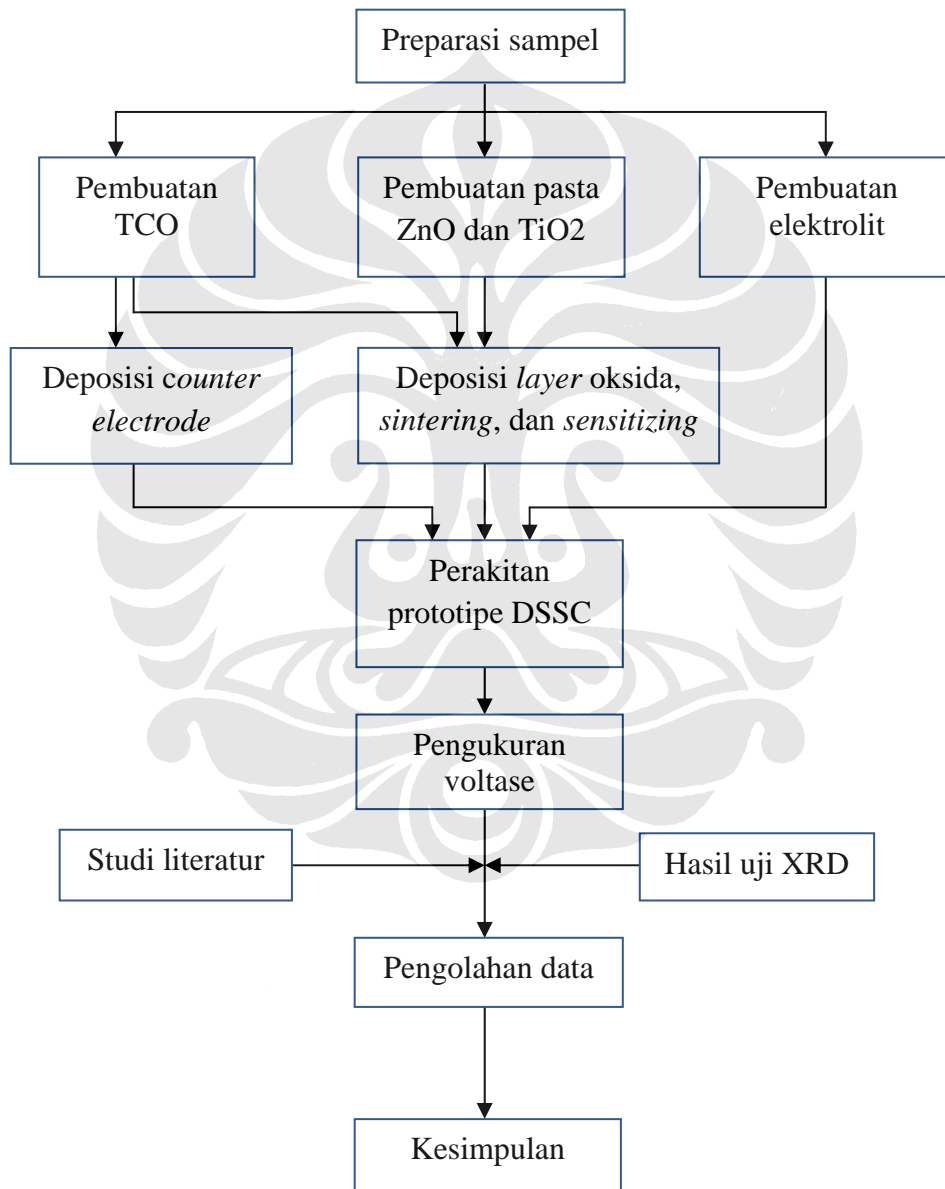


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Tahapan penelitian ini secara garis besar ditunjukkan oleh Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 ALAT DAN BAHAN

3.2.1 *Transparent Conductive Glass (TCO)*

Bahan:

- Kaca preparat 2.5x2.5cm, masing-masing 2 buah untuk 1 prototipe
- 10 gr $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- 10 ml Etanol
- 0.1 gr Sb_2O_3
- 1 ml HCl

