

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dimulai pada bulan Agustus 2022, di Laboratorium IPA-1 (Lab Basah), Gedung FPMIPA B, Universitas Pendidikan Indonesia. Beralamat di Jl. Setiabudhi No. 229 Bandung 40154, Jawa Barat, Indonesia.

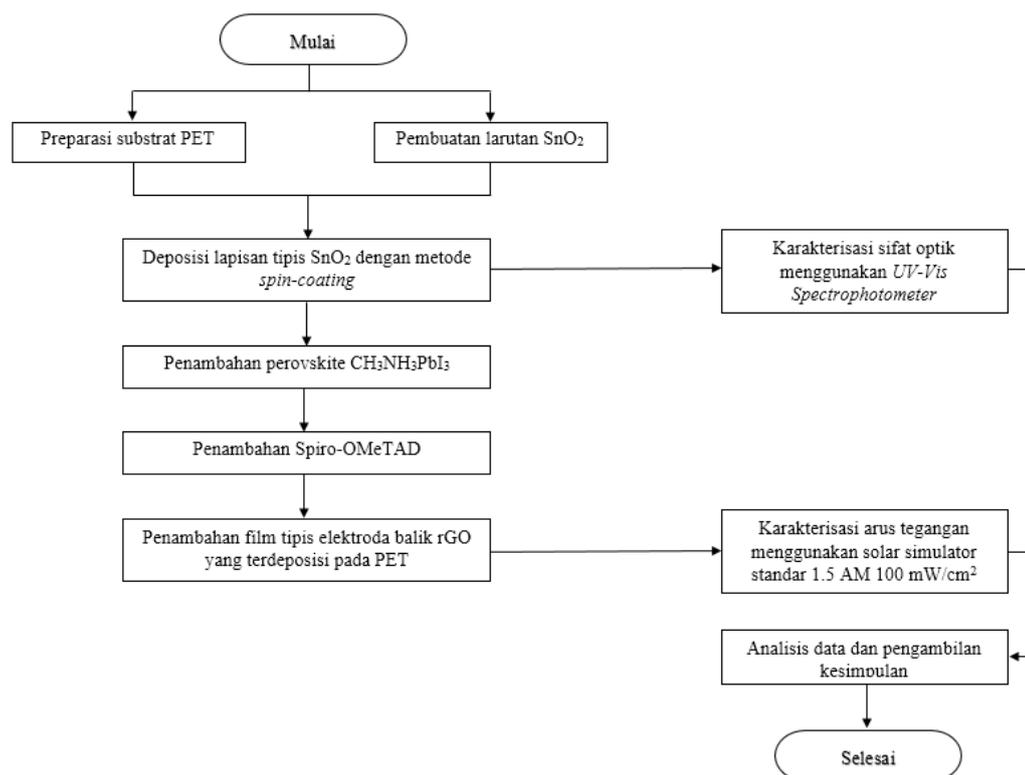
3.2 Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah eksperimental untuk mencapai tujuan dari penelitian yang dilakukan. Tujuan dari penelitian ini tentunya untuk mengetahui pengaruh suatu variabel dengan variabel yang lain. Beberapa variabel dalam penelitian ini dijelaskan pada tabel 3.1.

Tabel 3.1
Variabel penelitian

Variabel bebas	Variabel kontrol	Variabel terikat
Laju putaran <i>spin-coating</i> pada lapisan SnO ₂ : - 2000 rpm 30 s - 3000 rpm 30 s - 4000 rpm 30 s - 5000 rpm 30 s	- Ukuran substrat (2,5cm x 2,5 cm)	
	- Jenis Substrat (PET)	
	- 8 µl Perovskit CH ₃ NH ₃ PbI ₃	- Sifat optik
	- 8 µl Spiro-omeTAD (HTL)	- Efisiensi
	- Metode deposisi dengan <i>spin-coating</i>	
	- Elektroda rGO	

Tahapan eksperimen yang dilakukan pada penelitian ini yaitu dimulai dari preparasi substrat, sintesis bahan, fabrikasi dan karakterisasi. Lebih jelasnya untuk langkah-langkah eksperimen pada penelitian ini, ditunjukkan oleh diagram alir pada Gambar 3.1.



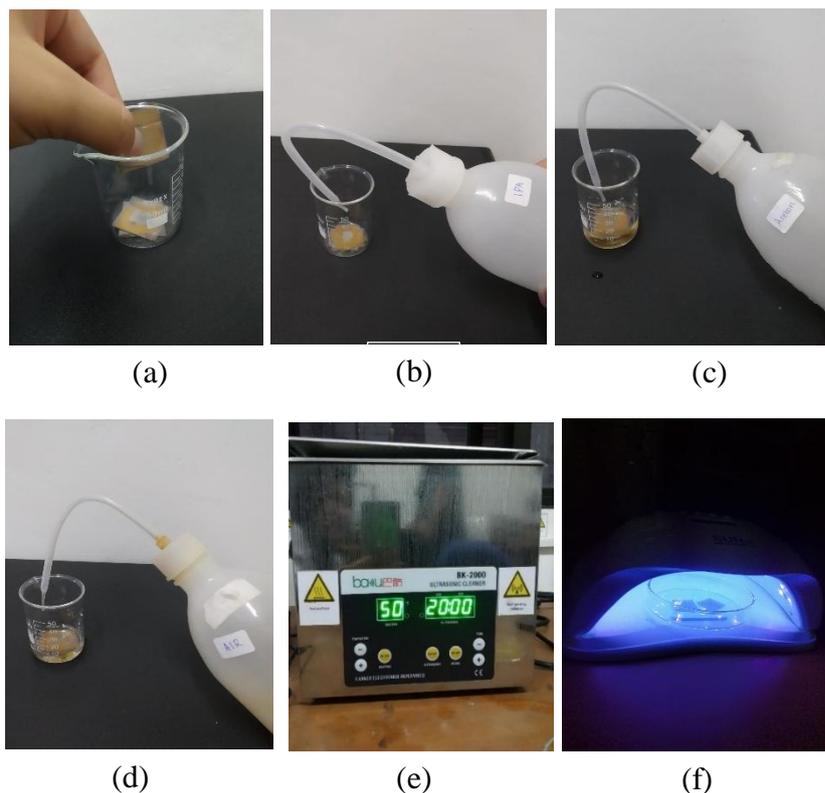
Gambar 3.1 Diagram alir langkah-langkah penelitian

