

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian dilaksanakan pada bulan Juni sampai dengan September 2021 di Laboratorium Fisika Lanjut Universitas Pendidikan Indonesia yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudi No.229, Isola, Kec. Sukasari, Kota Bandung, Jawa Barat 40154. Sedangkan karakterisasi Uv-Vis, Analisis Kurva C-V dan Analisis Hasil Efisiensi Solar Cell dilakukan di Laboratorium yang sama namun karena keterbatasan alat, untuk karakterisasi SEM dan XRD dilakukan di Institut Teknologi Bandung yang beralamat di Lb. Siliwangi, Kecamatan Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat 40132.

#### **3.2 Instrumen Penelitian**

Berikut merupakan Alat dan Bahan yang digunakan dalam penelitian.

##### **3.2.1 Alat**

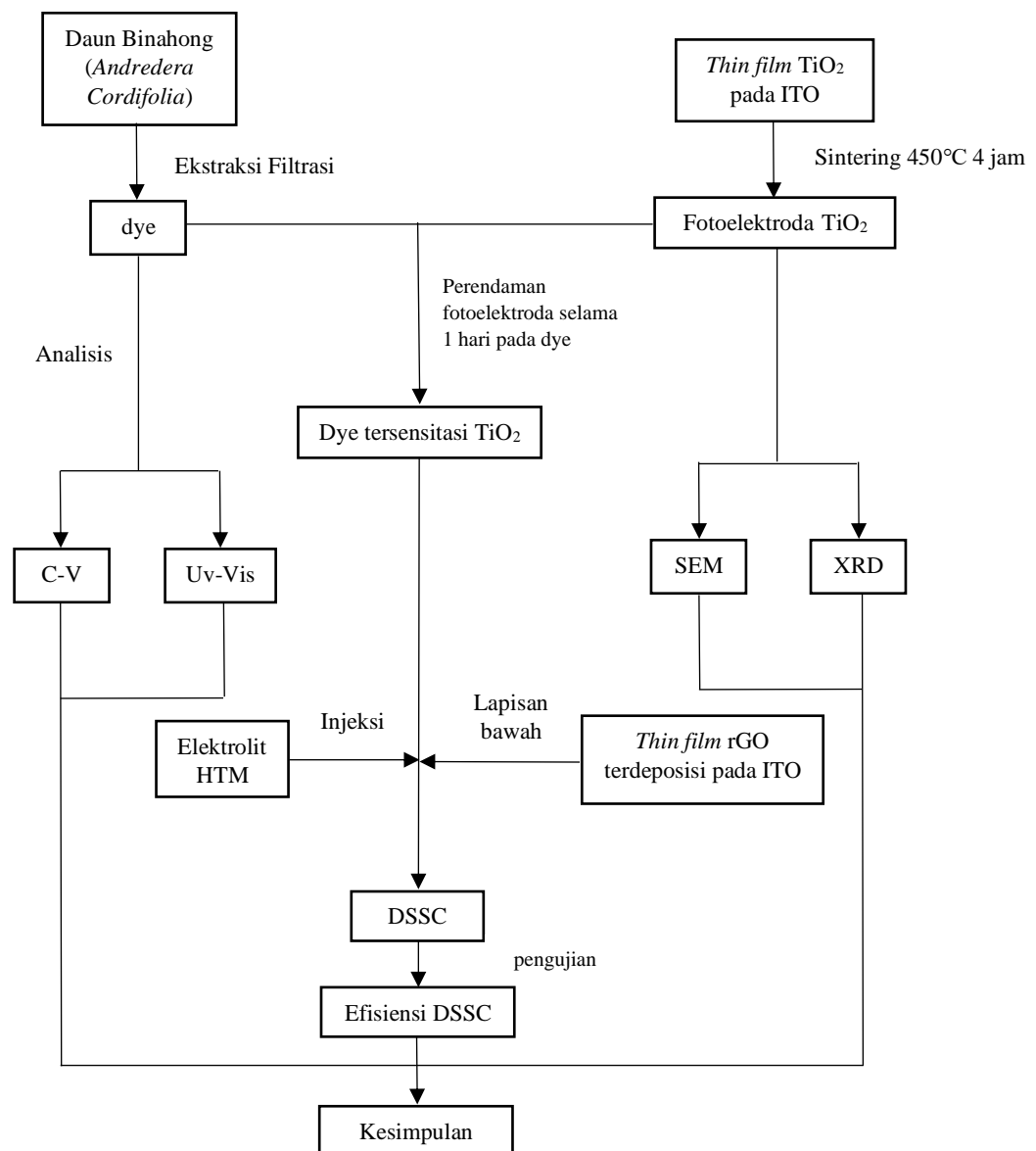
Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, sarung tangan karet, botol sampel, spatula, corong kaca, neraca digital, kertas wattman, gelas ukur, alat sentrifugasi, *beaker glass*, *vacuum pump*, *filtration bunchner vacuum kit*, oven atau pengering, aluminium foil, gelas ukur, *magnetic stirrer*, *ultrasonic cleaner*, micro pipet, kertas timbang, kaca pelindung, masker, *stopwatch*, magnet batang pengaduk, tisu, *spin coater*, kaca/substrat *Indium Tin Oxide* (ITO), selotip, *cotton buds*, tungku pemanas (*Furnace*), doctor blade, multimeter digital, penjepit kaca (*Binder Clips*), kabel, gunting, plastic wrap, selotip (*Heat Resistant Tape*), lemari asam, *Cleaning Frame*, Kaca kuarsa, *Standard Solar Simulator 1.5 AM filter 100mW/cm<sup>2</sup>*, *Three-electrode Elektrochemical*, *Scanning Electron Microscope*, *X-Ray Diffraction*, dan *Potensiostat Voltametry Cyclic*.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu, film tipis TiO<sub>2</sub> (Titanium Dioksida) powder, *Polyethilen Glicol*, *water for injection*, methanol, HCl, Triton X-100, *Isoprophyl Alcohol*, gas nitrogen (N<sub>2</sub>), *acetone*, *2-Ethoxyethanol*, *Reduce Graphene Oxide*, kaca transparan konduktif ITO (*Indium Tin Oxide*), HTM (*Hole Transport Material*), daun binahong (*Androdera Cordifolia*).

### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan, meliputi tahap preparasi fotosensitizer DSSC, preparasi fotoelectrode, electrode lawan, serta elektrolit DSSC, pemasangan DSSC, Analisis performansi DSSC, dengan parameter yang diteliti, diantaranya densitas arus pendek  $J_{sc}$ , rapat arus  $J$ , tegangan sirkuit terbuka  $V_{oc}$ , tegangan  $V$ , *fill factor*  $FF$ , daya maksimal  $P_{maks}$ , serta efisiensi  $\eta$ . Pada penelitian ini ditampilkan di bagan alir pada Gambar 3.1 berikut ;



Gambar 3. 1 Bagan Alir Tahapan Penelitian

### 3.3.1 Studi Literatur

Pada tahap ini, peneliti mengkaji beberapa jurnal mengenai *dye sensitized solar cell* (DSSC). Peneliti juga mengkaji urgensi penggunaan DSSC yang nantinya dapat dikembangkan dalam penelitian selanjutnya.

### 3.3.2 Preparasi Pembuatan Fotoelektroda TiO<sub>2</sub>

#### a. Preparasi Pembuatan Pasta TiO<sub>2</sub>

Pembuatan pasta TiO<sub>2</sub> ini dibuat dengan beberapa material diantaranya, *titanium dioxide powder*, *polyethilen glycol 6000* (PEG), *aquadest* (*water for injection*), methanol, HCl, serta Triton X-100. Diawali dengan mencampurkan air sebanyak 15 ml dan methanol 15 ml dan di aduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 50°C dan kecepatan putaran sebesar 400 rpm selama 10 menit. Kemudian menambahkan HCl sebanyak 250  $\mu$ l ke dalam larutan menggunakan mikropipet dan diaduk kembali selama 10 menit. Sambil menunggu proses pengadukan, peneliti menimbang *titanium dioxide powder* sebanyak 5 gram, menimbang *polyethilen glycol 6000* (PEG 6000) sebanyak 1,5 gram. Setelah itu memasukkannya ke dalam larutan dan menambahkan Triton X-100 sebanyak lima tetes yang kemudian diaduk kembali sampai membentuk pasta TiO<sub>2</sub> selama 8 jam pengadukan. Bahan dasar pembuatan TiO<sub>2</sub> ditunjukkan oleh Gambar 3.2 serta proses pembuatan pasta TiO<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 3.3.



