

Pembuatan *Nanofiber* Campuran TiO₂ dan Karbon dengan Metode *Electrospinning*

Mohamad Haekal Khairullah, Risa Suryana, dan Fahru Nurosyid
Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir Sutami 36 A Surakarta
haekaroorealdi@gmail.com

ABSTRACT

Nanofiber TiO₂ with carbon mixture (TiO₂+C) is successfully made over FTO glass using electrospinning. The ingredients are ethanol, acetic acid, polyvinylpyrrolidone, titanium isopropoxide, and carbon. The process of annealing is applied at 450°C in 3 hours hold time. Hereafter, the sample is soaked in dye beta-carotene for 24 hours. In morphology and measurement characterization, the researcher use atomic force microscopy (AFM). I-V meter characterization has been done to determine the efficiency of DSSC. The peak value of absorbance can be seen in 300-350nm. The fiber of nanofiber TiO₂+C coat is short, connected to each other, and high-density. The size of nanofiber TiO₂+C are 91 nm, 234 nm, and 1.1 μm. The DSSC efficiency nanofiber TiO₂+C in 15 minutes is 1.87x10⁻³%.

Keywords : nanofiber TiO₂, electrospinning, annealing, dye beta-carotene, carbon

ABSTRAK

Nanofiber TiO₂ dengan campuran karbon (TiO₂+C) berhasil dibuat di atas kaca FTO menggunakan alat *electrospinning*. Bahan yang digunakan adalah *ethanol*, *acetic acid*, *polyvinylpyrrolidone*, *titanium isopropoxide*, dan karbon. Proses *annealing* dilakukan menggunakan suhu 450°C dengan waktu tahan 3 jam. Selanjutnya, sampel direndam pada *dye beta-carotene* selama 24 jam. Karakterisasi morfologi dan ukuran dilakukan menggunakan alat *atomic force microscopy* (AFM). Karakterisasi I-V meter dilakukan untuk menentukan efisiensi dari DSSC. Nilai puncak absorbansi terlihat pada panjang gelombang 300-350 nm. Lapisan *nanofiber* TiO₂+C memiliki bentuk *fiber* yang pendek, terhubung satu sama lain dan memiliki kerapatan antar *fiber* yang besar. Ukuran dari *nanofiber* TiO₂+C yaitu 91 nm, 234 nm, dan 1,1 μm. Efisiensi DSSC *nanofiber* TiO₂+C pada waktu pelapisan 15 menit sebesar 1,87x10⁻³%.

Kata kunci : *nanofiber* TiO₂, *electrospinning*, *annealing*, *dye beta-carotene*, karbon

PENDAHULUAN

Ketertarikan dunia terhadap bahan *nanofiber* dan aplikasinya sangat tinggi. Ini dikarenakan sifat dari bahan *nanofiber* dapat menghasilkan luas permukaan yang tinggi terhadap volum^[1]. *nanofiber* didefinisikan sebagai serat dengan ketebalan kurang dari 1 mikrometer^[6].

Pemanfaatan *nanofiber* pada DSSC dilakukan untuk pembuatan lapisan *nanofiber* TiO₂ yang berfungsi sebagai tempat transport elektron. Tujuannya agar lapisan TiO₂ memiliki luas permukaan yang tinggi sehingga elektron yang bertransportasi menjadi lebih banyak. Salah satu metode yang digunakan dalam pembuatan *nanofiber* TiO₂ pada penelitian ini adalah metode *electrospinning*. Alat *electrospinning* terdiri dari beberapa bagian seperti *syringe*, *needle*, *syringe pump*, *collector*, dan *power supply*. Prinsip kerjanya adalah pertama larutan dipompa dari *syringe* melalui *needle*. Kemudian larutan diberi tegangan positif pada bagian ujungnya dan percikan dari larutan tersebut akan tertarik ke bagian *collector* yang diberi tegangan negatif. Tegangan yang berbeda akan saling tarik menarik. Jarak dari *needle* menuju *collector* dapat ditentukan. Jarak ini nantinya berpengaruh pada *nanofiber* yang akan terbentuk^[9].

