

BAB III

METODE PENELITIAN

Bab ketiga dari skripsi adalah metode penelitian yang berisikan metode yang dilakukan dalam penelitian sebagai sarana untuk memperoleh data-data dan cara menganalisis data yang didapatkan.

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Juli – September 2020 pada pukul 07.00 – 17.00. Pembuatan sampel dan karakterisasi dilaksanakan di Laboratorium Fisika Material, Gedung JICA FPMIPA A, Universitas Pendidikan Indonesia. Beralamat di Jl. Setiabudhi No. 229 Bandung 40154, Jawa Barat, Indonesia. Karakterisasi SEM dan XRD dilakukan di PPNN Institut Teknologi Bandung, Bandung, Jawa Barat, Indonesia.

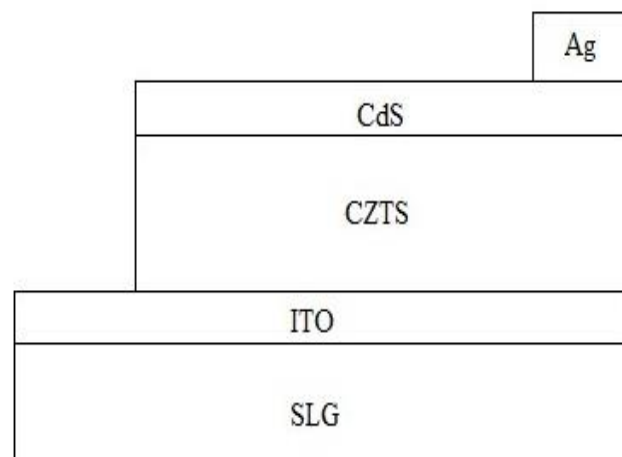
3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimental, yaitu metode yang bertujuan untuk menguji pengaruh suatu variabel terhadap variabel lain. Pada penelitian ini, komposisi yang digunakan adalah komposisi *Cu-poor Zn-rich*. Penelitian akan dilakukan terhadap 5 sampel yang dibuat dengan Zn (*Zinc*), $\text{Cu}(\text{CO}_2\text{CH}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*Copper Acetate Monohydrate*), SnCl_2 (*Tin Chloride*) dan $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ (*Thiourea*) dengan rasio Zn/Sn berbeda yakni 1,15;1,20;1,25;1,30;1,35 dan rasio Cu/(Zn+Sn) tetap yakni 0,86. Sampel ini kemudian diberi nama Z (menunjukkan Zn) dan angka sesuai rasio Zn/Sn nya menjadi Z115, Z120, Z125, Z130, Z135. Dan 1 sampel dengan material prekursor standar CZTS (kemurnian 99,999%) yakni $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (*Zinc Acetate Dihydrate*), $\text{Cu}(\text{CO}_2\text{CH}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*Copper Acetate Monohydrate*), SnCl_2 (*Tin Chloride*) dan $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ (*Thiourea*) dengan rasio Zn/Sn 1,25 dan rasio Cu/(Sn+Zn) 0,86 juga dibuat sebagai pembanding. Sampel ini kemudian diberi nama ZA125 (ZA menandakan *Zinc Acetate*). Komposisi dan keterangan enam sampel yang akan dibuat tertera pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi Larutan Prekursor Tiap Sampel

2-Methoxyethanol: 10mL						
Copper (II) acetate monohydrate: 0,52M = 1,04 gram						
Thiourea: 2,06M = 1,57 gram						
Sampel	Material yang digunakan	Zn/Sn	Zn		Sn (Tin Chloride)	
			M(mol/L)	m(gr)	M(mol/L)	m(gr)
ZA125	Zinc Acetate	1,25	0,34	0,74	0,27	0,61
Z115	Zinc	1,15	0,32	0,21	0,28	0,63
Z120	Zinc	1,20	0,33	0,22	0,27	0,62
Z125	Zinc	1,25	0,34	0,22	0,27	0,61
Z130	Zinc	1,30	0,34	0,22	0,26	0,59
Z135	Zinc	1,35	0,35	0,23	0,26	0,58

Keenam sampel disintesis dengan metode *solution processed-sulfurization* dan dideposisikan dengan teknik *spin coating*, kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk menganalisis fase kristal, SEM untuk menganalisis morfologi permukaan *absorber*, *UV Visual Spectroscopy* untuk mengetahui sifat optik (Spektrum Absorbansi, LHE, *bandgap*) dan kurva karakteristik J-V untuk menentukan performa dari sel surya berbasis CZTS.