3.3 Prosedur Penelitian

Tahapan eksperimen untuk penelitian ini secara singkat telah dijelaskan oleh diagram alir pada Gambar 3.1, dimulai dengan mempersiapkan dan membersihkan substrat PET, lalu pembuatan beberapa larutan yang diperlukan seperti larutan SnO_2 sebagai fotoelektroda, larutan perovskit $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$, larutan spiro-OMeTAD, deposisi SnO_2 , fabrikasi sel surya perovskit dan karakterisasi. Sedangkan penjelasannya sebagai berikut :

3.3.1 Preparasi Substrat PET

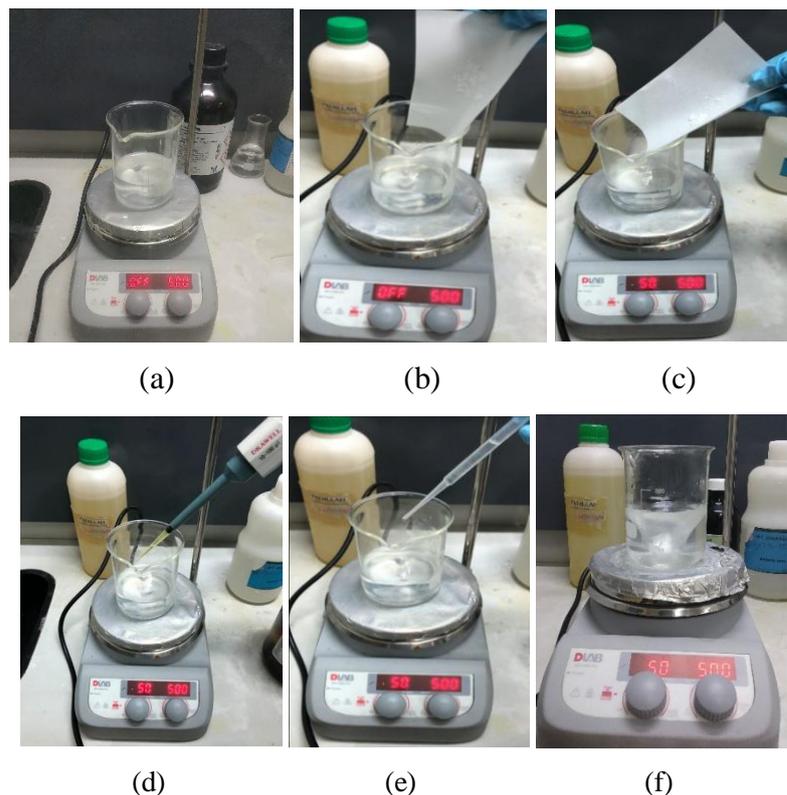
Dalam eksperimen ini, menggunakan jenis substrat plastik Polyethylene Terephthalate (PET) yang berukuran $2,5 \times 2,5$ cm. Proses pembersihan substrat plastik PET ditunjukkan oleh Gambar 3.2 yang dimulai dengan membersihkan substrat dengan menggunakan 5 ml air, 5 ml isopropil alkohol (IPA) serta 5 ml aseton. Pembersihan substrat dilakukan secara ultrasonik dengan suhu 50°C selama 20 menit. Kemudian keringkan/diamkan selama 10 menit. Setelah itu, semua substrat disinari menggunakan UV-Led selama 15 menit.



Gambar 3.2 Proses pembersihan substrat PET, (a) Menyiapkan substrat yang akan dibersihkan, (b) Memasukan 5 ml IPA, (b) Memasukan 5 ml aseton, (d) Memasukan 5 ml air, (e) Pembersihan secara ultrasonik, (f) Penyinaran menggunakan UV-Led.

3.3.2 Preparasi Larutan SnO_2

Pembuatan larutan SnO_2 menggunakan beberapa material yaitu thiourea, *distilled water*, tin chloride dihidrat ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), acetic acid, dan hidrochloride acid (HCl). Tahapan pembuatannya ditunjukkan oleh Gambar 3.3, dimulai dengan menyiapkan 100 ml *distilled water* pada gelas ukur, lalu melarutkan 1,25 gr thiourea ke dalam 100 ml *distilled water* dan di aduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 0°C dan laju putaran sebesar 5000 rpm selama 5 menit. Kemudian teteskan 2,5 μl acetic acid (98%), 1,25 ml HCl (36,4%), dan larutkan 0,275 gr tin chloride dihidrat ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ke dalam larutan dengan menggunakan mikropipet untuk satuan mikro dan menggunakan pipet untuk satuan mililiter, dan diaduk kembali selama 5 menit.



