

Bidang Ilmu: MIPA

LAPORAN
PENELITIAN FUNDAMENTAL



Preparasi dan karakterisasi bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{1-x}, \text{Se}_x)$ masif menggunakan teknik Bridgman dan lapisan tipis dengan teknik evaporasi untuk aplikasi sel surya

Tahun ke I dari rencana 2 (dua) tahun

TIM PENGUSUL

Dr. Ariswan

NIP/NIDN 195909141988031003/0014095903

Dr. Hari Sutrisno

NIP/NIDN 19670407 199203 1 002/0004076702

NOMOR SUBKONTRAK

008/APID-BOPTN/UN34.21/2013

6 Mei 2013

UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

Desember 2013

**HALAMAN PENGESAHAN
PENELITIAN FUNDAMENTAL**

Judul Kegiatan : Preparasi dan karakterisasi bahan semikonduktor Sn(Si-x,Sex) masif menggunakan teknik Bridgman dan lapisan tipis dengan teknik evaporasi untuk aplikasi sel surya

Kode>Nama Rumpun Ilmu : 111 / Fisika

Ketua Peneliti

A. Nama Lengkap : Dr. ARISWAN M.Si.,DEA.
B. NIDN : 0014095903
C. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala
D. Program Studi : Pendidikan Dasar
E. Nomor HP : 08121554101
F. Surel (e-mail) : ariswan@uny.ac.id

Anggota Peneliti (1)

A. Nama Lengkap : Dr. HARI SUTRISNO M.Si.
B. NIDN : 0007046702
C. Perguruan Tinggi : UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
D. Lama Penelitian Keseluruhan : 2 Tahun
E. Penelitian Tahun ke : 1
F. Biaya Penelitian Keseluruhan : Rp 100.000.000,00
G. Biaya Tahun Berjalan : - diusulkan ke DIKTI Rp 50.000.000,00
- dana internal PT Rp 0,00
- dana institusi lain Rp 0,00
- inkind sebutkan



NIP/NIK 196203291987021002

Yogyakarta, 29 - 11 - 2013,
Ketua Peneliti,

(Dr. ARISWAN M.Si.,DEA.)
NIP/NIK 19590914198803100



NIP/NIK 196211111988031001

PRAKATA

Pertama-tama kami panjatkan puji syukur kepada Allah SWT. bahwa laporan penelitian Fundamental tahun pertama tahun 2013 ini telah selesai dibuat dan dapat kami sampaikan sesuai dengan waktu yang ada dalam kontrak penelitian.

Selanjutnya patut kami juga bersyukur bahwa hasil penelitian tahun pertama ini hampir memenuhi target proposal yang kami ajukan hanya termuatnya artikel bagi peneliti masih menunggu waktu karena penelitian ini merupakan penelitian payung bagi skripsi mahasiswa. Menurut kami target penelitian tetap dapat tercapai, sebagai penelitian payung telah menghasilkan 7 (tujuh) artikel on-line bagi mahasiswa dan segera akan kami kirimkan satu lagi sebagai artikel payung dalam jurnal nasional terakreditasi.

Dalam kesempatan ini kami mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat, Direktorat Jendral Perguruan Tinggi , Kemdikbud yang telah membiayai kegiatan penelitian ini.
2. Dekan Fakultas FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta yang telah mengizinkan peneliti untuk dapat melakukan kegiatan penelitian ini sebagai satu kegiatan Tri Dharma Perguruan Tinggi bagi peneliti sendiri.
3. Ketua Jurusan Pendidikan Fisika yang telah memberikan fasilitas gedung laboratorium untuk membangun berdirinya laboratorium Fisika Material di FMIPA UNY.
4. Kepala LPPM Universitas Negeri Yogyakarta yang telah memberikan fasilitas untuk komunikasi antara peneliti dengan lembaga-lembaga penyanggah dana penelitian
5. Semua pihak yang tidak bisa saya sebutkan satu -persatu yang telah membantu terlaksananya penelitian ini.

Yogyakarta, November 2013

Ketua Peneliti

Dr. Ariswan

NIP 195909141988031003

RINGKASAN

Penelitian ini secara umum bertujuan untuk melakukan preparasi dan karakterisasi bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{1-x},\text{Se}_x)$ masiv yang dipreparasi dengan teknik Bridgman. Paduan dengan nilai x fraksi atom se dipilih sama dengan 0; 0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8; dan 1,0.

Sampel hasil preparasi kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui struktur menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Hasilnya meliputi sistem kristal bahan dan konstanta kisi (a , b dan c). Selanjutnya Komposisi Kimia dan Morfologi permukaan diketahui dengan sistem piranti Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) dan Scanning Electron Microscope (SEM).

Hasilnya menunjukkan bahwa seluruh senyawa berbentuk polikristal dalam sistem orthorombik dengan parameter kisi lebih dekat pada dominasi atom sulfur atau atom selen. Seluruh bahan yang diperoleh adalah homogen dengan komposisi kimia non stoichiometri dimana molaritas atom S cenderung turun (miskin atom sulfur) ketika suhu pemanasan furnace pada nilai yang semakin tinggi.

Kata Kunci : Semikonduktor, orthorombik dan Non Stoichiometri

DAFTAR ISI

Halaman judul	i
Lembar Pengesahan	ii
Kata Pengantar	iii
Ringkasan penelitian	iv
Daftar isi	v
Daftar Gambar	vi
Daftar Tabel	viii
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. KAJIAN PUSTAKA	2
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	5
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	7
BAB V. KESIMPULAN	53
Daftar Pustaka	54

DAFTAR GAMBAR

- Gambar 1 : Efisiensi konversi energi surya sebagai fungsi dari energi gap
- Gambar 2 : Hasil difraksi sinar x $\text{Cu}(\text{In}_{(1-x)}, \text{Ga}_x)\text{Se}_2$ untuk $0 < x < 1$.
- Gambar 3 : Diagram fase sistem $\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}_3$ menurut Fearheily
- Gambar 4 : Skema preparasi massif
- Gambar 5 : Difaktogram massif SnS hasil preparasi dengan Metode Bridgman
- Gambar 6 : Hasil pemotretan permukaan ingot SnS
- Gambar 7 : Difaktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ (a). Sampel I, (b). Sampel II dan (c). Sampel III.
- Gambar 8 : Foto morfologi permukaan bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ hasil SEM
- Gambar 9 : Grafik dan komposisi kimia hasil EDAX ingot $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ sampel I.
- Gambar 10: Grafik dan komposisi kimia hasil EDAX ingot $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ sampel II.
- Gambar 11: Difraktogram hasil preparasi bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$
- Gambar 12: Foto morfologi permukaan kristal sampel ketiga $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ hasil SEM
- Gambar 13.a: Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal sampel pertama $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$
- Gambar 13.b: Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal sampel ketiga $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$
- Gambar 14: Difraktogram *ingot* $\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$ hasil preparasi dengan metode Bridgman
- Gambar 15: .Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX *ingot* $\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$
- Gambar 16: Hasil Foto morfologi permukaan *ingot* $\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$ dengan SEM untuk alur pemanasan 1
- Gambar 17: Hasil Foto morfologi permukaan *ingot* $\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$ dengan SEM untuk alur pemanasan 2
- Gambar 18: Difraktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada Alur Pemanasan I
- Gambar 19: Difraktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada Alur Pemanasan II
- Gambar 20: Difraktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada Alur Pemanasan III
- Gambar 21: Foto Morfologi Permukaan Kristal Semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ hasil SEM dengan perbesaran 20.000x
- Gambar 22: Foto Morfologi Permukaan Kristal Semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ hasil SEM dengan perbesaran 40.000x
- Gambar 23: Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada suhu maksimum 550°C
- Gambar 24: Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada suhu maksimum 500°C
- Gambar 25.a: . Difraktogram ingot paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1 hasil preparasi dengan metode Bridgman dengan temperatur pemanasan 550°C
- Gambar 25.b: Difraktogram ingot paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ metode Bridgman

- Gambar 25.c: Difraktogram ingot paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 3
- Gambar 26: Hasil EDAX $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1
- Gambar 27: Grafik hubungan antara Intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX *Massif* $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$
- Gambar 28: Hasil SEM *ingot* perpaduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1 dengan perbesaran 7100 kali
- Gambar 29: Hasil SEM *ingot* perpaduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 2 dengan perbesaran (a). 250 kali, (b). 600 kali dan (c). 2500 kali
- Gambar 30: Difaktogram ingot SnSe sampel 1 dengan temperatur pemanasan 550°C
- Gambar 31: Difaktogram ingot SnSe sampel 2 dengan temperatur pemanasan 600°C
- Gambar 32: Difaktogram ingot SnSe sampel 3 dengan temperatur pemanasan 500°C
- Gambar 33: Hasil pemotretan permukaan ingot SnSe
- Gambar 34: Grafik hubungan antara Intensitas dengan Energi hasil karakterisasi EDAX ingot SnSe pada temperatur pemanasan 550°C
- Gambar 35: Grafik hubungan antara Intensitas dengan Energi hasil karakteristik EDAX ingot SnSe sampel 2.
- Gambar 36: Grafik hubungan antara Intensitas dengan Energi hasil karakteristik EDAX ingot SnSe sampel 3.

DAFTAR TABEL

- Tabel 1 : Tabel senyawa senyawa yang direncanakan dan hasil karakterisasi EDS sampel - sampel hasil preparasi masif.
- Tabel 2 : Puncak- puncak XRD pada sudut 2θ
- Tabel 3 : Perbandingan Parameter Kisi Alur Pemanasan 1, Alur Pemanasan 2 dan Alur Pemanasan 3 dengan data JCPDS SnS
- Tabel 4 : Perbandingan konsentrasi dan mol unsur Sn dan S
- Tabel 5 : Perbandingan data penelitian sampel SnS dengan data JCPDS SnS
- Tabel 6 : Perbandingan parameter kisi Kristal SnSe pada sampel I , II dan III terhadap JCPDS SnSe
- Tabel 7 : Perbandingan konsentrasi dan mol unsur Sn, S dan Se.
- Tabel 8 : Perbandingan data XRD penelitian Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ Sampel Pertama dengan data JCPDS bahan SnS.
- Tabel 9 : Perbandingan data XRD penelitian Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ Sampel Kedua dengan data JCPDS bahan SnS.
- Tabel 10: Perbandingan data XRD penelitian Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ Sampel Ketiga dengan data JCPDS bahan SnS.
- Tabel 11: Nilai parameter kisi kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$
- Tabel 12: Perbandingan presentase komposisi kimia bahan dengan molaritas unsur Sn, S dan Se pada kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$.
- Tabel 13: Perbandingan data penelitian alur pemanasan 1 preparasi bahan dengan data JCPDS SnS
- Tabel 14: Perbandingan data penelitian alur pemanasan 2 preparasi bahan dengan data JCPDS SnS
- Tabel 15: Perbandingan data penelitian alur pemanasan 3 preparasi bahan dengan data JCPDS SnS
- Tabel 16: Parameter ketiga sampel $\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$
- Tabel 17: Perbandingan data XRD penelitian kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ dengan data JCPDS bahan SnSe.
- Tabel 18: Perbandingan parameter kisi kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ sampel I, II, III dan JCPDS dengan metode *cohen*
- Tabel 19: Perbandingan Molaritas Unsur Sn, S dan Se pada Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$
- Tabel 20: Perbandingan data hasil penelitian bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel I dengan

data JCPDS SnSe

Tabel 21: Perbandingan data hasil penelitian bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel 2 dengan data JCPDS SnSe

Tabel 22: Perbandingan data hasil penelitian bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel 3 dengan data JCPDS SnSe

Tabel 23: Perbandingan parameter kisi bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel 1, sampel 2 dan sampel 3 dengan data JCPDS SnSe

Tabel 24: Perbandingan data penelitian sampel 1 SnSe dengan data JCPDS SnSe

Tabel 25: Perbandingan data penelitian sampel 2 SnSe dengan data JCPDS SnSe

Tabel 26: Perbandingan data penelitian sampel 3 SnSe dengan data JCPDS SnSe

Tabel 27: Perbandingan parameter kisi Kristal SnSe pada sampel 1, 2 dan 3 terhadap JCPDS SnSe

Tabel 28: Perbandingan konsentrasi dan mol unsur Sn dan Se

BAB I PENDAHULUAN

Seiring dengan meningkatnya kebutuhan manusia akan kebutuhan energi, maka perlu terus dilakukan riset mengenai pengembangan sumber-sumber energi terbarukan terutama energi surya. Oleh karena energi surya bisa dimanfaatkan sebagai sumber energi alternatif yang potensial, terutama dilihat dari sumbernya yang memancarkan energi yang sangat besar dalam kurun waktu yang terbatas. Teknologi pemanfaatan energi surya selama ini dikenal dalam tiga kategori, yaitu *heliochemical*, *helio thermal* dan *fotovoltaik*. (Ariswan,2011)

Efek fotovoltaik pertama kali ditemukan oleh Edmond Becquerel pada tahun 1839, kemudian baru tahun 1912 Einstein menjelaskan secara teori, mekanisme fenomena tersebut, namun masih sebatas eksperimen dilaboratorium. Baru setelah perang dunia II, yakni pada tahun 1950 direalisasikan sel surya untuk pertama kalinya. Sel surya tersebut menggunakan bahan kristal silikon dan memiliki efisien konversi sebesar 4%. Dan terus tumbuh hingga kini telah terpasang 1000 MW.

Secara umum penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh fraksi x atom Selen (Se) pada semikonduktor paduan $\text{Sn}(\text{S},\text{Se})$. Pengaruh tersebut diperkirakan pada dua hal penting. Pertama pada struktur kristal (parameter kisi kristal) yaitu bagaimana bentuk kebergantungan parameter kisi $\text{Sn}(\text{S}_{1-x},\text{Se}_x)$ terhadap fraksi x atom Selen. Kedua bagaimana pula kebergantungan energi gap sebagai fungsi dari fraksi x atom Selen. Kedua kuantitas fisis tersebut sangat penting yaitu kaitannya dengan persambungan p-n sel surya dan kemampuan absorpsi bahan terhadap energi surya yang datang pada bahan tersebut. Kebergantungan ini penting untuk diketahui oleh karena celah energi SnS adalah 1,3 eV (O.E Ogah,2008) sedangkan untuk SnSe sebesar 1,92 eV (N.Kumar, 2011). Pada rentang kedua nilai energi itu terdapat nilai energi dimana efisiensi konversi energi surya teoritis mencapai puncaknya yaitu pada 1,5 eV (A. Goetzberger, 2000).

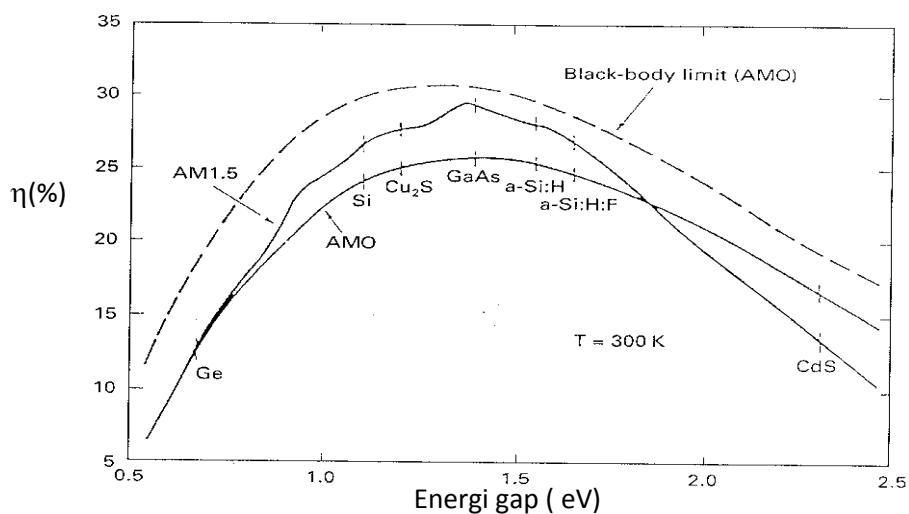
Rentang energi gap antara SnS dan SnSe memungkinkan akan diperoleh pada fraksi x atom selen seberapa sedemikian sehingga menghasilkan serapan energi surya optimal. Keyakinan ini muncul karena atom sulfur dan selen berada pada kolom periodik yang sama sehingga sangat mungkin pemberian doping selen pada semikonduktor SnS akan mengubah kuantitas fisis sesuai dengan harapan dalam teknologi. Oleh karena itu akan dipreparasi dan karakterisasi bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{1-x}\text{Se}_x)$ dengan $0,0 \leq x \leq 1,0$.

