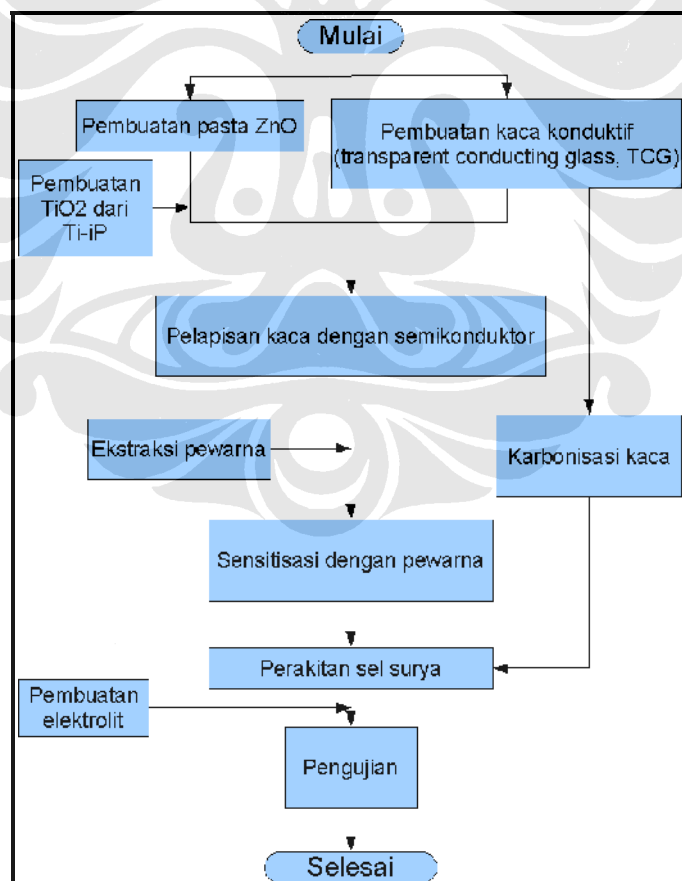


## BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Rencana Penelitian

Penelitian mengenai DSSC ini secara umum dibagi dalam 3 tahap besar. Tahapan pertama adalah pembuatan kaca konduktif sebagai substrat semikonduktor yang dipergunakan. Tahap kedua adalah sintesis semikonduktor yang akan dilekatkan pada substrat. Tahapan ketiga adalah penyusunan dan pengujian DSSC. Lebih lengkap, penelitian ini mengikuti pola pikir sebagaimana diagram alir yang digambarkan pada Gambar 3.1. Tahapan-tahapan tersebut akan diuraikan lebih lanjut pada bab ini.



Gambar 3.1 Diagram Alir Rencana Penelitian

## 3.2 Bahan dan Peralatan

### 3.2.1 Bahan-bahan

Bubuk ZnO (seng oksida) dari Merck	Titanium isopropoksida dari Aldrich
Asam cuka dapur (25%)	Asam klorida pekat
Akuades	Etanol 95%
SnCl <sub>4</sub> x 5 H <sub>2</sub> O (timah (IV) klorida pentahidrat) dari Aldrich	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (antimoni (III) oksida) dari Merck
Iodin (I <sub>2</sub> ) dari Merck	Kalium Iodida (KI) dari Merck
Asetonitril dari Merck	

### 3.2.2 Peralatan

Pengaduk magnetik dan batang pengaduk magnetik	Lempeng pemanas
Lumpang dan alu	Spatula
Gelas ukur 5 dan 10 ml	Gelas beker 50 dan 100 ml
Batang gelas pengaduk	Cawan petri
Labu erlenmeyer berbagai ukuran	AVOmeter (ampere-volt-ohm-meter) dan <i>probe</i> merk Kenmaster
Kaca preparat, dibagi 3 setiap kaca	Dapur pemanas Nabertherm™ 1100 °C
Sarung tangan dan masker	Sarung tangan tahan panas
Tang jepit ( <i>tongs</i> )	Semprotan pengabut ( <i>sprayer</i> )
Neraca digital	Film penutup (Parafilm™)
Botol tetes	Pinset
Scotch™ tape	Gunting
Penjepit kertas ( <i>binder clips</i> )	OHP jenis pantul dari 3M
Plastik dengan <i>seal</i>	Pemotong kaca
Kalorimeter bom	Dapur pemanas Memmert 150 °C