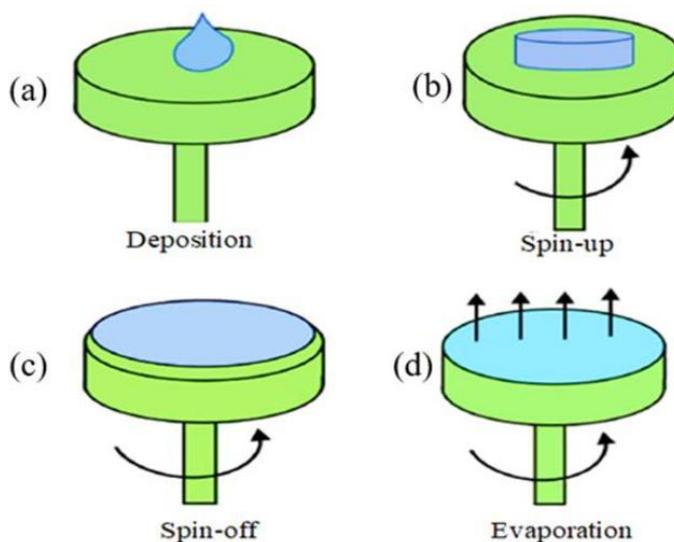
Gambar 3.3 Proses pembuatan larutan SnO_2 , (a) Menyiapkan 100 ml *distilled water*, (b) Melarutkan 1,25 gr thiourea, (c) Melarutkan 0,275 gr tin chloride dihidrat ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), (d) Meneteskan 2,5 μl acetic acid (98%), (e) Meneteskan 1,25 ml HCl (36,4%), (f) Diaduk dengan *magnetic stirrer*.

3.3.3 Pembuatan Film Tipis PET/ SnO_2

Pembuatan film tipis SnO_2 menggunakan substrat plastik PET yang berukuran 2,5×2,5 cm dan sudah dibersihkan. Luas penampang yang digunakan untuk film tipis SnO_2 yaitu ukuran 1×1 cm, dan untuk mempermudah dalam menyiapkan substrat PET dengan ukuran luas penampang tersebut yaitu menggunakan selotip tahan panas di setiap sisi substrat. Sebelum larutan SnO_2 ditetaskan di atas substrat, lebih baik diaduk terlebih dahulu dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 20 menit dengan suhu 60°C dan laju 500 rpm. Teteskan larutan SnO_2 sebanyak 15 μl di atas substrat dengan menggunakan mikropipet seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.5. Metode deposisi yang digunakan adalah metode *spin-coating* dengan dua langkah, dimana untuk laju *spin-coating* divariasikan. *Spin-coating* merupakan teknik utama yang sering digunakan untuk menghasilkan film tipis yang seragam dari bahan organik fotosensitif dengan

ketebalan orde mikrometer dan nanometer (Sahu dkk., 2009). Proses pembentukan film terutama didorong oleh dua parameter independen yaitu viskositas dan laju putaran.

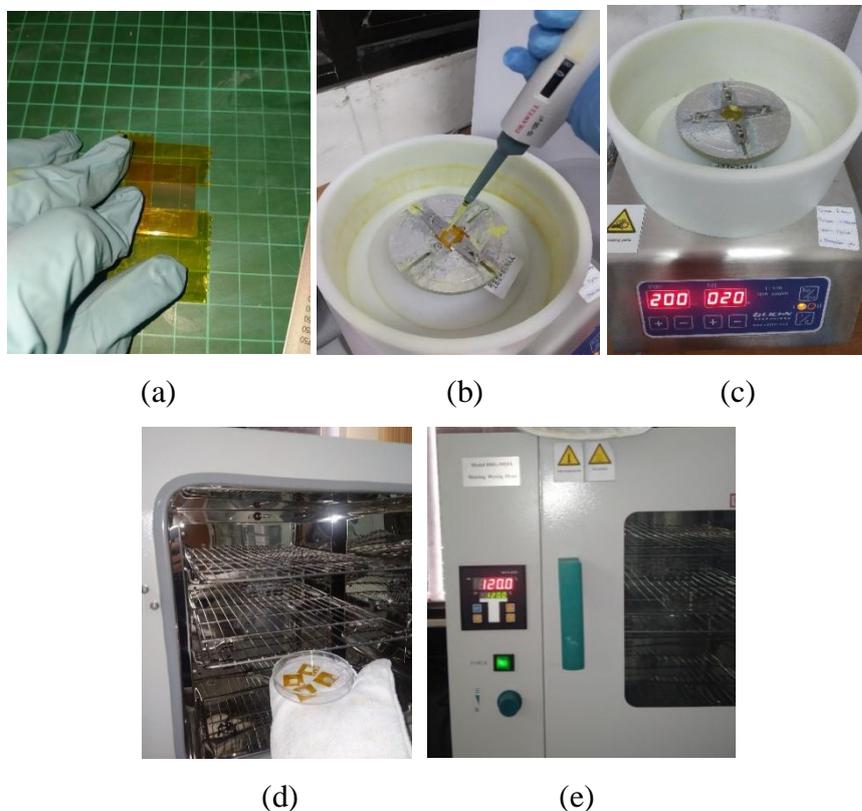
Larutan SnO₂ diteteskan diatas substrat yang diletakan pada *spin-coater*, lalu laju dan waktu *spin-coater* dapat ditentukan. Variasi laju *spin-coating* untuk sampel pertama yaitu 2000 rpm selama 30 detik, sampel kedua yaitu 3000 rpm selama 30 detik, selanjutnya untuk sampel ketiga yaitu 4000 rpm selama 30 detik, dan sampel keempat yaitu 5000 selama 30 detik. *Spin-coater* akan berputar dengan laju yang sudah disesuaikan untuk menyebarkan larutan dengan gaya sentrifugal dan menciptakan lapisan tipis yang basah (Mouele dkk., 2020). Gaya sentrifugal mendorong radial larutan keluar, sedangkan gaya viskositas dan tegangan dari permukaan *spin-coater* menyebabkan sisa dari film tipis tertahan pada substrat dan film menipis dengan kombinasi aliran fluida keluar dan penguapan (Lawrence & Zhou, 1991). Gambar 3.4 menunjukkan proses deposisi larutan dengan menggunakan metode *spin-coating*.



