

BAB III

METODE PENELITIAN

Metode ilmiah diperlukan untuk memberikan panduan kepada peneliti, terutama dalam langkah penelitian dan teknik pengumpulan data agar menghasilkan data yang tepat untuk mencapai tujuan penelitian.

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

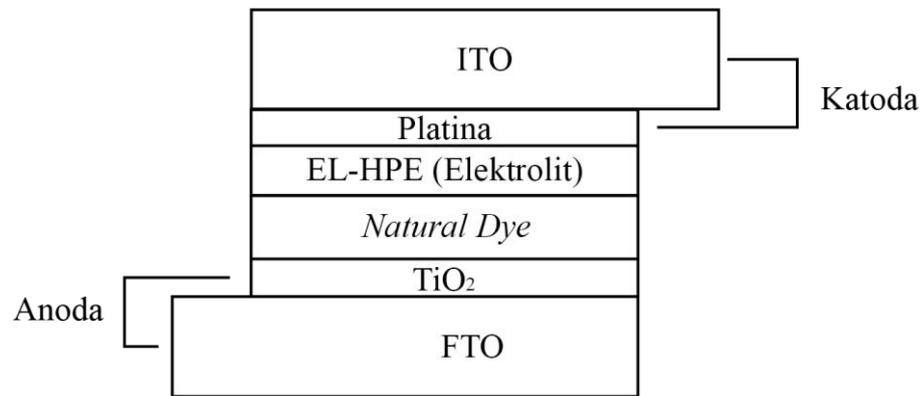
Penelitian dilaksanakan mulai dari bulan April 2024. Sintesis dilakukan di Laboratorium IPA-1 Gedung B Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudi No. 229 Isola Kec. Sukasari Kota Bandung Jawa Barat 40154.

3.2 Desain Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen. Variabel yang digunakan pada penelitian ini ditampilkan seperti pada Tabel 3.1. Variabel bebas yang digunakan adalah pelarut dengan tingkat keasaman (pH) yang bervariasi sebesar 1,00; 1,66; 2,27; 3,00; dan konsentrasi daun bandotan dengan volume pelarut sebesar 1,25gr/50ml, 3,75gr/50ml, dan 5gr/50ml. Variabel tetap yang digunakan untuk mengontrol penelitian adalah struktur lapisan DSSC yang disusun seperti roti lapis dengan konfigurasi $FTO/TiO_2/Pewarna/EL - HPE/Pt/ITO$ seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.1, dan perwarna dari ekstrak daun bandotan. Sedangkan variabel terikat yang akan didapat adalah sifat optik dan kinerja DSSC.

