BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

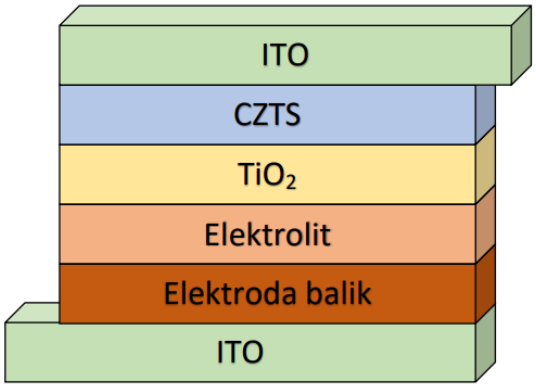
Pada penelitian ini, metode penelitian yang akan digunakan adalah kajian literatur dan eksperimen. Kajian literatur dilakukan sebagai dasar untuk melakukan eksperimen agar mendapatkan hasil penelitian yang sesuai. Kajian teori dilakukan dengan mengkaji atau mereview beberapa jurnal dengan topik jurnal yang sesuai dengan dasar teori dilakukannya penelitian ini. Metode eksperimen ini dilakukan sebagai tindak lanjut mendapatkan data penelitian untuk memenuhi tujuan dan rumusan masalah penelitian.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

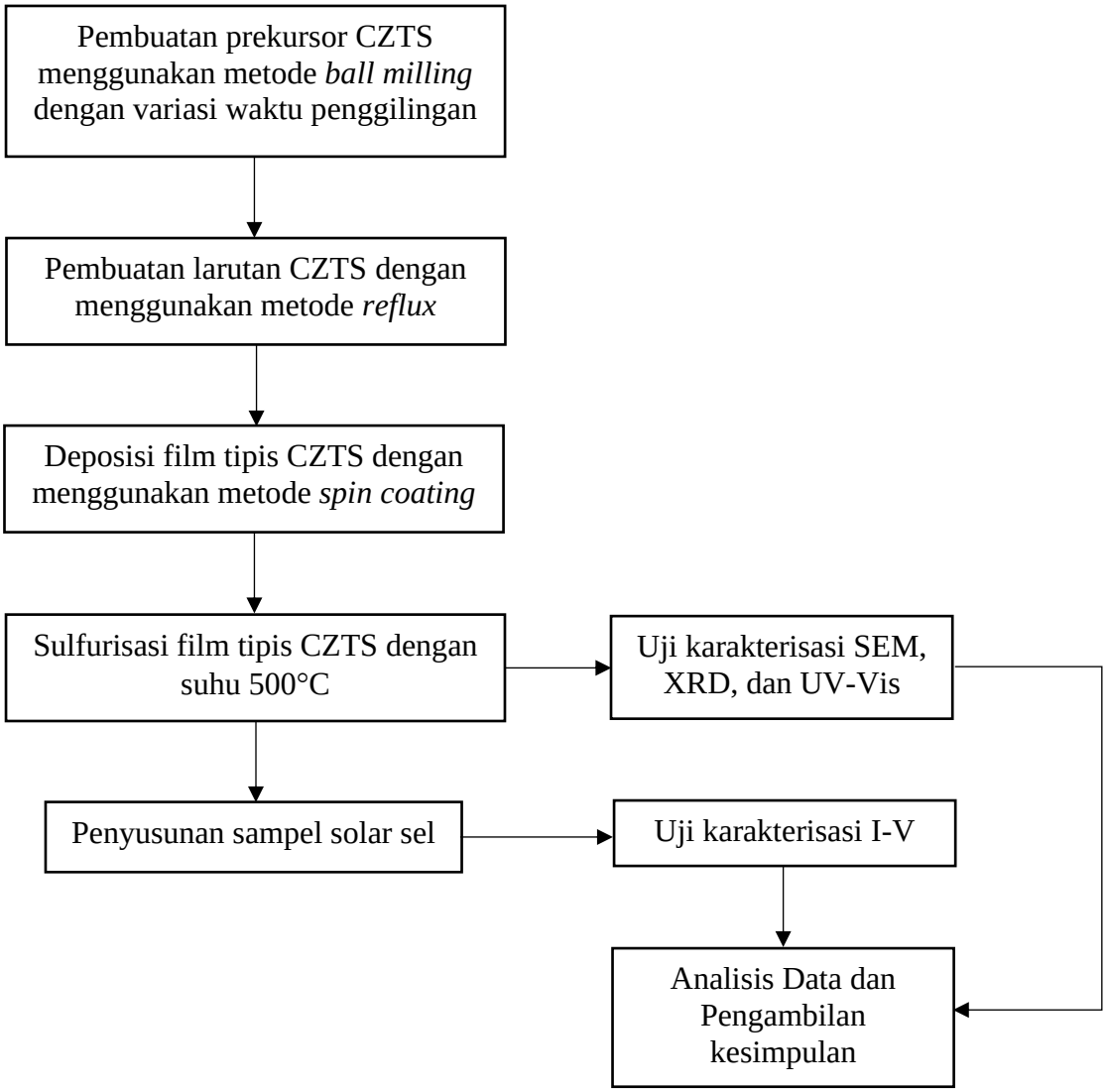
Waktu	:	Juni 2021 – September 2021
Tempat	:	Laboratorium Fisika Material, Universitas Pendidikan Indonesia