Gambar 3.4 Proses deposisi *spin-coating*

Metode *spin-coating* menghasilkan lapisan yang lebih homogen dibandingkan dengan metode deposisi *doctor blade* (Pataya dkk., 2016). Keuntungan utama *spin-coating* adalah mudah untuk menentukan komposisi unsur-unsur kimia dan mengontrol ketebalan lapisan film tipis yang mengendap (Chen dkk., 2019). Sedangkan kerugian dari metode *spin-coating* adalah kurangnya efisiensi material dimana proses pelapisan putaran kurang lebih hanya

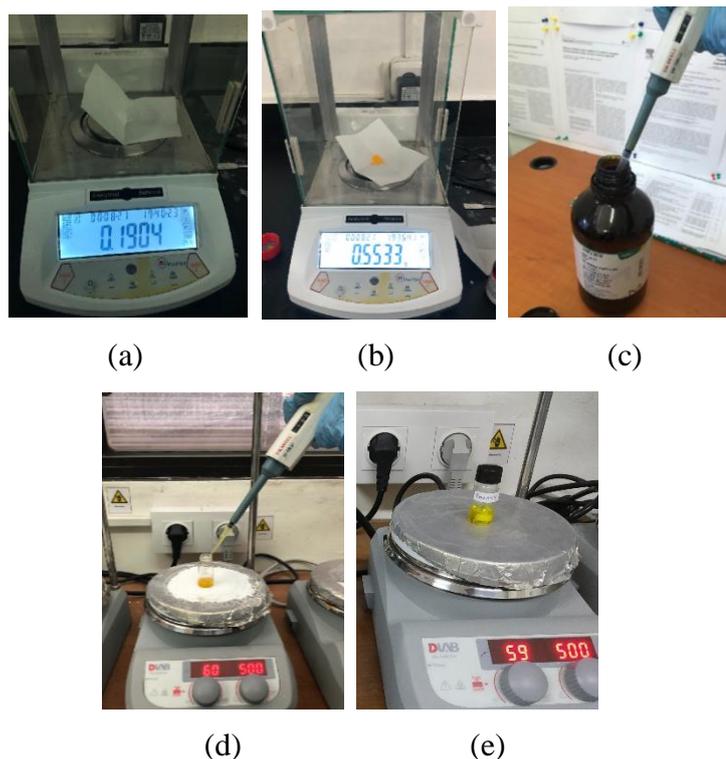
menggunakan 2-5% bahan yang disalurkan ke substrat, sedangkan 95-98% sisanya terbuang ke *spin-coater* dan dibuang. Setelah semua sampel selesai, dilakukan tahap *sintering* menggunakan oven, dengan suhu 120°C selama 60 menit.



Gambar 3.5 Proses pembuatan film tipis SnO_2 , (a) Solatiff substrat yang akan digunakan, (b) Meneteskan 15 μl larutan SnO_2 , (c) *Spin-coating* sampel, (d) Memasukan sampel ke oven, (e) *sintering* dengan suhu 120°C selama 60 menit.

3.3.4 Preparasi Larutan Perovskit

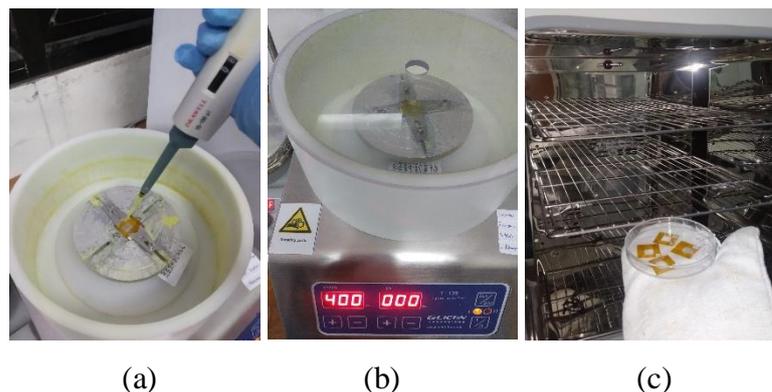
Larutan perovskit dibuat dengan beberapa material yaitu Methilamonium Iodide (MAI), Lead (II) Iodide (PbI_2), Dimetil Formamide (DMF), dan Dimetil Sulfoksida (DMSO). Tahapan pembuatannya dimulai dengan menyiapkan 190,9 mg Methilamonium Iodide (MAI), 553,2 mg Lead (II) Iodide (PbI_2), 100 μl Dimetil Formamide (DMF), dan 900 μl Dimetil Sulfoksida (DMSO) yang dimasukkan ke botol sample ukuran 3 ml seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.6. Lalu simpan di atas *hotplate* dengan suhu 60°C dan aduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam dengan laju 500 rpm.