BAB II KAJIAN PUSTAKA

Seperti telah disebutkan di atas, bahwa penelitian ini bertujuan menentukan variasi konstanta kisi dan sifat- sifat optic dalam bentuk energi gap, serta sifat- sifat listrik dalam hal rapat pembawa muatan dan konduktivitas listrik bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{1-x},\text{Se}_x)$. Hal ini sangat penting dilakukan, oleh karena bahan tersebut sangat promotif dalam teknologi sel surya (S.S. Hegde, 2011). Bahan $\text{Sn}(\text{S}_{1-x},\text{Se}_x)$ memiliki efisiensi konversi teoritik maksimal, ditunjukkan dengan besarnya absorpsi yang sesuai dengan celah energi yang dimiliki sebesar 1.3 eV- 1,92 eV. Disamping itu keunggulan yang dimiliki adalah stabilitas yang sangat bagus, dan yang terpenting adalah proses pembuatannya tidak memerlukan biaya hingga ratusan juta rupiah..

Studi awal realissi sel surya berbasis SnS telah dilakukan oleh . A. Akkari, (2010) dan SnSe oleh N.A Okereke (2010) yang menunjukkan bahwa material ini terus menjadi pusat perhatian para peneliti sebagaimana bahan promotif yang lain seperti $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$. Sementara itu telah dipahami bahwa kualitas sel surya ditentukan oleh kemampuan sel surya tersebut menkonversi energi surya langsung menjadi energi listrik.

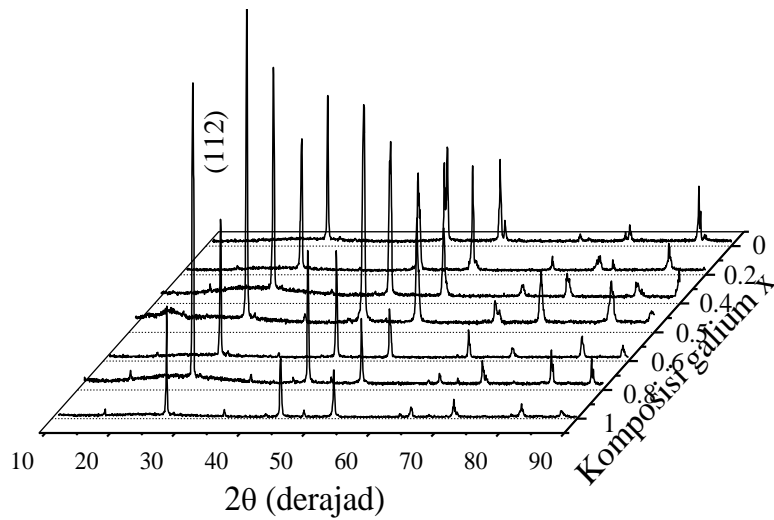
Sel surya tersebut merupakan persambungan (junction) yang kualitas persambungan ditentukan oleh kesesuaian konstanta kisi ($\frac{\Delta a}{a} \approx 0.01$) (G. Hanna, 2001), sedangkan efisiensi konversi energi surya salah satunya tergantung pada energi gap (A. Goetzberger,2000). A. Goetzberger telah menemukan hubungan antara efisiensi konversi energi matahari sebagai fungsi dari energi gap bahan seperti ditunjukkan pada gambar 1.



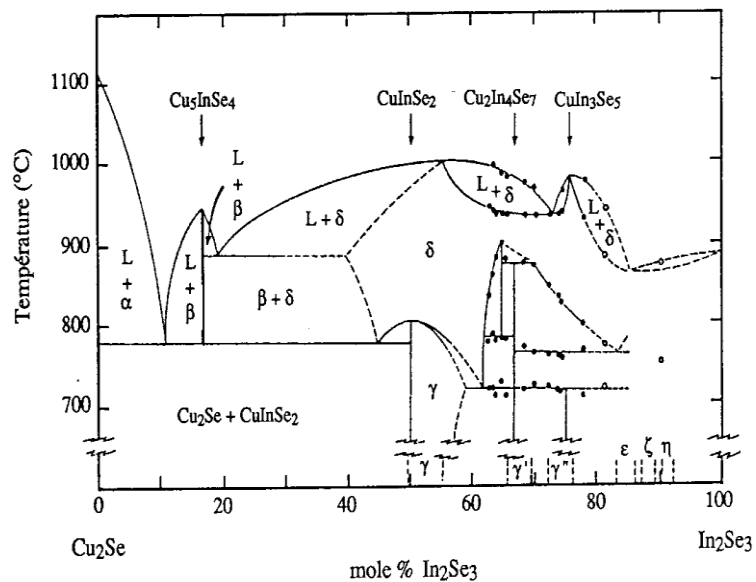
Gambar 1. Efisiensi konversi energi surya sebagai fungsi dari energi gap
(A. Goetzberger, 2000)

Studi tentang besarnya energi gap sebagai fungsi dari fraksi x atom selen pada bahan $\text{Sn}(\text{S}_{1-x},\text{Se}_x)$ sepertinya belum dilakukan oleh peneliti lain. Di sisi lain berdasarkan gambar 1 bahan semikonduktor dengan energi gap di sekitar 1,5 eV menjadi bahan yang sangat prometif untuk sel surya karena memiliki efisisensi konversi yang maksimal. Oleh karena itu sangat mungkin penelitian ini akan menjadi referensi pada penelitian lanjutan bagaimana kebergantungan konstanta kisi dan energi gap sebagai fungsi dari fraksi x atom selen tersebut. Kiranya perlu ditegaskan bahwa memang penelitian yang telah dilakukan sebatas pada bahan SnS lapisan tipis (Yanuar, 2001), penentuan mikrostruktur pada SnS dan sifat- sifat listrik bahan SnSe (Katy Hartman,2011), sedangkan pada system $\text{Sn}(\text{S},\text{Se})$ belum banyak informasi yang diperoleh dari para peneliti Fisika Material.

Penelitian ini diajukan oleh karena adanya penelitian awal yang telah dilakukan di Laboratorium Fisika Material, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta. Penelitian awal yang telah dilakukan salah satunya adalah preparasi senyawa semikonduktor $\text{Cu}(\text{In}_{1-x},\text{Ga}_x)\text{Se}_2$ masif. Hal ini penting disampaikan mengingat proses penelitiannya sangat sulit disebabkan karena titik lebur Cu yang mencapai 900°C sehingga harus digunakan tabung kuarsa sebagai bahan utama pembuat kapsul. Hasil fabrikasi menunjukkan bahwa hasilnya sesuai dengan yang dilakukan peneliti lain yaitu bahan tersebut terkristalisasi dalam struktur Kalkopirit (tetragonal) dengan intensitas maksimum pada arah (112) seperti tampak pada gambar 2. Sedangkan pemanasan selama preparasi masif didasarkan pada diagram fase seperti tampak pada gambar 3 (Fearheily, 1986). Penelitian lanjutan yang telah berhasil dilakukan adalah preparasi bahan massif maupun lapisan tipis bahan semikonduktor sel surya $\text{Cd}(\text{Se},\text{S})$. Hasil- hasil penelitian tersebut sudah masuk dalam jurnal terakreditasi untuk system $\text{Cu}(\text{In},\text{Ga})\text{Se}_2$ sedangkan pada penelitian berikutnya system $\text{Cd}(\text{Se},\text{Te})$ sudah dalam proses terbit dalam jurnal internasional. Penelitian ini akan melakukan preparasi bahan $\text{Sn}(\text{S},\text{Se})$ yang merupakan analogi dengan bahan sebelumnya mengingat Se dan S berada pada kolom yang sama pada tabel periodik unsur-unsur. Sebagai contoh hasil riset sebelumnya adalah sistem senyawa $\text{Cu}(\text{In}_{1-x},\text{Ga}_x)\text{Se}_2$ masif dimana hasil XRD ditunjukkan pada gambar dua. Pada gambar tersebut tampak bahwa penambahan fraksi atom Ga tidak menubah struktur namun mengubah parameter kisi yang ditandai dengan pergeseran nilai sudut difraksi 2θ .



Gambar 2. Hasil difraksi sinar x $\text{Cu}(\text{In}_{(1-x)}\text{Ga}_x)\text{Se}_2$ untuk $0 < x < 1$.



Gambar 3. Diagram fase sistem $\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}_3$ menurut Fearheily.

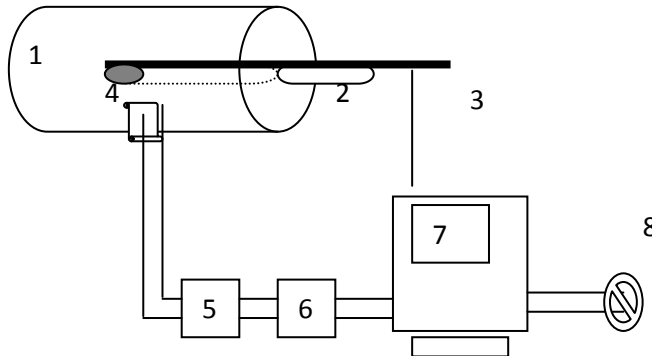
Sementara itu diagram fase untuk paduan $\text{Sn}(\text{S}_{1-x}\text{Se}_x)$ belum ditemukan, sehingga sebenarnya sangat mungkin penelitian ini dapat diarahkan untuk menentukan diagram fase bahan paduan $\text{Sn}(\text{S}_{1-x}\text{Se}_x)$. Hal tersebut memang ada kendala oleh karena sistem Diferensial Thermal Analysis (DTA) belum dikembangkan di tanah air kita. Oleh karena belum ditemukannya diagram fase bagi paduan ini, maka alur pemanasan bahan sementara didasarkan pada pertimbangan titik lebur masing-masing bahan dasarnya.

BAB III

METODE PENELITIAN

Bahan yang diperlukan untuk preparasi paduan masif adalah Tin (Timah: Sn), Sulfur (S) dan Selen (Se) yang masing-masing memiliki derajat kemurnian 99.99 %. Penelitian ini dibedakan dalam tiga langkah :

- Pertama, preparasi paduan masif menggunakan metode Bridgman dengan skema preparasi seperti tampak pada gambar 4 berikut:



Gambar 4: Skema preparasi massif : 1: furnace; 2: Tabung pyrex; 3: Termokopel; 4: Bahan Sn, Se dan S dengan kemurnian 99.99 %; 5: Ampermeter; 6: Autotransformator; 7: Regulator terprogram dan 8: Sumber arus

Untuk preparasi $\text{Sn}(\text{S}_{1-x}\text{Se}_x)$, mula mula ditimbang Tin (Sn) misalnya p gram. Selanjutnya dapat dihitung massa sulfur S sebesar $\left(\frac{p}{BA_{\text{Sn}}} \cdot x (1-x) \cdot BA_{\text{S}} \right)$ gram, sedangkan massa Selen (Se) dapat dihitung sebesar $\left(\frac{p}{BA_{\text{Sn}}} \cdot x \cdot BA_{\text{Se}} \right)$ gram dengan BA menyatakan berat atom. Kedua atau ketiga bahan tersebut dimasukkan dalam tabung pyrex yang memiliki diameter dalam dan luar berturut turut 12 mm dan 16 mm. Tabung tersebut dicuci dengan campuran larutan HF, HNO_3 dan H_2O dengan perbandingan 2:3:5. dan dikeringkan dalam ruang pemanas bersuhu 80°C selama 8 jam. Tabung bersama bahan- bahan di atas ditempatkan pada vakum berorde 10^{-5} Torr dan dilas pada salah satu ujungnya. Tabung pyrex yang telah dilas tersebut kemudian ditempatkan pada furnace (gambar 4) yang temperaturnya dapat di atur sesuai kebutuhan.

- Kedua, karakterisasi massif dan lapisan tipis yang meliputi :
 1. X-Ray Diffraction (XRD), untuk menentukan struktur dan parameter kisi (a, b dan c).
Penentuan parameter kisi dihitung dengan metode Analitis, sehingga dihasilkan

perhitungan yang akurat. Prinsip metode analitis adalah perhitungan parameter kisi dilakukan dengan melibatkan seluruh bidang (hkl) dari hasil difraksi sinar X, sehingga hasil perhitungan tersebut memenuhi seluruh puncak - puncak difraksi. Hal ini jelas memungkinkan interpretasi hasil XRD menggambarkan material yang riil terjadi dalam preparasi bahan.

2. Karakterisasi lainnya adalah Energy Dispersive Spectroscopy(EDS) dapat memastikan senyawa yang terbentuk baik untuk masif maupun lapisan tipis dengan komposisi yang direncanakan. Tabel 1 menunjukkan hasil yang diharapkan dalam proses penyiapan sampel dalam penelitian ini.
3. Sedangkan untuk mengetahui bagaimana ukuran grain yang terbentuk dalam bahan polikristal baik pada masif maupun pada lapisan tipis digunakan Scanning Electronic Microscopy (SEM). SEM mampu memperbesar sampai 20.000 kali, sehingga dapat diketahui pula tingkat homogenitas sampel.

Tabel 1. Tabel senyawa senyawa yang direncanakan dan hasil karakterisasi EDS sampel -sampel hasil preparasi masif.

Senyawa	Nilai x	Senyawa yang direncanakan	Hasil Karakterisasi EDS yang diharapkan		
			Sn (%)	S (%)	Se (%)
$\text{Sn}(\text{S}_{1-x}\text{Se}_x)$	0	SnS	50	50	0
	0,2	$\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$	50	40	10
	0,4	$\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$	50	30	20
	0,5	$\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$	50	25	25
	0,6	$\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$	50	20	30
	0,8	$\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$	50	10	40
	1,0	SnSe	50	0	50

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

PREPASI DAN KARAKTERISASI SnS

Proses Penumbuhan Kristal

Proses penumbuhan kristal bertujuan untuk mendapatkan bentuk kristal dari hasil paduan bahan Sn dan S. Penumbuhan dilakukan dengan cara melelehkan bahan Sn dan S dengan variasi suhu dan waktu yang berbeda. Langkah pertama yang dilakukan adalah menimbang bahan Sn dan S. Kemudian dimasukkan ke dalam tabung pyrex dan divakumkan sampai tekanannya mencapai 4×10^{-5} mbar. Setelah mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar, tabung dilas agar tetap vakum. Langkah selanjutnya memanaskan bahan Sn, S yang sudah dimasukkan ke dalam tabung pyrex. Pemanasan ini menggunakan furnace. Tabung pyrex yang berisi bahan Sn, S dimasukkan ke dalam furnace dengan posisi horizontal. Dengan pemanasan pada suhu tertentu akan diperoleh ingot kristal SnS berupa padatan.

Dalam penelitian ini proses penumbuhan kristal dilakukan dengan dua alur pemanasan berbeda untuk mengetahui apakah perbedaan alur pemanasan berpengaruh terhadap karakteristik kristal yang terbentuk. Alur pemanasan ini dilakukan dengan menggunakan suhu maksimal 550°C untuk semua alur pemanasan. Sebelum mencapai suhu maksimal, bahan paduan Sn dan S dipanaskan dengan suhu dibawah suhu maksimal. Perlakuan ini dilakukan untuk mengantisipasi meledaknya tabung pyrex.

