

## BAB III METODE PENELITIAN

Metode diperlukan untuk membantu peneliti dalam langkah penelitian dan teknik penelitian dalam penelitian ilmiah agar menghasilkan data yang akurat demi mencapai tujuan 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.

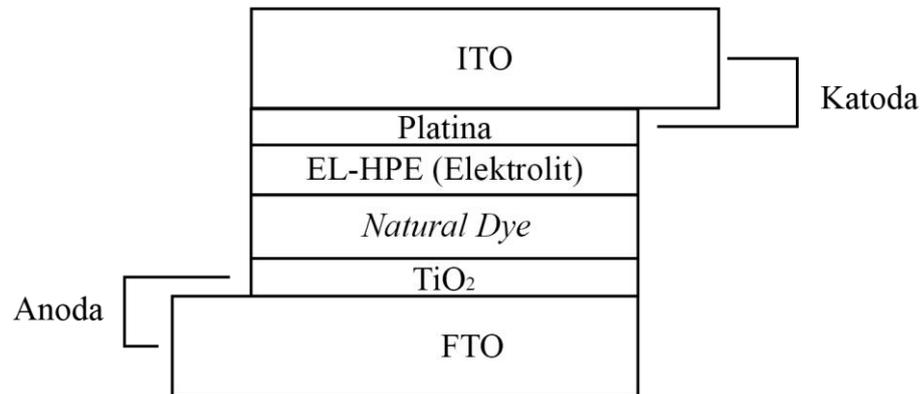
### 3.2 Desain Penelitian

Metode eksperimen adalah metode yang digunakan dalam penelitian ini. Variabel yang dirancang untuk penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 3.1. Variabel bebas yang digunakan adalah pelarut dengan tingkat keasaman (pH) yang berbeda yaitu 1,00, 1,66, 2,27, serta 3,00 dan konsentrasi ekstrak buah dewandaru dalam larutannya dengan variasi konsentrasi 2.5%, 5.0%, 7.5% dan 10% (%w/v). Variabel tetap yang digunakan untuk mengontrol penelitian ini adalah struktur lapisan DSSC yang disusun dengan konfigurasi ITO/TiO<sub>2</sub>/pewarna/elektrolit EL-HPE/Pt/ITO seperti yang ditampilkan pada Gambar 3.1, dan pewarna alami dari ekstrak buah dewandaru. Sedangkan variabel terikat yang akan didapat adalah karakteristik optik dan kinerja dari DSSC.

