

BAB III

METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen laboratorium dengan pendekatan kuantitatif. Fokus utama penelitian adalah sintesis dan karakterisasi film tipis *Aluminum-doped Zinc Oxide* (AZO) menggunakan metode dip-coating, dengan tujuan untuk mengoptimasi jumlah celupan. Penelitian ini menganalisis pengaruh variasi jumlah celupan (1-9 kali) sebagai variabel bebas terhadap sifat optik (transmitansi, absorbansi, *bandgap*), sifat listrik (resistansi lembaran), serta komposisi unsur (Zn, O, Al) sebagai variabel terikat. Pelaksanaan penelitian dimulai dengan pembuatan larutan prekursor ZnO yang didoping 1% Al dan pembersihan substrat kaca. Selanjutnya, dilakukan proses pelapisan dengan variasi celupan dan *preheating*, dilanjutkan dengan proses *annealing* pada 450°C. Karakterisasi sampel kemudian dilakukan menggunakan *UV-Vis Spectroscopy* untuk mengukur sifat optik, Multimeter dengan metode *two-point probe* untuk resistansi listrik, dan SEM-EDS untuk analisis komposisi unsur. Hasil dari seluruh tahapan ini kemudian dianalisis untuk membandingkan tren perubahan sifat material terhadap jumlah celupan, sehingga dapat ditemukan jumlah celupan optimal yang menghasilkan keseimbangan terbaik antara konduktivitas dan transparansi. Diharapkan, penelitian ini dapat memberikan data yang valid dan pemahaman komprehensif mengenai potensi material AZO sebagai kandidat *Transparent Conductive Oxide* (TCO) untuk aplikasi sel surya transparan.

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium *Solar Energy Material*, Gedung Baru Sekolah Pascasarjana, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, yang berlokasi di Jalan Setiabudhi No. 229, Bandung, Jawa Barat, Indonesia. Menggunakan metode eksperimental kuantitatif, studi ini bertujuan untuk menginvestigasi pengaruh variasi jumlah celupan terhadap sifat listrik, optik, dan

struktural lapisan *Aluminum-doped Zinc Oxide* (AZO) yang disintesis melalui teknik *dip coating*.

Periode penelitian berlangsung dari bulan Februari hingga 6 Agustus 2025. Selama periode tersebut, penelitian mencakup seluruh tahapan, mulai dari persiapan alat dan bahan, sintesis sampel, hingga karakterisasi dan analisis data. Laboratorium ini dilengkapi dengan fasilitas yang memadai untuk sintesis dan karakterisasi material, seperti alat pencelupan (*dip coater*) yang dirancang secara mandiri, UV-Vis *Spectroscopy* untuk mengukur sifat optik, multimeter untuk pengukuran resistivitas, serta SEM-EDS untuk analisis morfologi dan komposisi unsur.

3.2. Alat yang digunakan dalam Penelitian

Penelitian ini menggunakan sejumlah peralatan untuk mendukung tahapan preparasi larutan prekursor, pembentukan lapisan tipis *Aluminum-doped Zinc Oxide* (AZO), dan analisis sifat material menggunakan metode *dip-coating*. Peralatan tersebut dikelompokkan berdasarkan perannya dalam proses preparasi, pengolahan, dan karakterisasi, sebagaimana dijelaskan berikut.

a. Peralatan untuk Preparasi Larutan

Untuk pembuatan larutan prekursor, digunakan gelas kimia (*beaker*) sebagai wadah untuk mencampur bahan kimia secara merata. Labu takar digunakan untuk mengukur volume larutan dengan tingkat ketelitian tinggi. Pipet ukur dan pipet tetes dimanfaatkan untuk mengambil larutan dalam jumlah kecil dengan presisi. Neraca analitik dengan akurasi hingga 0,1 mg digunakan untuk menimbang bahan kimia secara cermat. Proses homogenisasi larutan dilakukan menggunakan magnetic stirrer yang dilengkapi hot plate untuk mengatur suhu dan memastikan larutan tercampur sempurna. Suntikan (*syringe*) digunakan untuk memindahkan larutan dengan kontrol volume yang akurat, terutama pada tahap yang membutuhkan ketelitian tinggi.