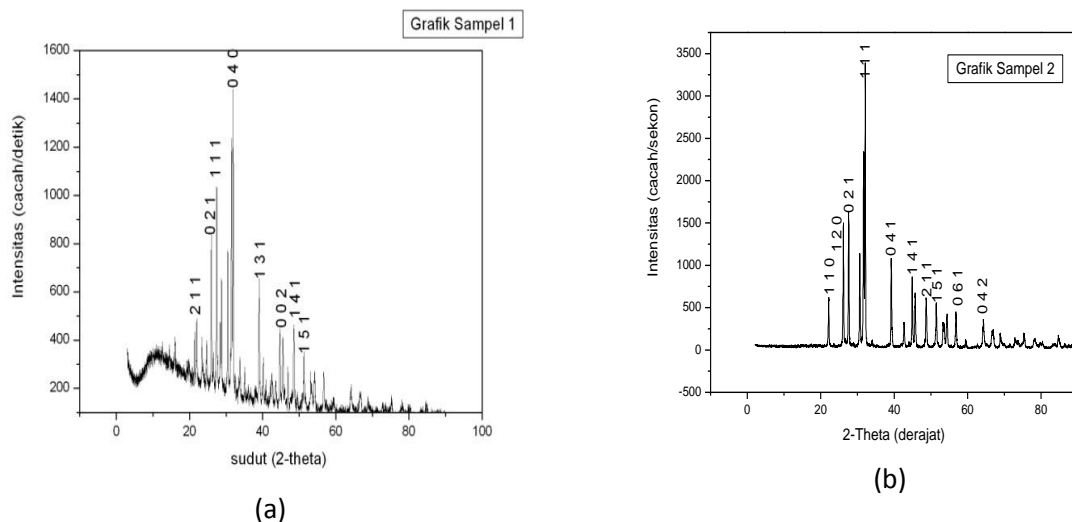
Pada sampel pertama bahan S yang digunakan sebesar 0,392gr dan Sn sebesar 1,4505 gr. Kedua bahan dimasukkan ke dalam tabung yang sudah dipanaskan dengan suhu 70° . Kemudian divakumkan hingga tekanannya mencapai 4×10^{-5} mbar. Pemvakuman ini membutuhkan waktu selama 1,5 jam. Setelah mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar dilakukan pengelasan agar udara tetap vakum. Proses pengelasan ini membutuhkan waktu 15 menit. Sampel yang sudah dilas dimasukkan ke dalam alat furnace atau pemanas. Alur pemanasan yang pertama dimulai dari suhu kamar yaitu 28° dinaikkan menjadi 250° dan dibiarkan selama 2 jam. Alur pemanasan yang kedua dinaikkan menjadi 550° dan dibiarkan selama 1,5 jam. Setelah sampel terbentuk, pemanas dimatikan agar suhunya turun kembali. Proses ini membutuhkan waktu 720 menit.

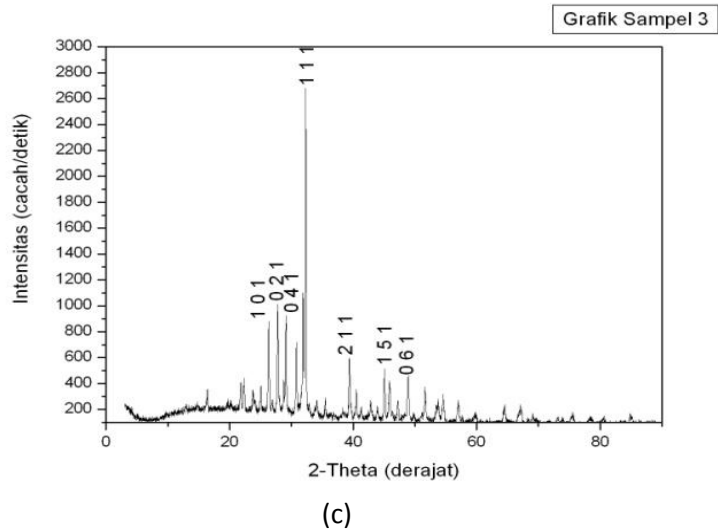
Pada sampel kedua bahan S yang digunakan sebesar 0,511 gr dan Sn sebesar 1,8909 gr. Kedua bahan dimasukkan ke dalam tabung yang sudah dipanaskan dengan suhu 70°. Kemudian divakumkan hingga tekanannya mencapai 4×10^{-5} mbar. Pemvakuman ini membutuhkan waktu selama 6 jam. Setelah mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar dilakukan pengelasan agar udara tetap vakum. Proses pengelasan ini membutuhkan waktu 20 menit. Sampel yang sudah dilas dimasukkan ke dalam alat furnace atau pemanas. Alur pemanasan yang pertama dimulai dari suhu kamar yaitu 28° dinaikkan menjadi 250° dan dibiarkan selama 2 jam. Alur pemanasan yang kedua dinaikkan menjadi 550° dan dibiarkan selama 5 jam. Setelah sampel terbentuk, pemanas dimatikan agar suhunya turun kembali. Proses ini membutuhkan waktu 720 menit.

Pada sampel ketiga bahan S yang digunakan sebesar 0,412 gr dan Sn sebesar 1,5245 gr. Kedua bahan dimasukkan ke dalam tabung yang sudah dipanaskan dengan suhu 70°. Kemudian divakumkan hingga tekanannya mencapai 4×10^{-5} mbar. Pemvakuman ini membutuhkan waktu selama 2 jam. Setelah mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar dilakukan pengelasan agar udara tetap vakum. Proses pengelasan ini membutuhkan waktu 10 menit. Sampel yang sudah dilas dimasukkan ke dalam alat furnace atau pemanas. Alur pemanasan yang pertama dimulai dari suhu kamar yaitu 28° dinaikkan menjadi 250° dan dibiarkan selama 2 jam. Alur pemanasan yang kedua dinaikkan menjadi 550° dan dibiarkan selama 3 jam. Setelah sampel terbentuk, pemanas dimatikan agar suhunya turun kembali. Proses ini membutuhkan waktu 720 menit.

1. Karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD

Dari hasil karakterisasi struktur kristal dengan XRD didapatkan difaktogram yang ditunjukkan gambar 5 :





Gambar 5. Difaktogram massif SnS hasil preparasi dengan Metode Bridgman
 (a) Pola Alur Pemanasan 1 (b) Pola Alur Pemanasan 2 (c) Pola Alur Pemanasan 3

Perbandingan Data Penelitian Preparasi Bahan SnS dengan Data *Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) SnS*

Tabel 2 Perbandingan data penelitian preparasi bahan SnS hasil preparasi dengan data JCPDS SnS penelitian alur pemanasan 1 , data penelitian alur pemanasan 2 preparasi , data penelitian alur pemanasan 3 preparasi bahan SnS dengan data JCPDS SnS.

Tabel 2. Puncak- puncak XRD pada sudut 2θ

No	2θ pada alur pemanasan			2θ (JCPDS)	hkl
	I	II	III		
1.	27,39	27,612		27,47	021
2.	30,41			30,47	101
3.	31,47	31,677	31,520	31,53	111
4.	31,88		31,8411	31,97	040
5.	39,00			39,04	131
6.	45,49	45,680		45,49	002
7.		48,670		48,507	211
8.		54,390		54,253	061
9.			56,9539	56,672	042
10.		64,157		64,194	251

Dari spektrum XRD yang diperoleh dari sampel penelitian kemudian dibandingkan dengan data JCPDS sehingga diperoleh *Indeks Miller* pada puncak difraksi yang terbentuk. Dari data tersebut, maka parameter kisi dari kristal SnS dapat ditentukan dan diperoleh nilainya. Analisis XRD dilakukan pada sampel yaitu massif hasil pemanasan pada alur 1, alur 2 dan alur 3. Dari hasil pemanasan pada alur 1 diperoleh data sampel hasil XRD berupa difaktogram ditunjukkan oleh gambar 5.a dan tabel hasil XRD disajikan dalam tabel 2. Berdasarkan Tabel pada alur pemanasan 1 terdapat 6 puncak yang sesuai, dan tiga puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ dan bidang masing-masing 45,49 (0 0 2); 27,39 (0 2 1); 31,47 (1 1 1). Dengan metode *Cohen* maka parameter kisi kristal SnS berbentuk Orthorombik dengan $a \neq b \neq c$ yaitu sebesar : $a = 4,3396\text{Å}$; $b = 11,2668\text{Å}$; $c = 3,9846\text{Å}$.

Dari hasil pemanasan pada alur 2 diperoleh data sampel hasil XRD berupa difaktogram ditunjukkan oleh gambar 5.b. Setelah hasil analisis XRD diperoleh, puncak-puncak difraksi dalam difaktogram dibandingkan dengan data standar JCPDS seperti pada tabel 2. Berdasarkan Tabel pada alur pemanasan 2 terdapat 6 puncak yang sesuai, dan tiga puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ dan bidang masing-masing 45,680 (0 0 2); 27,612 (0 2 1); 31,677 (1 1 1). Dengan metode *Cohen* maka parameter kisi kristal SnS berbentuk Orthorombik dengan $a \neq b \neq c$ yaitu sebesar : $a = 4,3057\text{Å}$; $b = 11,0960\text{Å}$; $c = 3,9692\text{Å}$.

Dari hasil pemanasan pada alur 3 diperoleh data sampel hasil XRD berupa difaktogram ditunjukkan oleh gambar 5.c. Setelah hasil analisis XRD diperoleh, puncak-puncak difraksi dalam difaktogram dibandingkan dengan data standar JCPDS seperti pada tabel 2. Berdasarkan Tabel pada alur pemanasan 3 terdapat 6 puncak yang sesuai, dan tiga puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ dan bidang masing-masing 31,8411 (0 4 0); 42,8192 (2 1 0); 51,6197 (1 5 1). Dengan metode *Cohen* maka parameter kisi kristal SnS berbentuk Orthorombik dengan $a \neq b \neq c$ yaitu sebesar : $a = 4,2968\text{Å}$; $b = 11,2356\text{Å}$; $c = 3,8575\text{Å}$. Hasil perhitungan parameter kisi tersebut diatas dapat dirangkum pada tabel 3 berikut ini. Dari Tabel 3 diketahui bahwa harga parameter kisi a, b, dan c dari ketiga sampel nilainya hampir tidak berubah, hal tersebut menunjukkan bahwa perbedaan alur pemanasan tidak terlalu mempengaruhi parameter kisi tersebut.

Tabel 3. Perbandingan Parameter Kisi Alur Pemanasan 1, Alur Pemanasan 2 dan Alur Pemanasan 3 dengan data JCPDS SnS

	Parameter Kisi			
	Alur Pemanasan 1	Alur Pemanasan 2	Alur Pemanasan 3	JCPDS
a	4,3396Å	4,3057Å	4,2968 Å	4,3291Å
b	11,2668Å	11,0960Å	11,2356 Å	11,1923Å
c	3,9846Å	3,9692Å	3,8575 Å	3,9838Å

Karakterisasi Komposisi Kimia dengan EDAX

Penentuan komposisi kimia dari unsur-unsur dalam *ingot* bahan Sn dan S hasil preparasi dilakukan dengan menggunakan EDAX. Prinsip dasar EDAX adalah menangkap dan mengolah sinyal *flourensasi* sinar-X yang keluar apabila berkas elektron mengenai daerah tertentu pada bahan. Sinar-X tersebut dapat dideteksi dengan detektor zat padat, yang dapat menghasilkan pulsa intensitas sebanding dengan panjang gelombang sinar-X. Pada penelitian ini hanya sampel 1 dan sampel 2 yang dikarakterisasi menggunakan EDAX.

Hasil preparasi bahan SnS dengan menggunakan EDAX dengan konsentrasi unsur (%) dan perbandingan mol pada sampel 1 dan sampel 2 dapat dilihat pada tabel 4 berikut :

Tabel 4. Perbandingan konsentrasi dan mol unsur Sn dan S

Sampel	Konsentrasi Unsur (%)		Perbandingan mol Unsur	
	Sn	S	Sn	S
1	72,7	27,3	1	0,4
2	61	39	1	0,2

Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa alur pemanasan berpengaruh terhadap komposisi kimia bahan SnS. Hal ini terlihat dari konsentrasi unsur dan perbandingan mol bahan yang dihasilkan dari sampel 1 dan 2. Pada alur pemanasan 1 menunjukkan perbandingan presentase komposisi kimia bahan dasarnya, yaitu unsur Sn : 72,7% dan S : 27,3% dengan perbandingan mol Sn : S adalah 1 : 0,4. Untuk alur pemanasan 2 yaitu Sn : 61% dan S : 39% dengan perbandingan mol 1 : 0,2.

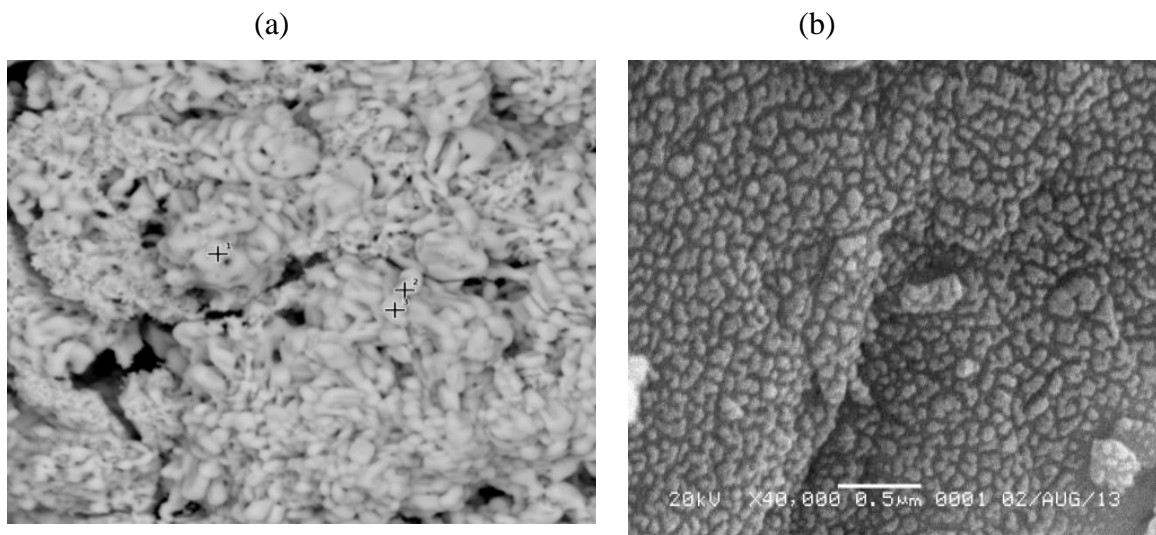
Hasil yang didapat memang belum tepat sama dengan komposisi teoritisnya, namun fase SnS sudah terbentuk. Hal ini disebabkan oleh pengaturan temperatur dalam alur pemanasan yang kurang memperhatikan titik lebur masing- masing bahan.

Penentuan Struktur Morfologi Kristal Bahan SnS

Bentuk morfologi dari permukaan kristal semikonduktor SnS diperoleh dari penangkapan dan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh kristal. Hasil dari SEM berupa foto permukaan dari kristal yang terbentuk. Dari foto yang dihasilkan akan dapat diketahui homogenitas dari kristal semikonduktor SnS yang terbentuk. Dari foto yang dihasilkan dapat diketahui homogenitas dari kristal semikonduktor SnS yang terbentuk. Gambar 6 (a) menunjukkan hasil pengamatan permukaan ingot SnS untuk alur pemanasan 1, dengan perbesaran 7000X dan gambar 6 (b) menunjukkan hasil pengamatan permukaan ingot SnS dengan perbesaran 40.000X.

Pada gambar 6 (a) menunjukkan bahwa muncul butiran-butiran (*grain*). Grain yang terbentuk berbentuk bulatan yang cukup besar dan tersebar secara teratur dalam pola tatanan tertentu. Struktur atau pola tatanan yang teratur dari grain ini menunjukkan bahwa kristal semikonduktor hasil preparasi sudah terbentuk.

Gambar 6 (b) menunjukkan butiran kristal semikonduktor SnS yang lebih jelas. Bentuk grain yang muncul menunjukkan adanya bongkahan berbentuk bulatan namun dengan ukuran yang lebih kecil dan permukaannya sedikit lebih rata. Dari hasil yang didapat, kedua sampel bersifat homogen dan grain yang terbentuk berupa bongkahan bulat kecil dan besar dan berbentuk orthorombik. Grain pada sampel kedua bulatannya lebih kecil dari sampel 1.



