

BAB III

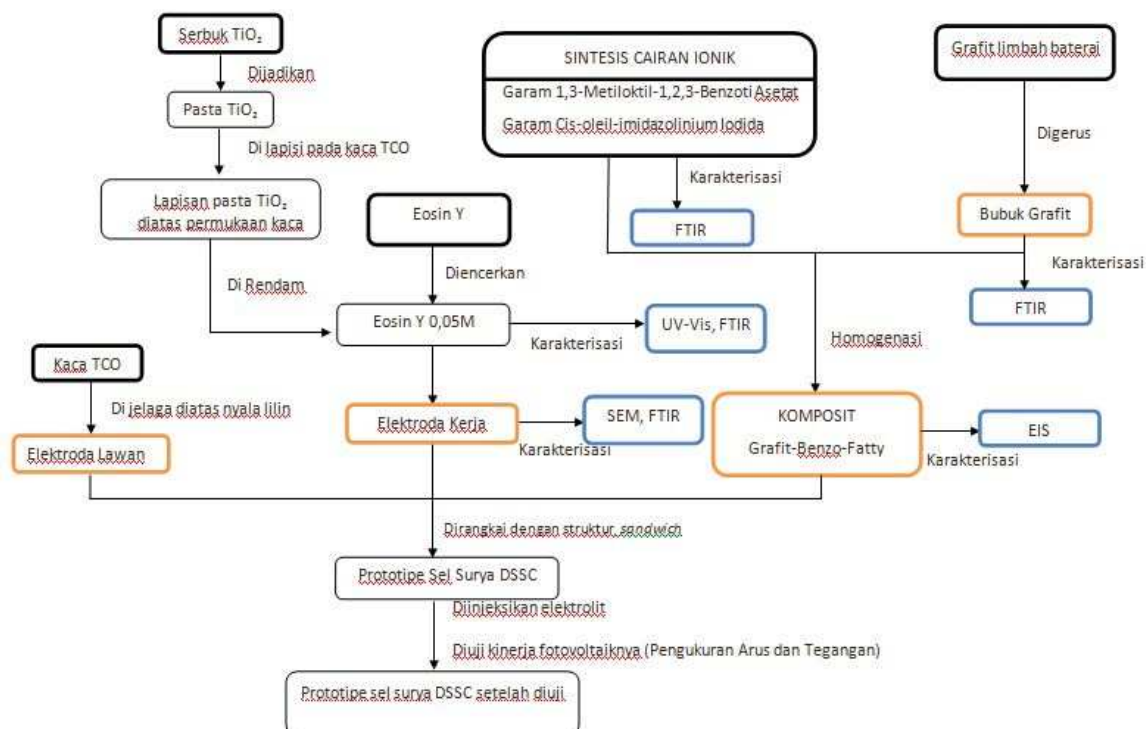
METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Februari 2011 sampai dengan September 2011 di Laboratorium Riset Kimia Material, Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Labiratorium Fisika Material Jurusan Pendidikan Fisika FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, dan Laboratorium Proses Material Program Studi Teknik Fisika Institut Teknologi Bandung.

3.2. Sistematika Penelitian

Secara garis besar sistematika penelitian dibagi menjadi lima tahap yaitu sintesis cairan ionik benzoriazolinium dan kristal cair imidazolinium, preparasi grafit, preparasi zat warna, preaparasi elektroda kerja sebagai anoda dan preparasi elektroda lawan sebagai katoda. Cairan ionik dan kreistal cair kemudian dikompositkan dengan grafit untuk dijadikan elektrolit redoks. Komposit elektrolit ini selanjutnya dirangkai menjadi sel surya bersama dengan elektroda kerja dan elektoda lawan. Secara keseluruhan sistematika penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema Penelitian

