

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dimulai pada bulan November 2023. Sintesis dilakukan di Laboratorium IPA-1 Gedung B Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudi No. 229 Isola Kec. Sukasari Kota Bandung Jawa Barat 40154.

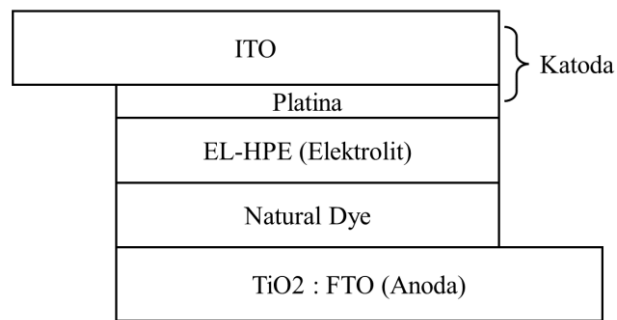
#### 3.2 Desain Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen. Rancangan variabel untuk penelitian ini ditampilkan seperti pada Tabel 3.1. Variabel bebas yang digunakan adalah pelarut dengan tingkat keasaman (pH) yang berbeda dan konsentrasi ekstrak kulit buah bisbul dalam larutannya dengan variasi konsentrasi 2,5%, 5%, 7,5%, dan 10% (w/v). Variabel tetap yang digunakan untuk mengontrol penelitian ini adalah struktur lapisan DSSC yang disusun dengan konfigurasi FTO/TiO<sub>2</sub>/dye/EL-HPE/Pt/ITO seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1, dan pewarna dari ekstrak kulit buah bisbul. Sedangkan variabel terikat yang akan diperoleh dari penelitian ini adalah sifat optik dan kinerja dari DSSC.

Tabel 3.1

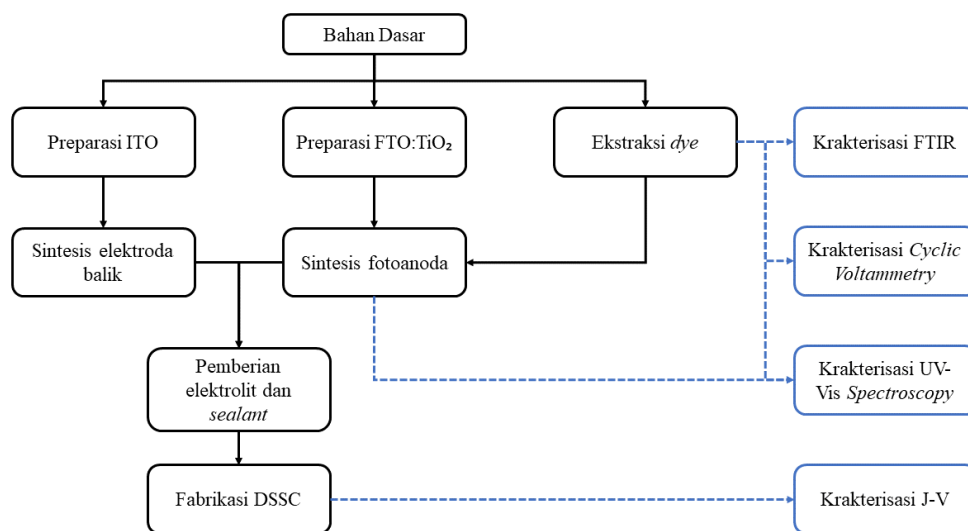
Variabel eksperimen

<b>Variabel Bebas</b>	<b>pH pelarut <i>dye</i>, konsentrasi <i>dye</i></b>
<b>Variabel Terikat</b>	Sifat optik dan kinerja DSSC
<b>Variabel Kontrol</b>	Struktur (film tipis TiO <sub>2</sub> , elektrolit EL-HPE, dan katalis platina), bahan dasar <i>dye</i> , durasi pelarutan, durasi maserasi.



Gambar 3.1 Struktur lapisan DSSC.

Adapun tahap penelitian yang dilakukan seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Tahap penelitian.

### 3.3 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan antara lain; buah bisbul (*Diospyros blancoi*) dari Soreang Kabupaten Bandung,  $\text{TiO}_2$  electrode (OPV-Tech, China), ITO conductive glass, metanol (Merck, Jerman), 2-propanol (Merck, Jerman), asam asetat (Merck, Jerman), HCl (Merck, Jerman),  $\text{KNO}_3$  (Pudak Scientific, Indonesia), filter paper No.102 (BKMAMLAB, China), akuades, asam heksakloroplatinat (Sigma-Aldrich, Jerman), EL-HPE/High Performance Electrolyte (greatcell, Australia), Low

*Temperature Thermoplastic Sealant* (greatcell, Australia), Botol Kaca Gelap, *aluminium foil*, *cotton bud*,

