

Tugas Akhir

Karakterisasi TiO₂ Sebagai Nano Material Semikonduktor pada DSSC dengan Metode Sol-Gel

Oleh :

**HUMAM EDDY PRABOWO
D211 13 019**



**DEPARTEMEN TEKNIK MESIN FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2019**



Tugas Akhir

**Karakterisasi TiO₂ Sebagai Nano Material Semikonduktor pada
DSSC dengan Metode Sol-Gel**

Oleh :

**HUMAM EDDY PRABOWO
D211 13019**

**Merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik
Mesin pada Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin**

**DEPARTEMEN TEKNIK MESIN FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2019**



LEMBAR PENGESAHAN

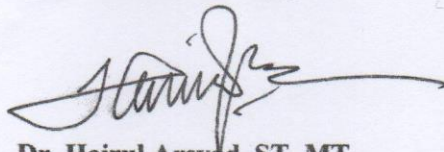
Tugas akhir ini diajukan untuk memenuhi salah satu persyaratan Mengikuti Ujian Akhir guna memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Departemen Mesin Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin

JUDUL :

Karakterisasi TiO₂ Sebagai Nano Material Semikonduktor pada DSSC dengan Metode Sol-Gel

HUMAM EDDY PRABOWO
D211 13 019

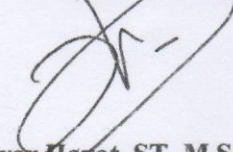
Dosen Pembimbing I



Dr. Hairul Arsyad, ST, MT.
NIP. 19750322 200212 1 001

Telah diperiksa dan disetujui oleh :


Dosen Pembimbing II



Azwar Hayat, ST, M.Sc, Ph.D
NIP. 19840126 201212 1 002

Mengetahui,
Ketua Departemen Teknik Mesin
Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin




Dr. Ir. Ilyas Renreng, MT.
NIP. 19570914 198703 1 001



DAFTAR RIWAYAT HIDUP

- Nama : Humam Eddy Prabowo
- Tempat Tanggal Lahir : Makassar, 6 September 1995
- Alamat : Jl. Ksatria No. 2 Kelurahan Bontoa, Kecamatan
Minasa Te'ne, Pangkep-SulSel
- Riwayat Pendidikan :
- SD Semen Tonasa 2 (2001-2007)
 - SMPIT Shohwatul Is'ad (2007-2009)
 - SMP Semen Tonasa 2 (2009-2010)
 - SMAN 2 Pangkajene (2010-2013)
- Riwayat Organisasi :
- Koordinator Departemen Kajian Strategis HMM FT-UH periode 2016/2017
 - Mentri Minat dan Bakat SMFT-UH periode 2017/2018



ABSTRAK

HUMAM EDDY PRABOWO, Karakterisasi TiO₂ Sebagai Nano Material Semikonduktor pada DSSC dengan Metode Sol-Gel (dibimbing oleh Dr. Haerul Arsyad ST, MT. dan Azwar Hayat ST, M.Sc, Ph.D)

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh tingkat keasaman dan kecepatan putaran dalam mensintesis TiO₂ menggunakan metode sol-gel dan menganalisis morfologi nanopartikel TiO₂ yang disintesis dan TiO₂ komersil menggunakan XRD untuk menghasilkan semikonduktor pada Dye Sensitized Solar Cell (DSSC). Metode yang digunakan yaitu dengan mensintesis TiO₂ dengan metode sol-gel menggunakan TTIP sebagai prekursor dengan variasi putaran magnetic stirrer 500, 1000, dan 1500 RPM. Proses pengasaman dilakukan dengan menambahkan asam asetat untuk memperoleh variasi tingkat keasaman pH 1, 2, dan 3. Selanjutnya dilakukan pengamatan dengan mikroskop dan pengujian XRD untuk mengetahui morfologi dan fasa dari kristal TiO₂. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kecepatan putaran magnetic stirrer dan tingkat keasaman mempengaruhi hasil sintesis nanopartikel. Dimana pada putaran 1500 RPM dengan pH 3 dan 1000 RPM dengan pH 2 memiliki hasil yang mendekati karakteristik TiO₂ komersil. Selain itu, hasil karakterisasi dengan menggunakan X-RD menunjukkan TiO₂ hasil sintesis memiliki kristal dengan struktur anatase dengan ukuran kristal 18,046 nm dibandingkan dengan TiO₂ komersil dengan kristal struktur anatase dengan ukuran kristal 15,554 nm.



Keywords: Nanomaterial, TiO₂, Sol-Gel, Semikonduktor, DSSC

ABSTRACT

HUMAM EDDY PRABOWO, Characterization of TiO_2 as a Nano Material – on DSSC application with Sol-Gel method. (Supervised by Dr. Haerul Arsyad ST, MT., And Azwar Hayat ST, M.Sc, Ph.D.)

