

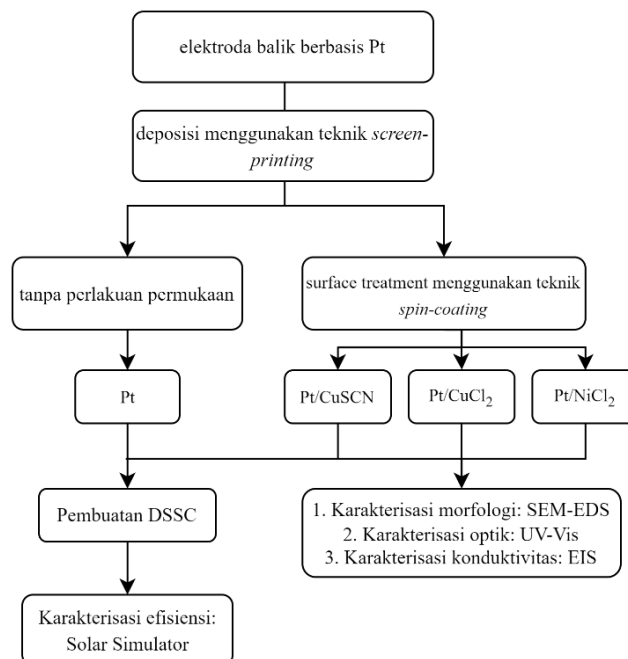
BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dikerjakan pada bulan Februari hingga Juli 2024 di Pusat Riset Elektronika, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN). Penelitian yang dilakukan meliputi fabrikasi dan karakterisasi divais DSSC yang dilakukan di Laboratorium Divais Elektronik dan Laboratorium Karakterisasi, Kawasan Sains dan Teknologi Prof. Dr. Samaun Samadikun, Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Untuk mencapai tujuan penelitian, peneliti menggunakan metode berbasis eksperimen dengan desain penelitian yang digunakan seperti pada gambar 3.1. Variable kontrol dalam penelitian ini berupa elektroda balik berbasis Pt tanpa diberikan perlakuan permukaan (*surface treatment*), sedangkan variabel bebasnya adalah perlakuan pada permukaan elektroda balik berbasis Pt menggunakan tiga macam prekursor logam transisi dengan menggunakan teknik spin-coating. Tahapan eksperimen yang dilakukan dalam penelitian ini adalah pembuatan fotoelektroda dan elektroda balik, sintesis sensitizer, sintesis prekursor, pelapisan pada permukaan elektroda balik, perakitan dan karakterisasi.



Gambar 3.1 Desain Penelitian

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini merupakan prosedur standar fabrikasi DSSC yang dilakukan di Laboratorium Divais Elektronik, BRIN.

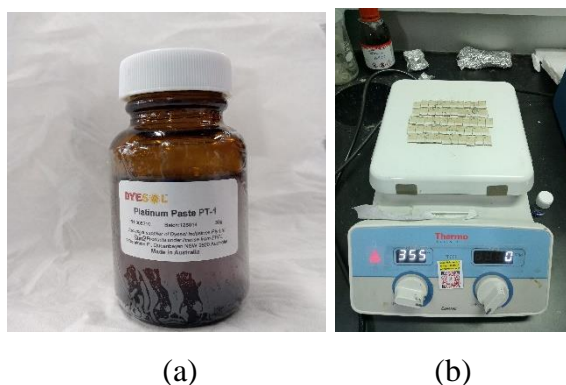
3.3.1 Pembuatan dan Pelapisan Elektroda Balik

3.3.1.1 Persiapan Kaca Substrat

Tahap pertama pada pembuatan struktur sandwich DSSC adalah mempersiapkan kaca konduktif FTO (Greatcell Solar Material) dipotong menggunakan *glass cutter* (Sadhudesign) dengan ukuran $1 \times 1.5 \text{ cm}^2$. Kemudian, potongan kaca tersebut dipisahkan untuk fotoelektroda dan elektroda balik. Substrat untuk elektroda balik kemudian diberi lubang di ujung sebelah kiri sebagai tempat injeksi elektrolit. Setelah itu, fotoelektroda dan elektroda balik dicuci menggunakan ultrasonic cleaner (Branson 3200) pada larutan sabun (Teepol) sebanyak satu kali, dibilas dengan DI water dua kali, direndam pada larutan acetone satu kali, dan pada larutan etanol satu kali, masing-masing dilakukan selama 15 menit secara berurutan. Substrat yang telah bersih dikeringkan menggunakan oven.