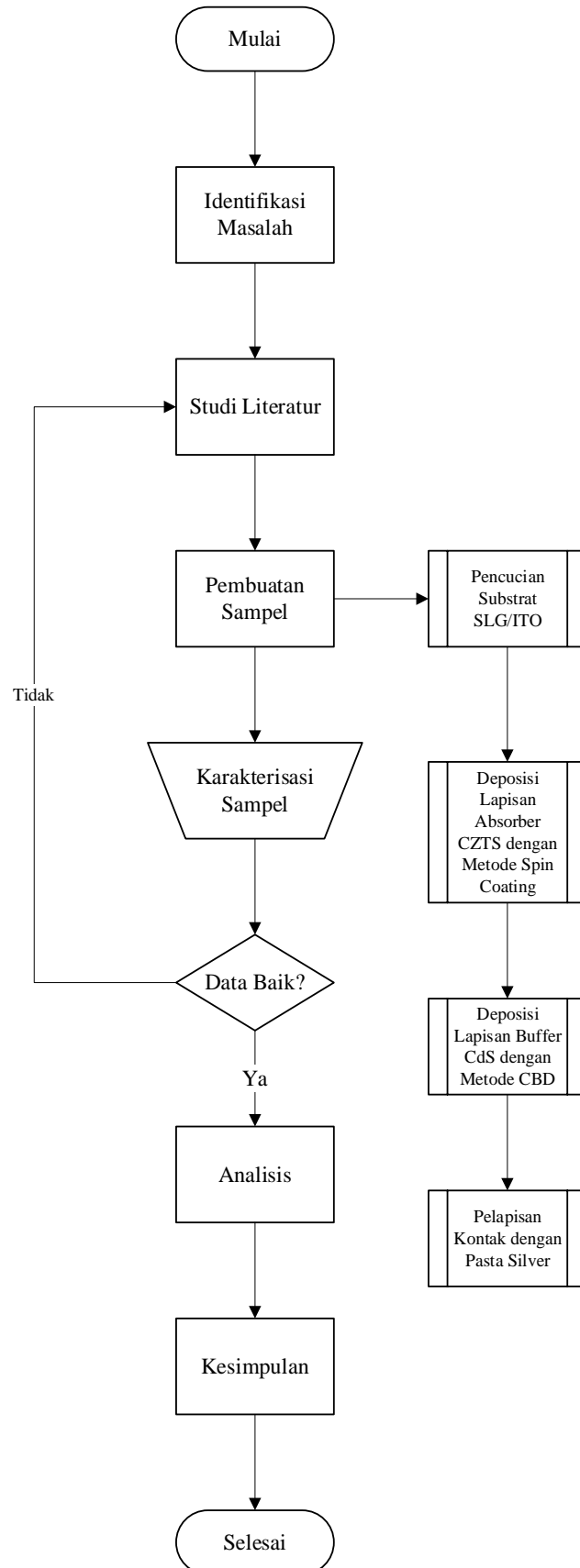


Gambar 3.1 Struktur Device Sel Surya berbasis CZTS

Konfigurasi sel surya yang dibuat untuk keenam sampel diilustrasikan pada Gambar 3.1. Substrat yang digunakan pada penelitian ini adalah *Soda Lime Glass* berukuran 2cm x 2cm yang telah dilapisi ITO. Sebelum digunakan, substrat dicuci terlebih dahulu dengan prosedur standar pencucian substrat ITO menggunakan IPA, Aseton dan *DI Water* kedalam *ultrasonic cleaner* selama masing-masing 20 menit untuk menghilangkan debu maupun kotoran yang menempel pada permukaan substrat.

Pembuatan sampel dilakukan dengan membuat larutan prekursor terlebih dahulu. Prekursor CZTS dideposisikan ke substrat SLG/ITO dengan metode deposisi *non vakum spin coating – annealing* hingga ketebalan *absorber* sesuai dengan yang diinginkan. Proses deposisi *absorber* CZTS diakhiri dengan sulfurisasi. Lapisan penyangga tipe-n CdS dibuat dengan membuat larutan prekursor CdS, kemudian mendeposisikan CdS dengan metode *Chemical Bath Deposition*. Setelah semuanya selesai, substrat dilapisi kontak ohmik berupa pasta silver (Ag).