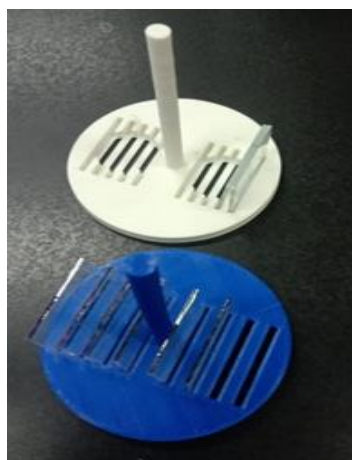
Gambar 3. 2 Bahan Dasar Pembuatan TiO<sub>2</sub>



Gambar 3. 3 Proses Pembuatan Pasta TiO<sub>2</sub>

#### b. Preparasi TiO<sub>2</sub> *Thin Film* Standar

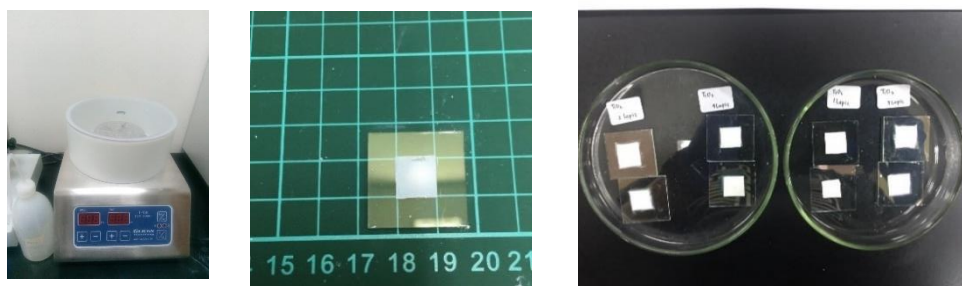
Diawali dengan proses pembersihan substrat ITO dengan meletakkan kaca konduktif ITO pada *cleaning frame* seperti pada Gambar 3.4. *Isoprophyl Alcohol* dituang ke dalam gelas breaker yang berisi substrat ITO



Gambar 3. 4 Substrat ITO

untuk proses perendaman yang nantinya disonikasi menggunakan *ultrasonic cleaner* pada suhu 50°C selama 15 menit.

Kemudian substrat *Indium Tin Oxide* (ITO) dibersihkan dengan gas Na. Agar proses pembuatan thin film ini lebih mudah, peneliti menempelkan selotip di setiap sisi substrat ITO dan membentuk persegi ukuran 1x1 cm<sup>2</sup> di atas substrat ITO bagian konduktif, setelah itu pasta TiO<sub>2</sub> dioleskan menggunakan *doctor blade* diatas substrat ITO dan dengan metode *spin coating* yang akan membuat pasta TiO<sub>2</sub> menjadi rata di seluruh permukaan substrat dengan tahap spin coating yang pertama adalah 15 detik dengan putaran 1000 rpm, dan tahap spin coating kedua selama 30 detik dengan putaran 3000 rpm. Kemudian selotip dilepaskan dari substrat, dan thin film TiO<sub>2</sub> dibiarkan mengering kemudian untuk memvariasikan ketebalan TiO<sub>2</sub>. Penambahan pasta TiO<sub>2</sub> ini dilakukan secara bertahap untuk dua, tiga, dan empat lapisan kemudian dilakukan tahap sintering menggunakan *furnice*. Untuk menentukan ketebalan TiO<sub>2</sub> nantinya akan diuji menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM).



Gambar 3. 5 Preparasi pembuatan Fotoelektroda TiO<sub>2</sub>

### c. Sintering TiO<sub>2</sub>

Pada tahapan ini thin film TiO<sub>2</sub> dipanaskan dengan suhu 450 °C, pada tahapan ini dilakukan selama 4 jam pemanasan. Tahapan ini dilakukan guna memperkuat proses sintering TiO<sub>2</sub>.

### d. Karakterisasi Nanopartikel TiO<sub>2</sub>

#### (i) Karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Penggunaan gambar SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari suatu material. Ketebalan dari fotoelektroda TiO<sub>2</sub> didapatkan dari



Gambar 3. 6 Proses Sintering Semikonduktor TiO<sub>2</sub>

ukuran ketebalan film yang diperoleh dari gambar lintang TiO<sub>2</sub> menggunakan SEM dengan pembesaran sebesar 40.000x pada operasi 10.0kV. Data yang diolah ini kemudian dihasilkan untuk dapat mengetahui homogenitas ukuran partikel yang terbentuk menggunakan *software ImageJ* serta untuk mengamati partikel atau *grain* yang terbentuk dengan skala SEM.