3.3 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menyiapkan empat buah sampel dengan parameter yang divariasikan adalah waktu penggilingan menggunakan ball milling. Berdasarkan variable bebas tersebut, variabel kontrol dari penelitian ini ada kecepatan dari ball milling, rasio bahan Cu/Zn+Sn yang digunakan, kaca ITO yang digunakan sebagai substrat, lapisan buffer yaitu TiO_2, elektrolit menggunakan *hole-transport material* (HTM), dan *counter electrode* menggunakan bahan RGO. Waktu penggilingan yang ditentukan adalah 0 jam, 2 jam, 4 jam, dan 6 jam dengan kecepatan penggilingan 364,425 rpm. Pada penelitian ini lapisan CZTS yang akan dibuat digunakan sebagai pengaplikasian dari lapisan absorbansi pada sel surya, susunan lapisan yang gunakan yaitu seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Langkah-langkah penelitian yang dilakukan ditunjukan pada Gambar 3.2.



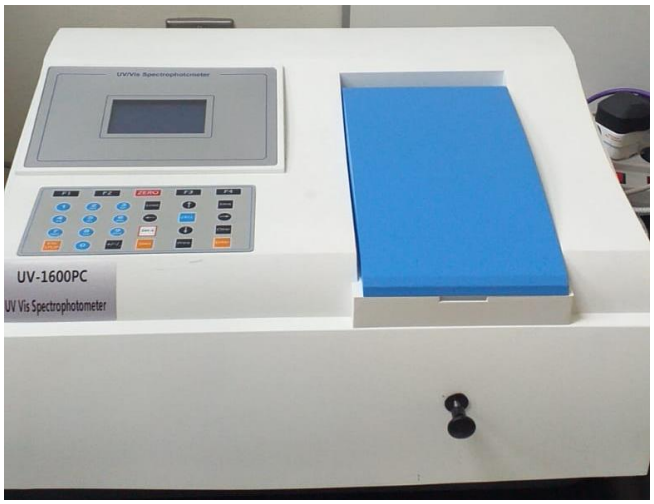
Gambar 3.1 Struktur susunan sel surya CZTS.



Gambar 3.2 Diagram Alir Penelitian.

3.4 Instrumen dan Material Penelitian

Pada pembuatan sampel sel surya CZTS ini digunakan beberapa instrument diantaranya adalah *UV-Vis Spectrophometry*, solar sel simulator dan neraca digital.



Gambar 3.3 Alat *UV-Vis Spectrophotometry*.

UV-Vis Spectrophometry yang ditunjukkan oleh Gambar 3.3. ini digunakan untuk mengetahui nilai absorbansi atau transmisi dari sampel yang telah dibuat. Data yang muncul dari alat ini berupa grafik absorbansi atau transmisi terhadap panjang gelombang. Sedangkan untuk solar sel simulator ini gunakan untu mengetahu sifat listrik dari sampel solar sel yang telah dibuat. Data yang dihasilkan dari solar sel simulator ini adalah V_{oc}, J_{sc}, *FF* dan nilai efisiensi. Neraca digital digunakan untuk menimbang material precursor CZTS.

Selanjutnya berikut adalah alat yang digunakan saat penelitian yang ditunjukkan oleh Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Alat penelitian.

