

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian Dan Waktu Penelitian

3.1.1 Lokasi penelitian

1. Proses persiapan dan perencanaan dalam fabrikasi FTO dilakukan di Laboratorium D3 Teknik Mesin Program Vokasi Universitas Muhammadiyah Yogyakarta.
2. Proses fabrikasi kaca FTO dan pengujian karakteristik dilakukan di Laboratorium Biofuel & Smart Material Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Sebelas Maret Surakarta.
3. Proses analisis serta pengambilan kesimpulan akhir penelitian dilakukan di Laboratorium D3 Teknik Mesin Program Vokasi Universitas Muhammadiyah Yogyakarta

3.1.2 Waktu Penelitian

Adapun waktu penelitian dari tahap awal hingga tahap akhir laporan selesai dari hasil penelitian dikerjakan kurang lebih 6 bulan, Dimulai dari desember 2017 sampai mei 2018.

3.2 Skema Penelitian

Skema penelitian mengenai fabrikasi kaca *Flourine-doped Tin Oxide* (FTO) ini bagi menjadi beberapa tahapan. Pada tahan pertama yang mana merupakan proses awal dari fabrikasi kaca konduktif transparan dengan larutan precursor $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan doping NH_4F menggunakan metode *sintering* dan *ionisasi larutan*. Tahap kedua yaitu merupakan pengujian *four point probe* dan UV-Vis dari kaca *Flourine-doped Tin Oxide* (FTO) yang telah dihasilkan. Tahap terakhir adalah analisis data apakah sudah sesuai dengan standar kaca FTO yang dituju.

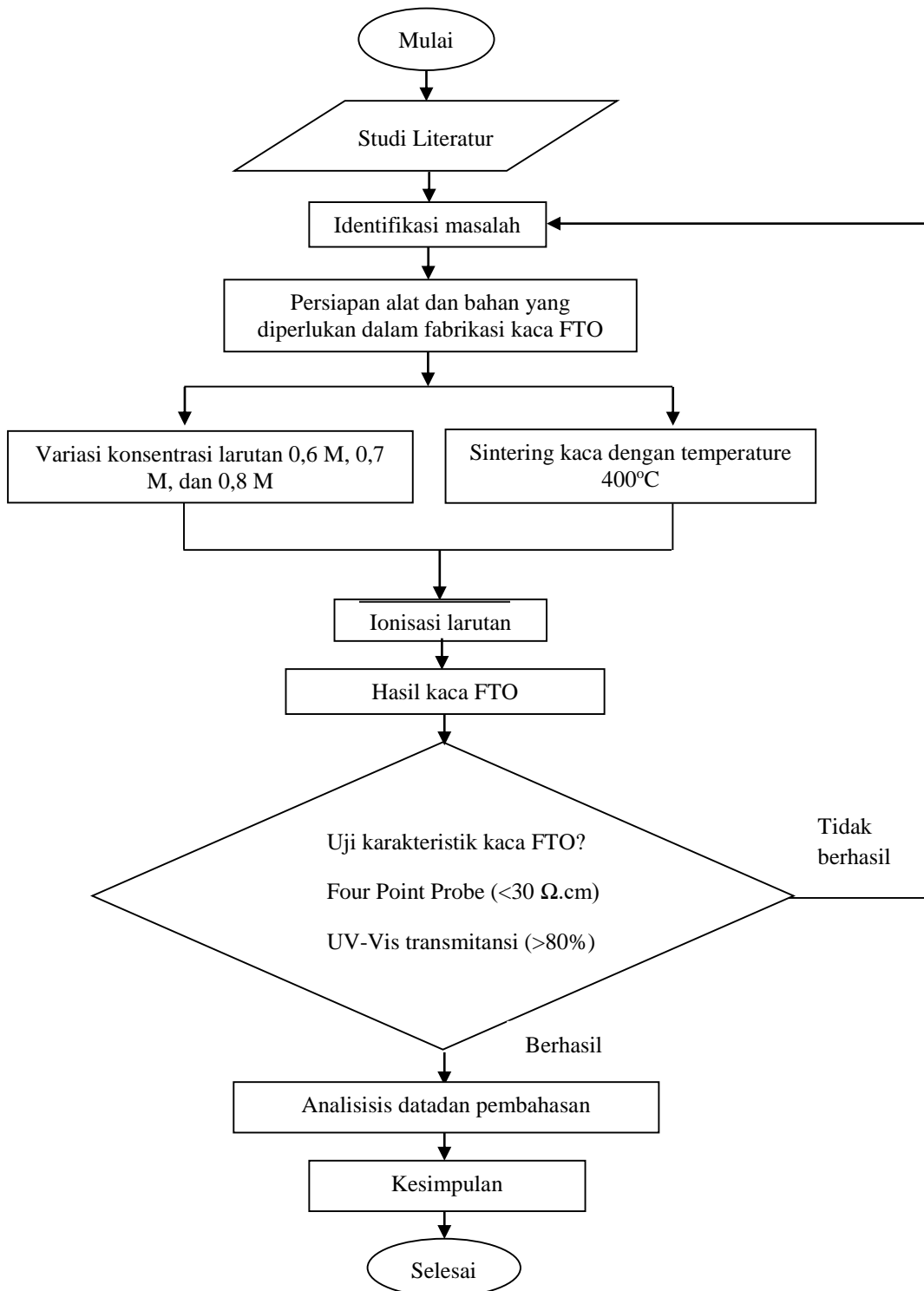
Pada tahap pertama, Dimulai dengan adanya studi literatur serta mengidentifikasi masalah-masalah dari literatur yang ada. Dalam fabrikasi kaca *Flourine-doped Tin Oxide* (FTO) menggunakan larutan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan doping NH_4F dengan metode *sintering* dan *ionisasi larutan*, Serta langkah pencucian dan pembersihan dari substrat kaca yang telah selesai dideposisikan.

