telah terjadi. Selain itu hal ini dapat disebabkan oleh sifat *thermochromic* ZnO, yaitu akan mengalami perubahan warna saat diberi panas.

Namun, semakin banyak  $TiO_2$  yang ditambahkan, perubahan warna saat proses sintering semakin tidak terlihat. Sebagai pembanding, pada percobaan dibuat juga *layer* oksida yang terbuat dari 100 %  $TiO_2$  Merck. Hasilnya memperlihatkan bahwa saat proses sintering sama sekali tidak terjadi perubahan warna. Hal ini

membuktikan bahwa besarnya ukuran partikel mempengaruhi daya penyatuan dan pembentukan nanopori pada proses sintering.

Sebagai pembanding, pada percobaan terdahulu, digunakan TiO<sub>2</sub> komersil murni tanpa penambahan ZnO ataupun TiO<sub>2</sub> Degussa P25. Hasilnya, ketika disintering baik pada hot plate, api bunsen, ataupun oven Nabertherm hampir tidak memperlihatkan adanya perubahan warna. Hal ini mengindikasikan proses sintering tidak berjalan sempurna, sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.11.



**Gambar 4.11** *Layer TiO<sub>2</sub> Merck tidak memperlihatkan perubahan warna selama proses sinter. Bagian atas menggunakan metode deposisi manual, sedangkan bagian bawah dengan spin coating*

#### 4.2.4 Proses Sensitasi Zat Pewarna

Pada penelitian ini digunakan zat pewarna (*dye*) organik dari kulit bawang. Pada kulit bawang terkandung *flavonoids*, yaitu zat warna pada tumbuhan, buah-buahan, dan bunga. Kulit bawang memberikan warna alami kuning kecoklat-coklatan. Alasan dipilihnya kulit bawang adalah ketersediaannya yang banyak, mudah didapat, dan murah.

Proses sensitasi *layer* oksida dilakukan selama kurang lebih 2-3 jam. Proses sensitasi tidak dibuat lama hingga 24 jam, dikarenakan adanya kecenderungan penurunan efisiensi DSSC berbasis ZnO apabila sensitasi dilakukan terlalu lama [28]. Setelah disensitasi *layer* oksida dibersihkan dengan aquades dan etanol untuk mengangkat sisa air dan zat pewarna yang tertinggal pada permukaan *layer* oksida. Untuk memastikan tidak ada air yang tertinggal, *layer* oksida lalu dikeringkan dengan *hair dryer*.

Sensitasi yang baik akan menyerap secara merata pada seluruh bagaian *layer* oksida. Tidak hanya pada permukaan *layer* oksida namun terabsorpsi hingga dasar *layer* oksida yang menempel pada kaca TCO. Hal ini sangat dipengaruhi oleh berhasil atau tidaknya proses sintering.

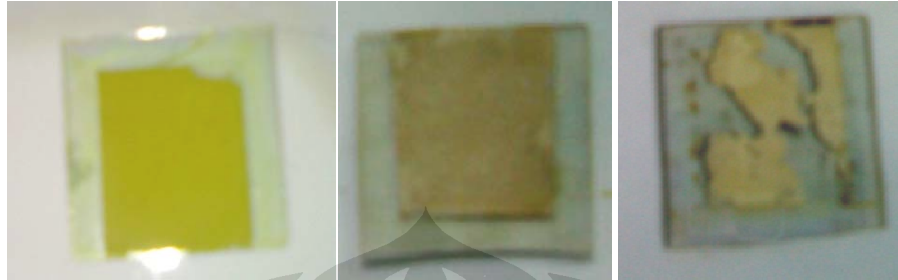
Apabila proses sintering berhasil, maka zat pewarna akan dengan mudah terserap ke dalam *layer* oksida. Sehingga *layer* oksida akan berubah warna dari putih menjadi berwarna sama dengan warna *dye* yang digunakan. Pada kasus ini, *layer* oksida menjadi berwarna kuning kecoklat-coklatan, sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 4.12.