Nama Alat	Fungsi
Ball Milling	Untuk sintesis material prekursor CZTS
Spatula	Untuk mengambil bahan serbuk
Batang Pengaduk	Untuk mengaduk bahan dalam larutan dan membantuk dalam menuangkan larutan saat akan dituangkan melaui corong
Corong	Untuk membantu memindahkan larutan pada wadah yang yang berlubang kecil
Oven	Untuk mengeringkan film CZTS setiap setelah dideposisi menggunakan spincoating
Furnace	Untuk melakukan sulfurisasi
Magnetic Stirrer	Untuk mengaduk dan melarutkan serbuk dan laruat agar menjadi larutan yang hommogen
Gelas Kimia	Sebagai wadah mencampurkan larutan
Botol Sampel	Sebagai tempat sampel larutan prekursor CZTS
Centrifuge	Untuk memisahkan larutan dan padatan
Spin Coater	Untuk deposisi film tipis CZTS
Vaccum	Sebagai alat bantu dalam penyaringan
Micrometer Pipet	Untuk meneteskan larutan prekursor CZTS pada kaca film
Kertas Wahatmann	Untuk membantu dalam penyaringan
Gelar Ukur	Untuk membantu dalam mengukur penggunakan larutan
Labu erlenmeyer	Sebagai wadah saat dilakukannya penyaringan
Pinset	Untuk membantu dalam pengambilan dan juga memasangkan film tipis pada spin coating
Wadah keramik	Untuk wadah saat dilakukannya sulfurisasi
Ultrasonic cleaner	Untuk membantu dalam membersihkan alat-alat yang akan digunakan
Four Point Probe	Untuk membantu dalam pengecekan konduktivitas kaca film

Tabel 3.2 menampilkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian. Bahan CZTS yang digunakan merupakan CZTS lokal ataua bahan murni dari atom Cu, Zn, Sn, dan S.

Tabel 3.2 Bahan-bahan penelitian.

Bahan	Fungsi
Cu (Cooper 99 %)	Bahan utama precursor CZTS
Zn (Zinc 99%)	Bahan utama precursor CZTS
Sn (Tin 99%)	Bahan utama precursor CZTS
Thiourea	Bahan utama precursor CZTS
S (Sulfur 99%)	Bahan yang digunakan saat sulfurisasi
2-methoksi ethanol	Pelarut yang digunakan untuk melaurtkan preskursor CZTS
TEA	Stabilizer pada precursor CZTS
MEA	Stabilizer pada precursor CZTS
Film tipis ITO	Sebagai substrat

3.5 Prosedur Penelitian

3. 5. 1 Sintesis CZTS Lokal dengan Metode Ball Milling

Pada tahap awal, dalam penentuan jumlah bahan Cu_2ZnSnS_4 yang digunakan dilakukan perhitungan berdasarkan nilai konsentrasi non-stoikiometri dengan jumlah material yang digunakan terdapat pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Jumlah bahan-bahan utama yang digunakan

Bahan	Jumlah (gram)
Cu	10,201
Zn	6,856
Sn	10
$SC(NH_2)_2$	0,147

sedangkan jumlah sulfur yang digunakan sebanyak 5 mg. Sampel Cu, Zn, dan Sn dilakukan sintesis dengan menggunakan ball miliing.

Gambar 3.4 Alat Ball Milling yang digunakan.

Variasi waktu penggilingan menggunakan ball milling yang ditentukan untuk sampel yang diteliti adalah selama 0 jam (tanpa dilakukannya penggilingan dengan ball milling, sebagai pembanding), 2 jam, 4 jam, dan 6 jam waktu penggilingan dengan ball milling. Alat ball milling yang digunakan seperti ditunjukkan pada Gambar 3.4. Kecepatan ball milling dibuat tetap 364,425 rpm dan berat bola besi yang digunakan 154,409 gram. Gambar 3.5 menunjukkan hasil sintesis CZTS menggunakan ball mill. Sampel hasil penggilingan dilarutkan dalam larutan 2-metoksiethanol, dengan menggunakan stabilizer TEA, dan MEA. Sampel dilarutkan dalam larutan dengan menggunakan metode reflux pada magnetic stirrer dengan kecepatan 300 rpm, selama 4 jam dengan suhu 150°C. Selanjutkan larutan yang sudah dilarutkan ditambahkan dengan material $SC(NH_2)_2$ dan dilarutkan kembali dengan menggunakan reflux dengan kecepatan 300 rpm, selama 2 jam dengan suhu 150°C.