Sintesis kristal cair cis-oleil imidazolium iodida dilakukan berdasarkan prosedur yang dikembangkan Bajpai dan Tyagi (2008) dan Hardian (2009) sedangkan untuk 1,3-metiloktil-1,2,3-benzotriazolium asetat ([MOBzt] CH_3COO)i disintesis berdasarkan adaptasi prosedur yang telah dikembangkan dalam literatur (Forsyth, dkk.,2003; Masahiro, dkk., 1976; dan Mudzakir, 2004). Metode preparasi prototipe sel surya DSSC merujuk pada metode yang dikembangkan oleh Wilman, dkk., 2007. Grafit diperoleh dari limbah baterai yang dibuka dan diambil grafitnya. Komposit hasil sintesis selanjutnya diuji karakter elektrokimianya untuk mengetahui konduktivitasnya kemudian diuji kinerja fotovoltaiknya sebagai elektrolit redoks pada sel surya DSSC. Sel surya DSSC selanjutnya dikarakterisasi sifat fotoelektrokimia dengan menggunakan Solar Simulator 16,6 mW/cm^2 .

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis kristal cair ionik oleil imidazolinium dan benzotriazolinium antara lain *microwave* LG 850W, alat-alat gelas, satu set alat refluks, pemanas mantel, lemari pendingin, termometer raksa, *magnetic stirrer*, pemanas listrik, corong Buchner, pompa vakum, satu set alat *rotary evaporator*, neraca analitik, *aluminium foil*, dan kertas saring *Whatman 41*. Alat untuk karakterisasi struktur garam hasil sintesis menggunakan FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400). Karakterisasi zat warna menggunakan FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) dan UV-Vis (SHIMADZU). Struktur permukaan TiO₂ dikarakterisasi menggunakan SEM tipe JSM-6360LA (JEOL). Alat-alat untuk preparasi DSSC meliputi alat-alat gelas, gunting, klep, batang pengaduk, furnace, pinset dan selotip. Pengujian DSSC menggunakan peralatan voltmeter, potensiometer, dan Solar Simulator 16,6 mW/cm².

3.3.2 . Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis cairan ionik oleil imidazolinium dan benzotriazolinium antara lain: asam oleat-*cis ekstrak pure* produk Merck, dietilenatriamina p.a produk Aldrich, asetonitril teknis produk Bratachem, metilen klorida teknis produk Bratachem, etil asetat teknis produk Bratachem, kalsium oksida p.a produk Merck, 1H-benzotriazol p.a. produk *Merck* dan *Fluka*; dimetil sulfat p.a. produk *Bratachem*; oktil bromida p.a. produk *Fluka*; NaOH p.a. produk *Merck*; MgSO₄ p.a. produk *Merck*; etil asetat teknis produk *Bratachem*; n-heksan teknis produk *Bratachem*; asetonitril p.a. produk *Merck*;

metanol teknis produk *Bratachem*; etanol teknis produk *Bratachem*; perak nitrat p.a. produk *Merck* ; kalium tiosianat p.a. produk *Merck*, natrium asetat p.a. produk *Merck*; dan aquades. Sedangkan untuk tahap preparasi sel surya bahan-bahan yang digunakan antara lain: serbuk TiO_2 produk *Merck*, *Polyvinyl Alkohol* (PVA) produk *Bratachem*, cairan ionik hasil sintesis, grafit limbah baterai, isolasi scotch, kaca konduktif (*indium tin oxide*, ITO) dan limbah baterai, Eosin Y 0,005M.

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Sintesis Kristal Cair Ionik Cis-Oleil Imidazolnium Iodida

3.4.1.1. Sintesis Cis-Oleil Imidazoline

Ke dalam gelas kimia, dimasukkan 2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina, 40 mmol asam lemak (asam oleat-cis) dan diaduk hingga merata. Campuran diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 800W selama 3 menit. Setiap 1 menit campuran dikeluarkan untuk diaduk dan diukur suhunya.

Campuran reaksi dibiarkan hingga mencapai suhu ruangan. Kemudian campuran dipindahkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga untuk dilakukan refluks. Etilasetat ditambahkan sebanyak 80 mL dan campuran kemudian dipanaskan sampai mendekati titik didih (40°C) etilasetat. Campuran disaring dalam keadaan panas menggunakan corong buchner yang dihubungkan dengan pompa vakum. Filtrat dimurnikan dengan menggunakan teknik kromatografi kolom dengan menggunakan silica gel. Eluen yang digunakan adalah etanol dan n-heksan dengan perbandingan 3:7. Hasil kromatografi dipisahkan dengan evaporator. Produk merupakan semi-padatan berwarna coklat kekuningan.