TiO₂ memiliki sifat fotokatalis yang artinya bahan tersebut dapat mempercepat laju reaksi oksidasi dan reduksi dengan menggunakan foton sebagai sumber energi. Untuk meningkatkan sifat fotokatalis dari *nanofiber* TiO₂, dilakukan modifikasi pada bahan tersebut yaitu dengan mencampurkan bahan karbon pada proses pembuatannya. *Nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon memiliki daerah permukaan dan aktifitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan yang tidak^[8].

Serat dengan campuran karbon memiliki beberapa keunggulan seperti luas permukaan yang tinggi, serta menjadi tempat transport muatan yang efisien^[2]. Penelitian yang dilakukan oleh Khalil dkk (2014)^[5] tentang *nanofiber* karbon menunjukkan nanofiber dengan campuran karbon menghasilkan nilai kapasitansi yang tinggi dan juga luas permukaan yang tinggi.

METODOLOGI PENELITIAN

Persiapan karbon

Karbon dalam campuran larutan TiO₂ didapat dari pensil 2B. Prosesnya adalah karbon dipisahkan terlebih dahulu dari kayu pensil, setelah itu ditumbuk di dalam mortar selama 4 jam. Penumbukan selama 4 jam agar didapatkan karbon dalam bentuk bubuk. Setelah itu bubuk karbon disaring dengan menggunakan *mesh* T42 agar didapatkan bubuk yang halus.

Pembuatan Larutan TiO₂ dengan Campuran Karbon

Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan Larutan TiO₂ dengan Campuran Karbon adalah *ethanol*, *acetic acid*, *polyvinylpyrrolidone*, dan *titanium isopropoxide*. Pembuatan larutan TiO₂ dimulai dengan mencampurkan larutan *ethanol* 4,5 ml dan *acetic acid* 1 ml, setelah itu di *stirrer* sampai larutan homogen selama 10 menit. Kemudian larutan tersebut ditambahkan *polyvinylpyrrolidone* (PVP) 2,5 gram secara perlahan-lahan dan di *stirrer* selama 1 jam. Setelah larutan homogen, lalu ditambahkan karbon 0,01 gr dan di *stirrer* selama 1 jam. Setelah itu ditambahkan *titanium isopropoxide* (TTIP) 0,5 ml dan di *stirrer* selama 24 jam sampai larutan homogen. Larutan di *stirrer* pada kecepatan putar 450 rpm dan pada suhu ruangan.

Pembuatan *Nanofiber* TiO₂ Dengan Campuran Karbon

Nanofiber TiO₂ dan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon dibuat dengan menggunakan alat *electrospinning*. Langkah pertama adalah menyiapkan *needle* yang dibutuhkan sebagai tempat keluarnya larutan. Ujung *needle* yang runcing dipotong terlebih dahulu dengan gunting agar permukaan ujungnya menjadi rata. Fungsinya agar larutan dapat ditarik secara lurus ke arah *collector*. Setelah dipotong, ujung *needle* juga dihaluskan dengan menggunakan amplas halus untuk mencegah adanya penyumbatan.

Setelah itu larutan dimasukkan ke dalam *syringe* dan *needle* dipasang dibagian ujungnya. Bagian luar *syringe* yang terisi larutan dilapisi dengan aluminium foil sampai menyentuh sebagian *needle*. Ini berfungsi sebagai tempat dikaitkannya *probe* positif. Lalu *syringe* yang telah terisi larutan diletakkan pada *electrospinning* di bagian *syringe pump* dan dikaitkan *probe* positif. Sedangkan *probe* negatif dikaitkan pada bagian *collector*.

Setelah *electrospinning* diaktifkan, atur tekanan yang ada pada tombol *pump*. Pada awal proses, tekanan pada *syringe pump* dilakukan secara manual, setelah itu dapat dilakukan secara otomatis. Atur jarak *collector* dari *needle*, dan atur berapa voltase yang diinginkan.