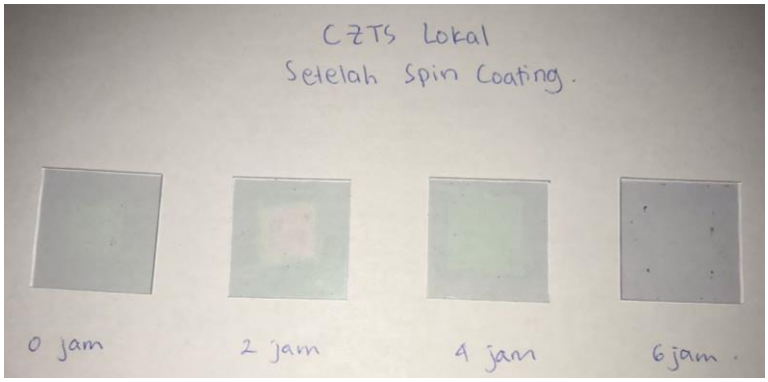
Gambar 3.5 Hasil sintesis CZTS lokal dengan menggunakan *ball mill*.

Larutan CZTS yang sudah terbentuk ini dilakukan filtrasi dengan metode sentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 4000 rpm. Larutan CZTS yang sudah terpisah antara cairan dan padatan kembali difiltrasi dengan menggunakan kertas whatmann dan dibantu dengan menggunakan vacuum. Larutan CZTS yang sudah terbentuk disimpan dalam botol sampel berwarna gelap seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.6 dan disimpan dalam ruangan tertutup denga suhu ruangan.

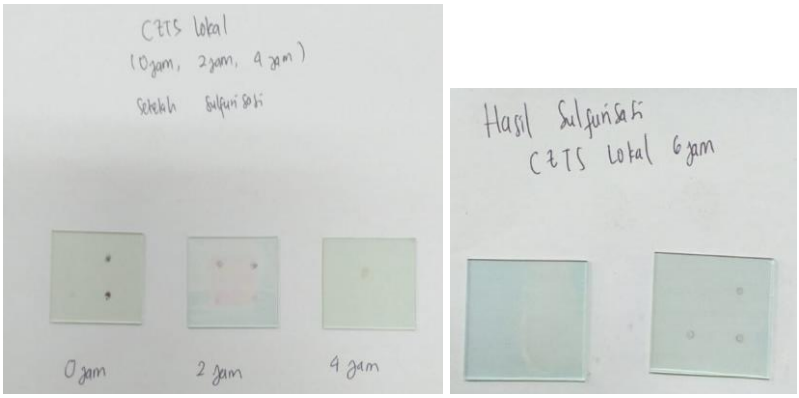
Gambar 3.6 Larutan sampel CZTS

3. 5. 2 Deposisi Film Tipis CZTS

Larutan CZTS yang sudah terbentuk, selanjutnya dilakukan deposisi dengan menggunakan metode spin coating. Larutan CZTS dideposisi pada film tipis ITO yang merupakan kaca transparan konduktif. Setiap sampel akan dideposisi dengan spin coating ini dilakukan dengan 2 kali kecepatan, kecepatan awal 1000 rpm selama 10 detik, dan keceaptan kedua 3000 rpm dengan 40 detik. Deposisi film tipis CZTS ini dilakukan hingga terbentuk 10 lapisan, setiap lapisan dilakukan pemanasan dengan menggunakan oven selama 3-5 menit dengan suhu 150°C. Gambar 3.7 menunjukkan hasil film tipis setekah dilakukan deposisi. Sampel selanjutnya dilakukan sulfurisasi menggunakan furnace dengan suhu 500°C selama 4 jam dengan material sulfur yang diguanakan sebanyak 5mg. Hasil sulfurisasi ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Film tipis CZTS sebelum dilakukan sulfurisasi.



Gambar 3.8 Film tipis CZTS setelah dilakukan sulfurisasi.