Gambar 3.6 Proses preparasi larutan perovskit, (a) Menimbang 190,9 mg Methilamonium Iodide (MAI), (b) Menimbang 553,2 mg Lead (II) Iodide (PbI_2), (c) Mengambil 900 μl DMSO, (d) Memasukan 100 μl DMF, (e) Mengaduk dengan *magnetic stirrer*

3.3.5 Pembuatan film tipis PET/ SnO_2 /Perovskit

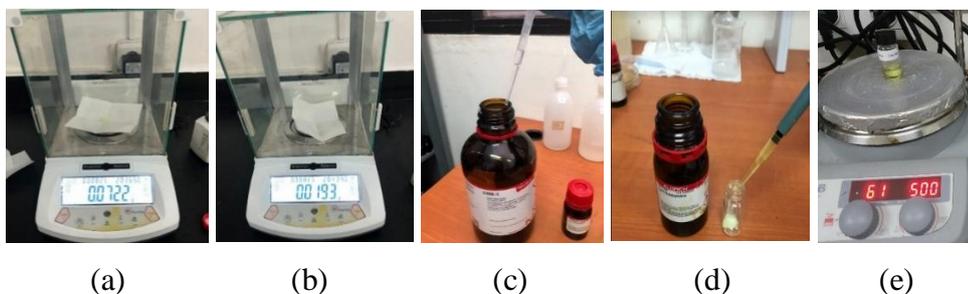
Larutan perovskite $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ yang telah dibuat, diteteskan ke substrat yang sudah dilapisi larutan SnO_2 (PET/ SnO_2) seperti pada Gambar 3.7. Setelah itu lakukan deposisi dengan metode *spin-coating* dua langkah, dimana untuk *spin-coating* pertama yaitu 5 detik dengan laju putaran 1000 rpm, dan untuk *spin-coating* kedua yaitu 30 detik dengan laju putaran 4000 rpm. Diamkan film tipis PET/ SnO_2 /perovskite sampai mengering lalu lakukan proses sintering dengan menggunakan oven dengan suhu 100 °C selama 10 menit, setelah itu diamkan.



Gambar 3.7 Proses pembuatan film tipis perovskit, (a) Meneteskan larutan $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ diatas PET/ SnO_2 , (b) Spin-coating sampel, (c) Sintering sample menggunakan oven.

3.3.6 Preparasi larutan Spiro-OMeTAD

Langkah awal dalam pembuatan larutan spiro-OMeTAD adalah menimbang bahan-bahan yang diperlukan dengan menggunakan spatula dan neraca digital dimana untuk bahannya terdiri dari 72 mg Spiro-OMeTAD dan 18,2 mg LiTFSI. Setelah itu masukan ke dalam botol sample berukuran 3 ml dan masukan 28,8 μl TBP dan 1 ml chlorobenzene seperti pada Gambar 3.8. Kemudia simpan diatas *hotplate* dengan suhu 60°C dan aduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam dengan laju 500 rpm.



Gambar 3.8 Preparasi larutan Spiro-OMeTAD, (a) Menimbang bahan Spiro-OMeTAD, (b) Menimbang bahan LiTFSI, (c) Mengambil 1 ml chlorobenzene, (d) Memasukan 28,8 μl TBP, (e) Mengaduk menggunakan *magnetic stirrer*.

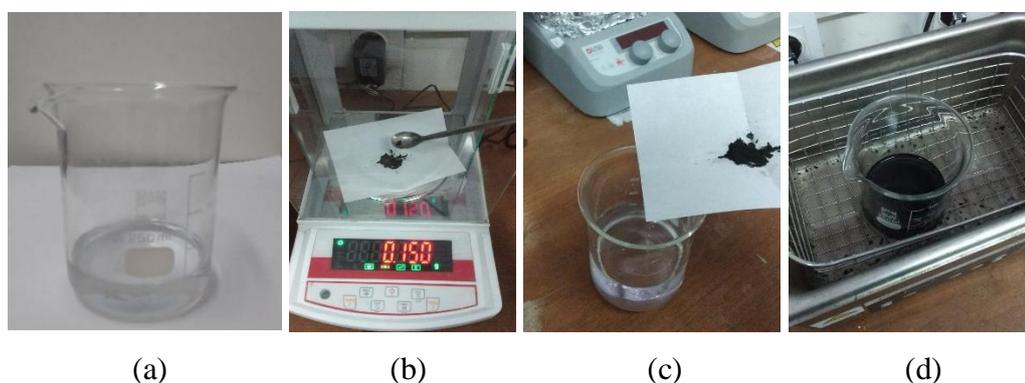
3.3.7 Pembuatan film tipis PET/ SnO_2 /Perovskit/spiro-OMeTAD

Larutan spiro-OMeTAD yang telah dibuat, diteteskan ke film tipis PET/ SnO_2 /Perovskit. Setelah itu lakukan deposisi dengan metode *spin-coating* selama 30 s dengan laju 3000 rpm. Diamkan film tipis PET/ SnO_2 /Perovskit/spiro-

OMeTAD sampai mengering lalu lakukan proses sintering dengan menggunakan oven selama 20 menit dengan suhu 100 °C, setelah itu diamkan.