### 3.3 Persiapan Kaca Konduktif

Kaca secara alamiah bukanlah material yang konduktif. Meskipun demikian, penggunaan logam dan kebanyakan material konduktif lainnya terhalang sifatnya yang tidak bening (*opaque*). Atas pertimbangan kemudahan, penggunaan kaca yang diberi lapisan konduktif lebih mungkin dilakukan daripada membuat material konduktif menjadi bening untuk menerima cahaya. Cara untuk dapat memberikan lapisan konduktif pada kaca salah satunya dengan melapiskan timah (IV) oksida yang diberi doping Sb ( $\text{SnO}_2\text{:Sb}$ , atau ATO) pada kaca. Langkah-langkah kerja sampai mendapatkan kaca konduktif (*transparent conducting glass*) disarikan sebagai berikut:

- a. kaca preparat dipotong berukuran 2,5x2,5 cm
- b. 10 gr  $\text{SnCl}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 10 ml etanol (“larutan a”)
- c. 1 ml HCl pekat ditambahkan dalam 0,1 gr  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  (“larutan b”)
- d. larutan b dicampurkan ke dalam larutan a (“larutan TCO”)
- e. larutan TCO dimasukkan ke dalam botol semprot pengabut
- f. dapur dipanaskan sampai 600 °C dengan menyertakan alas keramik
- g. kaca yang telah dipersiapkan ditempatkan di atas keramik lain
- h. masukkan keramik dan kaca ke dalam oven
- i. kaca dipanaskan selama sepuluh menit
- j. kaca dikeluarkan dari oven, dan langsung disemprot dengan larutan TCO
- k. hambatan listrik per satuan panjang diukur dengan AVOMeter dari beberapa kaca sebagai sampel. Perlu diperhatikan bahwa sampel masih panas.
- l. kaca dipanaskan kembali selama dua menit
- m. langkah j-l diulangi sebanyak 4-6 kali bila hambatan listrik per satuan panjang yang dituju belum tercapai
- n. kaca didinginkan setelah hambatan listrik per satuan panjang yang diinginkan tercapai

- o. kaca dikeluarkan dari dapur
- p. hambatan per satuan panjang masing-masing kaca diukur lalu catat.

### **3.4 Pembuatan Pasta ZnO, dan TiO<sub>2</sub> dari Titanium Isopropoksida**

#### *3.4.1 Pasta ZnO*

Sebagai basis pada penelitian ini, dipergunakan semikonduktor berupa ZnO. Untuk dilapiskan pada kaca konduktif, diperlukan bahan ZnO dalam bentuk pasta. Prosedur pembuatannya adalah sebagai berikut:

- a. bubuk ZnO masing-masing 3 gram disiapkan dalam empat lumpang
- b. TiO<sub>2</sub> ditambahkan (prosedur sintesis TiO<sub>2</sub> akan diberikan pada subbab 3.4.2) sebanyak 0,5 gram untuk setiap rasio hidrolisis pada tiga lumpang
- c. bahan-bahan digerus dengan lumpang dan alu sembari ditambahkan larutan asam cuka dengan pH 3 sedikit demi sedikit
- d. bahan digerus sampai pasta terbentuk sempurna tanpa sisa bubuk ZnO maupun TiO<sub>2</sub>.

Pasta yang dihasilkan dari proses ini tidak dapat disimpan lama, karena akan mengeras dan menjadi agregat. Sebaiknya pasta segera dilapiskan ke kaca konduktif (prosedur pelapisan pasta akan dijelaskan pada subbab 3.8)

#### *3.4.2 Pembuatan TiO<sub>2</sub> dari Titanium Isopropoksida*

Pada penelitian ini dibuat serbuk nano TiO<sub>2</sub> dengan rasio hidrolisis 0,82; 2,2; dan 3,5. perhitungan kuantitas (jumlah) TiO<sub>2</sub> dan air yang harus ditambahkan terangkum dalam Persamaan 3.1.

$$\frac{[\text{H}_2\text{O}]}{[\text{Ti-iP}]} = R_w$$

$$[\text{zat}] = \frac{n_{\text{zat}}}{Mr_{\text{zat}}} \quad (3.1)$$

$$Mr_{\text{Ti-iP}} = 282.46 \text{ gr/mol dan } Mr_{\text{H}_2\text{O}} = 18 \text{ gr/mol}$$