b. Peralatan untuk Pengolahan Sampel

Proses pembentukan lapisan tipis dilakukan menggunakan *dip coater* rancangan khusus untuk mengaplikasikan larutan prekursor pada substrat melalui teknik *dip-coating*. Substrat berupa kaca preparat dipotong dengan pemotong kaca untuk mendapatkan dimensi yang sesuai, kemudian dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* dan *UV-Ozone cleaner* untuk menghilangkan kontaminan permukaan. Oven digunakan untuk mengeringkan lapisan pada suhu rendah, sedangkan *furnace* digunakan untuk proses annealing pada suhu tinggi guna meningkatkan struktur kristal lapisan AZO. Parafilm digunakan untuk menutup wadah larutan agar terhindar dari kontaminasi lingkungan. Nampan, sendok laboratorium, dan staining jars digunakan untuk mendukung penanganan dan penyimpanan sampel, sementara gunting dan pinset membantu dalam memindahkan material secara apik.

c. Peralatan untuk Karakterisasi Material

Analisis sifat optik dan listrik lapisan tipis AZO dilakukan dengan beberapa alat canggih. UV-Vis *Spectroscopy* digunakan untuk mengukur sifat transmisi dan absorpsi cahaya pada rentang panjang gelombang tampak. Multimeter digital digunakan untuk mengevaluasi resistansi lembaran (*sheet resistance*), yang mencerminkan konduktivitas listrik lapisan. *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan, struktur mikro, dan komposisi kimia lapisan, termasuk distribusi dopan aluminium dalam matriks ZnO.

3.3. Bahan yang Digunakan dalam Penelitian

Berikut adalah daftar bahan kimia yang digunakan beserta peranannya dalam proses sintesis.

a. *Zinc Acetate Dihydrate* ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):

Zinc acetate dihydrate ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) sebanyak 5,49 gram digunakan sebagai prekursor utama untuk menyediakan ion seng (Zn^{2+}) yang membentuk struktur kristal *Zinc Oxide* (ZnO) dalam lapisan AZO. Bahan ini

dipilih karena kelarutannya yang tinggi dalam pelarut organik dan kemampuannya untuk membentuk lapisan ZnO yang stabil setelah perlakuan termal.

b. *Aluminium Nitrate Nonahydrate* ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$):

Aluminium nitrate nonahydrate ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) sebanyak 1,5 gram dilarutkan dalam 20 mL etanol untuk menyediakan ion aluminium (Al^{3+}) sebagai dopan. Konsentrasi doping aluminium terhadap seng divariasikan sebagai berikut: 1% mol (1,26 mL). Penambahan dopan aluminium bertujuan untuk meningkatkan konduktivitas listrik dan sifat optik lapisan AZO.

c. *Diethanolamine* (DEA, $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$)

Diethanolamine (DEA) sebanyak 2,4 mL digunakan sebagai agen stabilisator dalam larutan prekursor. DEA berperan dalam menjaga stabilitas larutan prekursor dengan mencegah presipitasi dan memastikan homogenitas larutan selama proses sintesis.

d. *2-Propanol* (Isopropanol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)

2-Propanol dengan kemurnian 99% sebanyak 20 mL digunakan sebagai pelarut untuk menyiapkan larutan prekursor dan menyesuaikan volume total larutan hingga mencapai 50 mL. Selain itu, isopropanol dengan konsentrasi 70% digunakan untuk membersihkan substrat kaca guna memastikan permukaan bebas dari kontaminan sebelum proses pelapisan.

e. Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

Etanol sebanyak 20 mL digunakan sebagai pelarut untuk melarutkan *aluminium nitrate nonahydrate*, memfasilitasi pembentukan larutan dopan yang homogen. Etanol dipilih karena sifatnya yang mendukung kelarutan senyawa prekursor dan kompatibilitasnya dengan metode *dip-coating*.

f. Aquades (Air Deionisasi)

Aquades digunakan untuk tahap pembersihan awal substrat kaca guna menghilangkan kontaminan polar, seperti debu atau residu organik, yang dapat mengganggu adhesi lapisan. Penggunaan air deionisasi memastikan tidak ada ion pengotor yang memengaruhi kualitas substrat.