3.3.8 Preparasi larutan rGO (reduced Graphene Oxide)

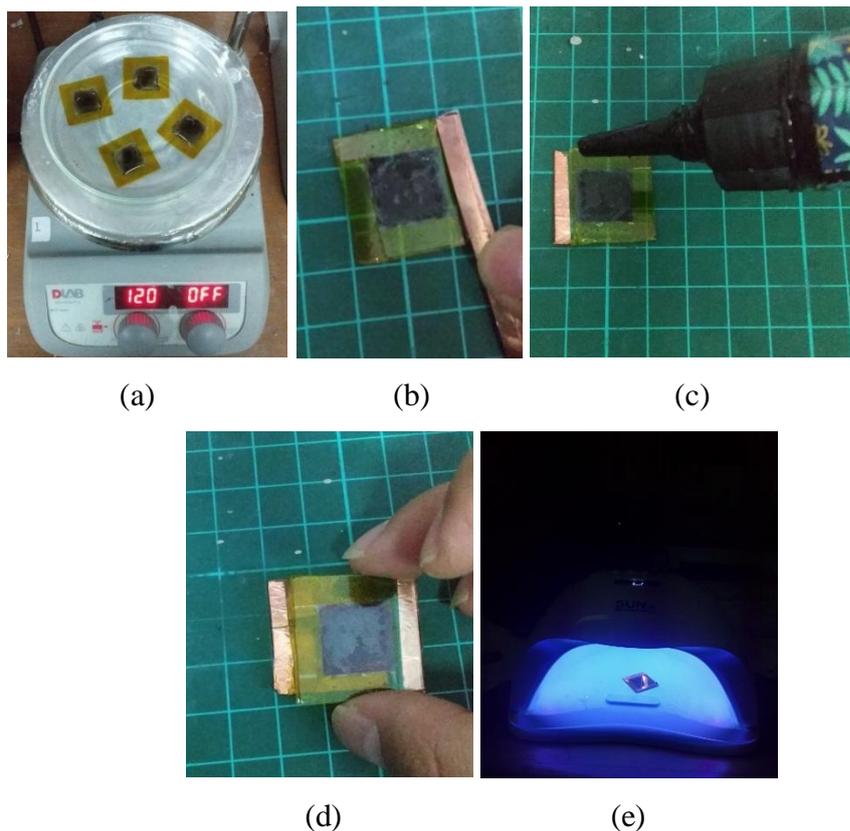
Material yang digunakan dalam pembuatan larutan rGO adalah powder rGO dan air deionisasi. Langkah pembuatannya hanya dengan mencampurkan 150 mg powder rGO dalam 50 mL air deionisasi, lalu letakan dalam *ultrasonic washer* selama 2 jam sehingga semua powder rGO terdispersi dalam air seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.9.



Gambar 3.9 Preparasi larutan Rgo, (a) Menyiapkan 50 mL air deionisasi, (b) Menimbang powder Rgo, (c) Mencampurkan 150 mg powder rGO dalam 50 mL air deionisasi, (d) Meletakkannya dalam *ultrasonic washer* selama 2 jam.

3.3.9 Pembuatan film tipis PET/SnO₂/Perovskit/spiro-OMeTAD/rGO/PET

Tahapan terakhir dalam pembuatan sel surya perovskit fleksibel ini adalah membuat film tipis rGO dengan melapisi rGO pada substrat PET baru. Teteskan 15 μ l rGO pada luas penampang PET 2,5×2,5 cm, lalu ratakan. Setelah itu panaskan sampai mengering dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 120°C. Teteskan kembali 15 μ l rGO dan keringkan. Kemudian tempelkan tembaga pada sisi substrat film tipis PET/SnO₂/Perovskit/spiro-OMeTAD yang kosong dan juga sisi substrat film tipis rGO yang sudah kering. Setelah itu, tempelkan film tipis PET/rGO tepat pada luas penampang film tipis PET/SnO₂/Perovskit/spiro-OMeTAD menggunakan resin. Sinari film tipis PET/SnO₂/Perovskit/spiro-OMeTAD/rGO/PET dengan menggunakan UV-Led selama 60 s seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.10. Hal itu dilakukan agar memudahkan proses karakterisasi.



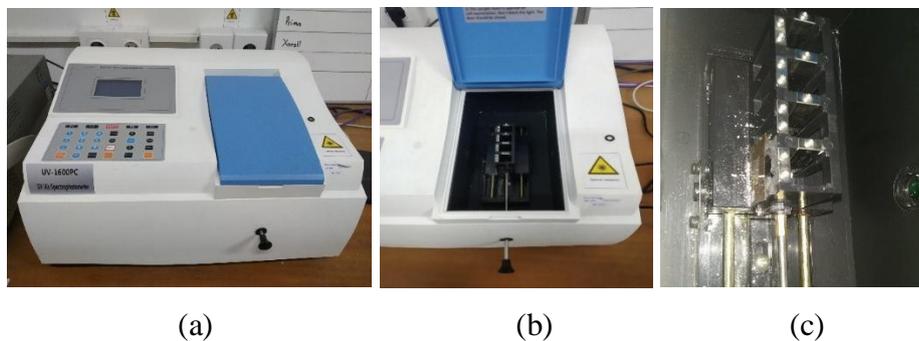
Gambar 3.10 Proses pembuatan sel surya perovskit fleksibel, (a) Memanaskan rGO yang sudah ditetesi pada substrat PET menggunakan hotplate, (b) Menempelkan tembaga pada sisi substrat rGO, (c) Memberikan resin pada sisi substrat yang dilapisi selotip, (d) Menempelkan film tipis rGO tepat pada luas penampang film tipis PET/SnO₂/Perovskit/spiro-OMeTAD, (e) Melakukan penyinaran UV-Led selama 60 s.