Dengan jumlah massa yang perlu ditambahkan dari masing-masing komponen diketahui, selanjutnya yang perlu diketahui adalah teknis sintesis larutan  $\text{TiO}_2$ . Prosedur pembuatan serbuk nano  $\text{TiO}_2$  dari Ti-iP ini dapat diuraikan sebagai berikut:

- a. 25 ml etanol disiapkan dengan pH 1 dalam labu erlenmeyer dengan pemberian HCl pekat
- b. batang pengaduk magnetik dimasukkan ke dalam labu
- c. timbangan dinolkan dengan labu pada langkah a-b di atasnya
- d. Ti-iP diteteskan ke dalam etanol sampai warna larutan tepat akan keruh, catat berat yang ditambahkan
- e. HCl pekat ditambahkan ke dalam larutan, aduk dengan pengaduk magnetik sampai larutan kembali menjadi bening
- f. langkah c-e diulangi apabila total Ti-iP yang perlu ditambahkan belum tercapai
- g. keluarkan sampel dari timbangan dan aduk pada pengaduk magnetik bila jumlah Ti-iP yang diperlukan sudah terpenuhi,
- h. akuades ditambahkan pada larutan sejumlah yang diperlukan
- i. larutan sampel dikeluarkan dari timbangan
- j. larutan sampel dituangkan ke cawan petri
- k. larutan sampel dikeringkan di atas lempeng pemanas dengan suhu  $60^\circ\text{C}$
- l. proses hidrotermal (lebih kurang 24 jam) dilakukan pada sebagian  $\text{TiO}_2$  yang sudah dikeringkan
- m.  $\text{TiO}_2$  yang diberi perlakuan berbeda dipisahkan

### 3.5 Proses Hidrotermal

Proses hidrotermal dilakukan pada sebagian  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan rute sol-gel. Proses hidrotermal dijabarkan sebagai berikut.

- a. Kalorimeter bom (sebagai autoklaf) disiapkan dengan mengisi air sebatas bawah bejana teflon
- b. Bahan  $\text{TiO}_2$  yang akan diproses disiapkan pada wadah tahan panas (wadah 1)
- c. Wadah 1 disusun sedemikian hingga membentuk susunan dalam bejana teflon
- d. Autoklaf ditutup rapat
- e. Autoklaf dimasukkan dalam dapur
- f. Waktu (selama 24 jam) dan suhu ( $150\text{ }^\circ\text{C}$ ) dapur diatur
- g. Setelah waktu 24 jam terlewati, autoklaf dikeluarkan dari dapur
- h. Bahan  $\text{TiO}_2$  yang telah diproses dikeluarkan dari wadah 1 dan disimpan.

### 3.6 Ekstraksi Pewarna dari Kulit Bawang Merah

Menurut Cherepy et al., [14] bahan yang dapat memberikan efek sensitisasi pada  $\text{TiO}_2$  sebagai semikonduktor adalah bahan flavonoid antosianin. Varian senyawa ini ditemukan pula pada kulit bawang merah. Dengan demikian perlu dilakukan ekstraksi bahan pewarna dari kulit bawang merah untuk merendam kaca yang berlapis semikonduktor. Langkah tersebut, dapat diterangkan sebagai berikut:

- a. beberapa siung bawang dikupas kulitnya, sisihkan bawang
- b. kulit bawang dimasukkan ke dalam gelas beker
- c. air diisikan ke dalam gelas beker, didihkan pada lempeng pemanas
- d. saat air sudah panas, 3-5 tetes asam cuka dapur (25%) ditambahkan ke dalam suspensi
- e. suspensi dibiarkan mendidih

- f. perhatikan warna fluida pada suspensi, bila sudah nampak kecokelatan (seperti teh) pemanas dimatikan
- g. setelah suspensi cukup dingin, fasa padatan dipisahkan dari fluida
- h. fluida (bahan pewarna) disimpan tersebut dalam wadah tertutup

### 3.7 Persiapan Larutan Elektrolit

Larutan elektrolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan elektrolit  $KI/I_3$ . Larutan ini dibuat dengan cara seperti dijabarkan berikut ini:

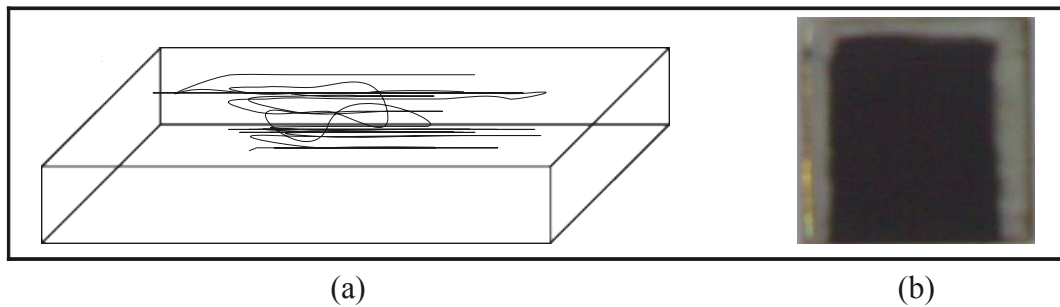
- a. 0,8 gr KI dilarutkan dalam 10 ml asetonitril, aduk hingga larut sempurna
- b. 0.127 gr  $I_2$  ditambahkan ke dalam larutan tersebut
- c. larutan disimpan dalam botol tertutup untuk digunakan kemudian

### 3.8 Persiapan Elektroda-Lawan Karbon (Karbonisasi Kaca)

Untuk setiap kaca berlapis semikonduktor, perlu dipasangkan dengan elektroda-lawan. Pasangan ini adalah satu sel yang hampir lengkap. Kelengkapan sel ini ada pada elektrolit yang nantinya dirembeskan di antara kedua lembar kaca. Elektroda-lawan dapat berupa kaca konduktif yang dilapiskan platinum (Pt) ataupun dilapiskan karbon (C). Atas dasar kemudahan dan rendahnya biaya, dapat digunakan elektroda-lawan dengan karbon.

Pelapisan kaca konduktif dengan karbon, dengan tujuan pembuatan elektroda-lawan, untuk selanjutnya disebut sebagai proses karbonisasi kaca. Proses karbonisasi ini pada dasarnya adalah deposisi karbon pada salah satu permukaan kaca konduktif. Langkah yang ditempuh dalam proses karbonisasi kaca ini adalah:

- a. kaca konduktif diberi pola dengan pensil 2B seperti pada Gambar 3.2 (a)



**Gambar 3.2** (a) Ilustrasi pola pada kaca, dan (b) Kaca terkarbonisasi

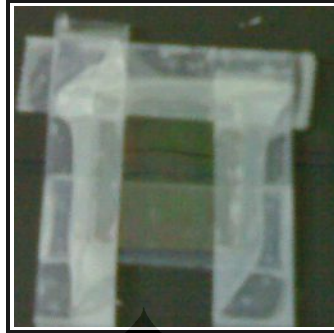
- b. lilin dinyalakan
- c. kaca konduktif dijepit dengan pinset di atas api dengan salah sisi konduktif menghadap ke nyala api
- d. kaca didinginkan yang sudah hitam terlapisi karbon
- e. tepian kaca dibersihkan menyerupai Gambar 3.2 (b)

### 3.9 Pelapisan Kaca dengan Pasta ZnO

Tahapan ini adalah tahapan terakhir persiapan komponen-komponen DSSC. Lapisan yang akan dilapiskan harus memiliki ketebalan yang cukup. Ketebalan didapatkan dengan melakukan *masking* pada kaca yang akan dilapisi ZnO. Lebih lengkap, akan dijelaskan mengenai proses pelapisan pasta ZnO pada kaca konduktif sebagai berikut:

- a. kaca konduktif diberi pembatas (*masking*) dari Scotch™ tape seperti pola pada Gambar 3.3.





**Gambar 3.3** Pola Masking kaca dengan Scotch™ tape sebagai 'cetakan' untuk pasta ZnO

- b. kaca dideposisikan dengan ZnO serta ZnO bercampur  $\text{TiO}_2$  (“variabel semikonduktor”) pada kaca dengan metode *doctor blade*. Metode ini menggunakan batang kaca preparat atau lainnya untuk meratakan pasta pada kaca, seperti pada Gambar 3.4



**Gambar 3.4** Metode “doctor blade”

- c. kaca yang sudah diberikan deposit variabel semikonduktor dikeringkan di udara lebih kurang 30 menit
- d. kaca berlapis variabel semikonduktor diproses *sintering* pada suhu  $450\text{ }^\circ\text{C}$  selama 35 menit, warna lapisan akan menjadi kekuningan sebelum berangsur-angsur menjadi putih kembali
- e. kaca-kaca dibiarkan mendingin pada oven