Alat:

- Timbangan digital
- Oven *Nabertherm*
- *Beaker glass* 25ml
- Gelas ukur 10ml
- Spatula
- Pipet tetes
- Botol semprot

3.2.2 *Layer Oksida ZnO dan TiO₂*

Bahan *layer ZnO*:

- 4 x 3 gr bubuk ZnO Merck
- 4 x 5 ml CH_3COOH pH #3

Bahan *layer TiO₂*:

- 3.5 gr bubuk TiO_2 Merck
- 15 ml etanol

Alat:

- Timbangan digital
- Alu dan lumpang
- Spatula
- *Beaker glass* 25ml
- *Magnetic stirrer*
- *Stirrer plate*
- Gelas ukur
- Pipet tetes

3.2.3 Elektrolit

Bahan:

- 0.8 gr Kalium Iodida (KI)
- 0.127 gr Iodida (I_2)
- 10 ml Acetonitril

Alat:

- Timbangan digital
- Spatula
- *Beaker glass* 25ml
- Gelas ukur
- Pipet tetes
- Botol tetes

3.2.4 Counter Elektroda

Bahan:

- *Transparent conductive glass*
- Pensil grafit 2B
- Lilin bakar

Alat:

- Pinset
- *Cotton bud*
- Korek api

3.2.5 Zat Pewarna (*dye*)

Bahan:

- Kulit bawang merah secukupnya
- 50ml aquades
- CH_3COOH secukupnya

Alat:

- *Beaker glass* 100ml
- Spatula
- *Hot plate*

3.3 PROSEDUR PENELITIAN

3.3.1 Preparasi Sampel

3.3.1.1 Pembuatan *Transparent Conductive Glass* (TCO)

Pembuatan kaca konduktif dibuat dengan mendeposisikan secara bertahap larutan $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang diberi *dopant* Sb_2O_3 . Dikarenakan variabel penelitian yang terlalu luas, maka pada penelitian ini kaca konduktif yang digunakan sebagai *substrate layer* oksida dibatasi pada *range* hambatan 150-300 Ω . Sedangkan untuk *substrate* untuk *counter* elektroda digunakan kaca konduktif dengan rentang hambatan 300-500 Ω

Adapun langkah-langkah pembuatan kaca konduktor secara lebih lengkap ditunjukkan oleh Gambar 3.2 di bawah.



Gambar 3.2 Prosedur pembuatan TCO

3.3.1.2 Preparasi Pasta Oksida ZnO dan TiO₂

Bahan dasar dari *layer* oksida pada DSSC penelitian ini adalah ZnO komersil Merck. Sedangkan pasta TiO₂ komersil berukuran mikro (Merck) digunakan sebagai variabel yang ditambahkan pada pasta ZnO untuk mengetahui pengaruhnya terhadap efektifitas DSSC. Penelitian ini menggunakan empat variabel komposisi (*batch*) TiO₂ yang berbeda. masing-masing komposisi (*batch*) dibuat tiga prototipe. Sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 3.1 di bawah.

Tabel 3.1 Komposisi variabel TiO₂ dalam ZnO

| <i>Batch</i> | ZnO | TiO ₂ (3.5 gr dalam 15 ml) | Berat TiO ₂ dalam ZnO (gr) | % TiO ₂ dalam ZnO |
|--------------|----------------|---|---|---------------------------------|
| I | 3 gr dalam 5ml | – | – | – |
| II | 3 gr dalam 5ml | 1 ml | 0.23 gr | 7.77% |
| III | 3 gr dalam 5ml | 3 ml | 0.7 gr | 23.3% |
| IV | 3 gr dalam 5ml | 5 ml | 1.167 gr | 38.9% |

Adapun langkah-langkah pembuatan pasta oksida untuk tiap variabel adalah sebagai berikut :

1. 3.5 gr TiO₂ dilarutkan dengan 15ml etanol di dalam *beaker glass*. Kemudian letakkan *beaker glass* di atas *stirrer plate* dan diaduk hingga merata menggunakan *magnetic stirrer*.
2. 3 gr ZnO dilumpang di atas cawan. Lalu ditambahkan sedikit demi sedikit 5 ml CH₃COOH. Kemudian lumpang dan aduk larutan hingga merata dan terbentuk pasta ZnO seperti yang diperlihatkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Proses pelumpangan ZnO

3. Larutan TiO_2 ditambahkan ke dalam pasta ZnO sebanyak 1ml, 3ml, dan 5ml untuk tiap *batch* yang berbeda. Kemudian lumpang dan aduk hingga merata sempurna
4. Pasta oksida disimpan dalam wadah tertutup.

