SINTESIS MATERIAL PHOTOVOLTAIC $SiO_2 - TiO_2$ MELALUI PROSES SOL-GEL DENGAN PENGONTROL HIDROLISIS ASETIL ASETONAT



Oleh:

SOFWAN HIDAYAT

NIM: MO397043

Skripsi

Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains Jurusan Kimia

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS SEBELAS MARET SURAKARTA

2005

PENGESAHAN

Skripsi ini dibimbing oleh:

Pembimbing I	Pembimbing II				
Sayekti Wahyuningsih, M.Si.	Fitria Rahmawati, M.Si.				
NIP. 132 162 024	NIP. 132 258 066				
Dipertahankan di depan Tim	Penguji Skripsi pada :				
Hari : Kamis					
Tanggal : 7 April 2005					
	193				
Anggota Tim Penguji : 1. <u>Khoirina Dwi Nugrahaningtyas, M.Si</u>	1				
NIP. 132 258 052	l a				
1 3 10) (a /				
2. Soerya Dewi Marliana, M.Si.	2				
NIP. 132 162 561	1 3 1				
	1 00				
Disahkan ol	eh:				
Fakultas Matematika dan Ilm	nu Pengetahuan Alam				
Universitas Sebe	las Maret				
Dekan	Ketua Jurusan Kimia				
Drs. Marsusi, M.S.	Drs. Sentot Budi Raharjo, Ph.D.				
NIP. 130 906 776	NIP. 131 570 162				
PERNYAT	PERNYATAAN				

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi yang berjudul "Sintesis Material Photovoltaic Sio_2 - Tio_2 Melalui Proses Sol-Gel Dengan Pengontrol Asetil Asetonat" adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali secara teknis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, April 2005

Sofwan Hidayat

ABSTRAK

Sofwan Hidayat, 2005. <u>Sintesis Material Photovoltaic Sio₂ - Tio₂ Melalui Proses Sol-Gel Dengan Pengontrol Asetil Asetonat.</u> Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Telah disintesis semikonduktor, SiO₂-TiO₂, dengan menggunakan Na₂SiO₃ dan TiCl₄ serta CTABr sebagai prekusor. Tujuan penelitian ini adalah mensintesis dan mengkarakterisasi semikonduktor SiO₂-TiO₂, kemudian mengkaji pengaruh temperatur kalsinasi terhadap pembentukan semikonduktor SiO₂-TiO₂, dan mengukur kemampuan material tersebut dalam mengkonversi energi cahaya ke energi listrik. Sintesis dilakukan dengan proses sol gel dengan menggunakan pengompleks asetil asetonat untuk mengatur proses hidrolisis TiCl₄. karakterisasi material hasil sintesis meliputi: Karakterisasi komposisi semikonduktor SiO₂-TiO₂ Difraksi Spektrometer Sinar-X (XRD). Karakterisasi semikonduktor SiO₂-TiO₂ dengan Spektoskopi Infra Merah (FTIR), Karakterisasi respon panjang gelombang maksimum dengan Spektroskopi UV-Vis dan sifat fotoelektrokimia semikonduktor SiO₂-TiO₂.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada suhu 600°C dihasilkan padatan semikonduktor SiO₂-TiO₂ paling besar, sebesar 12.6493%. Pada FTIR pembentukan semikonduktur SiO₂-TiO₂ diindikasikan dengan adanya serapan pada 412,7 cm⁻¹ milik pola serapan *rocking mode* dari Si-O-Si. Serapan sebesar 617,3 cm⁻¹ merupakan indikasi adanya Ti(IV) yang terkoordinasi secara oktahedral dalam matrik titaniumsilikat, sedangkan pada 929,7 cm⁻¹ dan 1103,2 berturut – turut menandakan adanya pola ikatan dari vibrasi Si-O-Si /Si-O-Ti, dan pola ikatan dari *mode streching* Si-O asimetris. Pengukuran kisaran respon panjang gelombang λ maks oleh UV-Vis, munculnya pergeseran dari 305 nm dan 309 nm; milik SiO₂ dan TiO₂; menjadi 398 nm yang merupakan indikasi adanya transisi elektronik yang lebih rendah pada semikonduktor SiO2-TiO2 yang juga penumpukan pola serapan energi gap (Eg) TiO₂ anatase yang ekivalen dengan energi sebesar 3,3 eV. Kemampuan material SiO₂-TiO₂ dalam mengkonversi energi cahaya ke energi listrik (photocurrent) dibuktikan melalui pemaparan semikonduktor hibrid SiO₂-TiO₂ pada tiga kondisi yaitu: pemaparan pada sinar matahari langsung, pada lampu UV 20 Watt, dan pada keadaan gelap. Hasil menunjukkan bahwa semikonduktor SiO2-TiO2 menghasilkan arus dan voltase yang merupakan indikasi terjadinya efisiensi konversi energi cahaya ke energi listrik. Konversi energi cahaya ke energy listrik, η, untuk kondisi pemaparan sinar matahari dan lampu UV 20 Watt didapat berturut-turut sebesar 3.029 x 10⁻⁴ dan 3.960 x 10⁻⁴. kemampuan konversi terhadap cahaya matahari ini memungkinkan semikonduktor SiO₂-TiO₂ dapat diaplikasikan untuk *Solar Cell* (sel surya).

Kata kunci: proses sol-qel, semikonduktor, SiO₂-TiO₂, sel Photovoltaic.

ABSTRACT

Sofwan Hidayat, 2005. <u>SYNTHESIS</u> <u>SiO₂-TiO₂</u> <u>PHOTOVOLTAIC</u> <u>MATERIAL</u> <u>By SOL-GEL PROCESS WITH ACETYL ACETONATE HYDROLISIS CONTROLED</u>. Chemistry Dept. Mathematics and Science Faculty, Sebelas Maret University, Surakarta.

A modified semiconductor, SiO_2 - TiO_2 , has been synthesized with Na_2SO_3 and $TiCl_4$ also CTABr as precusors. The aim of this research are synthesis and characterization of SiO_2 - TiO_2 semiconductor, and then studying calcine temperature effect on SiO_2 - TiO_2 rrent (photocurrent) by SiO_2 - TiO_2 semiconductor. Synthesis was conducted by sol gel method, and conventional coating. Characterization has been done to X-Rayy Difraction (XRD) for composition of SiO_2 - TiO_2 semiconductor, Fourrier-Transform Infra Red (FTIR) for identified chemical bond, UV-Visible Spectrometer (UV-Vis) for maximum wave length respond and photo electrochemical properties of semiconductor SiO_2 - TiO_2 .

The results of the research indicate that calcine temperature reaction optimum at 600°C with existence of semiconductor SiO₂-TiO₂ about 12.6493%, it's calculated from XRD pattern. FTIR Characterization showed; The band at 412,7 cm⁻¹ it is attributed to a Si–O–Si rockingmode, at 617,3 cm⁻¹, it might be assigned to octahedrally coordinated Ti⁴⁺ cation at titanium silicates matrixs. The bands at 929,7 cm⁻¹ might be attributed to the same Si-O-Si and Si-O-Ti vibrational modes and the dominant band at 1103,2 cm⁻¹ is assigned to the Si-O asymmetric stretching mode. Measurement of wavelength range respond UV-Vis spectro analysis on hibrid semiconductor; showed the blue shift, λ_{max} from 305 nm and 309 nm; belong to SiO₂ and TiO₂ respectively; to 398 nm. That is showed electronic transition excistance at lower energy, equivalent with 3,3 eV might be assigned to hibrid semiconductor SiO₂-TiO₂, this is also evidence of anatase form of TiO₂ energy character. The energy to give proof The existence of electron injection from semiconductor SiO₂-TiO₂. The existence of electron injection from semiconductor SiO₂-TiO₂ is also proved through exposing semiconductor SiO₂-TiO₂ at three conditions those are: exposure at direct sunlight, UV lamp 20 Watt and dark condition. The results indicate that material yields voltage and current. The voltage and current represent the occurrence of electron injection process; this is also evidence that semiconductor SiO₂-TiO₂ has an ability to convert photon energy to electricity, at exposing under sunlight with $\eta=3.029 \times 10^{-4}$. Spesific practice it also can be applied as solar cell.

Key words: sol-gel process, semiconductor, SiO₂- TiO₂, Photovoltaic Sell.

MOTTO

Percayalah semakin berani kotor semakin banyak kita belajar dan tahu.

(Rinso Anti Noda)

Keagungan bukanlah diraih dengan menguasai apa dan siapa, melainkan menguasai diri sendiri.

(Sofwan Hldayat)

MOTTO

Percayalah semakin berani kotor semakin banyak kita belajar dan tahu.

(Rinso Anti Noda)

Keagungan bukanlah diraih dengan menguasai apa dan siapa, melainkan menguasai diri sendiri.

(Sofwan Hldayat)

KATA PENGANTAR

Satu perjalanan pasti berhenti pada tempatnya! Atas semua daya yang tercipta dari jiwa dan raga. Semua atas kebajikan Sang Pemberi Hidup yang tak pernah mati, Sang Suci yang tak pernah mengeluh. Padamu aku memuji!

Karya kecil (Skripsi) "Sintesis Material Photovoltaic Sio₂ - Tio₂ Melalui Proses Sol-Gel Dengan Pengontrol Asetil Asetonat" ini, terlahir untuk menjadi titik ujung dari satu perjalananku. Sebagai prasasti, guna mencapai gelar kesarjanaan kimia di FMIPA UNS Surakarta. Banyak bantuan yang penulis terima untuk melahirkan karya ini.

Pada lembar ini, saya sebagai manusia berbatas, ingin menyampaikan rasa terimakasih, kepada:

- 1. Drs. Marsusi, M.S., selaku Dekan FMIPA UNS.
- 2. Drs. Sentot Budi Raharjo, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNS. Serta sebagai dosen yang dengan kebijaksanaan, keikhlasan dan kebaikan hati beliau kepada penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
- 3. Sayekti Wahyuningsih, M.Si., selaku dosen pembimbing I sekaligus Ketua Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA UNS, yang telah banyak memotivasi, membantu, membimbing, membagikan ilmu dan memberikan solusi pada penulis, serta kesabarannya yang tidak mungkin penulis lupakan.
- 4. Fitria Rahmawati, M.Si., selaku dosen pembimbing II, yang telah banyak memberikan bimbingan dan arahan serta kebaikan hatinya.
- 5. Ibuku, Ibuku, ibuku!
- 6. Drs. Kartiko "Abah Iko" M.Si dan Drs. Usman Santosa M.Si. Motivasi dan dukungan moral yang beliau berikan membuat penulis mampu bertahan di bumi MIPA yang ganas.
- 7. Galat Community yang memberiku tempat untuk berkiprah! Terutama Boynyox.

- 8. Teman-teman penelitian, Lucia, Deny, Dian dan Irma.
- 9. Serta semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu-persatu.

Kesalahan penulisan bukanlah tindakan untuk menyesatkan atau disengaja, melainkan kesalahan saya sebagai manusia berbatas. Kritik saran dapat dimaklumi untuk perkembangan sains ke depan. Terimakasih!

Surakarta, April 2005

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAM	IAN	JU	Hal DUL	aman i
HALAM	IAN	PE	NGESAHAN	ii
LEMBA	R P	ERN	NYATAAN	iii
ABSTR	AK.	•••••		iv
ABSTR	ACT			v
HALAM	IAN	MC	OTTO	vi
HALAM	IAN	PE	RSEMBAHAN	vii
KATA F	EN	GAI	NTAR	viii
DAFTA	R IS	I		X
DAFTA	R T	ABE	EL	xiii
DAFTA	R G.	AM	BAR	xiv
DAFTA	R L	AM	PIRAN	xvi
BAB I	PE	ND.	AHULUAN	1
	A.	La	tar Belakang	1
	В.	Per	rumusan Masalah	3
		1.	Identifikasi Masalah	3
		2.	Batasan Masalah	4
		3.	Rumusan Masalah	5
	C.	Tu	juan	5
	D.	Ma	anfaat	5
BAB II	LA	ND	ASAN TEORI	6
	A.	Tir	ijauan Pustaka	6
		1.	Semikonduktor	6
		2.	TiO ₂	8
		3.	Silikat	11
		4.	Surfaktan	12

		5. Mekanisme Pembentukan SiO ₂ -TiO ₂	13
		6. Cahaya Sebagai Energi	13
		7. Karakteristik Material <i>Photovaltaic</i>	14
		8. Spektroskopi UV-Vis	17
		9. Spektroskopi Infra Merah (FTIR)	18
		10. Difraksi Sinar-X (XRD)	19
	B.	Kerangka Pemikiran	20
	C.	Hipotesis	21
BAB III	MI	TODOLOGI PENELITIAN	22
	A.	Metode Penelitian	22
	B.	Tempat dan Waktu Penelitian	22
	C.	Alat dan Bahan	22
	D.	Prosedur Penelitian	24
		1. Bagan Sintesis Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	24
		2. Sintesis Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	25
		3. Pembuatan Lapis Tipis Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	
		25	
		4. Identifikasi Material Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	
		26	
		5. Identifikasi Ikatan Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	
		26	
		6. Pengukuran Respon Panjang Gelombang	
		26	
		7. Penentuan Sifat Fotoelektrokimia Semikonduktor SiO ₂ -	
		TiO ₂	
		26	
	E.	Teknik Analisis Data	28
BAB IV	HA	SIL DAN PEMBAHASAN	29
	A.	Sintesis Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	29
	В.	Karakterisasi Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	

7	Λ
J	U

		1.	X-Ray Diffraction (XRD)	
			30	
		2.	Fourrier Transform Infra Red (FTIR)	
			38	
		3.	Kisaran Respon Panjang Gelombang UV-Vis	
			40	
	C.	Ka	rakteristik Fotoelektrokimia Semikonduktor SiO ₂ -TiO ₂	
		41		
BAB V	KE	ESIN	MPULAN DAN SARAN	49
	A.	Ke	simpulan	49
	B.	Sai	ran	49
DAFTA]	R PU	JST	AKA	50
I.AMPIF	RAN	ſ		53

DAFTAR TABEL

Tabel 1.Kandunga	an SiO ₂ -7	ΓiO ₂ dan	Persen	tase 1	Encapsullate	d pada
Berbagai	Temperatu	ır Kalsina	si			
************	•••••					36
Tabel 2.Rendeme						
37						
Tabel 3.Harga I_{sc}	dan $V_{ m oc}$ pac	da Berbag	ai Kondi:	si Pema	aparan	
44	, oc F				- F	
Tabel 4.Harga Slo	one pada B	erhagai K	ondisi Pe	manar	an	
47	ope pada 2	crougar r	.0110101 1	mapar		
Tabel 5. Harga	fisiensi l	Konversi	Energi	nada	Rerhagai	Kondisi
J			J	•	O	
-					••••••	
•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••		4/

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Fase metastabil kristal TiO ₂ anatase	
		•••
Gambar 2.	Fase stabil kristal TiO ₂ rutil	••••
		11
Gambar 3.	Skema fotosensitisasi partikel semikonduktor dengan <i>dye</i>	••••
		15
Gambar 4.	Kurva I – V Pada Pelbagai Intensitas Cahaya	••••
		16
Gambar 5.	Skema Sel Uji Fotoelektrokimia	
	••••••	ر ک

Gambar 6.	Difraktogram Standar SiO ₂ -TiO ₂
Gambar 7.	Difraktogram Standar SiO ₂
Gambar 8.	Difraktogram Standar TiO ₂ Anatase dan (b)TiO ₂ Rutile
Gambar 9.	Difraktogram Padatan Sintesis pada 120 °C
Gambar 10.	Difraktogram Padatan Sintesis pada 400 °C
Gambar 11.	Difraktogram Padatan Sintesis pada 600 °C
Gambar 12.	Difraktogram Padatan Sintesis pada 800 °C
Gambar 13.	Difraktogram Padatan Sintesis pada 1100 °C
Gambar 14.	Grafik Hubungan Kalsinasi dan Kandungan SiO ₂ -TiO ₂
Gambar 15.	Difraktogram Padatan Sintesis pada 120 - 1100 °C
Gambar 16.	Grafik Kandungan Rendemen Padatan Sintesis Pada Suhu 120
Cambar 17	- 1100°C
Gaillual 17.	39 - 11K (100-x) 31O ₂ - x11O ₂ pada pemanasan 300 C
Gambar 18.	FTIR Semikonduktor Hibrid SiO ₂ – TiO ₂
Gambar 19.	Spektra UV-Vis SiO ₂ – TiO ₂ dan TiO ₂
Gambar 20.	
	43

Gambar 21.	Kurva I-V Pada Kondisi Penyinaran Lampu UV
Gambar 22.	Kurva I-V Pada Kondisi Gelap
Gambar 23.	Stabilitas Fotoelektrokimia pada Penyinaran Sinar Matahari45
Gambar 24.	Stabilitas Fotoelektrokimia pada Pemaparan Lampu UV
Gambar 25.	Stabilitas Fotoelektrokimia pada Kondisi gelap
	DAFTAR LAMPIRAN
Lampiran 1.	Spektra Standar XRD
Lampiran 2.	Spektra <i>Output</i> Data XRD Material Semikonduktor
Lampiran 3.	Perhitungan Kuantitatif SiO ₂ , TiO ₂ , SiO2-TiO2 dan Perhitungan <i>Encapsullated</i>
Lampiran 4	
	Spektra FTIR
	Data Pengukuran <i>Photocurrent</i>
•	Perhitungan Efisiensi <i>photocurrent</i> (η), dan <i>Filling Factor</i>
_unpnun / •	(FF) dari Kurva I-V
	87

Lampiran 8.	Kurva Stabilitas Fotoelektrokimia pada berbagai Kond	isi
	Pemaparan	••••
		91

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pembuatan lapis tipis semikonduktor pada sebuah substrat merupakan salah satu cara untuk memudahkan aplikasi semikonduktor baik sebagai solar sel maupun fotokatalis dalam degradasi senyawa kimia berbahaya. Semikonduktor lapis tipis banyak diteliti dan dikembangkan secara meluas, sejak publikasi Fujisima dan Honda (1972) mengenai fotoelektrolisis pemecahan air pada lapis tipis TiO₂ (Rahmat, 2001). Sebagian besar peneliti semikonduktor fotokatalis membuat lapisan tipis semikonduktor pada plat kaca Indium tin oksida (*Indium tin oxide glass plate*) dengan menggunakan metode seperti teknik *spin coating* (Nasr, *et al*, 1998), *magnetron sputtering* (Liu, *et al*, 2002) dan *chemical vapor deposition*.