The aim of this study is to analyze the effect of acidity and rotational speed in the synthesis of TiO_2 using the sol-gel method and to analyze the morphology of synthesized TiO_2 nanoparticles and commercial TiO_2 using XRD to produce semiconductors in Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC). The sol-gel method was used to synthesize TiO_2 Nanoparticles. Titanium tetra-isopropoxide (TTIP) was used as a precursor with the variable of the magnetic stirrer rotation speed of 500, 1000 and 1500 rpm. Acidification was achieved with adding acetic acid to Sol-gel solution to produce pH number of 1, 2, and 3. Nanomaterial was observed with an optical microscope and X-ray Powder Diffraction (X-RD) to determine the morphology and phase of TiO_2 crystalline. The results showed that the rotational speed and acidity level of the Sol-gel solution were played an important role to get the best form of a nanoparticle. At a rotation speed of 1500 rpm with pH 3 and 1000 rpm with pH 2 were shown characteristics similar to commercial TiO_2 . In addition to that, the results of X-RD characterization of synthesized TiO_2 was shown a crystal phase of anatase structure with 18,046 nm crystal size compared to commercial TiO_2 with anatase structure and crystal size of 15,554 nm.

Keywords: Nanomaterials, TiO_2 , sol-gel, semiconductors, DSSC



KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas berkat dan rahmat-Nya kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Karakterisasi TiO₂ Sebagai Nano Material Semikonduktor pada DSSC dengan Metode Sol-Gel”. Penulisan ini disusun untuk memenuhi syarat wajib penulisan skripsi dan tugas akhir program S1 Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin Makassar.

Penulis tidak lupa mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orang tua yang tiada henti memberi kasih dan selalu tulus mendukung setiap arah dan keputusan.
2. Ibu Prof. Dr. Dwia Aries Tina Palubuhu M.A, selaku rektor Universitas Hasanuddin.
3. Bapak Dr. Ir. Muhammad Arsyad, MT, selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin
4. Bapak Dr. Ir. Ilyas Renreng, MT, selaku Ketua Departemen Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin
5. Bapak Dr. Hairul Arsyad, ST, MT, selaku pembimbing I yang telah meluangkan waktu, sumbangsi tenaga dan pikiran dalam memberikan arahan pada penyusunan skripsi ini.
6. Bapak Azwar Hayat, ST, M.Sc, Ph.D, selaku pembimbing II yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan arahan dari awal hingga akhir penelitian ini.
7. Ibu Dr.Ir. Zuryati Djafar, MT, selaku Penasehat Akademik yang selalu menjadi orangtua di kampus.
8. Segenap Dosen dan Staf Departemen Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin yang telah memberikan ilmu selama perkuliahan dan membantu segala urusan administrasi dalam lingkup akademis.
9. Bapak Ade dan Kak anto laboran yang membantu selama pengujian sampel di laboratorium



10. Kanda, Teman, dan dinda se-Teknik yang telah memberi saya banyak pelajaran
11. Teman-teman KKN Unhas gelombang 96 Kec. Cempa Kab. Pinrang
12. Teman-teman *Delightful Istanbul* 2015
13. A. Wahyuni Nur Utami dan Linda Lestari yang telah meluangkan waktunya untuk membantu penulis menyelesaikan skripsinya
14. Haikal, Rama, Ridho, Accang, Yadin, Karno, Ulla, dan Ibe yang selalu menjadi sahabat dikala sulit
15. Adikku Sofi Mustafafi
16. Saudaraku CHAZZIZ 13. Hidup adalah perjuangan meski tak mudah kau taklukkan.
17. SMFT-UH periode 2017/2018 kabinet TEKNIK BERSATU menjadi suatu kebanggaan pernah berjuang bersama.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, untuk itu kritik dan saran dari pembaca adalah hal yang dapat penulis gunakan sebagai acuan untuk memperbaiki kesalahan tersebut.

Banyak pihak yang telah berandil dalam penyusunan skripsi ini, untuk itu penulis menghantarkan rasa terima kasih semoga segala bentuk bantuannya bernilai ibadah disisi Tuhan Yang Maha Esa

Makassar, 21 Januari 2019



Penulis



DAFTAR ISI

DAFTAR RIWAYAT HIDUP	ii
ABSTRAK	iv
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nanoteknologi.....	5
2.2 Dye Sensitized Solar Cell	6
2.3 Metode Sol-Gel	7
2.4 Titanium Dioksida (TiO₂)	10
2.5 Titanium Tetraisopropoxide (TTIP).....	13
2.6 X-Ray Diffraction (XRD).....	14
METODE PENELITIAN	17
3.1 Tempat dan Waktu	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17
3.3 Pelaksanaan Penelitian	17
3.4.1 Proses Sintesis TiO₂.....	18
3.4.2 Persiapan Pengujian Sampel	20
3.4.3 Pengujian Sampel.....	22
HASIL DAN PEMBAHASAN	23
Sintesis Nanopartikel Titanium Dioksida (TiO₂) dengan Metode Sol-Gel.....	23
Pengaruh Tingkat Keasaman dan Kecepatan Putar Terhadap Hasil	
 Sintesis Nanopartikel	24
Karakterisasi Mikroskop	26



