



UNIVERSITAS INDONESIA

STUDI PEMBUATAN TiO_2 NANOTUBE DENGAN TEKNIK ANODISASI PADA PLAT TITANIUM DAN APLIKASINYA UNTUK SEL SURYA TERSENSITASI ZAT WARNA (DSSC)

SKRIPSI

ASEF PURWANTI

0806326544

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPOK

JULI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PEMBUATAN TiO_2 NANOTUBE DENGAN TEKNIK
ANODISASI PADA PLAT TITANIUM DAN APLIKASINYA
UNTUK SEL SURYA TERSENSITASI ZAT WARNA (DSSC)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

ASEF PURWANTI

0806326544

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPOK

JULI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Asef Purwanti

NPM : 0806326544

Tanda tangan : 

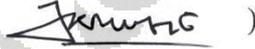
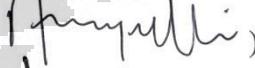
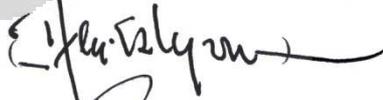
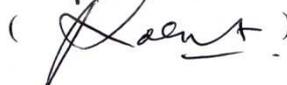
Tanggal : 9 Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Asef Purwanti
NPM : 0806326544
Program Studi : Sarjana Reguler Kimia
Judul Skripsi : Studi Pembuatan TO_2 *Nanotube* dengan Teknik Anodisasi pada Plat Titanium dan Aplikasinya untuk Sel Surya Tersensitasi Zat Warna (DSSC)

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi ()
Pembimbing II : Dr. Ivandini Tribidasari A. ()
Penguji : Dr. Yoki Yulizar, M.Sc ()
Penguji : Dr. Ir. A. Herry Cahyana ()
Penguji : Dr. Rahmat Wibowo ()

Ditetapkan di : Departemen Kimia Universitas Indonesia

Tanggal : 9 Juli 2012

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan nikmat, rahmat dan kasih sayangNya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan lancar. Skripsi ini ditulis sebagai syarat kelulusan untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah membantu penulis dalam proses penelitian dan penyusunan skripsi. Tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, penulis tidak dapat memberikan yang terbaik untuk skripsi ini. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Jarnuzi Gunlazuardi selaku pembimbing I yang telah sabar membimbing, memberikan bantuan dan saran selama penelitian, seminar dan sidang,
2. Dr. Ivandini Tribidasari A. selaku pembimbing II atas saran-saran yang diberikan,
3. Dr. Endang Saepudin selaku pembimbing akademis yang selalu memberikan perhatian terhadap kondisi akademis selama perkuliahan,
4. Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI,
5. Ibu Tresye Utari, M. Si selaku Koordinator Bidang Penelitian Departemen Kimia FMIPA UI,
6. Prof. Bohari M. Yamin, Universiti Kebangsaan Malaysia, yang telah membantu proses karakterisasi,
7. Pak Hedi Surahman selaku Koordinator Lab. Penelitian yang sering membantu ketika ada kesulitan,
8. Pak Cholid Syahroni yang sering menjadi tujuan untuk bertanya,
9. Mbak Ina, Mbak Cucu, Pak Soleh, Pak Mardji dan seluruh staf Departemen Kimia UI yang telah membantu selama penelitian ini,
10. Kedua orang tua yang selama ini menyayangi, selalu memberi nasehat dan mendukung semua pilihan dan keputusan,

11. Rekan kerjaku Kak Uchi, One, Dewi, dan Khusnul,
12. Teman-temanku Esti, Rasti, Inna, Degijol, Irna, Bimo, Budi, JE, Tata dan Vina,
13. Teman-teman seperjuanganku Andri, Depe, Wasis, Bona, Cipik, Cui, Zakki, Dadang,
14. Teman kosku Yessica dan Mbak Ulva yang selalu menemani tiap harinya,
15. Rekan-rekan kimia UI 2008 yang telah bersama selama empat tahun ini,
16. Seluruh pihak yang namanya tidak dapat disebutkan satu per satu.

Akhir kata, saya berharap semua pihak mendapatkan berkah dari Allah yang Maha Kuasa atas kebaikan yang telah diberikan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi masyarakat dan perkembangan ilmu pengetahuan di Indonesia.

Penulis,

2012

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Asef Purwanti

NPM : 0806326544

Program Studi : Kimia

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis karya : Skripsi

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Studi Pembuatan TiO_2 Nanotube dengan Teknik Anodisasi pada Plat Titanium dan Aplikasinya untuk Sel Surya Tersensitasi Zat Warna (DSSC)

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 9 Juli 2012

Yang menyatakan,



(Asef Purwanti)

vi

ABSTRAK

Nama : Asef Purwanti
Program studi : Kimia
Judul : Studi Pembuatan TiO_2 *Nanotube* dengan Teknik Anodisasi pada Plat Titanium dan Aplikasinya untuk Sel Surya Tersensitasi Zat Warna (DSSC)

Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC) telah menarik perhatian sebagai salah satu sumber energi alternatif yang terbarukan. Di daerah tropis, dimana cahaya matahari hampir tersedia sepanjang tahun, DSSC dapat menjadi sumber energi yang sangat berguna. Penelitian tentang DSSC telah dilakukan secara intensif oleh kelompok peneliti terutama di negara-negara maju. Saat ini, kami bekerja pada pembuatan DSSC dengan mensintesis TiO_2 *nanotube* melalui proses anodisasi pada plat titanium dengan larutan elektrolit garam amonium florida dalam gliserol. Kemudian TiO_2 *nanotube* dikarakterisasi dengan termal insitu XRD, UV-Vis DRS dan SEM, yang mengindikasikan terjadinya fase kristal anatase pada perlakuan panas suhu 400°C . Film anatase yang terbentuk menunjukkan morfologi *nanotube* yang sangat teratur, dengan ketebalan film sekitar $1,6\ \mu\text{m}$. *Nanotube* memiliki rata-rata ketebalan dinding, diameter pori dan diameter luar sekitar 19 nm, 67 nm dan 105 nm. Kemudian zat warna alizarin yang berfungsi sebagai *sensitizer* dilekatkan pada TiO_2 *nanotube* (TiO_2 -NT/alizarin) dengan metode elektroforesis. Ti/ TiO_2 -NT/alizarin tersebut selanjutnya dirakit menjadi sel DSSC menggunakan iodium sebagai elektrolit dan film Pt pada kaca ITO sebagai elektroda *counter*. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa rangkaian sel DSSC menghasilkan nilai efisiensi maksimum pada waktu anodisasi 4 jam dan waktu elektroforesis zat warna 12 menit.

Kata kunci : Sel Surya Tersensitasi Zat Warna, TiO_2 *nanotube*, alizarin, anodisasi, elektroforesis

xiv+62 halaman : 33 gambar, 2 tabel

Daftar Pustaka : 32 (1938-2012)

ABSTRACT

Name : Asef Purwanti
Study Program : Chemistry
Title : Study on the Preparation of Highly Ordered TiO₂ Nanotube by Anodization of Titanium Metal Sheet and Its Application for Dye-Sensitized Solar Cells

Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC) has attracted attention as one of future renewable alternative energy source. In tropical area, where the solar light is almost available all the year, DSSC can be very useful. Research on DSSC has been conducted intensively by research groups mostly in advance countries. We recently start work on DSSC issue by employing highly ordered TiO₂ nanotube, prepared by anodization of titanium metal sheet in the present of aqueous ammonium fluoride in glycerol. The prepared TiO₂ nanotube was characterized by mean insitu thermal treatment XRD, UV-Vis DRS and SEM, which indicate the occurrence of anatase crystal phase upon heat treatment at 400⁰C. The formed anatase film showed morphology of highly ordered nanotube array, with about 1.6 μm film thickness, having average of wall thickness and internal diameter of 19 nm and 67 nm, respectively. The typical dyes sensitizer (e.g. alizarin) then was attached to the TiO₂ nanotube (TiO₂-NT/alizarin) by electrophoresis method. The Ti/TiO₂-NT/alizarin then was assembled in typical DSSC, employing iodine as an electrolyte and Pt film supported on an ITO glass, as the counter electrode and light window as well. The measurement result indicates that the series of DSSC cells produce the maximum efficiency at 4 hours anodization and 12 minutes electrophoresis dye.

Keywords : Dye-Sensitized Solar Cell, TiO₂ nanotube, alizarin, anodization, electrophoresis

xiv+62 pages : 33 pictures; 2 tables

Bibliography : 32 (1938-2012)

DAFTAR ISI

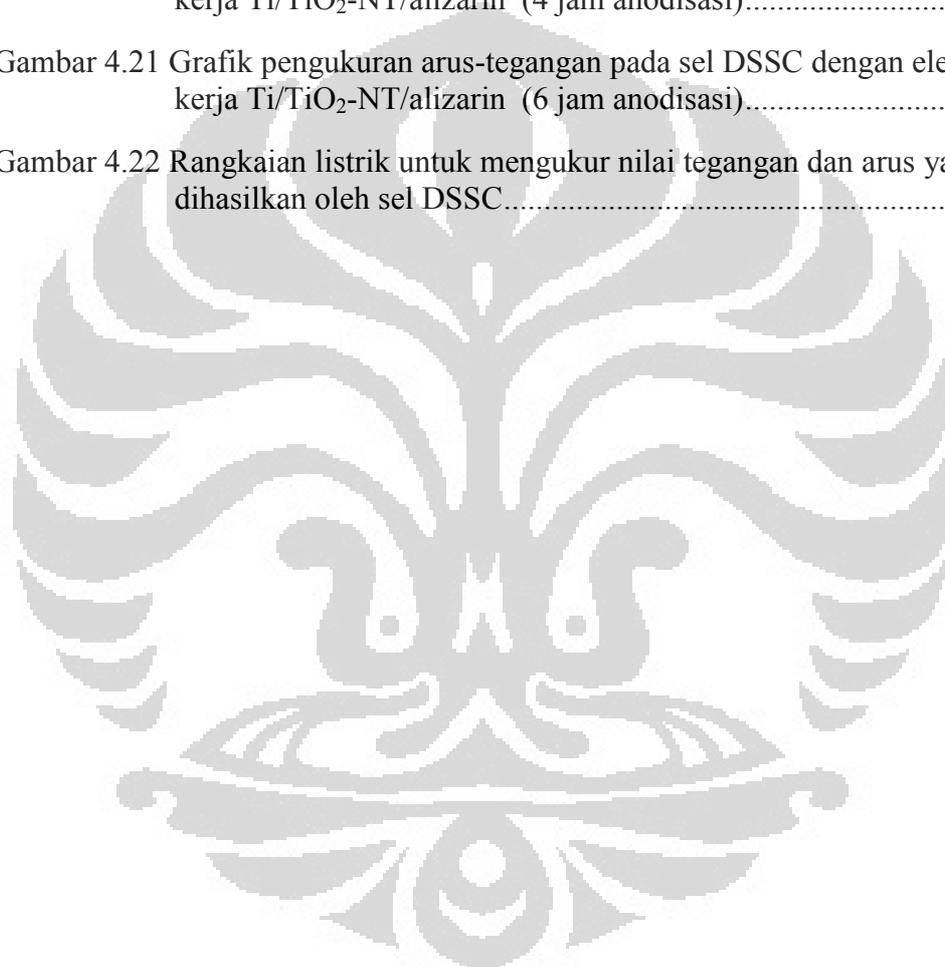
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PUBLIKASI.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Hipotesis.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 <i>Dye-Sensitized Solar Cell</i> (DSSC).....	5
2.1.1 Semikonduktor TiO ₂	6
2.1.2 <i>Dye-photosensitizer</i> (zat warna).....	7
2.1.3 Elektroda Counter.....	9
2.1.4 <i>Indium Tin Oxide</i> (ITO).....	10
2.1.5 Elektrolit.....	10
2.2 Proses Anodisasi.....	10
2.3 Efisiensi Sel Surya (η).....	11
2.4 UV-Vis Spektrofotometer.....	12
2.5 FT-IR Spektrofotometer.....	14
2.6 <i>X-ray Diffraction</i> (XRD).....	15
2.7 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	15
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	18
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat.....	18
3.2.2 Bahan.....	18
3.3 Prosedur Kerja.....	19
3.3.1 Pembuatan larutan Elektrolit.....	19
3.3.2 Penyiapan larutan alizarin.....	19
3.3.3 Fabrikasi film TiO ₂ <i>nanotube</i> dengan teknik anodisasi.....	19
3.3.4 Uji fotoelektrokatalisis TiO ₂ <i>nanotube</i> (TiO ₂ -NT/Ti).....	20

3.3.5 Proses elektroforesis adsorpsi alizarin pada lapisan TiO ₂ /Ti dengan variasi waktu	20
3.3.6 Preparasi elektroda <i>counter</i> platina	21
3.3.7 Perakitan DSSC	21
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	22
4.1 Sintesis Titania <i>Nanotube</i> (TiO ₂ -NT)	22
4.2 Hasil Karakterisasi TiO ₂ <i>Nanotube</i>	24
4.2.1 Karakterisasi Visual dengan SEM	24
4.2.2 Karakterisasi dengan <i>Diffuse Reflectance Spectrometry</i> (DRS) Daerah UV-Vis	26
4.2.3 Karakterisasi dengan XRD	28
4.2.4 Karakterisasi Spektrum dan Gugus Fungsi dengan FT-IR	29
4.2.5 Uji Fotoelektrokatalisis dengan Teknik <i>Linear Sweep Voltametry</i> (LSV)	30
4.3 Modifikasi TiO ₂ <i>Nanotube</i> dengan Alizarin	31
4.3.1. Karakterisasi TiO ₂ -NT/alizarin	33
4.4 Pengujian Kinerja Sel DSSC	36
4.4.1 Pengukuran Menggunakan Potensiostat	38
4.4.2 Pengukuran Menggunakan Potensiometer dan Digital Multimeter	41
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	43
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Prinsip kerja sel DSSC	5
Gambar 2.2 Bentuk kristal TiO ₂	7
Gambar 2.3 Posisi pita energi beberapa semikonduktor	7
Gambar 2.4 Struktur dari sensitizer berbasis Ru.....	9
Gambar 2.5 Struktur zat warna porfirin dan zat warna organik lainnya	9
Gambar 2.6 Penjelasan konseptual terbentuknya <i>nanotube</i>	11
Gambar 2.7 Grafik tegangan dan arus pada DSSC	12
Gambar 2.8 Diagram eksitasi elektronik yang mungkin terjadi dalam suatu molekul	13
Gambar 2.9 Diagram kerja spektrofotometer UV-Vis <i>double beam</i>	14
Gambar 2.10 Alat SEM.....	17
Gambar 3.1 Susunan sel DSSC	21
Gambar 4.1 Hasil pemanasan TiO ₂	24
Gambar 4.2 Gambar SEM.....	24
Gambar 4.3 Ilustrasi tabung berpori TiO ₂ dan perkiraan ukuran.....	25
Gambar 4.4 Spektra UV-Vis DRS TiO ₂ -NT/Ti	26
Gambar 4.5 Spektra Kubelka-Munk vs energi dari TiO ₂ -NT	27
Gambar 4.6 Pola XRD lapisan tipis TiO ₂ -NT/Ti hasil dari proses anodisasi selama 4 jam dan pemanasan bertahap dari suhu 25°-500°C.....	28
Gambar 4.7 Spektrum FT-IR TiO ₂ -NT/Ti hasil anodisasi selama 4 jam	29
Gambar 4.8 Kurva pengukuran arus cahaya TiO ₂ -NT/Ti pada keadaan gelap dan terang menggunakan sinar lampu UV	31
Gambar 4.9 Kurva lama waktu anodisasi dengan arus yang dihasilkan	31
Gambar 4.10 Struktur molekul Alizarin Red S	32
Gambar 4.11 Spektrum UV-Vis DRS sampel 2 jam yang dielektroforesis	33
Gambar 4.12 Spektrum UV-Vis DRS sampel 4 jam yang dielektroforesis	33
Gambar 4.13 Spektrum UV-Vis DRS sampel 6 jam yang dielektroforesis	34
Gambar 4.14 Spektrum FT-IR Ti/TiO ₂ /alizarin dengan waktu anodisasi 2 jam... ..	35

Gambar 4.15 Spektrum FT-IR Ti/TiO ₂ /alizarin dengan waktu anodisasi 4 jam...	35
Gambar 4.16 Spektrum FT-IR Ti/TiO ₂ /alizarin dengan waktu anodisasi 6 jam...	36
Gambar 4.17 Susunan <i>sandwich</i> sel DSSC	36
Gambar 4.18 Diagram energi TiO ₂ -Alizarin pada proses injeksi elektron	37
Gambar 4.19 Grafik pengukuran arus-tegangan pada sel DSSC dengan elektroda kerja Ti/TiO ₂ -NT/alizarin (2 jam anodisasi).....	39
Gambar 4.20 Grafik pengukuran arus-tegangan pada sel DSSC dengan elektroda kerja Ti/TiO ₂ -NT/alizarin (4 jam anodisasi).....	39
Gambar 4.21 Grafik pengukuran arus-tegangan pada sel DSSC dengan elektroda kerja Ti/TiO ₂ -NT/alizarin (6 jam anodisasi).....	40
Gambar 4.22 Rangkaian listrik untuk mengukur nilai tegangan dan arus yang dihasilkan oleh sel DSSC.....	41



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Nilai <i>band gap</i> TiO ₂ -NT dari berbagai macam waktu anodisasi.....	27
Tabel 4.2 Koreksi nilai kinerja sel DSSC berdasarkan pengukuran menggunakan potensiometer dan digital multimeter	42



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Bagan kerja.....	49
Lampiran 2	Skema proses pembuatan TiO ₂ <i>nanotube</i>	50
Lampiran 3	Perhitungan Kubelka-Munk	51
Lampiran 4	Spektrum Alizarin diukur menggunakan UV-Vis spektrofotometer	54
Lampiran 5	Hasil pengukuran spektrum FT-IR.....	56
Lampiran 6	Pengukuran arus dan tegangan sel DSSC menggunakan potensiostat.....	58
Lampiran 7	Pembuatan kurva IV sel DSSC pada <i>software</i> EChem	59
Lampiran 8	Hasil pengukuran arus dan tegangan sel DSSC menggunakan potensiostat.....	61
Lampiran 9	Pengukuran nilai arus dan tegangan sel surya menggunakan potensiometer dan digital multimeter di bawah sinar matahari	62



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan energi manusia akan semakin meningkat per tahunnya. Selama ini penggunaan energi terbanyak berasal dari bahan bakar fosil (minyak bumi, batu bara dan gas bumi). Padahal sumber energi fosil merupakan sumber energi yang tak terbarukan dan akan semakin menipis persediaannya di muka bumi. Cadangan sumber energi yang berasal dari fosil di seluruh dunia diperkirakan hanya sampai 40 tahun untuk minyak bumi, 60 tahun untuk gas alam, dan 200 tahun untuk batu bara (Quan, 2006). Selain itu energi fosil menghasilkan buangan berupa karbondioksida yang dapat menyebabkan pemanasan global. Adanya pemanasan global menuntut manusia untuk segera menemukan sumber energi baru yang terbarukan dan ramah lingkungan.

Keberadaan energi surya dari sinar matahari sangat melimpah di bumi. Energi sinar matahari yang diterima oleh permukaan bumi sebesar 69 persen dari total energi pancaran matahari. Suplai energi surya dari sinar matahari di bumi besarnya bisa mencapai 3×10^{24} joule pertahun, energi ini setara dengan 2×10^{17} watt (Chang dan Vhang, 2010). Jika energi surya dikonversikan menjadi energi listrik, maka energi tersebut dapat berfungsi sebagai energi alternatif yang menggantikan bahan bakar fosil. Proses konversi energi tersebut dapat dilakukan dengan menciptakan perangkat *photovoltaic cell*.

Photovoltaic cell adalah sel surya berbasis semikonduktor yang menggunakan fenomena fotoelektrokimia sebagai prinsip dasar untuk menghasilkan energi listrik. Jenis sel surya yang telah menghasilkan efisiensi tinggi (23%) adalah *solid-state junction photovoltaic cell* yang menggunakan semikonduktor berbahan silikon dengan sifat kristal tinggi (*high-crystalline silicon*) (Grätzel, 2003). Walaupun efisiensi yang dihasilkan tinggi, namun bahan kristalin silikon masih sangat mahal.

Pada tahun 1991, Michael Grätzel, memperkenalkan salah satu jenis *photovoltaic cell* yaitu sel surya tersensitasi zat warna (*Dye Sensitized Solar Cell*,

DSSC) yang mempunyai efisiensi di atas 7% dengan harga produksi yang lebih murah (Karlsson, 2011). Sistem DSSC tersebut secara garis besar terdiri atas material semikonduktor sebagai elektroda kerja, zat warna sebagai penyerap sinar dan donor elektron, elektrolit, serta *counter* elektroda yang disusun dengan bentuk *sandwich*. Elektroda kerja yang digunakan adalah TiO₂ nanoporous di atas kaca penghantar yang ditambahkan zat warna di permukaannya secara kemisorpsi, dipisahkan oleh larutan elektrolit dari elektroda *counter*-nya.

Semikonduktor TiO₂ merupakan material yang umum digunakan dalam pembuatan DSSC diantaranya karena harga TiO₂ yang relatif murah, inert dan tidak berbahaya bagi kesehatan. TiO₂ merupakan semikonduktor tipe n dan memiliki band gap 3-3,2 eV, sehingga TiO₂ dapat menyerap cahaya dengan panjang gelombang pada daerah ultraviolet dan transparan terhadap cahaya tampak. Oleh karena itu, perlu ditambahkan kromofor pada permukaan TiO₂ agar dapat menyerap sinar matahari dan mengkonversinya menjadi tenaga listrik. Luas permukaan semikonduktor TiO₂ sangat berpengaruh pada efisiensi sel sehingga berbagai macam struktur telah dikembangkan, diantaranya material berstruktur meso, material berstruktur satu dimensi (*nanorod*, *nanowire*, *nanotube*) dan lain-lain (Adachi et al, 2004).