Metode *dip coating* merupakan metode penempelan lapis tipis yang relatif sederhana dan mudah dibandingkan metode pembuatan lapis tipis yang lainnya. Pembuatan lapis tipis dari larutan sol-gel yang dapat dilakukan pada tekanan atmosfer dan tidak terlalu jauh dari temperatur kamar sangat menguntungkan dari segi ekonomi dan ramah lingkungan dibandingkan dengan teknik lain yang memerlukan energi dari luar. Deposisi lapis tipis semikonduktor dengan metode lainnya seperti metode *chemical bath deposition* juga telah banyak dipelajari para peneliti untuk aplikasi solar sel, dimana aplikasi ini memerlukan proses deposisi pada area yang luas dan biaya rendah, seperti halnya metode *dipcoating* (Schmidt and Mennig, 2003).

 ${
m TiO_2}$ merupakan bahan semikonduktor yang sudah dikenal luas memiliki sifat optik yang baik dengan indeks refraksi tinggi. Pada tingkat tertentu penambahan senyawa organik maupun senyawa kompleks organologam dapat mempengaruhi sifat elektronik bahan karena perpindahan elektron yang dipermudah atau dipersulit. Semikonduktor ${
m TiO_2}$ dengan gap energi yang lebar (3.2 Ev; λ g=387 nm) hanya aktif dalam daerah cahaya UV, dimana cahaya

tersebut hanya 10% dari seluruh cahaya matahari (Linsebigler, *et al.*, 1995). Bentuknya yang serbuk menyebabkannya mempunyai luas muka yang besar sehingga efektif sebagai katalis maupun *catalyst support*. Berdasarkan sifat–sifat itulah TiO₂ dipandang sebagai semikonduktor katalis yang baik.

SiO₂ merupakan bahan yang lebih fleksibel serta sebagai bahan optik transparan, oleh karena itu dimungkinkan pembuatan komposit TiO₂-SiO₂. SiO₂ memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 305 nm, lebih kecil dari TiO₂ yang nilai panjang gelombang maksimumnya sebesar 309 nm. Namun demikian dalam penambahan SiO₂ perlu dilakukan pengontrolan, karena porositas bahan, tingkat keseragaman pori dan homogenitas sebaran logam pada semikonduktor merupakan faktor-faktor yang juga menentukan kualitas bahan semikonduktor.

Pembuatan material komposit SiO₂-TiO₂ dengan proses sol-gel telah dilakukan oleh Babonneau (1993). Babonneau (1993) mendapatkan bahwa keberhasilan sintesis SiO₂-TiO₂ dengan proses sol-gel adalah kecepatan hidrolisis TiCl₄ yang relatif cepat. Pemusatan fase SiO₂-*rich*, TiO₂-*rich* dan SiO₂-TiO₂ pada hasil sintesis sampai saat ini masih menjadi permasalahan yang belum terselesaikan dengan tuntas.

Peran surfaktan sebagai pencetak pori (pore template) telah terbukti menghasilkan porositas bahan dan tingkat keseragaman pori dengan kristalinitas tinggi yang menghasilkan material mesopori, yang dewasa ini banyak berkembang untuk aplikasi material katalis, katalis pengemban (catalist support) dan semikonduktor. Modifikasi pada permukaan material dengan menggunakan surfaktan telah dilakukan berbagai peneliti. Ohashi, et al (1999) merekayasa permukaan silikat dengan surfaktan CTACl (Cetyl Trimetyl Amonium Cloride) yang menghasilkan partikel mesopori silikat yang mempunyai permukaan yang baik.

Sintesis SiO₂-TiO₂ dengan SiO₂ yang diorientasikan surfaktan Sebagai matrik pengemban TiO₂ dimaksudkan untuk dapat meningkatkan luas muka TiO₂. Sifat makromolekul TiO₂ menjadi lebih baik yang ditandai dengan sifat fotoelektrokimia yang lebih baik. Alasan tersebut mendukung kemungkinan

material SiO₂-TiO₂ menjadi bahan semikonduktor yang diaplikasikan untuk sel *photovolatic* sebagai kajian awal untuk perkembangan teknologi sel surya.

2. Perumusan Masalah

1. <u>Identifikasi Masalah</u>

TiO₂ sangat berperan dalam aplikasi fotoelektrokimia namun sifatnya rigid (*inert*) atau sukar dibentuk. Silikat merupakan senyawa yang banyak digunakan untuk membentuk material berpori, SiO₂ memilki sifat *photovolatic* relatif buruk dibandingkan dengan TiO₂.

Sintesis material komposit SiO₂-TiO₂, akhir-akhir ini telah dikerjakan oleh beberapa peneliti untuk kepentingan bahan penunjuk gelombang (wave guide) maupun sebagai material photovoltaic. Permasalahan yang masih ditemui antara lain adalah masih terjadi fase pemisahan SiO₂-TiO₂, SiO₂ rich dan TiO₂ rich. Persentase SiO₂-TiO₂ yang didapatkan juga masih relatif rendah yang diterangkan sebagai ketidakberhasilan pengaturan kondisi sintesis secara kinetika. Pembentukkan TiO₂ yang kecepatannya relatif tinggi dan perbedaan kecepatan reaksi masing-masing menjadi pemicu awal ketidakberhasilan upaya optimasi pembentukkan fase SiO₂-TiO₂.

Pada proses polimerisasi SiO₂-TiO₂ dengan prekusor TiCl₄ dan Na₂SiO₃ menjadi sangat perlu diperhatikan kecepatan awal masing-masing prekusor tersebut untuk berekasi menjadi SiO₂, TiO₂, dan SiO₂-TiO₂. TiCl₄ jika bertemu dengan air akan mengalami hidrolisis dengan cepat sedangkan Na₂SiO₃ hidrolisisnya dengan air relatif sangat lambat. Seperti teleh dikemukakan Babonneu, F *et al* (1994) untuk membuat kompleks Ti (AcAc)₂ untuk menghambat proses hidrolisis. Kondisi ini hidrolisis TiCl₄ telah diperlambat maka kemungkinan terbentuk polimerisasi SiO₂-TiO₂ menjadi lebih besar.

Penggunaan surfaktan dalam pembuatan semikonduktor SiO₂-TiO₂ sangat membantu dalam mengorientasikan bahan prekusor dalam makromolekul dan tatanan porinya. Konsentrasi surfaktan merupakan salah satu faktor penentu struktur semikonduktor SiO₂-TiO₂ yang terbentuk. Adanya interaksi hidrofobik,

gaya elektrostatik antara pasangan ion (ion–pair) dan gaya antar dipol antara surfaktan dan prekusor yang secara elektrik bersifat konduktif akan menyebabkan orientasi head-to-head dan tail-to-tail surfaktan. Orientasi ini akan memberikan permukaan untuk didiami oleh SiO₂-TiO₂ pada misel surfaktan dalam pelarut, sehingga memberikan dispersi yang seragam terhadap bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂. Surfaktan yang telah digunakan pada penelitian terdahulu adalah CTACl (Cetyl Trimetyl Amonium Cloride) dan CTABr (Cetyl Trimetyl Amonium Bromide).

Pembentukan semikonduktor SiO₂-TiO₂ sangat terkait dengan pola pembentukan TiO₂ yang memiliki tiga bentuk fase terhadap perubahan suhu. Fase tersebut adalah fase stabil rutil (*tetragonal*) dan dua fase metastabil *polimorf*, brukit (*orthorhombic*) dan anatase (*tetragonal*). Kedua fase metastabil menjadi rutil yang relatif stabil ketika memaparkan material pada temperature diatas 700°C (dalam keadaan murni, dan tidak ada zat aditif yang ditambahkan). Adanya zat aditif dalam reaksi memungkinkan adanya pergeseran suhu terhadap pembentukan fase-fase tersebut.

Sifat semikonduktor yang diinginkan adalah kristalinitas material yang baik, terjadinya struktur ikatan polimer SiO₂-TiO₂, dengan kontaminasi senyawa lain yang minimum dan sifat fotoelektrokimia sebagai sel *photovoltaic*. Klarifikasi dari sifat – sifat tersebut dikarekterisasi berturut – turut dengan XRD, FTIR, UV-Vis Spektrometer dan uji fotoelektrokimia.

2. Batasan Masalah

- a. Bahan yang digunakan untuk mensintesis semikonduktor SiO_2 - TiO_2 adalah prekusor $TiCl_4$ dan Na_2SiO_3 .
- b. Surfaktan yang dipakai adalah CTABr.
- c. Pengompleks TiCl₄ yang digunakan adalah Asetil Asetonat.
- d. Variasi temperatur kalsinasi pembuatan lapis tipis semikonduktor dilakukan dengan variasi suhu pada 120, 400, 600, 800 dan 1100°C

e. Karakterisasi yang dilakukan adalah karakterisasi sifat fisik dan kimia semikonduktor SiO₂-TiO₂ dengan menggunakan XRD dan spektroskopi UV-Vis, FTIR dan Fotoelektrokimia.

3. Rumusan Masalah

- a. Apakah material semikonduktor SiO₂-TiO₂ dapat disintesis dari prekusor TiCl₄ dan Na₂SiO₃?
- b. Bagaimanakah pengaruh temperatur kalsinasi material komposit semikonduktor SiO₂-TiO₂?
- c. Bagaimanakah karakterisasi sifat fisik dan kimia semikonduktor SiO₂-TiO₂ dan sifat fotoelektrokimia semikonduktor SiO₂-TiO₂?

C. Tujuan

- a. Mensintesis material semikonduktor SiO_2 - TiO_2 dari prekusor $TiCl_4$ dan Na_2SiO_3 .
- b. Mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi pada material komposit semikonduktor SiO₂-TiO₂.
- c. Mempelajari karakteristik fisik dan kimia dan sifat fotoelektrokimia bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂.

D. Manfaat

- a. Memberikan kajian alternatif dalam mensintesis material semikonduktor SiO_2 - TiO_2 dari prekusor $TiCl_4$ dan Na_2SO_3 .
- b. Mengetahui kajian pengaruh temperatur kalsinasi pada material semikonduktor TiO₂-SiO₂ untuk mensintesis semikonduktor yang lebih baik.
- c. Memberikan sumbangan pemikiran tentang bahan semikonduktor dengan sifat-sifat yang diberikan dengan aplikasinya sebagai sel *photovoltaic* yang berguna untuk penangan masalah ketersediaan energi alternatif.

BAB II LANDASAN TEORI

A. Tinjauan Pustaka

Sintesis dan aplikasi material semikonduktor sedang populer dikerjakan dengan tujuan untuk memperoleh sifat material baru yang diinginkan. Penggunaan bahan material semikonduktor pada saat sekarang antara lain sebagai permukaan fotokatalis, sel surya (solar cell), electroluminescense display dan material sensor. Rahmat (2001) berhasil mesintesis lapis tipis semikonduktor TiO₂ melalui metode sol-gel dengan kandungan 42% TiO_{2(anatase)} yang mempunyai aktifitas fotokatalitik. Sintesis material SiO₂ – TiO₂ juga dilakukan Rainho, J.P, et al (2001) yang mempublikasikan bahwa titanium (IV) berhasil diembankan secara terkoordinasi oktahedral dalam matrik titaniumsilkat yang merupakan nanokristal dengan agregasi rata-rata 3 sampai 17 nm, sehingga memiliki permukaan yang luas dan mampu diaplikasikan dalam material fotokatalis. TiO₂ selanjutnya banyak dikembangkan dengan mendopingkan organik dan anorganik yang memiliki aktivitas fotoelektrokimia hingga 10% (Raihho, J.P., et al, 2001). Longo et al (2003) mensintesis SiO₂ – SnO₂ dengan senyawa kompleks berwarna yang aplikasikan untuk sel surya.

1. Semikonduktor

Berdasarkan kemampuannya untuk menghantarkan listrik, zat padat dapat diklasifikasikan menjadi tiga jenis yaitu: konduktor, semikonduktor, dan isolator. Semikonduktor adalah zat padat kristalin, seperti silikon dan germanium yang mempunyai nilai konduktivitas listrik antara 10^5 dan 10^{-7} Sm⁻¹. Nilai ini ada di antara nilai konduktivitas konduktor (hingga 10^9 Sm⁻¹) dan isolator (hingga serendah 10^{-15} Sm⁻¹). Atom—atom dalam zat padat kristalin rapat satu sama lain, orbital elektron atom—atom ini saling tumpang tindih dan arus energi masing—masing atom tersebar ke dalam pita—pita energi (Seeger, 1988).

Semikonduktor dispesifikasikan berdasarkan sifat–sifat berikut :

- 1. Pada semikonduktor murni, konduktivitas naik secara eksponensial berdasarkan temperatur.
- 2. Pada semikonduktor yang tidak murni, konduktivitas sangat tergantung pada konsentrasi pengotor.
- 3. Konduktivitas dapat berubah oleh radiasi cahaya atau elektron berenergi tinggi atau oleh injeksi pembawa karena kontak dengan logam tertentu.
- 4. Transpor muatan dapat berupa elektron maupun *hole* positif. Sifat elektris *hole* positif mirip dengan positron tetapi tidak sama.

Dalam semikonduktor, sela energi (*energy gap*) cukup kecil, sehingga eksitasi termal dari elektron melalui sela ini dapat terjadi sampai tingkat tertentu yang berguna pada temperatur kamar. Eksitasi termal dari elektron akan menaruh beberapa elektron ke dalam pita (yang hampir kosong) yang disebut pita konduksi (*conduction band*) dan akan meninggalkan keadaan kosong atau lubang (*holes*) yang sama banyaknya dalam pita valensi (*valence band*).

Padatan memiliki *band gap* yang relatif besar, sehingga kemungkinan terjadinya eksitasi elektron antara kedua pita energi tersebut sangat kecil. Apabila elektron berada pada daerah pita valensi maka padatan tersebut akan berupa suatu isolator listrik. Sebaliknya, apabila ada elektron yang menempati daerah pita konduksi, maka padatan akan berupa konduktor listrik yang baik. Semikonduktor memiliki selang energi yang relatif sempit, maka dengan sedikit penambahan atau pengurangan energi, elektron dapat dengan mudah berpindah dari pita valensi ke pita konduksi.

Pemanfaatan semikonduktor untuk remidiasi lingkungan bahan cemaran telah berhasil digunakan secara luas pada berbagai senyawa, seperti senyawa alkana, alkohol alifatik, asam karboksilat aromatik, PCB, aromatik sederhana, alkena dan alkena terhalogenasi, surfaktan, pestisida, dan deposit—deposit logam berat, seperti Pt⁺⁴, Au⁺³, Rh⁺³, dan Cr⁺⁴. Selain itu semikonduktor dipakai luas sebagai bahan tambahan dan pelengkap untuk proses pengolahan limbah beracun,

seperti insinerator temperatur tinggi, pengolahan limbah teraktivasi, pengolahan anaerobik dan pengolahan fisikokimia. Semikonduktor TiO₂, ZnO, Fe₂O₃, CdS, PbS, dan ZnS dapat bertindak sebagai sensitizer untuk proses redoks. Beberapa semikonduktor oksida dan sulfida sederhana memiliki selang energi yang cukup untuk mempromosikan atau mengkatalisis reaksi kimia dalam lingkungan, seperti TiO₂ (Eg = 3.2 eV), SrTiO₃ (Eg = 3.1 eV), ZnO (Eg = 3.2 eV), dan Fe₂O₃ (Eg = 3.1 eV), WO₃ (Eg = 2.8 eV), dan ZnS (Eg = 3.6 eV) (Hoffman, *et al.*, 1995).

2. Titanium Dioksida

Oksida TiO_2 merupakan padatan berwarna putih, mempunyai berat molekul 79.90, mengalami dekomposisi pada 1640°C sebelum meleleh, densitas 4.26 g/cm³, tidak larut dalam HCl, HNO₃ dan akuaregia tetapi larut dalam asam sulfat pekat membentuk titanium sulfat ($TiSO_4$). Titanium (Ti) adalah unsur logam transisi, dapat membentuk ion titanium (III), Ti^{3+} dan titanium (IV), Ti^{4+} . Ti(III) dicirikan dengan warna lembayung, sedangkan Ti(IV) tidak berwarna. Ion Ti(III) dalam air bersifat kurang stabil dan mudah mengalami oksidasi menjadi titanium (IV). Ion Ti(IV) berada hanya dalam larutan yang bersifat sangat asam (PI < 2.5), dapat terhidrolisis mula—mula membentuk ion titanil (TiO^{2+}) selanjutnya membentuk kesetimbangan dengan $Ti(OH)_2^{2+}$ dan Ti^{4+} atau $TiO_2.nH_2O$. (Cotton dan Wilkinson, 1988)

TiO₂ sangat stabil pada temperatur tinggi dan bereaksi lambat. Stabilitas ini dikarenakan oleh kuatnya ikatan antara ion titanium tetravalen dan ion–ion oksigen bivalen. Efek stabilitas dapat digambarkan sebagai sebuah *screening* (layar–layar) ion–ion titanium dengan enam ion–ion oksigen dalam struktur kristal. Sejumlah oksigen dengan berat yang bisa ditimbang (*weightable*) dapat dipindahkan oleh agen pereduksi tetapi hanya pada suhu beberapa ribu derajat (*centigrade*). TiO₂ dapat kehilangan sejumlah oksigen (*unweightable*) ketika berinteraksi dengan energi radian. Oksigen ini mudah bergabung lagi sebagai bagian dari reaksi fotoelektrokimia reversibel, terutama jika tidak ada material pengoksidasi. Hilangnya sejumlah oksigen ini sangat penting karena

menyebabkan perubahan yang nyata terhadap sifat–sifat optik dan elektriknya sebagai pigmen (Kampfer, 1973).