4.4	Karakterisasi X-RD.....	30
	KESIMPULAN.....	39
	DAFTAR PUSTAKA	40
	LAMPIRAN.....	42



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Skema Kerja DSSC	7
Gambar 2. 2 Proses Sol-Gel	9
Gambar 2. 3 Struktur kristal TiO ₂ (anatase).....	12
Gambar 2. 4 Struktur kristal TiO ₂ (rutil)	13
Gambar 2. 5 Spektrum gelombang elektromagnetik.....	15
Gambar 3. 1 Skema Tahapan Penelitian	18
Gambar 3. 2 Proses Sol-Gel	19
Gambar 3. 3 Proses Pemanasan	20
Gambar 3. 4 Proses pembersihan kaca menggunakan ultrasonic cleaner	21
Gambar 3. 5 Proses Deposisi Film TiO ₂ dengan metode dr.blade	22
Gambar 4. 1 Hasil Deposisi TiO ₂ komersil	25
Gambar 4. 2 Hasil foto pH 3 RPM 1500(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	26
Gambar 4. 3 Hasil foto pH 2 RPM 1500(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	26
Gambar 4. 4 Hasil foto pH 1 RPM 1500(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	27
Gambar 4. 5 Hasil foto pH 3 RPM 1000(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	27
Gambar 4. 6 Hasil foto pH 2 RPM 1000(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	28
Gambar 4. 7 Hasil foto pH 1 RPM 1000(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	28
Gambar 4. 8 Hasil foto pH 3 RPM 500(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	29
Gambar 4. 9 Hasil foto pH 2 RPM 500(kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	29
Gambar 4. 10 Hasil foto pH 1 RPM 500 (kiri) dan TiO ₂ komersil (kanan).....	30
Gambar 4. 11 Hasil analisis TiO ₂ komersil (atas) dan TiO ₂ hasil sintesis pH 3 RPM 1500 dengan XRD (bawah)	31
Gambar 4. 12 Cara menentukan nilai FWHM	32



DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Modifikasi bentuk fasa TiO ₂	11
Tabel 2. 2 Perbedaan struktur kristal anatase dan rutil	13
Tabel 4. 1 Tabel hasil sintesis TiO ₂ dengan variasi kecepatan putar (RPM) dan tingkat keasaman (pH)	24



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Semakin berkembangnya nanoteknologi, dominasi tersebut perlahan mulai tergantikan dengan hadirnya sel surya generasi ketiga, yaitu sel surya yang terbuat dari bahan alami *Dye-sensitized solar cell* (DSSC). DSSC merupakan salah satu kandidat potensial sel surya sebagai sumber energi listrik, hal ini dikarenakan tidak memerlukan material dengan kemurnian tinggi sehingga biaya produksinya relatif rendah. Berbeda dengan sel surya konvensional yang semua proses melibatkan material silikon, pada DSSC absorpsi cahaya dan separasi muatan oleh anorganik semikonduktor nanokristal yang memiliki band gap lebar. (Haliq & Susanti, 2014)

Semikonduktor merupakan satu dari empat komponen *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) yang memiliki peran sebagai penghantar elektron. (Timuda, 2010) menyebutkan bahwa dalam aplikasi semikonduktor untuk *Dye Sensitized Solar Cell*, semikonduktor dioksida merupakan jantung dari DSSC itu sendiri, karena semikonduktor oksida digunakan untuk mengkonversi energi cahaya matahari menjadi energi listrik. Ukuran partikel semikonduktor oksida yang digunakan harus dalam skala nano, karena jika ukuran partikel dalam skala nano maka luas permukaan partikel secara keseluruhan akan semakin besar, sehingga menaikkan jumlah pewarna yang teradsorp dan akan menaikkan jumlah cahaya yang terabsorpsi dan membuat efisiensi DSSC akan meningkat. Selain itu semikonduktor yang digunakan memiliki morfologi yang berpori, agar pewarna dapat masuk ke sela-sela pori dan bisa terserap ke semua permukaan partikel TiO_2 .

Proses pembentukan TiO_2 dapat dilakukan dengan berbagai cara antara lain prepitasi, mikroemulsi, kristalisasi hydrothermal, sonokasi, dan sol-gel (Su, 2004). Pada penelitian ini digunakan metode sol-gel pada proses sintesis dikarenakan proses yang lebih mudah digunakan serta memiliki



keuntungan pada setiap prosesnya. Dibandingkan dengan metode lainnya, metode sol-gel dapat dipreparasi karena dapat mengontrol ukuran partikel dan homogenitasnya. (Ayu, 2015) Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “*wet method*” atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol. Metode sol gel cocok untuk preparasi *thin film* dan material berbentuk *powder*. Tujuan preparasi ini agar suatu material keramik dapat memiliki fungsional khusus (elektrik, optik, magnetik, dll) (Phumying, et al., 2013).

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Gel (gelation) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik (Laokul, et al., 2011).

Titanium dioksida (TiO_2) digunakan sebagai bahan semikonduktor karena memiliki energi band gap yang relatif cocok digunakan untuk fotokatalis, tidak beracun, harga terjangkau dan mudah didapatkan dipasaran. Selain itu juga TiO_2 memiliki daya oksidatif sehingga efektif digunakan sebagai semikonduktor (Archer, 2006). Semikonduktor ini apabila diberikan cahaya dengan energi yang sesuai maka elektron pada pita valensi akan bereksitasi menuju pita konduksi dan meninggalkan hole pada pita valensi. TiO_2 memiliki tiga macam bentuk kristal yaitu bentuk anatase, rutile, dan brookite. Bentuk kristal TiO_2 anatase memiliki daya tingkat fotoaktivitas yang baik. Terdapat banyak faktor yang dapat mempengaruhi hasil dari sintesis TiO_2 beberapa diantaranya yaitu kecepatan pengadukan



dan tingkat keasaman variasi ini dapat meningkatkan efisiensi sebagai fotokatalis pada TiO₂ (Darnas, et al., 2014)

Berdasarkan uraian diatas peneliti bermaksud untuk menyelidiki pengaruh tingkat keasaman dan kecepatan rotasi terhadap TiO₂ sebagai materi semikonduktor pada DSSC dalam proses sol-gel.