Tabel 3.1

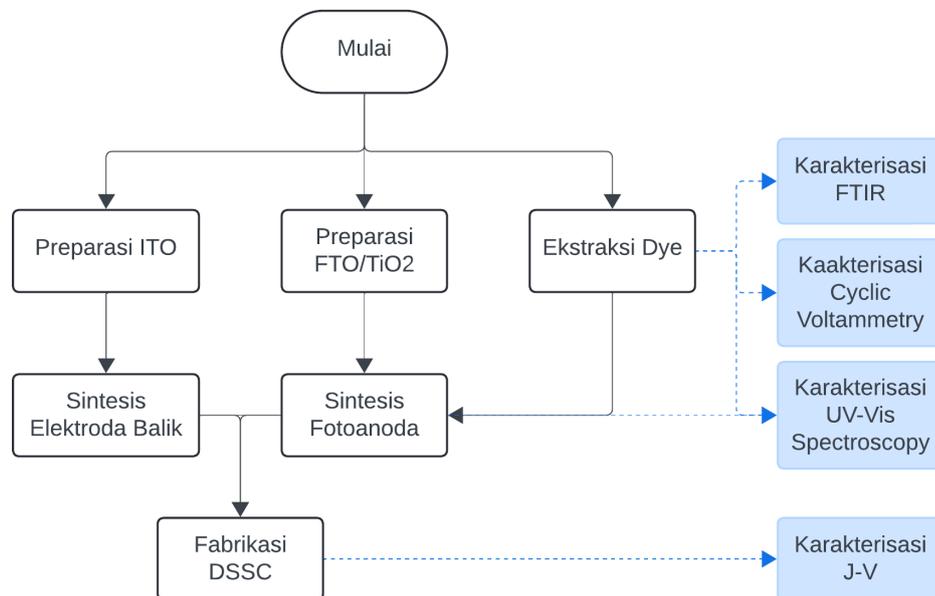
Variabel Eksperimen

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



Gambar 3.1 Struktur lapisan DSSC

Adapun tahap penelitian yang dilakukan, ditampilkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Tahap penelitian.

### 3.3 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain; *ultrasonic cleaner* (BAKU BK-2000), *blender*, timbangan digital, gelas beaker, gelas ukur, cawan petri, *Filtration Buncher Vacuum Kit*, *maagnetic stirrer* (DLAB MS-H260-Pro), *spin coater* (GLICHN T-108), *multipipette* (Accurate), *centrifuge tube*, *Centrifuge* (Oregon LC-04S), *furnace* (SUHATHERM), *Heating Drying Oven* (DHG-9053A), pH meter (IONIX pH10), Multimeter (KRISBOW KWD6-796), *paper clip*, *UV-Vis spectrophotometer* (W&J CE ROHS UV1600PC); *Fourier transform infrared*

Muhammad Nurul Ikhsan, 2024

PENGARUH pH LARUTAN DAN KONSENTRASI EKSTRAK BUAH DEWANDARU (*EUGENIA UNIFLORA*) SEBAGAI PEWARNA ALAMI TERHADAP KARAKTERISTIK OPTIK DAN KINERJA DSSC

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

(Shimadzu FTIR-8400), *DC Voltage Current Source/Monitor* (ADCMT 6242), dan *Solar Standard Simulator AM 1,5G filter 100 mW/cm<sup>2</sup>*.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain; buah dewandaru (*Eugenia Uniflora*) dari Kabupaten Sukabumi, *TiO<sub>2</sub> electrode* (OPV-Tech, China), *ITO conductive glass*, metanol (Merck, Jerman), 2-propanol (Merck, Jerman), asam asetat (Merck, Jerman). HCl (Merck, Jerman), KNO<sub>3</sub> (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), *aluminium foil*, *cotton bud*.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Ekstraksi dye

Sebanyak 1 kilogram sampel buah dewandaru pertama-tama dicuci, dibersihkan, lalu dikeluarkan bijinya. Sebanyak 750 gram buah dewandaru yang sudah dikeluarkan bijinya kemudian dikeringkan menggunakan oven vakum selama tiga hari dan dihancurkan hingga halus menggunakan *blender*. Hasil yang didapat setelah menghancurkan buah dewandaru yang sudah kering adalah 245 gram sampel bubuk. Untuk menyiapkan variasi pH larutan, dibuat pelarut metanol yang dicampur dengan asam asetat dengan perbandingan 95:5 (%v/v) dengan total volume 200 ml dibagi menjadi empat sama rata lalu ditambahkan HCL sebagai pengontrol asam. Keempat larutan tersebut masing masing memiliki pH 1,00, 1,66, 2,27, 3,00. Bubuk halus dimasukkan kedalam masing-masing pelarut dengan perbandingan 1:20 (w/v) dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga tercampur merata kemudian diisolasi selama beberapa hari pada suhu ruangan. Setelah itu, larutan difiltrasi menggunakan menggunakan kertas filter dengan bantuan *Filtration Buncher Vacuum Kit*. Ekstrak kental diperoleh dari hasil filtrasi yang disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit. Kemudian, hasilnya dikarakterisasi dan salah satu larutan pewarna dibuat dalam konsentrasi 2,5%, 7,5%, dan 10% (%w/v) dengan proses pembuatan yang sama (Al Qibtiya dkk., 2016; Cherepy dkk., 1997; Hindryawati dkk., 2021; Mun'im, 2005; Najihah dkk., 2022; Prima dkk., 2024; Supriyanto dkk., 2019).