Meskipun TiO₂ tidak menyerap cahaya tampak, ia menyerap radiasi UV. Absorpsi UV oleh TiO₂ dapat menyebabkan terjadinya radikal hidroksil yang menyebabkan pigmen sebagai fotokatalis. Reaktivitas TiO₂ terhadap asam tergantung temperatur saat dipanaskan. TiO₂ yang baru mengendap larut dalam asam klorida yang pekat. Bagaimanapun TiO₂ yang telah dipanaskan pada 900°C hampir semua tidak larut dalam asam kecuali larutan sulfur panas, dimana kelarutannya meningkat dengan penambahan amonium sulfat untuk menaikkan titik didih asam dan HF (Brown,1992).

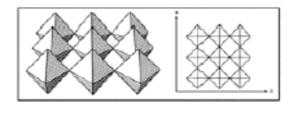
Partikel TiO₂ telah cukup lama digunakan sebagai fotokatalis pendegradasi berbagai senyawa organik. TiO₂ merupakan semikonduktor yang berfungsi sebagai fotokatalis yang memiliki foto aktivitas tinggi dan stabilitas kimia meski dalam kondisi keras sekalipun (padat / rigid). Selain itu TiO2 juga bersifat non toksik, murah, dan memiliki sifat redoks yaitu mampu mengoksidasi polutan organik dan mereduksi sejumlah ion logam dalam larutan serta tersedia secara komersial dan preparasinya mudah dilakukan di laboratorium. Sifatnya yang anorganik (logam) menjadikannya tidak cepat rusak sehingga proses yang diinginkan dapat lebih lama dan relatif menekan biaya operasional. Bentuknya yang serbuk menyebabkannya mempunyai luas muka yang besar sehingga efektif sebagai katalis maupun *catalyst support*. Berdasarkan sifat–sifat itulah TiO₂ dipandang sebagai semikonduktor katalis yang paling tepat untuk mengoksidasi atau mereduksi polutan organik. Efisiensi fotokatalitik TiO2 sangat besar dipengaruhi oleh struktur kristal, ukuran partikel, luas permukaan, dan porositas yang berbeda–beda tergantung dari metode preparasinya. Cara paling nyata untuk memperbaiki efisiensi fotokatalitik reaksi oksidasi adalah dengan meningkatkan luas muka fotokatalis. Secara praktek dibutuhkan partikel–partikel kecil TiO₂ dengan luas muka yang tinggi yang cocok pada support inert sehingga mudah untuk mendapatkan kembali effluent yang diolah. Solusi alternatifnya adalah dengan mendukungkan partikel TiO₂ pada material-material berpori dengan

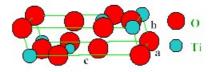
ukuran partikel yang tepat dan ini telah diteliti terhadap silika gel, karbon aktif, pasir, lempung, dan zeolit (Xu, et al,1997).

Titanium (IV) Oksida (II) mempunyai satu fase yang stabil, rutil (tetragonal) dan dua fase metastabil polimorf, brukit (*orthorhombic*) dan anatase (tetragonal). Kedua fase metastabil menjadi rutil (stabil) ketika memaparkan material pada temperature diatas 700°C (dalam keadaan murni, dan tidak ada zat aditif yang ditambahkan).

a. TiO₂ dalam Fase Metastabil Anatase

Polimorf TiO_2 anatase adalah salah satu dari dua fase metastabil bersama dengan fase brukit. Proses kalsinasi diatas 700° C semua struktur anatase berubah menjadi rutil. Struktur anatase adalah tetragonal, dengan dua unit formula TiO_2 (enam atom) per sel. Atom logam (kation Ti^{4+}) berada pada posisi 4(b):(0, ¼, 3/8) dalam unit sel, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 1. Sementara atom oksigen (anion O^{2-}) pada posisi 8(c): (0, ¼, z), dimana parameter internal z, berharga 0,1656 (Cobos, 2001).



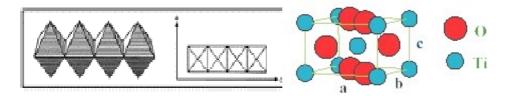


Gambar 1. Fase metastabil kristal TiO₂ anatase.

b. <u>TiO₂ dalam Fase Stabil Rutil</u>

Rutil secara termodinamika stabil pada semua temperatur dan merupakan salah satu yang paling penting dalam bijih titanium. Rutil mempunyai struktur

yang sama dengan anatase, dengan pengecualian bahwa oktahedra memiliki empat sisi daripada empat sudut. Hal ini memungkinkan terbentuknya rantai, yang tersusun dalam simetri empat lipatan (Farrell, 2001). Seperti terlihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Fase stabil kristal TiO₂ rutil

3. Silikat

Silikon jarang ditemukan secara alami dalam bentuk murninya. Silikon murni yang dikandung kerak bumi sekitar 25.7%. Silikon berikatan kuat dengan oksigen dan hampir selalu ditemukan sebagai silikon dioksida, SiO₂ (*quartz*), atau sebagai silikat (SiO₄-4). Silikon ditemukan sebagai mineral asli hanya dalam pernafasan vulkanis dan kandungan kecil dalam emas.

Kata silikon (berasal dari bahasa latin untuk batu api/geretan) dapat dikacaukan dengan *term* yang lain. Salah satu dari *term* ini adalah: Silikat / SiO₄-4. Silikat adalah mineral kation utama dalam kelompok ion SiO₄-4. *Term* yang lain adalah silika. Silika adalah suatu istilah yang digunakan dalam geologi untuk SiO₂ atau silikon dioksida dalam bentuk *quartz*, atau sebagai suatu segmen kimia dari silikat, atau silikon dioksida yang larut dalam air.

Hal yang paling besar dan paling menarik adalah bahwa, sekitar 30% dari semua mineral adalah silikat dan beberapa ahli geologi menaksir bahwa 90% kerak bumi terdiri dari silikat dalam berbagai senyawaan dan murni. Silikon dan oksigen adalah unsur yang paling melimpah dalam kandungan silikat kerak bumi.

Unit dasar kimia dari silikat adalah SiO₄ bentuk tetrahedron, anionik dengan muatan negatif empat (-4). Ion pusat silikon mempunyai muatan positif

empat dimana oksigen mempunyai muatan negatif dua (-2) maka masing-masing ikatan silikon-oksigen sama dengan setengah (1/2) dari energi ikatan total oksigen. Kondisi ini memungkinkan oksigen mengikat ion silikon sehingga menghubungkan satu (SiO₄) tetrahedron dengan yang lain.

Struktur tetrahedron silikat ini sungguh-sungguh mengagumkan karana dapat membentuk unit tunggal, unit ganda, rantai, lembaran, cincin dan struktur kerangka (Berry *et al*, 1983).

4. Surfaktan

Surface active agent atau surfaktan (zat aktif permukaan) merupakan zat yang mempunyai sifat unik pada permukaan dan antar muka. Surfaktan teradsorpsi pada daerah antarmuka kedua fasa, dan adsorpsi surfaktan menyebabkan penurunan tegangan permukaan kedua fasa.

Surfaktan tersusun dari 2 gugus yaitu gugus hidrofilik yang bersifat polar dan gugus hidrofobik yang bersifat non polar. Gugus hidrofilik surfaktan biasa disebut dengan *head* (kepala) dan gugus hidrofobiknya disebut *tail* (ekor). Konsentrasi surfaktan dalam media pelarut akan mengorientasikan kepala dan ekor membentuk misel seiring dengan kenaikan surfaktan. Konsentrasi minimal untuk membentuk satu misel disebut KKM (Konsentrasi Kritik Misel). CTABr memiliki KKM sebesar 0.92 mM pada suhu 25° C (Sutarno et al, 2002).

Surfaktan diklasifikasikan berdasarkan muatan yang dibawa oleh gugus polar, yaitu: surfaktan anionik, kationik, nonionik dan amphoterik. Dalam surfaktan anionik mengandung gugus polar bermuatan negatif misalnya dalam sabun $C_{17}H_{35}CO_2$ -Na $^+$. Karboksilat, sulfat, sulfonat, fosfat merupakan gugus yang sering ditemukan dalam surfaktan anionik. Surfaktan kationik mengandung gugus polar bermuatan positif seperti pada $(C_{18}H_{37})_2N^+$ $(CH_3)_2Cl$. Amina dan amonium merupakan gugus surfaktan kationik. Surfaktan non ionik mengandung gugus polar yang tak bermuatan seperti pada gugus ethylene oksida dan gugus hidroksil contohnya pada $C_{15}H_{31}O(CH_2CH_2O)_7H$. Surfaktan amfoterik mengandung gugus polar bermuatan positif dan negatif seperti pada $C_{12}H_{25}N^+$ $(CH_3)_2$ CH_2CO_2 -.

CTABr merupakan surfaktan ionik. Surfaktan ionik berupa garam yang bila dilarutkan dalam air akan terdisosiasi menjadi ion surfaktan dan ion lawan (*counter ion*). Bertambahnya konsentrasi surfaktan menyebabkan meningkatnya kekuatan ionik yang dapat menurunkan gaya tolak menolak antar gugus kepala. Selain itu bertambahnya konsentrasi surfaktan tidak disukai oleh ekor hidrofobik yang tidak larut dalam air(*Tiger Chemical Company*, 1997).

5. Mekanisme Pembentukan SiO₂-TiO₂

Beck *et al.*, (1994) mengajukan mekanisme pembentukan Silikat yang terdispersi dalam permukaan misel suatu surfaktan yang linier terhadap konsentrasi surfaktan. Mekanisme tersebut dipicu oleh orientasi muatan dipolar pada kedua ujung surfaktanmembentuk misel. Permukaan misel secara otomatis menciptakan medan konduksi yang mengarahkan silikat menyelimuti permukaan misel yang membentuk sistem kristal cair misel-silikat. Sistem tersebut membentuk sebuah matriks untuk dispersi TiO₂ pada permukaannya. Pendispersian TiO₂ tersebut berakibat terbentuknya ikatan SiO₂-TiO₂.

Pada proses polimerisasi TiO₂ dan SiO₂ sangat sulit dilakukan untuk mendapatkan komposisi keduanya dengan baik. Pada sintesis ini sumber TiO₂ dan SiO₂ digunakan prekusor TiCl₄ dan Na₂SO₃. Babonneau, F. *et al.*,(1994) menyarankan penggunaan Asetil asetonat untuk menghambat proses hidrolisis TiCl₄ melalui proses pengomplekan. *Rate* pembentukan berjalan lambat akibat dari sifat Ti yang kecepatan hidrolisisnya yang tinggi, proses pengadukan yang kontinyu dan lama mampu memberikan proses yang kontinyu dan mempercepat pembentukan gel.

6. <u>Cahaya Sebagai Energi</u>

Cahaya merupakan gelombang yang mempunyai dimensi panjang gelombang (λ), kecepatan (c) dan frekwensi (f) dianggap sebagai sesuatu yang mempunyai dimensi yang bergerak, yang diasumsikan seperti layaknya sebuah

materi yang bermassa m bergerak dengan kecepatan v yang mempunyai momentum sebesar mv. Selain itu cahaya dapat dianggap sebuah paket — paket cahaya yang disebut kuanta.

Kuanta tersebut tentu membawa nilai energi tertentu, yang disebut photon. Plank mendefinisikan paket energi cahaya sebagai hubungan materi dan gelombang terhadap energi sebagai E = n.h.v; dimana n murupakan banyaknya photon h (J.s) merupakan kesetaraan materi dan gelombang yang disebut sebagai tetapan plank dan *v* (*s*⁻¹) adalah bilangan gelombang. Gerakan atau posisi elektron pada orbital – orbital dalam sebuah atom/molekul merupakan sebuah gelombang yang menempati energi tertentu, jika sebuah elektron melompat dari orbital yang lebih rendah (E_1) ke orbital yang lebih tinggi (E_2), maka dibutuhkan Energi sebesar E_2 - E_1 . Energi tersebut disebut sebagai energi transisi. Dalam sebuah semikonduktor fotoelektrokimia terdapat Pita Valensi (VB) dan Pita Konduksi semikonduktor secara fotoelektrokimia dibutuhkan energi (CB). Konduksi sebesar celah VB - CB yang disebut energi gap (Eq) yang equivalent dengan sebuah panjang gelombang tertentu(λ_g), jika cahaya tersebut mengenai semikonduktor elektron pada VB melompat ke CB. Elektron yang melompat tersebut akan menghasilkan arus konduksi. Peristiwa ini disebut sebagai peristiwa fotoelektrokimia.

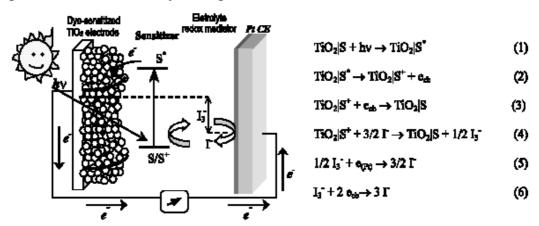
7. Karakteristik Material *Photovaltaic*

Sifat semikonduktor $TiO_2 - SiO_2$ lebih mengarah kepada sifat permukaannya yang konduktif. Mekanisme umum fotoelektrokimia pada permukaan TiO_2 yang diusulkan Hoffman *et al* (1995) adalah pembentukan pembawa muatan, hole dan elektron, pengikatan oleh hidrat primer TiO_2 , serta transfer muatan melalui dua jalur. Transfer muatan pertama, terjadi pada daerah antarmuka antara hole yang terjebak pita valensi dengan senyawa yang bersifat donor elektron. Transfer muatan kedua dapat terjadi antara elektron yang terjebak pada pita konduksi dengan senyawa yang bersifat akseptor elektron sehingga

senyawa tersebut mengalami reduksi. Transfer elektron inilah yang kemudian menimbulkan arus sehingga dapat diaplikasikan untuk *solar sel*. Fenomena ini memungkinkan pendegradasian gugus – gugus fungsi yang mudah tereduksi.

De Dood, *et al.* (2002) telah menunjukan bahwa doping logam tanah jarang (seperti ermium, Er) pada material silika dengan katalis asam menghasilkan dispersi logam yang merata dalam ukuran kristal mesopori. Sedangkan sintesis dengan katalis basa tidak berhasil oleh karena adanya fenomena agregasi yang terjadi.

Longo dan Paoli (2003) telah melakukan serangkaian percobaan dalam rangka mempelajari penginjeksian elektron yang dimanfaatkan untuk konversi energi cahaya ke energi listrik. Mereka membuat sebuah konsep konversi energi pada TiO₂ tersensitisasi *dye* sebagai berikut:

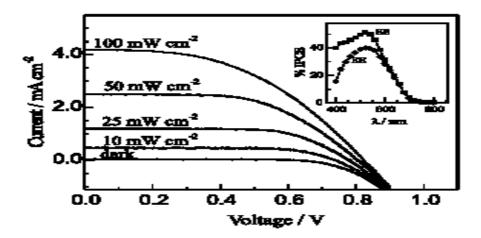


Gambar 3. Skema sel surya TiO₂ tersensitisasi *dye* dan proses yang terlibat dalam konversi energi.

Reaksi-reaksi yang terjadi dalam proses konversi energi terangkum menjadi enam reaksi sederhana. Reaksi (1) menerangkan keadaan tereksitasi *dye* oleh energi matahari. Injeksi muatan merupakan proses yang sangat cepat, biasanya dalam ukuran femtosekon (reaksi 2). Di sisi lain, rekombinasi, atau reaksi balik elektron (reaksi 3) sangat lambat dan terjadi dalam jangka waktu yang lebih lama (skala mikrosekon atau lebih lama). Laju reaksi regenerasi *dye* (reaksi 4) sangat penting untuk efesiensi sel, karena mempengaruhi efisiensi

pengumpulan elektron yaitu jumlah elektron yang meninggalkan semikonduktor dan menyumbangkan arus foto (*photocurrent*). Kinetika reaksi pada elektroda konter harus menjamin regenerasi cepat mediator muatan (reaksi 5). Elektron yang diinjeksikan bisa juga bereaksi dengan triodide. Hal ini kemungkinan terjadi melalui penjebakan dan reaksi antara. Reaksi ini juga dinamakan reaksi "*dark current*" yang merupakan mekanisme kehilangan utama (*main* loss) dalam DSSC (*Dye-Sensitized Solar Cell*) (reaksi 6).

Pengukuran konversi energi cahaya ke energi listrik ini menghasilkan kurva I-V seperti pada Gambar 4 berikut:



Gambar 4. Kurva I-V pada Berbagai Intensitas Cahaya (Dari pengukuran I – V pada pemaparan gelap dan fluks daya sinar dari 10 mW/cm² –100 mW/cm², oleh Longo dan Paoli; 2003)

Konversi energi photon menjadi energi listrik dapat dipelajari dengan penentuan kurva arus-voltase. Kurva tersebut dapat menunjukkan efisiensi konversi energi total, η , dibawah intensitas penerangan yang berbeda dan dihitung dengan persamaan (Longo dan Paoli, 2003):

$$\eta = \frac{(V_{oc}(V) . I_{sc}(A/cm^2) . FF)}{P_{in}(W/cm^2)}(3)$$

Dimana V_{oc} , I_{sc} , FF, P_{in} masing-masing merupakan voltase *open-circuit*, arus *short-circuit*, *filling factor*, dan fluks daya sumber sinar. *Filling factor* didefinisikan sebagai perhitungan daya maksimum, daerah persegi empat dibawah

kurva I-V. *Filling factor* dihitung menggunakan persamaan (Longo dan Paoli, 2003):

$$FF = \frac{V_p \cdot I_p}{V_{oc} \cdot I_{sc}} \tag{4}$$

 V_p dan I_p merupakan titik belok kurva I-V dengan daerah segi empat daya maksimum.

8. Spektroskopi UV-Vis

Pada spektrofotometer UV, sinar kontinyu dihasilkan oleh lampu awan muatan hidrogen atau deuterium (D₂), sedangkan sinar Visibel dihasilkan oleh lampu Wolfram. Panjang gelombang cahaya UV-Vis jauh lebih pendek daripada panjang gelombang radiasi IR. Panjang gelombang UV-Vis berada pada kisaran 180–800 nm (Dean, 1992:753).