3.3.1.2 Pembuatan Elektroda Balik

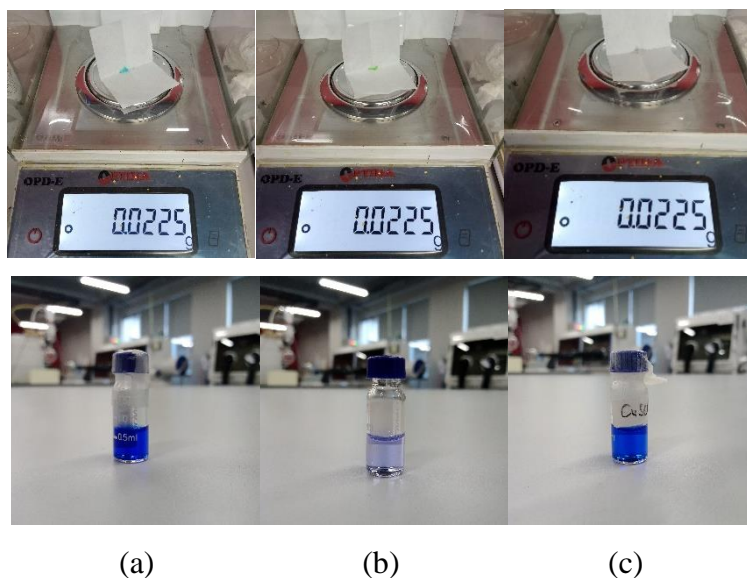
Substrat elektroda balik yang telah dicuci dilakukan proses sterilisasi lebih lanjut menggunakan UV-ozone cleaner selama 30 menit. Gambar 2a merupakan pasta platina (Greatcell Solar Material) yang digunakan untuk deposisi elektroda balik menggunakan teknik screen-printing selanjutnya substrat dikeringkan dengan oven pada suhu $120 \text{ }^\circ\text{C}$ (15 menit), lapisan platina dibuat sebanyak dua lapis dengan proses yang sama. Elektroda balik kemudian di-anneal di atas hotplate pada suhu $500 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 30 menit.



Gambar 3.2 Proses pembuatan elektroda balik (a) pasta platina (b) proses pembakaran platina sebagai elektroda balik.

3.3.1.3 Sintesis Prekursor Senyawa Logam Transisi

Senyawa $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; dan CuSCN ditimbang sebanyak 0.0225 g dan dilarutkan dalam 1.5 ml NH_4OH , gambar 3.3. Larutan material tersebut diaduk dengan kecepatan 700 rpm hingga larutan tercampur dan tidak keruh. Kemudian, larutan diambil dan difilter menggunakan filter 0.22 μm .



Gambar 3. 3 Proses sintesis prekursor senyawa logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (b)
 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (c) CuSCN

3.3.1.4 Pelapisan pada Permukaan Elektroda Balik

Substrat yang telah dilapis Pt kemudian di UV-ozone selama 10 menit. Selanjutnya, gambar 3.4 menunjukkan larutan prekursor yang diteteskan diatas elektroda balik Pt sebanyak 30 μL dan di *spin-coating* pada kecepatan 2000 rpm selama 45 s. Sampel disimpan di atas hotplate 105 $^{\circ}\text{C}$ selama 10 menit untuk dikeringkan, setelah itu larutan prekursor diteteskan kembali hingga tiga kali dan dilakukan hal yang sama. Elektroda balik yang diberi perlakuan selanjutnya disebut dengan Pt/ CuCl_2 , Pt/ NiCl_2 , dan Pt/ CuSCN .