Pada tahap kedua, Merupakan sesi dimana pengujian karakteristik dari kaca *Flourine-doped Tin Oxide* (FTO) yang telah dihasilkan. Pengujian meliputi uji *four point probe* bertujuan untuk mengetahui nilai resistivitas dari kaca FTO, dan uji UV-Vis bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang (λ) dan nilai absorbansi (A), dengan cara menembakan sinar ultraviolet (UV) pada kaca FTO.

Langkah setelah dilakukannya pengujian karakteristik adalah pengecekan apakah sudah sesuai dengan nilai resistivitas dan transmansi kaca FTO yang dituju, Jika belum sesuai akan dilakukan fabrikasi ulang kaca *Flourine-doped Tin Oxide* (FTO) dari langkah identifikasi masalah hingga pembuatan larutan kembali

untuk dideposisikan menuju substrat kaca lanjut dibersihkan untuk dilakukan pengujian karakteristik dari kaca FTO, untuk mengetahui nilai hambatan listrik, transmitansi, dan absorptansi dari kaca FTO yang dihasilkan.

Adapun skema diagram alir penelitian fabrikasi kaca *Flourine-doped Tin Oxide* (FTO) ditunjukkan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian dalam fabrikasi kaca FTO

3.3 Bahan Dan Peralatan Dalam Fabrikasi Kaca FTO

3.3.1. Bahan-bahan yang digunakan, antara lain :

1. Kaca 20 mm X 40 mm X 3 mm
2. $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
3. NH_4F
4. Etanol 99%

3.3.2. Alat-alat yang digunakan, antara lain :

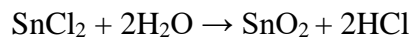
- | | |
|----------------------------|----------------------------|
| 1. Mesin <i>ionisasi</i> | 8. Heater |
| 2. Timbangan digital | 9. Kolektor atau plat besi |
| 3. <i>magnetic stirrer</i> | 10. Ohm meter digital |
| 4. Labu ukur | 11. Tisu |
| 5. Gelas ukur | 12. Pipa atau selang |
| 6. Klem | 13. Alumunium foil |
| 7. Thermocouple | 14. Cerobong |

Pada fabrikasi kaca *fluorine-doped tin oxide* (FTO) ini dengan larutan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang didoping oleh NH_4F . Dalam pendopingan ini dipakai NH_4F yang berguna untuk mengisi celah-celah dari partikel pada SnO_2 . Pada penelitian ini pembuatan larutan menggunakan konsentrasi larutan sebesar 0,6 M, 0,7 M, dan 0,8 M. Hal ini dipilih karena jika terlalu banyak kandungan F pada pendopingan akan

mengakibatkan kaca FTO tidak bisa berkonduktif, karena unsur F menutupi lapisan dari SnO₂ (Tin oxide). Tetapi jika terlalu sedikit kandungan F menjadikan kaca FTO memiliki nilai hambatan yang masih tinggi, Karena tidak semua celah dari struktur SnO₂ (Tin oxide) terisi oleh unsur F.