3.4. Prosedur Preparasi Larutan Prekursor

Preparasi larutan prekursor untuk sintesis lapisan tipis *Aluminium-doped Zinc Oxide* (AZO) dilakukan melalui metode *sol-gel* untuk menghasilkan larutan yang homogen dan stabil, siap digunakan dalam proses *dip-coating*. Larutan prekursor terdiri dari larutan *zinc* (Zn) sebagai komponen utama dan larutan aluminium (Al) sebagai dopan, yang digabungkan dengan pengendalian ketat terhadap komposisi dan kondisi preparasi. Berikut adalah prosedur kerja dari penelitian ini.

3.4.1. Pembuatan Larutan Zinc

Prosedur:

- a. Masukkan *Diethanolamine* (DEA) ke dalam *2-Propanol* (kemurnian 99%) di dalam gelas kimia (*beaker*) untuk membentuk larutan dasar.
- b. Aduk larutan menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 500 rpm selama 10 menit pada suhu kamar untuk memastikan campuran homogen.
- c. Tambahkan *zinc acetate dihydrate* sebanyak 5,49 gram secara perlahan sambil terus mengaduk untuk mencegah penggumpalan.
- d. Panaskan larutan pada *hot plate* dengan suhu 70°C dan aduk pada kecepatan 500 rpm selama 1 jam untuk menghasilkan larutan zinc yang stabil dan seragam.

3.4.2. Pembuatan Larutan Aluminium

Prosedur:

- a. Larutkan 1,5 gram *aluminium nitrate nonahydrate* ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dalam 20 mL etanol di dalam gelas kimia.
- b. Aduk larutan menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 500 rpm selama 10 menit tanpa pemanasan untuk memastikan aluminium nitrate terlarut sepenuhnya.
- c. Ambil larutan aluminium sebanyak 1,26 mL untuk konsentrasi doping 1% terhadap seng.

3.4.3. Penggabungan Larutan Zinc dan Aluminium

- a. Tambahkan larutan aluminium (sesuai volume doping yang dipilih) ke dalam larutan *zinc* yang telah mengandung DEA dan *zinc acetate dihydrate*.
- b. Aduk campuran menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 500 rpm selama 15 menit pada suhu kamar untuk mengintegrasikan larutan aluminium dengan larutan zinc.
- c. Tambahkan *2-propanol* (kemurnian 99%) secukupnya hingga volume total larutan mencapai 50 mL.
- d. Panaskan dan aduk larutan pada *hot plate* dengan suhu 70°C dan kecepatan 500 rpm selama 2 jam untuk memastikan larutan prekursor homogen dan siap untuk proses *dip-coating*.

3.5. Prosedur Pembersihan Substrat Kaca

Pembersihan substrat dilakukan untuk memastikan permukaan bebas dari kontaminan polar dan organik, sehingga mendukung adhesi optimal dan kualitas lapisan tipis *Aluminum-doped Zinc Oxide* (AZO) selama proses *dip-coating*. Prosedur ini mencakup serangkaian langkah pembersihan dan pengeringan untuk mempersiapkan substrat kaca sebelum pelapisan. Berikut adalah tahapan-tahapan yang dilakukan:

a. Penyimpanan Awal Substrat

Sebanyak 18 substrat kaca disimpan dalam dua *staining jar*, masing-masing berisi 9 substrat, dan direndam dalam air deionisasi (aquades) untuk mencegah kontaminasi awal sebelum proses pembersihan.

b. Pembersihan dengan Air Deionisasi

Lakukan pembersihan ultrasonik pada substrat yang direndam dalam aquades menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit untuk menghilangkan kontaminan polar, seperti debu atau garam. Setelah selesai, buang aquades dari *staining jar*.

c. Pengeringan Pertama

Keringkan substrat dalam oven pada suhu 80°C selama 10 menit untuk menghilangkan sisa air deionisasi dari permukaan substrat.

d. Pembersihan dengan Isopropanol

Rendam substrat dalam isopropanol (konsentrasi 70%) dan lakukan pembersihan ultrasonik selama 10 menit untuk menghilangkan kontaminan non-polar, seperti minyak atau residu organik. Setelah itu, keringkan kembali substrat dalam oven pada suhu 80°C selama 10 menit untuk memastikan permukaan bebas dari sisa pelarut.

e. Perlakuan UV-Ozone

Paparkan substrat pada perangkat *UV-Ozone cleaner* selama 10 menit untuk menghilangkan kontaminan organik yang tersisa dan meningkatkan sifat hidrofilik permukaan substrat, sehingga mendukung adhesi lapisan AZO.

f. Hasil Akhir

Setelah melalui tahapan di atas, substrat kaca siap digunakan untuk proses pelapisan lapisan tipis AZO menggunakan metode *dip-coating*.