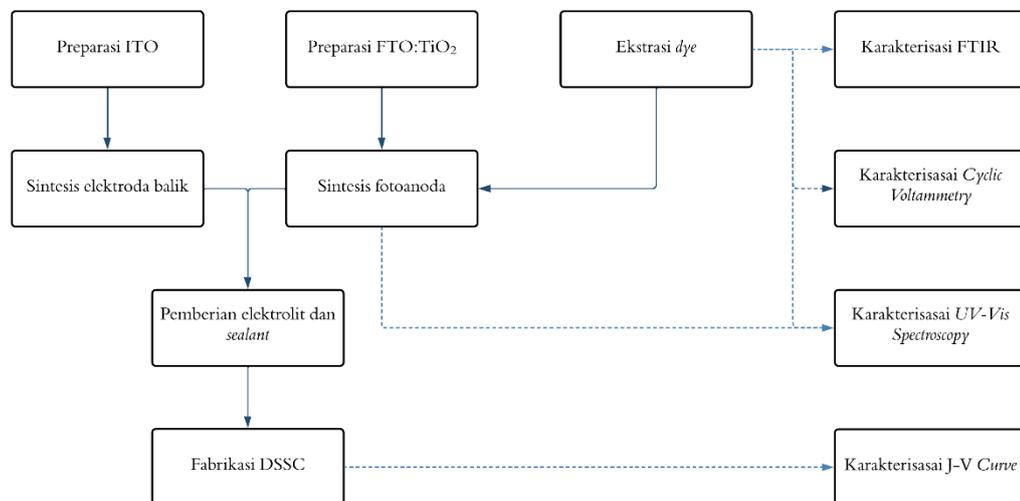
Tabel 3.1 Variabel Eksperimen

Variabel Bebas	pH pelarut <i>dye</i> , konsentrasi <i>dye</i>
Variabel Terikat	Sifat optik dan kinerja DSSC
Variabel Kontrol	Kaca konduktif ITO, film tipis TiO_2 , elektrolit $I^-:I_3^-$, dan katalis platina



Gambar 3.1 Struktur lapisan DSSC.

Adapun tahap penelitian yang dilakukan seperti ditunjukkan diagram alir pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Tahap Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah buah plat kaca konduktif transparan *ITO*; *TiO₂ electrode* (OPV-Tech, Cina), metanol (Merck, Jerman), asam asetat (Merck, Jerman), *HCL* (Merck, Jerman), daun bandotan yang dipetik dari Arcamanik Kota Bandung Indonesia, 2-propanol (Merck, Jerman), *KNO₃* (Pundak Scientific, Indonesia), kertas saring No. 102 (BKMAMLAB, Cina), akuades, asam heksakloroplatinat (Sigma-Aldrich, Jerman), EL-HPE/*High Performance*

Electrolyte (Greatcell, Australia), *Low Temperatur Thermoplastic Sealant* (Greatcell, Australia), botol kaca gelap, *aluminium foil*, dan *cotton bud*.

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *ultrasonic cleaner* (BAKU BK-2000), *drying oven* (DHG-9053 A), *muffle furnace* (SUHATHERM), blender, timbangan digital. *Micropipette* (Accurate), gelas beaker, gelas ukur, cawan petri, Multimeter (KRISBOW KWD6-796), *magnetic stirrer* (DLAB MS-H260-Pro), *spin coater* (GLICHN T-108), *Centrifuge* (Oregon LC-04S), *centrifuge tube*, pengering rambut, *Filtration Buncher Vacuum Kit*, *pH meter* (IONIX pH10), penjepit kertas, *Fourier Transform Infrared* (BUNKER), *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^2 .

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Ekstraksi Dye

Pertama-tama mencuci dan membersihkan daun bandotan sebanyak 300 gram. Setelah itu dikeringkan hingga tidak ada tetesan air sebelum dipotong menjadi bagian yang lebih kecil. Kemudian dikeringkan didalam *drying oven* dengan suhu 40°C selama 24 jam. Suhu tersebut dipilih dengan tujuan menyerupai keadaan ketika daun dikeringkan dibawah sinar matahari langsung. Setelah dipastikan kering, daun kering tadi dihancurkan menjadi bubuk menggunakan blender. Disisi lain, kita menyiapkan beberapa larutan yang memiliki perbedaan nilai pH. Pertama siapkan methanol dan asam asetat dengan perbandingan masing-masing 95: 5 (% v/v) dengan total volume 200 ml yang dibagi menjadi empat sama rata. Setelah dicampurkan ke dalam gelas kimia, larutan tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 1000 rpm pada suhu ruang. Untuk mengatur pH kita menggunakan asam klorida (HCL). Masing-masing larutan yang dihasilkan memiliki pH 1,00, 1,66, 2,27, 3,00 (Al Qibtiya dkk., 2016; Cherepy dkk., 1997; Munim, 2005; Najihah dkk., 2022).

Bubuk halus tadi yang telah disiapkan kemudian dilarutkan ke dalam beberapa pelarut yang telah dibuat tadi dengan perbandingan 2,5gr/50ml (w/v).