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain; *ultrasonic cleaner* (BAKU BK-2000), *magnetic stirrer* (DLAB MS-H260-Pro), *spin coater* (GLICHN T-108), lumpang dan alu atau blender, timbangan digital, *micropipette* (Accurate), gelas beaker, gelas ukur, cawan petri, *Filtration Buncher Vacuum Kit*, *Centrifuge* (Oregon LC-04S), *centrifuge tube*, *furnace* (SUHATHERM), *Heating Drying Oven* (DHG-9053A), *pH meter* (IONIX pH10); Multimeter (KRISBOW KWD6-796), *paper clip*, *Fourier transform infrared* (Shimadzu FTIR-8400), *UV-Vis spectrophotometer* (W&J CE ROHS UV1600PC), *DC Voltage Current Source/Monitor* (ADCMT 6242), dan *Solar Standard Simulator AM 1,5G filter 100 mW/cm<sup>2</sup>*.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Ekstraksi dye

Total 800 gram sampel kulit buah bisbul pertama-tama dicuci, dibersihkan, dan kemudian dipotong kecil-kecil. Kemudian dikeringkan dengan cara diangin-anginkan tanpa sinar matahari langsung selama tiga hari. Kulit yang kering ditumbuk sampai halus menggunakan blender dan lumpang alu. Hasil kasar tersebut kemudian disaring menggunakan saringan dengan mesh 40 untuk menghasilkan bubuk halus. Bubuk halus yang dihasilkan kemudian dikeringkan kembali dalam oven 40 °C selama satu hari dan dihasilkan bubuk sebanyak 150 gram. Dalam menyiapkan variasi pH larutan, metanol dan asam asetat dilarutkan dengan perbandingan 95:5 (%v/v) dengan total volume 200 ml yang dibagi menjadi empat sama rata. Larutan penyangga tersebut kemudian diatur ke kondisi asam dengan ditetaskan HCl. Masing-masing larutan yang dihasilkan memiliki pH 1,00, 1,66, 2,27, dan 3,00 (Al Qibtiya dkk., 2016; Cherepy dkk., 1997; Mun'im, 2005; Najihah dkk., 2022).

Bubuk halus dilarutkan pada setiap pelarut dengan perbandingan 1:20 (w/v) menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm selama 2 jam. Larutan *dye* kemudian diisolasi beberapa hari pada suhu ruangan. Setelah itu, larutan disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit. Kemudian disaring

menggunakan kertas filter dengan bantuan *Filtration Buncher Vacuum Kit*. Hasilnya diaplikasikan ke DSSC kemudian dikarakterisasi. Larutan *dye* yang memiliki kinerja terbaik dibuat kembali dalam konsentrasi 2,5%, 7,5%, dan 10% (Hindryawati dkk., 2021; Prima dkk., 2024; Supriyanto dkk., 2019).

### 3.4.2 Sintesis Fotoanoda

Kaca konduktif FTO yang sudah dilapisi  $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  *electrode* produksi OPVtech, China) dibersihkan dalam *ultrasonic cleaner* selama 10 menit. Setelah itu dipanaskan  $80^\circ\text{C}$  selama 5 menit, dan langsung dicelupkan ke dalam masing-masing larutan *dye*. Perendaman dilakukan selama 3 hari dengan cara didiamkan di dalam lemari pendingin agar *dye* tidak menguap. Setelah perendaman selesai, fotoanoda dibilas dengan 2-propanol. Bagian kaca yang tidak dilapisi film tipis dibersihkan kembali dengan *cotton bud*, lalu didiamkan sampai mengering.

### 3.4.3 Sintesis Elektroda Balik

Kaca konduktif transparan ITO dipotong menjadi ukuran 1x2 cm, kemudian dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit. Selanjutnya substrat kaca dikeringkan dengan suhu  $40^\circ\text{C}$  selama 5 menit. Kaca yang sudah siap kemudian ditetesi 25  $\mu\text{l}$  asam heksakloroplatinat 20 mM dan di-*spin coating* dengan kecepatan 4000 rpm selama 30 detik. Setelah itu, elektroda balik langsung dipanaskan selama  $80^\circ\text{C}$  selama 5 menit. Ketika suhu elektroda sudah kembali normal, platina hasil *spin coating* dirapihkan agar berbentuk persegi dengan *cotton bud*. Terakhir, elektroda platina di-*furnace* dengan suhu  $380^\circ\text{C}$  selama 30 menit.