Gambar 6. Hasil pemotretan permukaan ingot SnS (a) Sampel 1 dengan perbesaran 7000X (b) Sampel 2 dengan perbesaran 40.000X

Sn(S_{0,8}Se_{0,2})

Proses penumbuhan kristal dilakukan dengan tujuan untuk memperoleh kristal dari hasil paduan bahan dasar Sn, S dan Se yang masing-masing unsur memiliki struktur berbeda, yaitu Sn struktur hexagonal, S struktur orthorombik, Se struktur hexagonal. Penumbuhan kristal dilakukan dengan menggunakan metode Bridgman, yaitu dengan melelehkan bahan dasar Sn, S dan Se dengan suhu yang tinggi hingga 600⁰C. Bahan yang dipanaskan dengan suhu tinggi akan melebur kemudian setelah dingin akan membentuk suatu padatan. Selama proses pendinginan atom-atom akan menata posisinya.

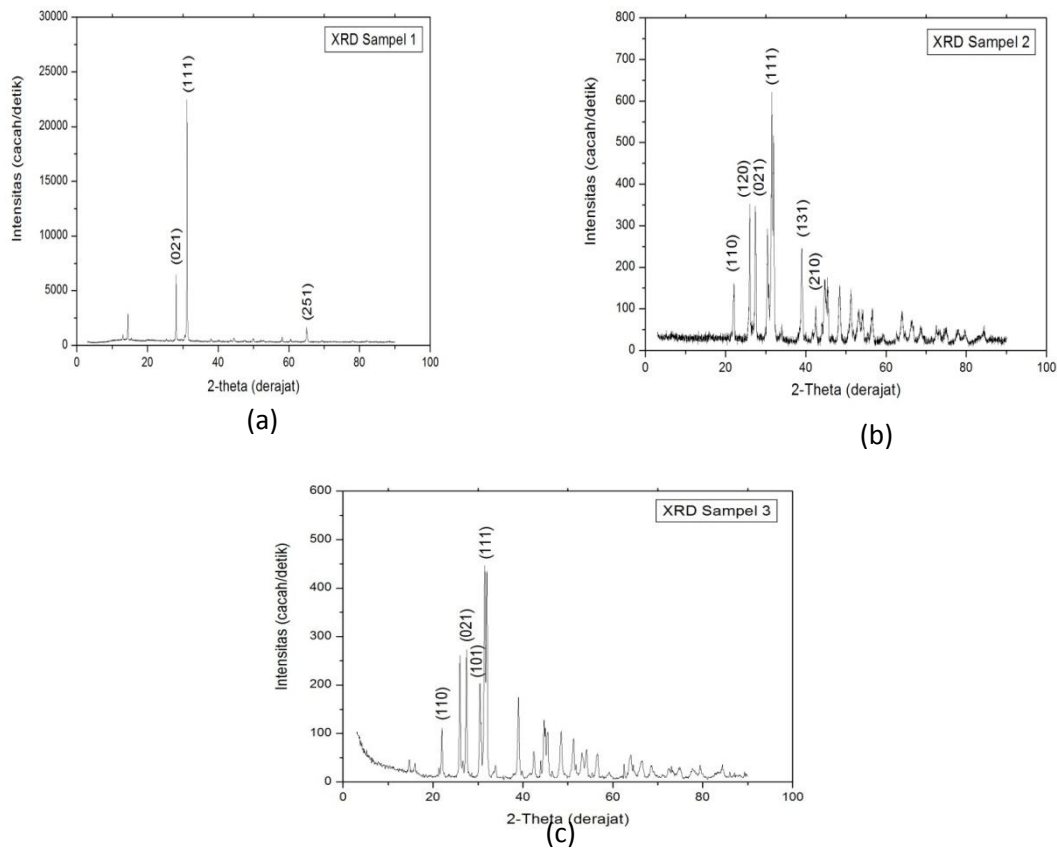
Pada penelitian ini dilakukan 2 tahap preparasi, yang pertama pemanasan bahan pada suhu rendah dengan suhu maksimal 250⁰C dan yang kedua adalah proses pemanasan bahan pada suhu tinggi 600⁰ C . Untuk dapat melihat alur pemanasan yang akan menghasilkan kualitas kristal terbaik, maka proses penumbuhan kristal dilakukan dengan tiga alur pemanasan pada suhu tinggi yang berbeda. Perbedaan mendasar tiga alur pemanasan pada suhu tinggi adalah: Alur pemanasan sampel 1 dipanaskan dari suhu lingkungan 28⁰C-250⁰C selama 120 menit setelah konstan selama 120 menit, temperatur dinaikan pada suhu 550⁰ C selama 300 menit setelah konstan selama 300 menit, kemudian suhu furnace di turunkan hingga 28⁰C selama 550 menit. Alur pemanasan sampel 2 dipanaskan dari suhu lingkungan 28⁰C-250⁰ C selama 120 menit setelah konstan selama 120 menit, temperatur dinaikan pada suhu 600⁰ C selama 300 menit setelah konstan selama 300 menit, suhu furnace di turunkan hingga 28⁰ C selama 565 menit. Alur pemanasan sampel 3 dipanaskan dari suhu lingkungan 28⁰C-250⁰ C selama 120 menit setelah konstan selama 120 menit, temperatur dinaikan pada suhu 500⁰ C selama 300 menit setelah konstan selama 300 menit, suhu furnace di turunkan hingga 28⁰ C selama 535 menit.

Karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction) dipergunakan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada massif atau ingot hasil pemanasan bahan paduan Sn(S_{0,8}Se_{0,2}) Data yang didapatkan berupa difraktogram, yaitu grafik hubungan antara sudut hamburan (2θ) dan intensitas (I) puncak spectrum. Setelah di lakukan XRD dapat diketahui jarak antara bidang (dhkl).

Cara kerja XRD adalah apabila sinar-X monokromatis mengenai material yang berupa Kristal, kemudian akan terjadi fenomena difraksi gelombang yang berjarak d dan sudut 2θ yang memenuhi hukum difraksi Bragg. Analisis XRD dilakukan pada sampel massif hasil

pemansan bahan paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$. Hasil XRD berupa difaktogram di tunjukan Gambar 7 berikut ini.



Gambar 7. Difaktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ (a). Sampel I, (b). Sampel II dan (c). Sampel III.

Selanjutnya dengan membandingkan data hasil XRD dengan data JCPDS terdapat kesamaan intensitas yang muncul pada sudut-sudut tertentu yang merupakan karakteristik dari Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ Dari kesesuaian data tersebut, nilai-nilai indeks bidang kristal (hkl) dapat diketahui. Kesesuaian data tersebut disajikan pada tabel gambar 5 berikut ini.

Tabel 5 Perbandingan data penelitian sampel SnS dengan data JCPDS SnS

	2θ alur pemanasan ke			2q JCPDS	hkl
	I	II	III		
1.		22,023	21,980	22,010	110
2.	28,0506	27,426	27,456	27,471	201
3.	31,1399	31,498	31,960	31,970	040
4.		38,979	39,020	39,044	131
5.			48,500	48,507	211
6.	65,0236			64,194	251

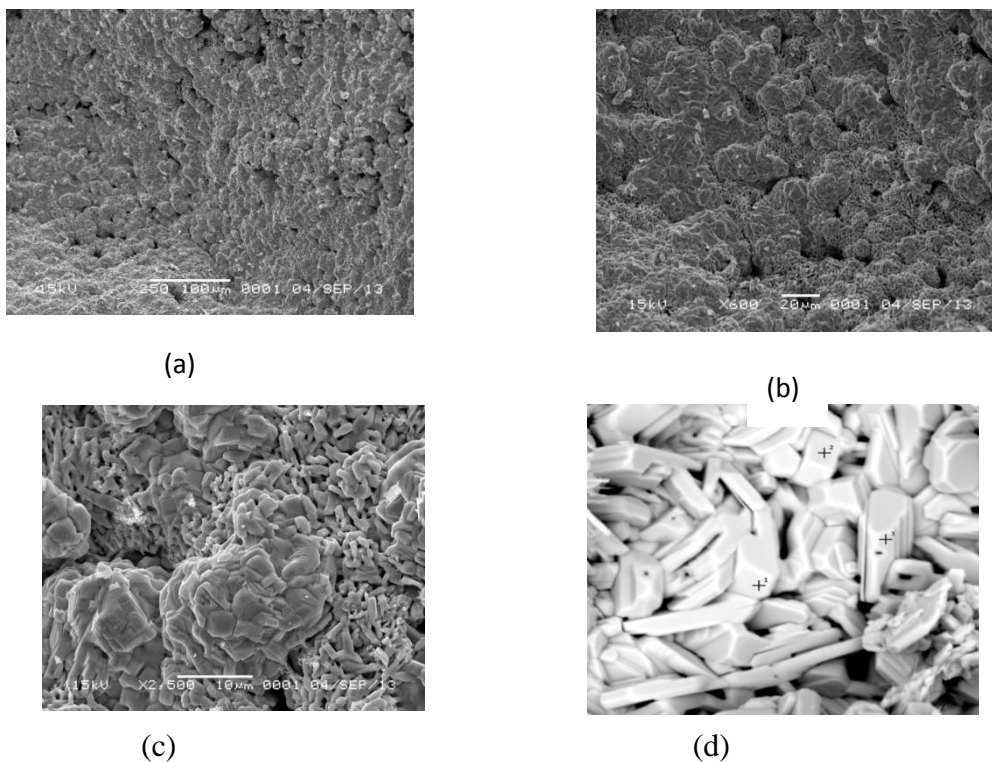
Berdasarkan hasil karakterisasi dengan XRD dimana terdapat puncak-puncak difraksi, kemudian dapat dihitung seperti pada teori dan diperoleh parameter kisi seperti tampak pada tabel 6 berikut ini.

Tabel 6. Perbandingan parameter kisi Kristal SnSe pada sampel I , II dan III terhadap JCPDS SnSe

Parameter kisi	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3	JCPDS SnSe
a	4,181 Å	4,322 Å	4,330 Å	4,329 Å
b	11,4749 Å	11,4790 Å	11,0732 Å	11,1923 Å
c	3,8160 Å	3,9944 Å	3,9839 Å	3,9838 Å

Struktur morfologi Sn(S_{0,8}Se_{0,2})

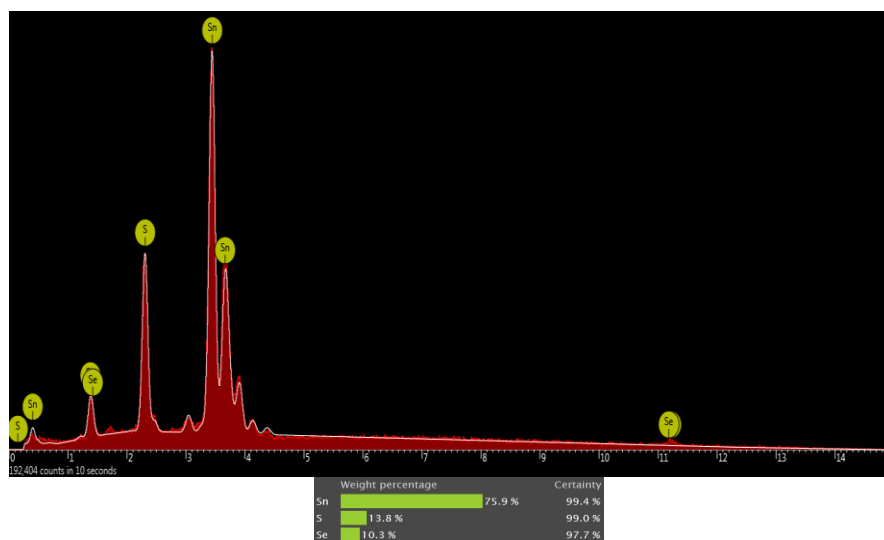
Karakterisasi menggunakan SEM (scanning Electron Microscopi) untuk mengetahui permukaan morfologi ingot Sn(S_{0,8}Se_{0,2}). Hasil dari SEM dapat dilihat di gambar 8. Bentuk morfologi dari permukaan Sn(S_{0,8}Se_{0,2}) diperoleh dari penangkapan dan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh sampel tersebut ketika pada sampel ditembak dengan berkas elektron.



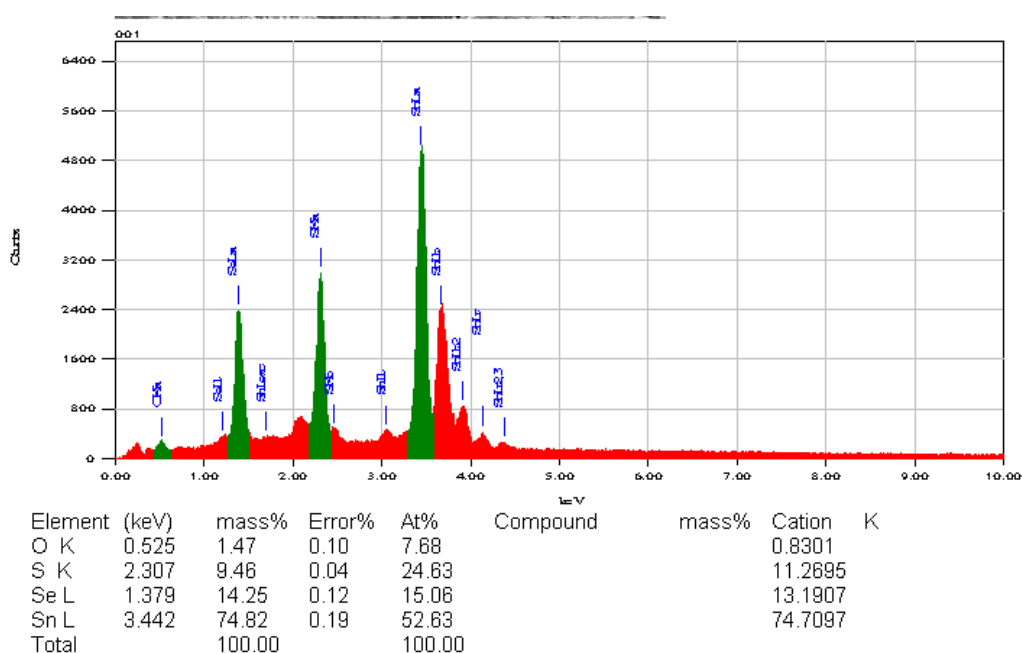
Gambar 8. Foto morfologi permukaan bahan Sn(S_{0,8}Se_{0,2}) hasil SEM dengan (a) perbesaran 250X, (b) perbesaran 600X, (c) perbesaran 2500X, (d) perbesaran 7100X.

Karakterisasi Komposisi Kimia dengan EDAX

Karakterisasi EDAX dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia kandungan dari unsur-unsur dalam ingot hasil preparasi yaitu unsur Sn, S dan Se. Prinsip dasar EDAX adalah dihasilkannya grafik hubungan antara energi dan intensitas, yang menyatakan hasil spektrum energi sinar-X karakteristik dari bahan yang dikarakterisasi.



Gambar 9. Grafik dan komposisi kimia hasil EDAX ingot $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ sampel I.



Gambar 10. Grafik dan komposisi kimia hasil EDAX ingot $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ sampel II.

Karakterisasi dengan menggunakan EDAX dilakukan setelah hasil preparasi dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Karakterisasi dengan EDAX bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia suatu Kristal. Dari hasil karakterisasi dengan EDAX diperoleh komposisi kimia ingot ditampilkan pada tabel 7 berikut ini.

Tabel 7. Perbandingan konsentrasi dan mol unsur Sn, S dan Se.

Sampel	Konsentrasi Unsur (%)			Perbandingan unsur mol		
	Sn	S	Se	Sn	S	Se
1	75,9	13,8	10,3	1	0,18	0,14
3	52,6	24,63	15,6	1	0,47	0,30

Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa proses yang dilakukan sudah berhasil, yaitu dengan sudah terbentuknya unsur Sn, S dan Se. Namun, dari hasil tersebut dapat pula dilihat bahwa terdapat ketidaksesuaian perbandingan unsur mol unsur Sn, S, dan Se pada kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})$ hasil penelitian dengan teori. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh perbandingan mol Sn, S dan Se yang terlihat pada Tabel 6 tidak sesuai secara teori yaitu Sn, S dan Se adalah 1 : 08 : 0,2 Ketidaksesuaian tersebut dapat disebabkan karena belum terjadi pencampuran yang maksimal antara bahan Sn, S dan Se yang sangat mungkin disebabkan pada pemilihan alur suhu khususnya berkaitan dengan pemilihan besarnya temperatur pada tahap pemanasan.