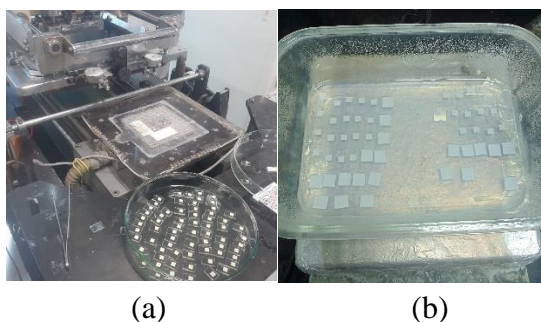
Gambar 3.4 Proses perlakuan permukaan pada elektroda balik

3.3.2 Pembuatan DSSC

3.3.2.1 Pembuatan Fotoelektroda

Substrat yang sudah bersih disterilisasi lebih lanjut menggunakan nitrogen dan disimpan di UV-ozone cleaner selama 30 menit. *Blocking layer* (Greatcell Solar Material) dideposisikan pada permukaan konduktif substrat yang sudah bersih menggunakan teknik *screen-printing*. Substrat dikeringkan di dalam oven 120 °C selama 10 menit kemudian dibakar pada suhu 500 °C selama 30 menit.

Proses deposisi 18NR-AO *opaque titania paste* atau pasta TiO₂ (Greatcell Solar Material) dilakukan dengan teknik *screen-printing* sebanyak dua lapis (ketebalan ~14µm) dan luas 0.25 cm². Lapisan TiO₂ dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C (10 menit) kemudian dilakukan lapisan kedua dengan proses yang sama, gambar 3.5. Substrat yang telah dilapis sebanyak dua kali dibakar menggunakan furnace pada suhu 500 °C selama 30 menit. Lapisan TiO₂ yang telah dibakar kemudian dilakukan *post-treatment* menggunakan larutan TiCl₄ pada suhu 70 °C selama 30 menit dan dibakar pada suhu dan durasi yang sama seperti sebelumnya.



Gambar 3.5 Proses pembuatan fotoelektroda, (a) deposisi fotoanoda menggunakan teknik screen printing (b) proses post-treatment TiCl₄.

3.3.2.2 Pembuatan Larutan Dye dan Perendaman Fotoelektroda

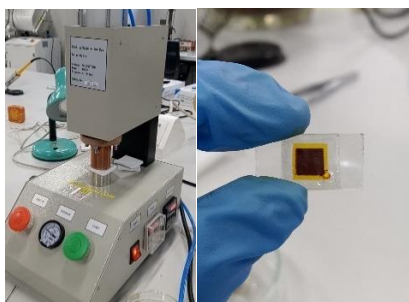
Larutan *dye* dibuat dari 20 mg serbuk Z907 (Greatcell Solar Material) dan 100 ml etanol absolut (Supelco) yang diaduk pada kecepatan 600 rpm selama 30 menit, gambar 3.6. Setelah itu, fotoelektroda direndam selama 24 jam dalam larutan yang telah dibuat dan disimpan di ruang gelap. Fotoelektroda yang telah direndam kemudian diambil dan dicuci dengan etanol.



Gambar 3.6 Proses sintesis dan perendaman fotoelektroda

3.3.2.3 Perakitan

Substrat fotoanoda dan fotokatoda yang telah selesai difabrikasi pada tahap sebelumnya kemudian digabungkan seperti struktur sandwich. Keduanya direkatkan menggunakan surlyn (DuPont) dan disatukan menggunakan hotpress pada suhu 130 °C selama 30 detik, gambar 3.7. Setelah divais bergabung menjadi struktur sandwich, cairan elektrolit HPE diinjeksikan pada FTO yang sudah diberi lubang dan disimpan dalam wadah vakum selama 8 menit. Lubang tersebut kemudian ditutup menggunakan surlyn untuk menghindari kebocoran.