3.4 Karakterisasi

3.4.1 Karakterisasi sifat optik lapisan SnO₂

Alat yang digunakan untuk karakterisasi sifat optik pada lapisan SnO₂ adalah UV-1600PC *UV-Vis Spectroscopy* yang ditunjukkan pada Gambar 3.10. *UV-Vis Spectroscopy* merupakan alat yang berfungsi untuk mengukur nilai absorbansi dan transmitansi pada suatu sampel serta mengetahui nilai puncak serapan gelombang UV-Vis. Karakterisasi UV-Vis dilakukan untuk mengetahui sifat optik dari ETL SnO₂ dan mengetahui nilai energi celah pitanya dengan panjang gelombang 189 nm hingga 1100 nm.

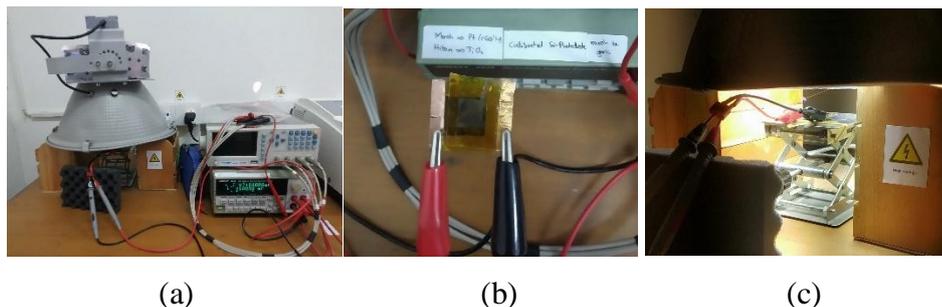
Cara yang dilakukan dalam karakterisasi sifat optik lapisan SnO_2 adalah dengan meletakkan film tipis SnO_2 pada tempat yang sudah disediakan didalam *UV-Vis Spectroscopy* seperti yang terlihat pada Gambar 3.11 (c) dan atur penyimpanannya supaya sinar ultraviolet yang datang tepat mengarah pada film tipis SnO_2 . Untuk memperoleh data, *UV-Vis Spectroscopy* dihubungkan dengan laptop yang sudah tersedia *software UV-Vis Analyst*. Data yang diperoleh yaitu berupa grafik panjang gelombang terhadap absorbansi dan grafik panjang gelombang terhadap transmitansi, dimana hasil ini digunakan untuk menentukan *bandgap* SnO_2 yang diolah dengan menggunakan metode *Tauc Plot*.



Gambar 3.11 Alat uji UV-Vis (UV-Vis spektrofotometer), (a) Tampak luar, (b) Tampak dalam, (c) Tempat untuk menyimpan sampel yang akan diuji.

3.4.2 Karakterisasi J-V sel surya perovskit

Alat yang digunakan untuk karakterisasi J-V sel surya perovskit adalah ADCMT 6242 *DC Voltage Current Source/Monitor* yang ditunjukkan pada Gambar 12, digunakan untuk mengetahui sifat listrik dan kinerja yang dihasilkan oleh dari sel surya dengan menghasilkan nilai *fill factor (FF)*, *densitas arus short-circuit (I_{sc})*, *tegangan open-voltage (V_{oc})*, dan *efisiensi (η)*. Cara yang dilakukan dalam karakterisasi J-V yaitu dengan meletakkan sel surya di bawah *simulator solar AM 1,5 filter 100 mW/cm²* yang terhubung pada *DC Voltage Current Source/Monitor* dan laptop. Data yang diperoleh akan langsung masuk ke laptop yang terhubung dan dengan menggunakan *microsoft excel* akan menghasilkan nilai *FF*, *J_{sc}* , *V_{oc}* dan efisiensi.



Gambar 3.12 Alat uji J-V (ADCMT 6242 DC Voltage Current Source/Monitor),
 (a) Tampak luar, (b) Kabel penghubung katoda dan anoda, (c) Tempat untuk menyimpan sampel yang akan diuji.

3.5 Analisis Data

Data yang dihasilkan dari penelitian dan karakterisasi dianalisis untuk memperoleh kesimpulan yang sesuai dengan tujuan penelitian. Analisis data yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

3.5.1 Analisis Pengaruh Laju Putaran Terhadap Sifat Optik

Lapisan film tipis SnO_2 yang transparan memiliki sifat optik yang baik dalam peningkatan kinerja sel surya perovskit, sehingga diperlukan untuk mengetahui sifat optik dari setiap sampel lapisan SnO_2 . Sifat optik ditentukan dengan data absorbansi, transmitansi, *bandgap* dan nilai panjang gelombang dari sampel penelitian dengan menggunakan *UV-Vis Spectrophotometer*. Data ini diolah dengan menggunakan *software UV-Vis Analyst* sehingga memperoleh grafik panjang gelombang terhadap absorbansi serta grafik panjang gelombang terhadap transmitansi, dimana hasil ini digunakan untuk menentukan nilai *bandgap* SnO_2 dengan menggunakan metode *Tauc Plot*.