#### (ii) Karakterisasi *X Ray Diffraction* (XRD)

Pola XRD biasanya menghasilkan ukuran kristal sesuai dengan persamaan *Scherrer* pada indeks Miller (101). Nilai puncak pola XRD yang besar akan mengindikasikan bahwa TiO<sub>2</sub> memiliki kristalinitas yang baik untuk fase anatase. Karakterisasi XRD ini dilakukan di Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi ITB dengan menggunakan alat Bernama Bruker Advanced D8 dengan eksitasi Cu-K $\alpha$ . Kemudian, pengolahan data dari hasil pola difraksi dilakukan dengan menggunakan *software Match!* yang akan menghasilkan jumlah persentase berat dari fasa yang terbentuk dari fase kristal TiO fase kristal TiO<sub>2</sub>.

### e. Analisis Kristalinitas serta Morfologi Fotoelektroda TiO<sub>2</sub>

Untuk menentukan hasil analisis kristalinitas dan morfologi fotoelektroda TiO<sub>2</sub> digunakan data dari hasil karakterisasi XRD dan SEM. Hasil yang di dapat dari XRD berupa data intensitas serta sudut ( $2\theta$ ) yang kemudian diolah dengan menggunakan *software* Match! agar didapatkan beberapa data seperti fase kristal TiO<sub>2</sub> dan data puncak FWHM. Ukuran bulir kristal ini dapat diperoleh dengan menggunakan rumus *Debye Scharrer* (Yusariarta Ade Wahyu, 2015) berikut.

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta} \quad (3.1)$$

$$B = 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\cos\theta} \quad (3.2)$$

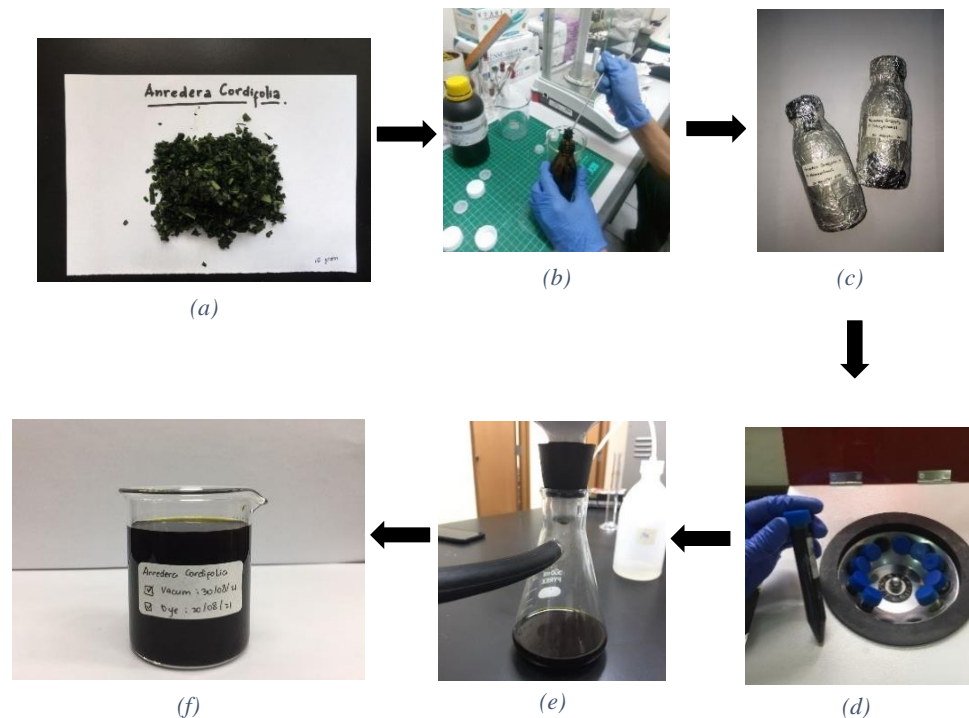
Dengan ukuran D merupakan ukuran kristal ( $\text{\AA}$ ),  $\lambda$  merupakan panjang gelombang yang digunakan dalam pengujian XRD yakni  $1.54059 \text{ \AA}$ , k merupakan konstanta bernilai 0,9 yang merupakan factor bentuk tanoa dimensi dari partikel bola (Sadikin, 2017). B merupakan lebar dari setengah puncak (FWHM) dalam radian, dan  $\theta$  merupakan sudut saat puncak terbentuk.