$\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$

Penumbuhan Kristal

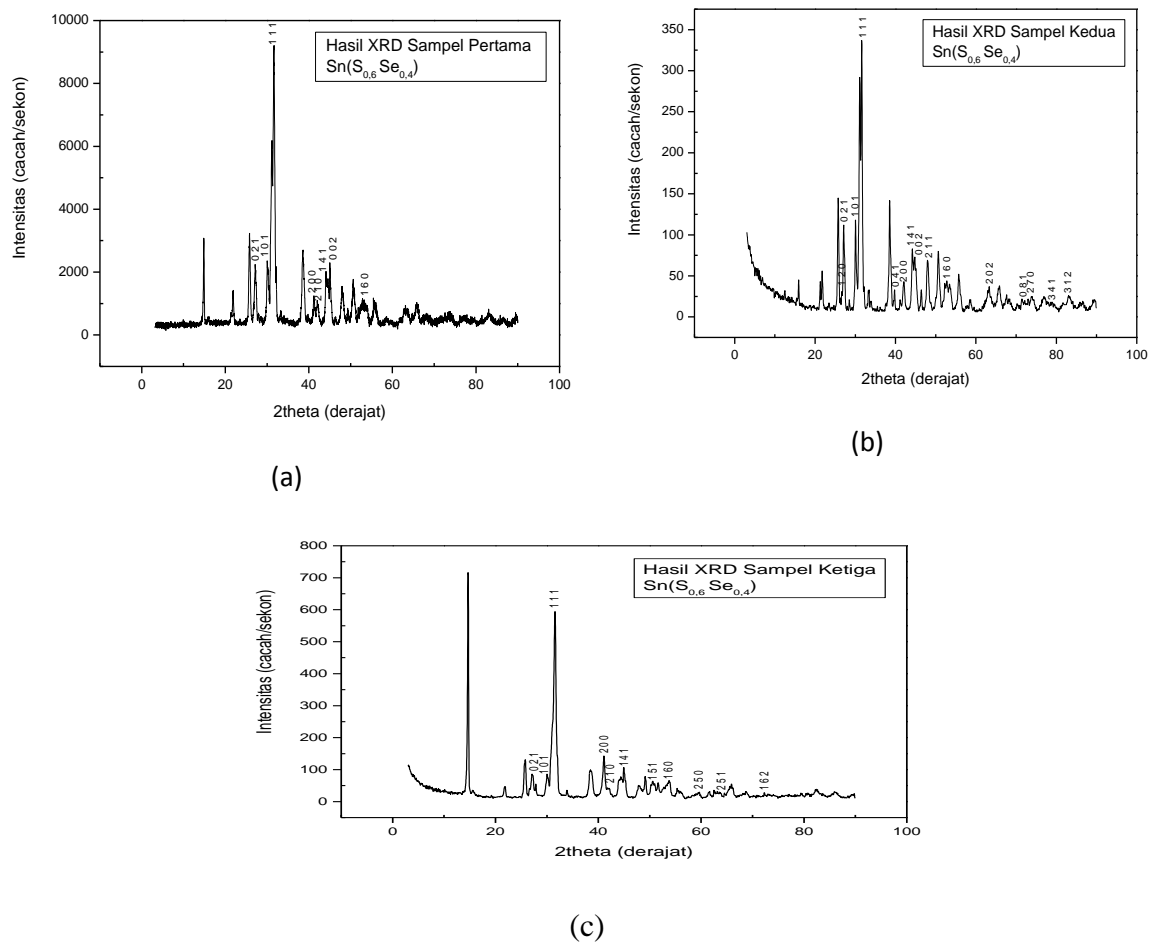
Pada penelitian ini telah menghasilkan tiga buah *ingot* kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ sebagai aplikasi sel surya dengan metode Bridgman. Proses penumbuhan dengan metode ini dilakukan dengan memanaskan bahan Sn, S dan Se dengan perbandingan molar 1 : 0,6 : 0,4 pada suhu 250°C, 500°C, 550°C dan 600°C. Temperatur yang digunakan untuk ketiga sampel dibuat berbeda untuk memperoleh kristal dengan kualitas terbaik.

Proses penumbuhan kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ dilakukan bertujuan untuk menghasilkan kristal dengan paduan bahan dasar Sn, S dan Se yang masing-masing unsur tersebut mempunyai struktur kristal yang berbeda. Sn mempunyai struktur kristal tetragonal, S mempunyai struktur kristal orthorhombik dan Se mempunyai struktur kristal hexagonal. Proses penumbuhan kristal menggunakan metode Bridgman ini menghasilkan tiga buah *ingot* kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ sebagai aplikasi sel surya. Langkah awal dari proses preparasi bahan menggunakan metode Bridgman ini adalah dengan memasukkan tabung *pyrex* yang berisi

paduan bahan Sn, S dan Se yang sebelumnya telah ditimbang dan divakumkan kedalam *furnace* dengan posisi horizontal.

Dalam penelitian ini proses penumbuhan kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ menggunakan tiga alur pemanasan yang berbeda untuk menghasilkan kristal dengan sifat-sifat dan karakterisasi yang terbaik. Alur pemanasan bahan dapat dilakukan berdasarkan titik lebur bahan. Pemanasan bahan tidak dilakukan secara langsung ke titik lebur bahan yang paling tinggi, namun dilakukan secara berkala berdasarkan titik lebur masing-masing bahan tersebut. Alur pemanasan dilakukan dengan variasi temperatur, yaitu 250°C , 500°C , 550°C dan 600°C .

Karakterisasi XRD dilakukan menggunakan sumber $\text{Cu}(\text{K}\alpha)$ dengan panjang gelombang (λ) adalah $1,54060\text{\AA}$. Analisis menggunakan XRD dilakukan pada ketiga sampel yaitu *ingot* hasil pemanasan pada temperatur maksimum 500°C , temperatur maksimum 550°C dan temperatur maksimum 600°C . Data dari ketiga sampel hasil karakterisasi XRD berupa difraktogram yang ditunjukkan oleh Gambar 12.



Gambar 11. Difraktogram hasil preparasi bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ dengan temperatur maksimum 500°C (a) sampel pertama, (b) sampel kedua dan (c) sampel ke tiga

Data hasil analisis XRD yang dapat dinyatakan dalam puncak- puncak difraksi dan kemudian dibandingkan dengan JCPDS untuk mengetahui nilai indeks miller (*hkl*) pada puncak-puncak difraksi yang terbentuk pada difraktogram. Indeks Miller dari suatu kristal sangat diperlukan untuk menentukan harga dari parameter kisi kristal. Nilai parameter kisi kristal dapat dihitung menggunakan metode analitik seperti yang telah dijelaskan pada teori.

Tabel 8. Perbandingan data XRD penelitian Kristal Sn(S_{0,6}Se_{0,4}) Sampel Pertama dengan data JCPDS bahan SnS.

No.	Sn(S _{0,6} Se _{0,4}) Sampel Pertama		JCPDS SnS		Hkl
	2θ(°)	Intensitas	2θ(°)	Intensitas	
1	27,193	88	27,471	65	0 2 1
2	30,072	90	30,472	70	1 0 1
3	31,607	200	31,530	100	1 1 1
4	41,19	59	41,682	3	2 0 0
5	42,03	54	42,504	25	2 1 0
6	44,053	82	44,737	35	1 4 1
7	45,000	75	45,493	50	0 0 2
8	53,49	38	53,439	17	1 6 0

Tabel 9. Perbandingan data XRD penelitian Kristal Sn(S_{0,6}Se_{0,4}) Sampel Kedua dengan data JCPDS bahan SnS.

No.	Sn(S _{0,6} Se _{0,4}) Sampel Kedua		JCPDS SnS		hkl
	2θ(°)	Intensitas	2θ(°)	Intensitas	
1	26,622	15	26,008	50	1 2 0
2	27,082	95	27,471	65	0 2 1
3	30,041	109	30,472	70	1 0 1
4	31,600	327	31,530	100	1 1 1
5	39,505	7	39,328	6	0 4 1
6	41,122	9	41,682	3	2 0 0
7	42,061	31	42,504	25	2 1 0
8	44,800	59	44,737	35	1 4 1

9	45,040	51	45,493	50	0 0 2
10	48,020	59	48,507	45	2 1 1
11	53,460	31	53,439	17	1 6 0
12	63,300	21	63,387	7	2 0 2
13	71,421	11	71,391	6	0 8 1
14	72,925	6	72,741	11	1 6 2
15	73,998	12	73,583	7	2 7 0
16	78,960	5	78,239	9	3 4 1
17	83,021	10	83,029	5	3 1 2

Tabel 10. Perbandingan data XRD penelitian Kristal Sn(S_{0,6}Se_{0,4}) Sampel Ketiga dengan data JCPDS bahan SnS.

No.	Sn(S _{0,6} Se _{0,4}) Sampel Ketiga		JCPDS SnS		hkl
	2θ(°)	Intensitas	2θ(°)	Intensitas	
1	26,584	18	26,008	50	1 2 0
2	27,159	63	27,471	65	0 2 1
3	30,099	63	30,472	70	1 0 1
4	31,580	569	31,530	100	1 1 1
5	41,100	110	41,682	3	2 0 0
6	42,020	27	42,504	25	2 1 0
7	44,979	90	44,737	35	1 4 1
8	51,621	27	51,309	35	1 5 1
9	53,799	47	53,439	17	1 6 0
10	59,640	17	59,338	8	2 5 0
11	64,521	10	64,194	22	2 5 1
12	72,264	11	72,741	11	1 6 2

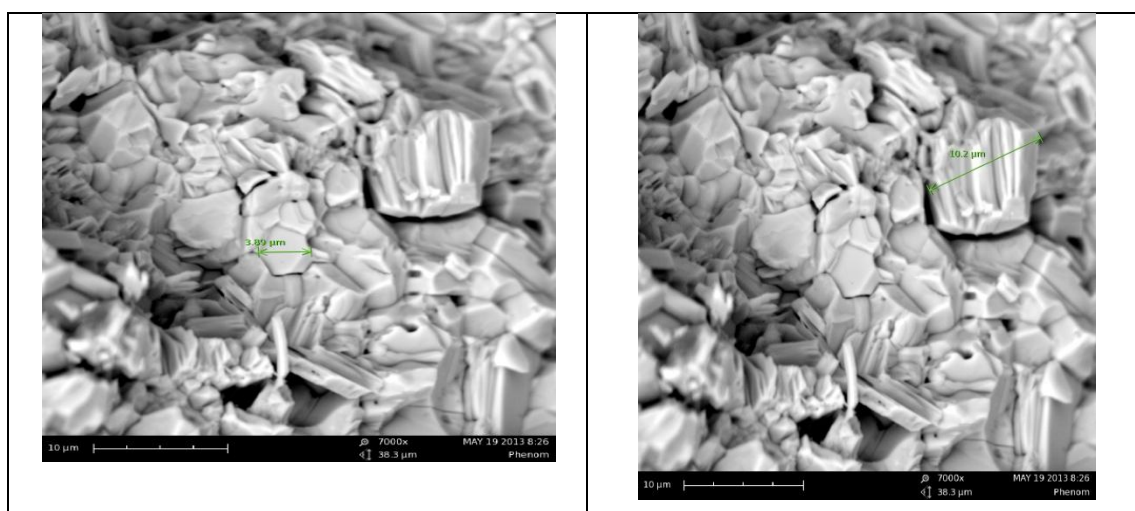
Dari puncak- puncak yang berkaitan dengan indeks Miller dapat dihitung sesuai dengan teori diatas parameter kisi dan hasilnya dapat dilihat pada tabel 11 berikut ini.

Tabel 11. Nilai parameter kisi kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$

Parameter $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$	KisiKristal	Sampel Pertama	Sampel Kedua	Sampel Ketiga	JCPDS SnS
$a(\text{\AA})$		4,37957	4,41112	4,38875	4,3291
$b(\text{\AA})$		11,20715	11,43552	11,32243	11,1923
$c(\text{\AA})$		4,03913	4,02228	4,02547	3,9838

Karakterisasi Struktur Kristal dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Penelitian menggunakan alat SEM digunakan untuk mengetahui struktur morfologi Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$. Hasil dari SEM berupa foto permukaan dari kristal yang terbentuk. Dari hasil foto ini dapat diketahui tingkat homogenitas kristal yang terbentuk. Berikut Gambar 12 yang merupakan gambar hasil karakterisasi permukaan ingot sampel pertama $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ dengan perbesaran 450X dan 7000X.

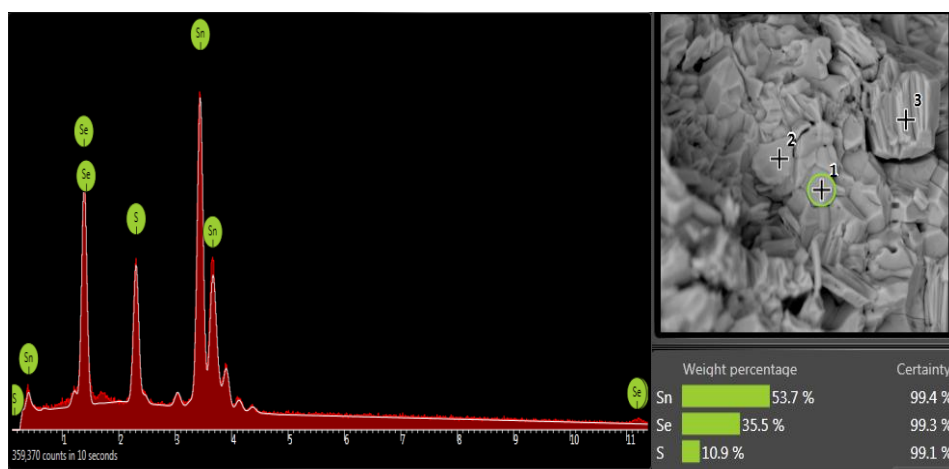


Gambar 12. Foto morfologi permukaan kristal sampel ketiga $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ hasil SEM dengan (a) Perbesaran 450 X, (b) Perbesaran 7000X.

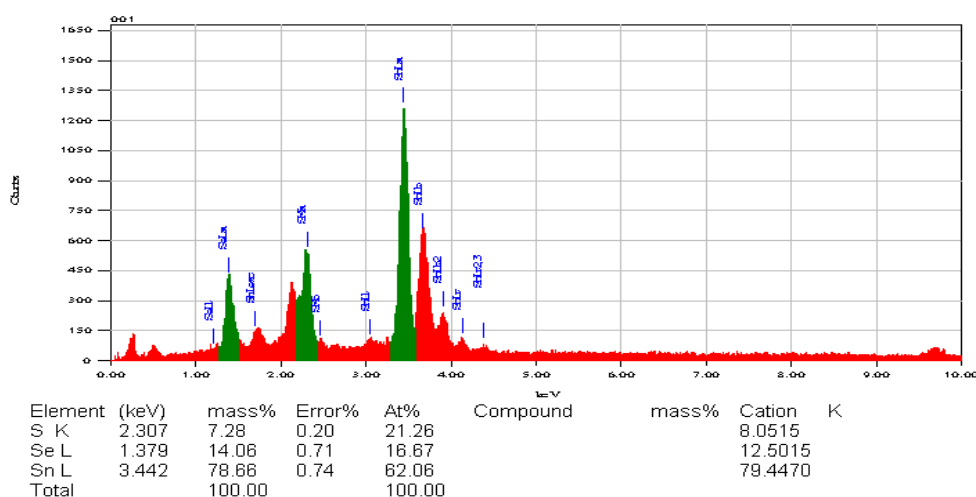
Karakterisasi struktur kristal menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dari permukaan kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6}\text{Se}_{0,4})$ yang telah terbentuk. Hasil dari Sem ini berupa foto morfologi permukaan kristal dengan perbesaran 450X dan 7000X. Dalam gambar terlihat bahwa butiran-butiran (*grain*) yang telah terbentuk dan seragam yang tersebar dengan teratur. Bentuk *grain* yang muncul pada permukaan kristal tersebut bervariasi dan memiliki kisaran ukuran 3,89 μm - 10,2 μm .