Prinsip dasar spektroskopi UV-Vis adalah terjadinya transisi elektronik yang disebabkan penyerapan sinar UV-Vis yang mampu mengeksitasi elektron ke orbital yang kosong. Umumnya, transisi yang paling mungkin adalah transisi pada tingkat tertinggi (HOMO) ke orbital molekul yang kosong pada tingkat terendah (LUMO). Pada sebagian besar molekul, orbital molekul terisi pada tingkat energi terendah adalah orbital σ yang berhubungan dengan ikatan σ , sedangkan orbital π berada pada tingkat energi yang lebih tinggi. Orbital non ikatan (n) yang mengandung elektron–elektron yang belum berpasangan berada pada tingkat energi yang lebih tinggi lagi, sedangkan orbital–orbital anti ikatan yang kosong yaitu σ * dan π * menempati tingkat energi yang tertinggi (Pavia, *et al*, 2001 : 353).

Absorpsi cahaya UV-Vis mengakibatkan transisi elektronik, yaitu promosi elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan dasar yang berenergi tinggi. Transisi ini memerlukan 40–300 kkal/mol. Panjang gelombang cahaya di daerah Uv-Vis bergantung pada mudahnya promosi elektron. Molekul-molekul yang memerlukan lebih banyak energi untuk promosi elektron akan menyerap pada panjang gelombang yang lebih pendek. Molekul yang memerlukan energi yang lebih sedikit akan menyerap pada panjang

gelombang yang lebih panjang. Senyawa yang menyerap cahaya pada daerah tampak (yaitu senyawa yang berwarna) mempunyai elektron yang lebih mudah dipromosikan daripada senyawa yang menyerap pada panjang gelombang UV yang lebih pendek.

Terdapat dua jenis pergeseran pada spektra UV-Vis, yaitu pergeseran ke panjang gelombang yang lebih besar disebut pergeseran merah (*red shift*), yaitu menuju tingkat energi yang lebih rendah, dan pergeseran ke panjang gelombang yang lebih pendek disebut pergeseran biru (*blue shift*), yaitu menuju ke tingkat energi yang lebih tinggi (Simpson, *et al*, 1975:95).

9. Spektroskopi Infra Merah (FTIR)

Atom—atom di dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi (bergetar). Ikatan kimia yang menghubungkan dua atom dapat dimisalkan sebagai dua bola yang dihubungkan oleh suatu pegas.

Bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap energi dan terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (excited state).

Daerah dimana vibrasi terjadi dapat diperkirakan berdasarkan hukum Hooke sebagai berikut :

$$v = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{f(m_1 + m_2)}{m_1 \, \text{Im}_2}}$$
 (5)

dimana, $v = bilangan gelombang (cm^{-1})$ $c = kecepatan cahaya (cm s^{-1})$ $m_1 = massa atom 1 (g)$ $m_2 = massa atom 2 (g)$

f = tetapan gaya (dyne cm⁻¹ g det⁻¹)

Walaupun spektrum infra merah suatu molekul poli atom sangat rumit untuk dianalisis dalam setiap absorpsi, gugus fungsional untuk suatu molekul tampak pada daerah – daerah yang agak spesifik, seperti misalnya ikatan C-C, C-N, dan CO biasanya terletak pada daerah 800–1300 cm-1, sementara ikatan C=C, C=N, dan C=O biasanya pada daerah 1500–1900 cm-1 (Semar Hendayana, 1990).

Identifikasi terhadap jenis ikatan memiliki karakter yang berbeda (Silvertain, 1986). Identifikasi ikatan semikonduktor SiO₂-TiO₂ dilakukan dengan melakukan penyidikan serapan spesifik pada jenis-jenis ikatan SiO₂-TiO₂. Ikatan Si-O-Si teridentifikasi pada daerah 450 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi *bending*. Ikatan Si-O-Ti dan Si-O-Si ditandai dengan munculnya serapan pada daerah 790 cm⁻¹ yang merupakan *streching* simetris dari ikatan tersebut, sedangkan steching asimetris dari ikatan tersebut jatuh pada daerah 1050 cm⁻¹ (Whang *et al*, 2001).

10. Difraksi Sinar-X (XRD)

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang pendek yaitu sebesar 0.7 sampai 2.0 Å, sehingga energinya besar (lebih besar daripada energi sinar UV-Vis), dan tidak mengalami pembelokan pada medan magnet. Sinar-X terjadi bila suatu sasaran logam ditembaki oleh berkas elektron berenergi tinggi, kemudian elektron–elektron ini mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat, dan energinya diubah menjadi energi foton (*Ev*).

Seberkas sinar yang terarah jika jatuh pada kristal dengan sudut θ dan sebuah detektor diletakkan untuk mencatat sinar yang sudut hamburnya θ , setiap sinar X yang sampai ke detektor akan memenuhi persamaan hukum Bragg. Ketika θ diubah–ubah, detektor akan mencatat puncak–puncak intensitas bersesuaian dengan orde yang diramalkan. Jika jarak d antara bidang Bragg yang bersebelahan dalam kristal diketahui, panjang gelombang λ dapat dihitung (Beiser, 1991).

Hubungan antara jarak kisi kristal (d) dengan sudut yang dibentuk oleh sinar $X(\theta)$ ditunjukkan pada persamaan berikut :

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$
(6) untuk $n=1$ maka persamaan dapat diubah menjadi :

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \dots (7)$$

besarnya θ sesuai dengan jenis logam target yang digunakan.

Identifikasi suatu senyawa sintesis didapatkan dari perbandingan dengan senyawa standar terhadap puncak-puncak serapan spesifik yang bersifat seperti sidik jari dari senyawa tersebut. Peramalan dilakukan dengan metode Hanawalt (1936) dengan menghitung jumlah serapan intensitas puncak-puncak serapan dan diperbandingkan dengan jumlah intensitas serapan total. Peramalan tersebut dilakukan dengan menghitung selisih nilai $d \le 0.02$ (Jenkins, 1988).

B. Kerangka Pemikiran

Pembuatan semikonduktor SiO₂-TiO₂ dengan substrat merupakan salah satu upaya untuk mendapatkan semikonduktor fotokatalis yang mudah ditangani dan mudah didaur ulang kembali. Pemanfaatan sifat aktif antarmuka dari surfaktan sebagai *pore template* dapat meningkatkan sebaran TiO₂ yang teremban dalam jejaring silikat.

Bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂ kemungkinan dapat memperbaiki sifat material TiO₂, karena SiO₂ lebih bersifat fleksibel untuk dibentuk dibandingkan dengan TiO₂ yang makrostrukturnya relatif *rigid*. Penggunaan SiO₂ sebagai matrik pengemban TiO₂ memiliki prospek baik ditinjau dari kemungkinan modifikasi permukaannya. Keberhasilan sintesis komposit SiO₂-TiO₂ dengan proses sol-gel adalah kecepatan hidrolisis yang relatif lambat dari prekursor Titanium (TiCl₄) atau dengan pelarut alkohol dengan C yang relatif panjang, seperti isobutanol, untuk memperlambat reaksi hidrolisisnya digunakan asetil asetonat. Reaksi hidrolisis yang diperlambat dapat memberikan kesempatan terjadinya reaksi kondensasi antara monomer silikon dan titanium.

Rantai alkana dari surfaktan akan berinteraksi secara hidrofobik dengan prekusor sehingga akan mengakibatkan surfaktan terorientasi pada larutan membentuk misel, permukaan-permukaan misel yang konduktif akan mengorientasikan prekusor untuk membentuk SiO₂-TiO₂. Orientasi tersebut dipicu oleh gaya hidrofobik, gaya elektrostatik antar pasangan ion *(ion–pair)* dan gaya

antar dipole. Konsentrasi surfaktan merupakan suatu faktor penentu struktur material yang terbentuk, pada surfaktan 1% material dengan mesopori dapat terbentuk dengan suhu di bawah 800 °C (Sutarno, 2002).

Sifat fotoelektrokimia dari semikonduktor SiO₂-TiO₂ merupakan indikasi yang linier terhadap bentuk fase padatan sintesis. Temperatur kalsinasi sangat berperan dalam pembentukan bentuk fase dari bahan semikonduktor. Merunut temperatur dengan demikian berkaitan dengan penataan TiO₂ pada jejaring silikat yang lebih rigid, hal ini memungkinkan untuk memperbaiki kinerja fotoelektrokimia TiO₂.

C. Hipotesis

- 1. Semikondiktor SiO₂-TiO₂ yang disintesis dari TiCl₄ dan Na₂SiO₃ dapat disintesis.
- 2. Temperatur kalsinasi pada Semikonduktor SiO₂-TiO₂ berpengaruh terhadap fase pembentukan semikonduktor
- 3. Pembuatan semikonduktor SiO₂-TiO₂ diduga memiliki sifat fotoelektrokimia yang baik sehingga dapat digunakan untuk aplikasi sel *photovoltaic*.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan adalah metode sol—gel untuk sintesis SiO₂-TiO₂ *xero gels* dan *dip coating* untuk pembuatan semikonduktor lapis tipis pada substrat garfit.

Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi kristalinitas material dan struktur kristal bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂ dengan XRD, ikatan SiO₂-TiO₂ dengan FTIR, respon panjang gelombang visible dengan UV-Vis dan efek Fotoelektrokimia dengan sel uji buatan sendiri.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Fakultas MIPA UNS dan Sub Lab Kimia Instrumen Laboratorium Pusat Fakultas MIPA UGM pada bulan Februari 2005 - Maret 2005.

C. Alat dan Bahan

1. Alat yang digunakan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

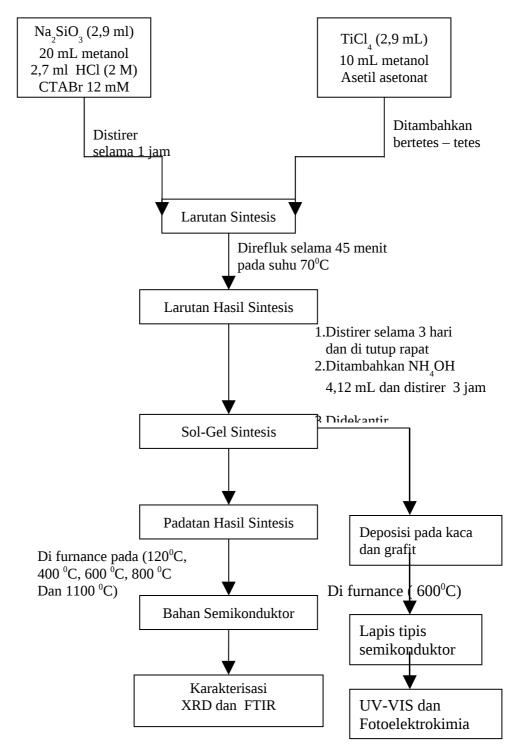
- a. Gelas beaker dari polypropilena
- b. Oven/furnace
- c. Spektrofotometer X-Ray diffraction, (Shimadzu, XR-43D, China)
- d. Spektofotometer UV-Vis (Shimadzu double beam, UV-88, China)
- e. Spektrofotometer FTIR (Shimadzu, 8201 PC, China)
- f. Alat-alat gelas (Pyrex, Iwaki).
- g. Satu Set Uji Sel Fotoelektrokimia buatan sendiri.
- h. Lampu Germanium UV (SpotLight, GV-238, Japan)
- i. Stirer (Heidelop, HX-146, Germany)

2.Bahan yang digunakan

- a. Metanol absolut p.a (Merck)
- b. Titanium(IV) klorida (TiCl₄) p.a (Merck)
- c. Na₂SiO₃ p.a (Merck)
- d. CTABr p.a (Merck)
- e. Asam klorida 37% p.a (Merck)
- f. Deionized akuades
- g. Asetil asetonat. p a (Merck)
- h. Aluminium foil.
- i. NH₄OH; p.a (Merck)
- j. Dietil eter; p.a(Merck)
- k. KI; p.a (Merck)
- l. I₂; p.a (Merck)

D. Prosedur Penelitian

1. <u>Bagan Sintesis Semikonduktor SiO₂ - TiO₂</u>



2. <u>Sintesis Semikonduktor SiO₂ - TiO₂</u>

Laruran pertama Na₂SiO₃ sebanyak 2,9 mL dilarutkan dalam 20 mL metanol dengan ditambahkan 2,7 ml HCl dan CTABr 12 mM (Dood, M.J.A., *et al.*, 2002). Larutan kedua dilarutkan (2,9 mL) TiCl₄ dalam 10 mL metanol dengan ditambahkan pengompleks asetil aseton, 10 mL, untuk mengurangi kecepatan hidrolisis dari TiCl₄ menjadi TiO₂ (Babonneau, F. *et al.*, 1994).

Larutan Na₂SiO₃ distirer dengan menggunakan stirer magnetik selama 1 jam. Kemudian larutan Na₂SiO₃ diletakkan dalam alat refluks dengan ditambahkan larutan kedua, larutanTiCl₄, sedikit demi sedikit sambil diaduk sampai proses refluks selama 45 menit pada suhu 70° C. Setelah proses refluks larutan hasil refluks diangkat dan ditutup rapat kemudian distirer selama 3 hari. Kemudian larutan ditambahkan NH₄OH sebanyak 4,12 mL dan distirer 3 jam pada suhu 70°C sampai larutan menjadi gel. Gel diambil sebagian untuk dideposisikan pada plat kaca dan grafit sebagai lapis tipis, sebagian lagi dipanaskan dengan suhu yang divariasikan. Gel bagian yang lain didekantir sampai terjadi endapan. Endapan diambil dan di furnace pada suhu 100°C selama 1 hari. Endapan yang diperoleh diekstraksi dengan dietil eter dan dikalsinasi dalam furnace dengan variasi suhu 120°C, 400 °C, 600 °C, 800 °Cdan 1100 °C, setelah kalsinasi didapatkan padatan sintesis semikonduktor SiO₂ - TiO₂ yang siap dikarakterisasi.

3. <u>Pembuatan Lapis Tipis Semikonduktor SiO₂ - TiO₂</u>

Pembuatan lapis tipis semikonduktor dilakukan dengan metode *dip coating*, dengan memapari grafit dan kaca dengan larutan gel sehingga permukaan grafit terlapisi gel SiO₂ - TiO₂, Setelah merata semikonduktor tersebut dipanaskan pada suhu 600°C, dan siap digunakan untuk menguji sifat fotoelektrokimia.

4. <u>Identifikasi Material Semikonduktor SiO₂ - TiO₂</u>

Komposisi dan kristalinitas bahan semikonduktor TiO_2 - SiO_2 hasil sintesis dapat diketahui berdasarkan spektra XRD. Caranya, padatan hasil sintesis hasil berbagai variasi pemanasan diambil sedikit; beberapa miligram; dan diukur serapannya dengan alat X-Ray Difraction Spectrometer dengan bilangan 2θ dari 5^{-} sampai 90^{0} .

5. <u>Identifikasi Ikatan Semikonduktor SiO₂ - TiO₂</u>

Ikatan yang terjadi antara prekusor di karakterisasi dengan Fourier Transform Infra Red (FTIR). Padatan hasil sintesis pada hasil pemanasan 600°C ditimbang sebanyak (1–10 mg) digerus dan dihaluskan dengan 100 mg KBr dan dibuat pelet. Sampel siap untuk dianalisis dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu 8201 PC pada interval bilangan gelombang 400–4000 cm⁻¹.

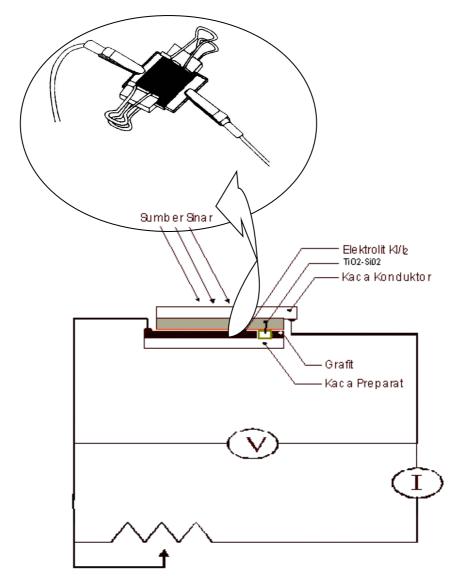
6. Pengukuran Respon Panjang Gelombang

Pengukuran respon panjang gelombang dilakukan dengan melakukan deposisi bahan semikonduktor TiO₂ - SiO₂ pada pelat kaca. Hasil tersebut kemudian dipanaskan pada suhu 120°C kemudian diukur dengan Spektroskopi Ultra Violet-Visible (UV-Vis) Double Beam Shimadzu 1601 PC pada panjang gelombang 250–800 nm.

7. <u>Penentuan Sifat Fotoelektokimia Semikonduktor SiO₂ - TiO₂</u>

Penentuan sifat ini dilakukan dengan penyinaran sinar matahari, lampu UV dan tanpa penyinaran/gelap. Preparasinya dilakukan dengan melakukan pemasangan lapis tipis semikonduktor pada alat sel fotoelektrokimia sebagai berikut: disiapkan 2 buah plat kaca; kaca konduktor dan kaca preparat; kaca preparat diamplas supaya permukaan menjadi kasar, setelah itu di lapisi dengan grafit dengan menggoreskan pensil pada kaca tersebut, disisakan permukaan kosong untuk lapis tipis semikonduktor. Lapis tipis semikonduktor dipasangkan tepat di area kosong, kemudian ditetesi elektrolit KI + I₂, preparat lapis tipis

semikonduktor kemudian ditutup dengan kaca konduktor dengan sisi yang agak menjorok untuk dihubungkan dengan alat ukur *amperemeter* dan *voltmeter* kemudian dijepit dengan penjepit selanjutnya untuk lebih jelas sell digambarkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema Sei Uji Fotoeiektrokimia.

Setelah itu sel uji diletakkan ditempat yang terbuka dan terkena sumber sinar langsung; Sinar Matahari dan Sinar Lampu UV; untuk menentukkan adanya aktifitas semikonduktor dengan membaca selang 2 menit arus dan voltasenya sampai arus sangat lemah atau mendekati nol. Sedangkan pengukuran untuk kondisi gelap, sel uji dibungkus oleh plastik hitam sehingga sinar tidak dapat menembus penyekat tersebut.

