

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1 Metode Penelitian**

Dalam penelitian ini, metode penelitian yang digunakan adalah metode penelitian eksperimental nyata (*True Experimental Research*). Adapun tujuan dari metode penelitian experimental adalah untuk meneliti nilai absorbansi cahaya, energi *band gap* dan efisiensi listrik pada perbandingan volume campuran kurkumin-klorofil.

### **3.2 Waktu Dan Tempat Penelitian**

Untuk waktu dan tempat penelitian dimulai pada 23 April 2018 – 6 Mei 2018. Adapun tempat penelitiannya di Laboratorium Nano Bioenergy, Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Sebelas Maret (UNS) dan Laboratorium Analisis Kimia, Universitas Islam Indonseia (UII).

### **3.3 Variabel Penelitian**

Variabel-variabel yang digunakan untuk penelitian kali ini adalah :

#### 1. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang besar dan nilainya sudah ditentukan oleh peneliti terlebih dahulu sebelum penelitian dan variabel ini tidak dapat dipengaruhi oleh nilai dari variabel lain. Variabel bebas penelitian ini adalah perbandingan volume menggunakan pewarna kurkumin dan klorofil dengan perbandingan volume kurkumin/klorofil yaitu 100%/0% ; 25%/75% ; 50%/50% ; 75%/25% dan 0%:100%

#### 2. Variabel terkontrol

Variabel terkontrol merupakan suatu variabel yang dianggap konstan atau besarnya tetap selama penelitian berlangsung, dan nilai dari variabel terkontrol ini tidak bisa diubah atau berubah dalam kondisi apapun. Nilai dari variabel terkontrol ditentukan oleh peneliti.

Variabel kontrol yaitu Kaca FTO memiliki nilai resistansi dan transmitansi  $< 30 \Omega$  dan  $> 75 \%$ , semi konduktor memakai bahan  $\text{TiO}_2$ , elektrolit menggunakan bahan *iodine* dan *counter electrode* memakai karbon.

### 3. Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang besar dan nilainya terikat oleh pengaruh dari variabel bebas dan didapat setelah pelaksanaan pengujian penelitian. Adapun variabel terikat yang diamati adalah :

- a. Absorbansi dan gelombang cahaya pada pewarna.
- b. Energi oksidasi ( $E_{oks}$ ), reduksi ( $E_{red}$ ) dan  $E_{bandgap}$  pada pewarna.
- c. Arus listrik *short circuit* ( $I_{sc}$ ) pada DSSC.
- d. Tegangan listrik *open circuit* ( $V_{oc}$ ) pada DSSC.
- e. Efisiensi listrik pada DSSC.

## 3.4 Alat Dan Bahan Penelitian

### 3.4.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

#### 1. *Magnetic stirrer*

*Magnetic Stirrer* adalah alat pengaduk dengan menggunakan kekuatan magnet yang berputar pada tempat gelas, tanpa adanya sumbu putar seperti pada blender atau *mixer*.



Gambar 3.1 *Magnetic stirrer*

#### 2. Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis)

Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu. Spektrum UV-Vis sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif pada panjang gelombang tampak 400-750 nm. Prinsip kerja pada spektrofotometri UV-Vis menggunakan hukum *Lambert-Beer*.



Gambar 3.2 Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis)

### 3. Ultrasonic Cleaner

*Ultrasonic cleaning* atau *ultrasonic cleaner* adalah alat pembersih yang menggunakan gelombang ultrasonik (biasanya 20 – 200 kHz) dan cairan pembersih menggunakan aquades atau *ethanol* digunakan untuk membersihkan bagian kaca TCO.



Gambar 3.3 Ultrasonic Cleaner

### 4. Cyclic Voltammetry

*Cyclic Voltammetry* digunakan dalam menentukan energi oksidasi dan reduksi, sehingga dengan perhitungan dapat menentukan nilai energi *band gap* pada pewarna.



Gambar 3.4 Cyclic Voltammetry

## 5. Neraca digital

Neraca digital merupakan alat laboratorium yang digunakan untuk menimbang massa bahan yang akan digunakan.