Karakterisasi dengan *Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDAX)*.

Penelitian menggunakan alat EDAX digunakan untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung dalam unsur-unsur pada *ingot* hasil preparasi kristal Sn(S_{0,6}Se_{0,4}), yaitu Sn, S dan Se. Hasil EDAX berupa grafik hubungan antara intensitas dengan energi yang menyatakan hasil spectrum energi sinar-x karakteristik dari bahan sampel yang dikarakterisasi. Energi karakteristik sinar-X tersebut yang menunjukkan komposisi kimia yang terkandung dalam kristal Sn(S_{0,6}Se_{0,4}). Hasil karakterisasi menggunakan EDAX ditunjukkan pada Gambar 13.a dan 13.b berikut:



Gambar 13.a. Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal sampel pertama Sn(S_{0,6}Se_{0,4})



Gambar 13.b. Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal sampel kedua Sn(S_{0,6}Se_{0,4})

Karakterisasi Struktur Kristal dengan *Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDAX)*.

Karakterisasi kristal Sn(S_{0,6}Se_{0,4}) dengan menggunakan EDAX bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia bahan kristal tersebut. Data karakterisasi EDAX yang

didapatkan merupakan spektrum yang menunjukkan hubungan antara energi dengan intensitas. Berdasarkan hasil karakterisasi EDAX preparasi kristal yang ditunjukkan pada gambar 13 dan 14, diperoleh komposisi kimia dari *ingot* kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6} \text{Se}_{0,4})$ mengandung unsur *Stannum* (Sn), *Sulfur* (S) dan *Selenium* (Se). Perbandingan persentase komposisi kimia bahan dasarnya dengan molaritas unsur kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6} \text{Se}_{0,4})$ dapat dilihat pada Tabel 11 berikut ini.

Tabel 12. Perbandingan presentase komposisi kimia bahan dengan molaritas unsur Sn, S dan Se pada kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6} \text{Se}_{0,4})$.

Sampel Pertama						Sampel Ketiga					
Komposisi Kimia Unsur (%)			Molaritas Unsur			Komposisi Kimia Unsur (%)			Molaritas Unsur		
Sn	S	Se	Sn	S	Sn	Sn	S	Se	Sn	S	Se
53,7	35,5	10,9	1	0,2	0,7	62,06	21,26	16,67	1	0,3	0,2

Berdasarkan Tabel 12, dapat diketahui bahwa komposisi kimia unsur kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6} \text{Se}_{0,4})$ untuk sampel pertama, yaitu Sn = 53,7 %; S = 35,5 % dan Se = 10,9 % dan memiliki perbandingan molaritas 1 : 0,2 : 0,7. Pada sampel ketiga, yaitu Sn = 62,06 %; S = 21,26 % dan Se = 16,67 % dan memiliki perbandingan molaritas 1 : 0,3 : 0,2. Sedangkan perbandingan molaritas Sn : S : Se pada kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,6} \text{Se}_{0,4})$ secara teori adalah 1 : 0,6 : 0,4. Hasil karakterisasi EDAX tersebut menunjukkan bahwa terjadi perubahan komposisi atom S dan Se. Hal ini disebabkan karena beberapa faktor, terutama pada pemilihan variasi suhu yang sesuai dengan terjadinya reaksi pada setiap atomnya.

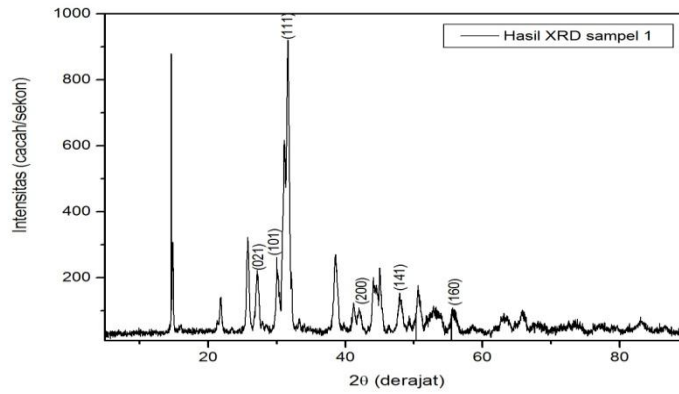
$\text{Sn}(\text{S}_{0,5} \text{Se}_{0,5})$

Hasil penelitian penumbuhan kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,5} \text{Se}_{0,5})$

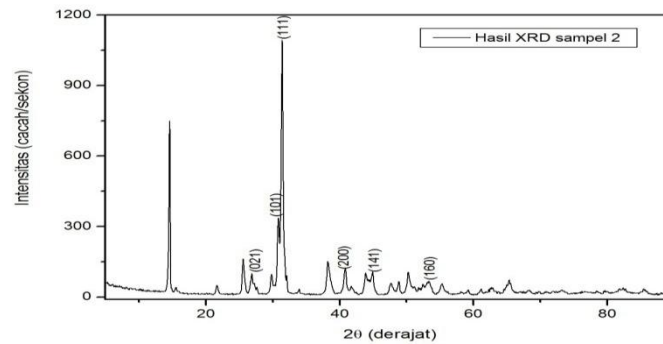
Pada penelitian ini telah dihasilkan tiga buah *ingot* kristal bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,5} \text{Se}_{0,5})$ dengan metode Bridgman untuk aplikasi sel surya. Dalam penelitian ini proses penumbuhan kristal menggunakan metode Bridgman dilakukan dengan memanaskan bahan Sn, S dan Se dan perbandingan molnya adalah 1 : 0,5 : 0,5 pada suhu 250°C dan 600°C.

XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan parameter kisi yang terbentuk pada *ingot* atau *massif* hasil pemanasan bahan paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,5} \text{Se}_{0,5})$. Data yang dihasilkan berupa difraktogram, yaitu grafik hubungan antara Intensitas (*I*) puncak spektrum dengan sudut hamburan (2θ). Karakterisasi XRD dilakukan menggunakan sumber Cu dengan

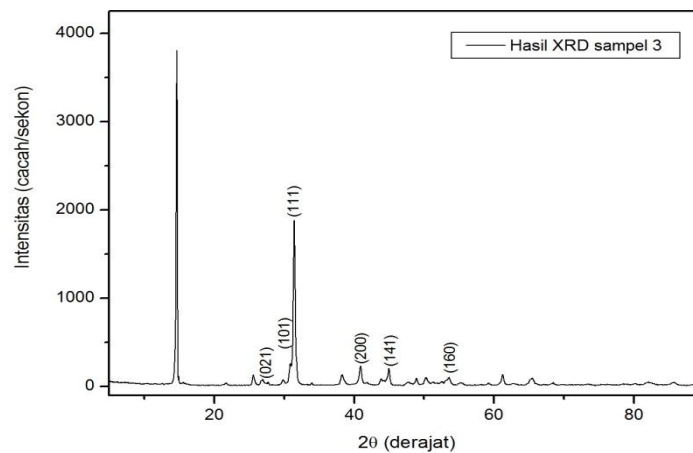
panjang gelombang (λ) adalah 1,54056 Å. Parameter yang digunakan XRD adalah tegangan operasi 32 kV, arus 20 mA, dan pada rentang sudut $2\theta = 3^0$ - 90^0 dan jarak step 0,02. Dari hasil karakterisasi struktur kristal dengan XRD didapatkan difraktogram yang ditunjukkan pada gambar 14.



(a) pola alur pemanasan 1



(b) pola alur pemanasan 2



(c) pola alur pemanasan 3

Gambar 14. Difraktogram *ingot* Sn(S_{0.5}Se_{0.5}) hasil preparasi dengan metode Bridgman

Untuk mengetahui nilai indeks miller (*hkl*) pada puncak-puncak difraksi yang terbentuk pada difraktogram maka dilakukan perbandingan data hasil karakterisasi XRD dengan data standar JCPDS. Dari perbandingan tersebut terdapat kesamaan intensitas yang muncul pada sudut-sudut tertentu yang merupakan karakteristik dari kristal Sn(S_{0,5}Se_{0,5}). Perbandingan data XRD dengan data JCPDS masing-masing sampel ditunjukkan pada Tabel sebagai berikut:

Tabel 13. Perbandingan data penelitian alur pemanasan 1 preparasi bahan dengan data JCPDS SnS

No.	Sn(S _{0,5} Se _{0,5}) Hasil Pemanasan 1		JCPDS SnS		hkl
	2θ (°)	I relatif	2θ (°)	I relatif	
1	27,762	48	27,471	65	0 2 1
2	30,974	190	30,472	70	1 0 1
3	31,531	208	31,530	100	1 1 1
4	41,851	66	41,682	3	2 0 0
5	44,000	96	44,737	35	1 4 1
6	53,530	45	53,439	17	1 6 0

Tabel 14. Perbandingan data penelitian alur pemanasan 2 preparasi bahan dengan data JCPDS SnS

No.	Sn(S _{0,5} Se _{0,5}) Hasil Pemanasan 2		JCPDS SnS		hkl
	2θ (°)	I relatif	2θ (°)	I relatif	
1	27,641	2,7	27,471	65	0 2 1
2	30,840	26,7	30,472	70	1 0 1
3	31,420	100	31,530	100	1 1 1
4	41,721	3,1	41,682	3	2 0 0
5	44,940	9,0	44,737	35	1 4 1
6	53,359	4,9	53,439	17	1 6 0

Tabel 15. Perbandingan data penelitian alur pemanasan 3 preparasi bahan dengan data JCPDS SnS

No.	Sn(S _{0,5} Se _{0,5}) Hasil Pemanasan 3		JCPDS SnS		hkl
	2θ (°)	I relatif	2θ (°)	I relatif	
1	27,700	1,0	27,471	65	0 2 1
2	30,920	6,0	30,472	70	1 0 1
3	31,440	48,8	31,530	100	1 1 1
4	40,920	5,4	41,682	3	2 0 0
5	44,980	5,1	44,737	35	1 4 1
6	53,560	2,3	53,439	17	1 6 0

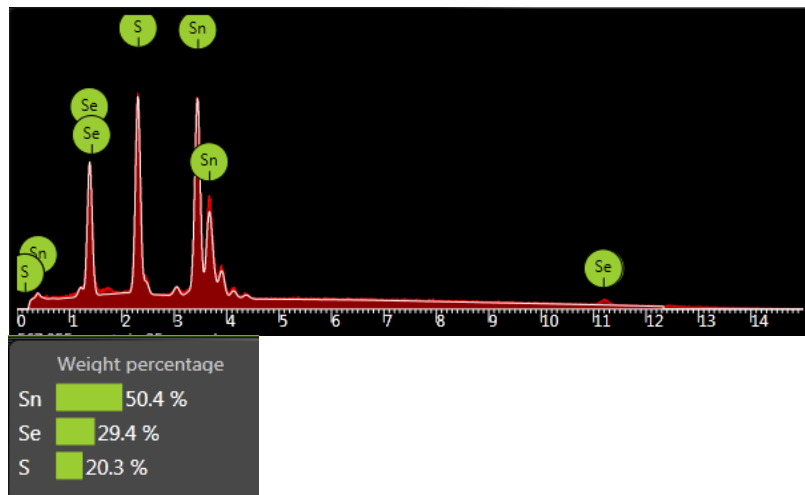
Berdasarkan tabel data tersebut terdapat 6 puncak yang sesuai. Struktur kristal menunjukkan struktur Orthorombik. Nilai parameter kisi dari kristal semikonduktor Sn(S_{0,5}Se_{0,5}) yang terbentuk dapat dihitung dengan metode *cohen* (lampiran). Untuk sampel 1 diperoleh harga parameter kisi $a=4,3134 \text{ \AA}$, $b=11,1793 \text{ \AA}$, $c=3,9221 \text{ \AA}$. Sampel 2 diperoleh harga parameter kisi $a=4,3055 \text{ \AA}$, $b=11,2125 \text{ \AA}$, $c=3,9418 \text{ \AA}$. Dan sampel 3 diperoleh harga parameter kisi $a=4,4072 \text{ \AA}$, $b=11,1289 \text{ \AA}$, $c=3,9441 \text{ \AA}$. Parameter tersebut dapat dinyatakan dalam bentuk tabel 16 berikut ini.

Tabel 16. Parameter ketiga sampel Sn(S_{0,5}Se_{0,5})

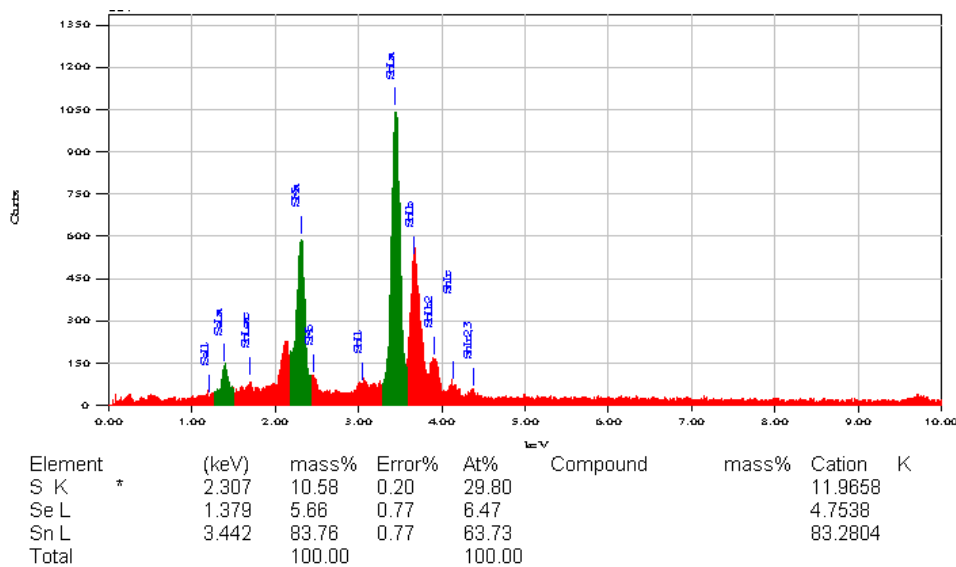
Parameter Kisi Kristal Sn(S _{0,5} Se _{0,5})	Sampel Pertama	Sampel Kedua	Sampel Ketiga	JCPDS SnS
$a(\text{\AA})$	4,3134	4,3055	4,4072	4,3291
$b(\text{\AA})$	11,1793	11,2125	11,1289	11,1923
$c(\text{\AA})$	3,9221	3,9418	3,9441	3,9838

Karakterisasi komposisi kimia *ingot* Sn(S_{0,5}Se_{0,5}) dengan EDAX

EDAX digunakan untuk mengetahui komposisi kimia dari preparasi bahan semikonduktor Sn(S_{0,5}Se_{0,5}) yang terbentuk. Hasil analisis EDAX berupa grafik hubungan antara intensitas dengan energi yang menyatakan hasil spectrum energi sinar-x karakteristik dari bahan sampel yang dikarakterisasi. Pada penelitian ini karakterisasi EDAX dilakukan pada sampel alur pemanasan 1 dan 2. Hasil analisis EDAX ditunjukkan pada Gambar 14:



(a) alur pemanasan 1



(b) alur pemanasan 2

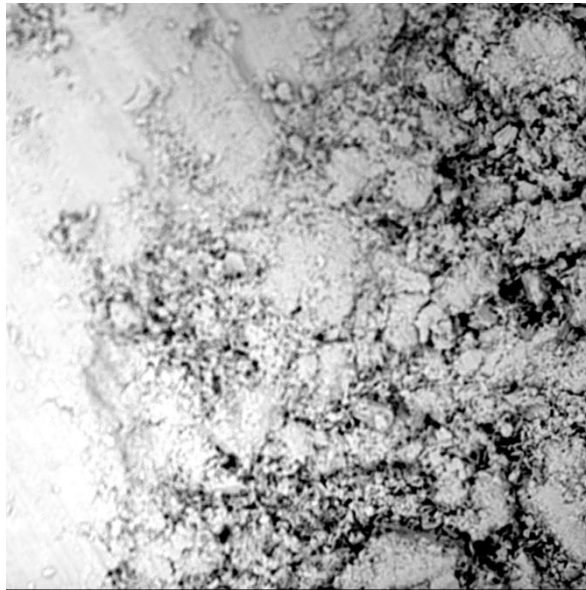
Gambar 15. Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX *ingot* Sn(S_{0.5}Se_{0.5})