3.4.1.2. Metilasi-Kuarternisasi

Sebanyak 1 mol *fatty imidazoline* ditambah metilen klorida hingga semua *fatty imidazoline* larut dan kemudian dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Ke dalam labu dasar bulat ditambahkan 2 mol metil iodida, selanjutnya campuran di refluks pada suhu konstan 40°C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* kurang lebih selama 4 jam. Kemudian hasilnya didinginkan hingga mencapai suhu ruangan, dan selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan evaporator pada suhu 80°C kurang lebih selama 4 jam. Hasil ini harus disimpan pada wadah gelap dan tertutup serta terhindar dari cahaya matahari.

3.4.2. Sintesis Cairan Ionik 1,3-metiloktil-1,2,3-benzotriazolium Asetat

3.4.2.1. Metilasi 1H-Benzotriazol

Kedalam gelas kimia dimasukkan 50 gram 1H-benzotriazol (0,42 mol) dilarutkan ke dalam larutan natrium hidroksida dalam air (0,84 mol). Ke dalam larutan tersebut ditambahkan 40 mL dimetilsulfat (0,42 mol) dan diaduk selama 24 jam pada suhu kamar dengan menggunakan batang pengadung magnetik. Setelah 24 jam, kedalam larutan ditambahkan asam klorida dan diekstrak menggunakan etil asetat. Terbentuk dua fasa yang selajutnya dipisahkan dan diambil fasa yang atas.. Fasa organik (lapisan atas) ditambahkan dengan tembaga sulfat anhidrat untuk menghilangkan air. Setelah seluruh air terserap, maka campuran disaring untuk memisahkan tembaga sulfat. Filtrat dievaporasi pada

suhu 60-70°C. Lapisan bawah bisa diekstraksi ulang hingga seluruh 1-metil benzotriazol terpisahkan.

Hasil evaporasi dimasukkan dalam *freezer* sehingga terbentuk kristal 1-metil-benzotriazol. Kristal tersebut disaring dengan menggunakan corong buchner dalam keadaan dingin kemudian dimurnikan dengan cara rekristalisasi menggunakan n-heksan. Kristal yang terbentuk dilarutkan dalam n-heksan panas. Akan terbentuk berupa endapan hitam yang merupakan pengotor. Untuk memisahkannya dilakukan dekantasi. Setelah didekantasi, larutan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *freezer* hingga terbentuk kristal murni 1-metil-benzotriazol. Kristal yang terbentuk diuji titik lelehnya dan dilakukan dianalisa dengan FTIR.

3.4.2.2. Oktilasi-Kuartenerisasi Terhadap 1-Metil-1,2,3-Benzotriazol

Cairan ionik 1,3-metiloktil-benzotriazolium bromida disintesis melalui reaksi antara 1-metil benzotriazol dan oktilbromida. Sebanyak 10 gram kristal 1-metil benzotriazol (75 mmol) dilarutkan dalam asetonitril dan dimasukkan dalam labu dasar bulat leher tiga. 15 mL oktilbromida (85 mmol) ditambahkan dan direfluks selama 24 jam pada suhu 75-85°C. Produk hasil refluks dievaporasi pada suhu 80°C. Cairan ionik yang terbentuk disimpan dalam botol gelap dan dihindarkan dari sinar matahari.

3.4.2.3. Reaksi Metatesis Anion

Cairan ionik 1,3-metiloktil-benzotriazolium asetat disintesis melalui reaksi metatesis antara [MOBzt]Br dengan CH₃COOAg berlebih dalam pelarut metanol. Sebanyak 1,413 gram [MOBzt]Br (4,33 mmol) ditambah 0,840 gram CH₃COOAg

(5,03 mmol) dalam pelarut metanol kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 6 jam pada suhu kamar. Produk kemudian disaring dan dievaporasi hingga diperkirakan pelarut tersebut menguap seluruhnya.

