

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ilmiah memerlukan metode untuk menuntun peneliti khususnya dalam langkah penelitian dan teknik penelitian dalam pengambilan data agar menghasilkan data yang akurat untuk mencapai tujuann penelitian.

3. 1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dimulai pada bulan Agustus 2022. 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.

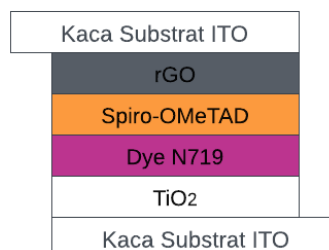
3. 2. Desain Penelitian

Metode penelitian yang digunakan yaitu eksperimen. Variabel yang digunakan pada penelitian ini seperti Tabel 3.1.

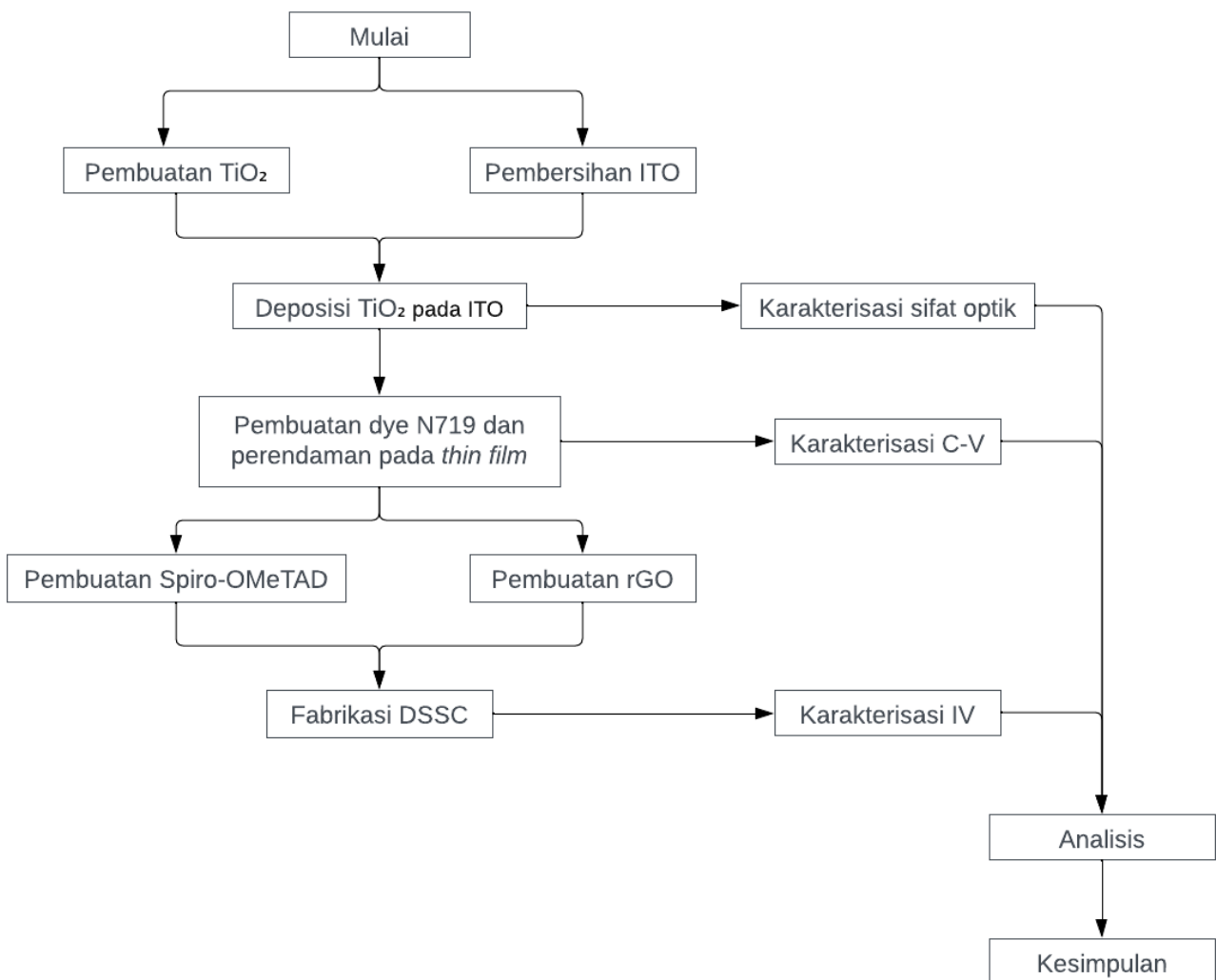
Tabel 3.1
Variabel Eksperimen

Variabel Bebas	Ketebalan TiO_2
Variabel Terikat	Sifat Optik dan Kinerja <i>Dye Sensitized Cells</i> (DSSC)
Variabel Kontrol	<i>Titanium isopropoxide</i> (TTIP), <i>dye N719</i> , <i>Spiro-OMeTAD</i> , <i>rGO</i>