Berdasarkan hasil analisis EDAX pada alur pemanasan 1 diketahui bahwa perbandingan persentase komposisi kimia bahan dasarnya, yaitu unsur Sn = 50,4%; S = 20,3%; Se = 29,4%. Persentase tersebut menunjukkan perbandingan mol Sn : S : Se adalah 1 : 0,4 : 0,5. Pada alur pemanasan 2 Sn = 63,73%; S = 29,80%; Se = 6,47% dan perbandingan mol Sn : S : Se adalah 1 : 0,5 : 0,1. Sedangkan menurut teori Sn : S : Se adalah 1 : 0,5 : 0,5. Hasil yang diperoleh memiliki ketidaksesuaian dengan teori, hal tersebut dapat disebabkan pada saat tahap

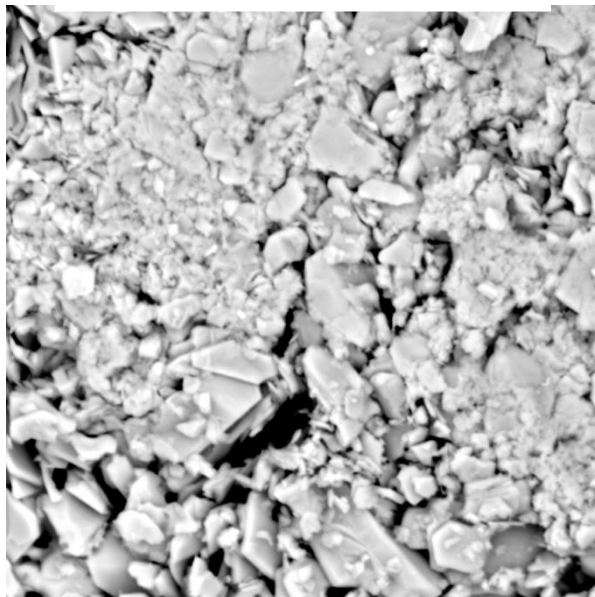
persiapan preparasi faktor tekanan vakum yang belum mencapai tekanan optimal dan perlu dilakukan pemanasan dimulai pada suhu di sekitar titik lebur Sulfur.

Karakterisasi morfologi permukaan *ingot* Sn(S_{0.5}Se_{0.5}) dengan SEM

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan *ingot* Sn(S_{0.5}Se_{0.5}). Hasil analisis SEM berupa foto permukaan dari kristal yang terbentuk. Pada penelitian ini karakterisasi SEM hanya dilakukan pada sampel alur pemanasan 1 dan 2. Berikut gambar hasil karakterisasi sampel alur pemanasan 1:

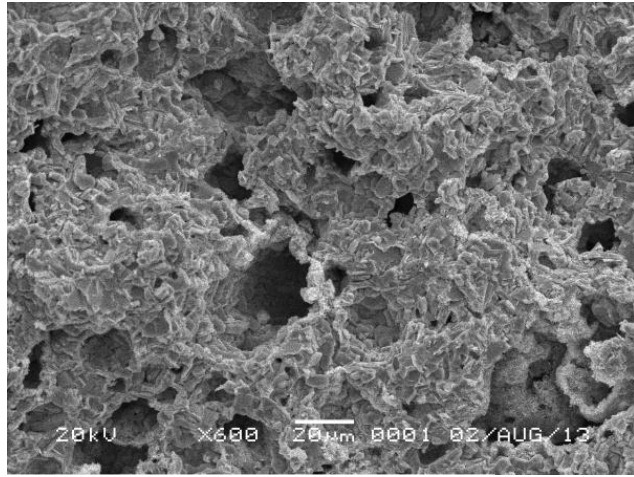


(a) Perbesaran 800x

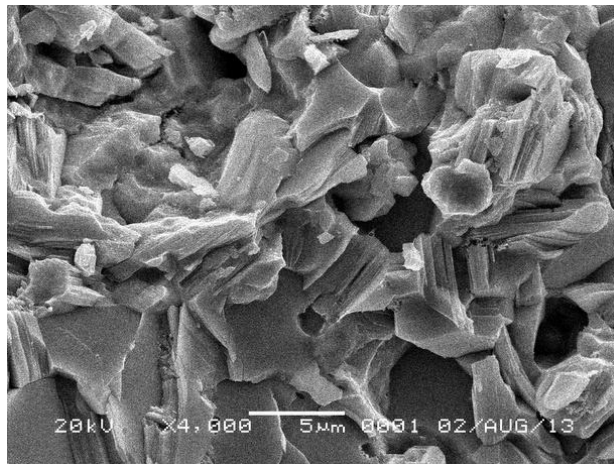


(b) Perbesaran 7000x

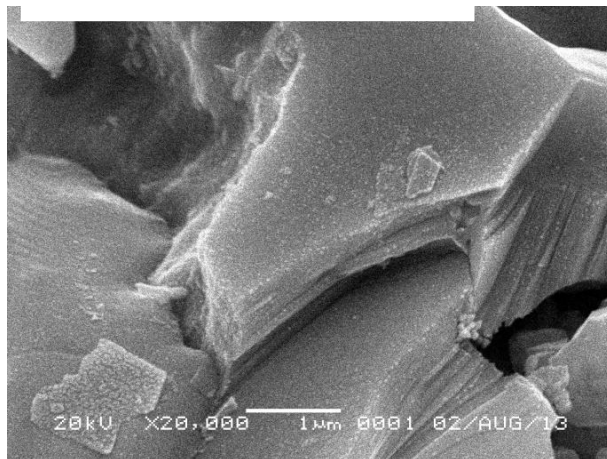
Gambar 16. Hasil Foto morfologi permukaan *ingot* Sn(S_{0.5}Se_{0.5}) dengan SEM untuk alur pemanasan 1



(a) Perbesaran 600x



(b) Perbesaran 4000x



(c) Perbesaran 20000x

Gambar 17. Hasil Foto morfologi permukaan *ingot* $\text{Sn}(\text{S}_{0.5}\text{Se}_{0.5})$ dengan SEM untuk alur pemanasan 2

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dari *ingot* bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})$. Prinsip dasar SEM adalah sumber yang datang berupa elektron dan yang diamati pola dari elektron tersebut, karena elektron memiliki pola yang bersifat sekunder dan pola yang bersifat balik. Pola sekunder ini maksudnya apabila elektron menumbuk pada target maka dia akan terlepas, jika pola balik target yang ditumbuk akan kembali lagi. Apabila elektron ditembakkan maka akan muncul pola elektron yang sekunder yang akan menggambarkan morfologi permukaan sampai 40.000X. Elektron sekunder ini terjadi dikarenakan adanya interaksi elektron dengan sample.

$\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$

Hasil Penumbuhan Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ dengan Metode Bridgman

Penelitian ini dilakukan untuk memperoleh hasil penumbuhan kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ dengan teknik Bridgman. Hasil preparasi bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ merupakan langkah awal untuk aplikasi sel surya. Dalam penelitian ini proses penumbuhan kristal menggunakan Teknik Bridgman dilakukan dengan memanaskan bahan Sn, S dan Se. Perbandingan molnya adalah 1 : 0,4 : 0,6 pada temperatur tinggi yaitu 500°C, 550°C dan 600°C. Bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ merupakan hasil paduan dari bahan golongan IV dan golongan VI di mana Sn, S dan Se masing-masing unsur memiliki struktur kristal yang berbeda, yaitu Sn memiliki struktur tetragonal, S memiliki struktur orthorombik dan Se memiliki struktur hexagonal. Bahan yang dipanaskan pada temperatur tinggi akan melebur dan setelah dingin akan menjadi padatan.

Pada proses pendinginan, atom-atom akan mengatur posisinya. Jika atom tersusun teratur dan dalam waktu yang panjang maka akan terbentuk kristal. Namun jika atom tersusun tidak teratur maka akan terbentuk *amorf*. Kristal yang terbentuk dalam penumbuhan bahan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ adalah *ingot* atau *massif*. Hasil *ingot* yang diperoleh dalam proses preparasi bahan paduan semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ secara kasat mata warna dari ketiga unsur tersebut terlihat hampir sama yaitu berwarna abu-abu kehitaman. Oleh karena itu, diperlukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui struktur kristal, *Scanning Electron Microscopy* untuk mengetahui morfologi permukaan kristal, dan *Energy Dispersive Analysis X-Ray* untuk mengetahui komposisi kimia.

Struktur Kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ dengan XRD

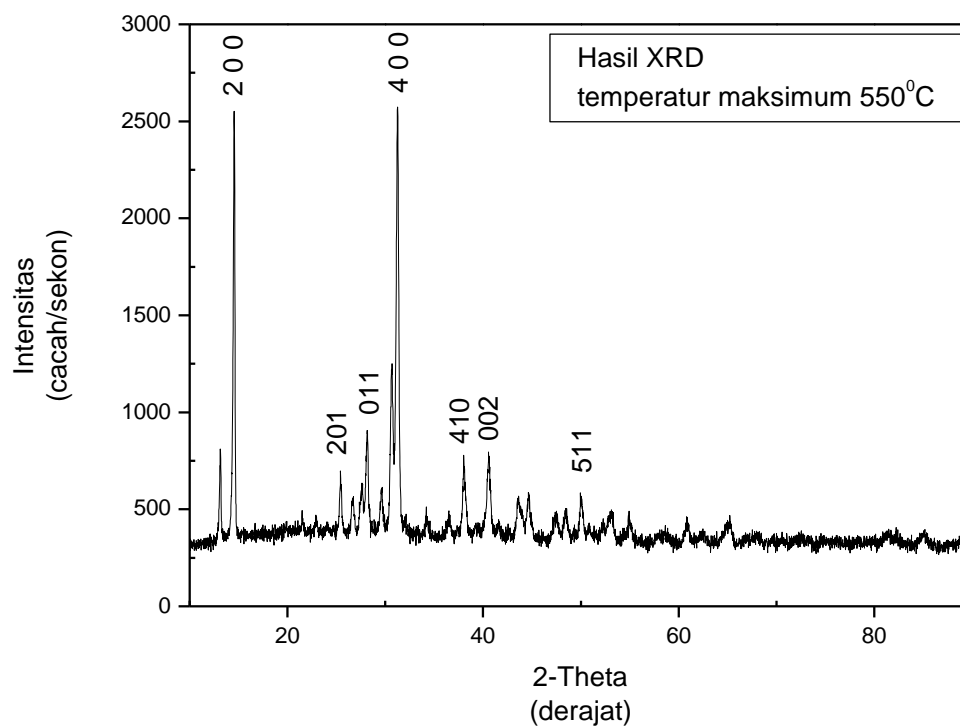
XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan parameter kisi yang terbentuk pada *massif* hasil pemanasan bahan paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$. Data yang dihasilkan berupa

difraktogram yaitu grafik hubungan antara intensitas (I) puncak spektrum dan sudut difraksi (2θ). Setelah dilakukan analisis XRD dapat diketahui jarak antar bidang (d_{hkl}).

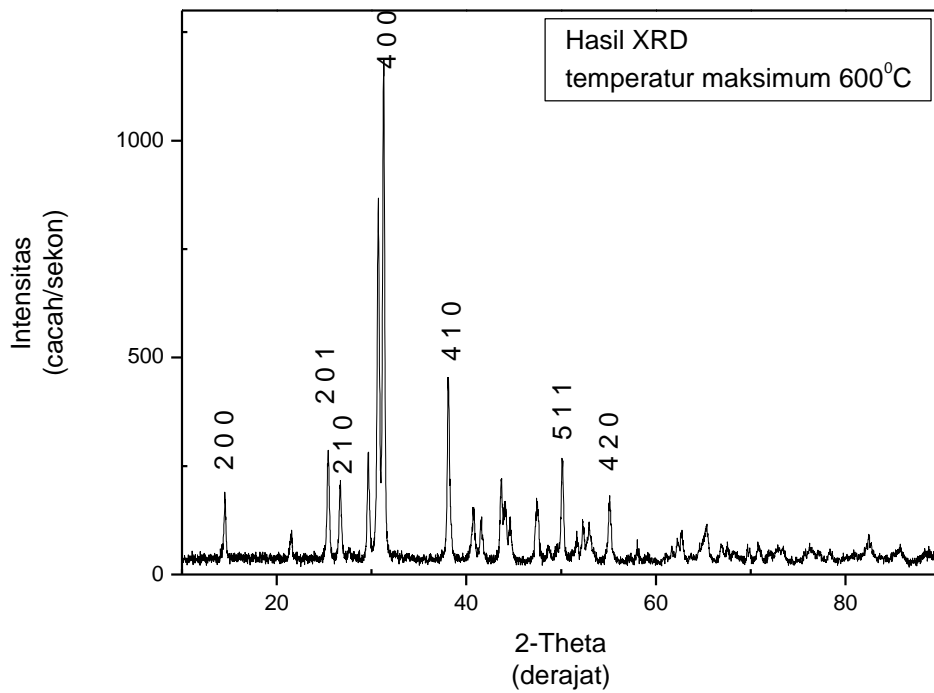
Cara kerja XRD diawali dengan menempatkan sampel pada pemegang stasioner, kemudian sinar-x dikenakan pada sampel dengan panjang gelombang tertentu. Setelah sinar-x dikenakan pada sampel terjadi fenomena difraksi gelombang untuk bidang yang berjarak d dan sudut (2θ) yang memenuhi hukum difraksi Bragg. Analisis menggunakan XRD dilakukan pada ketiga sampel yaitu *massif* hasil pemanasan pada temperatur maksimum 500°C , 550°C dan 600°C .

Karakterisasi XRD dilakukan menggunakan sumber Cu dengan panjang gelombang (λ) adalah $1,54056 \text{ \AA}$. Parameter yang digunakan XRD adalah tegangan operasi 40 kV, arus 30 mA dan pada rentang sudut $2\theta = 3,00^{\circ}-90,00^{\circ}$. Kemudian dengan menggunakan *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) dapat ditentukan indeks miller (hkl) dari kristal yang mempunyai puncak-puncak hasil XRD.

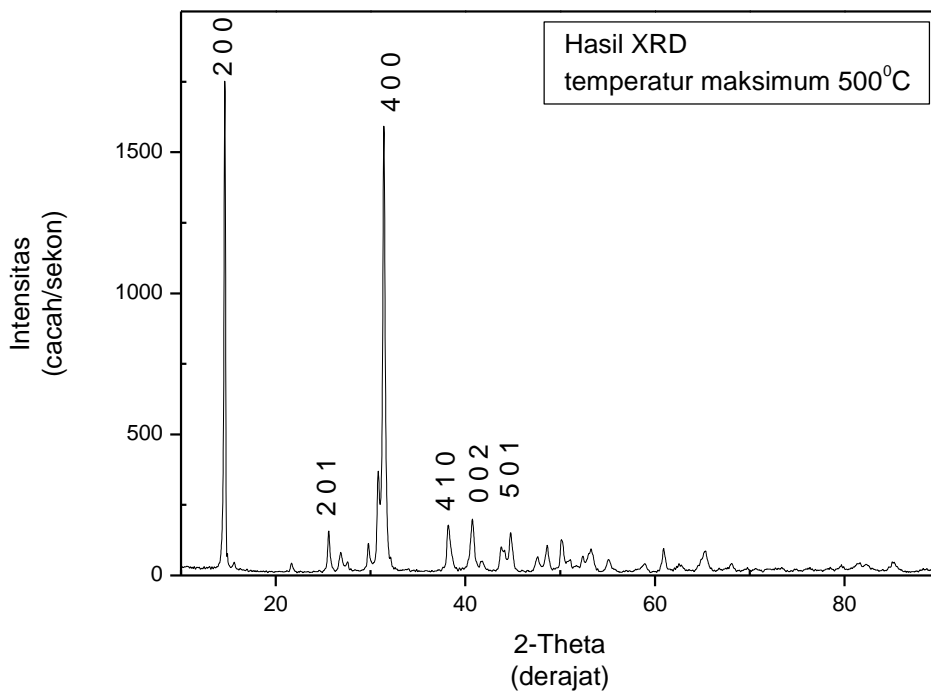
Data hasil XRD dari tiga sampel pemanasan I, II dan III berupa difraktogram yang ditunjukkan oleh Gambar 18, Gambar 19 dan Gambar 20.