1.2 Rumusan Masalah

Metode yang akan digunakan untuk aplikasi sel surya pada riset ini adalah Sol-Gel. Kesulitan utama yang ditemui adalah:

1. Bagaimana pengaruh tingkat keasaman dan kecepatan putaran dalam mensintesis TiO₂ menggunakan metode sol-gel?
2. Bagaimana bentuk morfologi nanopartikel TiO₂ yang disintesis dan TiO₂ komersil menggunakan XRD dan Mikroskop?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan Penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh tingkat keasaman dan kecepatan putaran dalam mensintesis TiO₂ menggunakan metode *sol-gel*.
2. Menganalisis morfologi nanopartikel TiO₂ yang disintesis dan TiO₂ komersil menggunakan XRD.

1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini diberi batasan sebagai berikut:

1. Penelitian ini membahas tentang semikonduktor untuk pemanfaatan DSSC.
 2. Prekursor yang digunakan yaitu Titanium (IV) Isopropoxide (TTIP) untuk sintesis TiO₂.
 3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sol-gel.
 4. TiO₂ dilapiskan pada substrat kaca menggunakan metode *doctor blade*.
- . Pada penelitian ini menggunakan pengujian X-RD dan Mikroskop.



1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari Penelitian ini dapat mengetahui bagaimana cara mensintesis TiO_2 dengan metode sol-gel, dapat mengetahui karakteristik yang terdapat pada semikonduktor TiO_2 dengan menggunakan metode sol-gel, dapat Mengetahui morfologi nanopartikel TiO_2 yang disintesis dan TiO_2 komersil menggunakan XRD, dan mengetahui pengaruh tingkat keasaman dan kecepatan putaran dalam mensintesis TiO_2 menggunakan metode sol-gel.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanoteknologi

Nanoteknologi adalah teknologi yang didasarkan pada rekayasa sifat-sifat material yang berukuran nanometer. Namun nanoteknologi tidak melulu bermakna pengecilan ukuran material atau piranti ke dalam skala nanometer. Misalkan material ukuran besar yang dimilling (ditumbuk) hingga mencapai ukuran nanometer. Langkah ini belumlah dikatakan nanoteknologi. Ketika ukuran material direduksi maka harus ada sifat-sifat baru yang dieksploitasi atau diciptakan, dan eksploitasi sifat baru itulah yang digolongkan nanoteknologi.

Pembedaan antara nanomaterial/nanopartikel dengan material/partikel konvensional tidak hanya didasarkan pada ukuran di mana salah satu mempunyai ukuran yang sangat kecil dan yang lain memiliki ukuran besar. Pengelompokan tersebut juga didasarkan pada seberapa besar/jenis rekayasa atau manipulasi yang dilakukan pada material/partikel tersebut untuk menghasilkan sifat atau fungsi baru. Jadi, nanoteknologi juga harus menyangkut juga rekayasa sifat dalam ukuran tersebut.

Sebagai ilustrasi sederhana, misalkan emas. Andaikan ketika emas diubah menjadi partikel dalam ukuran nanometer tidak mengubah sifat emas tersebut, atau sifat emas berukuran nanometer persis sama dengan sifat emas ukuran besar, maka nanopartikel emas tersebut tidak termasuk ranah nanoteknologi. Tetapi pengamatan menunjukkan bahwa emas dalam skala nanometer memperlihatkan sifat-sifat baru seperti menjadi sangat reaktif (dalam ukuran besar emas adalah logam inert/sulit mengalami reaksi kimia), memiliki titik leleh yang turun drastis ketika ukurannya makin kecil, memancarkan warna yang berbeda bergantung pada ukuran. Ini berarti bahwa aplikasi emas dalam skala nanometer masuk dalam ranah nanoteknologi.

teknologi lebih banyak dibangun atas pendekatan bottom-up, yaitu
n material mulai dari atom menjadi nanopartikel atau nanostruktur lainnya.
pendekatan ini maka jumlah atom, jenis atom, maupun cara penyusunan
n tersebut dapat dikontrol yang berimplikasi pada pengontrolan/rekayasa



sifat material yang dihasilkan. Dengan kata lain, kita dapat membuat material dengan sifat yang benar-benar baru.

Pendekatan secara *top-down* tidak banyak menggenerasi sifat baru dari material tersebut. Sifat baru material skala nanometer yang diproduksi dengan pendekatan *top-down* biasanya akan dihasilkan setelah dilakukan proses tambahan, misalnya *doping nanomaterial* yang dihasilkan dengan atom jenis lain, atau memberi perlakuan fisis atau kimiawi tambahan.