3. 5. 3 Penyusunan Sel Surya

Sel surya tersusun atas Film tipis ITO, CZTS, TiO_2, elektrolit (HTM), RGO (counter electrode), dan film tipis ITO. TiO_2 merupakan lapisan penyangga yang digunakan pada sampel solar sel. Bahan yang digunakan dalam pembuatan pasta TiO_2 adalah 5g bubuk TiO_2, 1.5g *polyethylene glycol*, 5 teteh triton x-100, 15 ml aquades, 250 μl HCl 0.1 molar, dan 15 ml metanol. Selanjutnya bahan akan dicampurkan dengan menggunakan *magnetic stitter* selama 5 jam, atau sampe berbentuk pasta.

Elektrolit yang digunakan adalah *hole-transport materials* (HTMs). Bahan yang digunakan adalah 50 mil acetonitrile, 10g litium iodide, 100g iodide, 5g 1-butyl-3-methylimidazolium iodide, 5g 1-methyl-3-propylimidazolium iodide, 25g 4 tert-butylpyridine, dan 5g PEO. Bahan tersebut dicampurkan dan diaduk menggunakan *magneti stirrer* sampai bahan menjadi gel.

Selanjutnya *counter electrode* yang digunakan adalah RGO. Bahan RGO sebanyak 0.03g dilarutkan dalam 10 ml aquades, dan dilakukan proses sonifikasi pada *Ultrasonic Cleaner* untuk mendispersi larutan tersebut selama 2 jam. Cairan RGO yang sudah terbentuk selanjutnya dideposisikan pada kaca ITO menggunakan *spin coating* dengan diteteskan sebanyak 250µl. Substrat dipanaskan menggunakan oven pada suhu 80°C hingga larutan terevaporasi. Dilakukan hingga terbentuk 2 lapisan RGO pada substrat.

Sampel sel surya disusun dengan menggunakan teknik *sandwich*. Sampel yang sudah tersusun tersebut, dilakukan pemanasan dengan tujuan untuk merekatkan setiap lapisannya dengan suhu 80°C selama 10 menit.

3.6 Karakterisasi Sampel

3. 6. 1 Karakterisasi Struktur Kristal

Karakterisasi struktur kristal dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Karakterisasi ini dilakukan dengan tujuan untuk melihat gambaran fase-fase kristal yang terbentuk pada film tipis CZTS seabagai lapisan absorber pada sel surya. Karakterisasi dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung.

3. 6. 2 Karakterisasi Struktur Mikro

Karakterisasi struktur mikro dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi struktur mikro ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui struktur mikro yang ada pada film tipis CZTS sebagai lapisan absorbansi pada sel surya.

3. 6. 3 Karakterisasi Sifat Optik

Penentuan sifat optic dari sampel film tipis CZTS ini dilakukan karakteristik dengan menggunakan *Spectrofotometer* UV-Vis UV-1600PC seperti yang ditunjukkan Gambar 3.9. Karakterisasi ini dilakukan dengan tujuan untuk mengatahui nilai absorbansi yang dihasilkan dari film tipis CZTS sebagai lapisan absorber ini. Berdasarkan karakterisasi ini selain nilai absorbansi, dapat diketahui pula sifat optik lainnya yaitu Energi Gap. Karakterisasi dilakukan di Laboratorium

Fisika Material Departemen Pendidikan Fisika dan Laboratorium Fisika Departemen IPSE, Universitas Pendidikan Indonesia.

Gambar 3.9 UV-Vis Spectrofotometrer.

3. 6. 4 Karakterisasi Sifat Listrik

Karakterisasi sifat listrik dilakukan dengan menggunakan solar sel simulator. Tujuan dilakukannya karakterisasi ini untuk mengetahui nilai dari densitas arus (J_{sc}), tegangan sirkuit (V_{oc}), fill factor (*FF*), dan efisiensi dari sampel sel surya dengan lapisan absorbansi berbahan CZTS. Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material Departemen Pendidikan Fisika dan Laboratorium Fisika Departemen IPSE, Universitas Pendidikan Indonesia.

3.7 Analisis Data

Analisis data dilakukan setelah dilakuaknnya fabrikasi sampel dan karakterisasi sampel. Analisis data dilakukan agar mendapatkan kesimpulan yang sesuai dengan tujuan dari penelitian yang dilakukan.