3.4.3. Preparasi Grafit Limbah

Grafit limbah diambil dari baterai kering yang sudah tidak terpakai lagi dengan cara membuka cangkang luarnya. Grafit yang diperoleh berbentuk silinder panjang dengan panjang 5cm. Grafit yang diperoleh dibersihkan dengan cara digosok dengan kertas amplas. Grafit yang sudah bersih kemudian di gerus dengan mortal hingga halus. Grafit yang telah halus disimpan dalam wadah tertutup.

3.4.4. Preparasi Elektrolit Redoks

Elektrolit redoks yang akan diuji pada penelitian ini terdiri dari 4 jenis yaitu:

1. Elektrolit I yang terdiri dari 0% grafit, 10% Cis-oleil imidazolinium dan 90% 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Asetat
2. Elektrolit II yang terdiri dari 0,01% grafit, 10% Cis-oleil imidazolinium dan 90% 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Asetat
3. Elektrolit II yang terdiri dari 0,05% grafit, 10% Cis-oleil imidazolinium dan 90% 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Asetat
4. Elektrolit IV yang terdiri dari 0,1% grafit, 10% Cis-oleil imidazolinium dan 90% 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Asetat

Setiap elektrolit dimasukkan dalam botol vial kecil yang diberi tanda. 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Asetat dimasukkan terlebih dahulu kemudian dimasukkan grafit. Grafit diaduk hingga larut dan disonikasi selama 1 jam. Setelah disonikasi ditambahkan Cis-oleil imidazolinium dan diaduk hingga larut. Keempat elektrolit siap untuk digunakan.

3.4.5. Preparasi Zat Warna

Pewarna yang digunakan dalam penelitian ini adalah Eosin Y 0,05M. Eosin Y diencerkan dengan menggunakan pelarut etanol. Eosin Y yang digunakan memiliki massa jenis 5g/l dengan berat molekul 691,85, sehingga untuk membuat 20mL larutan Eosin Y dalam metanol dengan konsentrasi 0,05M dibutuhkan 13,837mL eosin dan 6,163 mL etanol (Nirmala, 2011).

3.4.6. Preparasi Elektroda Kerja

Langkah pertama adalah membuat pasta TiO_2 . Pasta dibuat dengan melarutkan 5 gram PVA dalam 50mL air didalam mortal. Setelah larut, ditambahkan 5 gram TiO_2 kedalam suspensi dan diaduk hingga terbentuk pasta. Usahakan agar tidak ada gelembunng udara. Setelah itu dilakukan tahapan berikut:

- a. Pada kaca TCO yang berukuran 2 x 2 cm dibentuk area untuk pendeposisian TiO_2 dengan lebar 1cm diatas permukaannya yang konduktif. Sisi kaca ditempel dengan selotip sebagai pembatas dan tebal pasta yang dideposisikan.

- b. Pasta diletakkan diatas permukaan kaca TCO, kemudian pasta diratakan secara keseruh permukaan kaca yang tidak berselotip dengan menggunakan batang dari batang pengaduk.
- c. Setelah rata selotip diangkat dan pasta yang terbentuk di kaca dikeringkan pada suhu kamar. Setelah kering, kaca disintering pada temperatur 150°C selama 10 menit.
- d. Kaca didinginkan hingga suhu 80°C , dan langsung direndam didalam pewarna selama 2 jam. Setelah 2 jam kaca diangkat dan dikeringkan pada suhu kamar.

3.4.7. Preparasi Elektroda Lawan

Sebagai sumber karbon digunakan karbon dari jelaga lilin. Kaca konduktif dipotong dengan ukuran 2×2 cm, dilapisi dengan jelaga lilin dengan cara meletakkan kaca pada bagian konduktifnya diatas api lilin. Kemudian kaca dipanaskan pada temperatur 450°C selama 10 menit.