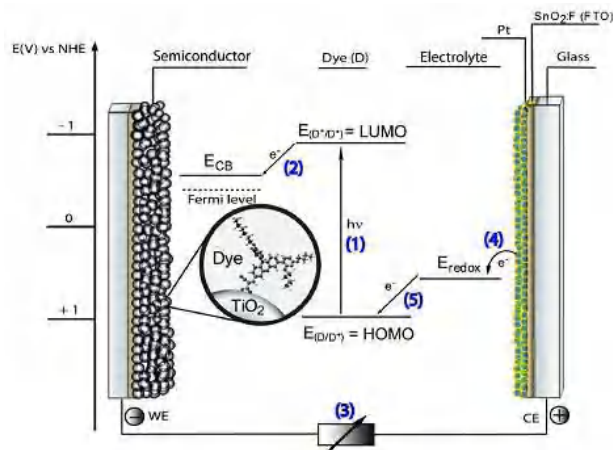
Hingga saat ini para ilmuwan masih mempercayai bahwa material dalam skala nanometer adalah material dengan dimensi di bawah 100 nm. Skala ini disepakati karena sudah ada material yang memperlihatkan sifat-sifat baru ketika ukurannya sekitar 100 nm. Namun, banyak juga material yang baru memperlihatkan sifat-sifat, yang baru kalau ukurannya lebih kecil lagi hingga di bawah 10 nm. Contohnya adalah penurunan titik leleh logam dapat diamati ketika ukurannya di bawah 10 nm dan penurunan yang signifikan diamati ketika ukurannya di bawah 5 nm. Logam emas yang semula adalah material inert (sulit mengalami reaksi kimia) berubah menjadi sangat reaktif ketika ukurannya di bawah 3 nm. (Abdullah, 2012)

2.2 Dye Sensitized Solar Cell

Dye Sensitizer berasal dari dua kata yaitu *Dye* dan *sensitization*. *Dye* merupakan molekul pigmen atau senyawa kimia yang dapat menyerap cahaya, sedangkan sensitasi merupakan proses transfer elektron dari molekul *Dye* ke daerah pita konduksi semikonduktor yang terjadi karena *absorb* cahaya. Sel Surya Tersensitasi zat warna (*Dye Sensitized Solar Cell*) adalah salah satu jenis sel surya yang terbentuk dari tiga komponen utama yaitu elektroda kerja (*Working Electrode*), elektroda lawan (*Counter Electrode*) dan larutan elektrolit. Pada substrat kaca transparan biasanya elektroda digunakan berupa lapisan tipis TiO₂ Nanopartikel. Permukaan lapisan TiO₂ nanopartikel tersebut dilapisi oleh zat



warna yang berfungsi sebagai *sensitizer*, yaitu bahan yang dapat menyerap cahaya matahari dalam daerah serapan yang lebar. (Gratzel, 2003)



Gambar 2. 1 Skema Kerja DSSC

Dalam aplikasi semikonduktor untuk *Dye Sensitized Solar Cell*, semikonduktor dioksida merupakan jantung dari DSSC itu sendiri, karena semikonduktor oksida digunakan untuk mengkonversi energi cahaya matahari menjadi energi listrik. Ukuran partikel semikonduktor oksida yang digunakan harus dalam skala nano, karena jika ukuran partikel dalam skala nano maka luas permukaan partikel secara keseluruhan akan semakin besar, sehingga menaikkan jumlah pewarna yang teradsorpsi dan akan menaikkan jumlah cahaya yang terabsorpsi dan membuat efisiensi DSSC akan meningkat. Selain itu semikonduktor yang digunakan memiliki morfologi yang berpori, agar pewarna dapat masuk ke sela-sela pori dan bisa terserap ke semua permukaan partikel TiO_2 (Timuda, 2010).

2.3 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat metal alkoxi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis.



Gel (gelation) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi di *gel point*, dimana energi ikat lebih rendah. Reaksinya adalah reaksi kondensasi, baik alkohol atau air, yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida. (Laokul, et al., 2011)

Metode sintesis menggunakan sol-gel untuk material berbasis oksida berbeda-beda bergantung prekursor dan bentuk produk akhir, baik itu berupa *powder*, film, aerogel, atau serat. Struktur dan sifat fisik gel sangat bergantung pada beberapa hal, diantaranya:

- a. Pemilihan bahan baku material
- b. Laju hidrolisis dan kondensasi
- c. Modifikasi kimiawi dari sistem sol-gel.

Metode sol gel cocok untuk preparasi *thin film* dan material berbentuk *powder*. Tujuan preparasi ini agar suatu material keramik dapat memiliki fungsional khusus (elektrik, optik, magnetik, dll). Metode sol gel memiliki keuntungan antara lain:

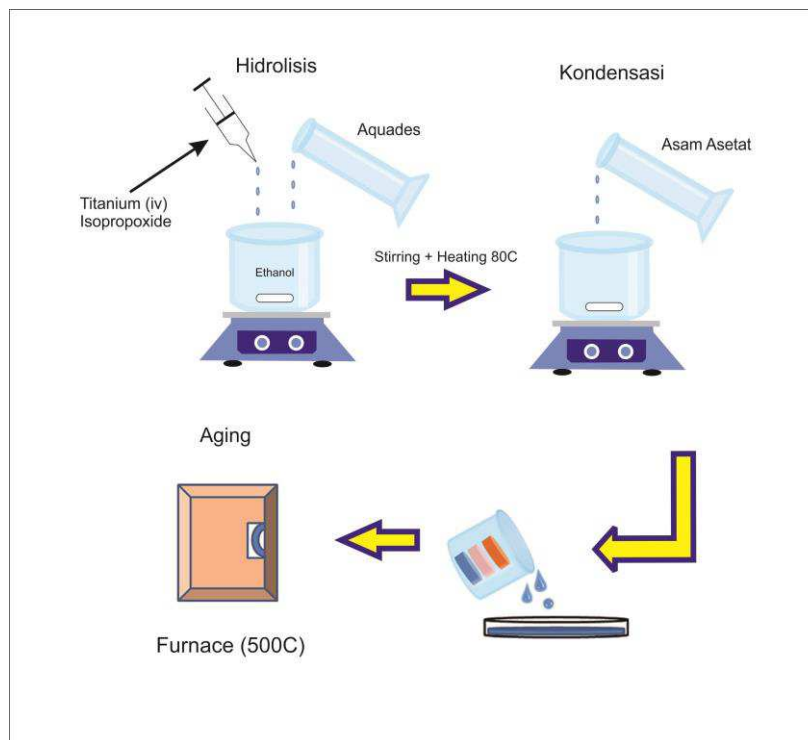
- a. Mudah dalam kontrol komposisi (kehomogenan komposisi kimia baik)
- b. Temperatur proses rendah
- c. Biaya murah.

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “*wet method*” atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol. (Phumying, et al., 2013)

prekursor atau bahan awal dalam pembuatannya adalah alkoksida logam dan logam, yang kemudian mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi untuk membentuk koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri dari



partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μm) yang terdispersi dalam suatu pelarut. Bahan awal atau prekursor juga dapat disimpan pada suatu substrat untuk membentuk film (seperti melalui *dip-coating* atau *spin-coating*), yang kemudian dimasukkan ke dalam suatu *container* yang sesuai dengan bentuk yang diinginkan contohnya untuk menghasilkan suatu keramik monolitik, gelas, fiber atau serat, membran, aerogel, atau juga untuk mensintesis bubuk baik butiran mikro maupun nano (Laokul, et al., 2011)



Gambar 2. 2 Proses Sol-Gel

Kimia sol gel adalah didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Umumnya pada sol gel ditujukan pada penggunaan alkoksida sebagai prekursor. Alkoksida memberikan suatu monomer yang dalam beberapa kasus yang terlarut dalam bermacam-macam pelarut khususnya alkohol. Alkohol membolehkan penambahan air untuk mulai reaksi, keuntungan lain alkoksida adalah untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi.

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pengeringan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging*.



Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan.

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

2.4 Titanium Dioksida (TiO₂)

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan logam transisi yang termasuk golongan IV pada tabel periodik, disebut juga titanium anhydride, anhidrida asam titanium, titanium oksida, atau titania yang biasanya tersedia dalam serbuk putih. Bahan memiliki banyak keunggulan dibandingkan bahan semikonduktor yang lainnya, sehingga menjadi perhatian dalam penelitian sebagai fotokatalis. Titanium dioksida (TiO₂) merupakan suatu material yang memiliki beberapa keunggulan diantaranya:

1. memiliki sifat optik yang baik,
2. tidak beracun,
3. inert,
4. memiliki aktivitas fotokatalis yang baik,
5. harganya murah,
6. berlimpah,
7. tidak larut dalam air,
8. semikonduktor dengan band gap yang lebar,
9. memiliki luas permukaan yang besar,
10. fotosensitif,
11. sifat optik yang baik,
12. ramah lingkungan,
13. stabilitas mekanik tinggi,
14. sifat dielektrik,

compatible,

stabilitas termal tinggi, dan

stabilitas kimia tinggi.



Di alam TiO_2 memiliki beberapa struktur kristal, yaitu: anatase, rutil, dan brookite. Rutil adalah fasa keseimbangan semua suhu. Sedangkan anatase dan brookite adalah fasa metastabil yang dapat diubah menjadi rutil dengan proses pemanasan (Greenwood & Earnshaw, 1994). TiO_2 memiliki beberapa fasa tambahan sebagai bentuk tegangan tinggi, seperti monoklinik baddelite dan orthorombik $\alpha\text{-PbO}_2$ keduanya ditemukan di Ries Crater, Bavaria (Goresy, 2001). Berikut adalah beberapa bentuk modifikasi fasa yang ditunjukkan Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Modifikasi bentuk fasa TiO_2

No.	Bentuk	Sistem Kristal	Sintesis
1	Rutil	Tetragonal	
2	Anatase	Tetragonal	
3	Brookite	Orthorombik	Hidrolisis $\text{K}_2\text{O}_4\text{Ti}_9$ diikuti pemanasan
4	TiO_2 (Baddelite)	Monoklinik	Oksidasi hubungan dari perunggu
5	TiO_2 (hollandite)	Tetragonal	Kalium Titanat, $\text{K}_0.25\text{TiO}_2$
6	TiO_2 (Randellite)	Orthorombik	Oksidasi hubungan dari perunggu
7	TiO_2 (II)- $\alpha\text{-PbO}_2$	Orthorombik	Litium Titanat, $\text{K}_0.5\text{TiO}_2$
8	TiO_2 OI	Orthorombik	
9	Kubik	Kubik	$P > 40$ Gpa, $T > 1600$ °C
10	Contunnite	Orthorombik	$P > 40$ Gpa, $T > 700$ °C