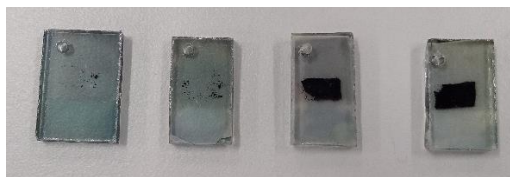
(a)

(b)

Gambar 3.7 Proses assembly sel dssc struktur sandwich (a) alat hotpress (b) hasil perakitan

3.3.3 Karakterisasi

Proses karakterisasi meliputi karakterisasi elektroda balik dan karakterisasi DSSC. Karakterisasi elektroda balik dilakukan untuk memperoleh informasi morfologi, komposisi, transmitansi, dan resistansi. Informasi morfologi dan komposisi didapatkan dari citra SEM-EDS. Mulanya masing-masing sel elektroda balik dilapisi menggunakan emas (proses *sputtering*) untuk meningkatkan hasil citra yang diperoleh, gambar 3.8.



Gambar 3.8 sel elektroda balik Pt, Pt/CuCl₂, Pt/CuSCN, Pt/NiCl₂ (kiri ke kanan) yang dilapisi emas

Informasi transmitansi diperoleh menggunakan UV-Vis pada sel elektroda balik di atas FTO. Resistansi elektroda balik diperoleh menggunakan EIS dengan merakit elektroda balik dalam struktur sel simetrik (*symmetrical dummy cell*) seperti gambar 3.9.



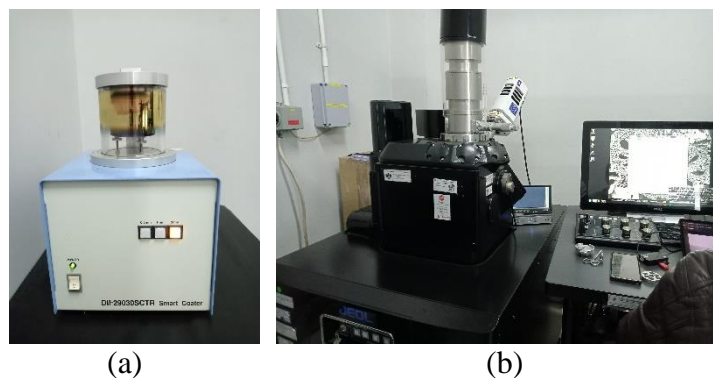
Gambar 3.9 Bentuk sel simetris (CE/elektrolit/CE)

Karakterisasi DSSC dilakukan langsung setelah perakitan sel *sandwich*. Karakterisasi ini dilakukan untuk memperoleh performa DSSC yang mana diperoleh nilai efisiensi.

3.4 Instrumen Penelitian

3.4.1 Karakterisasi Morfologi dan Komposisi: *Scanning Electron Microscopy (SEM)-Energy Dispersive Spectrometer (EDS)*

Karakterisasi morfologi elektroda balik menggunakan alat SEM-EDS digunakan untuk memberikan informasi topografi, morfologi serta menganalisis komposisi elemen pada lapisan permukaan elektroda balik. Proses karakterisasi dilakukan menggunakan alat JEOL JSM-IT300LV dengan Oxford X-Max EDS di Laboratorium Karakterisasi Lanjut, KST Samaun Samadikun, Bandung (gambar 3.8). SEM menggunakan berkas elektron yang difokuskan ke permukaan sampel dan berinteraksi dengan atom-atom dalam sampel dan menghasilkan sinyal sekunder yang dikumpulkan untuk membentuk gambar. Diantara sinyal sekunder yang terbentuk adalah sinar-X yang dapat dideteksi oleh alat EDS kemudian dapat diidentifikasi elemen yang terkandung dalam sampel (Ali dkk., 2023).



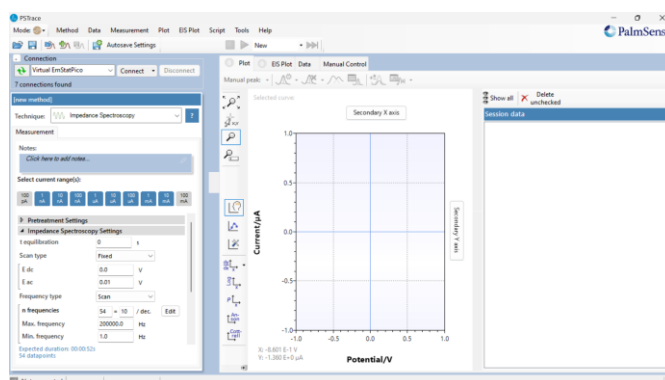
Gambar 3.10 Proses karakterisasi morfologi (a) proses *sputtering* (b) alat SEM-EDS