Dari berbagai morfologi TiO₂, struktur TiO₂ *nanotube* menghasilkan fotoanoda yang mempunyai tingkat *photovoltaic* tinggi (Zhu et al, 2007). *Lifetime* elektron pada film tipis berstruktur *nanotube* menjadi tiga kali lebih besar dari struktur nanopartikel lain akibat dari panjang difusi elektronnya (Ohsaki et al, 2005). Salah satu cara untuk menghasilkan morfologi *nanotube* adalah dengan melakukan anodisasi pada plat logam titanium, yakni menumbuhkan titania *nanotube* secara elektrokimia dengan bantuan elektrolit garam florida (Kuang et al, 2008).

Zat warna yang digunakan dalam DSSC adalah zat warna yang mempunyai gugus kromofor. Kromofor berfungsi untuk membantu menyerap sinar pada rentang panjang gelombang yang lebih lebar (cahaya tampak) dan selanjutnya bertindak sebagai donor elektron. Dalam sistem DSSC jangkauan rentang panjang gelombang sinar matahari yang dapat diserap dapat dioptimalkan dengan memilih zat warna yang sesuai. Karena komponen-komponennya dapat

Universitas Indonesia

diubah-ubah dengan hanya mengganti zat warnanya atau selnya dengan substrat yang fleksibel, maka DSSC sangat menarik untuk dijadikan *Building Integrated Photovoltaics* (BIPV) (Junghänel, 2007).

1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian ini, dibuat lapisan TiO_2 *nanotube* di atas bahan penyangga konduktif (plat logam titanium) dengan cara anodisasi dengan bantuan elektrolit garam fluorida. Partikel TiO_2 dibuat dengan sistem *nanotube* agar dapat menghasilkan permukaan partikel yang luas. Kemudian, pada TiO_2 *nanotube* tersebut akan dilapiskan zat warna yang sesuai. Zat warna yang digunakan adalah zat warna yang mempunyai nilai ϵ (absorptivitas molar) yang besar, jangkauan spektrum serapan yang lebar di daerah sinar tampak, dan memiliki posisi energi π^* (LUMO) sedikit lebih besar dari tingkat energi pita konduksi titania (Karlsson, 2011). Zat warna yang demikian dapat memberikan efek fotoelektrokimia yang tinggi.

Zat warna tersebut di atas dapat berupa senyawa organik atau organometalik dengan gugus kromofor yang sesuai. Sebagai tambahan, zat yang memiliki spesi ionnya akan menguntungkan, yakni memungkinkan diterapkannya teknik elektroforesis agar zat warna tersebut dapat masuk ke pori-pori partikel TiO_2 , dan teradsorpsi dengan baik pada saat tahap adsorpsi zat warna pada permukaan TiO_2 .

Setelah diperoleh TiO_2 yang dilapisi zat warna (*dye-sensitized-TiO₂*), komponen ini dirangkai dengan teknik *sandwich* menjadi sel surya. Sel surya yang disusun terdiri dari *dye-sensitized-TiO₂*, elektrolit, dan elektroda *counter* yang transparan. Karakterisasi sel surya dilakukan terhadap nilai tegangan *open circuit* (tegangan output dari sel yang difabrikasi). Pengukuran tegangan dilakukan dengan menyinari DSSC dengan cahaya tampak.

1.3 Hipotesis

Proses anodisasi pada plat titanium dapat menghasilkan TiO_2 dengan morfologi *nanotube* dan perlakuan panas yang diberikan pada suhu 500°C menghasilkan fasa kristal anatase.

Elektroforesis dapat digunakan untuk proses adsorpsi zat warna alizarin pada permukaan TiO_2 *nanotube*. Alizarin red S yang berupa garam akan terionisasi dalam air menghasilkan sisa asam yang bermuatan negatif. Dengan adanya muatan tersebut, alizarin akan bermigrasi dalam air jika diberikan tegangan dari luar.

Sel DSSC yang disusun secara *sandwich* menghasilkan kinerja yang baik karena struktur TiO_2 *nanotube* yang dipakai dapat memudahkan terjadinya difusi elektron dalam sel. Selain itu, permukaannya yang luas memungkinkan adanya adsorpsi zat warna yang optimal.

1.4 Tujuan Penelitian.

Tujuan penelitian yang dilakukan adalah untuk:

1. Mendapatkan lapisan tipis semikonduktor TiO_2 dengan morfologi *nanotube* dan memiliki fasa kristal anatase, secara anodisasi logam titanium dan perlakuan panas.
2. Mendapatkan film TiO_2 *nanotube* yang dilapisi zat warna alizarin melalui proses adsorpsi secara elektroforesis.
3. Mendapatkan rangkain sel surya tipe *Dye-Sensitized Solar Cell* (DSSC), dengan Ti/TiO_2 *nanotube*/alizarin sebagai elektroda kerja dan menguji kinerjanya.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini mempunyai manfaat dalam penyediaan energi alternatif bagi masyarakat Indonesia dengan harga yang relatif terjangkau. DSSC dapat mengkonversikan energi matahari menjadi energi listrik, sehingga memungkinkan untuk mereduksi penggunaan energi fosil yang terbatas jumlahnya.

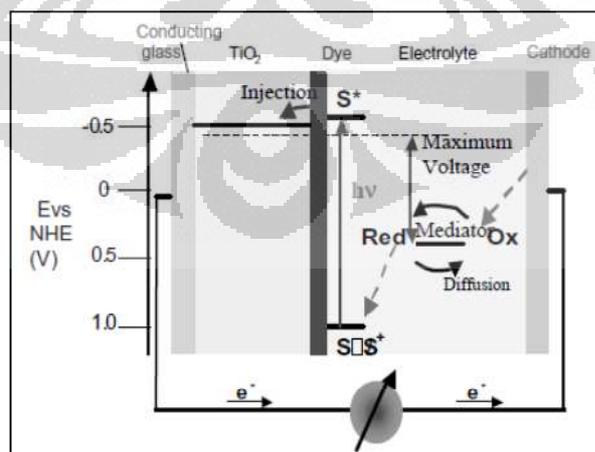
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC)*

Sel Surya Tersensitasi Zat Warna (*Dye-Sensitized Solar Cell*, DSSC) adalah salah satu jenis sel surya yang terbuat dari tiga komponen utama yaitu elektroda kerja (*working electrode*), elektroda lawan (*counter electrode*) dan larutan elektrolit. Elektroda kerja yang biasanya digunakan berupa lapisan tipis TiO_2 nanopartikel pada substrat kaca transparan. Permukaan lapisan TiO_2 nanopartikel tersebut dilapisi oleh zat warna yang berfungsi sebagai *sensitizer*, yaitu bahan yang dapat menyerap cahaya matahari dalam daerah serapan yang lebar (Grätzel, 2003).

Jika ada energi cahaya yang diterima DSSC, maka akan terjadi interaksi cahaya dengan zat warna yang menghasilkan fotoeksitasi elektron (Gambar 2.1). Elektron π , pita HOMO (*High Occupied Molecular Orbital*) dari zat warna, akan tereksitasi menuju ke π^* , pita LUMO (*Low unoccupied Molecular Orbital*). Proses eksitasi elektron zat warna tersebut diikuti dengan injeksi elektron dari pita LUMO zat warna ke pita konduksi semikonduktor. Akibatnya, terbentuklah *hole* pada pita HOMO zat warna.



Gambar 2.1 Prinsip kerja sel DSSC

[sumber : Grätzel, 2003]

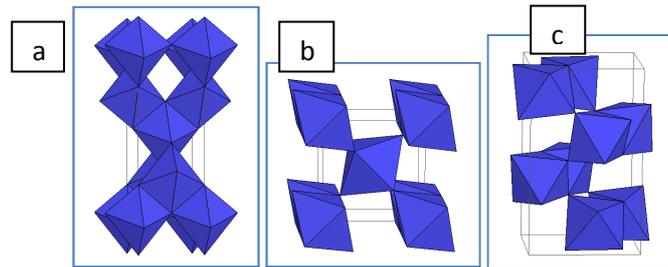
Hole diregenerasi oleh donasi elektron dari elektrolit. Biasanya, pelarut elektrolit yang digunakan berupa pelarut yang mengandung sistem redoks, seperti pasangan iodida/triiodida. Elektrolit sendiri akan diregenerasi pada elektroda *counter* yang mendapatkan aliran elektron dari sirkuit eksternal.

Aliran elektron pada sirkuit eksternal berasal dari elektron yang terinjeksi ke semikonduktor, kemudian berpindah dari semikonduktor ke elektroda kerja. Perpindahan elektron mengakibatkan elektroda *counter* cenderung bermuatan positif dan mempunyai potensial positif. Sedangkan sisi elektroda kerja yang berupa kaca transparan yang dilapisi TiO_2 akan mempunyai potensial negatif sehingga perbedaan potensial tersebut dapat menyebabkan terjadinya aliran listrik. Beda potensial maksimum antara kedua elektroda dapat diartikan sebagai selisih antara *Fermi level* semikonduktor dan potensial redoks pada elektrolit. Secara keseluruhan, sistem ini dapat menghasilkan energi listrik dari cahaya matahari tanpa adanya perubahan kimia yang permanen.

Untuk mendapatkan hasil kinerja sel surya yang optimal, pembuatan DSSC harus dioptimalkan dalam setiap komponen-komponennya. Semikonduktor harus bisa mengalirkan elektron tanpa terjadi proses rekombinasi elektron. Zat warna yang digunakan harus bisa menyerap cahaya dengan rentang panjang gelombang yang besar. Di sisi lain, larutan elektrolit yang digunakan harus mempunyai tingkat energi yang lebih besar dibandingkan dengan pita HOMO dari zat warna, tidak mudah menguap dan mempunyai kestabilan tinggi.

2.1.1 Semikonduktor TiO_2

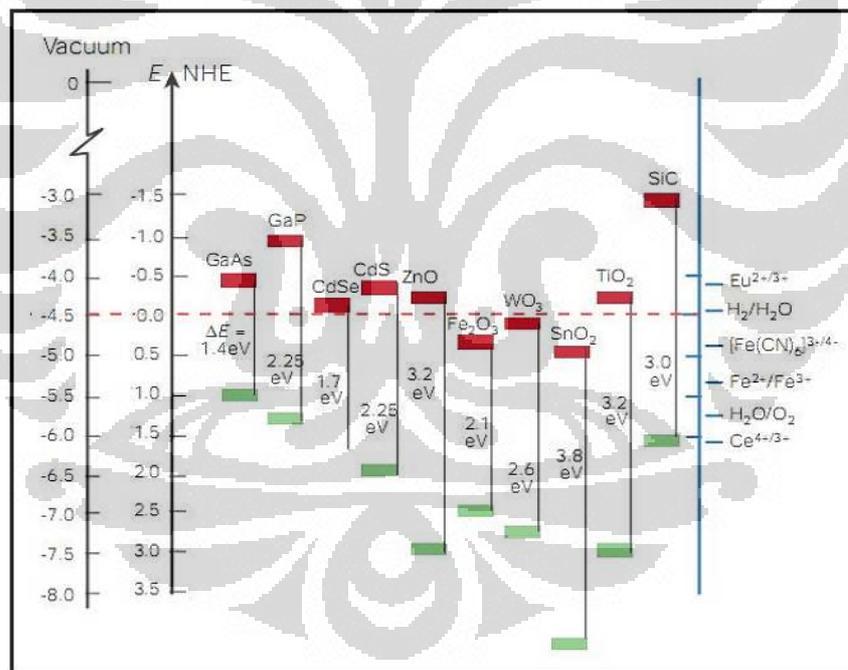
Di alam, semikonduktor TiO_2 memiliki tiga tipe kristal yaitu rutil, anatase dan brookite (Gambar 2.2). Tipe kristal yang umum digunakan adalah tipe rutil dan anatase. Struktur rutil memiliki *band gap* sebesar 3.0 eV setara dengan energi gelombang cahaya UV dengan panjang gelombang 413 nm, sedangkan struktur anatase memiliki *band gap* sebesar 3.2 eV yang setara dengan panjang gelombang 388 nm. Dengan nilai *band gap* tersebut, TiO_2 tergolong sebagai bahan semikonduktor, yaitu senyawa yang dapat bertindak sebagai konduktor saat menerima energi yang setara dengan nilai *band gap* dan sebaliknya.



Gambar 2.2 Bentuk kristal TiO_2 a). anatase, b). rutile, c). brookite

[Sumber : Smyth, 1988]

Terlihat pada Gambar 2.3, TiO_2 mempunyai *Fermi level* yang jauh lebih dekat ke pita konduksi daripada ke pita valensinya sehingga TiO_2 cenderung bermuatan negatif dan dapat bertindak sebagai media penghantar elektron dari zat warna ke elektroda.



Gambar 2.3 Posisi pita energi beberapa semikonduktor

[Sumber : Michael Grätzel, 2001]

2.1.2 *Dye-photosensitizer* (zat warna)

Dye-photosensitizer atau zat warna merupakan salah satu komponen yang penting dalam proses penyerapan cahaya dalam sel surya. Zat warna berfungsi

Universitas Indonesia

untuk menyerap cahaya, memompa elektron ke dalam semikonduktor, menerima pasangan elektron dari larutan elektrolit, dan seterusnya yang berlangsung dalam satu siklus.

Persyaratan zat warna agar dapat digunakan dalam DSSC antara lain (i) mempunyai serapan yang kuat di daerah cahaya tampak, (ii) stabilitas tinggi dan reversibilitas yang baik dalam bentuk teroksidasinya, keadaan dasar dan tereksitasi serta (iii) potensial redoks yang sesuai berkenaan dengan tepi pita konduksi semikonduktor maupun perantara muatan redoks dalam elektrolit, untuk memperkuat efisiensi injeksi muatan dan proses regenerasi (De Paoli dan Longo, 2003). *Sensitizer* ideal untuk sel fotovoltaik persimpangan tunggal (dapat mengubah standar global AM 1,5 sinar matahari menjadi energi listrik) adalah *sensitizer* yang harus menyerap cahaya di bawah ambang panjang gelombang 920 nm.

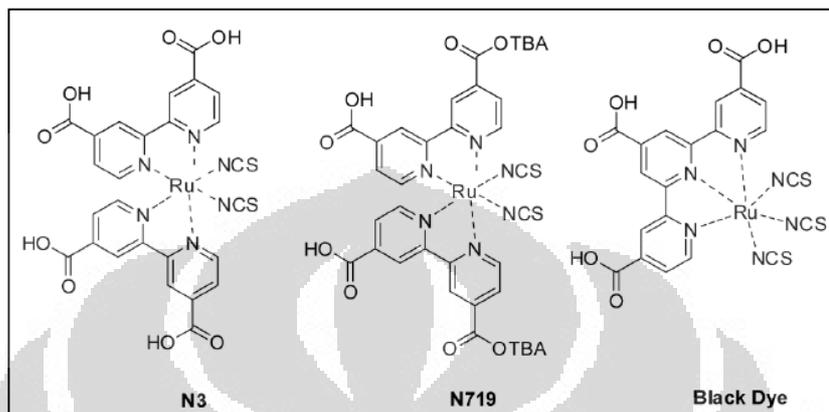
Selain itu, *sensitizer* juga harus merupakan senyawa yang mempunyai gugus hidroksilat, karboksilat atau fosfonat agar dapat dilapiskan ke permukaan oksida semikonduktor. Tingkat energi keadaan tereksitasi harus sesuai dengan batas bawah pita konduksi oksida untuk meminimalkan hilangnya energi selama reaksi transfer elektron. Potensial redoksnya harus cukup tinggi sehingga dapat diregenerasi melalui sumbangan elektron dari sistem redoks elektrolit. Selain itu *sensitizer* harus stabil untuk mempertahankan sekitar 10^8 siklus pergantian atau setara dengan 20 tahun paparan cahaya alami.

Dikenal adanya dua jenis zat warna yaitu zat warna alami dan zat warna sintetik. Keduanya adalah senyawa yang memiliki gugus kromofor (gugus yang dapat menyerap komponen cahaya tampak). Zat warna alami identik dengan bahan-bahan organik alam yang berpotensi besar jika digunakan sebagai *photosensitizer*. Zat warna organik memiliki beberapa keuntungan misalnya mempunyai koefisien absorpsi yang tinggi akibat transisi intramolekuler $\pi - \pi^*$.

Sebagian besar penelitian terhadap zat warna dikhususkan untuk mengidentifikasi dan mensintesis zat warna yang sesuai dengan kriteria di atas, dengan tetap mempertahankan stabilitas foto-elektrokimianya. Selama beberapa tahun perkembangan *sensitizer* difokuskan pada senyawa organometalik. Berbagai *sensitizer* berbasis ruthenium seperti **N3**, **N719** dan **Black dye** (Gambar 2.2) telah

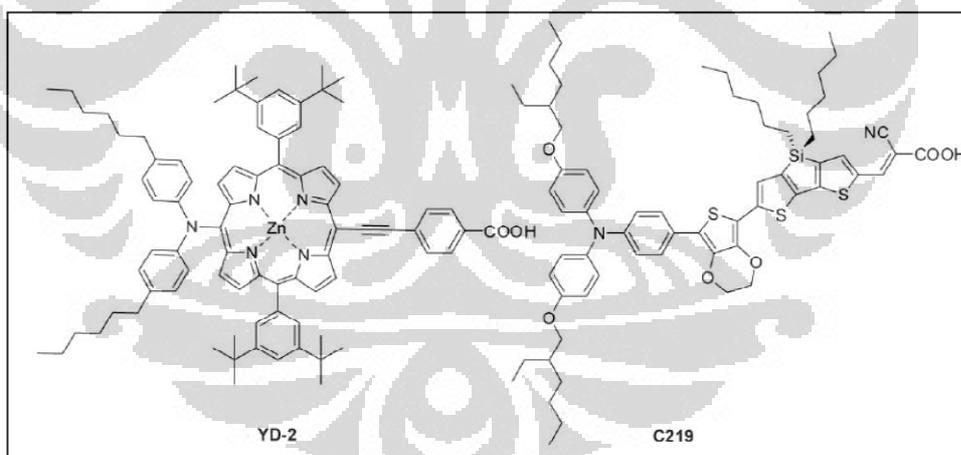
Universitas Indonesia

disintesis dan sel surya yang menggunakan *sensitizer* ini efisiensinya dapat mencapai lebih dari 11%. Untuk *sensitizer* yang terbuat dari senyawa nonlogam, contohnya porfirin hijau **YD-2** (gambar 2.3), efisiensinya mencapai 11% untuk saat ini dan catatan untuk zat warna organik bebas logam **C219** sekitar 10%.



Gambar 2.4 Struktur dari sensitizer berbasis Ru

[Sumber : Karlsson, 2011]



Gambar 2.5 Struktur zat warna porfirin dan zat warna organik lainnya

[Sumber : Karlsson, 2011]

2.1.3 Elektroda *Counter*

Elektroda *counter* dalam DSSC biasanya terdiri dari lapisan konduktif pada kaca atau plastik. Untuk regenerasi sistem redoks yang lebih efisien, pada

permukaan elektroda diberi lapisan platina atau karbon. Penggunaan setiap jenis elektroda mempunyai kelebihan masing-masing. Platina mempunyai konduktivitas yang tinggi dan stabil. Sedangkan karbon mempunyai konduktivitas lebih kecil dari platina, tetapi mempunyai luas permukaan yang relatif lebih besar dibandingkan dengan platina.

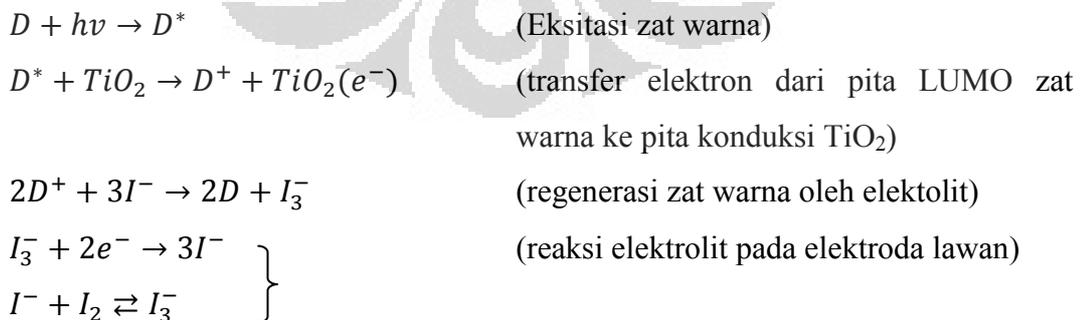
2.1.4 Indium Tin Oxide (ITO)

Kaca *Indium Tin Oxide* (ITO) merupakan salah satu material TCO (*Transparent Conductive Oxide*) yang juga banyak digunakan sebagai penyangga elektroda kerja atau sebagai elektroda *counter*. Kaca ITO terbuat dari oksida indium sebagai bahan dasar material yang didoping oleh Sn (timah) untuk meningkatkan konduktivitas listriknya. Sn bertindak sebagai dopan kationik pada struktur kristal In_2O_3 dan menggantikan atom Indium pada stuktur kristal yang kemudian berikatan dengan oksigen (Ngamsinlapasathiana, 2005).

2.1.5 Elektrolit

Elektrolit digunakan dalam DSSC sebagai senyawa yang dapat mengisi *hole* (kehilangan elektron) pada pita HOMO dari zat warna akibat adanya eksitasi elektron setelah penyerapan cahaya tampak. Elektrolit menerima elektron dari elektroda *counter* agar kesetimbangannya dapat dipertahankan dalam larutan (reversibel). Elektrolit yang sering digunakan dalam DSSC adalah pasangan I^-/I_3^- yang terdapat di dalam cairan asetonitril (CH_3CN) (Karlsson, 2011).