**Gambar 4.12** *Layer* oksida setelah disensitasi pada *dye* kulit bawang

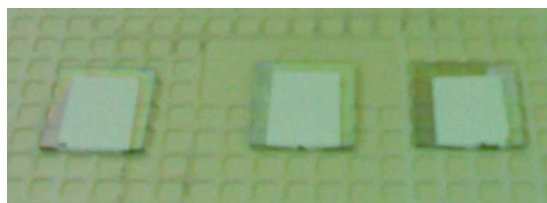
Dengan semakin banyaknya penambahan kadar  $\text{TiO}_2$  Merck di dalam *layer* oksida, daya serap *layer* oksida terhadap zat pewarna semakin menurun. Hal ini terlihat dari mulai menurunnya intensitas warna serapan pada *layer* oksida. Semakin banyak kandungan  $\text{TiO}_2$  warna *layer* oksida semakin putih. Selain itu

*layer* oksida cenderung rapuh dan mudah terkelupas, terutama ketika dibilas dengan aquades dan etanol. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.13.



**Gambar 4.13** Dari kiri ke kanan menunjukkan hasil sensitasi ZnO murni, ZnO + 3 ml TiO<sub>2</sub> Merck, dan ZnO + 5 ml TiO<sub>2</sub> Merck

Sebagai pembanding, pada percobaan terdahulu hasil dari sintering TiO<sub>2</sub> Merck kemudian disensitasi ke dalam zat pewarna. Hasilnya hampir tidak terlihat adanya perubahan warna, baik untuk pelarut asam maupun pelarut etanol. Hal ini terbukti ketika *layer* oksida dibilas dengan air dan etanol, zat pewarna ikut terbuang dan *layer* oksida tetap berwarna putih, hal ini sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.14. Walaupun proses sensitasi diperpanjang hingga 48 jam, tidak terlihat adanya perubahan yang *significant*. Bahkan, untuk pelarut asam, ketika *layer* oksida dicelupkan ke dalam larutan pewarna, dengan sangat cepat *layer* oksida terlepas dari permukaan TCO.



**Gambar 4.14** *Layer* oksida TiO<sub>2</sub> Merck dengan pelarut etanol, menunjukkan kondisi *layer* yang stabil akan tetapi tidak mampu menyerap zat pewarna



Dari hasil pengamatan ini, untuk sementara dapat disimpulkan bahwa proses sintering sangat mempengaruhi terbentuknya nanoporos dari *layer* oksida. Dengan adanya nanoporos akan menambah rasio luas permukaan, sehingga daya serap terhadap molekul zat pewarna akan meningkat.

### 4.3 HASIL PENGUJIAN VOLTASE

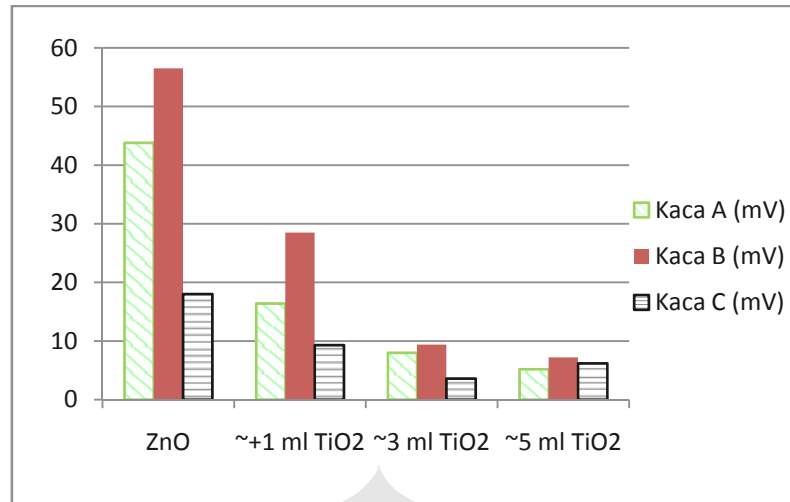
#### 4.3.1 Variabel Tingkat Pengisian TiO<sub>2</sub> Merck

Pengujian voltase dilakukan dengan menggunakan multimeter di bawah sinar *over head projector* (OHP) dengan jarak antara prototipe dengan sumber sinar kurang lebih 30 cm. Dikarenakan nilai voltase yang sangat fluktuatif dan tidak stabil, maka nilai voltase diambil berdasarkan nilai maksimum yang dicapai.