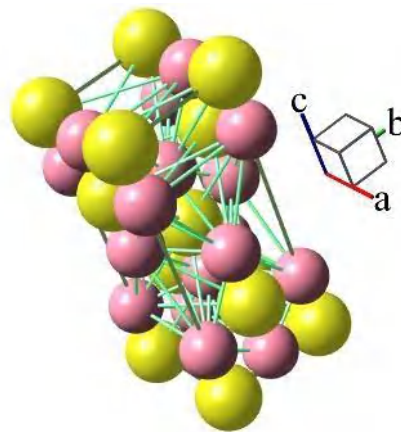
Pada Tabel 2.1 TiO_2 memiliki 8 modifikasi bentuk fasa, diantaranya: anatase, rutil, brookite merupakan fasa yang dapat diproduksi secara sintesis (monoklinik, orthorombik, tetragonal) dan 5 bentuk tekanan tinggi seperti: $\alpha\text{-PbO}_2$, baddelite, cotunnite, orthorombik IO, dan fasa kubik.

Rutil dan anatase merupakan fasa yang sering diproduksi. Rutil (rutilus, bahasa Latin berarti merah) memiliki komposisi 10% besi dan sejumlah niobium serta tantalum. TiO_2 struktur rutil dan anatase berukuran nanometer dapat dihasilkan dengan unit sel yang berbentuk tetragonal melalui proses hidrotermal. Perbedaannya hanya terletak pada suhu serta waktu pengovenan (Asrori, et

ntuk proses fotokatalisis, struktur anatase lebih bagus karena lebih aktif gkan struktur rutil. Struktur-struktur tersebut dapat digambarkan dengan tahedral, setiap ion Ti^{+4} dikelilingi oleh enam ion O^{-2} (Fitriana, 2014).



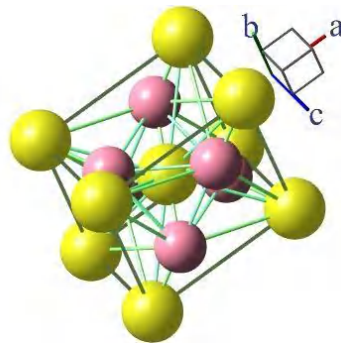
Perbedaan dari kedua struktur kristalin terletak pada distorsi struktur oktahedronnya. Pada rutil, struktur oktahedronnya sedikit distorsi orthorombik. Sementara anatase, distorsi jauh lebih besar, sehingga strukturnya asimetris dibandingkan orthorombik. Untuk beberapa aplikasi, rutil lebih sering digunakan karena memiliki sifat fisik yang unik, misalnya berkilau, keras dan tahan terhadap fenomena korosi. Berbeda dengan brookite, strukturnya memiliki simetri yang polimorf dan dapat berubah menjadi rutil pada temperatur sekitar 750 °C. Secara umum struktur ini tidak jauh berbeda dengan rutil dan anatase dalam hal massa jenis dan tingkat kekerasan (Stamate, et al., 2008). Bentuk kristal anatase dapat diamati pada pemanasan sol TiO₂ mulai dari suhu 120 °C dan mencapai sempurna pada 500 °C. Pada suhu 700 °C mulai terbentuk kristal rutil dan mulai terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalisis secara drastis (Tjahjanto & Gunlazuardi, 2001). Untuk melihat lebih jelas lagi perbedaan dari struktur anatase dan rutil dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 3 Struktur kristal TiO₂ (anatase)

Gambar 2.2 menunjukkan struktur kristal TiO₂ fasa anatase. Ti⁺⁴ ditunjukkan pada bulatan besar yang warna kuning dan O⁻² ditunjukkan pada bulatan kecil yang berwarna ungu. Sifat kristal anatase ini membentuk delapan tetragonal dipiramida berpusat badan dengan nomor *space group* 141.





Gambar 2. 4 Struktur kristal TiO₂ (rutil)

Gambar 2.3 menunjukkan struktur kristal TiO₂ fase rutil, Ti⁺⁴ ditunjukkan bulatan besar berwarna kuning dan O₂ oleh bulatan kecil berwarna ungu. Struktur kristal rutil pertama kali ditemukan oleh Vegard pada tahun 1916 (Mak & Zhou, 1992). Setiap atom titanium dikelilingi oleh 6 atom oksigen pada enam sudut yang teratur dan setiap atom oksigen dikelilingi tiga atom titanium pada sudut sama sisi dengan nomor *space group* 136.

Perbedaan struktur kristal ini menyebabkan perbedaan densitas dan struktur pita elektronik (Linsebigler, et al., 1995), yang terlihat pada Tabel 2.2

Tabel 2. 2 Perbedaan struktur kristal anatase dan rutil

Faktor Perbedaan	Sistem Kristal	
	Anatase	Rutil
Energi celah/E _g (eV)	3,2	3
Massa jenis/ρ (g/cm ³)	3,894	4,25
Jarak Ti-Ti (Å)	3,97 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O (Å)	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1,980

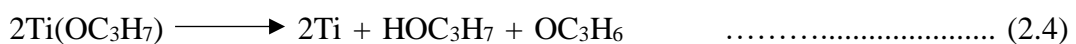
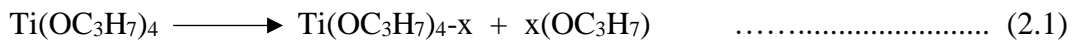
2.5 Titanium Tetraisopropoxide (TTIP)