Proses *Annealing*

Proses ini dilakukan dengan menggunakan alat *furnace*. Suhu yang digunakan adalah 450°C dan ditahan selama 3 jam.

Ekstraksi *Beta-Caroten* Dari Wortel Sebagai *Dye*

Pembuatan *dye* dilakukan dengan mengekstraksi wortel untuk mendapatkan *beta-caroten* yang terkandung di dalamnya. Pertama, wortel dicuci dengan menggunakan air, kemudian dipotong kecil-kecil sebanyak 50 gram. Ekstraksi dilakukan dengan mencampurkan *n-hexane* 50 ml dan di *stirrer* selama 1 jam pada suhu 45°C. Setelah itu larutan disaring sehingga didapatkan *dye* yang dibutuhkan^[3].

Pembuatan Larutan Elektrolit

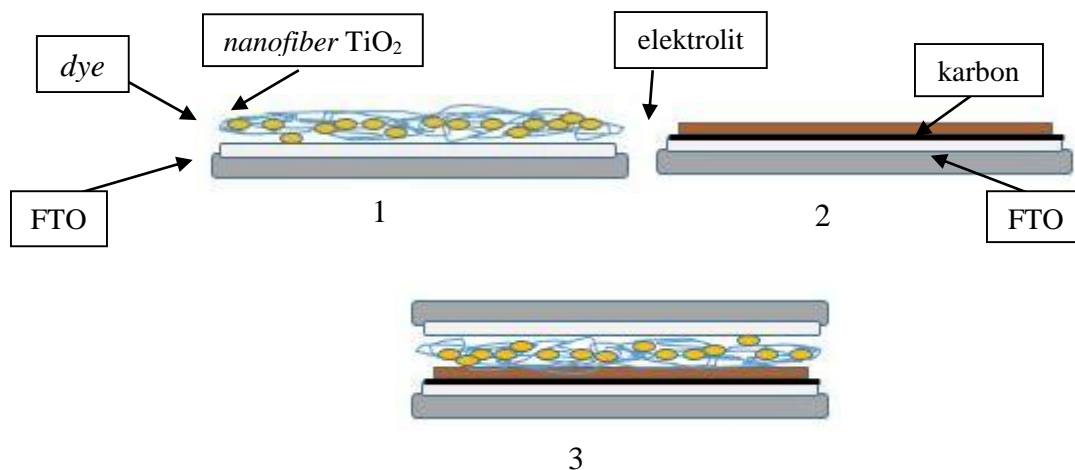
Bahan yang digunakan untuk pembuatan larutan elektrolit adalah *polyethylene glikol* (PEG), *potassium iodide* (KI), dan *iodine* (I₂). Pada prosesnya akan dibuat dua larutan. Larutan pertama dibuat dengan mencampurkan 10 ml PEG dan 0,8 gram KI. Larutan kedua dibuat dengan mencampurkan 0,127 ml I₂ dan 10 ml PEG. Setelah itu, larutan pertama dan kedua di *stirrer* sampai menjadi homogen^[3].

3.3.9. Pembuatan Elektroda Lawan (*Counter Electrode*)

Elektroda lawan dibuat di atas kaca FTO yang mana di bagian kaca tersebut dilapisi dengan bahan karbon. Teknik pelapisannya dengan menggunakan jelaga lilin yang mana Kaca FTO akan dipanaskan di atas lilin sampai kaca berwarna hitam. Luas area yang dilapisi karbon harus sama dengan luas area pembentukan lapisan *nanofiber* TiO₂ dan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon di atas kaca FTO^[10].