Hasil dari nilai voltase pada setiap prototipe dengan perbedaan komposisi ditunjukkan pada Tabel 4.6 dan hasil perbandingan grafik ditunjukkan pada Gambar 4.15

**Tabel 4.6** Hasil voltase dengan variabel pengisian TiO<sub>2</sub> Merck

Material	Kaca A (mV)	Kaca B (mV)	Kaca C (mV)
<b>ZnO</b>	43.8	56.5	18
<b>+ 1 ml TiO<sub>2</sub></b>	16.4	28.5	9.3
<b>+3 ml TiO<sub>2</sub></b>	8	9.4	3.6
<b>+5 ml TiO<sub>2</sub></b>	5.2	7.2	6.2



**Gambar 4.15** Grafik hasil uji voltase dengan variabel pengisian TiO<sub>2</sub> Merck

Dari tabel dan grafik di atas menunjukkan bahwa dengan semakin tinggi tingkat pengisian TiO<sub>2</sub> Merck dalam *layer* oksida, voltase yang dihasilkan semakin menurun. Hal ini sebanding dengan analisa visual, bahwa dengan meningkatnya kadar TiO<sub>2</sub> Merck kemampuan untuk menyerap zat pewarna semakin menurun.

Hal ini menunjukkan bahwa semakin sedikit zat pewarna yang dapat terserap ke dalam *layer* oksida, akan semakin sedikit pula foton-foton cahaya yang dapat diserap. Hal ini akan mengakibatkan nilai voltase yang dihasilkan pun semakin kecil.

Penurunan nilai voltase tersebut kemungkinan dapat disebabkan oleh besar kristalit dari masing-masing unsur penyusun yaitu ZnO dan TiO<sub>2</sub>. Sebagai pembandingan untuk memperkuat analisa, pada percobaan terdahulu dibuat prototipe DSSC yang berbasis TiO<sub>2</sub> Merck murni menggunakan variabel pelarut etanol, HNO<sub>3</sub>, dan CH<sub>3</sub>COOH. Hasil dari percobaan tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.7.

**Tabel 4.7** Hasil data DSSC TiO<sub>2</sub> Merck murni

Pelarut	Kondisi Layer	Dyes	Voltase
Etanol	Cukup stabil	Tidak terserap	7.9 – 10 mV
CH <sub>3</sub> COOH pH 5	Rapuh	Cukup terserap	6 – 7 mV
HNO <sub>3</sub> pH 3	Sangat Rapuh	Tidak terserap	< 5 mV

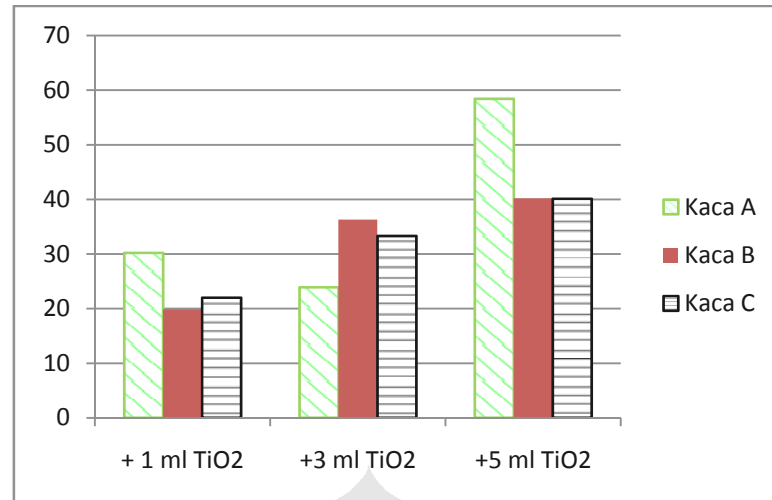
Dari percobaan tersebut di atas, hasilnya menunjukkan bahwa daya serap zat pewarna dari TiO<sub>2</sub> Merck sangat kecil. Hal ini mengakibatkan nilai voltase yang dihasilkan pun sangat kecil. Voltase terbesar sekitar 7.9 – 10 mV diperoleh dari layer oksida TiO<sub>2</sub> Merck dengan pelarut etanol. Sedangkan untuk campuran TiO<sub>2</sub> Merck dengan asam hasilnya menunjukkan layer oksida yang sangat rapuh dan mudah terkelupas, voltase yang diperoleh pun sangat kecil.

#### 4.3.2 Variabel Tingkat Pengisian TiO<sub>2</sub> Degussa P25

Untuk memperkuat hasil analisa, maka pada percobaan juga dilakukan pengujian voltase menggunakan ZnO dengan variabel pengisian TiO<sub>2</sub> Degussa P25 nanopartikel sebanyak 1 ml, 3 ml, dan 5 ml. Hasil dari pengujian tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.8 dan diilustrasikan pada Gambar 4.16.