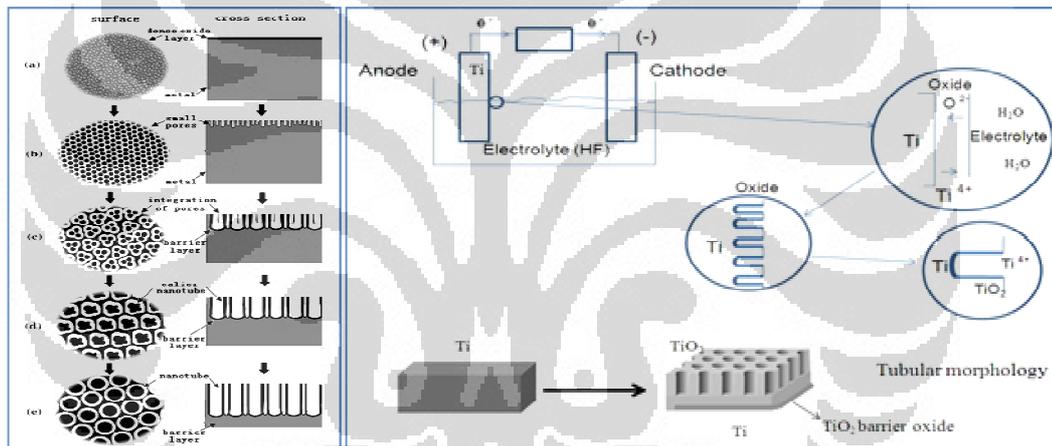
Mekanisme reaksi yang terjadi pada sistem DSSC adalah :



2.2 Proses Anodisasi

Sebuah film oksida dapat tumbuh di atas logam tertentu (aluminium, niobilium, tantalum, titanium, tungsten) dengan proses elektrokimia yang disebut anodisasi (Alwitt, 2002). Titanium adalah logam yang paling sering digunakan untuk pembuatan sel DSSC karena lapisan oksida yang dihasilkan dapat mendukung terjadinya proses difusi elektron yang maksimal.

Anodisasi pada logam titanium adalah salah satu metode sederhana yang digunakan untuk mempersiapkan film TiO_2 , yaitu dengan cara oksidasi anodik pada logam titanium. Logam titanium direndam dalam larutan elektrolit yang mengandung ion F^- dan ditempatkan sebagai kutub positif dengan elektroda counter platina pada bias potensial tertentu. Berikut ini merupakan skema proses anodisasi (Gambar 2.6):



Gambar 2.6 Penjelasan konseptual terbentuknya *nanotube*

(Sumber : Jing Bai et al, 2008)

2.3 Efisiensi Sel Surya (η)

Keseluruhan energi cahaya yang dapat diubah menjadi energi listrik didefinisikan sebagai :

$$\eta = \frac{J_{sc} \cdot V_{oc}}{P_{in}} \quad (2.1)$$

J_{sc} : densitas arus pada sirkuit pendek

V_{oc} : tegangan yang dihasilkan ketika belum terjadi hubungan arus.

FF : *Fill factor*, yaitu ukuran luas persegi dalam kurva (Gambar 2.7) atau merupakan ukuran kuantitatif kualitas sistem sel surya dan diperoleh dari persamaan berikut :

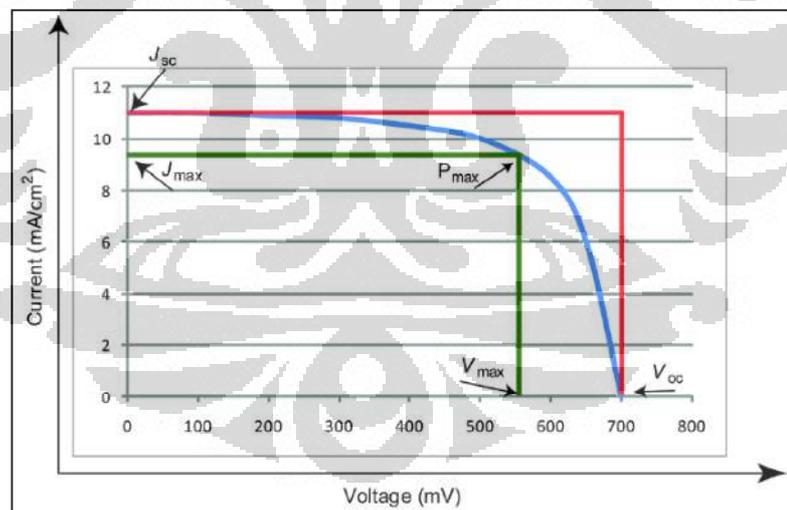
$$FF = \frac{J_{max} \times V_{max}}{J_{sc} \times V_{oc}} \quad (2.2)$$

dimana J_{max} : densitas arus yang dihasilkan pada saat daya maksimum dari solar sel, V_{max} : tegangan yang dihasilkan pada saat daya maksimum dari solar sel, J_{sc} : densitas arus yang dihasilkan ketika terjadi hubungan pendek (beban mendekati 0 ohm) dan V_{oc} : tegangan yang dihasilkan ketika belum terjadi aliran arus.

Pin : daya yang masuk

Pout : daya yang keluar

Gambar 2.7 merupakan ilustrasi nilai arus-tegangan yang terukur dari sel DSSC di bawah iluminasi lampu halogen dengan arah dari nol (kondisi tegangan luar) ke nilai tak terhingga (kondisi arus pendek). Melalui kurva tersebut, kita dapat mengetahui besarnya arus dan tegangan maksimum, serta menghitung nilai *fill factor*-nya.



Gambar 2.7. Grafik tegangan dan arus pada DSSC

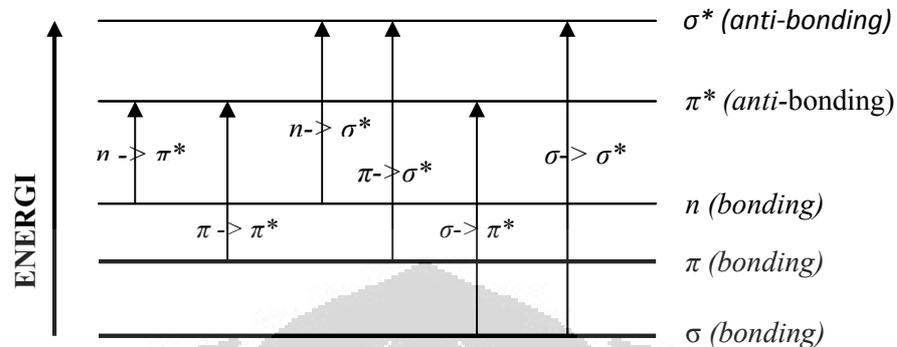
[Sumber : Karlsson, 2011]

2.4 UV-Vis Spektrofotometer

Spektroskopi absorpsi daerah UV-Visible sering disebut sebagai spektroskopi elektronik. Spektrofotometer UV-Vis memiliki daerah kerja pada

Universitas Indonesia

panjang gelombang antara 200-780 nm. Dalam rentang tersebut, berbagai jenis eksitasi elektronik yang mungkin terjadi adalah:

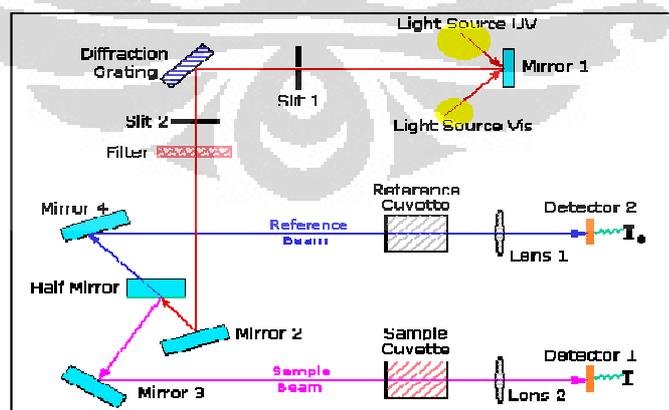


Gambar 2.8 Diagram eksitasi elektronik yang mungkin terjadi dalam suatu molekul

[Sumber : <http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/Spectrpy/UV-Vis/spectrum.htm>]

Dari keenam transisi yang digambarkan, hanya ada dua transisi terendah yang dapat dilakukan oleh sinar dengan energi pada daerah 200 s/d 800 nm. Jika suatu molekul dikenai sinar dengan energi yang sesuai, dengan kemungkinan transisi elektronik di dalam molekul, maka sebagian sinar diserap dan energi tersebut digunakan oleh elektron untuk promosi ke orbital yang lebih tinggi. Spektrometer optis akan mencatat panjang gelombang dimana serapan terjadi, bersamaan dengan tingkat serapan pada setiap panjang gelombang.

Diagram spektrometer umumnya terlihat pada gambar di bawah ini:



Gambar 2.9 Diagram kerja spektrofotometer UV-Vis *double beam*

[Sumber : <http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/virttxtjml/spectrpy/uv-vis/uvspec.htm>]

Prinsip kerja instrumentasi ini relatif sederhana. Berkas sinar dari sumber radiasi *UV* dan atau *Visible* dipisahkan menjadi komponen panjang gelombangnya dengan prisma ataupun *diffraction grating*. Setiap berkas monokromatis kemudian dipilah menjadi dua bagian dengan intensitas yang sebanding oleh peralatan *half mirror*. Satu berkas sinar, berkas sampel, dilewatkan melalui wadah yang transparan sedangkan berkas sinar lainnya, pembanding, dilewatkan melalui wadah yang identik dengan wadah sampel tapi hanya mengandung pelarutnya saja. Intensitas berkas sinar ini kemudian diukur dengan detektor dan keduanya dibandingkan.

Besar nilai absorban adalah $A = \log I_0/I$, berdasarkan hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi, sesuai persamaan:

$$A = \epsilon bc \quad A = \text{absorbansi} \quad \epsilon = \text{absorptivitas molar}$$

$$A = abc \quad a = \text{absorptivitas} \quad C = \text{konsentrasi}$$

$$b = \text{tebal kuvet}$$

Prinsip penggunaan pada senyawa berbentuk padatan hampir sama dengan cairan. Namun, sebagai pembanding seringkali digunakan senyawa BaSO_4 . Nilai yang diukur adalah transmitan atau reflektannya. Nilai transmitan berbanding terbalik dengan nilai absorban yaitu $T = I/I_0$ atau biasanya dihitung dengan nilai persentasenya, $\%T = I/I_0 \times 100\%$. Jika nilai transmitannya tinggi, maka nilai absorbannya kecil dan sebaliknya.

2.5 FT-IR Spektrofotometer

Instrumen FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) menggunakan sumber radiasi dalam kisaran inframerah (bilangan gelombang = $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$). Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi ulur (*stretching*) dan vibrasi tekuk (*bending*) ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan amplitudo vibrasi atom-atom yang saling berikatan. Panjang gelombang eksak absorpsi oleh suatu tipe tertentu ikatan, bergantung pada jenis vibrasi ikatan tersebut. Oleh karena itu tipe ikatan yang berbeda (C-H, C-C, C-O dll) menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang berbeda.

Universitas Indonesia

Instrumentasi spektrofotometer FTIR terdiri sumber cahaya (*Nerst glower* atau *Globar*), monokromator, detektor, dan sistem pengolah data (komputer). Spektum yang dihasilkan merekam panjang gelombang atau frekuensi versus % T.

2.6 *X-ray Diffraction (XRD)*

Max von Laude menyatakan bahwa kristal dapat digunakan sebagai kisi tiga dimensi untuk difraksi radiasi elektromagnetik. Ketika radiasi elektromagnetik melewati suatu materi, terjadi interaksi dengan elektron dalam atom dan sebagian dihamburkan ke segala arah. Dalam beberapa arah, gelombang berada dalam satu fasa dan saling memperkuat satu sama lain sehingga terjadi interferensi konstruktif sedangkan sebagian tidak satu fase dan saling meniadakan sehingga terjadi interferensi destruktif.

Interferensi konstruktif dipengaruhi oleh jarak antar bidang dalam kristal (d), besar sudut difraksi (θ) dan berlangsung hanya jika memenuhi hukum Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

dimana $n = 1, 2, 3, \dots$

Prinsip dasar dalam XRD adalah hamburan sinar yang bersifat elastis ketika melewati awan elektron. Hamburan elastis dapat digunakan untuk mengetahui struktur molekul yang mempunyai ukuran mikro dan sudut difraksi yang kecil sehingga kita dapat melihat ukuran, bentuk, distribusi dan permukaan suatu zat tersebut. Material yang berupa padatan (kristal), masing-masing mempunyai nilai θ yang berbeda sehingga hasil difraktogram XRD dapat menjadi ciri-ciri sebuah kristal.

2.7 *Scanning Elektron Microscopy (SEM)*

Pada sebuah mikroskop elektron (SEM) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

1. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.
2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.

3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

Elektron yang terakselerasi pada SEM membawa sejumlah energi kinetik, dan energi ini dihamburkan menjadi berbagai macam sinyal yang dihasilkan oleh interaksi antara elektron dengan sampel ketika elektron diperlambat saat melewati sampel padatan. Sinyal-sinyal tersebut adalah sinyal sekunder (menghasilkan gambar SEM), elektron yang terhambur kembali (*backscattered electrons, BSE*), difraksi elektron yang terhambur kembali (*diffracted backscattered electrons, EBSD* yang dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal dan orientasi mineral), foton yang digunakan untuk analisis elemen, sinar tampak dan panas.

Untuk mengenali jenis atom dipermukaan yang mengandung multi atom para peneliti menggunakan teknik EDS (*Energi Dispersive Spectroscopy*). Sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan ini, namun tidak semua SEM punya fitur ini. EDS dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Maka setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDS kita juga bisa membuat elemental mapping (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan bahan. EDS bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen. Contoh alat EDS dapat dilihat pada Gambar 2.10 berikut:

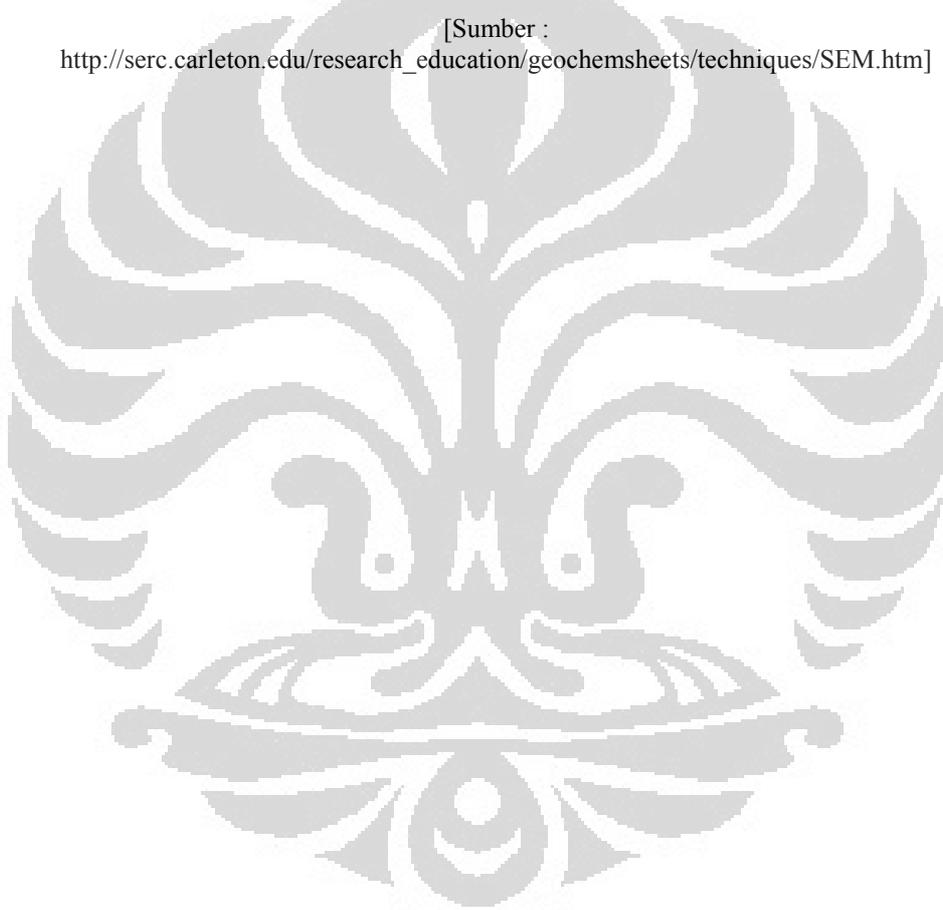
Universitas Indonesia



Gambar 2.10 Alat SEM, terdiri dari kolom elektron, tempat sampel, detektor EDS, *electronic console* dan monitor

[Sumber :

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.htm]



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia pada bulan Oktober 2011 sampai dengan April 2012.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat :

- Alat gelas
- Kertas abrasif 1000 cc
- *Power supply* (Long Wei DC Power Supply PS-305D)
- Digital multimeter
- *Magnetic bar*
- *Magnetic stirrer*
- Tanur
- *Sonicator*
- Potentiostat (eDAQ model: ED401)
- Lampu wolfram Philip 15 watt
- Lampu UV 11 watt
- Kotak reaktor
- Elektroda Ag/AgCl
- *Oven*
- FT-IR Shimadzu DR-8000
- UV-Vis DRS Shimadzu
- SEM (*Scanning Electron Microscopy*)
- XRD (*X-ray Diffraction*)

3.2.2 Bahan :

- Lembaran titanium
- Akuabides

- Kaca ITO (*Indium Tin Oxide*)
- Kawat Pt
- Etanol PA (Merck)
- HNO₃
- HF (Merck)
- NH₄F
- Gliserol 99% (Merck)
- Alizarin Red S (Merck)
- KI
- I₂
- Asetonitril
- Isopropanol
- H₂PtCl₆

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan Elektrolit

Larutan elektrolit dibuat dengan mencampurkan I₂ dan KI dalam 50 mL asetonitril sehingga konsentrasi I₂ dan KI masing-masing sebesar 0,05 M dan 0,1 M. Pengadukan dilakukan dengan cara sonifikasi selama 2 jam.

3.3.2 Penyiapan larutan alizarin

Membuat larutan alizarin 1000 ppm dengan menimbang 0,25 gr serbuk alizarin red S kemudian dilarutkan ke dalam air dalam labu ukur 250 ml.

3.3.3 Fabrikasi film TiO₂ bermorfologi *nanotube* dengan teknik anodisasi.

1. Plat Ti dipotong dengan ukuran sama dengan kaca preparat (7 x 2.5 cm), dipotong menjadi empat bagian yang sama besar (3,25 x 1,25 cm), kemudian diampas menggunakan kertas abrasif 1000 cc serta dicuci menggunakan air dan deterjen.
2. Untuk mendapatkan permukaan yang segar, plat direndam dalam campuran asam fluorida, asam nitrat dan air (1 : 3 : 6) selama 2 menit.

3. Setelah plat dikeringkan, dilakukan proses anodisasi dengan menempatkan plat Ti sebagai anoda dan anyaman kawat Pt (4 x 2 cm) sebagai katoda (Sebagai elektrolit adalah larutan NH_4F 0,27 M dalam gliserol, dengan bias potensial yang diberikan sebesar 25 V).
4. Proses anodisasi dilakukan dengan variasi waktu 2, 4, dan 6 jam. Kemudian plat dicuci pelan-pelan menggunakan akuabides dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam.
5. Karakterisasi TiO_2 *nanotube* dengan SEM, XRD, UV-Vis DRS dan FT-IR.

3.3.4 Uji fotoelektrokatalisis TiO_2 *nanotube* (TiO_2 -NT/Ti)

1. Membuat larutan elektrolit NaNO_3 0,1 M dengan melarutkan 8,5 gr NaNO_3 dalam labu ukur 1000 ml.
2. Menempatkan TiO_2 -NT/Ti sebagai elektroda kerja, anyaman kawat Pt sebagai elektroda *counter* dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding dalam larutan NaNO_3 .
3. Menghubungkan ketiga elektroda dengan potensiostat kemudian melakukan pengukuran dengan teknik *Linear Sweep Voltametry* (LSV).

3.3.5 Proses elektroforesis adsorpsi alizarin pada lapisan TiO_2 -NT/Ti dengan variasi waktu

1. Lapisan TiO_2 -NT/Ti dibersihkan dengan mengalirkan air di permukaannya kemudian dikeringkan dalam oven suhu 100°C .
2. Proses adsorpsi alizarin :
 - a. Dilakukan elektroforesis dengan tegangan 20 V (anoda TiO_2 -NT/Ti, katoda elektroda anyaman Pt)
 - b. Elektroforesis dilakukan selama 8 menit (dengan 30 detik “on”, 30 detik “off”)
 - c. Setelah elektroforesis selesai, TiO_2 dikeluarkan perlahan-lahan dan dikeringkan.
 - d. Melakukan elektroforesis pada variasi waktu 10 menit, 12 menit, 14 menit.

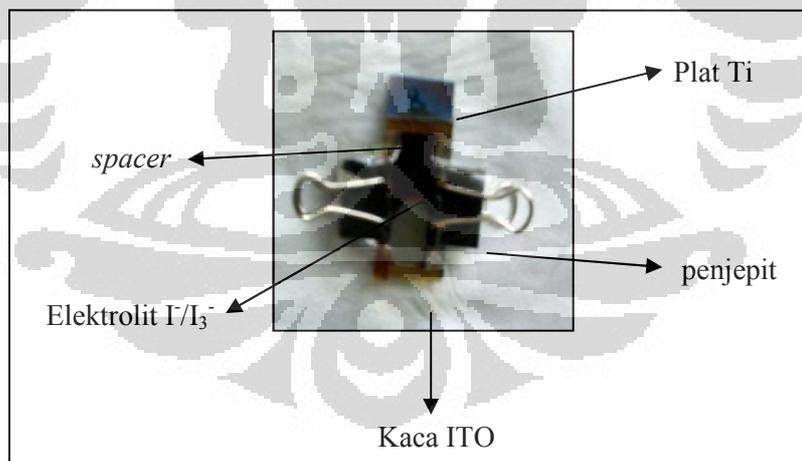
- e. Melakukan karakterisasi absorbansi dari masing-masing lapisan tipis TiO_2 /alizarin dengan spektrofotometer UV-Vis dan FT-IR.