Diagram alur penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram Alur Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

Daftar alat dan bahan yang dibutuhkan dalam pembuatan sampel sel surya berbasis CZTS ditunjukkan oleh Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Daftar Alat dan Bahan

No	Nama Alat	Nama Bahan
1	Timbangan Analitik	Zn (Zinc)
2	Sendok	S (Sulfur)
3	Gelas <i>Beaker</i>	$Zn(CH_3CO_2)_2 \cdot 2H_2O$ (<i>Zinc Acetate Dihydrate</i>)
4	Gelas Ukur	$Cu(CO_2CH_3)_2 \cdot H_2O$ (<i>Copper Acetate Monohydrate</i>)
5	Corong	$SnCl_2$ (<i>Tin Chloride</i>)
6	Botol Kaca	CH_4N_2S (<i>Thiourea</i>)
7	Pipet	<i>2-Methoxyethanol</i>
8	Pinset	<i>Monoethylamine</i> (MEA)
9	Termometer	<i>Trimethylamine</i> (TMA)
10	<i>Stopwatch</i>	Substrat SLG/ITO
11	<i>Ultrasonic Cleaner</i>	<i>Cadmium Sulfate</i>
12	<i>Hotplate Magnetic Stirrer</i>	<i>Ammonium Hydroxide Solution 25%</i>
13	<i>Stir Bar</i>	<i>DI Water</i>
14	Tungku (<i>Furnace</i>)	IPA
15	<i>Spin Coater</i>	Aseton
16	<i>Stainless Steel Box</i>	Pasta Silver

3.4 Prosedur Deposisi

Pendeposisian film tipis sel surya terdiri atas beberapa tahap yakni deposisi lapisan tipis *absorber* CZTS, deposisi lapisan penyangga CdS dan pelapisan kontak.

3.4.1 Deposisi Lapisan Tipis *Absorber* CZTS

Penelitian dilakukan dengan metode *non vacuum solution processed - spin coating* dengan mula-mula membuat larutan prekursor CZTS menggunakan

material prekursor pada Gambar 3.3 kemudian mendeposisikan prekursor melalui metode *spin coating*.



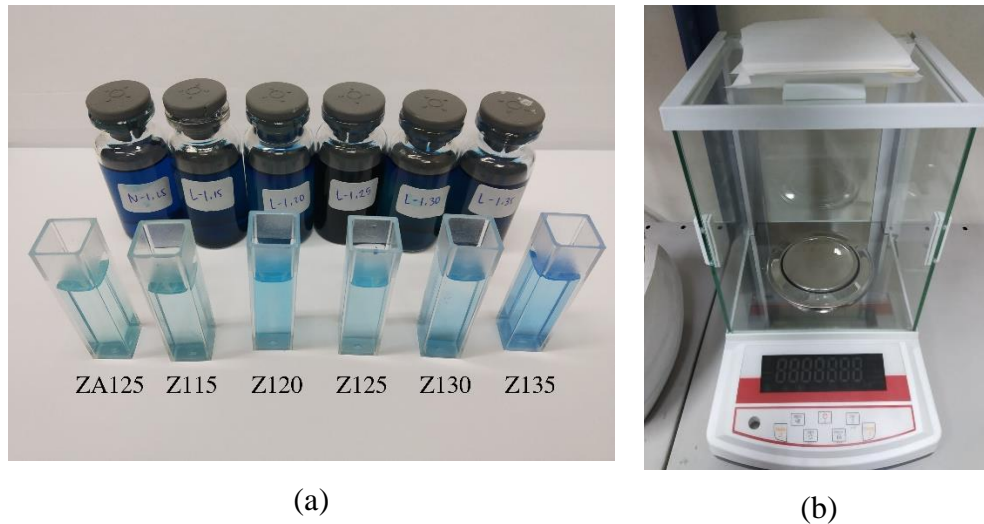
(a)

(b)

Gambar 3.3 Material Prekursor yang digunakan:

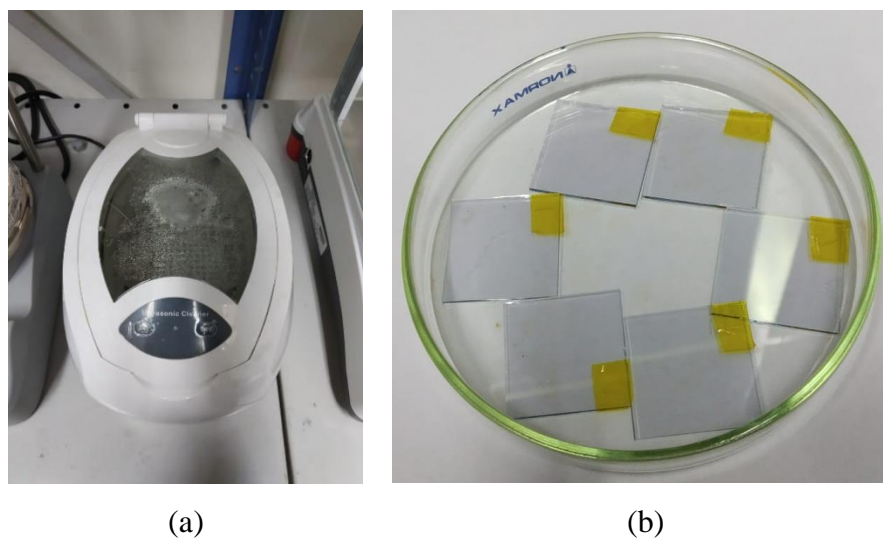
(a) Zn (b) Copper Acetate Monohydrate, Zinc Acetate Dihydrate, Tin Chloride, Thiourea

Pembuatan prekursor dilakukan dengan melarutkan yakni Zn (*Zinc* untuk sampel dengan kode Z) atau $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (*Zinc Acetate Dihydrate* untuk sampel dengan kode ZA), $\text{Cu}(\text{CO}_2\text{CH}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*Copper Acetate Monohydrate*), SnCl_2 (*Tin Chloride*) dan $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ (*Thiourea*) sesuai dengan komposisi yang tertera dalam Tabel 3.1 ke dalam 10mL pelarut *2-methoxyethanol* pada suhu 50°C selama 2 jam menggunakan *magnetic stirrer*. Seluruh sampel dibuat sebanyak 10mL agar prekursor cukup untuk menutupi substrat sebesar 2cm x 2cm dengan pertimbangan menyusutnya volume selama proses pengadukan dan agar massa sumber prekursor yang diukur tidak terlalu kecil untuk ditimbang dengan timbangan analitik. Suhu 50°C dipilih agar pelarut 2ME tidak mencapai titik didih sehingga tidak ada kenaikan konsentrasi yang dapat mengakibatkan erosi pada permukaan, tetapi juga suhu cukup tinggi untuk melarutkan prekursor dengan sempurna tanpa adanya penggumpalan. Lamanya pengadukan selama 2 jam juga dilakukan agar prekursor tercampur dengan sempurna, dan seluruh prekursor memiliki waktu yang cukup untuk bereaksi membentuk CZTS.



Gambar 3.4 (a) Prekursor CZTS; (b) Timbangan Analitik

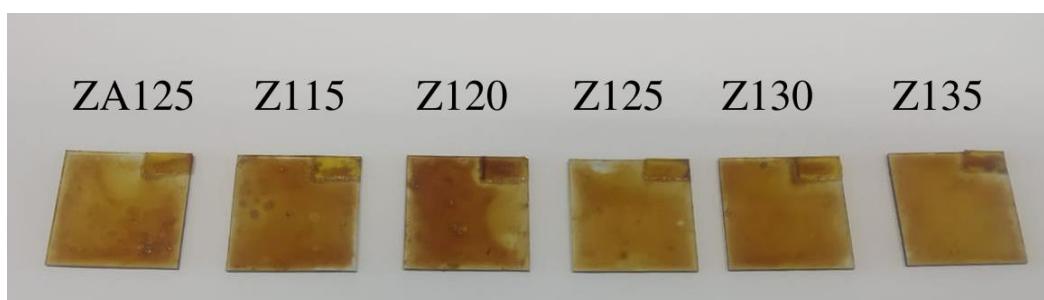
Setelah 1 jam pelarutan, 1mL MEA dan TEA diteteskan kedalam larutan sebagai *stabilizer*. Hal ini dilakukan agar prekursor yang sudah bereaksi saling terikat menjadi CZTS tidak kembali terputus menjadi ion. Hasil larutan prekursor CZTS ditunjukkan oleh Gambar 3.4a. Terlihat bahwa larutan prekursor yang dihasilkan berwarna kebiruan. Hal ini menunjukkan masih ada Copper Acetate yang tidak terlarut sempurna. Namun, hal ini dapat diatasi dengan proses sulfurisasi agar seluruh elemen saling mengikat dan membentuk CZTS. Gambar 3.4b menunjukkan timbangan analitik yang digunakan untuk mengukur massa material prekursor. Timbangan ini digunakan agar massa yang diukur lebih akurat, karena CZTS sangat sensitif terhadap *error* yang bersifat stoikiometrik.