**Tabel 4.8** Hasil voltase dengan variabel pengisian TiO<sub>2</sub> Degussa P25

Material	Kaca A (mV)	Kaca B (mV)	Kaca C (mV)
+ 1 ml TiO <sub>2</sub>	30.2	19.9	22
+3 ml TiO <sub>2</sub>	23.9	36.3	33.3
+5 ml TiO <sub>2</sub>	58.4	40.2	41.1

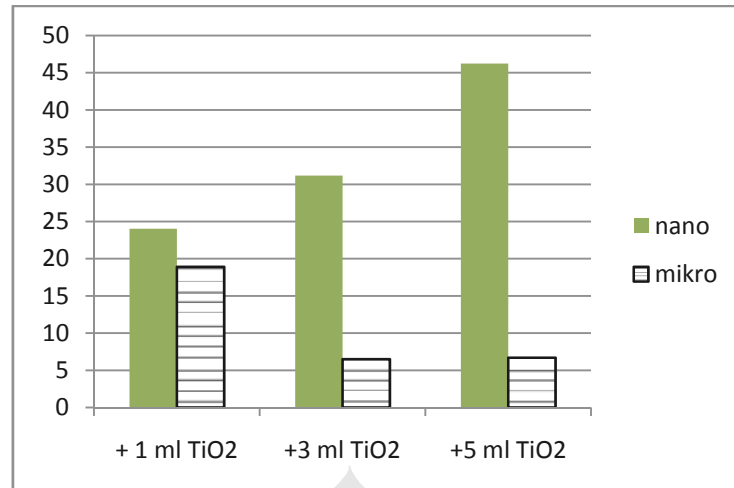


**Gambar 4.16** Grafik voltase dengan variabel pengisian TiO<sub>2</sub> Degussa P25

Grafik hasil voltase di atas menunjukkan hasil yang bertolak belakang jika dibandingkan dengan grafik hasil voltase TiO<sub>2</sub> Merck. Semakin tinggi tingkat pengisian TiO<sub>2</sub> Degussa P25 maka semakin tinggi pula voltase yang dihasilkan. Hal ini mungkin disebabkan oleh luas permukaan partikel *layer* oksida yang semakin tinggi. Sehingga kemampuan DSSC untuk menyerap foton cahaya semakin tinggi.

Dari ketiga rangkaian percobaan di atas dapat disimpulkan bahwa besar ukuran kristalit dari unsur penyusun *layer* oksida sangat mempengaruhi voltase yang dihasilkan oleh DSSC. Semakin kecil ukuran kristalit, maka voltase yang dihasilkan semakin tinggi. Sebaliknya, semakin besar ukuran kristalit maka voltase yang dihasilkan semakin rendah. Dengan kata lain ukuran kristalit berbanding terbalik dengan voltase yang dikeluarkan.

Pada tingkat pengisian yang sama, voltase yang dihasilkan oleh DSSC TiO<sub>2</sub> Merck akan lebih kecil dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> Degussa P25. Perbedaan voltase yang dihasilkan akan semakin besar seiring dengan bertambahnya tingkat pengisian. Perbedaan voltase untuk kedua variabel tersebut di ilustrasikan pada Gambar 4.17.



**Gambar 4.17** Grafik perbandingan nilai rata-rata voltase TiO<sub>2</sub> Merck dan TiO<sub>2</sub> Degussa P25

#### 4.4 ANALISIS PERBANDINGAN BESAR KRISTALIT DAN TINGKAT PENGISIAN TERHADAP NILAI VOLTASE DSSC

Analisa dilakukan dengan membandingkan besar kristalit yang didapat dari hasil perhitungan terhadap nilai voltase DSSC konvensional berbasis TiO<sub>2</sub> nanopartikel yang didapat dari literatur [18,28], nilai voltase DSSC berbasis ZnO, dan nilai voltase berbasis TiO<sub>2</sub> mikro pada percobaan yang dilakukan. Dari hasil pengamatan membuktikan bahwa besar kristalit dan nilai voltase berbanding terbalik. Hal ini sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 4.9.