Struktur lapisan sel surya disusun sesuai konfigurasi meliputi kaca konduksi transparan (ITO), Fotoelektroda (TiO_2), yang ditunjukkan pada Gambar 3.1 dan tahap penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.1 Struktur Lapisan sel surya

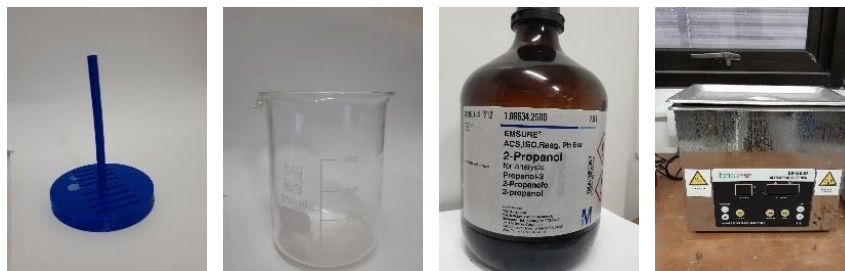


Gambar 3.2 Tahap penelitian

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1 Pembersihan kaca *Indium Tin Oxide* (ITO) sebagai substrat

Proses pembersihan kaca *Indium Tin Oxide* (ITO) dimulai dengan menyimpan kaca konduktif ITO pada *cleaning frame*. Selanjutnya simpan *cleaning frame* ke dalam gelas breaker dan masukkan *Isoprophyl Alcohol*, lalu disonikasi menggunakan *ultrasonic cleaner* pada suhu 50°C selama 15 menit.



Gambar 3.3 Alat dan Bahan pembersihan kaca ITO



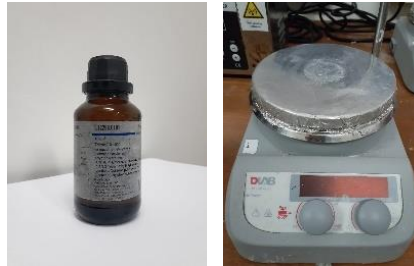
Gambar 3.4 Substrat ITO yang sudah dibersihkan

3.3.2 Sintesis TiO₂ (TTIP)

Semua bahan yang digunakan berasal dari ALDRICH, pembuatan TiO₂ (TTIP) dimulai dengan mencampurkan 10 mL TTIP dengan 40 mL 2-propanol (*Isoprophyl Alcohol*) dan diaduk menggunakan *magnetic stir* dengan kecepatan putaran 500 rpm selama 30 menit pada gelas pertama. Kemudian campurkan 5 mL Asam Asetat (CH₃COOH) dengan 10 mL 2-propanol (*Isoprophyl Alcohol*) dan tambahkan 5 µm Triton X-100 dan diaduk menggunakan *magnetic stir* dengan kecepatan putaran 500 rpm selama 30 menit pada gelas kedua. Kemudian gelas pertama dicampurkan ke gelas kedua dan diaduk menggunakan *magnetic stir* dengan kecepatan putaran 500 rpm dan suhu 60⁰C selama 2 jam (Irshad dkk., 2020). Pembuatan TiO₂ (TTIP) ini menggunakan metode sol-gel yang memiliki beberapa keunggulan dibandingkan metode konvensional diantaranya sintesis serbuk kristalisasi berukuran nano dengan kemurnian yang tinggi dan pada suhu yang relatif rendah, kemungkinan stoikiometri yang mengendalikan proses, persiapan material yang komposit, dan pembuatan material yang homogen (Sabataityte dkk., 2006).