3.3.10. Pembuatan Struktur *Sandwich* DSSC

Pembuatan struktur *sandwich* DSSC yang menggunakan *nanofiber* TiO₂ dan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon adalah dengan menyusun tiap lapisan-lapisan seperti yang dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Ilustrasi struktur dari DSSC^[11]

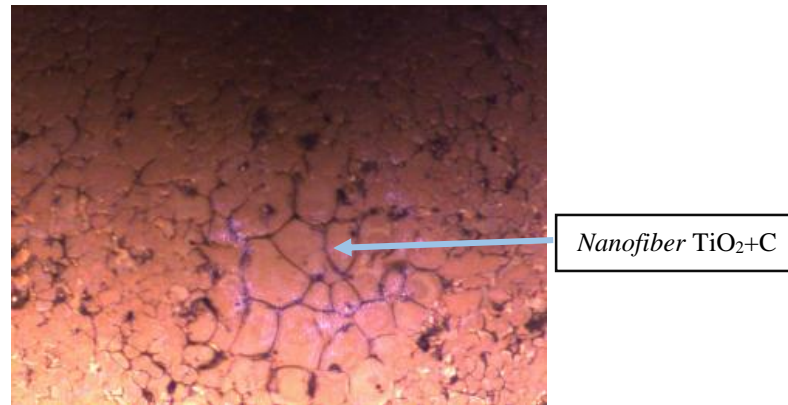
Lapisan pertama seperti yang ditunjukkan pada gambar nomer 1 adalah kaca FTO yang telah dilapisi *nanofiber* TiO₂ atau *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon dan sudah direndam pada larutan *dye*. Lapisan kedua seperti yang ditunjukkan pada gambar nomer 2 merupakan elektroda lawan adalah kaca FTO yang telah dilapisi dengan karbon dari jelaga lilin dan telah ditetaskan larutan elektrolit. Setelah itu, lapisan pertama dan lapisan kedua direkatkan dengan menggunakan penjepit kertas sehingga membentuk struktur *sandwich* DSSC seperti yang ditunjukkan pada gambar nomer 3.

PEMBAHASAN

Untuk mengetahui performa dari DSSC yang menggunakan lapisan nanofiber TiO_2 dengan campuran karbon, dilakukan 3 karakterisasi yaitu karakterisasi *spectrophotometer UV-Vis*, karakterisasi *atomic force microscopy* (AFM), dan karakterisasi *I-V* meter.

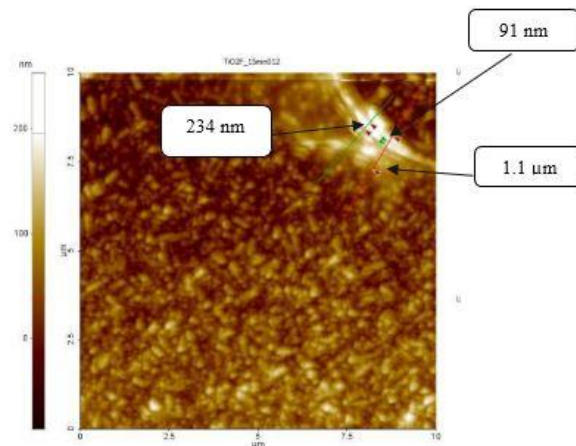
Karakterisasi *Atomic Force Microscopy* (AFM)

Karakterisasi morfologi dan ukuran terhadap sampel dilakukan dengan menggunakan alat *atomic force microscopy* (AFM). Dengan menggunakan CCD kamera dari AFM, morfologi dari nanofiber TiO_2 dengan campuran karbon dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. morfologi lapisan *nanofiber* TiO_2 dengan campuran karbon