Analisis karakterisasi SEM merupakan gambaran morfologi dari *thin film* TiO<sub>2</sub> yang diolah untuk menghasilkan nilai ukuran bulir yang terbentuk serta homogenitas dari ukuran bulir dengan mengontraskan gambar agar dapat lebih jelas terlihat ukurannya, perhitungan skala SEM dilakukan dengan bantuan *software* ImageJ. Hasilnya akan dikaitkan dengan menginterpretasi data dengan hasil perolehan metode *Scharrer* dan SEM serta dengan hasil kajian pustaka pada penelitian sebelumnya.

### 3.3.3 Preparasi Pembuatan Dye sebagai Fotosensitizer



Peneliti mengekstrak Daun Binahong (*Anredera Cordifolia*) dengan cara memotong daun binahong sampai ukuran yang sangat kecil, agar dapat dengan mudah menghasilkan ekstrak *dye* dari daun binahong tersebut.



Gambar 3. 7 Preparasi Dye Klorofil dari ekstrak daun Binahong.

Kemudian daun binahong yang sudah dipotong hingga kecil dikeringkan dan ditimbang menggunakan neraca digital sebanyak 20 gram dengan alas kertas timbang. Kemudian daun binahong dimasukkan ke dalam botol kaca dan menambahkan pelarut yaitu 2-Etoxyethanol sebanyak 40 ml sehingga perbandingannya adalah 1:2. Setelah itu *dye* di tutup rapat menggunakan alumunium foil dan selotip, dan perendaman daun binahong oleh pelarut dilakukan selama 10 hari. Setelah 10 hari dilakukan penyaringan *dye* dengan cara sentrifugasi atau memfiltrasi *dye* dengan *centrifuge* selama 10 menit dan 4000 rpm. Filtrasi dilakukan kembali dengan menggunakan *filter vacuum kit* dan *vacuum pump* dan kertas saring (kertas wattman No 42). *Dye* yang telah difiltrasi sudah siap digunakan pada tahap selanjutnya.

Keterangan Gambar 3.7 (a) Daun Binahong yang sudah dipotong kecil dan dikeringkan. (b) Hasil timbangan daun binahong. (c) Perendaman daun Binahong



dengan Pelarut 2-Ethoxyethanol. (d) Hasil sentrifugasi *dye* ekstrak daun Binahong. (e) Hasil Vacuum *dye* yang telah di sentrifugasi. (f) Hasil *dye*.

#### **a. Karakterisasi *Natural Dye Sensitizer***

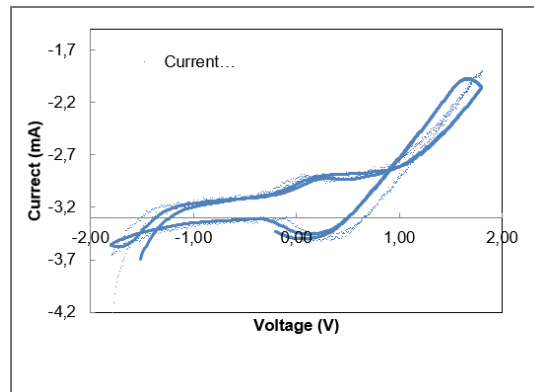
##### **(i) Karakterisasi Spektrofotometri UV-Vis**

Tahapan ini dilakukan untuk mengukur suatu absorbansi dan panjang gelombang cahaya tampak yang diserap oleh *dye* melalui spektrofotometer UV-vis. Grafik hasil penggunaan spektrofotometer UV-Vis, untuk menentukan panjang gelombang absorbansi yang optimal *Light, Harvesting Efficiency* (LHE), serta energi gap *dye* dihitung dengan metode *Tauch Plot*.