Gambar 3.5 Bahan dasar Alat yang digunakan pembuatan TiO_2



Gambar 3.6 TiO_2 (TTIP)



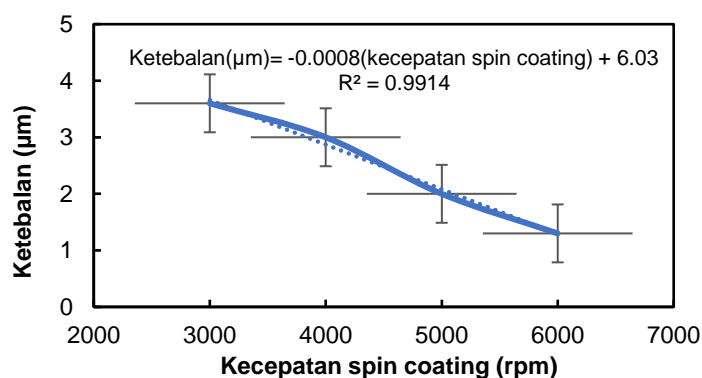
3.3.3 Preparasi TiO_2 *Thin Film* Standar

Preparasi TiO_2 *Thin Film* dimulai dengan menyiapkan substrat ITO yang sudah dibersihkan, kemudian tempelkan selotip pada sisi substrat ITO yang membentuk persegi dengan ukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$ agar mempermudah pembuatan *thin film*. Setelah itu teteskan TiO_2 pada substrat sebanyak $8 \mu\text{l}$, kemudian ratakan dengan menggunakan *spin coating* pada kecepatan putaran yang berbeda yaitu 3.000 rpm, 4000 rpm, 5000 rpm, 6000 rpm selama 20 detik. Kemudian selotip dilepaskan dari substrat dan selanjutnya dilakukan tahap sintering menggunakan *furnice* dengan suhu 450°C selama 30 menit.

Tabel 3.2
Ketebalan TiO₂

Kecepatan spin coating (rpm)	Rata-rata ketebalan (μm)	Standar deviasi (μm)	Standar eror (%)
3000	3.6	0.577	0.033
4000	3	0	0
5000	2	0	0
6000	1.3	0.577	0.033

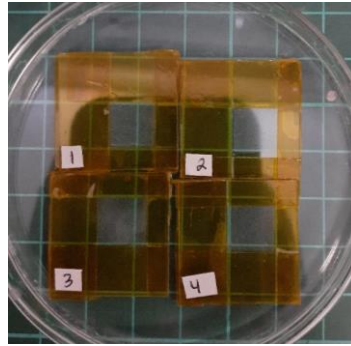
Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.2, kecepatan putaran *spin coating* mempengaruhi ketebalan lapisan TiO₂, semakin cepat putaran akan semakin tipis lapisan TiO₂ pada substrat ITO. Pengukuran ketebalan pada penelitian ini menggunakan alat mikrometer digital dengan satuan (μm). Pada Gambar 3.7 ditunjukkan hubungan antara kecepatan *spin coating* dengan ketebalan yaitu *linier negatif*.



Gambar 3.7 Grafik ketebalan TiO₂



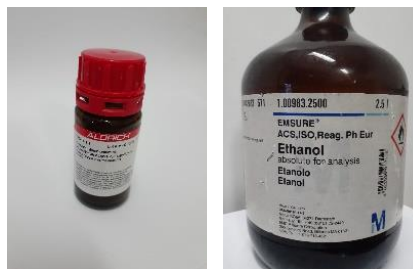
Gambar 3.8 Alat yang digunakan preparasi TiO₂ pada substrat



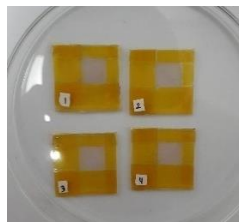
Gambar 3.9 Preparasi TiO₂ pada substrat

3.3.4 Preparasi N719 sebagai *dye*

Semua bahan yang digunakan berasal dari ALDRICH, *dye* yang digunakan pada penelitian ini yaitu 0,005 gram Di-tetrabutylammonium cis-bis(isothiocyanato)bis(2,2'-bipyridyl-4,4'-dicarboxylato)ruthenium(II) (N719 murni) yang dilarutkan dengan 10 mL *ethanol* dengan konsentrasi 0,5 %wt. Kemudian rendam *thin film* di *dye* N719 yang sudah dilarutkan selama 24 jam (Hardani dkk., 2016). Setelah itu sampel dikeluarkan dari rendaman *dye*, kemudian sampel dibersihkan dengan menggunakan *aquades* untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada *thin film* TiO₂ dan dibiarkan sampai mengering.