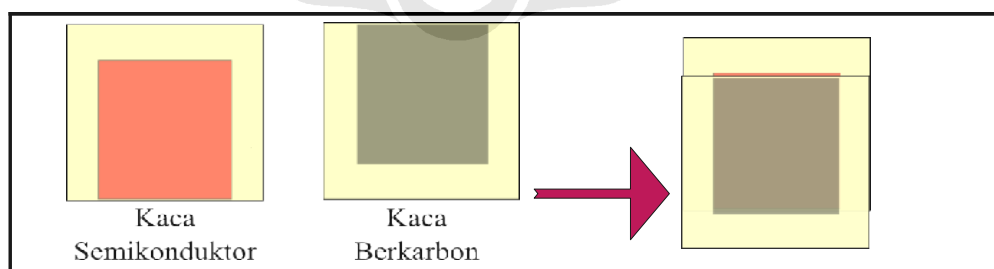
**UNIVERSITAS INDONESIA**

- f. kaca-kaca dikeluarkan dari oven
- g. kaca-kaca berlapis variabel semikonduktor bisa disimpan untuk perakitan sel surya

### 3.10 Perakitan DSSC

Semua komponen DSSC yang sudah secara terpisah dibuat dan disintesis, pada akhirnya harus disatukan untuk menjadi satu sel yang utuh. Berikut ini adalah proses perakitan DSSC yang telah Penulis lakukan pada penelitian ini.

- a. kaca konduktif direndam dalam cawan petri berisi larutan pewarna.
- b. Kaca konduktif diangkat setelah setidaknya 2 jam atau sampai serapan warna pada lapisan variabel semikonduktor sudah memuaskan
- c. kaca yang telah direndam dibersihkan dengan air, lalu etanol, lalu dikeringkan
- d. elektroda-lawan ditempatkan berhadapan dengan kaca berlapis variabel semikonduktor yang sudah diberi pewarna. Kaca diletakkan sedemikian hingga satu sisi yang tidak terlapis pada kedua kaca terletak berjauhan untuk kontak
- e. susunan kaca dijepit dengan penjepit kertas (*binder clips*) pada dua sisi kanan dan kiri yang tidak terlapis. Pastikan tidak ada gelembung udara di antara kedua kaca (Gambar 3.5)



**Gambar 3.5** Susunan tumpukan kaca untuk dirakit sebagai DSSC

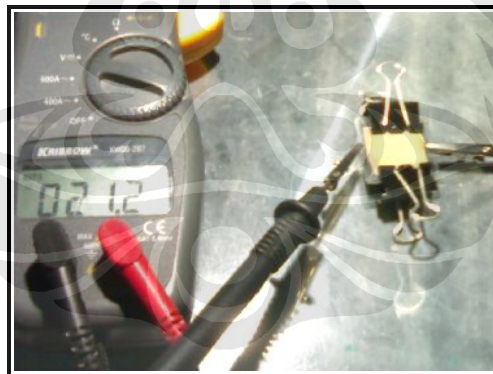
- e. elektrolit diteteskan di dekat bagian kaca yang tidak saling menempel.

Biarkan merembes ke sisi lainnya. Teteskan lagi bila serapan di lapisan variabel semikonduktor masih belum memuaskan

f. sel siap untuk diuji.

### 3.11 Pengujian DSSC

Karena keterbatasan penyinaran matahari di musim penghujan selama proyek penelitian ini dikerjakan, maka diputuskan pengujian konversi energi cahaya menjadi energi listrik dilakukan di bawah penyinaran lampu OHP di laboratorium. Pengujian hanya menguji tegangan sirkuit terbuka (*open circuit voltage*,  $V_{oc}$ ) karena keterbatasan AVO-meter yang tidak mampu menguji arus DC. Pengujian dilakukan dengan menghubungkan kontak listrik pada DSSC dengan kontak listrik pada AVO-meter (Gambar 3.6). Lampu OHP kemudian dinyalakan, dan hasil pembacaan AVO-meter dicatat untuk setiap sel.



Gambar 3.6 Pengujian DSSC

### 3.12 Lokasi Penelitian

Penelitian sebagian besar dilakukan di ruang Laboratorium Nanomaterial Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Sedangkan pengujian difraksi sinar X dilakukan di Laboratorium Karakterisasi

Material Lanjut Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia.



**UNIVERSITAS INDONESIA**