E. Teknik Analisa Data

Tingkat kristalinitas dan komposisi semikonduktor SiO_2 - TiO_2 dianalisa dari data XRD. Peak yang melebar menunjukkan kristalinitas yang buruk, sedangkan peak yang meruncing tajam menunjukkan kristalinitas yang lebih baik. Pergeseran peak menandakan terjadinya perubahan atau transformasi bentuk. Terdapatnya puncak difraksi pada $2\theta < 6^\circ$, menandakan tidak bersifat kristalin pada tingkat atomiknya (dinding pori bersifat amorf). Struktur dan system kristal semikonduktor hasil sintesis dapat diketahui berdasarkan spektra XRD-nya yang dibandingkan dengan beberapa standar spektra SiO_2 - TiO_2 . Munculnya puncak serapan karakteristik di bandingkan dengan difraktogram standar.

Karakterisasi struktur dari komposit lapis tipis dilakukan dengan menggunakan FTIR. Terjadinya polimerisasi antara SiO₂ dan TiO₂ membentuk bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂ akan ditandai dengan Gugus Si-O-Ti, dapat dikarakterisasi dari spektra IR pada 945–950 cm⁻¹, perbandingan relatif serapan pada 945-950 cm⁻¹ dengan serapan tajam pada 1100 cm⁻¹ dan kenaikan disorder dengan pelebaran pita.

Serapan panjang gelombang pada bahan semikonduktor diukur dengan UV-Vis spektrofotometer yang ditandai dengan adanya transisi elektronik yang membedakan diantara 305 sampai 309 nm yang merupakan serapan milik TiO_2 dan SiO_2 . Kemunculan Material SiO_2 - TiO_2 ditandai dengan perubahan sifat elektronik keduanya.

Sifat fotoelektrokimia diketahui dengan terbacanya arus (*I*) pada ampermeter pada alat uji fotoelektrokimia sebagai fungsi terhadap tegangan sehinga diperoleh grafik *I-V*, pada setiap saat. Stabilitas semikonduktor dapat diketahui dengan memplotkan arus terhadap waktu.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Semikonduktor SiO₂-TiO₂

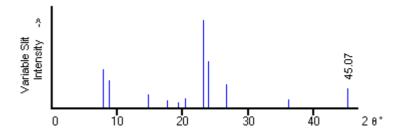
Sintesis $SiO_2 - TiO_2$ dilakukan dengan mereaksikan prekusor Na_2SiO_3 dan $TiCl_4$ melalui proses pereflukan selama 3 jam dan pemanasan 3 jam pada suhu 70 °C, dengan pelarut methanol. Menggunakan pengompleks acetil – acetonat untuk mengomplekkan $TiCl_4$ sehingga tidak langsung terhidrolisis menjadi TiO_2 (Babonneau F, *et al*, 1994). Penggunaan surfaktan dimaksudkan untuk membentuk media pengarah terhadap struktur $SiO_2 - TiO_2$ yang terbentuk.

Larutan Na₂SiO₃ diaduk selama satu jam dimaksudkan untuk membuat larutan menjadi homogen sehingga terhidrolisis menghasilkan ion – ion prekusor SiO₃²⁻ yang optimum. Surfaktan akan membentuk misel – misel terorientasi membentuk medan konduksi untuk ruang SiO₃²⁻ dipermukaan misel. TiCl₄ yang dilarutkan dalam acetil acetonat dimaksudkan agar TiCl4 terkomplekkan, tidak langsung terhidrolisis menjadi TiO₂. Larutan tersebut ditambahkan secara bertetes – tetes ke dalam larutan pertama sehingga polimerisasi SiO₂ – TiO₂ berjalan dengan perlahan sehingga kompleks Ti(IV) efektif berikatan dengan SiO₃²-. Setelah larutan tersebut direfluks penyempurnaan reaksi dilakukan dengan pengadukan selama 3 hari, sehingga larutan sintesis homogen dan mengalami polimerasi membentuk SiO₂ – TiO₂. Penambahan NH₄OH dilakukan untuk menetralisir larutan yang asam akibat penambahan HCl yang merupakan katalis dari reaksi, disamping berperan sebagai penyetabil Ti(IV). Pemanasan selanjutnya dilakukan untuk proses hidrogenasi penghilangan air pada penambahan basa. Kalsinasi dimaksudkan untuk menghilangkan surfaktan, sehingga tempat surfaktan yang ditinggalkan akan membentuk pori – pori dalam bahan semikonduktor sehingga terbentuk kristal mesopori.

B. Karakterisasi Semikonduktor SiO₂-TiO₂

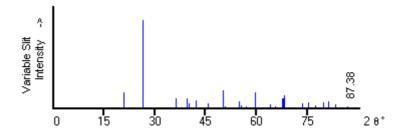
1. Difraksi Sinar-X (XRD)

Sintesis terbentuknya SiO₂-TiO₂ pada penelitian ini diklarifikasi dari hasil karakterisasi padatan hasil sintesis dengan Difraksi Sinar-X. Melalui metode komparasi terhadap senyawa standart SiO₂-TiO₂ yang disintesis oleh Reddy *et al* (1990) dalam file data JCPDS (*Joint Commite Powder on Diffraction Standard*). Difraktogram tersebut ditunjukkan oleh Gambar 6. Standar SiO₂ diambil dari Tse, J.S *et al* (1995) yang ditunjukan oleh Gambar 7, sedangkan standar TiO₂ anatase diambil dari Howard, C.J *et al* (1985) serta standar TiO₂ rutile diambil dari Swope, R.J *et al* (1995) pada Gambar 8(a) dan 8(b).

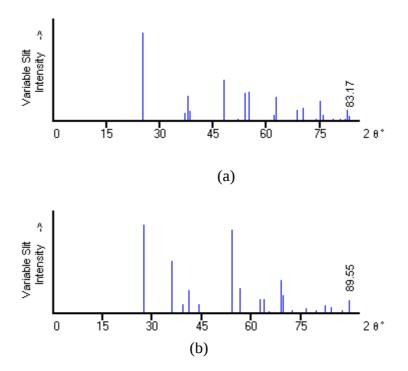


Gambar 6. Difraktogram Standar SiO₂-TiO₂ (Reddy *et al*,1990).

Difraktogram hasil karakterisasi oleh *X-Ray Diffraction* dari SiO₂-TiO₂ hasil sintesis pada penelitian ini dihasilkan beberapa SiO₂-TiO₂ dengan variasi pemanasan pada suhu 120, 400, 600, 800, dan 1100 °C. Pada sintesis ini dimungkinkan adanya SiO₂ dan TiO₂ yang bersisa atau tidak terbentuk bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂ akibat adanya faktor – faktor reaksi yang tidak diteliti, oleh karena itu padatan hasil sintesis juga akan di analisis dengan metode komparasi Hanawalt melalui difraktogram standar SiO₂ dan TiO₂ rutile maupun anatase, seperti yang dipaparkan oleh gambar – gambar berikut; Gambar 7 dan Gambar 8a dan Gambar 8b.



Gambar 7. Difraktogram Standar SiO₂ (Tse, J.S et al, 1995).

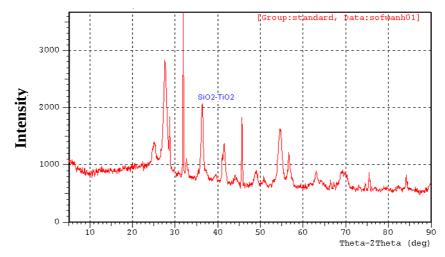


Gambar 8. (a) Difraktogram Standar TiO₂ Anatase (Howard, C.J *et al* 1985) dan (b)TiO₂ Rutile (Swope, R.J *et al* 1995).

a. Penentuan Kandungan SiO₂-TiO₂ Padatan Sintesis.

1. Kalsinasi Pada Suhu 120°C.

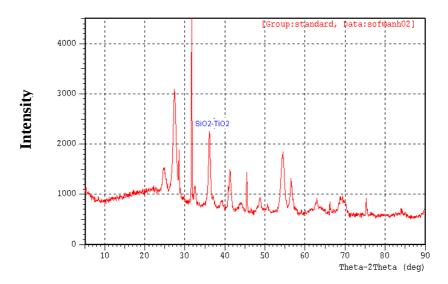
Padatan hasil pemanasan ini ditunjukkan oleh difraktogram pada Gambar 9. Dari hasil komparasi secara kuantitatif dengan metode Hanawalt; dimana setiap pola bubuk dikarakterisasi oleh kedudukan jarak d dari bidang kisi dan intensitas garis I/I1 sehingga $\Delta d < 0.02$; difraktogram yang sesuai dengan serapan standar pada d(Å) di 4,59015, 3,33609, 2,49946, 2,47377 pada serapan 2θ di $19,3217^0$, $26,7000^0$, 35,9000°, 36,2857° serapan ini bersesuaian dengan serapan di d(Å) 4.5840, 3,3420, 2,4860 ini memberikan selisih d(Å) masing – masing $\Delta d < 0,002$. Hasil serapan tersebut memberikan gambaran kualitatif bahwa padatan hasil sintesis telah mengandung bahan semikonduktor SiO₂-TiO₂. Besarnya kandungan SiO₂-TiO₂ pada padatan hasil sintesis secara kuantitatif dihitung dari hasil output data difraktogram (lihat Lampiran 2 dan Lampiran 3) menghasilkan total serapan pada intensitas terukur, pada serapan tersebut intensitas yang terukur sebesar 782, yang kemudian dibagi dengan intensitas total pada difraktogram sebesar 14845, dari data padatan hasil sintesis tersebut memiliki kandungan SiO2-TiO2 sebesar 5,2678%.



Gambar 9. Difraktogram Padatan Sintesis pada 120°C

2. Kalsinasi Pada Suhu 400°C

Hasil pemanasan padatan hasil sintesis ditunjukkan oleh difraktogram pada Gambar 10. diperoleh serapan yang sesuai pada d(Å) 3,34841, 2,48709, 1,99485 dengan I/I1 berturut – turut 5, 32, 21. nilai serapan ini sesuai dengan difraktogram standar pada d(Å) 3,3420, 2,4860, 2,0100 dengan nilai I/I1 masing – masing 26, 10, 22; pada 2 θ sekitar 26,6000°, 36,0846°, 45,4295°. Jumlah intensitas serapan tersebut sebesar 1253 dan jumlah intensitas serapan total sebesar 12912. Data tersebut memberikan gambaran bahwa padatan sintesis memiliki kandungan SiO₂-TiO₂ sebesar 8,1862%(lihat Lampiran 2 dan Lampiran 3) .



Gambar 10. Difraktogram Padatan Sintesis pada 400°C

3. Kalsinasi Pada Suhu 600°C

Pada pemanasan suhu ini menghasilkan serapan yang sesuai untuk SiO_2 - TiO_2 pada nilai serapan d(Å) pada nilai 2,47469 dengan I/I1 sebesar 50, pada 20 sekitar 36,2717° sedangkan pada difraktogram standar jatuh di d(Å) 2,4860 dengan I/I1 10. intensitas serapan padatan sintesis terukur sebesar 646 dan jumlah total serapan sebesar 5107 dengan demikian kandungan SiO_2 - TiO_2 pada padatan sintesis dengan pemanasan 600^0 C

80

[Group:standard, Data:sofwanh02]

3000

Si02:Ti02

30

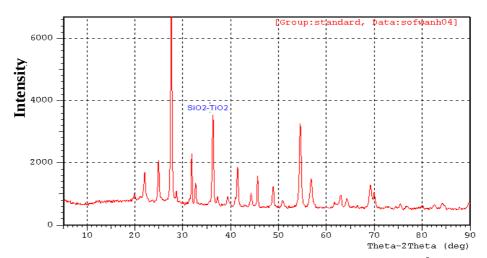
sebesar 12,6493% (lihat Lampiran 2 dan Lampiran 3). Difraktogram padatan tersebut dapat dilihat pada Gambar 11.

Gambar 11. Difraktogram Padatan Sintesis pada 600°C

4. Kalsinasi Pada Suhu 800°C

0

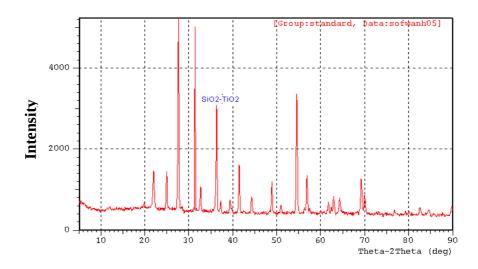
Data difraktogram, Gambar 12, menunjukkan kesesuaian serapan SiO_2 - TiO_2 pada d(Å) 2.47611 dan I/I1 50 pada 2 θ sekitar $36,2502^0$ dengan serapan standar pada 2,4860 dan I/I1 10. Jumlah intensitas serapan padatan sintesis sebesar 1232 dan jumlah intensitas serapan total sebesar 11220, dari data ini didapat kandungan SiO_2 - TiO_2 sebesar 10,9804% (lihat Lampiran 2 dan Lampiran 3).



Gambar 12. Difraktogram Padatan Sintesis pada 800°C

5. Kalsinasi Pada Suhu 1100°C

Dari hasil pemanasan pada suhu 1100° C, Gambar 13, dihasilkan serapan pada d(Å) 2,47424 dengan I/I1 55, pada 2θ sekitar 36,2785° ini sesuai dengan difraktogram standar pada d(Å) 2,4860 dengan I/I1 10. Intensitas serapan tersebut sebesar 1184 dengan jumlah intensitas serapan total sebesar 12297 sehingga kandungan SiO₂-TiO₂ pada padatan sintesis sebesar 9,6284% (lihat Lampiran 2 dan Lampiran 3).



Gambar 13. Difraktogram Padatan Sintesis pada 1100 °C

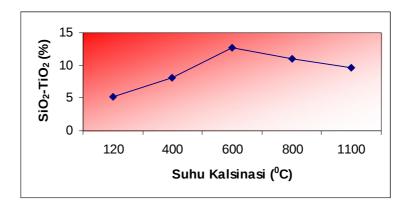
Hasil pembahasan tersebut diperoleh hubungan suhu terhadap pembentukan SiO₂-TiO₂. Data yang ditunjukkan oleh hasil karakterisasi Difraksi Sinar-X menunjukan dari suhu 400 °C ke suhu 600 °C mengalami trend naik yang tajam, ini menunjukkan bahwa suhu optimum pembentukan SiO₂-TiO₂ pada suhu di sekitar 400 °C sampai 600 °C. Setelah suhu 600 °C kandungannya kembali menurun secara perlahan.

Hasil kalsinasi pada padatan sintesis menghasilkan kandungan SiO₂-TiO₂ yang beragam. Kandungan tertinggi diperoleh pada suhu kalsinasi 600°C sebesar 12,649%. Hasil analisa kandungan SiO₂-TiO₂ dengan XRD pada pelbagai temperatur ditunjukkan oleh Tabel 1.

Suhu (°C)	Kandungan SiO ₂ -TiO ₂ (%)	Encapsullated (%)
120	5,2678	19,1984
400	8,1862	16,4808
600	12,6493	27,3350
800	10,9804	30,8378
1100	9.6284	38 3508

Tabel. 1. Kandungan SiO₂-TiO₂ dan Persentase *Encapsullated* Pada Berbagai Temperatur Kalsinasi

Data yang ditunjukkan Tabel 1, dapat dideskripsikan sebagai fase padatan sintesis terhadap suhu kalsinasi, seperti yang terlihat pada Gambar 14.



Gambar 14. Grafik Hubungan Kalsinasi dan Kandungan SiO₂-TiO₂

b. Penentuan Rendemen Padatan Hasil Sintesis

Hasil analisa difraktogram didapat kandungan SiO₂-TiO₂ maksimum sebesar 12,6493%. pada suhu 600 °C, artinya bahwa prekusor tidak sepenuhnya terbentuk SiO₂-TiO₂, melainkan terbentuk rendemen lain sebagai hasil sisa reaksi. Seperti yang telah disebutkan pada bagian awal bab ini, bahwa dimungkinkan prekusor membentuk SiO₂ dan TiO₂ yang tidak berikatan sebagai rendemen padatan hasil sintesis. Penentuan rendemen diklarifikasi dengan metode yang sama seperti di atas, dengan menggunakan metode kuantitatif Hanawalt dan metode kualitatif dengan menghitung intensitas serapan spesifik terhadap intensitas total padatan sintesis. Penggunaan analisa tersebut didapat hasil yang

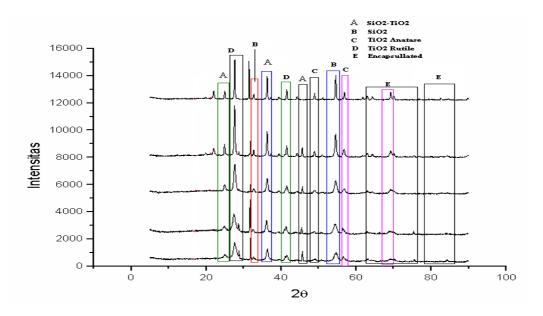
terdapat dalam Tabel 1 dan dideskripsikan sebagai hubungan suhu pemanasan dengan rendemen padatan hasil sintesis pada Gambar 16.

Tabel 2. Rendemen Padatan Hasil Sintesis.

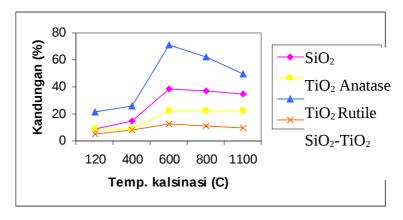
Rendemen	Suhu pemanasan (C)				
	120	400	600	800	1100
SiO ₂ (%)	9,0098	14,5833	38,3983	36,8627	35,1305
TiO₂ Anatase					
(%)	9,2018	9,0304	22,2636	22,2192	21,8671
TiO ₂ Rutil (%)	21,3675	26,0455	71,2747	62,5223	49,3210

Dari hasil analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa SiO₂ telah terbentuk pada suhu 120° C dan mengalami kenaikan sampai suhu 600° C yang memiliki jumlah optimum dalam padatan dan kemudian menurun dengan kenaikan suhu secara tidak tajam. Banyaknya fase TiO2, baik dalam bentuk anatase maupun rutile, lebih dikarenakan oleh kecepatan hidrolisis TiCl4 yang lebih mudah membentuk TiO₂ dari pada membentuk Si – O – Ti, akibatnya SiO₂ banyak yang tidak bereaksi menjadi senyawa target yang diharapkan. Serapan pada difraktogram standar dan padatan sintesis banyak terdapat penumpukan serapan yang sama, atau yang disebut dengan fenomena encapsullated akibatnya total rendemen dan senyawa target lebih besar dari 100%. TiO2 anatase mempunyai sifat lebih baik ketimbang TiO2 rutile dan mencapai bentuk sempurna pada suhu 500° C (Rahmat, 2001), pernyataan ini bersesuaian dengan apa yang terjadi pada penelitian ini, bentuk anatase mengalami kenaikan pada suhu 400 – 600° C. Pada suhu setelah 600°C pada difraktogram Gambar 15, puncak serapan rutile semakin tajam atau semakin kaya TiO₂ rutil. Seluruh kandungan padatan sintesis maksimum pada suhu 600° C setelah itu menurun secara tidak tajam, seperti ditunjukkan oleh Gambar 16.