Lalu larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm selama 2 jam. Sesudah bubuk dan pelarut diaduk, larutan dimaserasi selama 7 hari pada suhu ruang. Setelah 7 hari, larutan siap untuk difiltrasi menggunakan kertas filter dan bantuan *Filtration Buncher Vacuum Kit* untuk mempercepat proses tersebut. Setelah itu, larutan disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit. Hasilnya dikarakterisasi dan larutan pewarna yang memiliki absorbansi terbaik dibuat dalam konsentrasi 1,25gr/50ml, 3,75gr/50ml, dan 5gr/50ml (Hindryawati dkk., 2021; Prima dkk., 2024; Supriyanto dkk., 2019).

3.4.2 Sintesis Fotoanoda

Kaca konduktif transparan FTO yang sudah dilapisi TiO_2 (*TiO₂ electrode* produksi OPV Tech, Cina) dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit. Setelah itu dipanaskan 80°C selama 5 menit sebelum dimasukkan ke dalam masing-masing larutan *dye*. Perendaman dilakukan selama 3 hari di dalam lemari pendingin, dengan tujuan *dye* tidak cepat menguap karena kandungan metanolnya. Setelah perendaman selesai, fotoanoda dibilang dengan *2-propanol* dan bagian kaca yang tidak dilapisi titania (TiO_2) dibersihkan dengan *cotton bud*, lalu didiamkan sampai mengering.

3.4.3 Sistesis Elektroda Balik

Kaca konduktif transparan ITO dengan ukuran 1x2 cm dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit. Lalu, substrat kaca dikeringkan dengan suhu 40°C selama 5 menit. Kaca yang telah siap kemudian ditetesi 25 µl asam heksakloroplatinat 20 mM dan di-*spin coating* dengan kecepatan 4000 rpm selama 30 detik. Setelah itu, elektroda balik dipanaskan 80°C selama 5 menit. Ketika suhu elektroda sama dengan suhu ruang, elektroda platina di-*furnace* dengan suhu 350°C selama 30 menit.

3.4.4 Fabrikasi DSSC

Fotoanoda yang telah dibuat disusun dengan elektroda balik dengan kedua buah sisi konduktif berada ditengah-tengah. Sebelum digabung, fotoanoda diberi *Low Temperature Thermoplastic Sealant* di sekeliling film tipis TiO_2 dan elektrolit EL-HPE kemudian ditetaskan merata di atas film TiO_2 sekitar 20 µl. Kedua

elektroda yang telah digabung dan dijepit dengan *paper clip*. Setelah itu, DSSC ini dipanaskan di dalam oven dengan suhu 80°C selama 5 menit untuk melelehkan *sealant* supaya kedua elektroda melekat (Martineau, 2012).

3.5 Karakterisasi

3.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsi

Fourier transform infrared (FTIR) merupakan karakterisasi sampel yang bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi utama yang menyusun molekul sampel. Untuk penelitian ini, FTIR digunakan untuk mengetahui gugus utama penyusun molekul *dye*. Secara umum, prinsip kerja FTIR adalah menembakan sinar IR pada sampel dengan rentang bilangan gelombang IR pada $500 - 4000\text{ m}^{-1}$. Lalu, sampel *dye* akan menyerap bilangan gelombang tertentu untuk sebuah gugus fungsi melepaskan ikatan dari molekul tersebut. Perubahan nilai transmitansi yang ditangkap oleh sensor akan terlihat di grafik akibat dari penyerapan gelombang oleh suatu gugus fungsi. Nilai transmitansi dan pada bilangan gelombang mana akan disesuaikan dengan basis data yang ada untuk mengetahui gugus fungsi mana yang bertanggung jawab pada penyerapan tersebut. Selain mengetahui gugus-gugus fungsi yang menyusun molekul *dye*, nantinya akan diketahui gugus fungsi mana yang berperan memberikan elektron π terdelokalisasi karena memiliki sistem konjugasi. Gugus-gugus fungsi yang biasa ditemukan pada pigmen *dye* antara lain hidroksil (-OH), karboksilat (-COOH), karboksil ($>\text{C}=\text{O}$), karbonil ($>\text{C}=\text{C}<$), dan metil (-CH) (Saud dkk., 2024).

