

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metoda Penelitian

Metoda penelitian yang dilakukan pada penelitian ini berupa metode eksperimen. Penelitian ini berfokus pada *dye* yang berasal dari Tumbuhan Hanjuang (*Cordyline Fruticosa*) yang dimaserasi dalam pelarut yang berbeda yaitu dalam aseton, dalam etanol dan dalam metanol, kemudian dilakukan sejumlah karakterisasi untuk mengetahui karakteristik penyerapan (absorpsi) *dye*, kandungan gugus organik *dye*, dan mengetahui karakteristik transfer muatan antarmuka fotosensitizer dengan semikonduktor TiO₂ melalui karakteristik level energi HOMO-LUMO *dye* dan karakteristik resistansi internal DSSC, serta mengetahui performa DSSC melalui karakteristik kelistrikan DSSC.

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di beberapa tempat yaitu laboratorium elektronika Departemen Pendidikan Fisika FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Jl. Dr. setiabudhi No. 229 Bandung, laboratorium Fungsional Material dan laboratorium Proses Material, program studi Teknik Fisika, laboratorium Kimia Analitik ,dan laboratorium Kimia Fisika program studi Kimia, Institut Teknologi Bandung yang berlokasi di Jalan Ganesha No. 10 Bandung.

3.3 Alat dan Bahan yang Digunakan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari :

- | | |
|-------------------|-----------------------------------|
| 1. Gelas Vial | 2. Gunting |
| 3. Gelas Kimia | 4. <i>Cutter</i> |
| 5. Mortar | 6. <i>Ultrasonic Cleaner Bath</i> |
| 7. Neraca digital | 8. Kertas saring |
| 9. Pipet | 10. Corong |
| 11. Spatula | 12. Multimeter |
| 13. Pinset | 14. Potensiometer |

- | | |
|--------------------------------|----------------------------------|
| 15. <i>Blender</i> | 16. <i>Sentrifug</i> |
| 17. <i>Oven</i> | 18. <i>Batang pengaduk (rod)</i> |
| 19. <i>Chemical scoth tape</i> | 20. <i>Pompa vakum</i> |
| 21. <i>Penjepit kertas</i> | 22. <i>Kertas timbang</i> |
| 23. <i>Sarung tangan</i> | 24. <i>Termokopel</i> |
| 25. <i>Masker</i> | 26. <i>Magnetic stirrer</i> |

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini yaitu

- | | |
|--|---|
| 1. <i>Daun Hanjuang (Cordyline Fruticosa)</i> | 2. <i>Lem kaca (Sealant Rubber)</i> |
| 3. <i>Metanol</i> | 4. <i>Etanol</i> |
| 5. <i>Aseton</i> | 6. <i>Aquades</i> |
| 7. <i>Asam Asetat</i> | 8. <i>Alkohol 95%</i> |
| 9. <i>Elektroda kerja TiO₂ (TiO₂ coated test cell electrode (opaque)) MS001610 produksi Dyesol</i> | 10. <i>Elektrolit EL-HSE (High Stability Electroyte) MS005616 produksi Dyesol</i> |
| 11. <i>Larutan KNO₃</i> | 12. <i>Isopropil Alkohol (IPA)</i> |
| 13. <i>Counter elektroda berlapis Platina (platinum coated test cell elektroda lawans with fill hole) MS001651 produksi Dyesol</i> | 14. <i>Low temperature thermoplastic sealant MS004610 produksi Dyesol</i> |