3.3.6 Preparasi elektroda *counter* platina

1. Kaca ITO dengan ukuran 3,25 x 1,25 cm dibersihkan dalam etanol dengan cara sonifikasi selama 2 jam.
2. Kaca ITO (bukan bagian penghantar) diberi pembatas menggunakan selotip.
3. Setelah itu bagian penghantar dari kaca ITO dilapisi dengan 5 mM larutan H_2PtCl_6 dalam 2-propanol dengan cara *deep coating*. Kaca dibiarkan beberapa menit sampai kering kemudian dipanaskan pada suhu 380°C selama 30 menit.

3.3.7 Perakitan DSSC

1. *Single cell* DSSC disusun menjadi struktur *sandwich* dengan menambahkan elektrolit Γ/I_3^- dan *spacer* berbahan silikon di tengahnya.
2. Sel ditutup dengan kaca konduktif ITO dan hasilnya dijepit dengan klip.
3. Melakukan pengukuran kinerja sel dengan lampu wolfram.



Gambar 3.1 Susunan sel DSSC, disusun dengan teknik *sandwich* (Ti/ TiO_2 -NT/alizarin, elektrolit Γ/I_3^- , *spacer*, Pt/ITO)

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) atau Sel Surya Tersensitasi Zat Warna secara garis besar terdiri dari beberapa komponen, yaitu material semikonduktor (umumnya titania), zat warna sebagai penyerap sinar dan donor elektron, elektrolit, serta elektroda *counter*. Dalam penelitian ini, digunakan material semikonduktor berupa TiO_2 *nanotube* yaitu kristal TiO_2 berukuran nano dan berbentuk seperti tabung yang berjajar. Sebagai penyerap sinar dan donor elektron, digunakan zat warna Alizarin Red S.

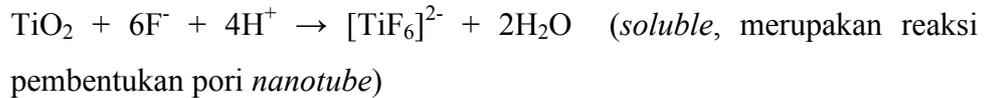
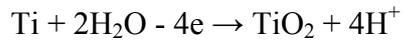
4.1 Sintesis Titania *Nanotube* (TiO_2 -NT)

Sintesis kristal TiO_2 dengan ukuran nano mempunyai tujuan untuk mendapatkan permukaan yang luas, sehingga jumlah zat warna yang teradsorpsi pada permukaan TiO_2 akan menjadi lebih banyak. Dengan adanya zat warna yang maksimal, maka penyerapan foton akan bertambah. Struktur *nanotube* mempunyai bentuk yang lebih teratur jika dibandingkan struktur mesoporous yang lain (*nanowire*, *nanorod*). Keteraturan TiO_2 *nanotube*, dengan jarak antar tabung yang hampir sama, dapat memudahkan terjadinya proses difusi elektron dalam sistem sel surya.

Sintesis TiO_2 *nanotube* (TiO_2 -NT) dilakukan melalui teknik anodisasi pada plat titanium. Sebelum proses anodisasi, plat tipis logam Ti harus diampelas terlebih dahulu dengan tujuan untuk menghaluskan permukaan plat. Kemudian, plat yang telah diampelas dicuci dengan deterjen dan direndam dalam larutan asam pekat $\text{HF}:\text{HNO}_3$:air dengan perbandingan volume 1:3:6 selama 2 menit untuk menghilangkan pengotor yang ada. Permukaan plat yang halus menandakan bahwa plat tersebut telah homogen sehingga proses anodisasi dapat menghasilkan TiO_2 yang merata di seluruh permukaan plat Ti.

Proses anodisasi adalah proses oksidasi anodik dari plat tipis Ti dalam larutan elektrolit NH_4F dalam gliserol dengan beda potensial yang telah ditentukan. Sesuai dengan namanya, plat Ti yang akan dioksidasi digunakan

sebagai anoda, sedangkan katodanya adalah anyaman kawat Pt. Reaksi yang berlangsung dalam sel elektrokimia tersebut adalah:

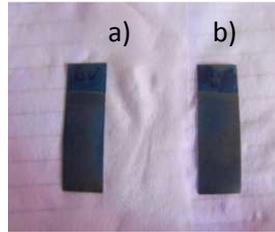


Dalam proses ini, beda potensial yang digunakan adalah 25 volt dengan variasi waktu anodisasi selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Beda potensial dan lamanya waktu anodisasi akan mempengaruhi tebal kristal dan diameter kristal yang terbentuk.

TiO₂ yang terbentuk setelah proses anodisasi masih berupa padatan amorphous, yang akan ditransformasi menjadi fasa kristal anatase melalui perlakuan panas. Tahap perlakuan panas yang dicobakan dalam penelitian ini adalah:

- a) pemanasan pada suhu 300°C dalam waktu 1 jam, bertujuan untuk menguapkan pelarut organik yang tersisa setelah proses anodisasi maupun air yang kemungkinan masih menempel di permukaan maupun rongga padatan TiO₂ yang terbentuk. Lalu dilanjutkan dengan pemanasan suhu 500°C dalam waktu 3 jam untuk mengubah TiO₂ amorf menjadi fasa kristal anatase.
- b) pemanasan langsung pada suhu 500°C dalam waktu 3 jam.

Melalui dua jenis pemanasan tersebut terdapat hasil yang sedikit berbeda. Perlakuan a) menghasilkan warna biru dominan pada plat, yang menandakan bahwa banyak terbentuk Ti³⁺ pada permukaan plat. Selain itu, pemanasan dalam jangka waktu yang lebih lama menyebabkan mengelupasnya kristal dari permukaan plat karena tipisnya kristal yang terbentuk. Perlakuan b) lebih menguntungkan karena Ti³⁺ yang terbentuk lebih sedikit dan tidak ada kristal yang mengelupas. Berdasarkan kedua metode pemanasan, disimpulkan bahwa pemanasan dengan cara b) lebih memberikan hasil yang optimal, karena *nanotube* yang terbentuk masih terikat kuat pada plat Ti. Perbedaan hasil kedua cara pemanasan di atas dapat dilihat pada Gambar 4.1, sedangkan skema proses pembuatan TiO₂ *nanotube* dapat dilihat pada Lampiran 2.

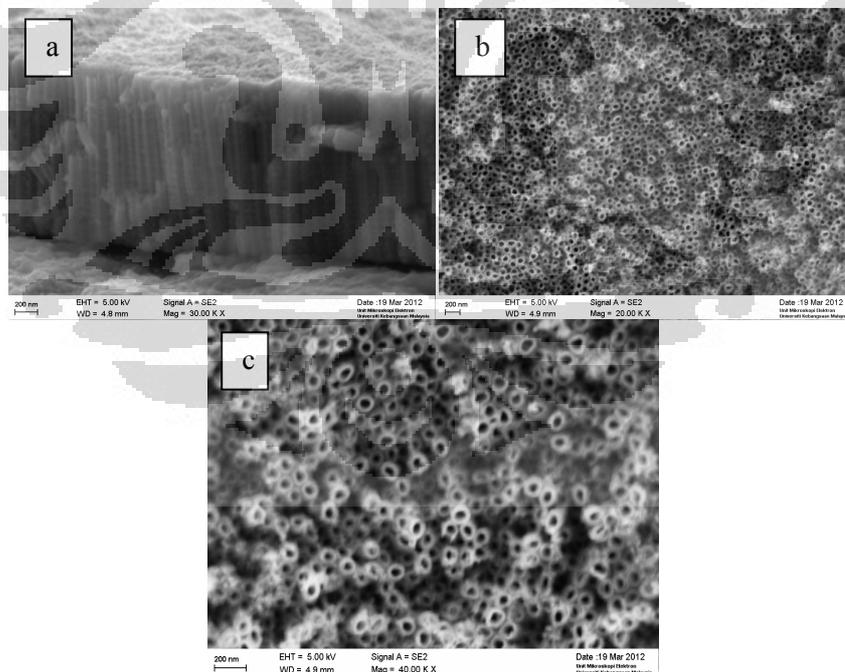


Gambar 4.1 Hasil pemanasan TiO₂, a) TiO₂ perlakuan a, b) TiO₂ perlakuan b

Menurut teori, kristal TiO₂ akan berubah ke dalam fase anatase jika dipanaskan sampai suhu 500°C. Apabila suhu pemanasan lebih dari 500°C, maka kristal akan berubah ke fase rutil. Pada penelitian ini, kristal yang diinginkan adalah kristal TiO₂ anatase. Pembuktian bahwa kristal yang diperoleh dari proses sintesis adalah kristal anatase dapat dilihat pada penjelasan pada sub bab berikut.

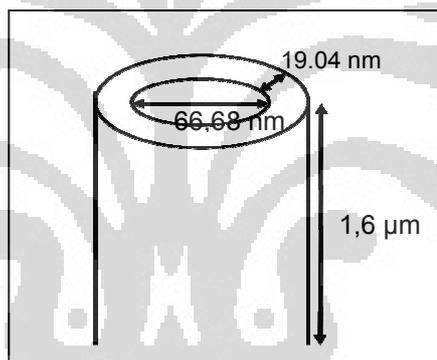
4.2 Hasil Karakterisasi TiO₂ Nanotube

4.2.1 Karakterisasi Visual dengan SEM



Gambar 4.2 Gambar SEM a). TiO₂ nanotube dilihat dari samping, perbesaran 30.000 X, b). TiO₂ nanotube dilihat dari atas, perbesaran 20.000 X, c). TiO₂ nanotube dilihat dari atas, perbesaran 40.000 X

Karakterisasi SEM dilakukan pada sampel TiO₂ hasil anodisasi selama 4 jam. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM terlihat bahwa TiO₂ yang dihasilkan berstruktur *nanotube*, teratur dan mempunyai porositas tinggi sehingga menghasilkan permukaan yang luas untuk penempelan zat warna. Jika dilihat lebih jauh, permukaan kristal tersebut belum homogen. Hal ini disebabkan oleh permukaan awal plat Ti belum rata walaupun sudah diampelas sehingga mempengaruhi hasil dari sintesis TiO₂ sendiri. Kemungkinan lain yang menyebabkan terjadinya ketidakhomogenan dari ketinggian lapisan TiO₂ adalah tegangan luar yang diberikan tidak stabil sehingga proses pembentukan *tube* menjadi sedikit terhambat. Luas geometri permukaan lapisan TiO₂ *nanotube* dapat diprediksi dengan menghitung luas bagian *tube* yang terbuka dikalikan dengan populasi *nanotube* per luas daerah yang ditempati, dengan asumsi bahwa semua *tube* yang dihasilkan mempunyai tinggi yang sama.



Gambar 4.3 Ilustrasi tabung berpori TiO₂ dan perkiraan ukuran ketebalan dinding (1,6 μm), diameter pori (66,68 nm) dan ketebalan *tube*-nya (19,04 nm)

Berdasarkan hasil perhitungan, diperoleh data sebagai berikut:

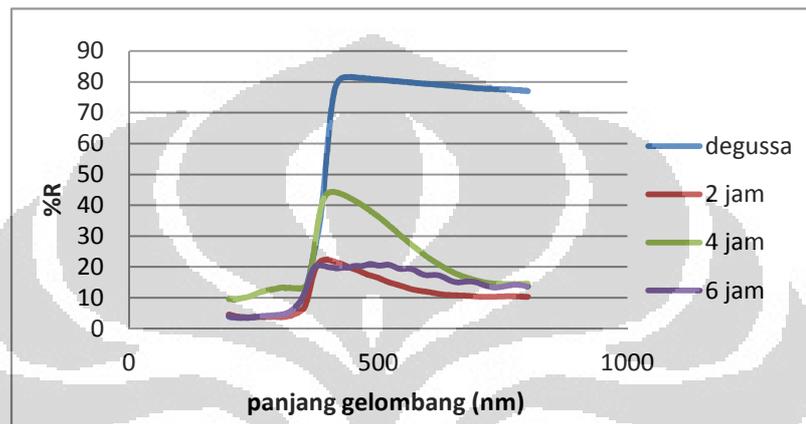
- i. Luas permukaan yang terbuka dari *nanotube* : 0,86991 μm²,
- ii. Luas permukaan kristal pada area 1 μm²: 111,348 μm²,
- iii. Massa TiO₂ : 3,2 x 10⁻¹⁴ gr,

sehingga prediksi luas permukaan dalam setiap gr TiO₂ adalah 347.960 cm²gr⁻¹.

Nilai luas prediksi ini harus dikonfirmasi dengan pengukuran sampel yang sama dengan metoda BET.

4.2.2 Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectrometry (DRS)* daerah UV-Vis.

Spektra UV-Vis DRS hasil karakterisasi sampel TiO₂-NT/Ti dengan variasi waktu anodisasi 2, 4 dan 6 jam (Gambar 4.4) menunjukkan bahwa terjadi kenaikan %R (*reflectance*) sampel pada panjang gelombang ±380 nm. Hasil spektra ketiga sampel anodisasi tersebut hampir sama jika dibandingkan dengan spektrum TiO₂ degussa P25.



Gambar 4.4 Spektra UV-Vis DRS TiO₂-NT/Ti dengan waktu anodisasi 2, 4, dan 6 jam serta melalui proses pemanasan selama 3 jam dibandingkan dengan spektrum TiO₂ degussa P25

Melalui nilai %R dapat pula dilihat bahwa waktu anodisasi mempengaruhi ketebalan film TiO₂. Semakin tebal TiO₂ yang dihasilkan maka nilai reflektannya semakin kecil, artinya, semakin banyak foton yang diserap dan semakin sedikit yang direfleksikan. TiO₂ dengan waktu anodisasi 6 jam mempunyai % R yang kecil menandakan ketebalan film TiO yang lebih besar daripada film TiO₂ dengan waktu anodisasi 4 jam yang memiliki nilai %R yang lebih kecil.

Berdasarkan spektra tersebut, *band gap* TiO₂ dapat ditentukan dengan melakukan perhitungan menurut persamaan Kubelka-Munk:

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1 - R)^2}{2R}$$

F(R) : Faktor Kubelka-Munk

K : Koefisien absorpsi

S : Koefisien scattering

R : Nilai reflektan

Nilai K mempunyai hubungan dengan energi foton melalui persamaan:

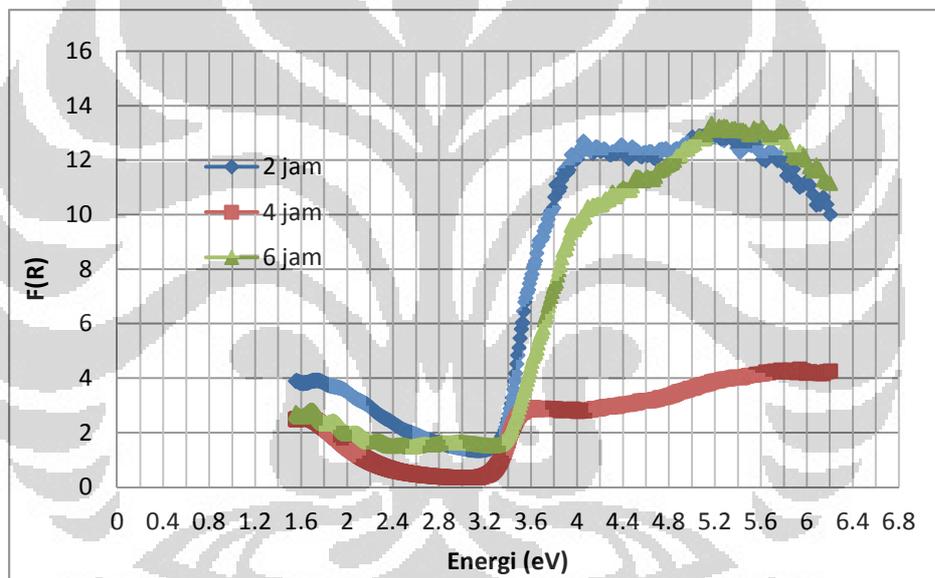
$$K = A(h\nu - E_g)^{m/2}$$

A = konstanta proporsional

E_g = *band gap* (eV)

m = 1 (untuk transisi langsung yang diperbolehkan)

Dengan mengalirkan E sebagai sumbu-x (dalam eV) dan F(R) sebagai sumbu-y maka diperoleh grafik seperti pada Gambar 4.5. Perpotongan garis lurus dengan sumbu x pada sumbu y sama dengan nol dari daerah linier pada kurva tersebut memberikan nilai *band gap* dari material tersebut (contoh perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 3). Hasil penentuan tersebut ditampilkan pada Tabel 4.1.



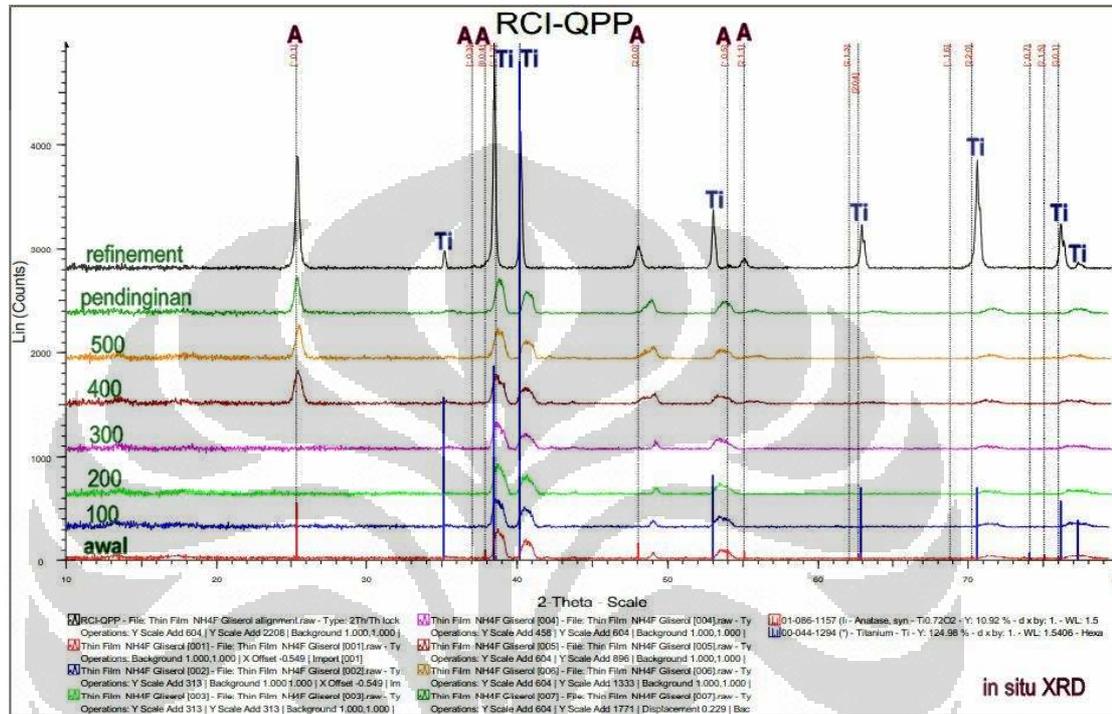
Gambar 4.5 Spektra Kubelka-Munk vs energi dari TiO₂-NT yang dihasilkan melalui proses anodisasi dengan variasi waktu 2, 4 dan 6 jam

Tabel 4.1 Nilai *band gap* TiO₂-NT dari berbagai macam waktu anodisasi

Waktu Anodisasi	<i>Band gap</i> (eV)
2	3.25
4	3.2
6	3.25

Nilai *band gap* yang diperoleh setara dengan nilai teoritis *band gap* TiO₂ anatase yaitu 3,2 eV sehingga dapat disimpulkan bahwa TiO₂ *nanotube* yang dihasilkan melalui proses anodisasi berstruktur anatase.

4.2.3 Karakterisasi dengan XRD



Gambar 4.6 Pola XRD lapisan tipis TiO₂-NT/Ti hasil dari proses anodisasi selama 4 jam dan pemanasan bertahap dari suhu 25°-500°C

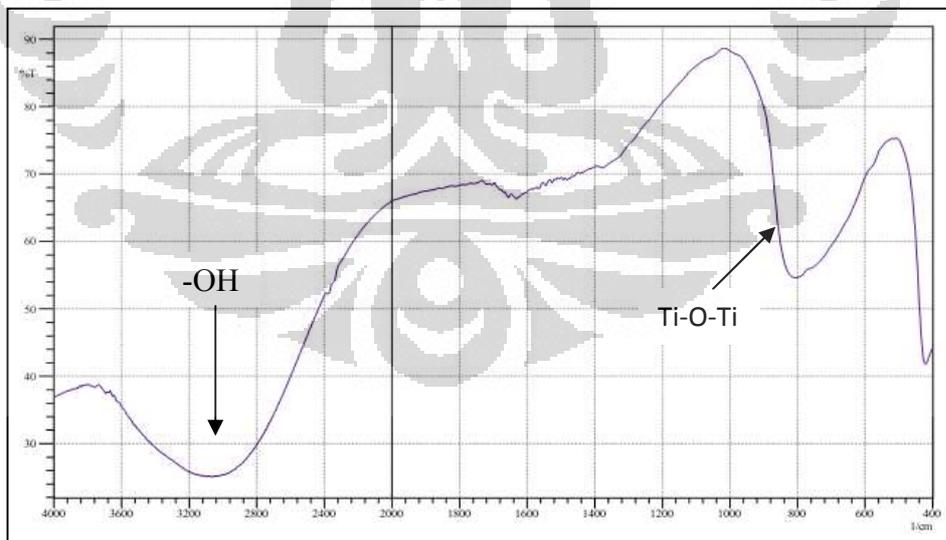
Karakterisasi XRD dilakukan dengan teknik in situ XRD. Proses karakterisasi ini menggunakan sampel TiO₂ *nanotube* hasil anodisasi dalam waktu 4 jam. Berdasarkan penelitian sebelumnya (Syahroni et al, 2011) TiO₂ *nanotube* tersebut menunjukkan aktifitas yang maksimum sehingga diharapkan hasilnya karakterisasinya pun akan maksimal. Sampel TiO₂ *nanotube* yang tumbuh pada plat Ti ditempatkan dalam tanur dan dilakukan pengukuran langsung masing-masing pada suhu 25°, 100°, 200°, 300°, 400°, dan 500°C. Berdasarkan hasil karakterisasi pada Gambar 4.6, dapat kita lihat bahwa terdapat puncak-puncak yang menunjukkan kristal TiO₂ tersebut berstruktur anatase. Puncak anatase mulai muncul setelah pemanasan dalam suhu 400°C (dapat dilihat dengan

membandingkan pola XRD dengan pola yang berwarna merah pada dasar kurva yang merupakan database dari kristal TiO_2 struktur anatase, sedangkan gambar yang berwarna biru adalah database dari logam Ti).