3.5.2 Karakterisasi Serapan Optik

Karakterisasi absorbansi TiO_2 yang telah diberikan perwana dan juga *dye* dilakukan menggunakan *UV-Vis spectrophotometer* (W&J CE ROHS UV1600PC). Karakterisasi dilakukan dengan menguji fotoanoda pada panjang gelombang $200 - 1100\text{ nm}$. Sensor akan menerima cahaya hasil serapan fotoanoda atau *dye*. Karakterisasi ini bertujuan untuk mendapatkan nilai panjang gelombang dan absorbansi yang dapat diserap oleh lapisan ini. Nilai absorbansi ini digunakan untuk menghitung persentase LHE dan nilai celah pita dari sampel yang diuji.

3.5.3 Karakterisasi Tingkat Energi Molekular Dye

Cyclic voltammetry digunakan untuk menentukan level energi HOMO dan LUMO dari pewarna. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan tiga buah elektroda, di mana *glassy carbon* digunakan sebagai *working electrode*, platina digunakan sebagai elektroda balik, dan *Ag/AgCl* digunakan sebagai elektroda referensi. Lalu, ketiga elektroda tersebut dihubungkan dengan *DC Voltage Current Source/Monitor* untuk melihat grafik yang dihasilkan dari larutan *dye* dengan elektrolitnya. Data yang dihasilkan adalah grafik arus dalam rentang -2 mV sampai dengan $+2\text{ mV}$. Larutan elektrolit yang digunakan adalah KNO_3 $0,1\text{M}$ sebanyak 10mL dan ditetesi pewarna (Golshan dkk. 2021).

3.5.4 Karakterisasi J-V DSSC

Karakterisasi J-V DSSC dilakukan dengan cara kedua elektroda DSSC disambungkan alat *DC Voltage Current Source/Monitor* sambil disinari *Solar Standard Simulator 1,5 AM* filter 100 mW/cm^2 . Hasil karakterisasi akan diolah untuk mendapatkan data densitas arus *short-circuit* (J_{sc}), tegangan *open-circuit* (V_{oc}), *fill factor* (FF), dan efisiensi DSSC (η).

3.6 Analisis Data

3.6.1 Analisis Pengaruh pH Pelarut dan Konsentrasi terhadap Sifat Optik

Hasil karakterisasi FTIR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi utama penyusun molekul *dye*. Dengan perubahan penyerapan di bilangan gelombang tertentu dan transmitansinya, maka data yang dihasilkan bisa dicocokkan dengan basis data mutakhir untuk menentukan gugus fungsi. Gugus fungsi ini dianalisa perubahannya terhadap tingkat keasaman larutan dengan melihat perubahan intensitas dan pergeseran penyerapan gelombang inframerah.

Analisis sifat optik dari lapisan TiO_2 yang telah diwarnai dilakukan menggunakan nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi *UV-Vis spectrophotometer*. Data yang didapatkan akan diplot ke dalam sebuah grafik yang menggambarkan kemampuan penyerapan panjang gelombang pada rentang cahaya tampak dan ultraviolet. Data nilai absorbansi terhadap panjang gelombang ini dapat digunakan sebagai penguat keberadaan molekul *dye* hasil analisa FTIR. Kandungan

konsentrasi fitokonstituen dapat diperoleh dari nilai absorbansi hasil karakterisasi karakterisasi *UV-Vis* menggunakan hukum Lambert-Beer yaitu

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l \quad (3.1)$$

Dengan A adalah absorbansi, ε adalah koefisien ekstinsi molar, c adalah konsentrasi, dan l adalah panjang lintasan cuvet (biasanya 1 cm dalam banyak kasus *UV-Vis*). Selain itu, data *UV-Vis* dapat diolah menjadi plot grafik energi foton terhadap $\alpha h\nu^2$ setelah ditentukan koefisien absorbansinya untuk menentukan nilai celah pita. Persamaan yang digunakan adalah