3. 7. 1 Analisis Data Struktur Kristal

Hasil pengujian dari karakterisasi dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk menentukan ukuran kristalit dari kristal dan juga fase-fase yang muncul pada lapisan absorber CZTS dengan sisntesis menggunakan ball milling. Pengolahan data yang didapatkan dapat dilakukan dengan menggunakan software *MATCH!*. Fase kristal ditentukan dengan menginput data hasil karakterisasi menggunakan XRD sehingga didapatkan data *peak* dan FWHM yang

selanjutnya akan dilakukan pengolahan data menggunakan persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada persamaan (3.1).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta cos\theta}$$

K merupakan konstanta tak berdimensi dengan nilai 0.9, λ merupakan panjang gelombang yang digunakan yaitu sebesar 0.154 nm, β merupakan nilai FWHM dan *D* merupakan ukuran grain rata-rata yang terbentuk pada sampel.

3. 7. 2 Analisis Data Struktur Mikro

Hasil pengujian karakterisasi dengan menggunakan Scanning Elelctron Microscope (SEM) digunakan untuk melihat bagaimana struktur mikro dari permukaan sampel film tipis CZTS dan ketebalan dari sampel tersebut. Berdasarkan hasil tersebut dapat analisis homogenitas ukuran partikel dari setiap sampelnya. Ukuran partikel ini dapat diukur dengan menggunakan *software ImageJ*. Gambar hasil karakterisasi dengan menggunakan SEM dapat diiunput pada *software ImageJ* dengan skala untuk setiap sampel yang digunakan sama dan menentukkan satuan ukuran yang dibutuhkan. Selanjutnya dapat dilakukan penarikan garis pada bagian yang ingin diketahui ukurannya, sampai dapat diketahui ukuran partikel yang homogen.

3. 7. 3 Analisis Data Sifat Optik

Berdasarkan karakterisasi yang dilakukan dengan menggunakan UV-Vis Spectrofotometry didapatkan hasil berupa grafik absorbansi terhadap panjang gelombang. Data absorbansi tersebut digunakan untuk mengetahui nilai Energi gap (Eg) dan Light harvest Effiency (LHE). Nilai LHE dapat diketahui dengan menggunakan persamaan (3.2).

$$LHE\ (\%) = 1 - 10^{-\alpha} \times 100\% \qquad (3.2)$$

Perhitungan LHE ini dilakukan dengan tujuan agar mengetahui pengaruh absorbansi terhadap panjang gelombang, persen dari cahaya yang diserap yang menyinari absorber (Prima dkk., 2018). Nilai α pada persamaan 3.1 merupakan koefisien absorbansi. Nilai energi gap dapat ditentukan dengan menggunakan

metode Tauc's Plot dengan menggunakan persamaan (3.3) yang ditujukan sebagai berikut.

$$(\alpha hv)^{1/r} = K(hv - Eg) \tag{3.3}$$

dimana α merupakan koefisien absorbansi, h merupakan tetapan *plank*, υ merupakan frekuensi, *K* merupakan kecepatan cahaya, dan *Eg* merupakan energi gap. Nilai $r = 1/2$ untuk *allowed direct transition* dan $r = 3/2$ untuk *forbidden direct transition*, dimana nilai r ini merupakan eksponen yang bergantung pada transisi.

3. 7. 4 Analisis Data Sifat Listrik

Hasil karakterisasi dengan menggunakan I-V meter ini berupa arus dan tegangan pada divais. Berdasarkan plot grafik yang terbentuk maka akan mengetahui nilai J_{sc} dan V_{oc}. Nilai efisiensi dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan (3.4)

$$\eta = \frac{FF\ V_{oc} I_{sc}}{P_{in}} \times 100\% \tag{3.4}$$

Nilai efisiensi ini (η) dianalisi sebagai nilai performasi dari sampel sel surya.
Nilai fill factor (*FF*) dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan (3.5).

$$FF = \frac{V_m I_m}{V_{oc} I_{sc}} \tag{3.5}$$

Nilai J_{sc} dilihat dari besar densitas arus ketika tegangan nol, V_{oc} dilihat dari besar tegangan saat arus mendekati nol dan V_m, I_m merupakan tegangan dan arus yang memberikan titik operasi maksimum. P_{in} merupakan daya masuk dari cahaya.