TiO_2 hasil anodisasi mempunyai puncak yang sesuai dengan database TiO_2 anatase pada yakni sudut 2θ pada 25, 37, 38, 48, 54 dan 55. TiO_2 *nanotube* hasil anodisasi mempunyai ketebalan yang sangat tipis sehingga tidak semua puncak yang mengacu kepada karakteristik kristal anatase berhasil diamati. Pada gambar tersebut muncul puncak-puncak yang menunjukkan karakteristik logam Ti, karena tipisnya lapisan TiO_2 yang terbentuk.

4.2.4 Karakterisasi Spektrum dan Gugus Fungsi dengan FT-IR

Spektrum berikut ini adalah spektrum FT-IR dari TiO_2 *nanotube* fasa anatase. Pada bilangan gelombang 2400 cm^{-1} terdapat puncak kecil, yang muncul sejak plat masih belum dianodisasi, seperti terlihat pada Lampiran 4. Berdasarkan database, peak tersebut menunjukkan adanya ikatan nitril ($\text{C}\equiv\text{N}$) yang kemungkinan ada di permukaan plat setelah proses *etching*. Namun, keseluruhan spektrum FT-IR telah menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah TiO_2 .



Gambar 4.7 Spektrum FT-IR TiO_2 -NT/Ti hasil anodisasi selama 4 jam

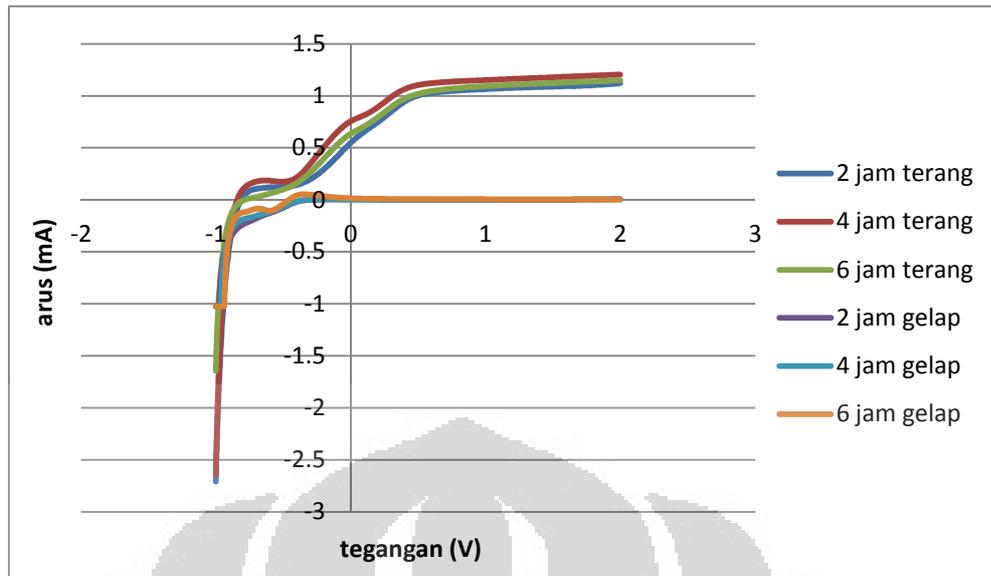
Pada gambar di atas, spektrum Ti-O-H atau Ti-OH terlihat pada bilangan gelombang 3000/cm dengan peak yang melebar. Ciri-ciri peak yang demikian menunjukkan adanya gugus -OH yang menempel pada permukaan TiO₂. Sedangkan pada daerah bilangan gelombang 600-800/cm terdapat vibrasi Ti-O-Ti.

4.2.5 Uji Fotoelektrokatalisis dengan Teknik *Linear Sweep Voltametry* (LSV)

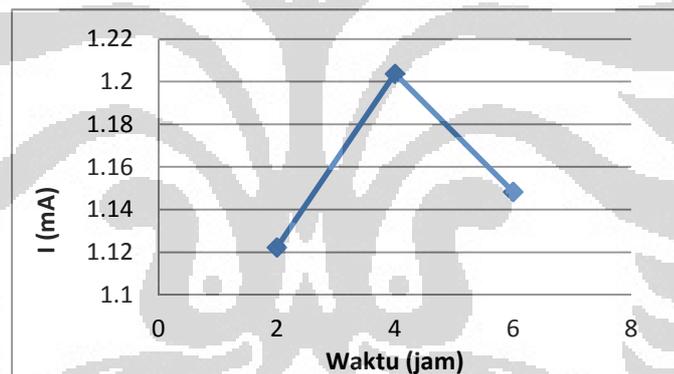
Teknik *Linear Sweep Voltametry* (LSV) dapat digunakan untuk uji kualitatif fotoaktifitas kristal TiO₂. Dengan metode ini, kita dapat mengetahui keaktifan TiO₂ hasil sintesis dengan melihat adanya kenaikan arus pada kurva LSV setelah elektroda disinari dengan lampu UV.

Arus yang dihasilkan tersebut merupakan arus cahaya yang merupakan ukuran laju transfer muatan pada antarmuka semikonduktor/elektrolit, sehingga dapat digunakan sebagai ukuran laju pembentukan pasangan elektron dan *hole*, juga laju pembentukan radikal ·OH pada permukaan katalis. Pada saat gelap, hampir tidak ada arus yang timbul (arus yang dihasilkan mendekati nol), namun pada saat elektroda disinari dengan lampu UV, muncul arus cahaya (kurva LSV naik). Hal tersebut menandakan adanya foton yang diserap oleh TiO₂ sehingga elektronnya tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksinya dan terjadilah transfer muatan dari semikonduktor ke plat Ti. Pada pengukuran ini digunakan larutan NaNO₃ dengan konsentrasi 0,1 M sebagai elektrolitnya. Elektrolit berfungsi sebagai penyedia muatan untuk mengisi *hole* pada pita valensi TiO₂.

Gambar 4.8 merupakan kurva LSV hasil pengukuran aktifitas fotoelektrokatalisis semikonduktor TiO₂-NT/Ti (waktu anodisasi 2 jam, 4 jam dan 6 jam) dalam keadaan gelap dan disinari lampu UV 11 watt. Pada keadaan gelap, nilai arus yang dihasilkan mendekati nol sedangkan pada saat terkena sinar UV arus naik hingga mencapai 1,2 mA. Hasil fotoelektrokatalisis maksimumnya didapat pada variasi waktu 4 jam.



Gambar 4.8 Kurva pengukuran arus cahaya TiO₂-NT/Ti pada keadaan gelap dan terang menggunakan sinar lampu UV



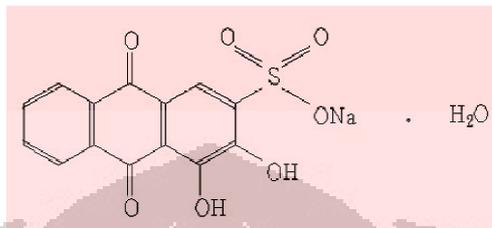
Gambar 4.9 Kurva lama waktu anodisasi dengan arus yang dihasilkan

4.3 Modifikasi TiO₂ Nanotube dengan Alizarin

Dalam DSSC, alizarin berfungsi sebagai *sensitizer*, yaitu senyawa yang mengabsorpsi sinar matahari. Alizarin mempunyai bentuk molekul yang sederhana dengan efisiensi konversi foton menjadi arus listrik yang tinggi. Alizarin mampu menyerap foton dalam daerah serapan yang cukup luas, yaitu pada panjang gelombang 400-600 nm dengan nilai absorptivitas molarnya 4348,3. Karena keunggulannya, alizarin dapat digunakan untuk membantu meningkatkan

efisiensi sel. Selain itu, alizarin mempunyai potensial redoks yang lebih tinggi daripada larutan elektrolit I^-/I_3^- sehingga *hole* yang terbentuk setelah proses eksitasi dapat segera diisi oleh elektron yang berasal dari larutan elektrolit.

Alizarin red S adalah padatan yang merupakan persenyawaan garam, mempunyai struktur molekul sebagai berikut :



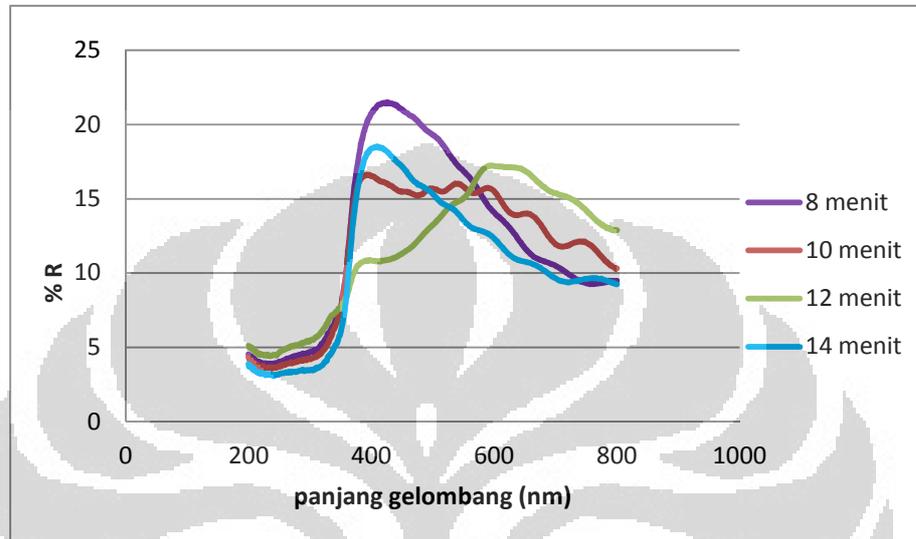
Gambar 4.10 Struktur molekul Alizarin Red S

Garam alizarin yang dilarutkan dalam air berwarna merah, mempunyai pH basa (>6) dan akan terionisasi menjadi senyawa yang bermuatan negatif sehingga dapat digunakan untuk proses elektroforesis. Elektroforesis dilakukan untuk mempercepat proses adsorpsi dengan dasar teori migrasi partikel yang bermuatan. Pada elektroforesis zat warna, plat Ti/TiO₂ ditempatkan sebagai anoda di dalam larutan alizarin/air dengan anyaman kawat Pt sebagai katoda dengan bias potensial sebesar 20 volt. Adanya potensial yang diberikan dari luar menyebabkan anoda bermuatan positif. Alizarin yang bermuatan negatif akan bermigrasi dalam air menuju anoda sehingga terjadi adsorpsi alizarin pada permukaan TiO₂. Gugus hidroksil pada alizarin akan membentuk ikatan kimia dengan TiO₂.

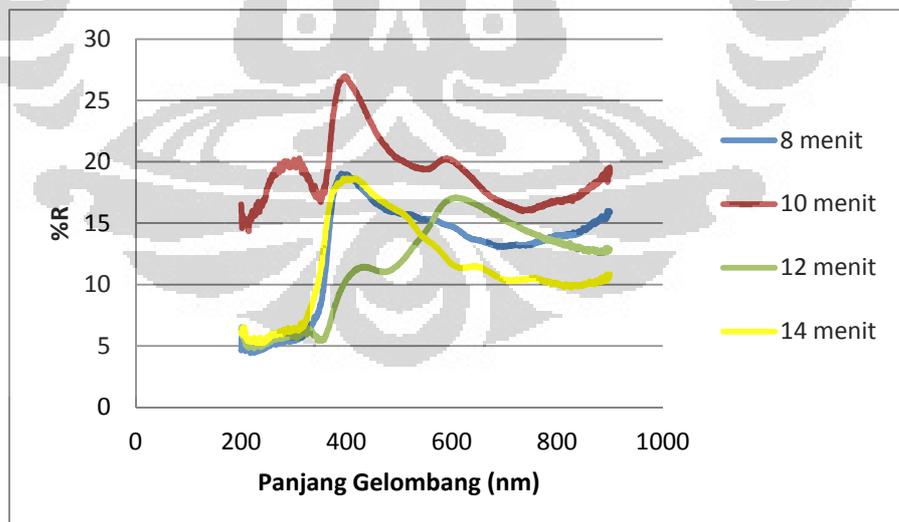
Elektroforesis dilakukan dengan melakukan variasi waktu yaitu 8, 10, 12 dan 14 menit pada masing-masing sampel TiO₂. Proses elektroforesis dilakukan di tempat terbuka sehingga masih ada cahaya yang datang. Namun, cahaya tersebut sedikit kemungkinannya untuk memberi efek fotokatalisis pada alizarin di permukaan TiO₂ karena larutan alizarin yang digunakan cukup pekat (1000 ppm). Kepekatan alizarin dapat menghalangi cahaya sampai di permukaan elektroda, sehingga oksidasi zat warna dapat dihindari.

4.3.1 Karakterisasi TiO₂-NT/alizarin

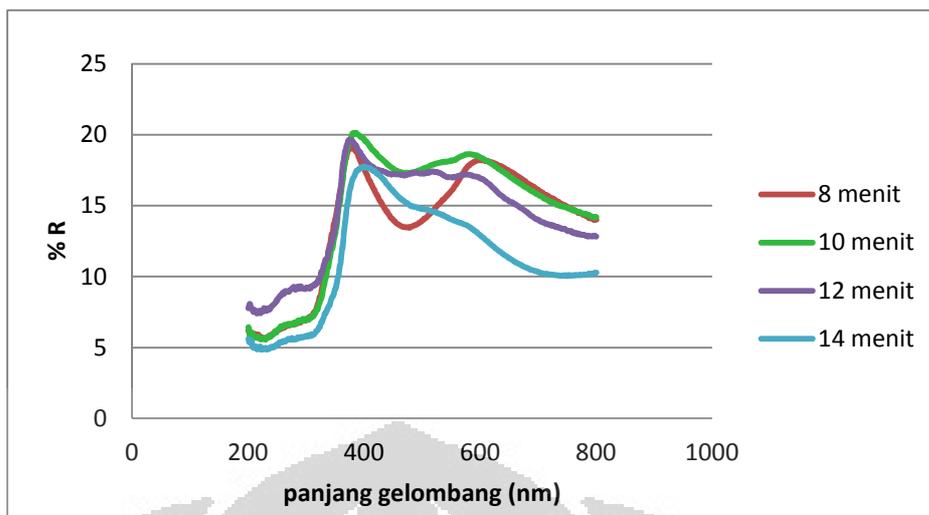
Hasil adsorpsi zat warna pada Ti/TiO₂ secara elektroforesis dikarakterisasi dengan UV-Vis DRS dan FT-IR. Berikut ini adalah spektra yang dihasilkan dari pengujian menggunakan UV-Vis DRS spektrofotometer:



Gambar 4.11 Spektra UV-Vis DRS sampel Ti/TiO₂-NT/Alizarin dengan waktu anodisasi 2 jam dan waktu elektroforesis 8, 10, 12 dan 14 menit pada medium air dan bias potensial 20 volt



Gambar 4.12 Spektra UV-Vis DRS sampel Ti/TiO₂-NT/Alizarin dengan waktu anodisasi 4 jam dan waktu elektroforesis 8, 10, 12 dan 14 menit pada medium air dan bias potensial 20 volt

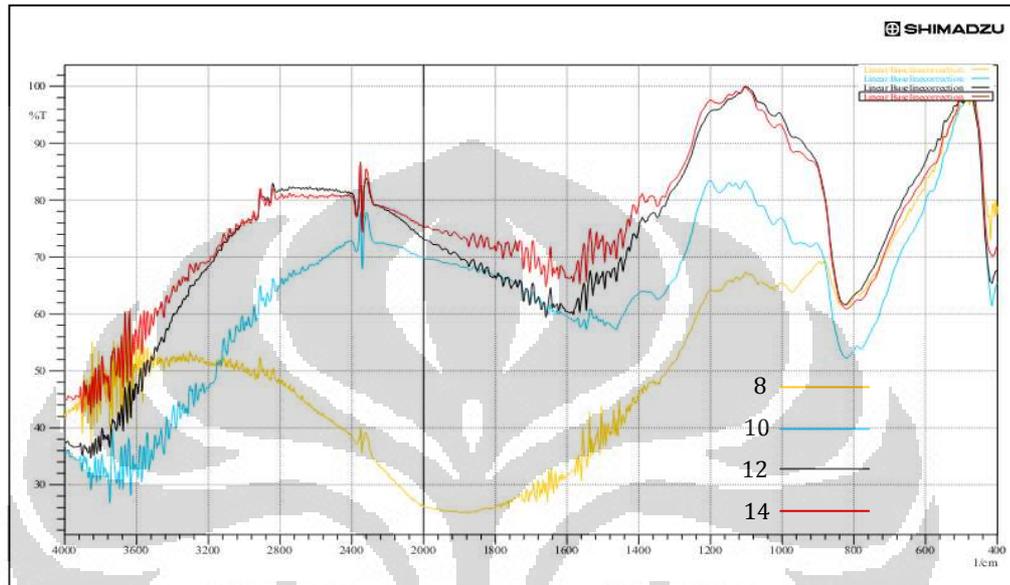


Gambar 4.13 Spektra UV-Vis DRS sampel Ti/TiO₂-NT/Alizarin dengan waktu anodisasi 6 jam dan waktu elektroforesis 8, 10, 12 dan 14 menit pada medium air dan bias potensial 20 volt

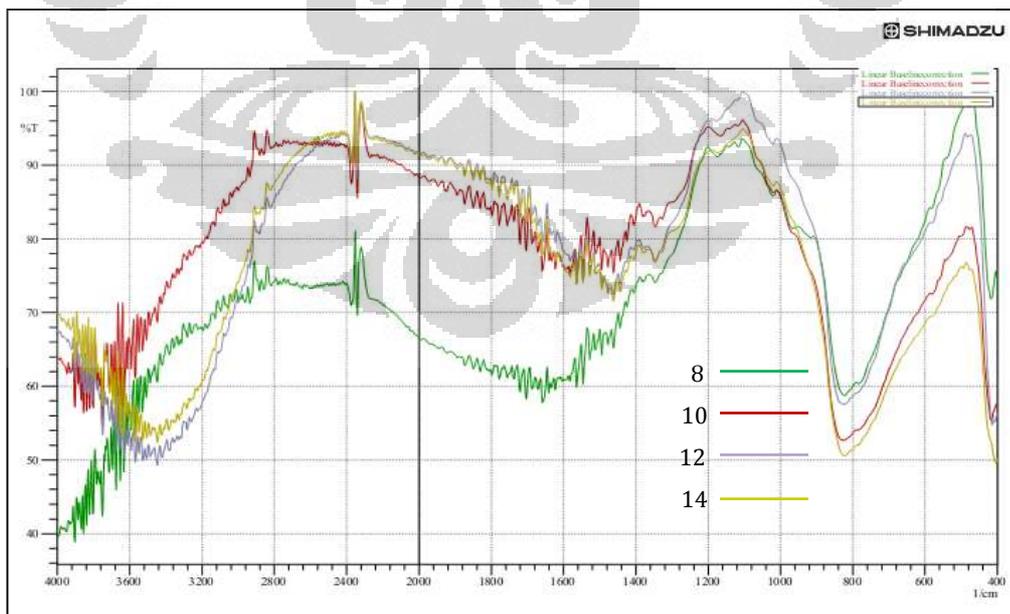
Melalui grafik spektra di atas, dapat dilihat adanya alizarin yang telah teradsorpsi ke permukaan TiO₂ *nanotube* walaupun masih ada kendala analisa serapan karena film TiO₂ masih sangat tipis. Pada panjang gelombang 500-650 nm nilai reflektannya turun yang artinya terjadi penyerapan foton pada panjang gelombang tersebut. Daerah serapan ini merupakan ciri khas daerah serapan alizarin (Lampiran 4). Terjadi sedikit pergeseran panjang gelombang ke arah daerah sinar tampak (*red shift*) karena alizarin tersebut telah berikatan dengan TiO₂. Pergeseran gelombang terjadi karena adanya destabilisasi pada orbital HOMO dan LUMO dari alizarin setelah proses adsorpsi.

Hasil FT-IR juga menunjukkan hal yang sama, yaitu telah ada adsorpsi alizarin pada permukaan TiO₂. Spektrum TiO₂ murni sebagai referensi dapat dilihat pada Lampiran 5 yang diambil dari TiO₂ degussa P25. Spektrum tersebut menunjukkan transmisi TiO₂ yang kuat pada rentang bilangan gelombang 400-600/cm⁻¹ dan gugus -OH yang lemah pada bilangan gelombang 3320/cm⁻¹. Sedangkan spektra Ti/TiO₂-NT/alizarin menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang 1200-1800/cm (Gambar 4.14, 4.15, dan 4.16) terdapat ciri khas absorpsi alizarin (Lampiran 4) yang merupakan daerah spektra C=C *stretching* dan C=O *stretching*. Semakin lama waktu elektroforesis, semakin banyak alizarin yang terserap. Semakin lama proses elektroforesis menunjukkan semakin banyak

pula zat warna yang teradsorpsi di permukaan TiO_2 . Namun, serapan tersebut menurun ketika mencapai waktu elektroforesis 14 menit. Pada waktu tersebut, transmisinya naik. Artinya, banyak sinar yang tidak diserap oleh alizarin pada permukaan TiO_2 . Nilai tersebut sebanding dengan menurunnya jumlah zat warna yang ada.