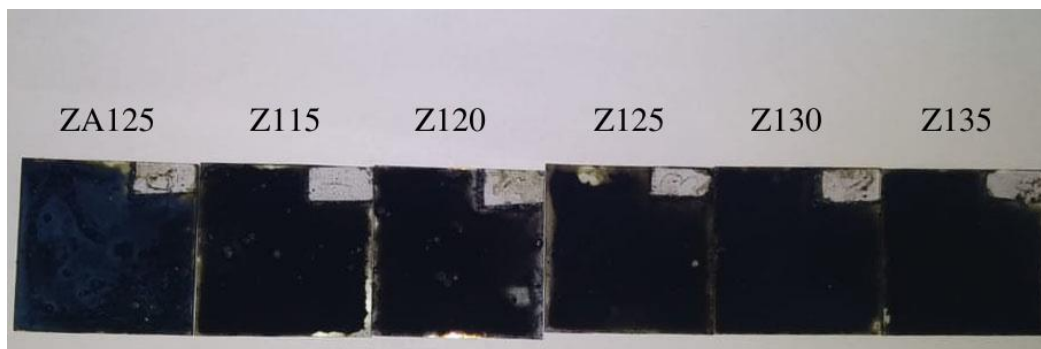
Gambar 3.5 (a) Ultrasonic Cleaner; (b) Substrat ITO setelah dicuci dan dilapisi *conducting sealer*

Sebelum dilakukan deposisi prekursor, substrat SLG/ITO berukuran 2cm x 2cm dengan tebal 1mm dicuci dengan menggunakan *acetone*, *isopropyl* dan *DI water* secara berturut-turut kedalam *ultrasonic cleaner* (Gambar 3.5a) selama masing-masing 20 menit, dan dikeringkan menggunakan *hot blower* untuk menghilangkan partikel yang tak diinginkan pada permukaan substrat. Substrat dicuci selama 20 menit agar kotoran pada permukaan substrat hilang tanpa terjadi erosi pada lapisan ITO. Kemudian, *conducting sealer* sebesar 0,5 cm x 0,5 cm ditempelkan pada salah satu ujung substrat ITO sebagai *mask* agar sebagian *back contact* tidak tertutup oleh lapisan di atasnya. Gambar 3.5b menunjukkan substrat yang telah dicuci dan dilapisi *conductiong sealer*.

Setelah bersih, larutan CZTS dideposisikan dengan metode *spin coating* di atas substrat ITO dengan kecepatan 3000rpm selama 30s. Ini adalah kecepatan *spin coater* terbaik untuk menghasilkan film tipis yang *densely packed* dan memiliki sedikit *pinhole* (Yu, Ge, Prabhakar, & Yan, 2014). Substrat kemudian di *annealing* pada suhu 200°C selama 2 menit dan didinginkan selama 5 menit untuk menumbuhkan *grain*. Proses “*spin coating-annealing*” ini dilakukan secara berulang hingga ~14 kali untuk mendapatkan lapisan *absorber* CZTS ~1 mikrometer. Substrat disulfurisasi pada suhu 550°C dengan meletakkan film kedalam tabung *stainless* yang tertutup bersama dengan serbuk sulfur untuk mengurangi kehilangan sulfur, kemudian dimasukan kedalam tungku (*furnace*) dan dipanaskan. Suhu 550°C dipilih agar seluruh rantai molekul organik 2ME dan rantai Asetat lepas dan menguap, serta material memiliki cukup energi untuk merekonstruksi struktur kristal dan menumbuhkan *grain*.



(a)