*Gambar 3.5* Neraca digital

## 6. Multimeter

Multimeter atau multimeter adalah alat pengukur listrik yang sering dikenal sebagai VOM (Volt-Ohm meter) yang dapat mengukur tegangan (voltmeter), hambatan (ohmmeter), dan arus (amperemeter). Multimeter berfungsi dalam memeriksa hambatan pada kaca TCO.



*Gambar 3.6* Multimeter

## 7. Solar Simulator

Solar simulator adalah perangkat yang mendeteksi efisiensi listrik yang dihasilkan oleh DSSC apabila di sinari cahaya seperti matahari.



*Gambar 3.7* Solar Simulator

### 8. *Rotary evaporator*

*Rotary evaporator* merupakan alat yang digunakan dalam melakukan ekstraksi. Proses dengan cara diuapkan pada suhu titik didih pelarut. Komponen utama adalah pipa vakum, pengontrol, labu evaporasi, kondensator, dan labu penampung hasil kondensasi.



Gambar 3.8 *Rotary evaporator*

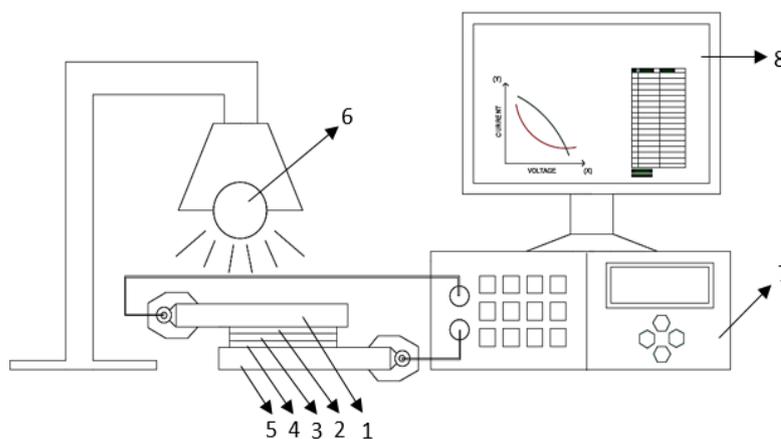
### 3.4.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Daun bayam
2. Kunyit
3. *Ethanol* 96%
4.  $\text{TiO}_2$  (nanopowder, 21 nm *Sigma-Aldrich*)
5. Kaca FTO
6. Elektrolit *Iodine* (99,95% murni)

### 3.5 Instalasi Penelitian

DSSC tersusun atas lapisan *Transparent Conductive oxide* (TCO), lapisan semikonduktor ( $\text{TiO}_2$ ), *dye sensitizer*, elektrolit (*Iodide / Tri-Iodida*), Elektroda Berlawanan (karbon). Skema instalasi dapat dilihat pada gambar 3.11



Keterangan :

1. *Transparent conducting oxide* (TCO)
2. lapisan semikonduktor ( $\text{TiO}_2$ )
3. *dye sensitizer*
4. elektrolit (*Iodide / Tri-Iodida*)
5. Elektroda Berlawanan (karbon)
6. Lampu halogen 100  $\text{mW}/\text{cm}^2$
7. Solar Simulator
8. Monitor

Gambar 3.9 Instalasi alat penelitian

### 3.6 Prosedur Penelitian

#### 1. Studi literatur

Studi literatur merupakan kegiatan mempelajari referensi atau kajian pustaka yang terkait dengan topik penelitian seperti dari buku, jurnal, atau teori-teori yang memperkuat dan memperjelas hasil dari penelitian.

#### 2. Observasi lapangan

Observasi lapangan merupakan kegiatan yang dilakukan diluar area penelitian. Hal ini bertujuan untuk mencari alat dan bahan yang diperlukan dalam melakukan kegiatan penelitian, misalnya Kaca TCO , kunyit, klorofil, *ethanol* dan lain-lain.

#### 3. Persiapan dan pembuatan komponen alat

Perancangan dan pembuatan alat adalah suatu kegiatan yang dilakukan untuk pembuatan komponen *Dye Sensitized Solar Cell*. Pembuatan komponen DSSC meliputi pembuatan bagian-bagian antara lain pembuatan kaca FTO, campuran ekstraksi pewarna, pembuatan pasta semikonduktor, pembuatan *counter electrode* dan pembuatan larutan elektrolit.