Dalam fabrikasi kaca FTO tentunya terdapat reaksi kimiawi yang membentuk lapisan tipis SnO₂:F (*Flourine Tin Oxide*) meliputi berikut :

- a. Pembentukan lapisan SnO₂ dari pemisahan senyawa SnCl₂.2H₂O :



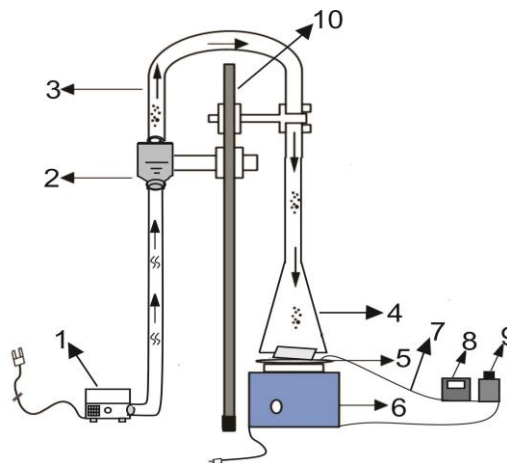
- b. Dekomposisi dari NH₄F yang berlangsung sebagai berikut :



- c. $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{F}$

Dalam pendeposisi larutan ke substrat kaca, 2H₂O dan NH₄ akan menguap. Lalu akibat dari oksidasi menjadi SnO₂:F(*Flourine Tin Oxide*).

3.4 Gambar Rangkaian Dan Alir Dari Alat Fabrikasi Kaca FTO



Gambar 3.2. Menunjukkan alir dari larutan yang diionisasi menuju substrat kaca.

Keterangan :

1. Mesin *ionisasi*
2. Wadah larutan
3. Selang
4. Corong
5. Substrat kaca diatas kolektor panas
6. Heater
7. Sensor thermocouple
8. Thermocouple control
9. Relay
10. Tiang penyangga

3.5 Proses Fabrikasi Kaca FTO

3.5.1 Persiapan Substrat Kaca

Kaca secara ilmiah merupakan material yang tidak konduktif. Penambahan lapisan konduktif terhadap kaca sangat memungkinkan dari pada membuat material konduktif yang transparan. Salah satu metode yang dapat dilakukan dalam fabrikasi kaca konduktif adalah dengan melapiskan larutan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ doping NH_4F yang

telah diionisasi menuju substrat kaca. Adapun langkah-langkah kerja awal dari persiapan substrat kaca sebagai berikut :

1. Mempersiapkan kaca dengan ukuran 20 mm X 40 mm dengan ketebalan 3 mm.
2. Membersihkan kaca dengan etanol 96%.
3. Mengeringkan kaca yang telah dibersihkan menggunakan tisu.

3.5.2 Pembuatan Larutan Prekursor

Dimana dalam mencari molaritas suatu konsentrasi larutan haruslah mencari nilai g (Masa zat terlarut/Gram) dan juga Mr (Masa relative zat terlarut) dari $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Yang mana Mr dari $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ adalah :

$$\text{Sn} = 118,710 \text{ g/mol}$$

$$\text{Cl} = 35,453 \times 2 = 70,906 \text{ g/mol}$$

$$\text{H} = 1,0079 \times 4 = 4,0316 \text{ g/mol}$$

$$\text{O} = 15,999 \times 2 = 31,998 \text{ g/mol}$$

Setelah dijumlah didapatkan nilai Mr dari $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yaitu sebesar 225,6456 g/mol. Sedangkan untuk mencari nilai g (Masa zat terlarut/Gram) diperlukan rumus :

$$g = \frac{M \times Mr}{1000/100}$$

Konsentrasi larutan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan nilai 0,6 M, 0,7 M, dan 0,8 M adalah :

$$g = \frac{M \times Mr}{1000/100} \quad g = \frac{M \times Mr}{1000/100} \quad g = \frac{M \times Mr}{1000/100}$$

$$g = \frac{0,6 \times 225,6456 \text{ g/mol}}{10} \quad g = \frac{0,7 \times 225,6456 \text{ g/mol}}{10} \quad g = \frac{0,8 \times 225,6456 \text{ g/mol}}{10}$$

$$g = 13,538 \text{ gram} \quad g = 15,795 \text{ gram} \quad g = 18,051 \text{ gram}$$