Spektrum absorbansi menunjukkan fungsi absorpsi terhadap panjang gelombang sedangkan spektrum transmitansi menunjukkan fungsi transmisi terhadap panjang gelombang. Fenomena penyerapan cahaya oleh suatu larutan mengikuti hukum Beer-Lambert pada persamaan (18), dimana hukum Beer menyatakan bahwa jumlah cahaya yang ditransmisikan berkurang secara eksponensial dengan peningkatan konsentrasi media penyerap, sedangkan hukum Lambert menyatakan bahwa jumlah cahaya yang ditransmisikan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya ketebalan media penyerap (Kumar & Gill,

n.d.). Dengan kata lain, absorbansi berhubungan dengan konsentrasi bahan penyerap.

$$I = I_0^{\varepsilon cl} \quad (18)$$

Dengan I merupakan intensitas cahaya yang ditransmisikan, I_0 adalah intensitas sinar datang, ε adalah koefisien absorpsi, c adalah konsentrasi zat penyerap dan l adalah ketebalan film. Rasio cahaya yang ditransmisikan ke cahaya datang disebut transmitansi yang dinyatakan pada persamaan (19), sedangkan absorbansi atau densitas optik dapat dihitung menggunakan persamaan (20).

$$T = \frac{I}{I_0} \text{ atau } \%T = \frac{I}{I_0} \times 100\% \quad (19)$$

$$A = -\log T = -\log \frac{I}{I_0} \quad (20)$$

Spektroskopi ultraviolet berkaitan dengan interaksi antara wilayah radiasi elektromagnetik dan ultraviolet tampak. Wilayah ultraviolet (UV) berada pada rentang 10-380 nm dari spektrum elektromagnetik. Biasanya dibagi menjadi tiga sub-wilayah utama, yaitu: UVA pada rentang 320–380 nm; UVB pada rentang 280–320 nm; dan UVC pada rentang 100–280 nm. Selain itu, rentang 10-200 nm disebut juga sebagai ultraviolet vakum (VUV), meskipun hanya dieskpolari jika pengukuran dilakukan dalam ruang hampa. Wilayah cahaya tampak (Vis) mencakup rentang spektrum 380-750 nm (Picollo dkk., 2019).

Data yang diperoleh menunjukkan perilaku transmisi dan diolah dengan cara *plotting* dalam satu grafik sehingga dapat menentukan nilai *bandgap*, panjang gelombang absorbansi optimal, dan panjang gelombang transmitansi optimal. Transisi optik pada film tipis dilakukan dengan *plotting* $(ah\nu)^2$ terhadap $(h\nu)$, setelah ditentukan koefisien absorpsi, $a(\lambda)$, dan energi foton, seperti yang ditunjukkan pada rumus persamaan (21) sampai persamaan (23) (C. W. Huang dkk., 2008):

$$a(\lambda) = d^{-1} \times \ln\left((2T^{-1}[(1 - R^2) + \sqrt{(1 - R)^4 + 4R^2T^2}])\right) \quad (21)$$

$$h\nu = \left(\frac{1241}{\lambda}\right) (eV) \quad (22)$$

$$a \cdot h\nu = K \cdot (h\nu - E_g)^{1/r} \quad (23)$$

Pada persamaan (23), nilai *bandgap* dapat ditentukan dengan memproyeksikan garis singgung ke kurva yang dihasilkan menuju sumbu x yang berpotongan dengannya di titik $(a.hv)^2 = 0$, dimana titik itu mewakili nilai *bandgap* (Elsaedy dkk., 2021).

3.5.2 Analisis Pengaruh Laju Putaran Terhadap Efisiensi Sel Surya

Efisiensi sel surya diperoleh dengan melakukan karakterisasi J-V sehingga memperoleh data berupa nilai arus dan tegangan. Nilai tegangan terbuka (V_{OC}) dapat ditentukan dengan mengetahui besar tegangan ketika arus mendekati nol. Sedangkan nilai arus *short-circuit* (J_{SC}) dapat ditentukan dengan melihat besar densitas arus ketika tegangan nol. Dan untuk nilai V_m dan J_m dapat ditentukan dengan mengetahui daya terbesar yang dapat dihasilkan oleh sel surya sehingga kinerja sel surya dapat ditentukan. Nilai arus dan tegangan yang diolah dengan cara *plotting* dalam satu grafik setelah dibagi dengan luas permukaan lapisan terlebih dahulu, untuk menghasilkan nilai densitas arus. Kemudian nilai yang diperoleh digunakan untuk mencari nilai *Fill Factor* (FF) dan efisiensi dengan persamaan (24) dan (25) (Meir dkk., 2013).

$$FF = \frac{V_{max} \cdot J_{max}}{V_{OC} \cdot J_{SC}} = \frac{P_{max}}{V_{OC} \cdot J_{SC}} \quad (24)$$

$$PCE (\%) = \left(\frac{V_{OC} \cdot J_{SC}}{P_{in}} \times FF \right) \quad (25)$$

Peningkatan sifat optoelektronik dari sel surya terjadi pada lapisan SnO_2 yang lebih tipis atau dengan laju *spin-coating* yang tinggi karena jumlah foton yang lebih besar diserap oleh perovskit sehingga mampu meningkatkan nilai J_{SC} dan efisiensi sel surya perovskit (Elsaedy dkk., 2021). Data kinerja sel surya pada setiap sampel dibandingkan untuk melihat kinerja sampel mana yang paling baik. Apabila kinerja sampel semakin besar, maka kualitas sampel sel surya semakin baik. Selain itu, pengolahan dari data kinerja sel surya dihubungkan dengan hasil pengolahan data lain seperti data transmitansi dan sebagainya dengan hasil dari kajian pustaka, sehingga memperoleh kesimpulan yang lebih akurat.