Fenomena *encapsullated* merupakan penumpukan yang terjadi pada dua jenis atau lebih dalam suatu analisis yang memiliki sidik jari yang sama, dalam hal ini dimungkinkan TiO₂ yang *encapsullated* SiO₂, Hal ini akan berakibat kandungan senyawa secara akumulatif tidak 100%. Fenomena *encapsullated* pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 1.



Gambar 15. Difraktogram Padatan Sintesis pada 120 - 1100° C



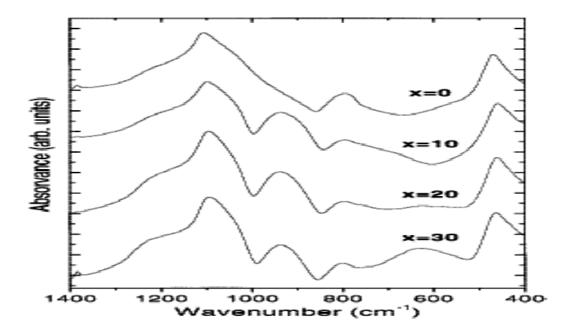
Gambar 16. Grafik Kandungan Rendemen Padatan Sintesis pada Suhu $120-1100~^{\circ}\text{C}$

2. Fourrier Transform Infra Red (FTIR)

Klarifikasi selanjutnya adalah, klarifikasi ikatan padatan hasil sintesis yang diukur dengan FTIR, untuk memperkuat dugaan dari apa yang telah dihasilkan dari analisa XRD. Pada penelitian Rainho, J.P, *et al* (2001), pada suhu pemansan 900°C dihasilkan pola serapan yang ditunjukan oleh Gambar 17. Pada penelitian tersebut Rainho mensintesis SiO₂ – TiO₂ dengan prekusor TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) dan TPOT (*Ti Isopropoxide*) dengan pelarut etanol dan melakukan variasi perbandingan kedua prekusor tersebut. Pada

karakterisasi FTIR, terdapat serapan pada 465 cm⁻¹ yang merupakan *rocking mode* dari ikatan Si-O-Si. Pada kenaikan Titania, serapan disekitar 600 cm⁻¹ meningkat, ada indikasi penguatan dari 610 cm⁻¹ – 660 cm⁻¹ ini mungkin indikasi adanya Ti(IV) yang terkoordinasi secara oktahedral pada matriks titanumsilikat. Pada serapan 800 cm⁻¹ dan 935 cm⁻¹ adalah indikasi dari vibrasi Si-O-Si dan Si-O-Ti. Serapan yang tinggi terjadi di 1100 yang merupakan *mode streching* dari Si-O asimetris.

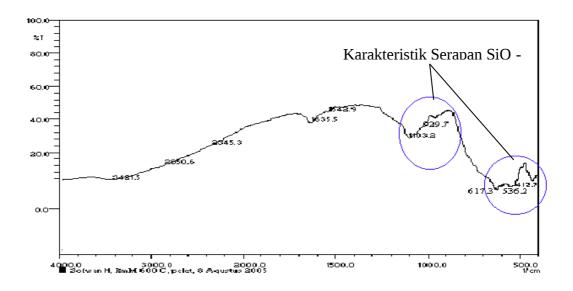
Hasil tersebut, dengan pola serapan FTIR yang dilakukan pada penelitian ini hampir tidak berbeda. Hasil karakterisasi FTIR dapat dilihat pada pola serapan yang terdeskripsikan oleh padatan sintesis yang diperlihatkan oleh Gambar 18.



Gambar 17. FTIR (100-x) $SiO_2 - xTiO_2$ pada pemanasan $900^{\circ}C$ (Rainho, J.P, *et al*, 2001).

Pada serapan FTIR pemanasan suhu 600°C dari padatan sintesis diketemukan pola-pola serapan serupa dengan apa yang dilakukan oleh Rainho (2001). Dimana ditemukan serapan pada 412,7 cm⁻¹ yang diindikasi pola serapan *rocking mode* milik Si-O-Si. Serapan sebesar 617,3 cm⁻¹

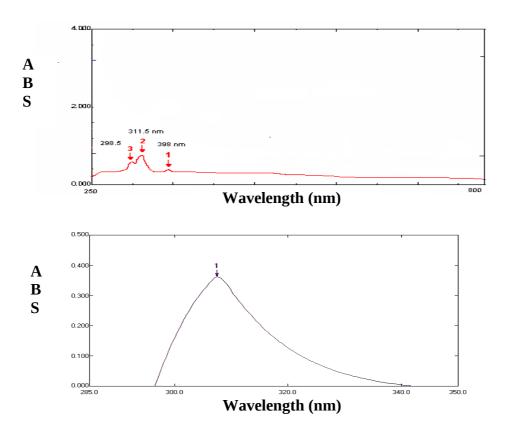
merupakan indikasi adanya Ti(IV) yang terkoordinasi secara oktahedral dalam matrik titaniumsilikat, sedangkan pada 929,7 cm⁻¹ dan 1103,2 cm⁻¹ berturut – turut menandakan adanya pola ikatan dari vibrasi Si-OH, dan pola ikatan *mode streching* milik Si-O-Si/Si-O-Ti asimetris.



Gambar 18. FTIR Semikonduktor SiO₂ – TiO₂

3. <u>Kisaran Respon Panjang Gelombang UV-Vis</u>

Pola serapan yang didapat dari analisis UV-Vis menghasilkan 3 serapan serapan pertama adalah serapan pada $\lambda_{maks} = 398$ yang merupakan karakteristik karakteristik spesifik TiO_2 anatase yang eqivalen dengan energi sebesar 3,3 eV atau merupakan Eg dari struktur tersebut (Rahmat, 2001). Tapi ini juga memberikan sinyalemen transisi elektronik $\pi \to \pi^*$ yang mungkin milik Si-O asymetris, seperti yang telah ditentukan pada FTIR. λ_{maks} kedua sebesar 311,5 dan λ_{maks} ketiga sebesar 298,5 serapan energi tinggi ini mungkin pergerseran dari tingkat HOMO dan LUMO dari TiO_2 dan SiO_2 yang telah berikatan membentuk $SiO_2 - TiO_2$. Spektra serapan spektra absorbsi UV-Vis untuk TiO_2 dan Material $SiO_2 - TiO_2$ yang mengakibatkan pergeseran secara berturut-turut red shift dan blue shift. Spektra serapan spektra absorbsi UV-Vis untuk TiO_2 dan Material $SiO_2 - TiO_2$ ditunjukan pada Gambar 19.



Gambar 19. Perbandingan Serapan UV-Vis dari (atas) $SiO_2 - TiO_2$ dan (bawah) serapan TiO_2 (Rheny,2005)

C. Karakteristik Fotoelektrokimia Semikonduktor SiO₂-TiO₂

Pada bagian ini akan dibahas sifat fotoelektrokimia dari bahan sintesis. Konversi cahaya ke dalam bentuk arus diukur secara simultan dilakukan untuk melihat karakter arus foton (photocurrent) dan voltase yang dihasilkan oleh semikonduktor SiO₂—TiO₂. Bagan perangkat pengukuran karakteristik photocurrent-voltage diperlihatkan pada Gambar 3. Semikonduktor SiO₂ — TiO₂ berperan sebagai elektroda kerja, dilapiskan pada grafit (luas = 0.785 cm²). Sedangkan grafit yang dilapiskan pada kaca lainnya (luas = 4 cm²) berperan sebagai elektroda counter. Elektrolit yang digunakan adalah KI + I₂ dan di penetrasikan diantara dua elektroda.

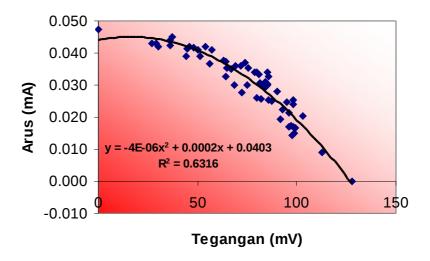
Dengan diterimanya paket energi dari matahari yang disebut foton, hu, menyebabkan elektron Ti(IV) pada Semikonduktor SiO_2 – TiO_2 tereksitasi. Elektron hasil eksitasi ini dinamakan eksiton. Eksiton ini kemudian terinjeksikan

ke pita konduksi $SiO_2 - TiO_2$. Karena material itu sendiri adalah elektroda maka pada elektroda terdapat banyak eksiton yang selanjutnya di alirkan melalui kabel ke beban. Dari beban eksiton mengalir menuju elektroda *counter*, grafit. Eksiton ditangkap, mengakibatkan elektroda kelebihan elektron. Untuk menyeimbangkannya elektron dilepaskan untuk mereduksi I_3 menjadi I. Selanjutnya I meregenerasi $SiO_2 - TiO_2$ yang teroksidasi akibat eksitasi. Kejadian ini terus berlanjut membentuk siklus sedemikian sehingga perangkat terus menghasilkan arus dan voltase yang stabil.

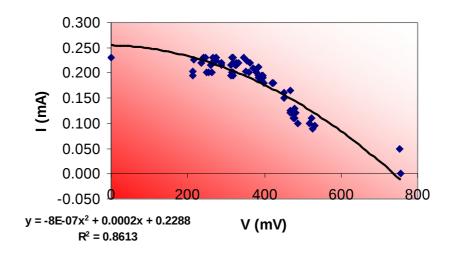
Secara keseluruhan proses-proses tersebut terangkum pada reaksi kimia berikut:

$$SiO_2 - TiO_2 + h\upsilon$$
 $SiO_2 - TiO_2^*$(1)
 $SiO_2 - TiO_2^*$ $SiO_2 - TiO_2^+ + e$(2)
 $SiO_2 - TiO_2^+ + 3/2 I^ SiO_2 - TiO_2 + \frac{1}{2} I_3^-$(3)
 $\frac{1}{2} I_3^- + e_{(C)}$ $3I^-$(4)

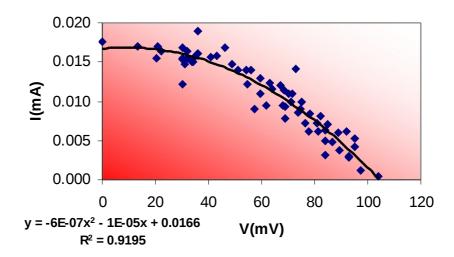
Pada kenyataanya arus tidak terus-menerus stabil, sehingga pada suatu saat tertentu arus melemah dan akhirnya mendekati nol. Sehingga dengan berjalannya waktu arus semakin mengecil. Di sisi lain voltase semakin naik sehingga bila dibuat plot arus terhadap voltase maka akan didapat kurva polinomial arus foton (*photocurrent*), I, versus voltase, V. Hasil pemaparan pada ketiga kondisi didapat kurva I-V. Kurva-kurva tersebut ditunjukkan oleh Gambar 20 sampai Gamabar 22.



Gambar 20. Kurva I-V Pada Kondisi Penyinaran Sinar Matahari.



Gambar 21. Kurva I-V pada Kondisi Penyinaran Lampu UV.



Gambar 22. Kurva I-V pada Pemaparan Kondisi Gelap.

Dari data hasil pengukuran arus-voltase diperoleh harga arus *short-current*, I_{sc} (titik potong kurva dengan sumbu y) dan voltase *open circuit*, V_{oc} (titik potong kurva dengan sumbu x) yang dicapai pada kondisi pemaparan sinar matahari dan gelap diperoleh hasil-hasil pada Tabel.3.

Tabel 3. Harga I_{sc} dan V_{oc} pada pelbagai kondisi pemaparan

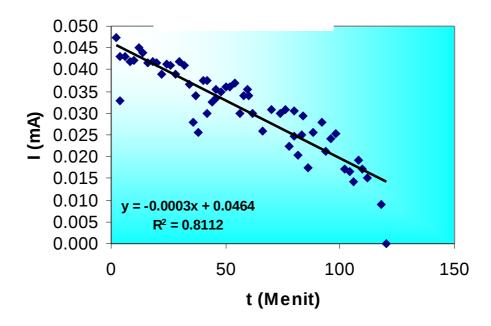
Pemaparan	I _{sc} (mA)	V _{oc} (mV)	I_p . V_p ($\mu Watt$)	FF
Sinar matahari	0.048	128	2.378	0.387
Sinar UV	0.230	755	7.920	0.456
Gelap	0.015	182	1.382	0.450

Dari tabel tersebut diperoleh harga I_{sc} dan harga V_{oc} diperoleh harga yang lebih besar dari nol. Artinya bahwa sel dapat bekerja sebagai sel yang mampu mengkonversi suatu photon ke dalam bentuk energi listrik. Pada pemaparan tanpa cahaya atau gelap arus juga timbul, seharusnya tidak diharapkan muncul, karena tidak ada photon yang menyinari bidang permukaan semikonduktor SiO_2 - TiO_2 yang disintesis; disekat dengan bahan hitam; timbulnya arus pada keadaan gelap dimungkinkan oleh adanya arus —

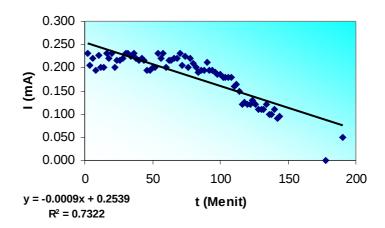
tegangan yang ditimbulkan elektrolit KI yang mampu mengalami reaksi autoredoks pada sel uji.

Harga I_{sc} dan V_{oc} terbesar diperoleh untuk pemaparan dibawah lampu UV, sedangkan untuk I_{sc} dan V_{oc} terkecil diproleh untuk pemaparan pada kondisi gelap. Untuk pemaparan dibawah lampu UV harga I_{sc} dan V_{oc} lebih besar bila dibanding pada sinar matahari hal ini karena fluks daya dibawah lampu UV lebih besar dibanding pada sinar matahari langsung. Peristiwa ini menandakan adanya pengaruh fluks daya (Watt/cm²) terhadap harga I_{sc} dan V_{oc} , semakin besar fluks daya semakin besar harga I_{sc} dan V_{oc} yang diperoleh.

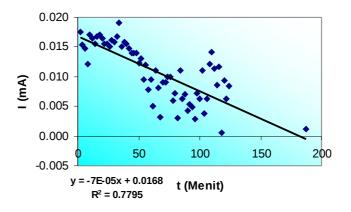
Karakteristik selanjutnya adalah stabilitas kimia yang merupakan sifat kestabilan semikonduktor pada rentang pemakaian dalam waktu tertentu. Hasil arus; I; yang tercatat diplot dengan waktu; t; pengukuran, sehingga diperoleh kurva I-t pada ketiga kondisi seperti yang terlihat pada Gambar 23, Gambar 24 dan Gambar 25.



Gambar 23. Stabilitas Fotoelektrokimia pada Penyinaran Sinar Matahari



Gambar 24. Stabilitas Fotoelektrokimia pada Pemaparan Lampu UV



Gambar 25. Stabilitas Fotoelektrokimia Kondisi Gelap

Dari kurva diperoleh harga *slope* untuk masing-masing kondisi pemaparan seperti pada Tabel 4. Harga *slope* ini menyatakan stabilitas fotoelektrokimia material SiO₂-TiO₂. Semakin besar *slope*, semakin kecil stabilitas fotoelektrokimia material. Stabilitas fotoelektrokimia untuk pemaparan dibawah sinar matahari sebesar $3x10^{-4}$, untuk penyinaran lampu UV $9x10^{-4}$, dan pada keadaan gelap $7x10^{-5}$. Data tersebut menunjukkan bahwa stabilitas fotoelektrokimia paling besar pada semikonduktor SiO₂-TiO₂ terjadi pada keadaan gelap, kemudian pada penyinaran matahari dan terakhir paling rendah stabilitas

fotoelektrokimianya dimiliki oleh pemaparan pada lampu UV. Fenomena ini mungkin diakibatkan oleh kinerja elektrolit KI yang sensitif terhadap suhu, sehingga stabilitas fotoelektrokimia dari semikonduktor cenderung menurun dengan kenaikan fluks cahaya.

Tabel 4. Harga *slope* pada pelbagai kondisi pemaparan.

Pemaparan	<i>Slope</i> (harga mutlak)
Sinar matahari	0,0003
Lampu UV	0,0009
Gelap	0,0007

Stabilitas fotoelektrokimia ini berhubungan dengan stablitas SiO_2 - TiO_2 sebagai semikonduktor. Transisi elektronik diperlukan foton dengan energi tertentu sebanding dengan hv tertentu. Selain Konversi foton ke energi listrik dalam bentuk arus, foton juga mengalami konversi menjadi panas yang menyebabkan deaktivasi karena degradasi dan penguapan elektrolit menyebabkan η menurun dan dengan demikian stabilitas juga menurun. Dengan membagi harga $(I \times V)_{max}$ dengan daya lampu pada pelbagai pemaparan maka diperoleh efisiensi konversi energi, η yang merupakan besaran yang menyatakan seberapa besar energi foton dirubah ke dalam energi listrik oleh semikonduktor seperti terlihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Harga efisiensi konversi energi, η , pada pelbagai kondisi pemaparan.

Pemaparan	η
Sinar matahari*	3,029 x 10 ⁻⁴
Lampu UV	3,960 x 10 ⁻⁴
Gelap	-

^{*}Sinar matahari (pada pukul 13.30) sebanding dengan intensitas 100 mW/cm² (Rostalski dan Meissner", 2000).