### 3.4.4 Fabrikasi DSSC

Fotoanoda yang sudah siap disusun dengan elektroda balik di mana kedua buah sisi konduktif yang sudah dilapisi berada ditengah-tengah. Sebelum digabung, fotoanoda diberi *Low Temperature Thermoplastic Sealant* di sekeliling film tipis  $\text{TiO}_2$ . Elektrolit EL-HPE kemudian ditetaskan merata di atas film  $\text{TiO}_2$  tadi sekitar 20  $\mu\text{l}$ . Kedua elektroda ini digabung dan dijepit dengan *paper clip*. *Sandwich* DSSC ini dipanaskan di oven dengan suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 5 menit agar *sealant* meleleh dan merekatkan kedua elektroda (Martineau, 2012).

### 3.5 Karakterisasi

#### 3.5.1 Karakterisasi FTIR

*Fourier transform infrared* (Shimadzu FTIR-8400) merupakan karakterisasi *dye* yang bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi utama yang menyusun molekul pada *dye*. Prinsip kerja dari FTIR adalah dengan menembakkan gelombang inframerah ke sampel *dye*. Normalnya gelombang inframerah akan ditransmisikan oleh molekul penyusun pigmen pada *dye*. Tapi beberapa gugus fungsi juga menyerap gelombang inframerah, yang mana merupakan tanda adanya peregangan dari gugus fungsi yang menyusun pigmen tersebut. Data yang dihasilkan dari karakterisasi FTIR ini adalah transmitansi terhadap bilangan gelombang inframerah. Adanya penyerapan pada bilangan gelombang tertentu inilah yang menentukan gugus fungsi utama apa saja yang menyusun pigmen *dye*. Gugus-gugus fungsi yang biasa ditemukan pada pigmen *dye* antara lain hidroksil (-OH), karboksilat (-COOH), karboksil (>C=O), karbonil (>C=C<), dan metil (-CH) (Saud dkk., 2024).

#### 3.5.2 Karakterisasi *UV-Vis Spectroscopy*

*UV-Vis spectrophotometer* (W&J CE ROHS UV1600PC) digunakan untuk karakterisasi absorbansi TiO<sub>2</sub> yang sudah diwarnai dan juga *dye*. Karakterisasi dilakukan dengan menembakkan fotoanoda dan *dye* oleh cahaya dengan panjang gelombang 200 – 1.100 nm. Cahaya yang diterima sensor/*receiver* dicatat sebagai cahaya hasil penyerapan fotoanoda atau *dye*. Tujuan pengujian ini adalah untuk mendapatkan nilai absorbansi dan panjang gelombang yang dapat diserap fotoanoda dan *dye*. Kemudian nilai absorbansi ini juga dapat digunakan untuk menghitung persentase LHE dan nilai *band gap* dari sampel yang diuji.

#### 3.5.3 Karakterisasi *Cyclic Voltammetry*

*Cyclic voltammetry* digunakan untuk menentukan level energi LUMO dan HOMO dari pewarna. Pengujian dilakukan dengan menggunakan tiga buah elektroda, di mana *glassy carbon* digunakan sebagai *working electrode*, elektroda balik berupa platina, dan Ag/AgCl sebagai elektroda referensi. Ketiga elektroda ini dihubungkan ke *DC Voltage Current Source/Monitor* untuk melihat grafik yang dihasilkan dari larutan *dye* dengan elektrolitnya. Larutan elektrolit yang digunakan

adalah 10 mL  $\text{KNO}_3$  0,1 M yang ditetesi 1 gram *dye*. Data yang dihasilkan adalah grafik arus dalam rentang -2 mV sampai dengan +2 mV (Golshan dkk., 2021).

### 3.5.4 Karakterisasi $J$ - $V$ DSSC

Karakterisasi  $J$ - $V$  DSSC dilakukan menggunakan alat *Solar Standard Simulator* 1.5 AM filter 100  $\text{mW}/\text{cm}^2$ . Pengujian dilakukan dengan menghubungkan kedua elektroda pada DSSC dengan *DC Voltage Current Source/Monitor* sambil disinari simulator cahaya matahari. Hasil karakterisasi ini akan diolah untuk mendapatkan data densitas arus *short-circuit* ( $J_{sc}$ ), tegangan *open-circuit* ( $V_{oc}$ ), *fill factor* (FF), dan efisiensi DSSC ( $\eta$ ).

## 3.6 Analisis Data

### 3.6.1 Analisis Sifat Optik

Pertama-tama, data hasil karakterisasi FTIR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi utama yang menyusun pigmen pada *dye*. Gugus-gugus fungsi tersebut dianalisa perubahannya terhadap tingkat keasaman larutan. Pigmen penyusun dari *dye* ditentukan dari perubahan intensitas dan pergeseran yang ditandai oleh puncak penyerapan gelombang inframerahnya.