$$h\nu = \frac{1240}{\lambda} \quad (3.2)$$

$$\alpha = \frac{2,303 \times A}{l} \quad (3.3)$$

$$\alpha h\nu^2 = K(h\nu - E_g) \quad (3.4)$$

Dengan λ merupakan panjang gelombang, A merupakan absorbansi, dan l merupakan luas permukaan. Nilai celah pita dapat ditentukan dengan memproyeksikan garis singgung ke kurva yang dilakukan dengan sumbu x yang berpotongan titik $\alpha h\nu^2 = 0$ (Tauc dkk., 1966). Untuk mencari presentase LHE, sebelumnya harus menententukan nilai koefisien absorbansi setiap sampel pengukuran Persamaan (3.2) yang kemudian disubtitusikan ke dalam Persamaan (3.4).

$$LHE(\%) = (1 - 40^{-\alpha}) \times 100\% \quad (3.5)$$

Selain itu, data hasil dari *cyclic voltammetry* berupa nilai arus dan tegangan digunakan untuk menghasilkan besaran energi potensial reduksi dan oksidasi. Besaran-besaran tersebut menghasilkan tingkat energi HOMO dan LUMO, seperti yang ditunjukkan Persamaan (3.5) (Crespilho dkk., 2006; Smestad dkk., 2003)

$$HOMO = -(E_{oks} + 4,4) \quad (3.6)$$

Nilai celah pita atau pada bahan organik disebut dengan *energi gap* didapatkan selisih tingkat energi HOMO dan LUMO. Sehingga untuk mengetahui nilai LUMO dapat menggunakan Persamaan (3.6) (Conradie, 2024).

$$LUMO = HOMO + E_g \quad (3.7)$$

Pengaruh pH pelarut dan konsentrasi pada proses ekstraksi *dye* terhadap sifat optik dianalisa dari perubahan kemampuan penyerapan gelombang *UV-Vis*, nilai celah pita, tingkat energi HOMO dan LUMO, serta rata-rata persentase LHE yang diakibatkan pengasaman pelarut, pemekatan, dan pengenceran larutan *dye*.

3.6.2 Analisis Pengaruh pH Pelarut dan Konsentrasi terhadap Kinerja DSSC

Kinerja DSSC dianalisis menggunakan data yang dihasilkan karakterisasi J-V yang berupa nilai arus (I) dan tegangan (V). Nilai arus I dibagi oleh permukaan lapisan (A) TiO_2 dan menghasilkan nilai rapat arus (J). Kemudian dibuat grafik dengan nilai tegangan pada sumbu x dan nilai rapat arus pada sumbu y. Nilai pada grafik tersebut digunakan ke dalam Persamaan (3.7) dan Persamaan (3.8) untuk mencari nilai *fill factor* (FF), dan efisiensi DSSC (η) (Jinchu dkk., 2014).

$$FF = \frac{V_{max} \times J_{max}}{V_{OC} \times J_{max}} \quad (3.8)$$

$$\eta = \frac{V_{OC} \times J_{SC}}{P_{in}} \times FF \quad (3.9)$$

Dengan J_{SC} merupakan nilai arus ketika tegangannya nol dan dibagi oleh luas permukaan lapisan, V_{OC} merupakan nilai tegangan ketika arus mendekati nol, serta nilai V_{max} dan J_{max} ditentukan dari daya terbesar yang dapat dihasilkan oleh DSSC.

Pengaruh pH dan konsentrasi larutan *dye* terhadap kinerja DSSC dapat dianalisa dengan melihat perubahan pada parameter seperti, J_{SC} , V_{OC} , *fill factor*, dan efisiensi DSSC (η) akibat perubahan tingkat keasaman pelarut, pemekatan, dan pengenceran larutan. Dalam percobaan yang menggunakan variabel pH pelarut ekstraksi *dye*, efisiensi menjadi acuan untuk menentukan pH pelarut ekstraksi *dye* yang paling optimal untuk digunakan pada percobaan selanjutnya yang melibatkan konsentrasi larutan yaitu berat serbuk daun bandotan terhadap volume pelarut.