3.4 Desain Penelitian

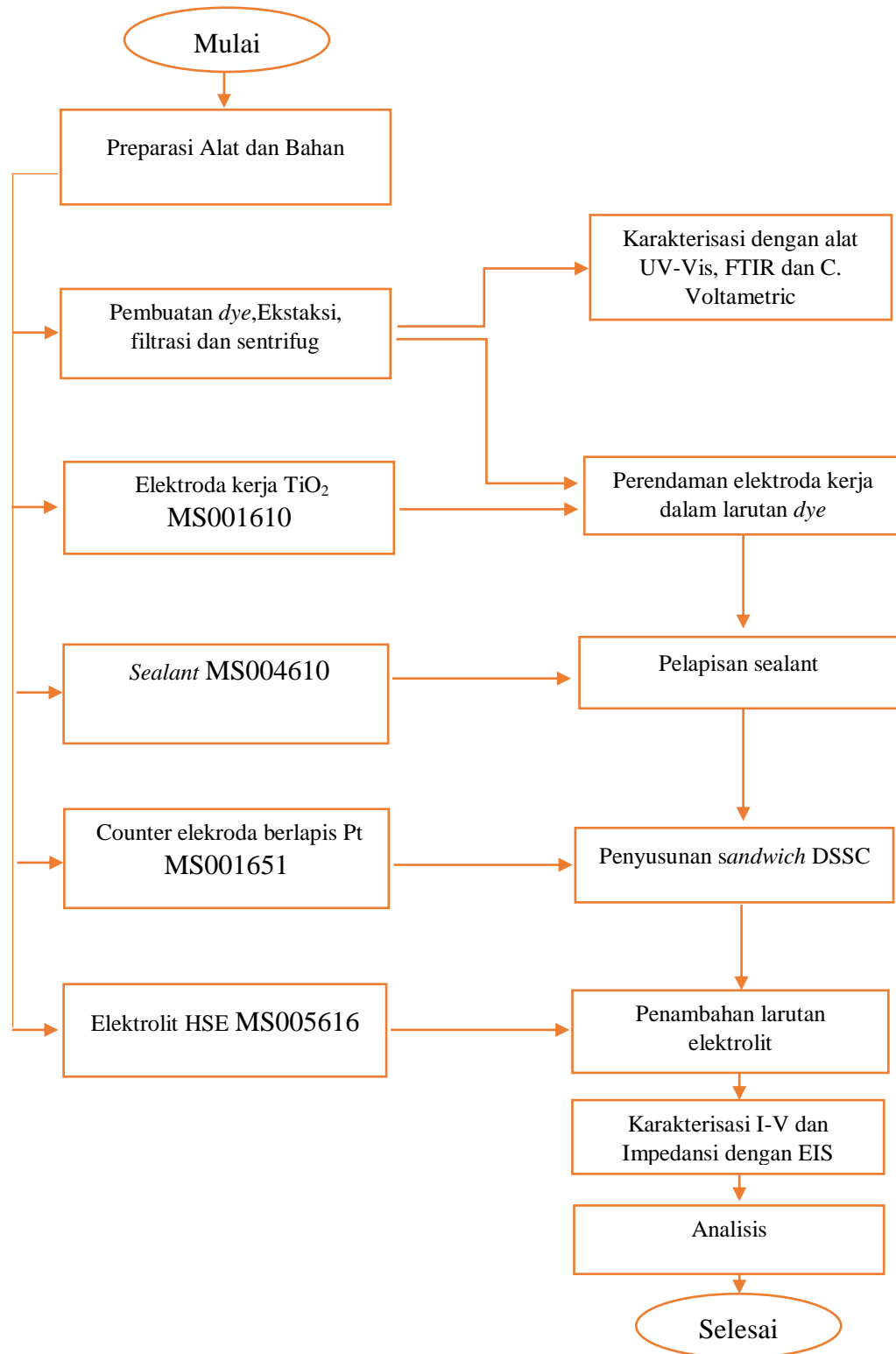
Proses pembuatan DSSC dari *dye* dari Tumbuhan Hanjuang (*Cordyline Fruticosa*) dimulai dengan preparasi alat dan bahan, kemudian proses pembuatan *dye* dengan memvariasikan pelarut dan dimaserasi selama 2 minggu pada temperatur 25 °C dalam ruang gelap tanpa dilakukan proses pemurnian lebih lanjut. Larutan elektrolit (I^-/I_3^-) yang digunakan berupa larutan elektrolit standar EL-HSE (*High Stability Electroyte*) MS005616 produksi *Dyesol*. Elektroda yang digunakan berupa elektroda kerja TiO₂ standar MS001610 dan Counter elektroda berlapis Platina MS001651 produksi *Dyesol*. Setelah semua persiapan selesai,

Romi Nugraha, 2015

KARAKTERISTIK FOTOFISIKA-KIMIA FOTOSENSITIZER HANJUANG (*CORDYLINE FRUTICOSA*) PADA *DYE SENSITIZED SOLAR CELLS*

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

dilakukan penyusunan DSSC dan dilakukan karakterisasi untuk mengetahui karakteristik DSSC yang dibuat. Diagram alur penelitian yang dilakukan seperti Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram Alur penelitian DSSC yang dibuat dari *dye Cordyline Fruticosa*