#### 4. Perakitan alat

Proses perakitan DSSC dapat dilakukan dengan cara manual. DSSC terbentuk dengan susunan *sandwich* dari material penyusunannya yaitu kaca FTO, semikonduktor, *dye*, elektrolit, dan *counter electrode*.

#### 5. Pengujian dan pengambilan data

Pengujian diterapkan pada instalansi *dye sensitized solar cell* (DSSC) menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis, *cyclic voltammetry*, dan solar simulator. Pengujian tersebut untuk mengetahui absorbansi cahaya, energi *bandgap*, dan efisiensi DSSC.

#### 6. Analisis dan pembahasan

Pembahasan dilakukan dengan analisis data-data pada grafik yang ditampilkan pada hasil alat pengujian.

### 3.7 Prosedur Pembuatan Alat

Berikut ini adalah prosedur pembuatan alat :

#### 1. Persiapan kaca *Transparent Conductive Oxide* (TCO).

Siapkan kaca *Transparent Conductive Oxide* (TCO) dengan ukuran 2x2 cm dan tebal 0,3 cm. Kaca TCO yang digunakan memiliki nilai hambatan  $< 30 \Omega$  dan transmitansi  $> 75\%$  (fabrikasi pabrik *dyesol*). Kaca TCO dibersihkan untuk menghilangkan kotoran dan lemak menggunakan *ultrasonic cleaner* dengan proses pembersihan dua kali. Pada

pembersihan pertama menggunakan aquades, kemudian pada pembersihan kedua menggunakan *ethanol*.

2. Pembuatan ekstraksi pewarna klorofil dari daun bayam.

Daun bayam dibersihkan menggunakan air sehingga kotoran pada daun hilang. Daun bayam dipotong berukuran kecil. Hasil potongan di keringkan dibawah sinar matahari untuk menguapkan kandungan air didalamnya. Bayam di tumbuk/digerus sampai halus sehingga menjadi serbuk. 35 gram serbuk daun bayam dilarutkan kedalam 350 ml *ethanol* 96% perbandingan 1g/10 ml. Proses ekstraksi dengan metode maserasi dilakukan selama  $\pm$  2-3 jam dengan temperatur pemanasan sekitar 70 °C (Zainal dkk, 2015). Selanjutnya dilakukan dua kali penyaringan untuk memisahkan cairan dari ampas daun bayam. Penyaringan pertama menggunakan kertas saring kimia dan penyaringan kedua menggunakan kertas saring *white man*. Cairan hasil penyaringan di proses kedalam mesin *rotary evaporator* pada suhu titik didih *ethanol* (80°C) selama 1 jam, sehingga menghasilkan cairan klorofil. Kemudian klorofil dicampur dengan *ethanol* kadar 96% dengan konsentrasi 8 g/100 ml.

3. Pembuatan ekstraksi pewarna kurkumin dari kunyit.

Kunyit dibersihkan menggunakan air sehingga kotoran tanah pada kunyit hilang. Kunyit dipotong melintang tipis. Hasil potongan tersebut di jemur hingga kering. Kunyit yang kering dhaluskan dengan cara digerus atau diblender sehingga menjadi serbuk. Serbuk di campur dengan *ethanol* 96% dengan perbandingan 1 g/7 ml. Dilakukan maserasi atau dipanaskan menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu 70 °C selama 7 jam (Yudha, 2016). Selanjutnya dilakukan dua kali penyaringan untuk memisahkan cairan dari ampas kunyit. Penyaringan pertama menggunakan kertas saring kimia dan penyaringan kedua menggunakan kertas saring *white man*. Cairan hasil penyaringan di proses kedalam mesin *rotary evaporator* pada suhu titik didih *ethanol* (80°C) selama 1 jam, sehingga menghasilkan cairan kurkumin. Kemudian kurkumin dicampur dengan *ethanol* kadar 96% dengan konsentrasi 8 g/100 ml.

4. Pencampuran pewarna alami

Pencampuran dilakukan dengan menggunakan perbandingan volume kurkumin/klorofil yaitu 0%/100% ; 25%/75% ; 50%/50% ; 75%/25% dan 100%/0%.