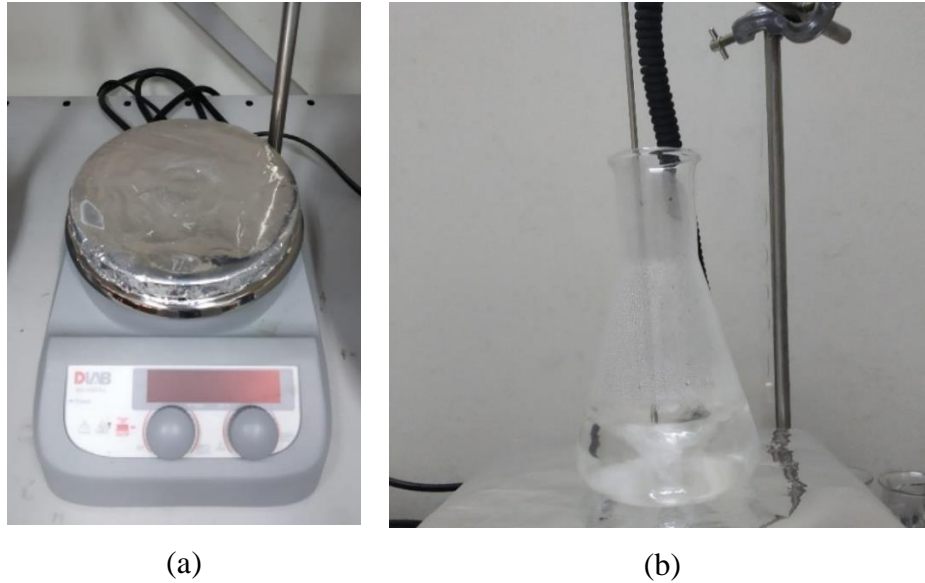
(b)

Gambar 3.6 (a) Sampel sebelum disulfurisasi (b) Sampel setelah disulfurisasi

Gambar 3.6 menunjukkan keenam sampel setelah dideposisikan sebelum dan setelah proses sulfurisasi. Terlihat bahwa sampel mengalami perubahan drastis dimana sampel yang telah di sulfurisasi memiliki warna hitam pekat dibandingkan sampel sebelum disulfurisasi. Ini menunjukkan bahwa sulfurisasi meningkatkan daya serap material.

3.4.2 Deposisi Lapisan Penyangga Tipe-n CdS

Pembuatan sel surya berbasis CZTS dimulai dengan menyiapkan alat dan bahan yang dibutuhkan, lalu mendeposisikan lapisan penyangga tipe n CdS di atas substrat SLG/ITO/CZTS dengan metode *Chemical Bath Deposition* (CBD). Proses ini diawali dengan melarutkan 20mL 0,75M Thiourea, 20mL 0,015M CdSO₄ dan 22mL *Ammonium hydroxide solution* 25% kedalam 140mL air pada suhu 80°C selama 30 menit. Larutan CdS diaduk dan dipanaskan hingga mencapai suhu 80°C. Komposisi ini dipilih agar prekursor yang dihasilkan memiliki pH sekitar 7-11, karna pH yang terlalu asam akan membuat lapisan tipis CZTS mengelupas. Suhu pengadukan dipilih mengikuti metode pada jurnal Hadke, dkk. (Hadke, et al., 2018) Gambar 3.7b menunjukkan larutan CdS yang diaduk dan dipanaskan menggunakan *magnetic stirrer* (Gambar 3.7a).



Gambar 3.7 (a)Magnetic Stirrer; (b)Pembuatan Prekursor CdS

Substrat kemudian direndam kedalam larutan CdS pada suhu 80°C selama 9 menit, larutan CdS tetap diaduk selama proses perendaman substrat. Setelah proses perendaman, substrat kemudian dicuci menggunakan *DI water*. Substrat kemudian dikeringkan kedalam *oven* selama 5 menit pada suhu 100°C . Setelah CdS terdepositasi dengan baik, sampel dilapisi dengan kontak pasta *silver* secara manual pada bagian salah satu sudut dari substrat.

3.5 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

3.5.1 Karakterisasi Fasa Kristal

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* dilakukan untuk mengetahui karakteristik fasa kristal yang terbentuk pada lapisan tipis *absorber CZTS*. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan alat instrumen Bruker *Advanced D8* dengan eksitasi $\text{Cu-K}\alpha$ seperti pada Gambar 3.8.

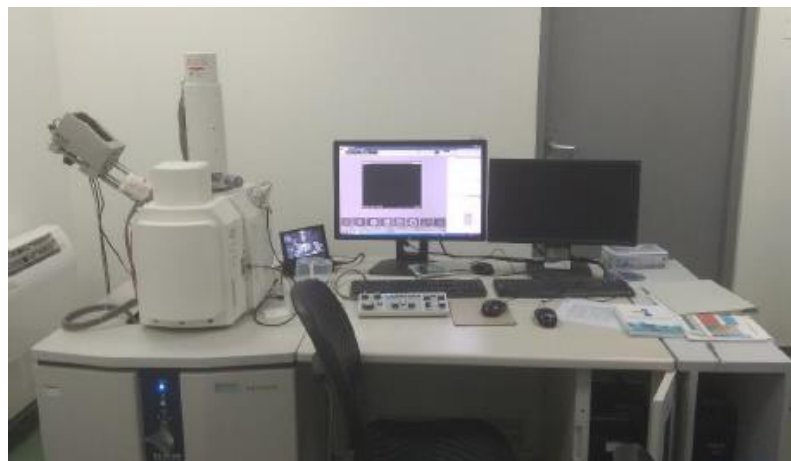


Gambar 3.8 X-Ray Diffraction

Dari pengkarakterisasian XRD didapatkan data panjang gelombang sumber, sudut (2θ) dan intensitas. Data ini diolah untuk menentukan presentase fase kesterit dan fase sekunder yang terbentuk serta ukuran kristalit.