3.5 Proses Pembuatan DSSC

1. Pembuatan *Dye*

Dye dibuat dengan mengekstraksi pigmen dari daun tumbuhan Hanjuang (*Cordyline Fruticosa*). Daun tumbuhan Hanjuang dihaluskan dengan *blender* kemudian dicampur dengan pelarut dengan komposisi 1:2 yaitu 130 gram bubuk daun ditambah 260 gr pelarut. Pelarut yang digunakan tiga jenis yaitu aseton, etanol dan metanol, sehingga akan menghasilkan tiga jenis *dye* yaitu *Cordyline Fruticosa* aseton, *dye Cordyline Fruticosa* etanol dan *dye Cordyline Fruticosa* metanol. Proses maserasi dilakukan dalam ruang gelap dengan temperatur 25 °C selama 2 minggu. Setelah itu, *dye* disaring dengan kertas saring tiga lapis untuk memisahkan endapan dengan filtrat, kemudian disentrifug selama 10 menit dengan kecepatan 4000 rpm agar *dye* yang dihasilkan benar-benar bersih dari residu. Berikut ini dokumentasi proses filtrasi dan sentrifug *dye Cordyline Fruticosa* setelah proses maserasi yang ditampilkan pada Gambar 3.2 dan Gambar 3.3.



Gambar 3.2. Proses filtrasi *dye Cordyline Fruticosa*



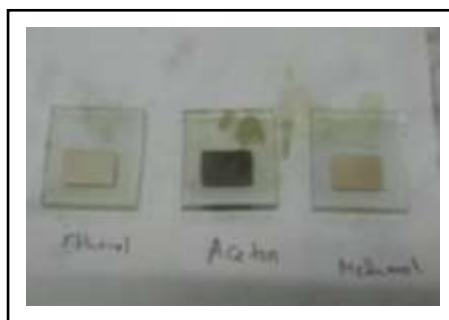
Gambar 3.3. Proses sentrifugasi *dye Cordyline Fruticosa*

2. Perendaman Elektroda Kerja dalam *Dye*

Proses ini dilakukan dengan merendam elektroda kerja dalam *dye Cordyline Fruticosa* selama dua hari. Proses ini bertujuan agar molekul-molekul *dye* terikat pada TiO_2 . Setelah dua hari, elektroda kerja dicuci dengan Isopropil Alkohol kemudian dikeringkan. Pencucian ini bertujuan agar permukaan elektroda kerja bersih dan *dye* yang terdapat pada elektroda kerja merupakan *dye* yang benar-benar terikat dengan baik pada TiO_2 . Dibawah ini dokumentasi proses perendaman elektroda dalam *dye Cordyline Fruticosa* dan dokumentasi elektroda kerja hasil perendaman.



Gambar 3.4. Proses perendaman elektroda dalam *dye Cordyline Fruticosa*



Gambar 3.5. Elektroda kerja hasil perendaman

3. Pelapisan *Sealant*

Sealant berupa plastik yang akan berubah menjadi perekat ketika dipanaskan. *Sealant* yang digunakan adalah *low temperature thermoplastic sealant* MS004610 produksi *Dyesol*. Proses pelapisan *sealant* dimulai dengan memotongnya menjadi ukuran kecil kemudian dilipat menjadi dua lapis dan ditempelkan disekitar lapisan TiO_2 di elektroda kerja, tidak lupa membuat sebuah celah untuk tempat keluar udara. Setelah itu, elektroda kerja ditutup dengan counter elektrode dan dijepit dengan klip membentuk sebuah *sandwich*. *Sandwich* tersebut, kemudian dipanaskan didalam *oven* selama 5 menit pada suhu $80\text{ }^\circ\text{C}$ dengan *double chamber* agar *sealant* menjadi perekat yang kuat diantara kedua elektroda. Berikut ini Gambar 3.6 dokumentasi *sandwich* DSSC sebelum dipanaskan dalam *Oven*



Gambar 3.6. *Sandwich* DSSC yang dibuat dengan *dye Cordyline Fruticosa* Aseton, *dye Cordyline Fruticosa* Etanol dan *dye Cordyline Fruticosa* Metanol

4. Penambahan Larutan Elektrolit

Proses ini dilakukan dengan memasukan larutan elektrolit standar EL-HSE (*High Stability Electrolyte*) MS005616 produksi *Dyesol* pada celah counterelectrode . Untuk mencegah penguapan elektrolit pada celah tersebut ditutup dengan lem kaca (*silicon rubber*) *Sealant*. Setelah kering, DSSC telah siap untuk dikarakterisasi. Berikut ini dokumentasi proses injeksi elektrolit kedalam *sandwich* DSSC.