Penelitian yang dilakukan Yoni (2005) menunjukkan adanya perbedaan yang mencolok. Bahan semikonduktor SiO_2 - TiO_2 tanpa perlakuan kalsinasi atau dalam bentuk gel. Hasil tersebut menghasilkan efisiensi foton ke arus listrik (η) pada kondisi pemaparan pada sinar matahari sebesar 7.1×10^{-7} . Pada penelitian ini didapat hasil yang lebih baik pada kondisi yang sama dengan harga η 3,029 x 10^{-4} , hasil ini menunjukkan peningkatan harga η yang sangat besar, yaitu sebesar 2,023 x 10^{-4} atau mengalami peningkatan sebesar 28.492,958%. Hasil ini mungkin terjadi karena kinerja bahan semikonduktor dengan kalsinasi meningkat, pada kalsinasi dimungkinkan bahan pengotor menguap/hilang karena panas akibatnya tingkat kemurnian pada bahan semikonduktor mengalami peningkatan sehingga kinerja bahan semikonduktor lebih baik dalam mengkonversi foton ke energi listrik.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Dari hasil pembahasan penelitian di atas dapat disimpulkan beberapa hal, diantaranya:

- Semikonduktor SiO₂ TiO₂ dapat disintesis dari prekusor Na₂SiO₃
 dan TiCl₄ dengan pengompleks asetil aceton serta CTABr Sebagai pore template melalui metode sol gel dan dip coating.
- 2. Sintesis semikonduktor $SiO_2 TiO_2$ mencapai puncak maksimum pada kalsinasi dengan temperatur $600\,^{0}$ C dengan kandungan sebesar 12.6493% dengan rendemen SiO_2 sebesar 38,3983%, TiO_2 anatase sebesar 22,2636%, dan TiO_2 rutile sebesar 71,2747%.
- 3. Karakteristik Fotoelektrokimia Semikonduktor SiO_2 TiO_2 memiliki kemampuan untuk mengkonversi energi photon ke arus listrik, efisiensi konversi energi, η , pada kondisi pemaparan sinar matahari dan lampu UV diperoleh harga berturut-turut sebesar 3.029×10^{-4} dan 3.960×10^{-4} .

B. Saran

Perlu dikaji lebih lanjut mengenai prekusor yang lain untuk mendapatkan kandungan $SiO_2 - TiO_2$ yang lebih baik dan pengaturan suhu untuk mendapatkan kandungan rendemen yang kaya $SiO_2 - TiO_2$ sehingga kandungan yang lain minimal. Mengkaji elektrolit KI terhadap pengaruh panas yang ditimbulkan sumber sinar. Serta mengkaji metode yang digunakan untuk sintesis semikonduktor $SiO_2 - TiO_2$.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 1997, *Surfactant Guide and Formulary*, 1997 Edition, Tiger Chemical Company.
- Babonneau, F., Dire, S., Bonhomme, Coury, L., and Livage, L., 1994, *Sol-Gel Synthesis of Heterometallic Oxopolymers*, American Chemical Society, 140-141.
- Beck, J.S., Vartuli, J.C., Kresge, C.T., Roth, W.j., Kennedy, G.J., Schramm, S.E., 1994, *Molecular or SupraMolecular Templating: Defining tehe Role of Surfactant Chemistry in the Formation of Microporous and Mesoporous Molecular Sieves*, Chem. Matter., 6, 1816-1821.
- Beiser, A., 1991, Konsep Fisika Modern, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Berry, Mason, Dietrich, 1983, *Mineralogy: Concept, Descriptions, Determinations*, Second Edition, W.H Freeman Company, New York.
- Brown, G.N., Birks, J.W., and Koval, C.A., 1992, *Development and Characterization of a Titanium-Dioxide Based Semiconductor Photoelectrochemical Detector*, Anal. Chem., 64, 427-434.
- Cobos, I.A.J., 2001, *Metal Additive Distribution in TiO*₂ *and SnO*₂ *Semiconductor Gas Sensor Nanostructured Materials*, Departament d'Electrònica Universitat de Barcelona, 27-28.
- Cotton, F. A., and Geoffrey Wilkinson, 1988., *Advance Inorganic Chemistry*, 5th edition. John Wiley and Sons, New York.
- Cotton, F. A., *et al.*, 1995., *Basic Inorganic Chemistry*, 3th edition. John Wiley and Sons, New York.
- Dean, J.A., and Wilkinson, 1988, *Lange's Handbook of Chemistry*, 14th Edition, Mc Graw Hill Book Company Inc. Kogakusha Company Ltd, Tokyo.
- de Dood, M. J. A., Berkhout, B., and Polman, A., 2002, *Acid-Based Synthesis of Monodisperse Rare-Eart-Doped Colloidal SiO*₂ *Spheres*, Chem. Mater, 14, 2849-2853.
- Farrell, A., 2001, Synthesis Effects on Grain Size and Phase Content in the Anatase-Rutile TiO₂ System, A Thesis, 8-9.

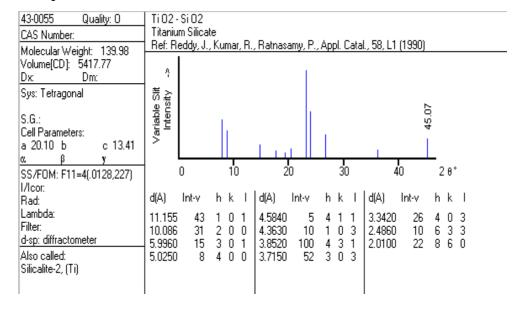
- Hoffman, M.R., Martin, S.T., Choi, W., and Bahnemann, D.W., 1995, *Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis*, Chem. Rev., 95, 69-96.
- Jenkins, R., 1988, *X-Ray Flourescence Spectrometry*, John Wiley and Sons, New York.
- Kampfer, W.A, 1973, *Pigment Handbook: Properties and Economies*, *Volume 1*, John Wiley and Sons, New York.
- Lawrence, M.J., 1995, *Surfactant System: Their Use in drug delivery*, Chem. Soc. Rev., 417-424.
- Linsebigler, ,A.L., Lu, G., Yates, J.t., 1995, *Photocatalysis on TiO*₂ *Surfaces: Principles, Mechanism, and Selected Result*, Chem. Rev., 95, 735-758.
- Liu, F., Wang, T., Li, J.Q., and Zhay, M.C., 2002, *Optical and Magnetic properties of Co-TiO*₂ Sandwich Composite Films Grown by Magnetron Sputtering.
- Longo, C., and Paoli De Marco-A, 2003, *Dye-Sensitized Cells: A Successful Combination of Material*, J. Braz. Chem. Soc., 6, 889-901.
- Nasr, C., Vinodgopal, K., Fisher, L., Hotchandani, S., Chattopadhay, A.K., and Kamat, P.V., 1996, *Environmental Photochemistry on Semiconduktor Surface*. J. Phys. Chem.,100, 8436-8442.
- Ohashi Fumikiho, Maeda. M, Inukai. K, Suzuki. M, Tomura Shinji., 1999, Study
 On Intelligent Humidity Control Materials: Water Vapor Adsorption
 Properties Of Mesostructrured Silica Derived From Amorphous
 Fumed Silica, Journals Of Materials Science, Vol. 34(1999), Kluwer
 Academic Publishers, 1341-1346.
- Pavia, L.D., Lapman, B.M., and Kriz, G.S, 2001, *Introduction to spectrometry*, 3th Edition, Department of Chemistry Western Washington University, Washington.

- Rachmat, T.T., dan Jarnuzi, G., 2001, *Preparasi Lapisan Tipis TiO*₂ *sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara ketebalan dan aktifitas Fotokatalisis*, Makara, 81-91.
- Rainho, J.P., Rocha, J., Carlos, L.D., and Almeida, R.M., 2001, ²⁹Si Nuclear-Magnetic Resonance and Vibrational Spectroscopy Studies of SiO₂—TiO₂ Powders Prepared by the Sol-gel Process, J. Mater. Res., 16, 2369-2376.
- Rostalski J., and Meissner D., 2000, *Monochromatic versus SolarEeficiencies of Organic Solar Cells*, Solar Energy Materials & Solar Cells, 61, 87-95.
- Schmidt, H.; Mennig, M., 2003, *Wet Coating Technologies for Glass*, Institut für Neue Materialien, Germany.
- Seeger K., 1988., *Semiconductor Physics An Introduction*, 4th Edition, Springer Verlag, Berlin.
- Semar Handayana, 1990, Kimia Analitik Instrumen, IKIP Semarang, Semarang.
- Silverstain R.M, Bassler G.C, and Morril T.C., 1980, *Penelidikan Spektrometrik Senyawa Organik*, *Edisi Keempat*, Erlangga, Jakarta.
- Sutarno, Yateman, A., 2002, Konversi Abu Layang Menjadi Aluminosilikat Mesopori Fasa Hexagonal (MCM-41) Untuk Aplikasi Katalitik, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Whang, C. M., Yeo, C. S., Kim, Y. H., 2001, *Preparation and Characterization of Sol-Gel Derived SiO*₂-*TiO*₂-*PDMS Composite Films*, Bull. Korean chem. Soc, Vol 22, 12.
- Xu, Ximing, and Cooper, H.L., 1997, *Photoactivity of Titan Dioxide Supported on MCM*, *Zeolite X and Zeolite Y*, Jour. Phys. Chem, Vol 101, 3115
- Yoni, F., 2005, Sintesis Material Photovoltaic dengan Penambahan Senzitizer Kompleks Mn(II) pada Material Nanoporous Hibrid TiO₂-SiO₂ Berbasis MLCT, Skripsi, FMIPA UNS, Surakarta.

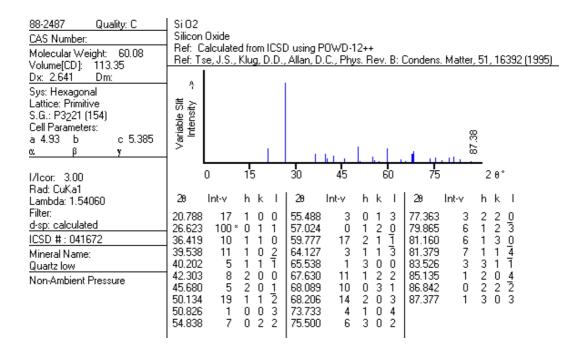
LAMPIRAN

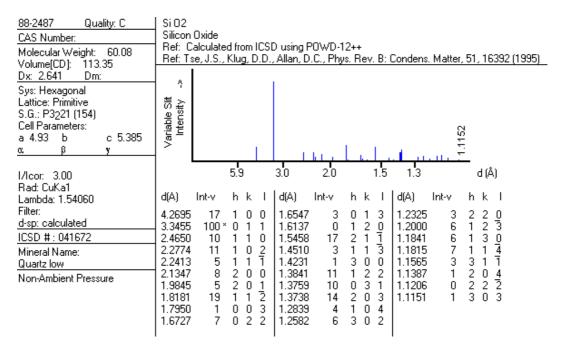
Lampiran 1. Spektra Standar XRD.

a. <u>Spektra Standar SiO₂ – TiO₂</u>

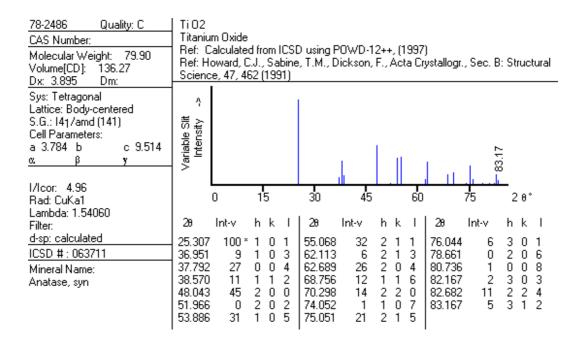


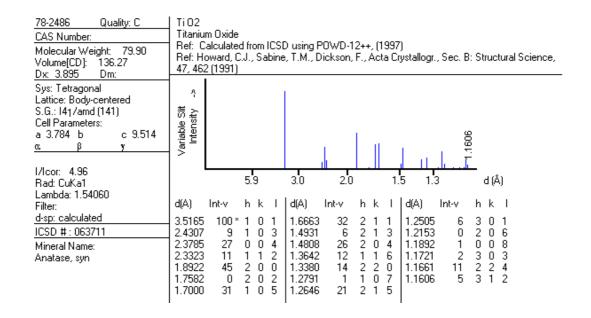
b. <u>Spektra Standar SiO</u>₂



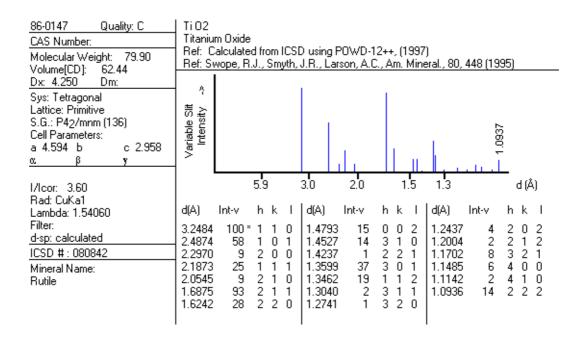


c. <u>Spektra StandarTiO₂ Anatase</u>





d. Spektra Standar TiO₂ Rutile



78

Lampiran 3. Perhitungan Kuantitatif SiO₂, TiO_{2(anatase/rutile)} dan SiO₂-TiO₂

Perhitungan kandungan SiO₂, TiO_{2(anatase/rutile)} dan SiO₂-TiO₂ diambil pada material sintesis pada kalsinasi 600 °C. Perhitungan yang lain analog dengan perhitungan dibawah ini. Diketahui jumlah intensitas (*Intensity Counts*) total pada difraktogram material semikonduktor pada kalsinasi 600 °C adalah **5107**.

a. Perhitungan SiO₂

SiO₂ Standar		SiO ₂ Material Semikonduktor				
2ø	d (Å)	2ø	d (Å)	1/11	Intensity Counts	∆ d
36.419	2.4650	36.2717	2.47469	50	646	-0.010
39.538	2.2774	39.3875	2.28581	6	78	-0.008
46.680	1.9845	45.6133	1.98724	14	184	-0.003
50.826	1.7950	50.8656	1.79368	3	43	0.001
54.838	1.6727	54.5121	1.68200	47	614	-0.009
57.024	1.6137	56.7361	1.62123	17	221	-0.008
64.127	1.4510	64.1437	1.45071	5	62	0.000
83.526	1.1565	84.1757	1.14924	4	58	0.007
87.377	1.1151	89.7000	1.09223	4	55	0.023
					1961	

[%] Kandungan SiO₂ pada material semikonduktor adalah;

b. Perhitungan TiO_{2(Anatase)}

TiO ₂ Anatase Standar		TiO₂ Anatase Material Semikonduktor				
2ø	d (Å)	2ø	d (Å)	1/11	Intensity Counts	∆ d
53.886	1.7000	54.5121	1.68200	47	614	0.018
62.113	1.4931	61.9000	1.49779	3	44	-0.005
62.689	1.4808	62.8592	1.47723	8	106	0.004
68.756	1.3642	69.2500	1.35568	14	182	0.009
70.298	1.3380	69.9500	1.34381	10	133	-0.006
82.682	1.1661	84.1757	1.14924	4	58	0.017
				·	1137	

[%] Kandungan TiO_{2(Anatase)} pada material semikonduktor adalah;

c. Perhitungan TiO_{2(rutike)}

[%] SiO₂ = Jumlah Intensitas terhitung/ Intensitas total

[%] $SiO_2 = 1961/5107 \times 100\% = 38,3983\%$

[%] TiO_{2(Anatase)} = Jumlah Intensitas terhitung/ Intensitas total

[%] $TiO_{2(Anatase)} = 1137/5107 \text{ X } 100\% = 22,2636\%$

TiO ₂ Rutile Standar		TiO ₂ Rutile Material Semikonduktor					
2ø	d (Å)	2ø	d (Å)	1/11	Intensity Counts	∆ d	
	3.2484	27.6283	3.22607	100	1302	0.0223	
	2.4874	36.2717	2.47469	50	646	0.0127	
	2.2970	39.3875	2.28581	6	78	0.0112	
	2.1873	41.4258	2.17792	24	311	0.0094	
	2.0545	44.1507	2.04962	7	93	0.0049	
	1.6875	54.5121	1.68200	47	614	0.0055	
	1.4793	62.8592	1.47723	8	106	0.0021	
	1.4527	64.1437	1.45071	5	62	0.0020	
	1.3599	69.2500	1.35568	14	182	0.0042	
	1.3462	69.9500	1.34381	10	133	0.0024	
	1.1485	84.1757	1.14924	4	58	-0.0007	
	1.0936	89.7000	1.09223	4	55	0.0014	
					3640		

[%] Kandungan $TiO_{2(rutile)}$ pada material semikonduktor adalah;

d. Perhitungan SiO₂-TiO₂

SiO ₂ -TiO	₂ Standar	Si	O ₂ -TiO ₂ Ma	aterial	Semikonduk	ctor
2ø	d (Å)	2ø	d (Å)	1/11	Intensity Counts	∆ d
36.100	2.4860	36.2717	2.47469	50	646	0.0113

[%] Kandungan SiO₂-TiO₂ pada material semikonduktor adalah;

e. Perhitungan Encapsullated

 $^{\% \}text{ TiO}_{2(\text{rutile})} = \text{Jumlah Intensitas terhitung} / \text{Intensitas total}$