3.5.2 Karakterisasi Morfologi

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui karakteristik morfologi dari lapisan *absorber* sel surya berbasis CZTS. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan SEM Hitachi™ SU-3500 seperti pada Gambar 3.9.



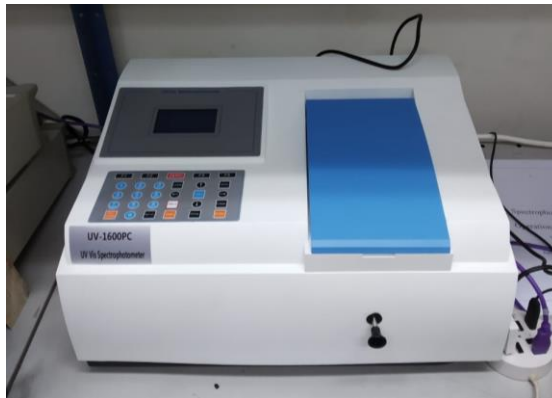
Gambar 3.9 Set Alat Scanning Electron Microscopy

Dari pengkarakterisasian XRD didapatkan data berupa citra/gambar permukaan lapisan tipis *absorber* CZTS. Data ini diolah untuk menganalisis tekstur

permukaan, menentukan ukuran partikel dan keseragaman (*uniform*) ukuran partikel yang terbentuk pada lapisan *absorber* sel surya berbasis CZTS.

3.5.3 Karakterisasi Sifat Optik

Karakterisasi *UV-Visual Spectroscopy* dilakukan untuk mengetahui karakteristik optik dari sel surya berbasis CZTS. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan V1600PC 190-1100nm *Ultraviolet Visible Spectrophotometer* (Gambar 3.10) yang berada di Lab Fisika Material, UPI.



Gambar 3.10 UV Visual Spektroskopi

Dari pengkarakterisasian UV-Vis didapatkan data absorbansi dan panjang gelombang. Data ini diolah untuk menentukan panjang gelombang absorbansi optimal, *Light Harvesting Efficiency* dan *bandgap*.

3.5.4 Karakterisasi Performansi Sel Surya

Untuk menentukan performa sel surya dilakukan karakterisasi kurva J-V menggunakan ADCMT 6242 Multimeter seperti pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11 ADCMT 6242 Multimeter

Angela Vitadewi, 2021

SINTESIS DAN KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ SEBAGAI ABSORBER PADA SEL SURYA MEMANFAATKAN POTENSI MATERIAL Zn

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

Data yang dihasilkan berupa arus dan tegangan yang dihasilkan sel surya. Data arus dan tegangan diukur untuk mengetahui densitas arus *short circuit* (J_{sc}), tegangan *open circuit* (V_{oc}), efisiensi dan *fill factor* (FF) dari sel surya berbasis CZTS yang telah disintesis.

3.6 Analisis Data

Analisis data yang dilakukan dari hasil karakterisasi adalah sebagai berikut:

3.6.1 Analisis Data Fasa Kristal

Dari karakterisasi XRD didapatkan data sudut (2θ) dan intensitas. Data ini diolah untuk menentukan presentase fase kesterit dan fase sekunder yang terbentuk. Presentase fase kristal yang terbentuk dianalisis menggunakan aplikasi perangkat lunak Match! Dari pengolahan data menggunakan Match! didapatkan presentase massa fase kesterit dan fase sekunder (Cu_2SnS_3 , ZnS, Cu_2S , SnS, dan SnS_2), data *peak*, dan FWHM. Data *peak* dan FWHM kemudian diolah untuk menentukan ukuran kristalit menggunakan persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 22.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (22)$$

Dimana K adalah konstanta tak berdimensi yang memiliki besar 0,9; λ adalah panjang gelombang sinar-x yang digunakan yakni sebesar 0,154 nm, β adalah FWHM dan D adalah ukuran *grain* rata-rata lapisan *absorber* CZTS.