Gambar 3.10 Bahan dasar preparasi N719



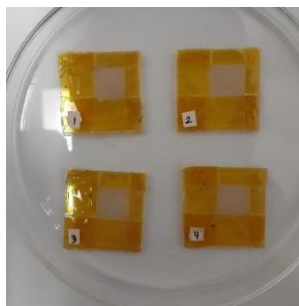
Gambar 3.11 *Thin film* yang sudah direndam N719

3.3.5 Sintesis Spiro-OMeTAD sebagai HTM

Semua bahan yang digunakan berasal dari ALDRICH, pembuatan Spiro-OMeTAD dimulai dengan mencampurkan 72 mg Spiro-OMeTAD, 18,2 mg Lithium salt (LiTFSI), 28,8 μl 4-tert-Butylpyridine (TBP) dan 1 ml Clorobenzene dan diaduk menggunakan *magnetic stir* dengan kecepatan putaran 500 rpm dengan suhu 60°C selama 3 jam. Kemudian, tempel kembali selotip pada sisi substrat dan teteskan Spiro-OMeTAD ke atas substrat yang sudah direndam N719 sebanyak 8 μl menggunakan metode *spin coating* dengan kecepatan putaran 3000 rpm selama 30 detik sehingga menutup bagian TiO_2 , selanjutnya oven selama 20 menit dengan suhu 100°C .



Gambar 3.12 Bahan dasar pembuatan Spiro-OMeTAD



Gambar 3.13 *Thin film* yang sudah ditambahkan Spiro-OMeTAD

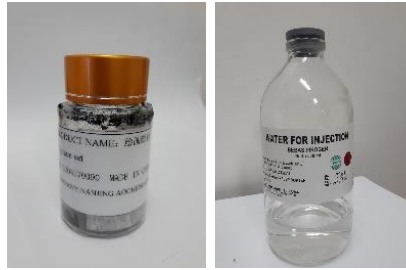
3.3.6 Sintesis rGO sebagai Elektroda balik

Semua bahan yang digunakan berasal dari ALDRICH, pembuatan rGO dimulai dengan mencampurkan 150 mg powder rGo dengan 50 mL *Aquades*, kemudian letakkan didalam *ultrasonic washer* selama 2 jam untuk proses sonifikasi. Selanjutnya teteskan 200 μl rGO di atas substrat ITO dan lakukan pengeringan menggunakan oven dengan suhu 100°C selama 10 menit dan ulang langkah tersebut untuk membuat lapisan kedua.

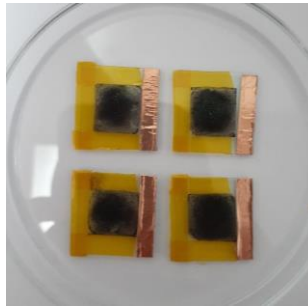
Siti Maryam, 2023

PENGARUH KETEBALAN LAPISAN FOTOELEKTRODA TiO_2 TERHADAP SIFAT OPTIK DAN KINERJA DSSC

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



Gambar 3.14 Bahan dasar dan Alat pembuatan rGO



Gambar 3.15 rGO pada substrat ITO

3. 4. Karakterisasi

3. 4. 1 Karakterisasi Sifat Optik lapisan TiO_2

Karakterisasi sifat optik menggunakan alat *UV-Vis Spectrophotometer* Jenis UV 1240 (Shimadzu Co.Japan), karakterisasi dilakukan pada panjang gelombang 200–1.100 nm. *UV-Vis Spectrophotometer* digunakan untuk mengetahui nilai absorbansi dan panjang gelombang tampak yang dapat diserap oleh *dye*. Nilai absorbansi ini dapat digunakan untuk mengetahui persentase LHE dan nilai *bandgap* energi potensial oksidasi dan reduksi dari molekul TiO_2 .



Gambar 3.16 UV-Vis Spectrophotometer

3.4.2 Karakterisasi *Cyclic Voltammetry dye*

Karakterisasi $C - V$ *dye* menggunakan alat *Cyclic Voltammetry*. Proses karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan potensial oksidasi dan reduksi dari larutan *dye* dengan menggunakan potensiostat eDAQ yang dilengkapi e-coder 401, perangkat lunak Echem, rentang -1.8 mV sampai $+1.8$ mV, arah mula-mulanya positif, serta tiga elektroda berupa glassy carbon, platina, dan elektroda referensi Ag/AgCl dalam larutan 0.1 M KNO_3 . Sampel dipersiapkan dengan mencampurkan $0,5$ ml larutan *dye* dan 10 ml KNO_3 0.1 M (Nemala dkk., 2017). Hasil dari proses karakterisasi ini dapat digunakan untuk menentukan nilai HOMO, LUMO, dan celah potensial redoks.