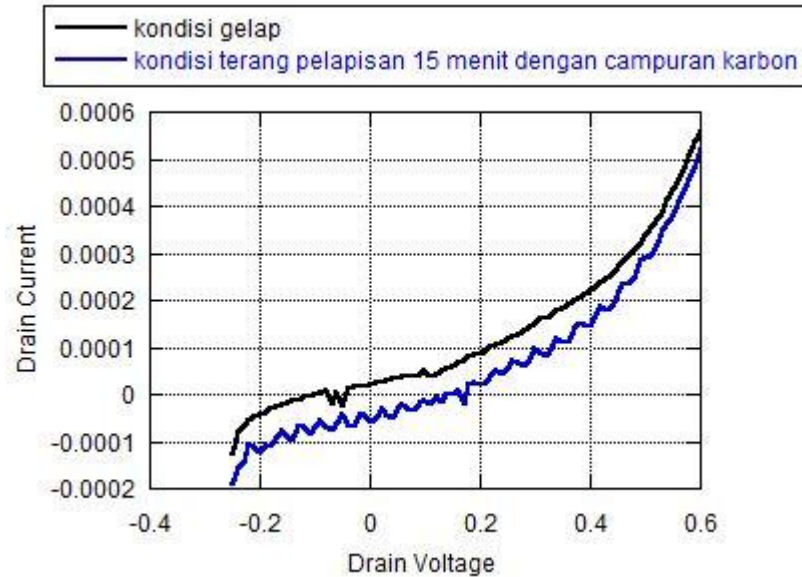
Morfologi dari lapisan *nanofiber* TiO_2 dengan campuran karbon memiliki bentuk *fiber* yang pendek dan terhubung satu sama lain, serta terdapat koagulasi. Terjadinya koagulasi disebabkan karena persebaran *nanofiber* tidak merata. Pembentukan serat *fiber* yang terlalu cair menyebabkan adanya penggumpalan. Menurut penelitian yang dilakukan Hieu dkk (2014)^[4], *nanofiber* dengan campuran karbon membentuk serat yang tersambung satu sama lain. Oleh sebab itu *nanofiber* dengan campuran karbon dapat memberikan jalur langsung sebagai transport elektron. Menurut Liu dkk (2012)^[8] bentuk serat *nanofiber* dengan campuran karbon lebih kental dan lentur dibandingkan dengan yang hanya *nanofiber* saja.



Gambar 3. Ukuran dari *nanofiber* TiO_2 dengan campuran karbon

Gambar 3 menunjukkan ukuran dari *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon yaitu 91 nm, 234 nm, dan 1.1 μm. *Nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon menunjukkan adanya penumpukan serat sehingga ukurannya menjadi besar mencapai 1.1 μm.

Karakterisasi *I-V* meter



Gambar 4. Grafik karakterisasi *I-V* meter lapisan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon

Proses karakterisasi *I-V* meter dilakukan dalam dua kondisi, yaitu kondisi gelap dan kondisi terang. Pada kondisi gelap, DSSC akan ditutup dengan aluminium foil agar tidak terkena cahaya. Sedangkan pada kondisi terang, DSSC akan disinari cahaya lampu *xenon* dengan intensitas cahaya 1000 W/m². Pada saat kondisi gelap, pola grafik *I-V* meter tidak berada di kuadran ke empat. Sedangkan pada saat kondisi terang, pola grafik *I-V* meter berada di bawah pola grafik kondisi gelap dan melewati kuadran ke empat sehingga nilai V_{oc} , I_{sc} , V_{max} , I_{max} , daya maksimum dan FF dapat diketahui.

Tabel 4.1. Hasil karakterisasi *I-V* meter untuk DSSC lapisan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon

Karakteristik	Nanofiber TiO ₂ +C
I_{sc} (Ampere)	$5,08 \times 10^{-5}$
V_{oc} (Volt)	0,139969
I_{max} (Ampere)	$3,52 \times 10^{-5}$
V_{max} (Volt)	0,080021
<i>Fill factor</i>	$4,03 \times 10^{-1}$
P_{max} (Watt)	$2,82 \times 10^{-6}$
Efisiensi (%)	0,001879

Gambar 4 menunjukkan grafik kondisi gelap berada di atas kuadran ke empat, sedangkan grafik kondisi terang berada dibawah kondisi gelap dan melewati kuadran ke empat. Tabel 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi *I-V* meter untuk DSSC lapisan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon. pada waktu pelapisan 15 menit, efisiensi yang dihasilkan sebesar 1,87x10⁻³%.