### 3.4.2 Sintesis Fotoanoda

TiO<sub>2</sub> *electrode* (OPV-Tech, China) direndam di dalam masing-masing larutan *dye*. Perendaman dilakukan di lemari pendingin selama 7 hari agar *dye* tidak menguap. Setelah perendaman selesai, fotoanoda dibersihkan dengan 2-propanol dan *cotton bud* tanpa menggores film tipisnya lalu didiamkan hingga mengering.

### 3.4.3 Persiapan Kaca Substrat ITO

Kaca transparan konduktif ITO dipotong menjadi ukuran 1x2 cm. Kemudian, kaca yang telah dipotong dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 15 menit. Setelah proses pembersihan selesai, substrat kaca dibilas dengan 2-propanol, dan kemudian dikeringkan (Martineau, 2012).

### 3.4.4 Sintesis Elektroda Balik

Katoda dibuat dengan cara meneteskan 25  $\mu$ l larutan asam heksakloroplatinat 20 mM ke substrat ITO yang sudah dipotong. Larutan ditetesi secara merata pada bagian konduktif substrat kaca. Kemudian dilakukan *spin coating* dengan kecepatan 4000 rpm selama 30 detik lalu dipanaskan pada suhu 80 °C selama 5 menit. Ketika suhunya sudah kembali normal, elektroda platina dianil pada suhu 380 °C selama 30 menit. Elektroda balik yang sudah dianil didiamkan sampai mengering (Cherepy dkk., 1997)

### 3.4.5 Fabrikasi DSSC

Di sekeliling film tipis TiO<sub>2</sub> dipasangkan *Low Temperature Thermoplastic Sealant* lalu ditetaskan elektrolit EL-HPE sekitar 20  $\mu$ l. Kemudian kedua elektroda ini digabung dan dijepit dengan *paper clip*. Setelah itu, sandwich dssc dipanaskan menggunakan oven pada suhu 80 derajat celsius dalam 5 menit. Hal tersebut dilakukan untuk mencairkan *thermoplastic sealant* yang akan merekatkan *sandwich* DSSC (Martineau, 2012)

## 3.5 Karakterisasi

### 3.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Penyusun Pigmen Pewarna

*Fourier Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi ikatan kimia dengan menganalisis spektrum vibrasi yang dihasilkan oleh senyawa pada bilangan gelombang tertentu. Selain itu, FTIR juga digunakan untuk analisis kuantitatif dengan menghitung nilai intensitas puncak serapan. Proses karakterisasi

dengan FTIR melibatkan analisis spektrum yang dihasilkan sesuai dengan puncak-puncak yang terbentuk oleh gugus fungsi tertentu. Senyawa tersebut dapat menyerap radiasi elektromagnetik pada daerah inframerah dengan bilangan gelombang antara 500 hingga 4000  $\text{cm}^{-1}$  (Wendri dkk., 2019). *Dye* sebanyak 3 ml dari setiap sampel variasi pH dikarakterisasi FTIR oleh lab kimia instrumentasi UPI.

### 3.5.2 Karakterisasi Serapan Optik DSSC

*UV-Vis spectrophotometer* digunakan untuk mengetahui kemampuan absorbansi *dye* dan juga  $\text{TiO}_2$  yang sudah diwarnai. Karakterisasi dilakukan dengan menguji sampel *dye* fotoanoda pada panjang gelombang 200-800 nm. Karakterisasi yang dilakukan ini bertujuan untuk memperoleh nilai absorbansi dan panjang gelombang yang dapat diserap. Kemudian nilai absorbansi ini dapat digunakan untuk menghitung persentase LHE dan nilai *band gap* yang dimiliki sampel.