Analisis sifat optik dari lapisan  $\text{TiO}_2$  berwarna dan larutan *dye* dilakukan menggunakan nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi *UV-Vis spectrophotometer*. Data yang diperoleh nantinya diplot ke dalam sebuah grafik yang menggambarkan kemampuan penyerapannya terhadap panjang gelombang cahaya tampak dan ultraviolet. Data nilai absorbansi terhadap panjang gelombang ini dapat digunakan sebagai penguat keberadaan pigmen *dye* hasil analisa FTIR. Selain itu, data *UV-Vis* ini juga diolah menjadi nilai energi foton untuk menentukan nilai *band gap* dari *dye*. Nilai *band gap* ini dapat ditentukan dengan memproyeksikan garis singgung ke kurva dengan sumbu x yang berpotongan titik  $\alpha h\nu^2 = 0$  (Tauc dkk., 1966). Persamaan yang digunakan untuk analisis *band gap* adalah:

$$h\nu [eV] = \frac{1240 [eV.nm]}{\lambda [nm]} \quad (3.1)$$

$$\alpha = \frac{A}{l} \quad (3.2)$$

$$\alpha hv^2 = hv - E_g \quad (3.3)$$

Dengan  $\lambda$  merupakan panjang gelombang,  $A$  merupakan absorbansi,  $l$  merupakan luas permukaan, dan  $E_g$  merupakan *band gap*. Untuk mencari persentase LHE, koefisien absorbansi setiap sampel ditentukan terlebih dulu dengan menggunakan Persamaan (3.2) yang kemudian disubstitusikan ke dalam Persamaan (3.4).

$$LHE(\lambda) = (1 - 10^{-\alpha(\lambda)}) \times 100\% \quad (3.4)$$

Kemudian, data hasil *cyclic voltammetry* yang berupa nilai arus dan tegangan digunakan untuk menghitung besaran energi potensial oksidasi. Nilai potensial tersebut diolah untuk menghasilkan tingkat energi *Highest Occupied Molecular Orbital* (HOMO) dan *Lowest Unoccupied Molecular Orbital* (LUMO). Tingkat energi HOMO yang dihasilkan dari Persamaan (3.5) (Crespilho dkk., 2006; Smestad dkk., 2003).

$$HOMO = -(E_{oks} + 4.4) \quad (3.5)$$

Tingkat energi HOMO dan LUMO saling berkaitan dengan *band gap dye*. *Band gap*, atau pada bahan organik disebut juga sebagai *energy gap* merupakan selisih antara potensial LUMO dan HOMO. Sehingga Persamaan (3.6) digunakan untuk mengetahui nilai LUMO (Conradie, 2024).

$$LUMO = HOMO + E_g \quad (3.6)$$

Pengaruh pH dan konsentrasi larutan *dye* terhadap Sifat Optik ini dianalisa dari perubahan kemampuan penyerapan gelombang *UV-Vis*, nilai *band gap*, tingkat energi HOMO dan LUMO, serta rata-rata persentase LHE yang diakibatkan pengasaman, pemekatan, dan pengenceran larutan *dye*.

### 3.6.2 Analisis Kinerja DSSC

Kinerja DSSC dianalisa menggunakan data yang diperoleh dari hasil karakterisasi *J-V* berupa nilai arus dan tegangan. Nilai arus terlebih dulu dibagi oleh permukaan lapisan  $TiO_2$  untuk menghasilkan nilai rapat arus. Kemudian rapat arus diplot ke dalam grafik sebagai sumbu y dengan nilai tegangan pada sumbu x. Nilai

pada grafik tersebut digunakan ke dalam Persamaan (3.7) dan Persamaan (3.8) untuk menghasilkan nilai *fill factor* (FF), dan efisiensi ( $\eta$ ) (Jinchu dkk., 2014).

$$FF = \frac{V_{max} \times J_{max}}{V_{oc} \times J_{sc}} \quad (3.7)$$

$$\eta = \frac{V_{oc} \times J_{sc}}{P_{in}} \times FF \quad (3.8)$$

Nilai  $J_{sc}$  ditentukan dari nilai arus ketika tegangannya nol, kemudian dibagi oleh luas permukaan lapisan. Sedangkan nilai  $V_{oc}$  ditentukan dari besarnya tegangan ketika arusnya nol. Untuk nilai  $V_{max}$  dan  $J_{max}$  ditentukan dari daya terbesar yang dapat dihasilkan DSSC.

Pengaruh pH dan konsentrasi larutan *dye* terhadap Kinerja DSSC dianalisa dengan melihat perubahan yang terjadi pada parameter-parameternya seperti  $V_{oc}$ ,  $J_{sc}$ , *fill factor*, dan efisiensi DSSC akibat perubahan keasaman larutan, pemekatan, dan pengenceran larutan. Dalam percobaan dengan variabel pertama, yaitu pH larutan *dye*, efisiensi digunakan sebagai tolak ukur penilaian pH larutan *dye* yang optimal untuk digunakan pada percobaan selanjutnya dengan variasi konsentrasi larutan.