Kesimpulan

Nanofiber campuran TiO₂ dan karbon menghasilkan bentuk *fiber* yang pendek, terhubung satu sama lain, dan kerapatan antar *fiber* menjadi lebih tinggi sehingga mengakibatkan terjadinya penumpukan antar *fiber*. Penumpukan antar fiber tersebut berukuran mencapai 1,1 μm Ukuran dari *nanofiber* campuran TiO₂ dan karbon sebesar 91 nm dan 234 nm. Efisiensi yang dihasilkan dari DSSC lapisan *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon sebesar 1,87x10⁻³%. Hasil tersebut menjelaskan bahwa campuran karbon dapat meningkatkan efisiensi dari DSSC.

SARAN

Perlu dilakukan penelitian selanjutnya untuk mengetahui gambaran permukaan dari *nanofiber* TiO₂ dengan campuran karbon.

REFERENSI

- [1] Abdelmegeid, Mohamed Ali, Youssef, Mikhael Soliman, Klingner, Anke. (2010). Electrospun Nanofiber with Rough Surface. *Journal of Genetic Engineering and Biotechnology*, 2010, 8(1): 29-32.
- [2] Carvalho, Rosangela M. de, Kubota, Lauro T., Rohwedder, Jarbas J.R., Csoregi, Elisabeth, Gorton, Io. (1998). Effect on Electrochemistry of Hexacyanoferrate at Carbon Fibers After Pretreatment with Titanium Chloride. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 457 (1998) 83–88.
- [3] Erymawati, Diah Ayu. (2016). Pelapisan Nanopartikel dan Nanofiber Titanium Dioxide (TiO₂) di Atas Fluorine-Doped Tin Oxide (FTO) untuk Aplikasi Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC). *Skripsi*, F. MIPA Jur. Fisika UNS.
- [4] Hieu, Nguyen Trung, Baik, Seung Jae, Jun, Yongseok, Lee, Minoh, Chung, Ok Hee, Park, Jun Seo. (2014). Electrospun coaxial titanium dioxide/carbon nanofibers for use in anodes of dye-sensitized solar cells. *Electrochimica Acta* 142 (2014) 144–151.
- [5] Khalil, Khalil Abdelrazek, Eltaleb, Hamoud, Abdo, Hany S., Al-Deyab, Salem S., Fouad, H. (2014). Carbon Nanofibers Containing Ag/TiO₂ Composites as a Preliminary Stage for CDI Technology. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, 2014, 2, 31-37.
- [6] Khan, S. N. (2007). Electrospinning Polymer Nanofibers – Electrical and Optical Characterization. *Ph.D. diss., Ohio University*.
- [7] Kim, Chan, Jeong, Young Il, Ngoc, Bui Thi Nhu, Yang, Kap Seung, Kojima, Masahito, Kim, Yoong Ahm, Endo, Morinobu, Lee, Jae-Wook. (2007). Synthesis and Characterization of Porous Carbon Nanofibers with Hollow Cores Through the Thermal Treatment of Electrospun Copolymeric Nanofiber Webs. *Small* 2007,3, No. 1, 91 – 95.
- [8] Liu, Shanhu, Liu, Baoshun, Nakata, Kazuya, Ochiai, Tsuyoshi, Murakami, Taketoshi, Fujishima, Akira. (2012). Electrospinning Preparation and Photocatalytic Activity of Porous TiO₂ Nanofibers. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials Volume 2012, Article ID 491927,5 pages doi:10.1155/2012/491927*.
- [9] Petrik, S., Maly, M., Rubacek, L., Macak, J., Stranska, D., Duchoslav, J., Coppe, A. (2009). Electrospun Nanofiber : The Tiny Layers that Add Great Value to Nanowovens. *International Nanowovens Symposium*.
- [10] Rahmawati, Leila Rizki. (2016). Pelapisan Nanofiber Titanium Dioxide (TiO₂) Di Atas Flourine Doped Tin Oxide (FTO) Untuk Meningkatkan Efisiensi Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC). *Skripsi*, F. MIPA Jur. Fisika UNS.

- [11] Shalini, S., Prabhu, R. Balasundara, Prasanna, S., Mallick, Tapas K., Senthilarasu, S. (2015). Review on natural dye sensitized solar cells: Operation, materials and methods. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 51 (2015) 1306–1325.