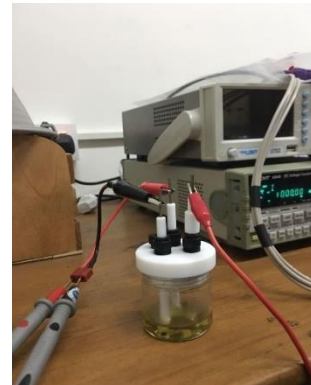
##### **(ii) Karakterisasi kurva CV**

*Cyclic Voltametry* (CV) merupakan metoda elektromagnetik dalam Analisa secara elektronik molekul yang aktif beserta reaksi kimianya (Chakraborty, 2013). CV bekerja dengan cara mencacah potensial dan mengukur arus respon yang didapat dari transfer elektron dari reaksi elektrokimia yang terlibat. Terdapat tiga elektroda pada alat ini dan sebuah potentiostat yang dapat mengontrol potensial serta arus yang mengalir antar elektroda yang berupa elektroda kerja dan elektroda lawan (Fattori, 2010). Tingkat energi HOMO dan LUMO juga dapat ditentukan dari pengukuran *Cyclic Voltametry* ini. Puncak dari potensial oksidasi pertama akan berhubungan dengan level HOMO *dye* serta puncak potensial reduksi pertama akan berhubungan dengan level LUMO *dye* tersebut (Miao, 2011). Pengukuran CV ini akan menghasilkan grafik seperti

pada Gambar 3.8 yang diolah menggunakan Alat *Cyclic Voltametry* pada Gambar 3.9.



Gambar 3. 9 Kurva C-V



Gambar 3. 8 Alat CV

#### b. Analisis Sifat Optik *Dye* Klorofil Sebagai Fotosensitizer

Analisis sifat optik ini bertujuan untuk menentukan panjang gelombang absorbansi yang optimal serta kandungan pigmen klorofil dari hasil ekstrak daun binahong atau *dye* tunggal sebagai pembanding dari *thin film* TiO<sub>2</sub> dengan lapisan yang berbeda yang telah direndam pada *dye*. Data yang didapat akan digunakan untuk menentukan nilai *Light Harvesting Efficiency* (LHE) dengan cara mencari nilai koefisien absorbansi terlebih dahulu dari setiap sampelnya dengan Persamaan 3.3.

$$\alpha = \frac{A}{0,4343.t} \quad (3.3)$$

Dimana  $t$  merupakan nilai ketebalan dari material dan  $A$  merupakan luas permukaan yang akan digunakan (Anoua, 2021). Setelah mendapatkan nilai absorbansi, nilai LHE didapatkan dengan cara mensubstitusi koefisien absorbansi pada Persamaan 3.4. Data LHE ini kemudian dibandingkan antara lebar dan tinggi dari puncak spektrum absorbansinya dan dihubungkan dengan hasil dari kajian pustakan guna memperkuat perhitungan kinerja sampel solar sel.

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

### c. Analisis Pengaruh Dye Klorofil Terhadap Kinerja DSSC

Hasil dari karakterisasi menggunakan data *Cyclic Voltammetry* atau CV ini dapat dihasilkan dari analisis nilai arus serta tegangan yang nantinya akan disajikan dalam grafik dengan bantuan *software Electrochemistry* yang akan menghasilkan nilai berupa energi potensial reduksi serta oksidasi yang digunakan dalam menentukan HOMO dan LUMO dengan menggunakan Persamaan 3.5 dan 3.6. celah dari HOMO-LUMO dari molekul *dye* organik yang ditentukan dengan menggunakan Persamaan 3.7 berupa energi celah potensial redoks (HOMO/LUMO) dalam semikonduktor.

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

$$\text{LUMO} = -(E_{red} + 4.4) \quad (3.6)$$

$$E_g(\text{eV}) = \text{HOMO} - \text{LUMO} \quad (3.7)$$

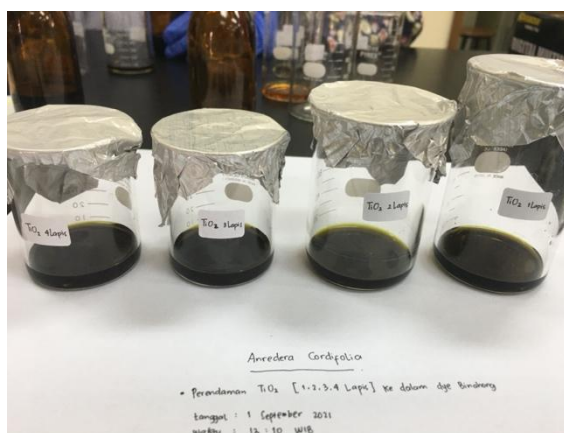
Hasil tersebut kemudian dibandingkan dengan metode *Tauc's Plot* dengan Persamaan 3.8 dengan  $K$  merupakan kecepatan cahaya,  $h\nu$  merupakan energi foton,  $E_g$  merupakan energi celah potensial redoks (HOMO/LUMO), serta  $r$  merupakan nilai eksponen yang bergantung oleh transisi dengan nilai sebesar  $\frac{1}{2}$  untuk *direct bandgap* dan 2 untuk *indirect bandgap* yang didapat lebih kuat ketika proses penyerapan cahaya dari interaksi elektron serta foton yang lebih kuat dari interaksi fonon, foton, serta elektron.  $r$  yang digunakan pada persamaan ini bernilai  $\frac{1}{2}$ . (3.8)