3.6. Prosedur Pelapisan dengan Metode Dip-Coating

Proses pelapisan lapisan tipis *Aluminum-doped Zinc Oxide* (AZO) dilakukan menggunakan metode *dip-coating* pada substrat kaca yang telah dibersihkan untuk memastikan pembentukan lapisan yang seragam dan berkualitas tinggi. Prosedur ini melibatkan pencelupan berulang dengan variasi jumlah celupan, diikuti oleh tahap pengeringan dan pemanasan awal (*preheating*) setelah setiap celupan, serta annealing akhir untuk meningkatkan kristalinitas lapisan. Berikut adalah langkah-langkah pelapisan secara rinci:

a. Persiapan Substrat

Pasang substrat kaca yang telah dibersihkan pada alat *dip coater* menggunakan penjepit untuk memastikan posisi tetap stabil selama proses pelapisan.

b. Pencelupan Substrat

Turunkan substrat ke dalam larutan prekursor AZO dengan kecepatan 8 cm/s dan biarkan terendam selama 30 detik untuk memungkinkan larutan menempel secara merata pada permukaan substrat.

c. Pengeringan Awal

Angkat substrat dari larutan dan tahan pada posisi vertikal selama 3 menit agar kelebihan larutan mengalir secara alami, sehingga mencegah penumpukan larutan yang berlebihan.