3.4.3 Karakterisasi I-V DSSC

Karakterisasi $I - V$ DSSC menggunakan alat *Solar Standard Simulator 1.5* AM filter 100 mW/cm². Proses karakterisasi ini dilakukan dengan cara meletakkan sel yang dihubungkan dengan *DC Voltage Current Source/Monitor ADCMT 6242* di bawah alat yang menampilkan nilai arus dan tegangan. Dengan bantuan perangkat lunak Excel, hasil karakterisasi ini dapat menampilkan densitas arus *short-circuit* (J_{sc}), tegangan *open-circuit* (V_{oc}), *Fill Factor* (FF), dan efisiensi (η).



Gamba 3.17 *Solar Standard Simulator*

3.5. Analisis Data

3.5.1 Analisis Pengaruh Ketebalan Terhadap Sifat Optik Lapisan TiO_2

Analisis sifat optik lapisan TiO_2 menggunakan nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi. Data yang diperoleh *plot* ke dalam sebuah grafik untuk menentukan panjang gelombang absorbansi dari lapisan TiO_2 . Nilai

absorbansi juga dapat digunakan untuk mengetahui nilai *bandgap* dan persentase LHE. Nilai *bandgap* diketahui dari *plot* grafik energi foton terhadap ahv^2 setelah ditentukan koefisien absorbansi menggunakan persamaan Persamaan (3.1), Persamaan (3.2), dan Persamaan (3.3) dengan λ merupakan panjang gelombang, A merupakan absorbansi dan l merupakan luas permukaan. Nilai *bandgap* dapat ditentukan dengan memproyeksikan garis singgung ke kurva yang dilakukan dengan sumbu x yang berpotongan titik $ahv^2 = 0$. Untuk mencari persentase LHE, dimana harus menentukan nilai koefisien absorbansi setiap sampel menggunakan Persamaan (3.2) yang kemudian nilai koefisien absorbansi tersebut disubstitusikan ke Persamaan (3.4) untuk menentukan persentase LHE.

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

$$\alpha = \frac{2,303 \times A}{l} \quad (3.2)$$

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

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

Pengaruh ketebalan terhadap sifat optik dianalisis dari *Treadline* grafik ketebalan lapisan TiO₂ dengan puncak absorbansi, nilai *bandgap*, dan persentase LHE sehingga menghasilkan kesimpulan yang tepat dan akurat.

3.5.2 Analisis Pengaruh Ketebalan TiO₂ Terhadap Kinerja DSSC

Kinerja DSSC dianalisis berdasarkan data yang diperoleh dari hasil karakterisasi $I - V$ DSSC berupa nilai arus dan tegangan, lalu *diplot* ke dalam sebuah grafik, setelah nilai arus dibagi oleh luas permukaan lapisan tipis TiO₂ terlebih dahulu untuk menghasilkan nilai densitas arus. Data-data tersebut dapat digunakan untuk mencari nilai *Fill Factor* (FF), dan efisiensi (η) menggunakan Persamaan (3.5) dan Persamaan (3.6).

$$FF = \frac{v_{max} \cdot J_{max}}{V_{oc} \cdot J_{sc}} \quad (3.5)$$

$$\eta = \frac{V_{oc} \cdot J_{sc}}{p_{in}} \times FF \quad (3.6)$$

Nilai J_{sc} ditentukan dari nilai densitas arus ketika tegangan nol, densitas arus ini diperoleh dari nilai arus dibagi oleh luas permukaan lapisan TiO_2 . Nilai V_{oc} ditentukan dari besar tegangan ketika arus mendekati nol, dan nilai V_m dan J_m ditentukan dari daya terbesar yang dapat di hasilkan sel surya.

Selain itu analisis ini menggunakan data dari karakterisasi $C - V$ dye berupa nilai arus dan tegangan, lalu diplot ke dalam sebuah grafik dan diolah menggunakan perangkat lunak *Electrochemistry* yang menghasilkan nilai energi potensial oksidasi dan reduksi. Nilai-nilai tersebut digunakan untuk menentukan HOMO/LUMO berdasarkan Persamaan (3.7) dan Persamaan (3.8) (Brédas dkk., 1983).

$$HOMO = -(E_{oks} + 4,4) \quad (3.7)$$

$$LUMO = -(E_{red} + 4,4) \quad (3.8)$$

Celah diantara HOMO-LUMO pada molekul organik dapat ditentukan dengan Persamaan (3.9) yang setara dengan energi celah potensial redoks (HOMO/LUMO) pada semikonduktor.

$$E_g(eV) = HOMO - LUMO \quad (3.9)$$

Pengaruh ketebalan terhadap kinerja DSSC dianalisis dari *Treadline* grafik ketebalan lapisan TiO_2 dengan efisiensi (η) sehingga menghasilkan kesimpulan yang tepat dan akurat.