Gambar 3.7. Penambahan elektrolit pada *sandwich* DSSC

3.6 Alat Karakterisasi

1. Spektrofotometri UV-Vis

Karakterisasi dengan alat spektrofotometri UV-Vis bertujuan untuk mengetahui karakteristik penyerapan cahaya *dye Cordyline Fruticosa* (absorpsi). Pengukuran dilakukan dengan alat *Ultraviolet and Visible Spectrophotometri* Hewlett Packard 8453 Agilent Technologies pada rentang panjang gelombang dari 190 nm sampai 1100 nm di laboratorium Kimia Analitik ITB. Dengan pengujian ini dapat diketahui rentang panjang gelombang penyerapan serta kandungan pigmen dalam *dye*, apakah klorofil, antosianin, karoten, betalalanin atau lainnya. Berikut ini dokumentasi dari alat spektrofotometri UV-Vis yang digunakan dalam penelitian ini.



Gambar 3.8. Spektrofotometri UV-Vis Hewlett Packard 8453 Agilent Technologies

2. Spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengukuran dengan alat spektroskopi FTIR bertujuan untuk mengetahui berbagai tipe ikatan pada bilangan gelombang tertentu. Dengan analisis FTIR, dapat diketahui adanya gugus jangkar (*anchoring grup*) yaitu gugus hidroksil dan karbonil dalam *dye*. *Anchoring grup* berfungsi sebagai media yang memfasilitasi agar *dye* dan semikonduktor TiO₂ berikatan dengan baik. Dari pengukuran ini dapat diketahui apakah *dye* mengandung *anchoring grup* yaitu gugus karbonil dan hidroksil atau tidak. Pengukuran dilakukan dengan spektroskopi FTIR Prestige 21 produksi Shimadzu Jepang, yang terdapat di Laboratorium Kimia Analitik ITB dari bilangan gelombang 4500cm⁻¹ – 400 cm⁻¹ (*mid-infrared spectrum*). Berikut ini dokumentasi dari alat Spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) yang digunakan dalam penelitian ini.



Gambar 3.9. Spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Prestige 21 produksi Shimadzu Jepang

Untuk mengetahui gugus organik *dye*, bilangan gelombang pada puncak-puncak spektra hasil pengukuran dianalisa dengan cara merujuk

pada referensi. Di bawah ini tabel referensi karakteristik pita inframerah dari senyawa organik (Stuart, 2004)

1. Hidrokarbon *Aliphatic*

Berikut ini Tabel 3.1., referensi bilangan gelombang untuk ikatan Hidrokarbon *Aliphatic*

Tabel 3.1. Bilangan gelombang untuk ikatan Hidrokarbon *Aliphatic*

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
<i>Alkanes</i>	
2960	Methyl symmetric C–H stretching
2930	Methylene asymmetric C–H stretching
2870	Methyl asymmetric C–H stretching
2850	Methylene symmetric C–H stretching
1470	Methyl asymmetrical C–H bending
1465	Methylene scissoring
1380	Methyl symmetrical C–H bending
1305	Methylene wagging
1300	Methylene twisting
720	Methylene rocking
<i>Alkenes</i>	
3100–3000	=C–H stretching
1680–1600	C=C stretching
1400	=C–H in-plane bending
1000–600	=C–H out-of-plane bending
<i>Alkynes</i>	
3300–3250	=C–H stretching
2260–2100	C≡C stretching
700–600	=C–H bending

2. Campuran Aromatik

Berikut ini Tabel 3.2., referensi bilangan gelombang untuk ikatan Campuran Aromatik

Tabel 3.2. Bilangan gelombang untuk ikatan campuran Aromatik

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3100–3000	C–H stretching
2000–1700	Overtone and combination bands
1600–1430	C=C stretching
1275–1000	In-plane C–H bending
900–690	Out-of-plane C–H bending

3. Campuran Oksigen

Berikut ini Tabel 3.3., referensi bilangan gelombang untuk ikatan Campuran Oksigen