5. Pembuatan pasta semikonduktor

Timbang 0,5 gram TiO<sub>2</sub> didalam kaca vial dengan neraca digital. Tambahkan 4 ml *ethanol* 96%. Aduk dengan *magnetic stirrer* hingga 5 jam. Hasilnya diperoleh larutan semikonduktor yang kental berbentuk pasta. Kemudian, Kaca TCO yang telah bersih,

tutupi permukaan permukaannya dengan selotip sehingga tersisa bagian dengan luasan  $1 \times 1 \text{ cm}^2$ . Proses pendeposisian pasta dapat dilakukan dengan metode *doctor blade*. Pasta dioleskan diatas FTO dan selanjutnya diratakan dengan batang pengandung dari kaca.

6. Proses *sintering* semikonduktor

Kaca FTO dan semikonduktro dimasukkan kedalam *furnace* untuk dilakukan proses *sintering*. Proses *sintering* dilakukan pada temperature  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  dengan waktu penahan (*holding time*) 2,5 jam. Proses pendinginan material dilakukan secara lambat didalam *furnace* hingga suhu  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ . Setelah itu, dilakukan proses peredaman kaca TCO hasil *sintering* kedalam larutan pewarna hingga menutupi seluruh permukaan semikonduktor. Proses peredaman dilakukan selama 24 jam.