Persentase (%) NH_4F sebesar 2% dari berat $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ adalah :

1. Konsentrasi 0,6 M :

$$\text{Nilai Persen} = (\text{Nilai Persen}) \times (\text{Nilai Pecahan}) : (100)$$

$$= (2\%) \times (13,538 \text{ gram}) : 100$$

$$= 0,270 \text{ gram}$$

2. Konsentrasi 0,7 M :

$$\text{Nilai Persen} = (\text{Nilai Persen}) \times (\text{Nilai Pecahan}) : (100)$$

$$= (2\%) \times (15,795 \text{ gram}) : 100$$

$$= 0,315 \text{ gram}$$

3. Konsentrasi 0,8 M :

$$\text{Nilai Persen} = (\text{Nilai Persen}) \times (\text{Nilai Pecahan}) : (100)$$

$$= (2\%) \times (18,051 \text{ gram}) : 100$$

$$= 0,361 \text{ gram}$$

Dalam pembuatan larutan dibutuhkan persiapan dan pencampuran bahan-bahan sebagai berikut :

1. Menentukan Tin (II) Chloride dihydrate sebesar 13,538 gram dan mendoping dengan Amonium Flouride sebesar 0,270 gram untuk konsentrasi larutan 0,6 M . Dan untuk konsentrasi larutan 0,7 M dan 0,8 M dengan masing-masing Tin (II) Chloride dihydrate sebesar 15,795 gram, 18,051 dan untuk Amonium Flouride sebesar 0,315 gram, 0,361 gram.
2. Mempersiapkan etanol 99% sebesar 100 ml.
3. Melarutkan dan mencampur Tin (II) Chloride dihydrate dengan Amonium Flouride yang telah ditentukan sesuai dengan urutan percobaan doping diatas dalam etanol 99%.

Tentunya dalam pencampuran larutan dibutuhkan alat guna membuat larutan menjadi homogen. Dalam proses pengadukan dan pemanasan menggunakan alat *magnetic stirrer* yang memiliki prinsip kerja pengadukan serta pemanasan dari hot plate yang dihasilkan oleh alat *magnetic stirrer* bersumber dari listrik. Besarnya kecepatan pengaduk dapat diatur sesuai keperluan. Alat *magnetic stirrer* yang mana ditunjukkan pada gambar 3.3.



Gambar 3.3. Alat *magnetic stirrer*

Adapun langkah-langkah dalam penghomogenisasi *Tin (II) Chloride dehydrate* doping Amonium Flourine dalam etanol 99% menggunakan alat *magnetic stirrer* sebagai berikut:

1. Menyiapkan alat *magnetic stirrer*.
2. Menyiapkan *Tin (II) Chloride dehydrate* sebesar 13,538 gram, *Amonium Flourine* sebesar 0,270 gram, Serta etanol 99% sebesar 100 ml.
3. Menyiapkan gelas ukur yang telah disterilkan menggunakan etanol teknis.
4. Melarutkan *Amonium Flourine* sebesar 0,270 gram dalam etanol 99% sebesar 50 ml terlebih dahulu digelas ukur dalam *magnetic stirrer* dengan rpm 1500 selama 70 menit (Semakin banyak nilai dari *Amonium Flourine* diperlukan waktu yang lebih lama dalam proses pelarutan menggunakan *magnetic stirrer*).

5. Setelah larutan *Amonium Flourine* selesai dilarutkan, Baru kemudian *Tin (II) Chloride dihydrate* sebesar 13,538 gram juga ikut dilarutkan dalam etanol 99% sebanyak 50 ml, Lalu diputar pada rpm 1500 selama 20 menit.
6. Melarutkan kedua larutan menjadi satu selama 120 menit pada rpm 1500.
7. Menunggu sampai *magnetic stirrer* selesai mencampur larutan diatas.
8. Mengulangi percobaan dari nomor 1 samapai 7 dengan mengubah kandungan *Tin (II) Chloride dehydrate* dan *Amonium Flourine* sesuai nilai yang telah ditentukan dengan konsentrasi 0,7 M, dan 0,8 M.