$$(\alpha h\nu)^{\frac{1}{r}} = K(h\nu - E_g)$$

#### 3.3.4 Preparasi Pembuatan Solar Cell

*Dye* yang sudah siap digunakan untuk perendaman dimasukkan ke dalam empat cawan yang berbeda dengan konsentrasi volume tiap cawan yaitu, 0.5 g/ml, dengan masing-masing cawan tersebut diisi 1 buah sampel *Thin Film* TiO<sub>2</sub> dengan

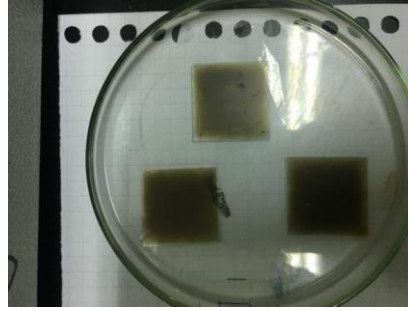
lapisan yang berbeda, yaitu 1 lapis, 2 lapis, 3 lapis, dan 4 lapis. Perendaman atau tahap maserasi ini dilakukan selama 22 jam. Waktu perendaman ini dipilih karena mendekati waktu perendaman yang menghasilkan efisiensi terbaik pada penelitian (Nyoman Wendri, 2019). Setelah itu sampel dikeluarkan dari rendaman *dye* untuk kemudian sampel yang telah direndam dibersihkan dengan menggunakan aquades untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada *thin film* TiO<sub>2</sub> dan dibiarkan mengering.



Gambar 3. 10 Perendaman Semikonduktor TiO<sub>2</sub> pada *Dye*

#### a. Preparasi pembuatan lapisan *counter electrode* rGO

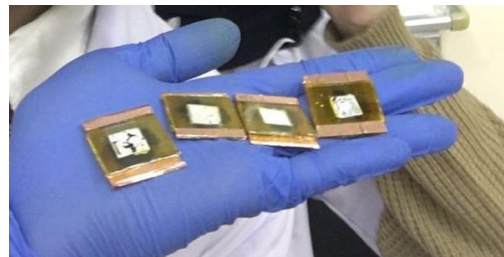
Tahapan ini dilakukan dengan mencampurkan serbuk rGO kedalam gelas beaker berisi aquades, kemudian menutup gelas dengan aluminium foil serta menyimpannya pada *ultrasonic cleaner* selama 1 jam pada suhu 60 °C, kemudian rGO yang sudah tercampur dengan aquades tersebut disimpan diatas substrat ITO konduktif sebanyak 250  $\mu$ l menggunakan mikropipet dan meratakannya. Lalu dengan teknik *spin coating* rGO pada substrat dibuat sebanyak 2 lapisan dengan kecepatan 4000 rpm selama 40 detik, setiap satu lapis rGO dilakukan pengeringan menggunakan oven dengan suhu 80 °C selama 3 menit, dan *counter electrode* siap untuk digunakan.