3.4.8. Perangkaian Prototipe DSSC

Spacer yang digunakan adalah film plastik dengan ukuran $1,5 \times 2$ cm. Film plastik dilubangi dengan luas area $0,6\text{cm}^2$. Pembatas yang dibuat diletakkan diatas elektroda kerja pada bagian yang sudah dideposisikan TiO_2 . Elektroda tersebut ditetesi elektrolit tepat pada lubang *spacer*. Elektroda lawan kemudian diletakkan diatas elektroda kerja sehingga tersusun seperti *sandwich*. Kemudian dijepit dengan binder klip.

3.4.9. Karakterisasi dan Pengujian

3.4.9.1. Karakterisasi Cairan Ionik dan Kristal Cair Ionik

Karakterisasi struktur senyawa hasil sintesis dilakukan dengan metode spektroskopi infra merah (FTIR). Analisis FTIR ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia dengan menggunakan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400).

3.4.9.2. Karakterisasi Grafit

Karakterisasi grafit dilakukan dengan metode spektroskopi infra merah (FTIR) dan SEM. Analisis FTIR ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia dengan menggunakan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400).

3.4.9.3. Karakterisasi Zat Warna

Profil absorpsi zat warna dianalisis dengan menggunakan UV-Vis Spektrometer SHIMADZU, sedangkan untuk mengetahui gugus-gugus apa saja yang terdapat dalam Eosin Y digunakan analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Analisis UV-Vis bertujuan untuk mengetahui seberapa besar cahaya yang dapat diabsorpsi oleh zat warna Eosin Y yang kita gunakan sebagai *sensitizer* dalam prototipe sel surya DSSC. Spektrum absorbansi diukur pada rentang panjang gelombang 400–700 nm.

3.4.9.4. Karakterisasi Semikonduktor TiO₂

Pengujian ukuran partikel semikonduktor TiO₂ dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) di laboratorium lembaga PPGL Bandung. Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan serta ukuran partikel dari semikonduktor yang digunakan. Sedangkan untuk mengetahui zat warna (*dye*) eosin Y sudah teradsorpsi dalam pori semikonduktor TiO₂ dilakukan analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dengan cara membandingkan spektra FTIR semikonduktor TiO₂ sebelum dan setelah di rendam dalam zat warna (*dye*) Eosin Y.

3.4.9.5. Pengujian Konduktivitas

Pengujian konduktivitas dilakukan dalam botol vial 5 mL yang sudah diisi elektrolit. Elektrolit diberi tegangan sebesar 5 volt yang kemudian arus listrik yang mengalir pada elektrolit diukur dengan menggunakan multimeter digital.

Penentuan konduktivitas grafit menggunakan rumus:

$$V = I \times R$$

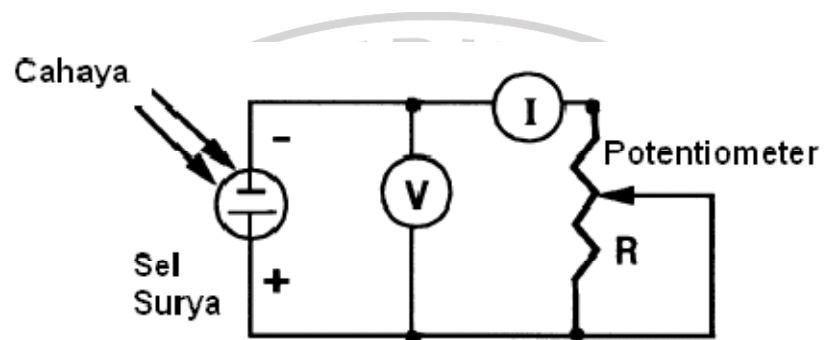
$$R = \rho \frac{L}{A}$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

dimana V adalah Voltase yang diberikan, I adalah arus, R adalah hambatan, L adalah tinggi, A adalah luas permukaan dan σ adalah konduktivitas.

3.4.9.6. Pengujian DSSC

Pada prototipe sel surya yang telah dirangkai dilakukan pengujian arus dan tegangan dengan menggunakan Solar Simulator $16,6 \text{ mW/cm}^2$ dengan memvariasikan hambatannya. Skema rangkaian listrik ditunjukkan pada gambar 3.2



Gambar 3.2 Skema Rangkaian Listrik Pengujian Sel Surya