### 3.5.3 Karakterisasi Tingkat Level Energi Molekular *Dye*

*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  $\text{Ag}/\text{AgCl}$  sebagai elektroda referensi. Larutan elektrolit yang digunakan adalah 10 mL  $\text{KNO}_3$  0,1 M yang ditetesi *dye*. Data yang dihasilkan dalam rentang -1,8 V sampai dengan +1,8 V (Golshan dkk., 2021).

### 3.5.4 Karakterisasi *J-V* DSSC

Karakterisasi *J-V* DSSC dilakukan menggunakan alat *Solar Standard Simulator* AM 1,5G filter 100  $\text{mW}/\text{cm}^2$ . Hasil dari karakterisasi ini diolah untuk memperoleh data rapat arus *short-circuit* ( $J_s$ ), tegangan *open-circuit* ( $V_{oc}$ ), *fill factor* (FF), dan efisiensi DSSC ( $\eta$ ).

## 3.6 Analisis Data

### 3.6.1 Analisis Karakteristik Optik

Analisis sifat optik dari larutan pewarna alami dan lapisan  $\text{TiO}_2$  yang diwarnai dilakukan menggunakan nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi *UV-Vis spectrophotometer*. Data yang diperoleh nantinya diplot ke dalam sebuah grafik yang menggambarkan panjang gelombang yang diserap

lapisan ini. Kemudian, plot grafik  $\alpha hv^2$  terhadap energi foton setelah ditentukan koefisien absorbansinya dapat digunakan untuk menentukan nilai *band gap*. Di mana persamaan yang digunakan adalah:

$$hv = \frac{1240}{\lambda} \quad (3.1)$$

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

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

Dengan  $\lambda$  merupakan panjang gelombang, A merupakan absorbansi dan l luas permukaan. Nilai *band gap* ini dapat ditentukan dengan memproyeksikan garis singgung ke kurva yang dilakukan dengan sumbu x yang berpotongan titik  $ahv^2 = 0$  (Tauc dkk., 1966). Untuk mencari persentase LHE, harus menentukan terlebih dulu nilai koefisien absorbansi setiap sampel menggunakan Persamaan (3.2) yang kemudian disubstitusikan ke dalam Persamaan (3.4).

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

Selain itu, data hasil dari *cyclic voltammetry* yang berupa nilai arus dan tegangan, digunakan juga untuk menghitung *band gap* pada pewarna. Nilai-nilai tersebut diolah untuk menghasilkan besaran energi potensial reduksi dan oksidasi. Nilai-nilai yang dihasilkan kemudian digunakan dalam Persamaan (3.5) dan Persamaan (3.6) (Crespilho dkk., 2006; Smestad dkk., 2003).

$$HOMO = -(E_{oks} + 4,4) \quad (3.5)$$

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

Pengaruh pH larutan dan konsentrasi ekstrak *dye* terhadap sifat optik dianalisis dari grafik absorbansi, tingkat level energi molekular, nilai *band gap*, dan persentase LHE yang teramati.

### 3.6.2 Analisis Kinerja DSSC

Kinerja DSSC dianalisis menggunakan data yang diperoleh dari hasil karakterisasi *J-V* berupa nilai rapat arus dan tegangan. Kemudian diplot ke dalam 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 menghasilkan nilai *fill factor* ( $FF$ ), dan efisiensi ( $\eta$ ) (Jinchu dkk., 2013).

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

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

Di mana 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 arus mendekati nol. Untuk nilai  $V_{max}$  dan  $J_{max}$  ditentukan dari daya terbesar yang dapat dihasilkan DSSC.

Grafik yang diperoleh dari percobaan dianalisis untuk menentukan efisiensi DSSC dengan menggunakan parameter seperti,  $J_{sc}$ ,  $V_{oc}$ , dan *fill factor* ( $FF$ ). Hasil dari analisa memperoleh gambaran pengaruh pH dan konsentrasi pengekstrak terhadap kinerja DSSC.