3.3.1.3 Preparasi Larutan Elektrolit

Langkah-langkah pembuatan larutan elektrolit *triiodide* seperti yang diperlihatkan pada Gambar 3.4 adalah sebagai berikut:

1. 0.8 gr KI dilarutkan dengan 10 ml *acetonitrile* di dalam *beaker glass*.
2. Kemudian tambahkan 0.127 gr I_2 ke dalam larutan KI dan aduk hingga melarut sempurna.
3. Simpan elektrolit di dalam botol tetes tertutup.



Gambar 3.4 Larutan elektrolit

3.3.1.4 Preparasi Larutan Zat Pewarna Organik

Langkah-langkah pembuatan larutan zat pewarna dari kulit bawang adalah sebagai berikut :

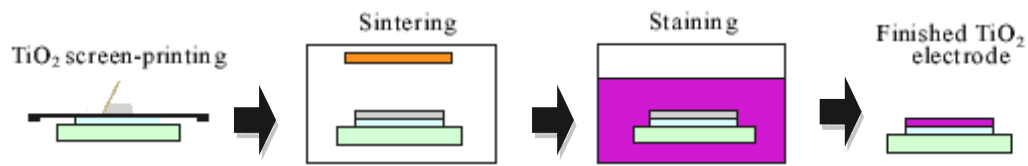
1. Kulit bawang merah dipersiapkan secukupnya dan diletakkan di dalam *beaker glass*.
2. 50ml aquades ditambahkan ke dalam *beaker glass* yang berisi kulit bawang.
3. Kemudian *beaker glass* dipanaskan di atas *hot plate* dengan suhu rendah. Biarkan mendidih untuk beberapa menit.
4. 3-5 tetes asam cuka ditambahkan ke dalam larutan *dye*.
5. Kemudian larutan bawang dibiarkan mendidih hingga terbentuk warna kuning pekat. Hasil akhir dari *dye* diperlihatkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Zat pewarna (*dye*) organik kulit bawang

3.3.2 Pembuatan Elektroda Semikonduktor

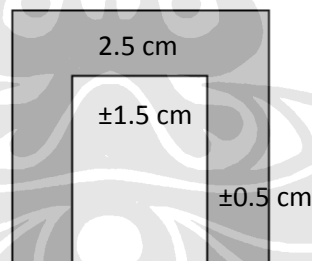
Pembuatan elektroda semikonduktor terdiri dari beberapa tahapan kerja. Dimulai dari pendeposisian *layer* oksida hingga proses sensitasi. Secara garis besar proses deposisi lapisan oksida ditunjukkan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Tahapan proses deposisi *layer* oksida

3.3.2.1 Deposisi Layer Oksida pada TCO

Siapkan kaca TCO dengan hambatan sekitar 150-300 Ω . Letakkan TCO di atas alas yang rata dan bersih dengan posisi sisi konduktif menghadap ke atas. Tutup tiga sisi TCO (kurang lebih 0.5 dari tepi kaca) menggunakan *scotch tape* seperti yang diperlihatkan pada Gambar 3.7. Gandakan *scotch tape* untuk mendapatkan ketebalan yang cukup sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 3.8.