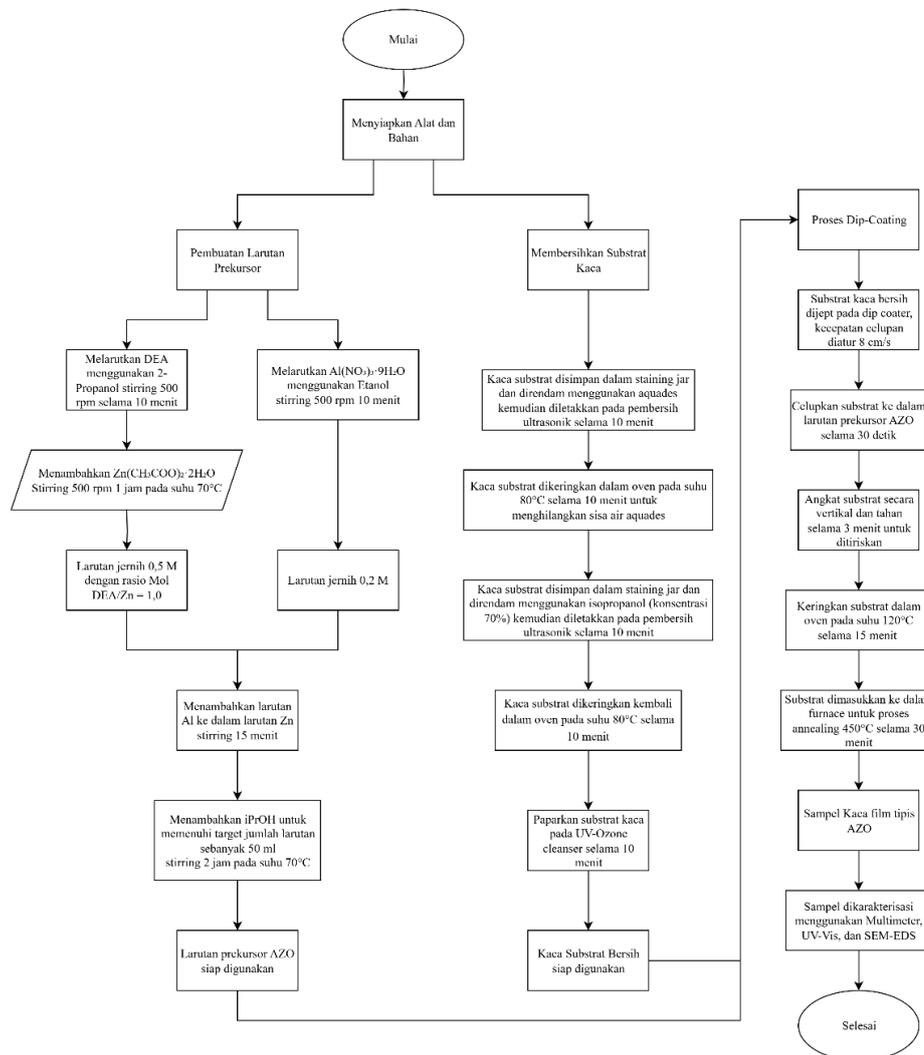
d. Preheating Setiap Celup

Tempatkan substrat yang telah dilapisi dalam oven pada suhu 120°C untuk proses *preheating* guna menguapkan pelarut dan memperkuat lapisan sementara. Ulangi langkah 2 hingga 4 untuk setiap celupan, dengan variasi jumlah celupan dari 1 hingga 9 celupan, di mana setiap celupan diikuti oleh *preheating* untuk membentuk lapisan bertahap.

e. *Annealing* Akhir

Setelah menyelesaikan semua proses celupan (1–9), lakukan proses *annealing* pada lapisan menggunakan *furnace* pada suhu 450°C selama 30 menit. Pemanasan menuju suhu tersebut dilakukan secara bertahap selama 2 jam 30 menit untuk mencegah tegangan termal yang dapat menyebabkan retak atau defek pada lapisan, sehingga menghasilkan struktur kristal AZO yang optimal.

Tahapan sintesis film tipis AZO dapat dilihat pada diagram alir yang ditampilkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir sintesis film tipis AZO

3.7. Prosedur Karakterisasi

Karakterisasi lapisan tipis *Aluminum-doped Zinc Oxide* (AZO) dilakukan untuk mengevaluasi sifat optik, listrik, dan morfologi/komposisi material sebagai *transparent conductive oxide* (TCO). Proses ini melibatkan tiga metode pengujian: analisis transparansi menggunakan UV-Vis *Spectroscopy*, pengukuran resistansi listrik menggunakan multimeter, dan analisis struktur permukaan serta komposisi

unsur menggunakan SEM-EDS. Berikut adalah prosedur karakterisasi secara terperinci:

3.8.1. Karakterisasi Optik menggunakan UV-Vis Spectroscopy

Sifat optik lapisan AZO diukur menggunakan UV-Vis *Spectroscopy* dalam mode transmisi untuk menentukan persentase cahaya yang ditransmisikan pada rentang panjang gelombang 200–1100 nm. Pengukuran ini bertujuan untuk mengevaluasi kemampuan lapisan dalam mentransmisikan cahaya tampak, yang merupakan parameter esensial untuk aplikasi TCO dalam perangkat optoelektronik.

3.8.2. Karakterisasi Listrik menggunakan Multimeter dengan Metode *Two-Point Probe*

Sifat listrik lapisan AZO diukur menggunakan multimeter digital dengan metode *two-point probe*. Dua probe ditempatkan pada permukaan lapisan untuk mengukur resistansi listrik, yang mencerminkan konduktivitas lapisan. Pengukuran ini dilakukan pada sampel dengan variasi jumlah celupan (1–9) untuk mengevaluasi pengaruhnya terhadap performa listrik. Data resistansi digunakan untuk menilai efisiensi lapisan sebagai material TCO.

3.8.3. Karakterisasi Komposisi Unsur menggunakan SEM-EDS

Komposisi unsur lapisan AZO dianalisis menggunakan *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM) ZEISS Ultraplus yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS). Pengujian fokus pada *mapping* distribusi unsur aluminium (Al), zinc (Zn), dan oksigen (O) sebagai komponen utama AZO. *Mapping* EDS dilakukan dengan tegangan akselerasi 50 kV untuk menghasilkan data komposisi unsur yang akurat.