TTIP merupakan suatu cairan berwarna jerami yang memiliki titik didih 238 °C pada suhu kamar dengan *Standard Temperature and Pressure* (STP). Titanium isopropoksida, juga sering disebut sebagai titanium tetraisopropoxide adalah senyawa kimia dengan rumus Ti{OCH(CH₃)₂}₄ yang mempunyai molekul tetra

amagnetik dan salah satu struktur alkoksida yang kompleks. Alkoksida dari alkohol bulkier seperti isopropanol. Biasanya titanium alkoksida ini digunakan dalam sintesis bahan ilmu organik. Titanium isopropoksida merupakan



suatu monomer dalam pelarut nonpolar. Adapun proses dekomposisi TTIP dapat dijelaskan dengan reaksi sebagai berikut:

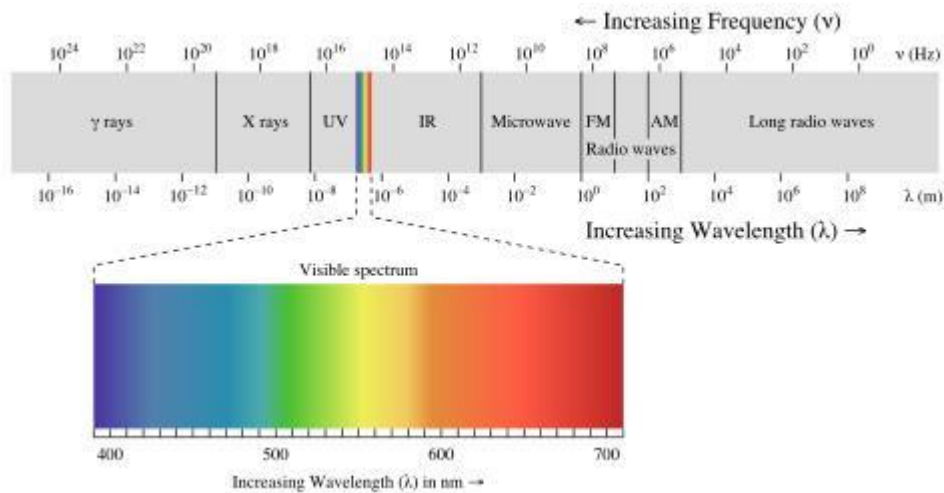


Pada persamaan reaksi pertama (persamaan reaksi 2.1) tampak putusnya beberapa ikatan Ti-O pada TTIP sehingga dihasilkan ligan-ligan isopropoxy. Pada reaksi dua (persamaan reaksi 2.2), ligan isopropoxy mengalami proses dekomposisi menjadi aceton dan hidrogen pada temperatur 80°C. Pada temperatur 80°C, ligan isopropoxy mengalami dekomposisi menjadi propylene dan hydroxyl (persamaan reaksi 2.3). Sedangkan TTIP yang belum terdekomposisi pada persamaan 2.1, akan mengalami proses dekomposisi pada temperatur yang lebih tinggi. Pada temperatur 500°C, TTIP yang belum terdekomposisi sempurna akan mengalami dekomposisi menjadi titanium, isopropanol dan aceton (persamaan reaksi 2.4). TTIP yang belum terdekomposisi sempurna akan mengalami dekomposisi menjadi titanium hydroxyl dan propylene (persamaan reaksi 2.5). Pada tahap akhir pendekomposisian terjadi pada temperatur lebih dari 500°C, titanium hydroxyl bereaksi dengan oksigen sehingga dihasilkan titanium oksida dan hidrogen (Cho, et al., 2001).

2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraktometri sinar-x merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. XRD terdiri dari film serta monokromator. (Maylani, 2015)





Gambar 2. 5 Spektrum gelombang elektromagnetik

XRD merupakan karakterisasi untuk mengidentifikasi Kristal suatu sampel dan keberadaan senyawa, struktur kristal suatu sampel dan keberadaan senyawa, struktur kristal, dan ukuran kristal. Pada sampel nanopartikel, ukuran kristal sama dengan ukuran partikelnya, namun hal ini tidak akurat, dibutuhkan karakterisasi lain untuk menopang hasil karakterisasi XRD untuk pengukuran ukuran partikel. XRD memanfaatkan difraksi sinar X yang ditembakkan ke sampel pada kondisi kering yang menghasilkan puncak-puncak pada grafik XRD. Masing-masing puncak mengidentifikasi senyawa yang berada pada sampel. Semakin tinggi intensitas puncaknya, semakin tinggi kandungan senyawa pada sampel. Pengukuran partikel menggunakan rumus *scherrer* dengan perhitungan sudut difraksi, panjang gelombang sinar x, dan lebar puncak difraksi. (Harahap, 2012)

Menurut (Maylani, 2015) untuk penentuan ukuran partikel dapat menggunakan metode *Debye-Scherrer*, yaitu sebagai berikut:

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos\theta} \dots\dots\dots(2.1)$$

Keterangan:

- D = diameter rata-rata partikel
- λ = panjang gelombang konstanta dimensi kristal
- θ = sudut difraksi (1/2 puncak pada difraktogram)



Θ = sudut difraksi

λ = Panjang gelombang sinar X

Prinsip dasar dari alat ini, yaitu sebuah sinar X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. (Maylani, 2015)