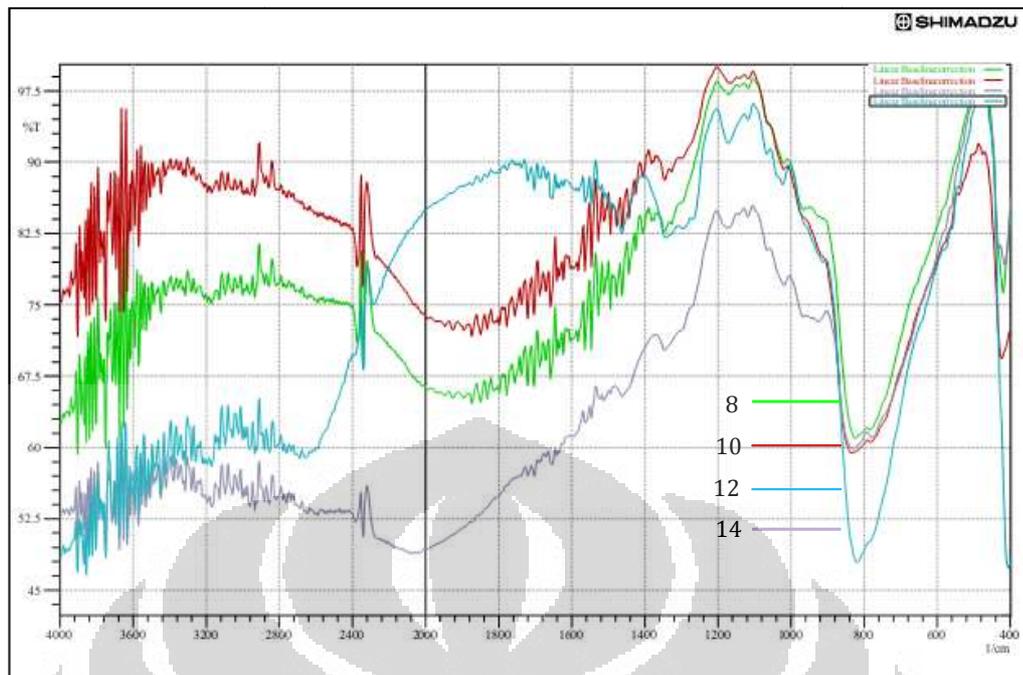


Gambar 4.14 Spektra FT-IR Ti/ TiO_2 -NT/alizarin dengan waktu anodisasi 2 jam dan variasi waktu elektroforesis masing-masing 8, 10, 12 dan 14 menit



Gambar 4.15 Spektra FT-IR Ti/ TiO_2 -NT/alizarin dengan waktu anodisasi 4 jam dan variasi waktu elektroforesis masing-masing 8, 10, 12 dan 14 menit

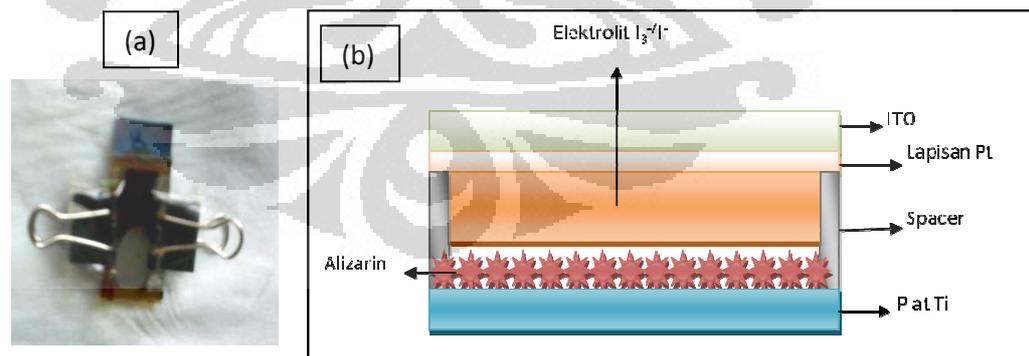
Universitas Indonesia



Gambar 4.16 Spektra FT-IR Ti/TiO₂-NT/alizarin dengan waktu anodisasi 6 jam dan variasi waktu elektroforesis masing-masing 8, 10, 12 dan 14 menit

4.4 Pengujian Kinerja Sel DSSC

Sel surya dirangkai menggunakan teknik *sandwich* dengan menempatkan plat Ti/TiO₂/alizarin, elektrolit I⁻/I₃⁻ dan elektroda *counter* Pt/ITO seperti gambar berikut ini:

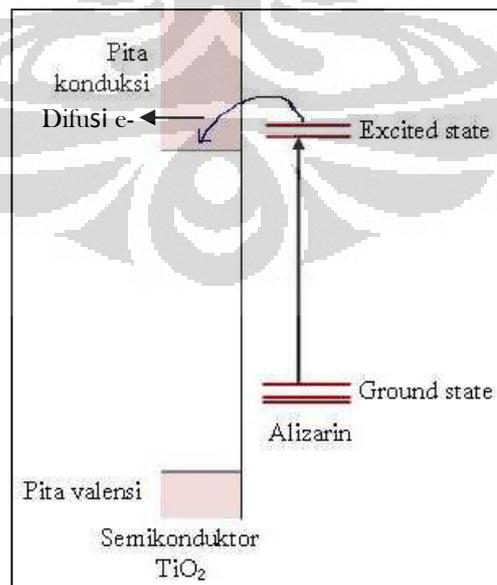


Gambar 4.17 Susunan *sandwich* sel DSSC, (a) susunan sel DSSC yang sebenarnya, (b) ilustrasi susunan sel DSSC

Pada bagian tengah sel ditambahkan *spacer* yang berbahan silikon dengan ketebalan 2 mm. *Spacer* berfungsi untuk memisahkan kutub (+) dengan kutub (-)

sel surya agar tidak terdapat arus pendek yang terjadi ketika melakukan pengukuran. Kemudian sel DSSC tersebut diukur kinerjanya menggunakan sumber cahaya sinar tampak. Penyinaran dilakukan dengan metode *front side illumination* dimana sinar yang datang akan mengenai zat warna terlebih dahulu.

Pada teori *front side illumination*, sinar matahari diterima melalui sisi transparan sel yaitu glass ITO, kemudian diteruskan melalui elektrolit dan diserap oleh zat warna. Panjang gelombang sinar tampak yang sesuai dengan serapan alizarin menyebabkan elektron alizarin tereksitasi dari orbital HOMO ke LUMOnya. Elektron yang tereksitasi diinjeksikan dari orbital LUMO alizarin ke pita konduksi TiO_2 . Kecepatan injeksi tergantung pada sifat elektron dari zat warna dan semikonduktor sendiri, serta jarak antara keduanya. Ada dua tipe injeksi elektron yang terjadi berdasarkan mekanisme perpindahan elektron dari zat warna ke semikonduktor. Mekanisme tipe pertama terjadi apabila fotoeksitasi terjadi dari orbital HOMO zat warna ke orbital LUMOnya. Kemudian elektron berpindah menuju pita konduksi semikonduktor. Sedangkan mekanisme tipe kedua adalah mekanisme langsung, terjadi bila elektron dari keadaan dasar zat warna tereksitasi ke pita konduksi semikonduktor (Sánchez-de-Armas, Rocio et al, 2011). Alizarin tergolong menjadi mekanisme tipe pertama dan mempunyai orbital LUMO yang stabil dan lebih tinggi dari pita konduksi TiO_2 (Gambar 4.18).



Gambar 4.18 Diagram energi TiO_2 -Alizarin pada proses injeksi elektron

Universitas Indonesia

Elektron yang terinjeksi ke pita konduksi TiO_2 kemudian berdifusi dan dialirkan menuju ke elektroda kerja, yaitu plat Ti. Karena adanya penumpukan elektron pada elektroda kerja, maka elektroda *counter* cenderung bermuatan positif. Oleh karena itu, terjadilah aliran elektron dari elektroda kerja menuju elektroda *counter* yang nilainya dapat diukur sebagai arus listrik (I). Elektron yang tereksitasi pada zat warna meninggalkan *hole* yang bermuatan positif. *Hole* tersebut diisi kembali oleh elektron yang berasal dari larutan elektrolit melalui sistem redoks. Regenerasi elektrolit terjadi dengan menggunakan elektron yang berasal dari elektroda *counter*.

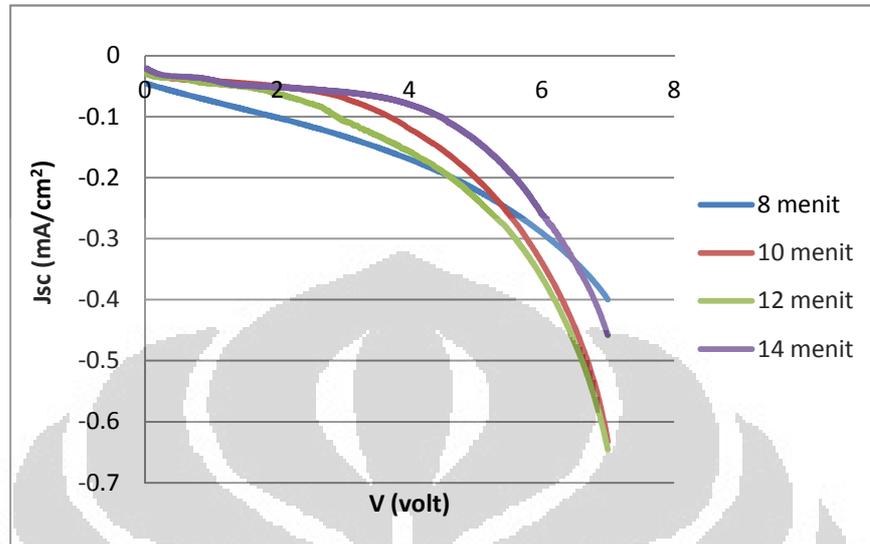
Kinerja sel DSSC dapat ditentukan dengan cara melakukan pengukuran untuk mendapatkan nilai tegangan *open circuit* (V_{oc}) dan arus yang dihasilkan. Hal ini berhubungan dengan pembuatan kurva V vs I yang menentukan nilai *fill factor* dari sel. V_{oc} diukur pada saat kutub positif dan negatif sel surya tidak terhubung. Pengukuran tersebut dilakukan dengan menggunakan potensiostat, dimana kabel elektrodanya dihubungkan dengan sel surya yang diletakkan dalam kotak reaktor (Lampiran 6).

4.4.1. Pengukuran Menggunakan Potensiostat

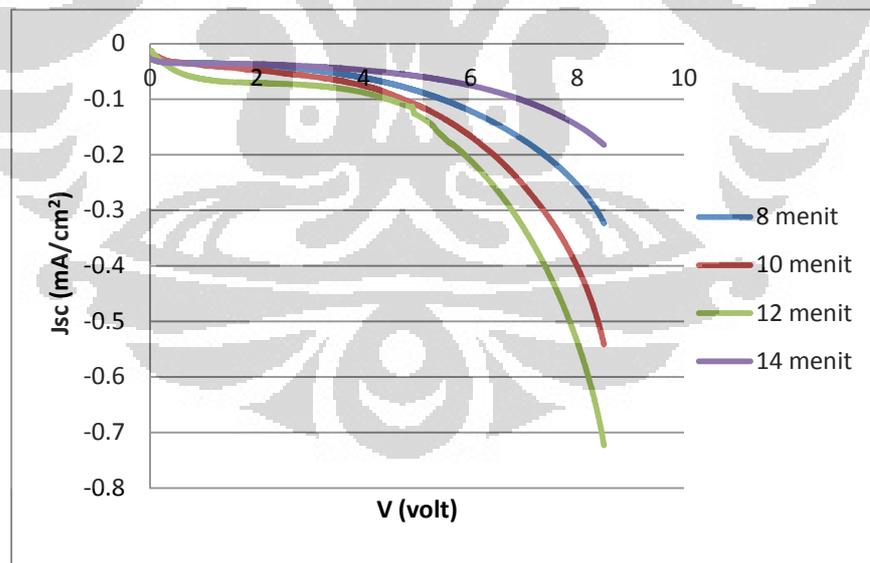
Simulasi pengukuran menggunakan potensiostat dilakukan dengan menjepitkan kabel elektroda kerja, kabel elektroda *counter* serta kabel elektroda pembanding potensiostat ke kutub (+) dan kutub (-) sel DSSC (langkah kerja selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 7). Sel DSSC sendiri dimasukkan ke dalam kotak reaktor yang di dalamnya terpasang lampu pijar yang berfungsi sebagai sumber cahaya menggantikan sinar matahari. Kotak reaktor berfungsi untuk mengisolasi sinar dari lampu pijar dan untuk menghindari sel surya dari paparan sinar dari luar. Kemudian sel surya diletakkan tepat di bawah lampu dengan jarak sekitar 10 cm. Khusus untuk pengukuran V_{oc} , elektroda pembanding tidak perlu dipasang.

Menurut hasil pengukuran, V_{oc} yang dihasilkan oleh sel terlampaui tinggi yaitu di atas 7 volt yang artinya masih ada arus pendek dalam sel. Arus pendek terjadi dalam sel DSSC karena terhubungnya elektroda kerja (+) dengan elektroda *counter* (-). Nilai V_{oc} tersebut juga belum stabil sehingga peneliti menetapkan

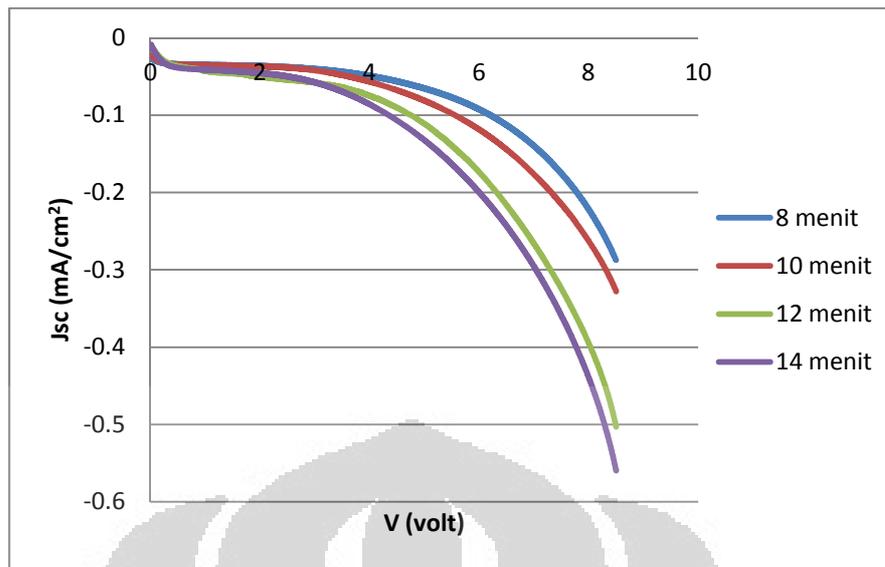
suatu nilai rata-rata dari V_{oc} yang dihasilkan dalam pembuatan kurva IV. Hasil dari proses pengukuran arus dan tegangan dapat kita lihat hasilnya dalam kurva di bawah ini:



Gambar 4.19 Grafik arus-tegangan yang dihasilkan *sandwich* sel DSSC dengan elektroda kerja Ti/TiO₂-NT/alizarin (2 jam anodisasi) dengan penyinaran lampu wolfram 15 watt



Gambar 4.20 Grafik arus-tegangan yang dihasilkan *sandwich* sel DSSC dengan elektroda kerja Ti/TiO₂-NT/alizarin (4 jam anodisasi) dengan penyinaran lampu wolfram 15 watt



Gambar 4.21 Grafik arus-tegangan yang dihasilkan *sandwich* sel DSSC dengan elektroda kerja Ti/TiO₂-NT/alizarin (6 jam anodisasi) dengan penyinaran lampu wolfram 15 watt

Gambar 4.19 merupakan hasil pengukuran sel surya yang menggunakan sampel TiO₂ dengan waktu anodisasi 2 jam. Kemudian menyusul di bawahnya (Gambar 4.20 dan Gambar 4.21) sel adalah sel DSSC dengan sampel TiO₂ waktu anodisasi 4 jam dan 6 jam. Ada sedikit perbedaan antara ketiga kurva IV tersebut. Gambar 4.19 dan Gambar 4.20 menunjukkan adanya kenaikan rentang arus dari waktu elektroforesis 8 menit sampai 12 menit dan penurunan rentang arus di 14 menit. Namun pada Gambar 4.21 menunjukkan kenaikan rentang arus seiring dengan bertambahnya waktu elektroforesis.

Perhitungan nilai *fill factor*, P_{out} dan efisiensi sel dapat dilihat pada Lampiran 8. Pada umumnya, hasil perhitungan menunjukkan bahwa TiO₂ *nanotube* yang menghasilkan efisiensi paling besar adalah TiO₂ 4 jam anodisasi dengan waktu elektroforesis 12 menit. TiO₂ 4 jam anodisasi mempunyai panjang difusi yang sesuai dengan sifat elektron yang mengalir dari alizarin ke TiO₂. Besar pori yang dihasilkan pun dapat mengadsorpsi zat warna alizarin dengan baik. Hal ini didukung oleh waktu elektroforesis dan tegangan elektroforesis yang sesuai.

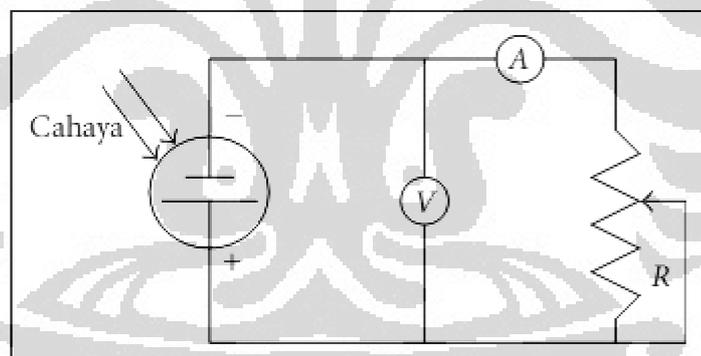
Pada menit ke 14 elektroforesis, hasil efisiensi sel menurun. Kemungkinan yang terjadi adalah adanya alizarin yang terlepas dari permukaan TiO₂ karena waktu elektroforesis yang terlalu lama. Terjadi kejenuhan di permukaan TiO₂,

tegangan yang terus menerus diberikan mungkin justru akan melepaskan ikatan alizarin dengan TiO_2 .

4.4.2 Pengukuran Menggunakan Potensiometer dan Digital Multimeter

Nilai pengukuran V_{oc} menggunakan potensiostat masih menunjukkan angka yang tidak sebenarnya (Lampiran 8). Oleh karena itu, dibutuhkan faktor koreksi dari nilai V_{oc} yang lebih mendekati literatur atau penelitian-penelitian sebelumnya. Pada penelitian ini, koreksi dilakukan dengan mengukur nilai V_{oc} dan I_{sc} menggunakan potensiometer ($10\text{ k}\Omega$) dan digital multimeter (Lampiran 9), serta penyinaran dengan lampu wolfram 15 W . Potensiometer adalah alat yang mengandung sejumlah nilai hambatan (R), yang dapat divariasikan dari nol sampai nilai tertentu. Ketika nilai R adalah nol, nilai arus sirkuit pendek (I_{sc}) dapat terukur dan pada saat nilai R maksimum, tegangan yang dihasilkan dari sel DSSC merupakan tegangan *open circuit* (V_{oc}).