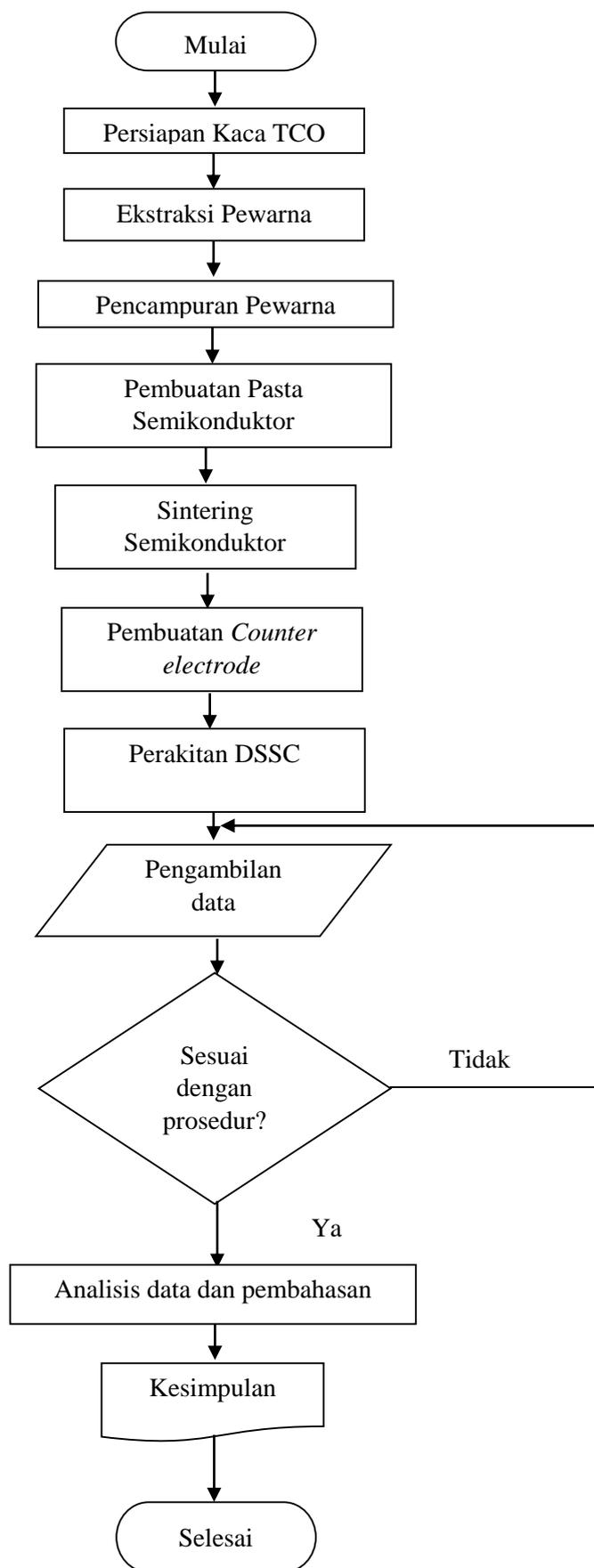
7. Pembuatan *counter electrode*

Siapkan kaca *Transparent Conductive Oxide* (TCO). Panaskan sisi konduktif kaca TCO pada nyala api lilin selama kurang lebih 5 menit sampai karbon dengan rata menutupi sisi konduktif kaca TCO. Karbon yang menempel pada kaca TCO ditentukan dimensinya sesuai dengan dimensi kaca TCO yang dilapisi pasta  $\text{TiO}_2$  yaitu  $1 \times 1 \text{ cm}^2$ .

8. Perakitan DSSC

Proses perakitan DSSC dapat dilakukan dengan cara manual. DSSC terebentuk dengan susunan *sandwich* dari material penyusunannya yaitu substrat FTO, semikonduktor, *dye*, elektrolit, dan *counter electrode*. Susunan di jepit dengan binder. Kemudian disuntikkan larutan elektrolit pada sisi tengah. Setelah semua prosedur dilaksanakan, maka DSSC siap di ujikan.

### 3.8 Diagram Alir Penelitian



### 3.9 Metode Pengambilan Data

#### 3.9.1 Pengujian Absorbansi Cahaya

Pengujian absorpsi cahaya klorofil, kurkumin dan campuran kurkumin-klorofil dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometri Shimadzu UV-Vis 1601 pada panjang gelombang 400 - 750 nm. Pengujian ini akan menghasilkan grafik gelombang dengan 5 variasi volume. Nilai yang dapat diambil adalah puncak absorbansi dan luas daerah serapan cahaya pada panjang gelombang tertentu.

#### 3.9.2 Pengujian Karakterisasi *Bandgap*

Pengujian karakterisasi *bandgap* dilakukan menggunakan alat *cyclic voltammetry* WBCS3000 untuk menentukan reaksi elektrokimia seperti reaksi reduksi dan oksidasi. Pada pengujian ini melibatkan reaksi redoks di anoda dan katoda, sehingga dapat mengetahui besarnya arus yang dihasilkan. Pengukuran arus listrik dilakukan dengan rentang potensial awal dan akhir yang sama.

#### 3.9.3 Pengujian Karakterisasi Arus-Tegangan (I-V)

Lapisan DSSC yang terbentuk diuji sifat listriknya berupa tegangan dan arus dengan menggunakan solar simulator. Sinar matahari dan lampu hogen dengan daya 100 W/m<sup>2</sup> sebagai sumber cahaya diarahkan tegak lurus terhadap permukaan sel surya. Hasil pengujian kemudian digunakan untuk menghitung besar efisiensi.

### 3.10 Variasi Pengujian

Tabel 3.1 Pengujian Karakterisasi Absorbansi Cahaya

No	Komposisi Pewarna	Spektrofotometer UV-Vis		
		$\lambda_{\text{peak}}$ (nm)	Nilai Puncak Absorbansi	Luas Daerah Absorbansi
1	100 % klorofil			
2	100% kurkumin			
3	75% klorofil 25% kurkumin			
4	50% klorofil 50% kurkumin			
5	25% klorofil 75% kurkumin			

Tabel 3.2 Pengujian Karakterisasi Energi *Bandgap*

No	Komposisi Pewarna	<i>Cyclic Voltammetry</i>				
		$E_{\text{red}}$	$E_{\text{oks}}$	HOMO	LOMO	$E_{\text{band gap}}$
1	100 % klorofil					
2	100% kurkumin					
3	75% klorofil 25% kurkumin					
4	50% klorofil 50% kurkumin					
5	25% klorofil 75% kurkumin					

Tabel 3.3 Pengujian Karakterisasi Arus-Tegangan (I-V)

No	Komposisi Pewarna	Karakterisasi I-V						
		Isc (mA)	Voc (V)	I <sub>max</sub> (mA)	V <sub>max</sub> (V)	P <sub>max</sub> (mW)	FF	$\eta$ (%)
1	100 % klorofil							
2	100% kurkumin							
3	75% klorofil 25% kurkumin							
4	50% klorofil 50% kurkumin							
5	25% klorofil 75% kurkumin							