3.5.3 Pendeposisian larutan ke substrat kaca

Dalam pendeposisian larutan yang telah dibuat diperlukan proses-proses persiapan sebagai berikut :

1. Meletakkan substrat kaca pada 3 posisi (kiri,tengah,kanan) diatas permukaan plat besi/ kolektor heater.
2. Menyalakan heater sampai temperatur 400°C dan ditahan selama 5 menit,sebelum dilakukan pengionisasian larutan.
3. Memasukan larutan peursor yang telah dibuat ke mesin *ionisasi* sebanyak 7 ml.
4. Menyalakan mesin *ionisasi* yang telah terdapat larutan, guna terjadi pendeposisian larutan yang telah diionisasi menuju substrat kaca, sampai larutan yang dimasukan ke mesin *ionisasi* habis.

5. Mematikan heater dan tunggu sampai suhu turun menuju 50°C selama 2 jam baru kaca bisa diambil dari permukaan kolektor heater.

3.5.4 Pengujian karakteristik kaca FTO dari hasil pendeposisian larutan

1. Pengujian sifat listrik kaca FTO bertujuan untuk mengetahui nilai dari hambatan listrik menggunakan metode *Four Point Probe*. Data yang diperoleh dari uji *Four Point Probe* yaitu nilai resistivitas untuk mengetahui konduktivitas dari kaca FTO, Setelah hasil dari resistivitas ditemukan akan mencari nilai terendah dari ketiga posisi dan ditemukanlah posisi tengah merupakan yang terbaik dengan nilai resistivitas terendah pada setiap konsentrasi larutannya. Kaca FTO yang memiliki resistivitas $<30 \Omega \cdot \text{cm}$ merupakan rujukan dalam penelitian ini, Yang mana kaca FTO sudah dikatakan ideal sebagai elemen DSSC. Guna pada pengujian transmitansi dan absorbansi menguji pada posisi kaca yang tengah dari setiap konsentrasi larutannya, Berdasarkan hasil pengukuran nilai resistivitas. Adapun langkah-langkah pengujian metode *four point probe* sebagai berikut:
 - a. Menyiapkan kaca FTO yang akan di uji.
 - b. Membuat pola kotak dikertas dengan ukuran 1 cm^2 sebanyak ukuran kaca kaca FTO.
 - c. Menyiapkan ohm meter digital.
 - d. Meletakkan substrat kaca FTO diatas permukaan kertas berpola.

- e. Mengecek hambatan kaca FTO setiap 1 cm sebanyak luasan kaca FTO.
 - f. Menghitung rata-rata hambatan listrik pada luasan kaca FTO.
2. Pada uji transmansi dan absorbansi optic kaca FTO menggunakan alat uji uv-vis spektrofotometer dengan panjang gelombang diantara 200-900 nm. Pengujian kaca FTO ditunjukkan pada posisi kaca yang tengah, Berdasarkan hasil awal uji resistivitas. Kaca FTO yang memiliki nilai transmansi >80% lah yang sudah dapat dikatakan ideal dalam DSSC. Maka dalam penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan kaca FTO yang memiliki nilai transmansi >80%. Adapun alat uji uv-vis spektrofotometer ditunjukkan pada gambar 3.4.



Gambar 3.4. Alat Uv-Vis Spektrofotometer.

Langkah pengujian sebagai berikut:

- a. Menyiapkan kaca FTO yang akan diuji.
- b. Menghidupkan alat uji UV-vis spectrophotometer.
- c. Memilih pada fungsi pengujian transmintasi.
- d. Memasukan kaca FTO ke alat uji.
- e. Menentukan panjang gelombang 200-900 nm.
- f. Mulai melakukan pengujian transmintasi.
- g. Setelah uji selesai, Menyimpan data uji transmintasi.
- h. Untuk uji absorbansi, tinggal mengulangi langkah dari langkah a-g dengan mengganti fungsi pengujian absorbansi.