Gambar 3. 11 Counter electrode

### b. Preparasi pembuatan *Solar Cells*

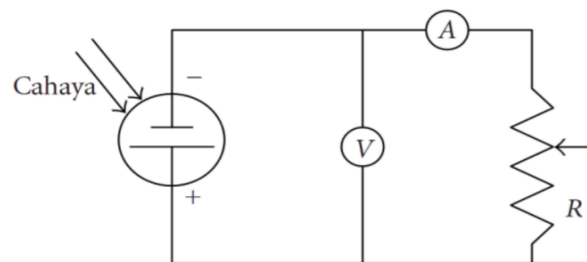
*Thin film* TiO<sub>2</sub> yang sudah selesai direndam pada *dye*, kemudian bagian sisinya ditutupi dengan selotip *heat resistant tape*, namun satu sisi diberikan bagian yang tidak tertutupi selotip untuk menempelkan tembaga. Selanjutnya meletakkan elektrolit berupa HTM (*Hole Transport Material*) padatan ke atas *thin film* TiO<sub>2</sub> hingga menutupi bagian TiO<sub>2</sub>. Selanjutnya menutup sel tersebut dengan *counter electrode* berupa *thin film* rGO dan menjepit sel dengan jepit buaya agar tidak tergeser antar lapisannya. Setelah itu di oven selama 10 menit dengan suhu 80°C untuk menempelkan seluruh bagian sel. Setelah itu menempelkan tembaga pada bagian sisi yang kosong pada sel (*thin film*) untuk memudahkan dalam proses karakterisasi. Dan yang terakhir mengukur luas TiO<sub>2</sub> yang terlihat pada bagian bawah sel.



Gambar 3. 12 Pembuatan Solar Sel

### c. Pengukuran Efisiensi DSSC

Pada tahap ini setelah sel berhasil membentuk seperti sandwich. Efisiensi DSSC dapat ditentukan dari hasil pengukuran kurva rapat arus-tegangan serta daya-tegangan. Kurva  $I-V$  dan kurva  $P-V$  biasanya dapat digunakan dalam menentukan nilai densitas arus pendek ( $J_{sc}$ ), rapat arus ( $J$ ), tegangan sirkuit terbuka ( $V_{oc}$ ), tegangan ( $V$ ), *fill factor* ( $FF$ ), dan daya maksimal ( $P_{maks}$ ). Sel surya diletakkan di bawah solar simulator dengan menggunakan lampu 35W Xenon HID. Hasil pengukuran didapat dengan menggunakan Piranometer yang menunjukkan bahwa intensitas yang dihasilkan oleh lampu sekitar  $36 \text{ mW/cm}^2$ . Berikut merupakan rangkaian yang digunakan dalam menentukan karakteristik rapat arus-tegangan ditunjukkan pada Gambar 3.13. Efisiensi ( $\eta$ ) dari DSSC ditentukan oleh densitas arus pendek ( $J_{sc}$ ), tegangan sirkuit terbuka ( $V_{oc}$ ), *fill factor* ( $FF$ ) dan intensitas cahaya ( $I_s$ ).



Gambar 3. 14 Rangkaian untuk mengukur karakteristik *photocurrent* dan *photovoltage* DSSC



Gambar 3. 13 Pengukuran DSSC di bawah solar simulator

#### d. Analisis Data Pengukuran Efisiensi DSSC

Analisis data dilakukan untuk menentukan kesimpulan yang sesuai dengan tujuan dari penelitian yang telah dibuat dari hasil yang telah didapat melalui proses sintesis serta karakterisasi sampel.

Untuk analisis selanjutnya, data diolah dari data karakterisasi menggunakan *Solar Standard Simulator 1.5 AM filter 100 mW/cm<sup>2</sup>*. Data arus dan tegangan yang didapatkan kemudian di *plot* ke dalam grafik setelah nilai arus dibagi oleh luas permukaan lapisan tipis TiO<sub>2</sub> terlebih dahulu untuk menghasilkan nilai densitas arus. Kemudian nilai yang didapatkan tersebut digunakan untuk menentukan nilai *Fill Factor* (FF) serta efisiensi dengan Persamaan 3.9 dan 3.10.

$$FF = \frac{V_{max} \cdot J_{max}}{V_{OC} \cdot J_{SC}} \quad (3.9)$$

$$\eta = \frac{V_{OC} \cdot J_{SC}}{P_{in}} \times FF \quad (3.10)$$

Nilai  $J_{sc}$  dapat ditentukan dengan melihat besar densitas arus ketika tegangan nol,  $V_{oc}$  ditentukan dengan mengetahui besar tegangan ketika arus mendekati nol, serta  $V_m$  dan  $J_m$  dapat ditentukan dengan mengetahui daya terbesar yang dapat dihasilkan sel surya sehingga kinerja sel surya dapat ditentukan. Data kinerja ini kemudian dibandingkan pada setiap sampelnya yakni keempat sampel. Apabila kinerja sampel semakin besar, maka semakin baik pula kualitas sel surya. Kemudian, pengolahan data tersebut diinterpretasikan dengan menghubungkan hasil tersebut dengan hasil pengolahan data lain serta hasil kajian pustaka sehingga menghasilkan kesimpulan yang lebih akurat.