**Tabel 4.9** Perbandingan nilai voltase terhadap besar kristalit

Basis	Besar Kristalit	Voltase
TiO <sub>2</sub> Mikro	137.1	3–10 mV
ZnO	45.7	20–60 mV
TiO <sub>2</sub> Nanopartikel	27.42	100–500 mV

Dari hasil perhitungan besar kristalit ketiga material di atas, membuktikan bahwa semakin kecil ukuran kristalit maka nilai voltase yang dihasilkan semakin besar, sebaliknya semakin besar ukuran kristalit maka semakin kecil nilai voltase yang dihasilkan. Hal tersebut diakibatkan oleh besarnya kristalit mempengaruhi luas permukaan partikel *layer* oksida. Hal ini akan berdampak dengan daya serap *layer* oksida terhadap partikel zat pewarna, yang pada akhirnya akan mempengaruhi kemampuan DSSC untuk menyerap foton cahaya. Hal ini secara langsung mempengaruhi nilai voltase yang dapat dihasilkan.

Tingkat pengisian dari  $\text{TiO}_2$  juga mempengaruhi luas permukaan dari partikel *layer* oksida. Pada  $\text{TiO}_2$  mikro (Merck), dengan bertambahnya volume pengisian, maka semakin sempit pula luas permukaan partikel *layer* oksida. Hal ini mungkin disebabkan oleh ukuran kristalit  $\text{TiO}_2$  yang besar mendominasi besar partikel *layer* oksida, sehingga jalur transfer elektron semakin sedikit [27]. Selain itu partikel zat pewarna yang dapat teradsorpsi dipermukaan partikel *layer* oksida semakin sedikit. Hal inilah yang menyebabkan menurunnya nilai voltase yang dihasilkan.

Sebaliknya pada penambahan  $\text{TiO}_2$  nanopartikel (Degussa P25), semakin banyak  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan, maka ukuran kristalit dari  $\text{TiO}_2$  nanopartikel yang lebih kecil mendominasi luas permukaan dari partikel  $\text{TiO}_2$  nanopartikel, sehingga jalur transfer elektron semakin banyak. Selain itu, dengan menggunakan material nanopartikel, kecenderungan material untuk membentuk struktur nano seperti nanoporos, nanowire, dan struktur nano lainnya lebih tinggi. Hal ini menyebabkan jalur transfer elektron akan lebih teratur dan efisien.

Dengan struktur nanopartikel, luas permukaan partikel *layer* oksida meningkat, sehingga tempat untuk menempelnya molekul zat pewarna pada permukaan partikel *layer* oksida semakin banyak. Hal ini menghasilkan peningkatan daya tangkap foton cahaya, sehingga nilai voltase yang dihasilkan juga akan lebih tinggi.

Namun, dengan menggunakan partikel yang lebih kecil, kemungkinan partikel untuk aglomerasi juga tinggi, hal ini justru dapat menciptakan kekacauan dalam struktur molekular. Sehingga untuk meningkatkan keteraturan yang tinggi dibutuhkan proses sintesis nanopartikel yang lebih jauh, antara lain dengan metode *heat treatment (anneal)*.

Jika diperhatikan pada Tabel 4.6, rentang nilai voltase yang dihasilkan oleh ZnO dengan TiO<sub>2</sub> nanopartikel sangat berbeda jauh. Hal ini disebabkan oleh partikel ZnO yang masih dalam struktur mikro. Pada struktur nano, walaupun ZnO memiliki sifat yang hampir sama dengan TiO<sub>2</sub>, namun efisiensinya masih belum dapat melebihi efisiensi TiO<sub>2</sub> nanopartikel. Penyebab pasti dari kecilnya efisiensi ZnO hingga saat ini masih belum dapat dipastikan, namun dari beberapa penelitian terdahulu hal ini mungkin disebabkan oleh stabilitas permukaan oksida dan densitas permukaan. Selain itu kontrol parameter proses seperti *dyes*, pH, dan waktu sensitasi juga mempengaruhi efisiensi dari DSSC berbasis ZnO [27].

Adapun beberapa penyebab adanya penyimpangan nilai voltase yang terlalu besar, voltase yang sangat fluktuatif, ataupun voltase yang dihasilkan terlalu kecil disebabkan oleh terlalu luasnya faktor ketidakstabilan dari setiap komponen DSSC yang dibuat. Beberapa faktor tersebut adalah:

- Rentang nilai hambatan pada kaca konduktif yang terlalu besar dan tidak seragam diseluruh permukaan.
- Deposisi *layer* oksida secara manual menyebabkan ketebalan yang tidak merata dan seragam pada setiap prototipe DSSC.
- Adanya kemungkinan penggumpalan partikel akibat perbedaan pelarut yang digunakan pada ZnO dan TiO<sub>2</sub>.