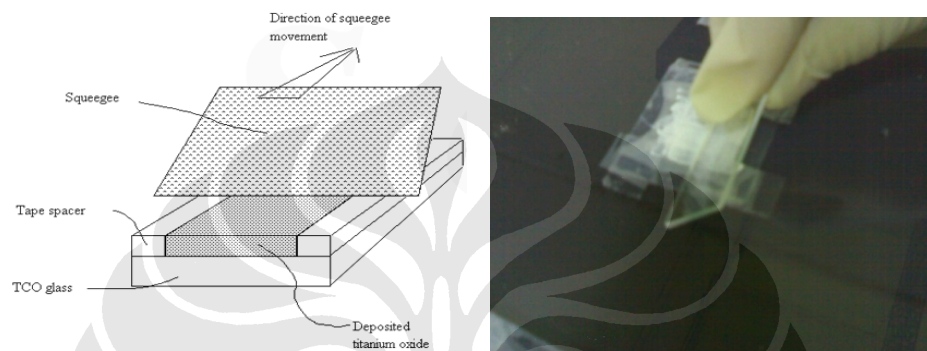


Gambar 3.7 Ilustrasi ukuran *scotch tape*



Gambar 3.8 TCO yang telah ditutup *scotch tape*

Deposisikan pasta oksida di atas TCO secukupnya. Kemudian dengan menggunakan kaca preparat yang bersih, ratakan pasta oksida hingga menutupi seluruh permukaan TCO dengan ketebalan yang merata. Sebagaimana diilustrasikan pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9 Deposisi *layer* oksida pada TCO

3.3.2.2 Sintering Layer Oksida pada TCO

Setelah *layer* oksida dideposisikan, TCO didiamkan sesaat agar lapisan oksida cukup kering. Kemudian *scotch tape* dilepaskan perlahan hingga tidak ada *layer* oksida yang terkelupas. Lalu TCO disusun di atas keramik untuk selanjutnya dimasukkan ke dalam oven *Nabertherm* untuk proses *sintering*. Proses ini dilakukan pada 450°C selama kurang lebih 35 menit. Hal ini dimaksudkan agar molekul oksida saling mengikat sempurna dan molekul pelarut seperti etanol dan CH₃COOH dapat menguap dan membentuk nanopori. Kemudian TCO didiamkan hingga mendingin pada suhu ruang. Proses *sintering* pada oven *Nabertherm* diperlihatkan pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Proses *sintering* dalam oven *Nabertherm*

3.3.2.3 *Sensitasi Layer Oksida pada TCO*

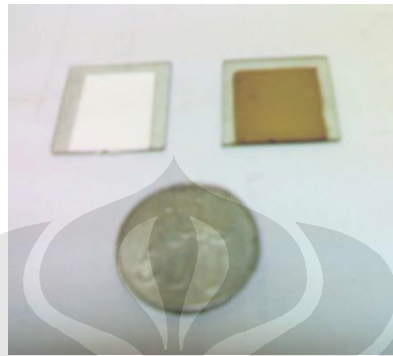
Taruh larutan *dye* kulit bawang pada sebuah cawan petri. Kemudian celupkan TCO *layer* oksida yang telah disinter ke dalam larutan *dye* bawang. Letakkan TCO dengan posisi *layer* oksida menghadap ke atas, sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 3.11.



Gambar 3.11 Proses penyerapan zat pewarna (sensitasi)

Diamkan selama kurang lebih dua jam atau hingga zat pewarna menyerap sempurna ke dalam *layer* oksida. Apabila warna *layer* di permukaan TCO dengan di bawah TCO sudah sama hal ini menunjukkan bahwa zat pewarna telah

menyerap sempurna. Lalu bilas TCO dengan aquades, kemudian bilas dengan etanol, dan keringkan dengan *hair dryer*. Perbedaan *layer* oksida sebelum dan sesudah disensitasi ditunjukkan pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12 *Layer* oksida sebelum dan sesudah disensitasi

3.3.3 Deposisi *Counter* Elektroda

Counter elektroda berfungsi sebagai untuk mempercepat kinetika reaksi proses reduksi triiodide pada TCO. Langkah-langkah pendeposisian *counter* elektroda adalah sebagai berikut:

1. Kaca konduktif TCO dengan hambatan 300-500 Ω dipersiapkan sebanyak *layer* oksida yang dibuat.
2. Kemudian dilakukan pengecekan untuk menentukan bagian yang konduktif.
3. Pada bagian yang konduktif diarsir pensil 2B hingga merata.
4. Setelah diarsir dengan pensil, kaca dibakar di atas nyala lilin dengan posisi arsiran pensil menghadap api. Pembakaran dilakukan hingga jelaga api rata menutupi permukaan konduktif TCO. Hal ini sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13 Proses deposisi carbon dengan pembakaran lilin

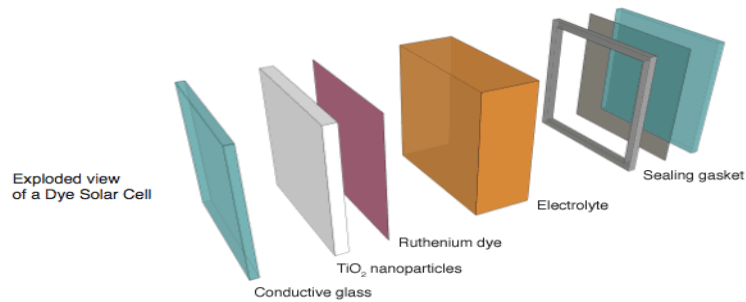
5. Terakhir pinggiran kaca TCO dibersihkan menggunakan *cotton bud*, kurang lebih 0.5cm dari tepi kaca. Lakukan hal ini pada tiga sisi kaca. Hasil akhir dari *counter* elektroda ditunjukkan pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14 *Counter* elektroda

3.3.4 Perakitan DSSC

Sebuah prototipe DSSC terdiri dari dua buah kaca TCO. Yaitu, TCO *layer* oksida yang telah tersensitasi zat pewarna dan TCO *counter* elektroda. Di antara kedua kaca elektroda tersebut, terdapat larutan elektrolit sebagai penghasil pasangan redoks. Susunan *sandwich layer* DSSC organik dengan DSSC konvensional Grätzel *cell* pada prinsipnya sama, hal ini sebagaimana diilustrasikan oleh Gambar 3.15.



Gambar 3.15 Ilustrasi sandwich layer DSSC dengan TiO₂ nanopartikel dan ruthenium dye (Grätzel cell)

Adapun tahapan perakitan DSSC adalah sebagai berikut :

1. Tumpuk satu buah TCO layer oksida dan satu buah counter elektroda karbon dengan permukaan yang saling berhadapan. Susun TCO membentuk sebuah sandwich struktur. Pastikan tidak ada air dan udara yang terperangkap dalam prototipe DSSC.
2. Beri *offset* pada ujung masing-masing elektroda sebesar 0.5 cm untuk kontak elektrik. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3.16.



Gambar 3.16 Penyusunan sandwich layer DSSC

3. Jepit kedua pinggir sel DSSC yang tidak diberi *offset* dengan klip agar prototipe melekat sempurna.
4. Teteskan 2-3 tetes larutan elektrolit *triiodide* dari kedua ujung *offset* prototipe DSSC. Gaya kapilaritas akan menyerap larutan elektrolit ke dalam layer oksida. Pastikan larutan elektrolit menyerap sempurna ke

seluruh *layer* oksida. Proses penetesan larutan elektrolit diperlihatkan pada Gambar 3.17.



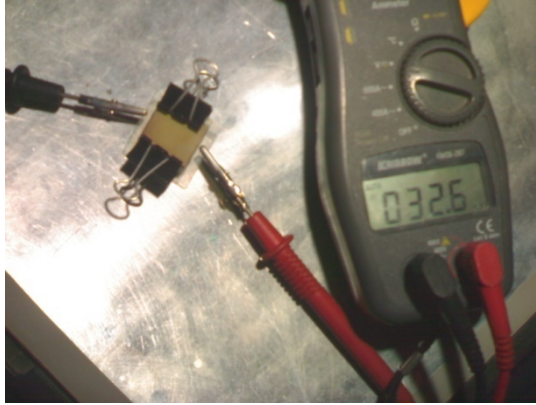
Gambar 3.17 Penetesan larutan elektrolit

3.3.5 Pengujian Voltase *Dye Sensitized Solar Cell*

Pengujian dilakukan di bawah sinar *over head projector* (OHP). Pengujian tidak dilakukan di bawah sinar matahari langsung dikarenakan waktu saat pengujian bertepatan dengan musim hujan. Sehingga dikhawatirkan radiasi sinar matahari yang tidak konstan akan menyebabkan nilai data tidak *valid*.