3.6.2 Analisis Data Morfologi

Dari karakterisasi SEM didapatkan data berupa citra/gambar morfologi permukaan lapisan *absorber* sel surya berbasis CZTS. Data ini diolah untuk menganalisis tekstur permukaan *absorber*, menentukan ukuran partikel dan keseragaman (*uniform*) ukuran partikel yang terbentuk. Hal ini dilakukan menggunakan aplikasi ImageJ dimana mula-mula citra SEM difilter *bandpass* dan *adjust threshold* untuk mendapatkan citra yang lebih jelas sehingga partikel dapat mudah diidentifikasi dan *grain boundaries* dapat terdeteksi. Kemudian, luas partikel dianalisis. Dengan menggunakan asumsi bahwa partikel berbentuk

lingkaran, digunakan rumus luas lingkaran untuk menentukan ukuran partikel (diameter lingkaran) seperti pada Persamaan 23-25.

$$A = \pi r^2 \quad (23)$$

$$r = \sqrt{A/\pi} \quad (24)$$

$$D = 2r = 2\sqrt{A/\pi} \quad (25)$$

Distribusi ukuran partikel kemudian diolah menggunakan aplikasi Origin6.1 untuk difit kedalam distribusi Gaussian. Kurva distribusi Gaussian dianalisis untuk menentukan puncak distribusi partikel dan FWHM. Titik puncak distribusi (X_c) merupakan ukuran partikel yang paling mendominasi, sedangkan FWHM menunjukkan keseragaman ukuran partikel. Semakin besar FWHM maka ukuran partikel dari material semakin tidak uniform.

3.6.3 Analisis Data Sifat Optik

Dari karakterisasi *UV Visual Spectroscopy* didapatkan data absorbansi dan panjang gelombang. Data ini diolah untuk menentukan panjang gelombang absorbansi optimal, *Light Harvesting Efficiency* dan *bandgap*.

Analisis data absorbansi dan LHE dilakukan dengan *plotting* data panjang gelombang terhadap absorbansi dan presentase LHE. Presentase LHE dihitung dengan Persamaan 26.

$$LHE (\%) = (1 - 10^{-\alpha}) \times 100\% \quad (26)$$

Kemudian, panjang gelombang optimal ditentukan. Panjang gelombang optimal adalah besar panjang gelombang saat absorbansi dan LHE maksimum. Analisis juga dilakukan dengan membandingkan lebar dan tinggi puncak spektrum absorbansi dan LHE.

Bandgap ditentukan dengan menggunakan Metode *Tauc's Plot* dengan memenuhi Persamaan 27.

$$(\alpha h\nu)^{\frac{1}{r}} = K(h\nu - E_g) \quad (27)$$

Dimana:

$r = 1/2$ untuk *allowed direct transition*

$r = 3/2$ untuk *forbidden direct transition*

$r = 2$ untuk *allowed indirect transition*

$r = 3$ untuk *forbidden indirect transition*

Karena CZTS merupakan material dengan *direct bandgap*, maka untuk menentukan *bandgap* material ini r yang digunakan adalah $\frac{1}{2}$. Dengan *plotting* $h\nu$ terhadap $(\alpha h\nu)^2$ maka akan terbentuk kurva *linear*. Ketika kurva diekstrapolasi dan menyinggung sumbu x maka $E_g = h\nu$.

3.6.4 Analisis Data Performansi Sel Surya

Data yang didapatkan dari karakterisasi ini berupa arus dan tegangan. Arus diubah menjadi densitas arus dengan membagi arus dengan luas permukaan sampel yakni 4cm^2 . Data diolah dengan menggunakan Persamaan 28 dan 29.

$$FF = \frac{V_m J_m}{V_{oc} J_{sc}} \quad (28)$$

$$\eta = \frac{V_m J_m}{P_{in}} = \frac{FF \cdot V_{oc} J_{sc}}{P_{in}} \quad (29)$$

Dimana J_{sc} ditentukan dengan melihat besar densitas arus ketika tegangan nol, V_{oc} ditentukan dengan melihat besar tegangan ketika arus mendekati nol, dan V_m dan J_m ditentukan dengan melihat daya terbesar yang dapat dihasilkan sel surya. Dengan demikian performa sel surya dapat ditentukan. Data performansi kemudian dibandingkan antara keenam sampel. Semakin besar performa, semakin baik kualitas sel surya.