[%] $TiO_{2(rutile)} = 3640/5107 \text{ X } 100\% = 62,5223\%$

[%] SiO_2 - TiO_2 = Jumlah Intensitas terhitungan / Intensitas total

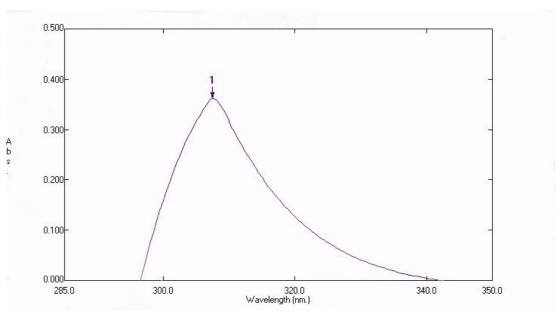
[%] SiO_2 - $TiO_2 = 646/5107 X 100% = 12,6493%$

	d (Å) Standa	ar		Material Induktor	Δ	4
SiO ₂	TiO₂ Anatase	TiO ₂ Rutile	l d (Å)		Δ	u
2.4650	-	2.4874	646	2.47469	-0.0097	-0.0097
2.2774	1	2.2970	78	2.28581	-0.0084	-0.0084
1.6727	ı	1.6875	614	1.68200	-0.0093	-0.0093
1.1565	-	1.1492	58	1.14924	0.0073	0.0073
			1396			

[%] Encapsullated pada material semikonduktor adalah; % Encapsullated = Jumlah Intensitas terhitungan / Intensitas total

[%] Encapsullated = 1396/5107 X 100% = 27,3350%

a. Spektra Standar TiO₂



(Rheny, 2005)

File Name: DTIO2A

Created: 10:21 09/27/04

Data : Original

Measuring Mode : Abs.
Scan Speed : Medium
Slit Width : 2.0
Sampling Interval : 0.5

No. Wavelength (nm.) Abs. 1 307.50 0.3625

b. Spektra SiO₂ – TiO₂

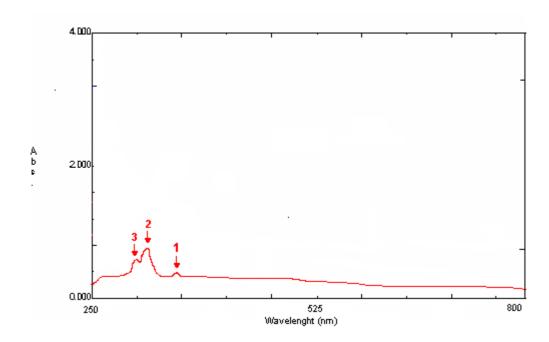
File Name: OVAN MANING

Created: 01:12 09/05/05

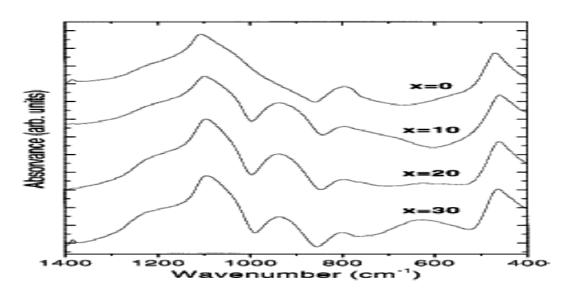
Original Data:

Measuring Mode: Scan Speed: Abs. Fast Slit Width: 2.0 Sampling Interval: 0.5

No.	Wavelength (nm.)	Abs.
1	398.00	0.5377
2	311.50	0.8843
3	298.50	0.6351

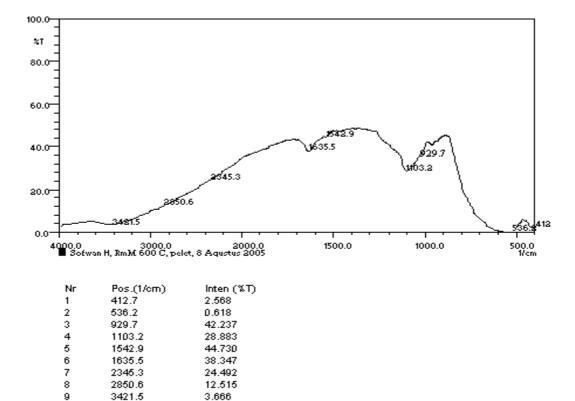


Lampiran 5. Spektra FTIRa. Spektra Standar SiO₂ – TiO₂



(Rainho., J.P, 2001)

b. Spektra $SiO_2 - TiO_2$



Lampiran 6. Data Pengukuran Photocurrent

3421.5

a. Kondisi Pemaparan Sinar Matahari

3.666

Arus	Tegangan	Waktu	Arus	Tegangan	Waktu
(mA)	(mV)	(Menit)	(mA)	(mV)	(Menit)
0.048	0	2	0.030	82	62
0.043	27	4	0.034	81	64
0.043	29	6	0.026	80	66
0.042	30	8	0.034	85	68
0.042	36	10	0.031	84	70
0.045	37	12	0.035	75	72
0.044	36	14	0.030	85	74
0.042	45	16	0.031	82	76
0.042	46	18	0.022	93	78
0.042	48	20	0.031	85	80
0.039	44	22	0.030	68	82
0.041	45	24	0.029	84	84
0.041	50	26	0.018	97	86
0.039	51	28	0.026	98	88
0.042	54	30	0.033	86	89
0.041	57	32	0.028	90	92
0.037	56	34	0.021	96	94
0.028	72	36	0.024	98	96
0.026	82	38	0.025	86	98
0.038	63	40	0.025	95	80
0.038	64	42	0.017	96	102
0.033	64	44	0.017	99	104
0.035	65	46	0.014	98	106
0.035	67	48	0.019	92	108
0.036	69	50	0.017	98	110
0.036	72	52	0.015	99	112
0.037	74	54	0.025	88	114
0.030	75	56	0.020	103	116
0.034	79	58	0.009	113	118
0.034	80	60	0.000	128	120

b. <u>Kondisi Pemaparan Lampu UV</u>

Arus	Tegangan	Waktu	Arus	Tegangan	Waktu
(mA)	(mV)	(Menit)	(mA)	(mV)	(Menit)

0.230	0	2	0.200	359	76
0.204	212	4	0.220	364	78
0.220	235	6	0.210	371	80
0.195	214	8	0.200	378	82
0.226	215	10	0.190	386	84
0.200	250	12	0.195	384	86
0.200	263	14	0.195	385	88
0.230	245	16	0.212	386	90
0.220	235	18	0.195	392	92
0.230	240	20	0.195	396	94
0.200	254	22	0.190	395	96
0.215	261	24	0.185	392	98
0.215	261	26	0.185	394	100
0.220	262	28	0.180	398	102
0.230	265	30	0.180	421	104
0.230	274	32	0.180	421	106
0.225	274	34	0.180	423	108
0.230	275	36	0.160	450	110
0.220	289	38	0.165	467	112
0.215	287	40	0.150	451	114
0.220	288	42	0.120	468	116
0.215	312	44	0.125	468	118
0.195	314	46	0.120	474	120
0.195	317	48	0.120	478	122
0.200	316	50	0.130	479	124
0.200	316	52	0.120	475	126
0.230	315	54	0.110	475	128
0.220	317	56	0.110	476	130
0.230	317	58	0.110	479	132
0.200	318	60	0.120	482	134
0.215	323	62	0.100	486	136
0.215	326	64	0.100	517	138
0.220	328	66	0.110	523	140
0.220	331	68	0.090	526	142
0.230	346	70	0.095	531	144
0.204	352	72	0.050	754	190
0.225	354	74	0.000	755	178

c. Kondisi Gelap

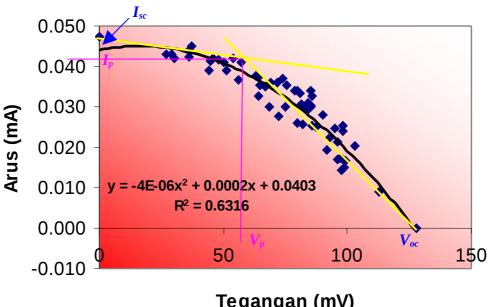
Arus	Tegangan	Waktu	Arus	Tegangan	Waktu
(mA)	(mV)	(Menit)	(mA)	(mV)	(Menit)
0.018	0	2	0.008	82	

0.015 30 4 0.003 84 68 0.015 31 6 0.009 57.3 70 0.012 30 8 0.009 74.7 72 0.017 13.3 10 0.010 75.1 74 0.016 32 12 0.010 71.1 76 0.016 20.6 14 0.006 89 78 0.017 30 16 0.007 76.4 80 0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96						
0.012 30 8 0.009 74.7 72 0.017 13.3 10 0.010 75.1 74 0.016 32 12 0.010 71.1 76 0.016 20.6 14 0.006 89 78 0.017 30 16 0.007 76.4 80 0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100	0.015	30		0.003	84	68
0.017 13.3 10 0.010 75.1 74 0.016 32 12 0.010 71.1 76 0.016 20.6 14 0.006 89 78 0.017 30 16 0.007 76.4 80 0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 35 30 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100<	0.015	31	6	0.009	57.3	70
0.016 32 12 0.010 71.1 76 0.016 20.6 14 0.006 89 78 0.017 30 16 0.007 76.4 80 0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 41 40 0.004 89.3 104 </td <td>0.012</td> <td>30</td> <td>8</td> <td>0.009</td> <td>74.7</td> <td>72</td>	0.012	30	8	0.009	74.7	72
0.016 20.6 14 0.006 89 78 0.017 30 16 0.007 76.4 80 0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104<	0.017	13.3	10	0.010	75.1	74
0.017 30 16 0.007 76.4 80 0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 <td>0.016</td> <td>32</td> <td>12</td> <td>0.010</td> <td>71.1</td> <td>76</td>	0.016	32	12	0.010	71.1	76
0.017 21.1 18 0.003 93 82 0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 10	0.016	20.6	14	0.006	89	78
0.016 22.2 20 0.011 70.2 84 0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 54 46 0.014 72.9 1	0.017	30	16	0.007	76.4	80
0.016 30 22 0.006 92 86 0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.012 63 50 0.009 73.8 11	0.017	21.1	18	0.003	93	82
0.016 32 24 0.007 84.9 88 0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.012 63 50 0.009 73.8 <td< td=""><td>0.016</td><td>22.2</td><td>20</td><td>0.011</td><td>70.2</td><td>84</td></td<>	0.016	22.2	20	0.011	70.2	84
0.015 34 26 0.004 95 90 0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 <t< td=""><td>0.016</td><td>30</td><td>22</td><td>0.006</td><td>92</td><td>86</td></t<>	0.016	30	22	0.006	92	86
0.016 36 28 0.005 95 92 0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64	0.016	32	24	0.007	84.9	88
0.016 35 30 0.005 86.7 94 0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9	0.015	34	26	0.004	95	90
0.017 46.2 32 0.003 93 96 0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84	0.016	36	28	0.005	95	92
0.019 36 34 0.007 80.9 98 0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2	0.016	35	30	0.005	86.7	94
0.015 33.9 36 0.006 77.8 100 0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3	0.017	46.2	32	0.003	93	96
0.016 43 38 0.011 71.6 102 0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.019	36	34	0.007	80.9	98
0.016 41 40 0.004 89.3 104 0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.015	33.9	36	0.006	77.8	100
0.015 49 42 0.006 81.3 106 0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.016	43	38	0.011	71.6	102
0.014 54 44 0.012 54.7 108 0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.016	41	40	0.004	89.3	104
0.014 56 46 0.014 72.9 110 0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.015	49	42	0.006	81.3	106
0.014 51 48 0.011 68.4 112 0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.014	54	44	0.012	54.7	108
0.012 63 50 0.009 73.8 114 0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.014	56	46	0.014	72.9	110
0.013 59.4 52 0.012 64 116 0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.014	51	48	0.011	68.4	112
0.010 68 54 0.001 104 118 0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.012	63	50	0.009	73.8	114
0.012 67 56 0.009 68.9 120 0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.013	59.4	52	0.012	64	116
0.008 69 58 0.006 84 122 0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.010	68	54	0.001	104	118
0.010 61.8 60 0.008 78.2 124 0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.012	67	56	0.009	68.9	120
0.005 84 62 0.001 97.3 126	0.008	69	58	0.006	84	122
	0.010	61.8	60	0.008	78.2	124
0.011 59.6 64	0.005	84	62	0.001	97.3	126
	0.011	59.6	64			

Lampiran 7. Perhitungan Efisiensi, η , dan Filling Factor, FF, dari Kurva I-V.

a. <u>Kurva I-V pada Sinar Matahari</u>

Kurva I-V Matahari



Tegangan (mV)

= Titik potong kurva dengan sumbu y.

= Titik potong kurva dengan sumbu x.

= Plot titik ekstrapolasi kurva terhadap sumbu y.

= Plot titik ekstrapolasi kurva terhadap sumbu x.

Dari grafik diatas diperoleh besaran-besaran berikut:

$$I_{sc} = 0,048 \text{ mA}$$
; $V_{oc} = 128 \text{ mV}$; $I_p = 0,041 \text{ mA}$; $V_p = 58 \text{ mV}$.

Efisiensi konversi energi cahaya ke energi listrik, η, dicari dengan persamaan berikut:

$$\eta = \frac{(V_{oc}(V) . I_{sc}(A/cm^2) . FF)}{P_{in}(W/cm^2)} \text{ atau } \eta = \frac{V_p . I_p(W/cm^2)}{P_{in}(W/cm^2)}(1)$$

dengan P_{in} = Fluks daya sumber sinar yang digunakan.

Fluks daya sinar matahari yang digunakan eqivalen dengan 100 mW/cm² karena sinar matahari mengandung 10% UV maka P_{in} dianggap 10 mW/cm^2 .

Luas sel = 0.785 cm^2 .

Beban = 500Ω

Besaran-besaran yang sesuai dimasukkan ke dalam persamaan (1), maka;

$$\eta = \frac{V_p \cdot I_p (W/cm^2)}{P_{in} (W/cm^2)}$$

$$\eta = \frac{58mV \times 0.041mA / 0,785 cm^2}{10 mW/cm^2}$$

$$\eta = \frac{3.029 \ \mu W / cm^2}{10 \ mW / cm^2}$$

$$\eta = \frac{3.029 \times 10^{-3} \, mW \, / \, cm^2}{10 \, mW \, / \, cm^2}$$

 $\eta = 3.029 \times 10^{-4}$ untuk asumsi 10% UV dalam sinar matahari.

 $\eta = 3.029 \ 10^{-5}$ tanpa asumsi 10% UV; Fluks daya sinar eqivalen dengan sinar matahari 100 mW/cm²

Harga FF diperoleh dengan menggunakan persamaan berikut:

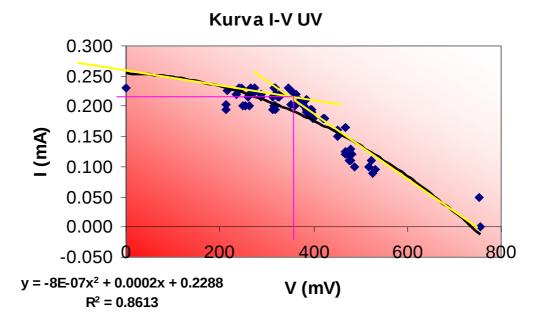
$$FF = \frac{V_p \cdot I_p}{V_{oc} \cdot I_{cc}} \tag{2}$$

Besaran-besaran yang sesuai dimasukkan dalam persamaan (2), maka;

$$FF = \frac{58mV \cdot 0.041mA}{128mV \cdot 0.048mA}$$

$$FF = 0.387$$

b. <u>Kurva I-V Pada Penyinaran Lampu UV</u>



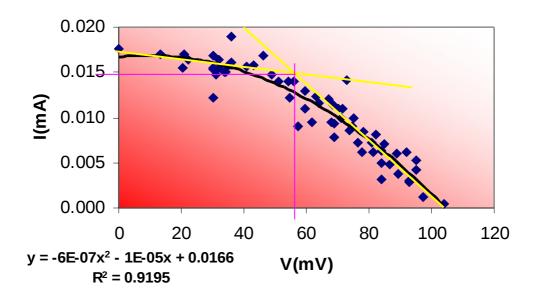
Dari grafik diperoleh besaran-besaran berikut:

$$I_{sc} = 0.023 \text{ mA}$$
; $V_{oc} = 755 \text{ mV}$; $I_p = 0,022 \text{ mA}$; $V_p = 360 \text{ mV}$.

Dengan analisis yang sama dengan kondisi terang pada kondisi pemaparan matahari didapat; dengan fluks daya sinar = $20~W/0.785~cm^2$ kita asumsikan fluks sempurna pada pemaparan permukaan senikonduktor dengan meniadakan fungsi jarak, nilai konversi energi cahaya ke energi listrik didapat; η = $3.960~x~10^{-4}$ dan harga FF=0,456.

c. Kurva I-V Pada Kondisi Gelap

Kurva I-V Gelap



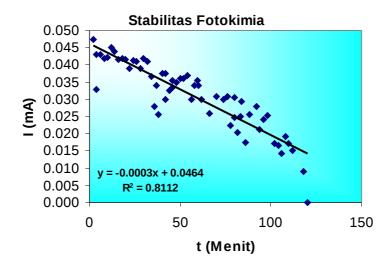
Dari grafik diperoleh besaran-besaran berikut:

$$I_{sc} = 0.18 \text{ mA}$$
; $V_{oc} = 97.3 \text{ mV}$; $I_p = 0.15 \text{ mA}$; $V_p = 58 \text{ mV}$.

Nilai konversi energi cahaya ke energi listrik; η tidak ditentukan karena $P_{in}=0$ dan harga FF=0.497

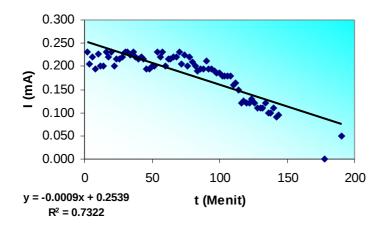
Lampiran 8. Kurva Stabilitas Fotoelektrokimia.

a. Stabilitas Fotoelelektrokimia Sinar Matahari



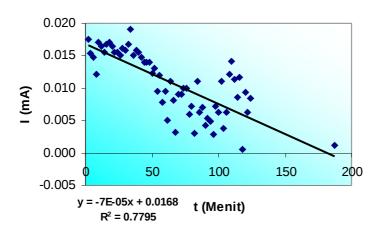
b. Stabilitas Fotoelelektrokimia Sinar Lampu UV

Satbilitas Fotoelektrokimia



c. Stabilitas Fotoelelektrokimia Keadaan Gelap

Stabilitas Fotokimia



d. Stabilitas Fotoelelektrokimia Keadaan SiO₂-TiO₂ (gel), Yoni (2005)