Prototipe DSSC yang telah dirakit dan diberi tetesan elektrolit selanjutnya akan diuji besar voltase yang dihasilkan menggunakan ohm meter. Di kedua ujung prototipe DSSC yang diberi *offset* disambung dengan kabel ohm meter. Sisi positif (kabel hitam) dihubungkan pada TCO *layer* oksida, sedangkan sisi negatif (kabel merah) dihubungkan pada *counter* elektroda.

Kemudian prototipe DSSC diletakkan di bawah sinar OHP. Dengan posisi bagian *layer* oksida menghadap ke atas. Nilai tegangan diambil pada nilai voltase terbesar yang dapat dihasilkan oleh masing-masing DSSC. Untuk menghindari dan memperkecil kemungkinan penyimpangan waktu pengukuran voltase dibatasi selama 30 detik terhitung semenjak lampu OHP dinyalakan. Sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 3.18.



Gambar 3.18 Pengujian voltase tegangan DSSC

3.3.6 Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

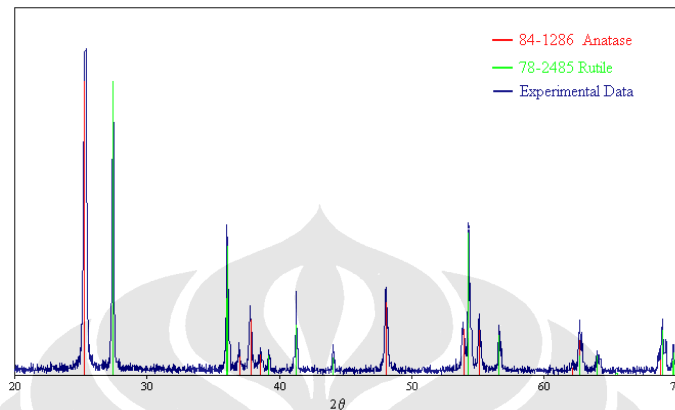
Uji XRD dilakukan di laboratorium XRD Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia. Menggunakan mesin Phillips *X-ray diffractometer*, dengan radiasi monokromatik CuK ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Gambar mesin XRD ditunjukkan pada Gambar 3.19.



Gambar 3.19 Mesin Phillips *X-ray diffractometer*

Uji XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dari *layer* oksida yang dihitung dari besar kristalinitasnya. Uji XRD diberikan untuk sampel ZnO Merck, TiO₂ Merck, dan TiO₂ nanopartikel Degussa P25. Untuk uji XRD hanya membutuhkan sampel berupa serbuk minimal 0.5 gr, sehingga tidak dibutuhkan

preparasi sampel. Hasil dari uji XRD berupa grafik difraksi partikel sampel diilustrasikan pada gambar 3.20.



Gambar 3.20 Ilustrasi grafik hasil uji TiO_2

Uji XRD dilakukan untuk mengetahui nilai *broadening* atau pelebaran dari tiap sampel kristal. Untuk setiap lima *peak* tertinggi dari tiap sampel akan dihitung nilai *full width at half maximum* (FWHM). Nilai FWHM akan dimasukkan ke dalam persamaan *Scherrer* untuk mendapatkan nilai pelebarannya (*Br*).

Selanjutnya nilai pelebaran akan dimasukkan ke dalam diagram *scatter*. Kemudian didapat nilai konstanta (*c*) hasil dari interpolasi ke lima *peak* tertinggi. Setelah mendapatkan nilai konstanta maka ukuran kristalit rata-rata dapat diketahui. Hal inilah yang selanjutnya akan dihubungkan dengan pengaruh besar partikel atau kristalit terhadap efisiensi dari DSSC.