Berikut ini adalah rangkaian yang disusun ketika melakukan pengukuran dengan potensiometer dan digital multimeter:



Gambar 4.22 Rangkaian listrik untuk mengukur nilai tegangan dan arus yang dihasilkan oleh sel DSSC

(Sumber : Yulianto et al, 2010)

Pengukuran pada sampel $\text{Ti/TiO}_2\text{-NT/alizarin}$ dengan waktu anodisasi 4 jam dan elektroforesis adsorpsi alizarin 8 menit, menghasilkan nilai V_{oc} sebesar $158,7\text{ mV}$ dan I_{sc} $15,2\text{ }\mu\text{A}$. Dari nilai tersebut, diperoleh koreksi nilai kinerja sel DSSC sebagai berikut:

Tabel 4.2 Koreksi nilai kinerja sel DSSC berdasarkan pengukuran menggunakan potensiometer dan digital multimeter

Anodisasi (jam)	TiO ₂		Jmax ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vmax (mV)	Jsc ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Voc (mV)	Pout ($\mu\text{W}/\text{cm}^2$)	Pin (W/cm^2)	FF	η (%)
	Elektroforesis (menit)									
2	8		81,7	80,3	133	131	6,56	0,0335	0.376	0.0196
	10		176	86,4	230	131	15,2	0,0335	0.507	0.0454
	12		161	90,2	232	131	14,5	0,0335	0.479	0.0434
	14		114	97,1	164	131	11,1	0,0335	0.515	0.033
4	8		78,6	109	114	159	8,58	0,0335	0.474	0.0256
	10		145	109	198	159	15,8	0,0335	0.505	0.0473
	12		199	109	268	159	21,7	0,0335	0.509	0.0646
	14		41,8	108	57,9	159	4,52	0,0335	0.492	0.0135
6	8		69,4	117	98,3	159	8,12	0,0335	0.521	0.0242
	10		75,1	116	115	159	8,7	0,0335	0.477	0.026
	12		121	114	185	159	13,8	0,0335	0.468	0.041
	14		124	112	185	159	13,9	0,0335	0.472	0.0414

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

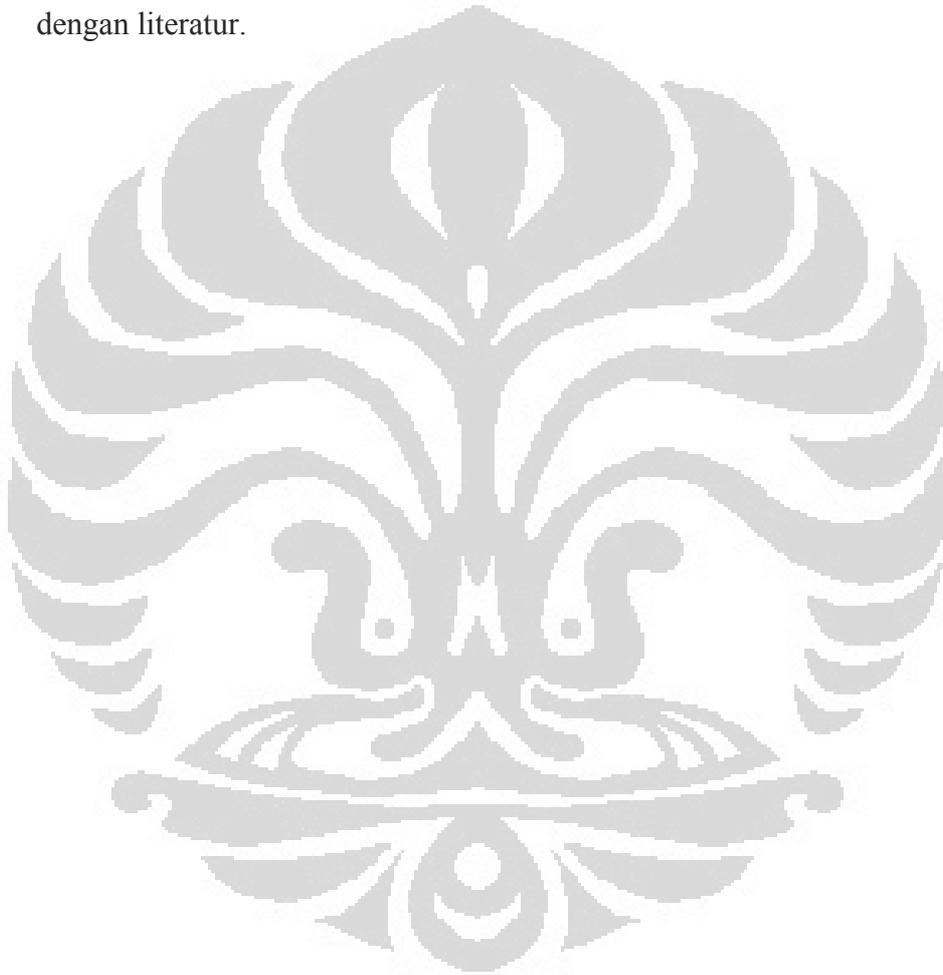
5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Film tipis TiO_2 bermorfologi *nanotube* pada permukaan plat Ti ($\text{TiO}_2\text{-NT/Ti}$) telah berhasil dipreparasi melalui teknik anodisasi pada tegangan 25 volt serta memiliki fasa kristal anatase setelah melalui perlakuan panas 400°C (berdasarkan hasil termal insitu XRD). Film TiO_2 *nanotube* tersebut mempunyai ketebalan film $1,6\ \mu\text{m}$; ketebalan dinding $19,04\ \text{nm}$; dan diameter tabung $66,68\ \text{nm}$.
2. Film tipis TiO_2 *nanotube* mempunyai struktur yang teratur dan porositas tinggi sehingga luas permukaan yang dihasilkan mencapai $347.960\ \text{cm}^2\text{gr}^{-1}$ dan baik untuk proses penempelan zat warna.
3. Film tipis TiO_2 *nanotube* mempunyai aktifitas fotoelektrokatalisis maksimum pada waktu anodisasi 4 jam.
4. Zat warna alizarin telah teradsorpsi pada permukaan TiO_2 *nanotube* ($\text{TiO}_2\text{-NT/alizarin}$) dengan teknik elektroforesis.
5. Sel yang disusun dengan metode *sandwich* telah menghasilkan tegangan *open circuit* (V_{oc}). Namun nilai V_{oc} tersebut bukan merupakan nilai yang sebenarnya karena masih terjadi arus pendek dalam sel DSSC.
6. Sel surya mencapai efisiensi optimum pada material yang terdiri atas film tipis TiO_2 *nanotube* dengan waktu anodisasi 4 jam dan elektroforesis adsorpsi alizarin selama 12 menit.

5.2 Saran

1. Perlu melakukan variasi tegangan elektroforesis untuk mendapatkan nilai tegangan yang paling sesuai untuk proses elektroforesis alizarin.
2. Melakukan pengukuran absorbansi zat warna alizarin setelah proses elektroforesis untuk mengetahui jumlah alizarin yang berkurang.
3. Melakukan pengukuran kinerja sel DSSC dengan metode lain di bawah penyinaran lampu halogen untuk mendapatkan nilai Voc yang lebih sesuai dengan literatur.



DAFTAR PUSTAKA

- Adachi, M.; Murata, Y.; Takao, J.; Jiu, J.; Sakamoto, M.; Wang, F. 2004. *Highly Efficient Dye-Sensitized Solar Cells with a Titania Thin-Film Electrode Composed of a Network Structure of Single-Crystal-like TiO₂ Nanowires Made by the "Oriented Attachment" Mechanism*. J. Am. Chem. Soc. 2004, 126, 14943–14949
- Alwitt, Robert S. 2002, Desember. *Anodizing*. 4 Juni 2012. <http://electrochem.cwru.edu/encycl/>
- Bai, J.; Zhou, B.; Li, L.; Liu, Y.; Zheng, Q.; Shao, J.; Zhu, X.; Cai, W.; Liao, J.; Zou, L. 2008. *The formation mechanism of titania nanotube arrays in hydrofluoric acid electrolyte*. J Mater Sci (2008) 43:1880–1884
- Chang, Yuen-Haw dan Vhang, Chia-Yu. 2010. *A Maximum Power Point of PV System by Scaling Fuzzy Control*. Paper IMECS 2010, March 17-19, 2010, Hongkong
- De Paoli, M., dan Longo, C., 2003. *Dye-Sensitized Solar Cell : A Successful Combination of Materials*. Journal Brazillian Chem Society, Vol 14, No 6, Hal. 889 – 901
- Duncan, Walter R. dan Preshdo, Oleg V. 2005. *Electronic Structure and Spectra of Cathocol and Alizarin in the Gas Phase and Attached to Titanium*. J. Phys. Chem. B 2005, 109, 365-373
- Duncan, Walter R. dan Preshdo, Oleg V. 2007. *Theoretical Studies of Photoinduced Electron Transfer in Dye-Sensitized TiO₂*. Annu. Rev. Phys. Chem. 2007. 58: 143-184
- Grätzel, M. 2001. *Photoelectrochemical cells*. Nature Vol 414 15 November 2001. 338-344 Macmillan Magazines Ltd

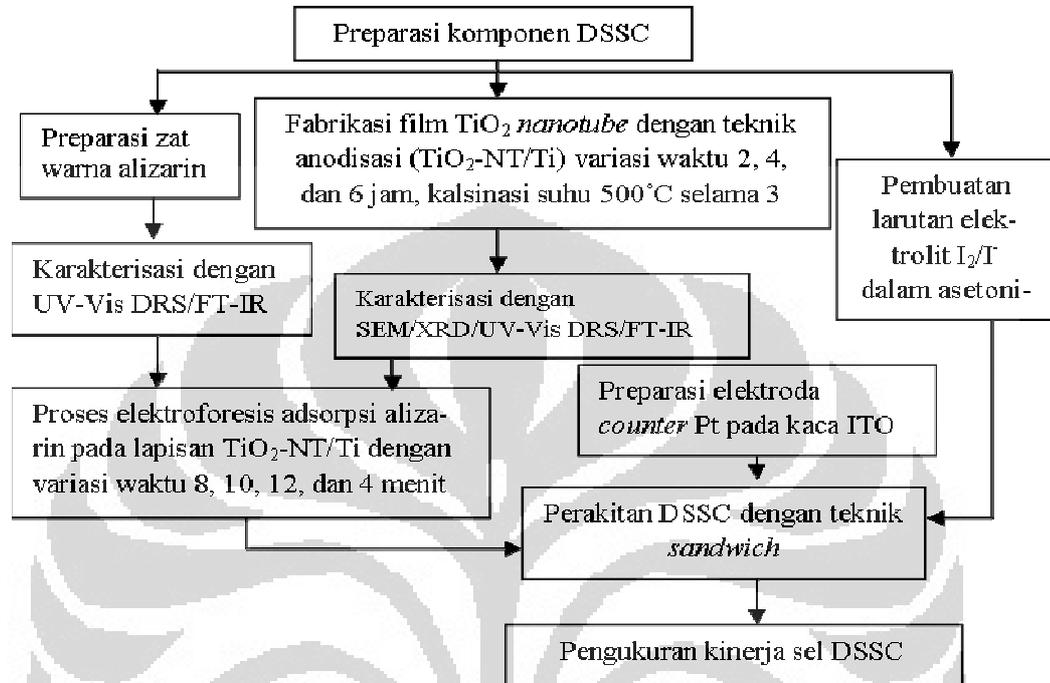
- Grätzel, M. 2003. *Dye-sensitized solar cell, Review*. Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Review 4 (2003) 145-153
- Gurney, R. W. & Mott, N. F. 1938. *Theory of the photolysis of silver bromide and the photographic latent image*. Proc. R. Soc. Lond. A 164, 151–167
- Jentoft, Friederike. 2004. *Diffuse Reflectant IR and UV-Vis Spectroscopy*. Fritz Haber Institut der Max Planck Gesellschaft
- Junghänel, Matthias. 2007. *Novel aqueous electrolyte films for hole conduction in dye sensitized solar cells and development of an electron transport model, Dissertation*. Eingereicht im Fachbereich Biologie, Chemie, Pharmazie der Freien Universität Berlin
- Junior, Zico Alaia Akbar. 2010. *Fabrikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Warna Berbasis Zat Warna Eosin Y dan Semikonduktor TiO₂ Dengan Metode Elektroforesis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
- Karlsson, Karl Martin. 2011. *Design, Synthesis, and Properties of Organic Sensitizer for Dye Sensitized Solar Cel, Doctoral Thesis*. KTH Chemical Sciences and Engineering, Royal Institute of Technology, SE-100 44 Stockholm, Sweden
- Kuang, D.; Brillet, J.; Chen, P.; Takata, M.; Uchida, S.; Miura, H.; Sumioka, K.; Zakeerudin, S. M.; Grätzel, M. 2008. *Application of Highly Ordered TiO₂ Nanotube Arrays in Flexible Dye-Sensitized Solar Cells*. American Chemical Society Nano, Vol.2, No. 6, Hal. 1113-1116
- Law, M.; Greene, L. E.; Johnson, J. C.; Saykally, R.; Yang, P. D. 2005. *Nanowire Dye-Sensitized Solar Cells*. Nat. Mater. 2005, 4, 455–459.6
- Lei, B. X.; Liao, J. Y.; Zhang, R.; Wang, J.; Su, C. Y.; Kuang, D. B. 2010. *Ordered Crystalline TiO₂ Nanotube Arrays on Transparent FTO Glass for Efficient Dye-Sensitized Solar Cells*. Am. Chem. Soc. J. Phys. Chem. C 2010, 114, 15228-15233

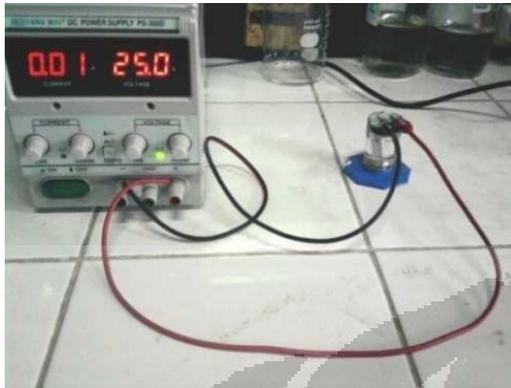
- Michigan State University. *Visible and Ultraviolet Spectroscopy*. 30 Mei 2012.
<http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/Spectrpy/UV-Vis/spectrum.htm>
- Modelli, A. dan Burrow, P. D. 2011. *Electron Attachment to Dye-Sensitized Solar Cell Component: Cyanoacetic Acid*. *J. Phys. Chem. A* 2011, 115, 110-1107
- Moon, S. J.; Yum, J. H.; Baker, R. H.; Karlsson, K. M.; Hagberg, D. P.; Marinado, T.; Hagfeldt, A.; Sun, L.; Grätzel, M.; Nazeeruddin, M.K. 2009. *Highly Efficient Organic Sensitizers for Solid-State Dye-Sensitized Solar Cells*. *Am. Chem. Soc. J. Phys. Chem. C* 2009, 113, 16816-16820
- Ngamsinlapasathiana, S., Sreethawong, T., Y. Suzukia, S. Yoshikawaa. 2005. *Doubled layered ITO/SnO₂ conducting glass for substrate of dye-sensitized solar cells*. doi:10.1016/j.solmat.12.005
- Ohsaki, Y.; Masaki, N.; Kitamura, T.; Wada, Y.; Okamoto, T.; Sekino, T.; Niihara, K.; Yanagida, S. 2005. *Dye-sensitized TiO₂ nanotube solar cells: fabrication and electronic characterization*. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2005, 7, 4157-4163
- Park, J. H.; Lee, T. W.; dan Kang, M. G. 2008. *Growth, detachment and transfer of highly-ordered TiO₂ nanotube arrays: use in dye-sensitized solar cells*. The Royal Society of Chemistry. *Chem. Commun.*, 2008 2867-2869
- Quan, Vo Anh. 2006. *Degradation of the Solar Cell Dye Sensitizer N719 Preliminary Building of Dye-Sensitized Solar Cell, Thesis Master*. Roskilde University, Denmark
- Sanchez-de-Armaz, R.; Oviedo, J.; Miguel, M. Á. S.; Sanz, J. F. 2011. *Direct vs Indirect Mechanisms for Electron Injection in Dye-Sensitized Solar Cell*. *Am. Chem. Soc. J. Phys. Chem. C* 2011, 115, 11293-11301
- Silverstein, R. M.; Bassler, C. G.; Morrill, T. C. 1974. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. John Wiley and Sons, Inc.

- Smyth, Joseph. 1988. *Mineral Structure and Property Data, TiO₂ Group*. 26 April 2012. <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/>
- Swapp, Susan. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. 5 Juni 2012.
http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html
- Syahroni, C; Gunlazuardi, J; Krisnandi, Y. K.; Anggraningrum, I. T; Asijati, E.; Surahman, H. 2011. *Preparation of TiO₂ Thin Film Photoanode by Direct Oxidation for Photoelectrocatalytic Oxidation*. The 14th Asian Chemical Congress 2011. Bangkok, 5-8 September 2011
- Tan, Bing dan Wu, Yiying. 2006. *Dye Sensitized Solar Cell Based on Anatase TiO₂ Nanoparticle/Nanowire Composites*. American Chemical Society, J. Phys. Chem, B 2006, 110, 15932-15938
- Yulianto, B.; Septina, W.; Fuadi, K.; Fanani, F.; Muliani, L.; Nugraha. 2010. *Synthesis of Nanoporous TiO₂ and Its Potential Applicability for Dye-Sensitized Solar Cell Using Antocyanin Black Rice*. Hindawi Publishing Corporation, Advances in Materials Science and Engineering, Volume 2010, Article ID 789541, 6 pages
- Zhu, K.; Neale, N. R.; Miedaner, A.; Frank, A. J. *Enhanced Charge-Collection Efficiencies and Light Scattering in Dye-Sensitized Solar Cells Using Oriented TiO₂ Nanotubes Arrays*. Nano Lett. 2007, 7, 69–7

LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan kerja

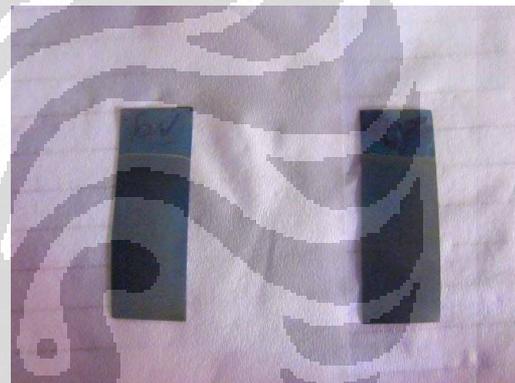


Lampiran 2. Skema proses pembuatan TiO₂ nanotube

Proses Anodisasi

TiO₂ sebelum dikalsinasi

Proses kalsinasi

TiO₂ hasil kalsinasi

Lampiran 3. Perhitungan Kabelka-Munk

Untuk membuat kurva Kabelka-Munk, dilakukan perhitungan:

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1 - R)^2}{2R}$$

dimana $K = A (E - E_g)^{m/2}$, sehingga diperoleh persamaan:

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{A (E - E_g)^{m/2}}{S}$$

$$F(R) = \frac{A}{S} (E - E_g)^{m/2}$$

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 (E - E_g)^m$$

Untuk transisi yang diperbolehkan, nilai $m=1$ sehingga

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 (E - E_g)^1$$

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ y & b & x & a \end{array}$$

Berikut ini merupakan contoh perhitungan dengan faktor Kabelka-Munk pada TiO_2 hasil 4 jam anodisasi:

Panjang Gelombang (nm)	%R	R	(1-R) ²	E (J)	E (eV)	(1-R) ² /2R
800	14.606	0.14606	0.7292135	0.024846	1.550936	2.4962807
799	14.618	0.14618	0.7290086	0.0248771	1.552877	2.4935306
798	14.636	0.14636	0.7287012	0.0249083	1.554823	2.4894139
797	14.59	0.1459	0.7294868	0.0249395	1.556774	2.4999548
796	14.56	0.1456	0.7299994	0.0249709	1.55873	2.5068659
795	14.58	0.1458	0.7296576	0.0250023	1.560691	2.5022553
794	14.594	0.14594	0.7294185	0.0250338	1.562656	2.4990355

Universitas Indonesia

793	14.595	0.14595	0.7294014	0.0250653	1.564627	2.4988058
792	14.575	0.14575	0.7297431	0.025097	1.566602	2.5034067
791	14.548	0.14548	0.7302044	0.0251287	1.568583	2.5096385
790	14.505	0.14505	0.7309395	0.0251605	1.570568	2.5196122
789	14.51	0.1451	0.730854	0.0251924	1.572559	2.5184494
788	14.537	0.14537	0.7303924	0.0252244	1.574555	2.5121842
787	14.507	0.14507	0.7309053	0.0252564	1.576555	2.519147
786	14.519	0.14519	0.7307001	0.0252885	1.578561	2.5163583
785	14.548	0.14548	0.7302044	0.0253208	1.580572	2.5096385
784	14.491	0.14491	0.7311789	0.0253531	1.582588	2.5228725
783	14.47	0.1447	0.7315381	0.0253854	1.584609	2.527775
782	14.484	0.14484	0.7312986	0.0254179	1.586636	2.5245051
781	14.474	0.14474	0.7314697	0.0254504	1.588667	2.5268401
780	14.471	0.14471	0.731521	0.0254831	1.590704	2.5275412

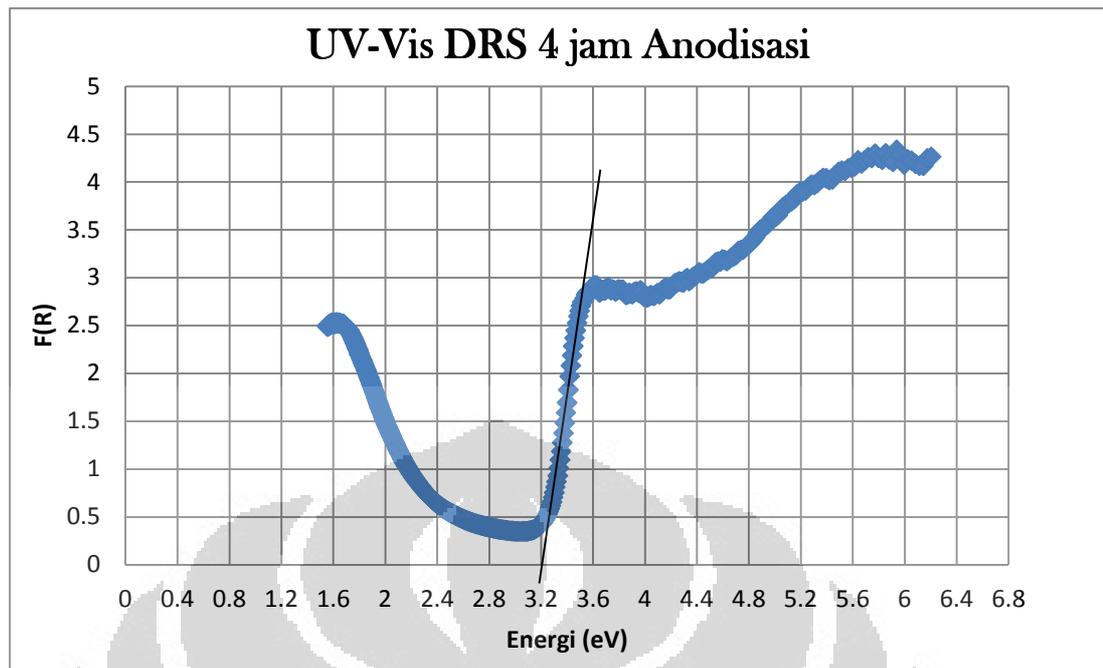
Saat $y=0$, nilai energi foton sama dengan nilai *band gap* TiO_2 . Oleh karena itu, jika ditarik garis lurus pada kurva Kabelka-Munk, nilai *band gap*-nya dapat diketahui.