Tabel 3.3. Bilangan gelombang ikatan campuran Oksigen

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
	<i>Alcohol and phenols</i>
3600	Alcohol O–H stretching
3550–3500	Phenol O–H stretching
1300–1000	C–O stretching
	<i>Ethers</i>
1100	C–O–C stretching
	<i>Aldehydes and ketones</i>
2900–2700	Aldehyde C–H stretching
1740–1720	Aliphatic aldehyde C=O stretching
1730–1700	Aliphatic ketone C=O stretching
1720–1680	Aromatic aldehyde C=O stretching
1700–1680	Aromatic ketone C=O stretching
	<i>Esters</i>
1750–1730	Aliphatic C=O stretching
1730–1705	Aromatic C=O stretching
1310–1250	Aromatic C–O stretching
1300–1100	Aliphatic C–O stretching
	<i>Carboxylic acids</i>
3300–2500	O–H stretching
1700	C=O stretching
1430	C–O–H in-plane bending
1240	C–O stretching
930	C–O–H out-of-plane bending
	<i>Anhydrides</i>
1840–1800	C=O stretching
1780–1740	C=O stretching
1300–1100	C–O stretching

4. Amina

Berikut ini Tabel 3.4., referensi bilangan gelombang untuk ikatan Amina

Tabel 3.4. Bilangan gelombang ikatan Amina

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3335	N-H stretching (doublet for primary amines; singlet for secondary amines)
2780	N-CH ₂ stretching
1615	NH ₂ scissoring, N-H bending
1360–1250	Aromatic C-N stretching
1220–1020	Aliphatic C-N stretching
850–750	NH ₂ wagging and twisting
715	N-H wagging

5. Amida

Berikut ini Tabel 3.5., referensi bilangan gelombang untuk ikatan Amida

Tabel 3.5. Bilangan gelombang ikatan Amida

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3360–3340	Primary amide NH ₂ asymmetric stretching
3300–3250	Secondary amide N-H stretching
3190–3170	Primary amide NH ₂ symmetric stretching
3100–3060	Secondary amide amide II overtone
1680–1660	Primary amide C=O stretching
1680–1640	Secondary amide C=O stretching
1650–1620	Primary amide NH ₂ bending
1560–1530	Secondary amide N-H bending, C-N stretching
750–650	Secondary amide N-H wagging

6. Campuran Nitrogen

Berikut ini Tabel 3.6., referensi bilangan gelombang untuk ikatan Campuran Nitrogen

Tabel 3.6. Bilangan gelombang campuran Nitrogen

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
2260–2240	Aliphatic nitrile C≡N stretching
2240–2220	Aromatic nitrile C≡N stretching
2180–2110	Aliphatic isonitrile –N≡C stretching
2160–2120	Azide N=N stretching
2130–2100	Aromatic isonitrile –N≡C stretching
1690–1620	Oxime C=N–OH stretching
1680–1650	Nitrite N=O stretching
1660–1620	Nitrate NO ₂ asymmetric stretching
1615–1565	Pyridine C=N stretching, C=C stretching
1560–1530	Aliphatic nitro compound NO ₂ asymmetric stretching
1540–1500	Aromatic nitro compound NO ₂ asymmetric stretching
1450–1400	Azo compound N=N stretching
1390–1370	Aliphatic nitro compound NO ₂ symmetric stretching
1370–1330	Aromatic nitro compound NO ₂ symmetric stretching
1300–1270	Nitrate NO ₂ symmetric stretching
965–930	Oxime N–O stretching
870–840	Nitrate N–O stretching
710–690	Nitrate NO ₂ bending

3. Cyclic Voltametry (CV)

Cyclic Voltametry (CV) merupakan metoda elektroanalitik untuk menganalisa secara elektronik molekul yang aktif beserta reaksi kimianya. (Chakraborty dkk., 2013). CV bekerja dengan mencacah potensial kemudian mengukur arus respon yang dihasilkan dari transfer elektron pada atau dari spesies kimia yang terlibat dalam reaksi elektrokimia. Alat ini terdiri dari tiga elektroda dan sebuah potentiostat yang mengontrol potensial dan mengukur arus yang mengalir diantara elektroda. Elektrodanya terdiri dari elektroda kerja (*Working electrode /WE*), *elektroda lawan (CE)*, dan *reference electrode (RE)* (Fattori, 2010).

Melalui pengukuran dengan *Cyclic Voltametry*, dapat ditentukan tingkat energi HOMO dan LUMO *dye Cordyline Fruticosa*. Puncak potensial oksidasi pertama berhubungan dengan level HOMO *dye* dan puncak potensial reduksi pertama berhubungan dengan level LUMO *dye* (Miao dkk., 2011).