3.4.2 Karakterisasi Optik: UV-Vis Spectrophotometer

Dalam rentang panjang gelombang ultraviolet (UV) hingga cahaya tampak (200—1113 nm), karakterisasi optik berupa absorbansi dapat diperoleh menggunakan alat UV-Vis Spectrophotometer (Agilent Technologies Cary 60 UV-vis Spectrophotometer). Cahaya monokromatik diarahkan melalui sampel kemudian cahaya pada sampel dapat diserap, dilewati, atau dipantulkan. Cahaya yang melewati sampel diterima oleh detektor sehingga menghasilkan spektrum absorbansi.

3.4.3 Karakterisasi Sifat Listrik: *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Karakterisasi EIS dilakukan untuk mendapatkan nilai hambatan diantaranya resistensi transfer muatan (R_{CT}) dan resistensi seri (R_S) pada permukaan elektroda balik dengan elektrolit. Instrumen yang digunakan adalah EmStat4 dan perangkat lunak PSTrace, gambar 3.11. Karakterisasi ini dilakukan dari 0 V—0.01 V dan pada rentang frekuensi 1 Hz—200000 Hz.



Gambar 3.11 Tampilan perangkat lunak PSTrace

Evi Nur'Azizah, 2024

PENGARUH PELAPISAN PERMUKAAN ELEKTRODA BALIK MENGGUNAKAN PREKURSOR SENYAWA LOGAM TERHADAP EFISIENSI DYE-SENSITIZED SOLAR CELL

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.4.4 Karakterisasi Efisiensi: Standard Solar Simulator 1.5 AM filter 100 mW/cm²

Sel yang telah selesai disassembly kemudian dikarakterisasi pada suhu ruangan 18°C, menggunakan solar simulator (Oriel) 1000 W/m² A.M 1.5G ditunjukkan pada gambar 3.12. Hasil karakterisasi ditampilkan pada layar komputer dengan bantuan I-V software yang menampilkan kurva I-V, nilai short-circuit charge density (J_{SC}), open-circuit voltage (V_{OC}), fill factor (FF), dan efisiensi (PCE).



Gambar 3.12 Karakterisasi menggunakan solar simulator

3.5 Analisis Data

3.5.1 Analisis Pengaruh Pelapisan Terhadap Morfologi dan Komposisi Elektroda Balik

Data yang didapatkan dari hasil karakterisasi SEM-EDS yaitu berupa citra dari permukaan lapisan elektroda balik dan data spektrum EDS. Hasil citra SEM dianalisis menggunakan aplikasi ImageJ, dengan menggunakan fitur “*straight*” → “*analyze*” → “*measure*”, diameter partikel dapat diketahui. Ukuran partikel yang lebih kecil memiliki luas permukaan yang lebih besar, sehingga dapat meningkatkan area kontak dengan elektrolit dan dapat meningkatkan efisiensi. Sedangkan hasil EDS diperoleh grafik dan citra yang menunjukkan keberadaan dan konsentrasi elemen yang terkandung dari setiap variasi.

3.5.2 Analisis Pengaruh Pelapisan Terhadap Sifat Optik Elektroda Balik

Berdasarkan karakterisasi hasil absorbansi, data diolah menggunakan aplikasi Origin dan diinterpretasikan dengan menampilkan grafik transmitansi (%) terhadap panjang gelombang (nm). Data transmitansi diperoleh dengan rumusan sebagai berikut:

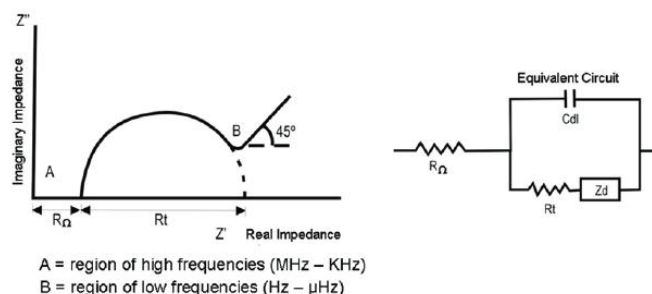
$$A = -\log T \quad (3.1)$$

$$T = 10^{-A} \quad (3.2)$$

Analisis dilakukan dengan membandingkan kurva transmitansi pada panjang gelombang 400—700 nm. Setiap variasi serta hubungan dengan karakterisasi yang mendukung, kemudian dikaji kembali dengan literatur sehingga mendapatkan kesimpulan.