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

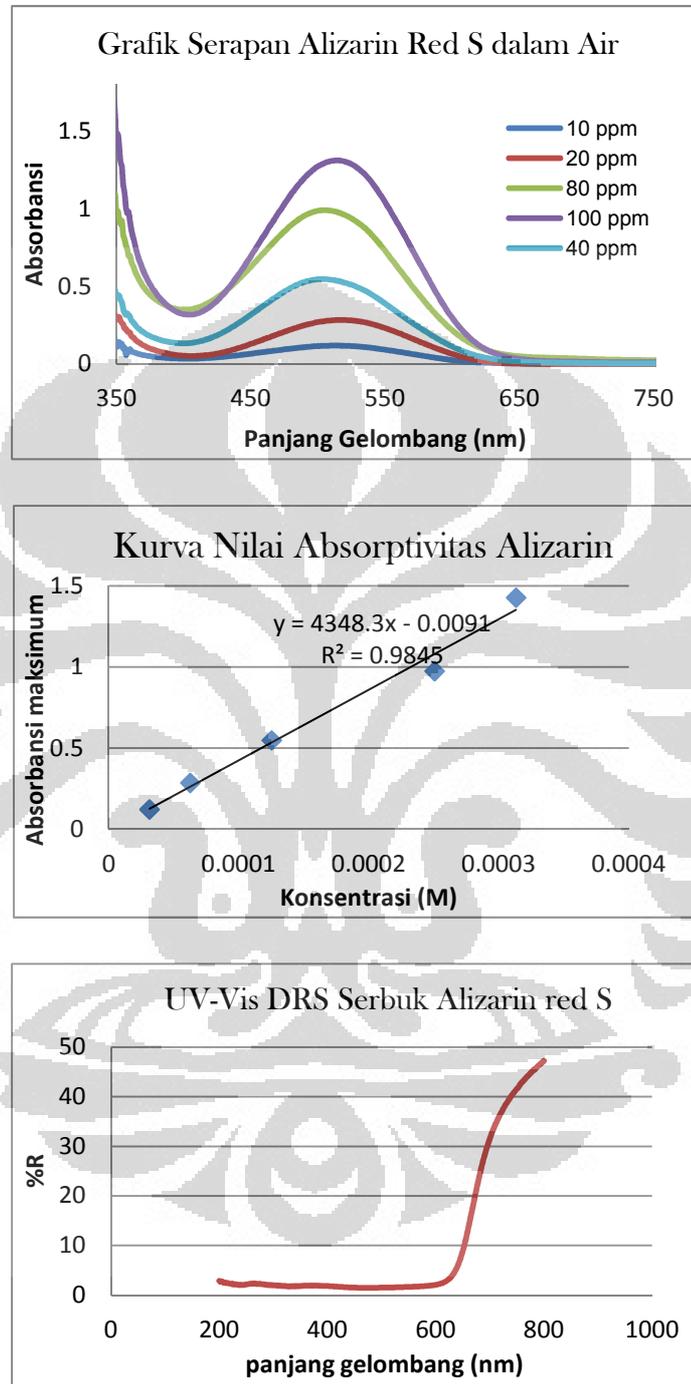
$$0 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

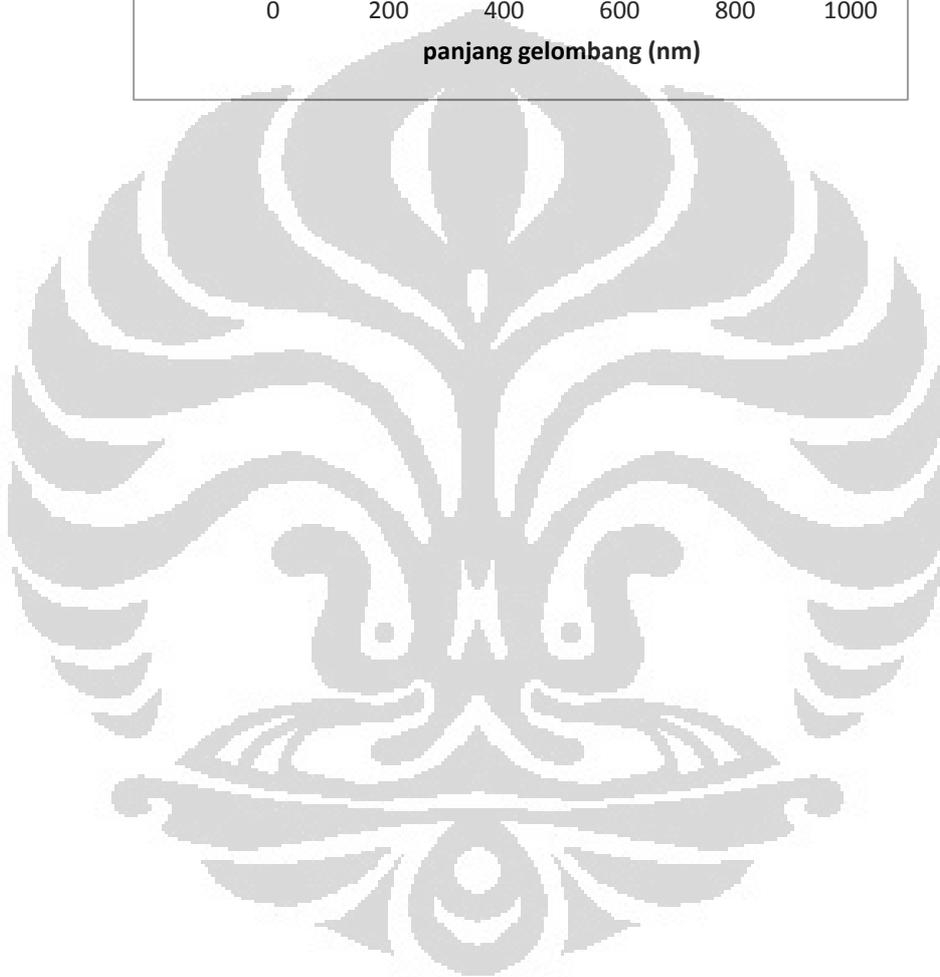
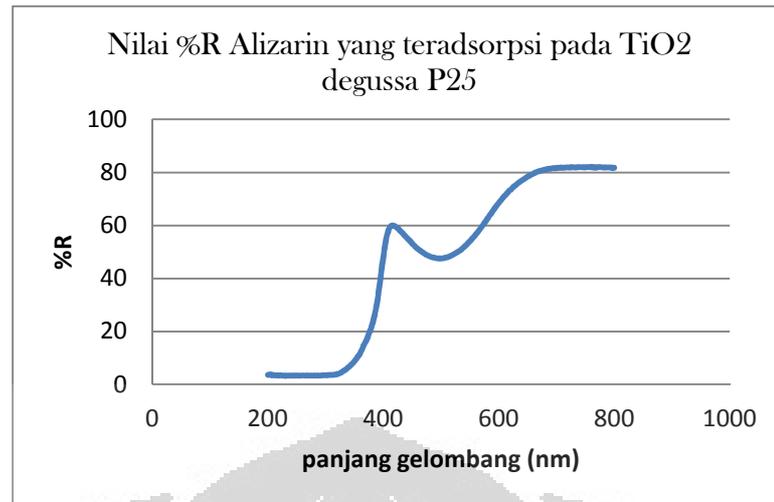
$$\left(\frac{A}{S}\right)^2 E = \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

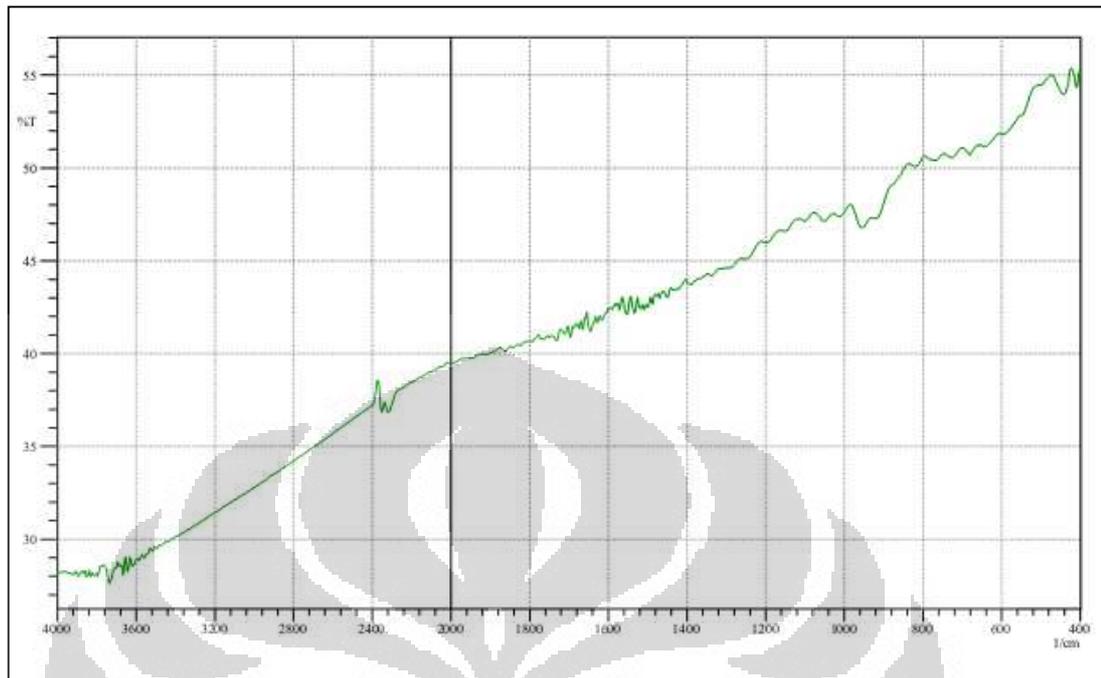
$$E = E_g$$



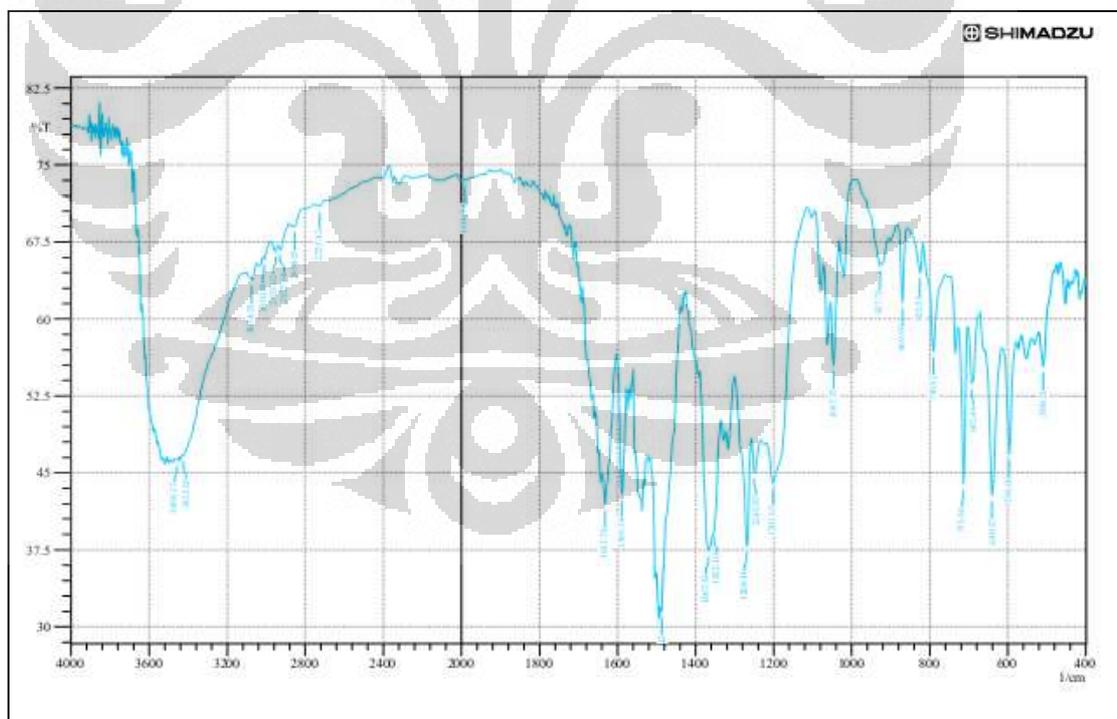
Lampiran 4. Spektrum Alizarin diukur menggunakan UV-Vis spektrofotometer



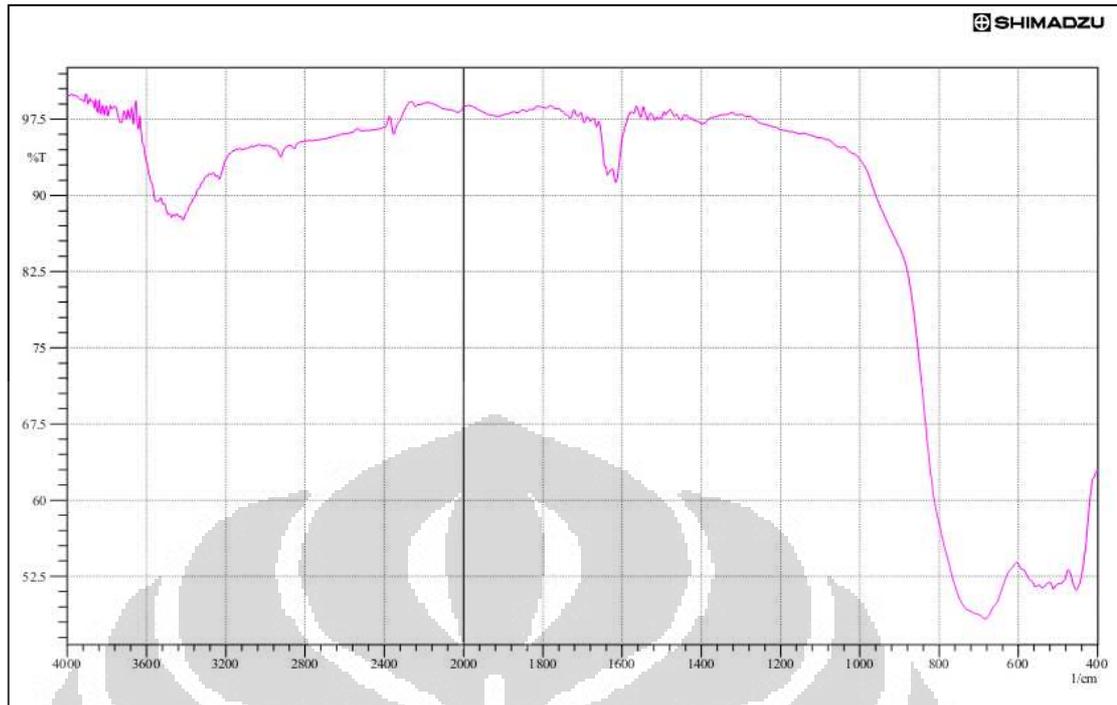


Lampiran 5. Hasil pengukuran spektrum FT-IR

Plat Ti setelah diampas dan di-etching



Spektrum FT-IR Alizarin Red S bubuk



Spektrum FT-IR TiO₂ degussa P25

Lampiran 6. Pengukuran arus dan tegangan sel DSSC menggunakan potensiostat

Tipe sel	: <i>sandwich cell</i>
Aktif area	: 2 cm ²
Sumber cahaya	: lampu wolfram 15 W
Intensitas lampu	: 0,0335 W/cm ² (efikasi lampu = 15 lumen/watt)
Sensitizer	: Alizarin red S
Elektrolit	: I ⁻ /I ₃ ⁻ dalam asetonitril
Temperatur kerja	: 298 K
Semikonduktor	: TiO ₂ <i>nanotube</i>
Ketebalan film	: 1,6 μm
Elektroda kerja	: plat Ti/TiO ₂ -NT/alizarin
Elektroda <i>counter</i>	: Pt/ITO
Alat	: eDAQ EA 161, ADInstruments Power Lab/ Echem
Scan rate	: 200 m/s
Frekuensi	: 10 KHz



Potensiostat



Kotak Reaktor

Universitas Indonesia

Lampiran 7. Pembuatan kurva IV sel DSSC pada *software* Echem

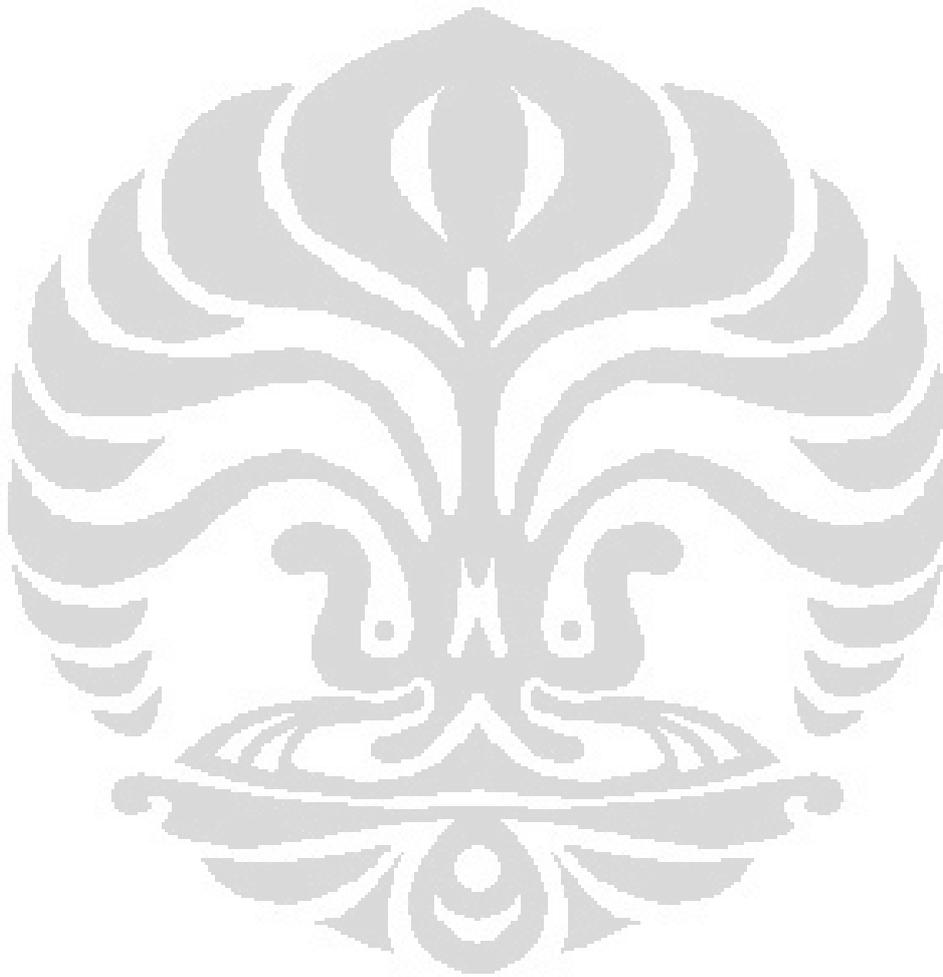
Untuk membuat kurva IV pada Echem, digunakan teknik LSV (*Linear Sweep Voltametry*). Peralatan yang harus digunakan adalah komputer dengan *software* EChem yang telah ter-*install*, potensiostat dan *e-corder* dengan kode EA 161.

Langkah kerja pembuatan kurva IV adalah:

1. Menghubungkan kabel elektroda dari potensiostat dengan sel DSSC sebagai berikut: elektroda kerja (hijau) pada salah satu sisi sel DSSC dan elektroda *counter* (merah) dan di sisi lainnya. Jangan menghubungkan elektroda pembanding (kuning).
2. Membuka *software* Chart dan menggunakan mode High Z (*High Impedance Voltmeter*) dari potensiostat. Memilih Mode = High Z, Range = 10 V and Cell = Real. Tegangan sel dapat dilihat di sisi kiri atas dari halaman. Nilai tegangan tersebut adalah nilai tegangan *open circuit* solar sel, yaitu tegangan yang dihasilkan sel DSSC saat tidak ada arus yang mengalir.
3. Mencatat nilai *open circuit* tersebut dan menutup *software* Chart.
4. Sekarang, menghubungkan kabel elektroda dari potensiostat dengan cara: elektroda kerja (hijau) pada salah satu sisi sel DSSC, elektroda *counter* (merah) dan elektroda pembanding (kuning) di sisi lainnya.
5. Membuka *software* EChem dan pada menu “Technique” pilih “Linear Sweep”.
6. Memilih *range* tegangan yang lebih besar nilainya daripada nilai tegangan *open circuit*. Mengisikan nilai tersebut sebagai “Initial” dan nol sebagai “Final”.
7. Memilih laju yang sesuai. Klik “View” untuk mengetahui berapa lama proses memindai berlangsung. Klik OK.
8. Klik “Start” untuk memulai proses memindai.
9. Melihat berapa nilai maksimum arus yang tercatat.
10. Mengganti range arus pada potensiostat, range harus lebih tinggi dari nilai arus maksimum.
11. Klik “Start” untuk mengulang proses pemindaian pada *range* arus yang baru.

Universitas Indonesia

12. Melihat kembali apakah arus mencapai nol pada posisi kanan bawah kurva IV. Jika arus selalu positif dan tidak pernah mencapai nol, nilai tegangan “initial” pada halaman Linear Sweep harus dinaikkan dan sebaliknya.



Lampiran 8. Hasil pengukuran arus dan tegangan sel DSSC menggunakan potensiostat

TiO ₂		Anodisasi (jam)	Elektroforesis (menit)	J _{max} (mA/cm ²)	V _{max} (V)	J _{sc} (mA/cm ²)	V _{oc} (V)	P _{out} (mW/cm ²)	Pin (W/cm ²)	FF	η (%)
2	8	0,239	3,8	0,354	7	0,907	0,0335	0,366	2,71		
	10	0,433	5	0,61	7	2,16	0,0335	0,507	6,46		
	12	0,449	4,6	0,616	7	2,06	0,0335	0,479	6,16		
	14	0,320	5	0,436	7	1,6	0,0335	0,525	4,78		
4	8	0,225	5,48	0,303	8,5	1,24	0,0335	0,479	3,69		
	10	0,396	5,69	0,525	8,5	2,25	0,0335	0,505	6,72		
	12	0,544	5,69	0,711	8,5	3,1	0,0335	0,512	9,24		
	14	0,113	5,68	0,154	8,5	0,642	0,0335	0,492	1,92		
6	8	0,208	5,6	0,261	8,5	1,17	0,0335	0,526	3,48		
	10	0,218	5,8	0,305	8,5	1,26	0,0335	0,488	3,77		
	12	0,364	5,5	0,492	8,5	2	0,0335	0,479	5,97		
	14	0,322	6,1	0,492	8,5	1,96	0,0335	0,469	5,86		

Universitas Indonesia

Lampiran 9. Pengukuran nilai arus dan tegangan sel surya menggunakan potensiometer dan digital multimeter di bawah sinar matahari



Gambar rangkaian alat pengukuran kinerja sel DSSC dengan potensiometer dan digital multimeter

Keterangan : rangkaian alat ini susunannya sama dengan rangkaian alat pengukuran untuk koreksi nilai kinerja sel (Tabel 4.2), perbedaannya hanyalah sumber cahaya yang digunakan.