Pengukuran dilakukan dengan alat *Cyclic Voltametry* yang terdiri dari Potentiostat (Model EA161) dan E-corder 401 (Model ED401) produksi e-DAQ, elektroda yang digunakan berupa elektroda Ag/AgCl di lab Kimia Analitik ITB, dengan *scan rate* 2 mV/s mulai dari -1,6 V hingga +1,6 V.

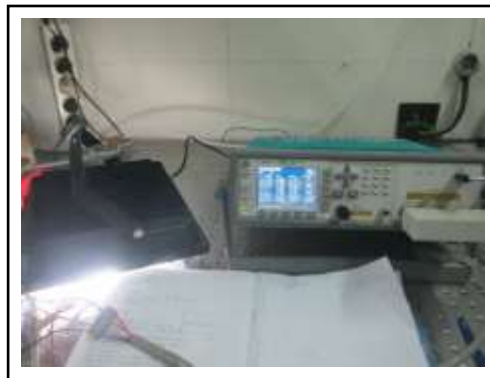
Berikut ini dokumentasi dari alat *Cyclic Voltametri* yang digunakan dalam penelitian ini



Gambar 3.10. Rangkaian alat *Cyclic Voltametry*

4. *Electrochemical Impedance Spektroskopy (EIS)*

Pengujian dengan alat *Electrochemical Impedance Spektroskopy (EIS)* bertujuan untuk mengetahui karakteristik resistansi internal DSSC. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia Fakultas MIPA ITB. Alat yang digunakan berupa LCR Meter E4980A produksi Agilent. Pengukuran dilakukan pada rentang frekuensi 20 Hz - 2 MHz. Berikut ini dokumentasi pengujian dengan spektroskopi EIS.



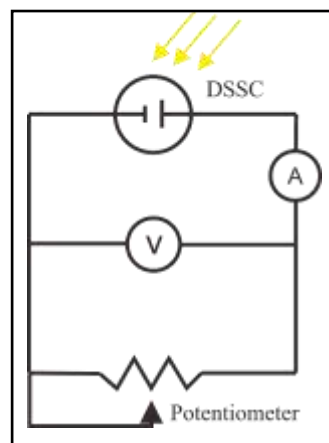
Gambar 3.11. Proses karakterisasi DSSC *dye Cordyline Fruticosa* dengan alat *Electrochemical Impedance Spektroskopy (EIS)*

Data hasil pengukuran diplot dalam grafik Nyquist, kemudian dibuat model rangkaian yang ekuivalen dan dilakukan pencocokan (*fitting*) serta ekstrapolasi data menggunakan software EIS Spectrum Analyser 1.0.

5. Karakterisasi I-V

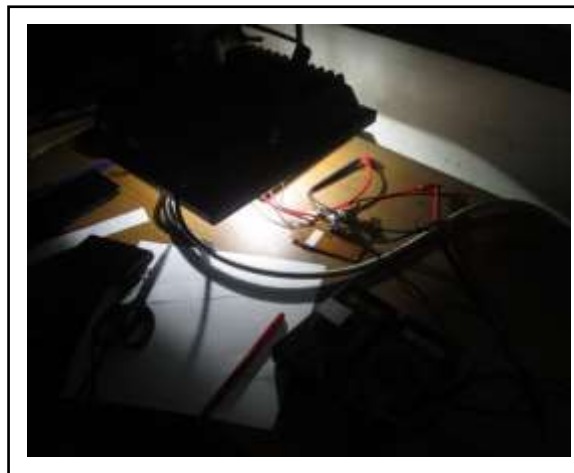
Pengujian ini dilakukan dengan Lampu LED berdaya $100 \text{ mW}/\text{cm}^2$ di Laboratorium Fungsional Material ITB. Dalam pengujian diukur tegangan dan arus yang dihasilkan dengan Voltmeter dan Amperemeter. Data yang dihasilkan diplot dalam grafik rapat arus terhadap tegangan (grafik J-V) dan dari grafik J-V tersebut dapat ditentukan tegangan rangkaian terbuka (*open-circuit voltage*), arus hubungan singkat (*short-circuit current*), tegangan daya maksimum, arus daya maksimum dan *fill factor* serta efisiensi.

Skema rangkaian pengukuran I-V seperti pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12. Skema rangkaian pengukuran I-V DSSC

Berikut ini dokumentasi proses pengujian I-V DSSC yang dibuat dari *dye Cordyline Fruticosa*.



Gambar 3.13. Pengujian I-V DSSC *dye Cordyline Fruticosa*