3.5.3 Analisis Pengaruh Pelapisan Terhadap Sifat Listrik Elektroda Balik

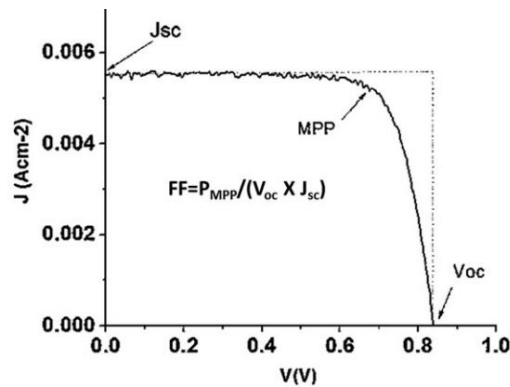
Nilai resistansi dari elektroda balik dianalisis menggunakan EIS sehingga mendapatkan informasi berupa diagram Nyquist yang memberikan gambaran tentang proses kinetik antara elektroda dengan elektrolit. Berdasarkan diagram Nyquist gambar 3.13, resistensi seri (R_s) merupakan jarak di sumbu-x antara titik 0,0 dengan perpotongan titik frekuensi tertinggi. Sedangkan, resistensi transfer muatan (R_{CT}) merupakan diameter setengah lingkaran pada daerah frekuensi yang lebih rendah. Nilai ini dapat diperoleh setelah fitting menggunakan rangkaian ekuivalen pada aplikasi PStTrace. Diagram hasil fitting kemudian dapat disimpan dalam bentuk file origin atau excel.



Gambar 3.13 Diagram Nyquist dan rangkaian ekuivalen (Ribeiro dkk., 2015)

3.5.4 Analisis Pengaruh Pelapisan Terhadap Efisiensi DSSC

Data yang diperoleh dari Solar Simulator adalah J_{sc} (mA/cm^2), V_{oc} (mV), FF (%), dan efisiensi (%). Untuk memperoleh kurva J-V, maka data arus (A) harus dikalikan dengan luas permukaan lapisan TiO_2 (0.25 cm^2) sehingga diperoleh nilai rapat arus (J_{sc}). Nilai tegangan dan rapat arus di plot menggunakan aplikasi Origin untuk mendapatkan grafik J-V seperti gambar 3.11.



Gambar 3.14 Kurva J-V

J_{SC} ditentukan dari besar rapat arus ketika tegangan nol, sedangkan V_{OC} ditentukan ketika arus mendekati nol. Selain itu, faktor pengisi/fill factor (FF) merupakan perbandingan dari daya maksimum (P_{mpp}) dengan V_{OC} dan J_{SC} , semakin besar nilai FF maka semakin tinggi nilai efisiensinya. Sehingga perhitungan FF dapat dituliskan dalam persamaan (1). Sedangkan efisiensi sel surya (η) merupakan persentase dari keluaran daya maksimum terhadap energi cahaya yang datang (100 mW/cm^2), dituliskan dalam persamaan (2) (Tayubi, 2011).

$$FF = \frac{V_{mpp} I_{mpp}}{V_{oc} J_{sc}} = \frac{P_{mpp}}{V_{oc} J_{sc}} \quad (1)$$

$$\eta = \frac{P_{mpp}}{P_{in}} \times 100\% \quad (2)$$

Hasil pengolahan data dibandingkan pada setiap variasi yang dilakukan dan dapat diinterpretasikan dengan hasil karakterisasi lain yang mendukung sehingga mendapatkan kesimpulan yang tepat.