Gambar 18. Difraktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada Alur Pemanasan I



Gambar 19. Difraktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada Alur Pemanasan II



Gambar 20. Difraktogram $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada Alur Pemanasan III

Dengan membandingkan data hasil karakterisasi XRD dengan data standar JCPDS, dapat diketahui bahwa kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ yang terbentuk merupakan kristal dengan struktur kristal *orthorombic*.

Perbandingan data hasil analisis XRD dan data JCPDS untuk mengetahui nilai indeks miller (*hkl*) pada puncak-puncak difraksi yang terbentuk pada difraktogram. Perbandingan data XRD dengan data JCPDS ditunjukkan pada Tabel 17 berikut ini.

Tabel 17. Perbandingan data XRD penelitian kristal Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) dengan data JCPDS bahan SnSe.

Peak	Sn(S _{0,4} Se _{0,6}) hasil pemanasan I		Sn(S _{0,4} Se _{0,6}) hasil pemanasan II		Sn(S _{0,4} Se _{0,6}) hasil pemanasan III		JCPDS SnS dan SnSe		hkl
	2θ (°)	I relatif	2θ (°)	I relatif	2θ (°)	I relatif	2θ (°)	I relatif	
1.	14,5247	89	14,530	92	14,620	100	15,519	2	200
2.	25,4166	12	25,402	168	25,581	143	25,339	16	201
3.	26,6491	8	26,665	120	26,861	64	26,401	9	210
4.	28,1137	23	29,638	154	29,761	96	29,243	17	011
5.	30,6498	38	30,676	547	30,800	328	30,309	100	111
6.	31,2178	100	31,246	801	31,400	1555	31,344	47	400
7.	38,0267	17	38,087	334	38,200	162	37,768	33	311
8.	40,5493	19	40,75	69	40,740	173	40,470	9	002
9.	44,6179	11	44,528	53	44,780	138	44,570	3	501
10.	50,0097	10	50,104	162	50,140	107	49,860	22	511
11.	54,9510	6	55,12	93	55,120	41	54,309	14	420

Analisis data menggunakan XRD menghasilkan data yang berupa difraktogram yaitu grafik hubungan antara intensitas spektrum kristal Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) dan sudut hamburan 2θ seperti terlihat pada gambar 18 diketahui bahwa sampel Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) dengan pola pemanasan suhu maksimum 550°C mempunyai tiga puncak tertinggi yaitu pada posisi $2\theta = 31,2178$ dengan intensitas sebesar 2427 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 400, pada posisi $2\theta = 14,5247$ dengan intensitas sebesar 1276 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 200, dan pada posisi $2\theta = 30,6498$ dengan intensitas sebesar 545 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 111. Berdasarkan gambar 19, diketahui bahwa sampel Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) dengan pola pemanasan suhu maksimum 600°C mempunyai tiga puncak tertinggi yaitu pada posisi $2\theta = 31,246$ dengan intensitas sebesar 801 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 400, pada posisi $2\theta = 30,676$ dengan

intensitas 547 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 111, dan pada posisi $2\theta = 38,087$ dengan intensitas sebesar 334 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 410. Berdasarkan gambar 20, diketahui bahwa sampel Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) dengan pola pemanasan suhu maksimum 500°C mempunyai tiga puncak tertinggi yaitu pada posisi $2\theta = 14,620$ dengan intensitas sebesar 1724 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 200, pada posisi $2\theta = 31,400$ dengan intensitas 1555 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 400, dan pada posisi $2\theta = 30,800$ dengan intensitas sebesar 328 cps dan indeks miller (*hkl*) adalah 111.

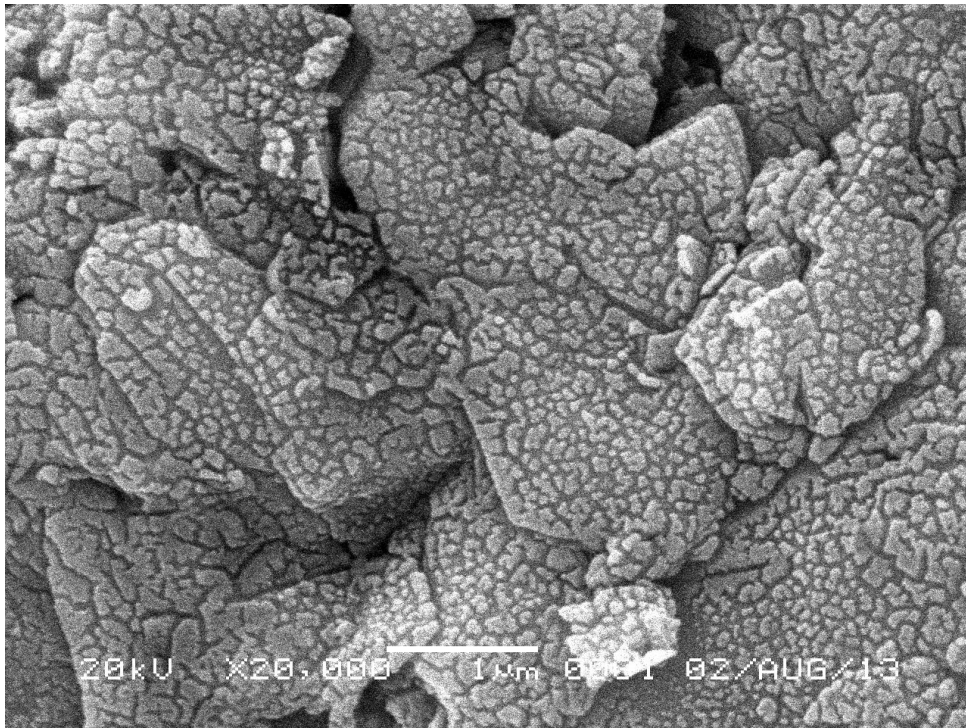
Data yang berupa *difraktogram* dan jarak antar bidang d_{hkl} , kemudian dibandingkan dengan JCPDS sehingga dapat diketahui indeks miller dari setiap puncak yang bersesuaian. Spabila dibandingkan data XRD dengan JCPDS, dapat diketahui bahwa kristal semikonduktor Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) yang terbentuk memiliki struktur *orthorhombic*. Parameter kisi a, b dan c dapat dihitung menggunakan perhitungan metode *cohen* yang terdapat pada teori. Nilai parameter kisi a, b dan c serta perbandingan dengan JCPDS dapat dilihat pada Tabel 18.

Tabel 18. Perbandingan parameter kisi kristal semikonduktor Sn(S_{0,4}Se_{0,6}) sampel I, II, III dan JCPDS dengan metode *cohen*

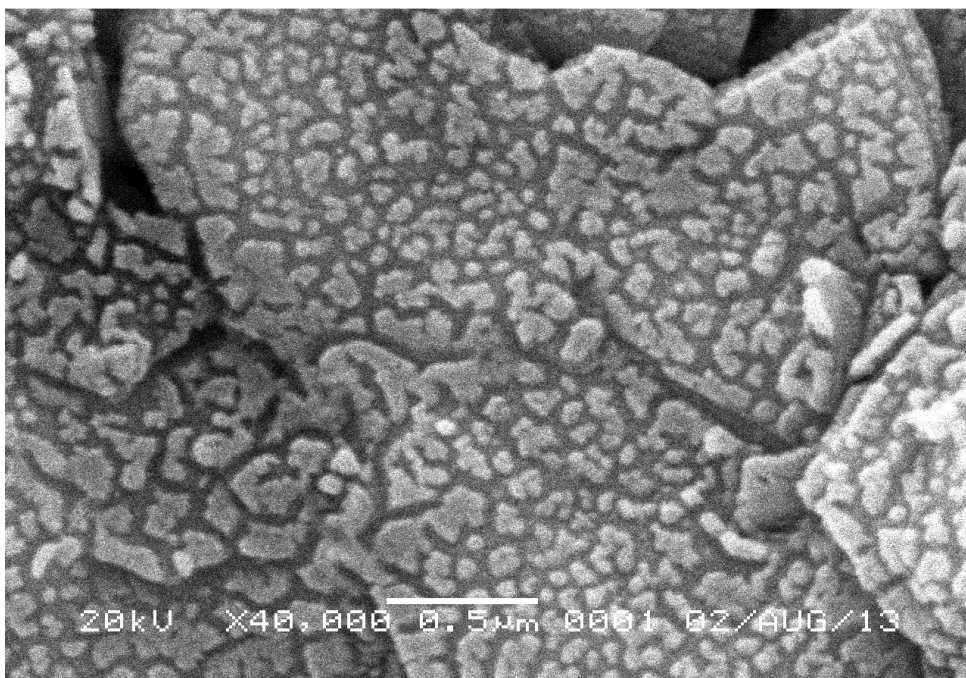
Subyek	Parameter kisi			Struktur kristal
	a	b	C	
550°C	11,36 Å	4,19 Å	4,44 Å	<i>Orthorombic</i>
600°C	11,44 Å	4,10 Å	4,43 Å	<i>Orthorombic</i>
500°C	11,38 Å	4,10 Å	4,39 Å	<i>Orthorombic</i>
JCPDS	11,42 Å	4,19 Å	4,46 Å	<i>Orthorombic</i>

Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

SEM digunakan untuk mengetahui struktur morfologi kristal Sn(S_{0,4}Se_{0,6}). Hasil analisis SEM berupa foto permukaan dari kristal yang terbentuk. Berikut gambar hasil karakterisasi sampel dengan perbesaran 20.000x dan 40.000x :



Gambar 21. Foto Morfologi Permukaan Kristal Semikonduktor Sn(S_{0.4}Se_{0.6}) hasil SEM dengan perbesaran 20.000x



Gambar 22. Foto Morfologi Permukaan Kristal Semikonduktor Sn(S_{0.4}Se_{0.6}) hasil SEM dengan perbesaran 40.000x

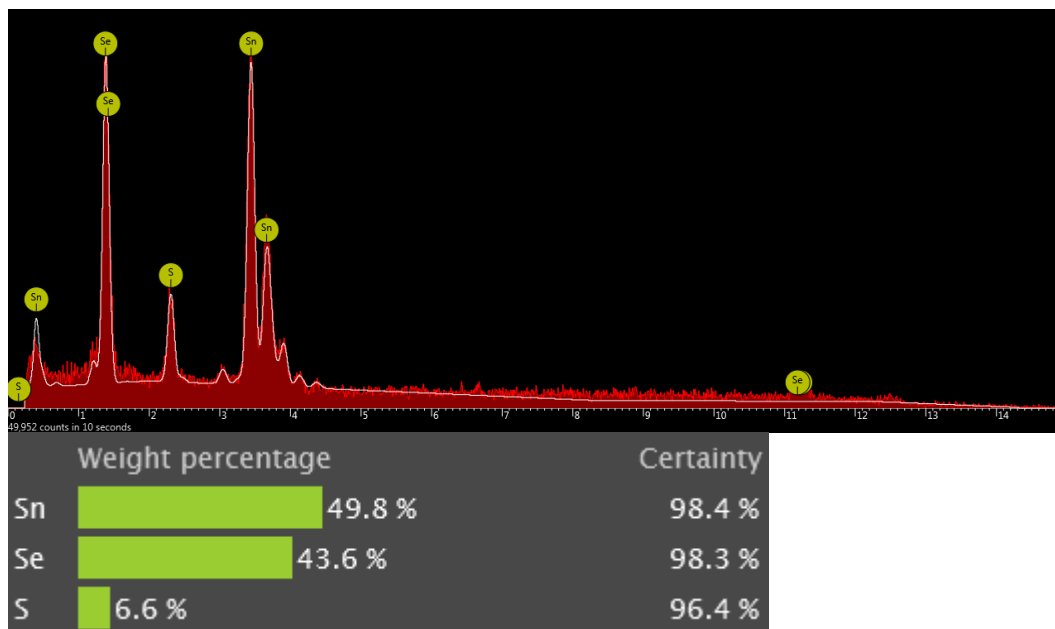
Gambar 21 dan Gambar 22 adalah hasil foto karakterisasi SEM yang menunjukkan bahwa kristal semikonduktor Sn(S_{0.4}Se_{0.6}) sudah terbentuk. Terbentuknya kristal ini ditandai dengan munculnya butiran-butiran (*grain*) berbentuk bulat, kotak yang tersebar homogen

serta periodik. Meskipun demikian, dari gambar nampak terlihat bongkahan-bongkahan besar yang berbentuk runcing dan acak.

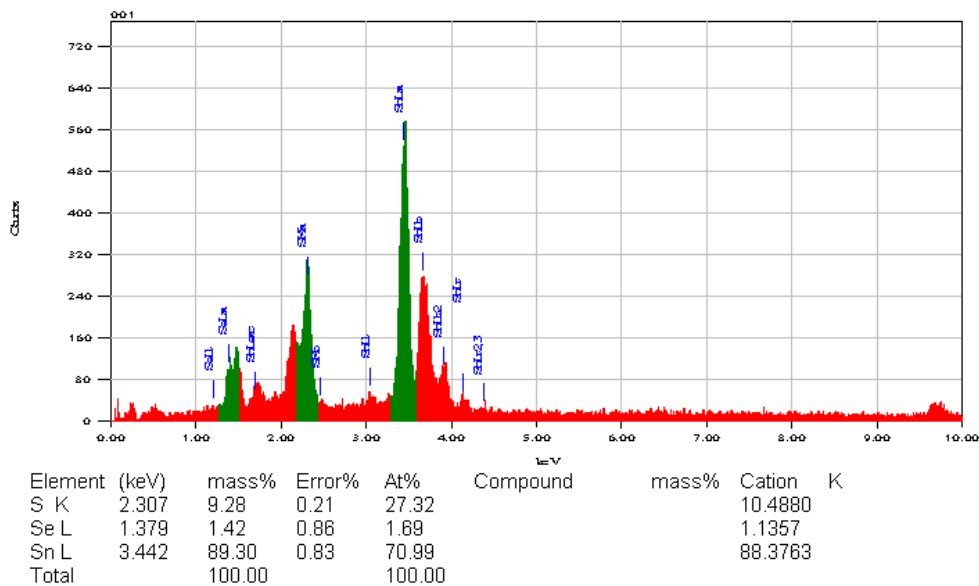
Bentuk morfologi dari permukaan kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ diperoleh dari penangkapan dan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh kristal tersebut. Karakterisasi ini dianalisis menggunakan SEM. Hasil dari SEM berupa foto permukaan dari kristal yang terbentuk. Dari foto yang dihasilkan akan dapat diketahui homogenitas dari kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ yang terbentuk. Dalam gambar tersebut menunjukkan bahwa muncul butiran-butiran (*grain*) berbentuk kotak meruncing, gepeng, dan bulat yang tersebar secara teratur dalam pola tataan tertentu. Struktur atau pola tataan yang teratur dari *grain* ini menunjukkan bahwa kristal semikonduktor hasil preparasi sudah terbentuk. Bentuk *grain* yang muncul pada permukaan kristal tersebut bervariasi dan memiliki ukuran antara $0,1 \mu\text{m} - 0,2 \mu\text{m}$ dengan tekstur permukaan yang cukup halus.

Analisis Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDAX)

EDAX digunakan untuk mengetahui komposisi kimia dari preparasi semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ yang terbentuk. Hasil analisis EDAX berupa grafik hubungan antara intensitas dengan energi yang menyatakan hasil spektrum energi sinar-x karakteristik dari bahan sampel yang dikarakterisasi. Berikut ini hasil analisis EDAX kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada suhu maksimum yang ditunjukkan pada Gambar:



Gambar 23. Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada suhu maksimum 550°C



Gambar 24. Grafik hubungan antara intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ pada suhu maksimum 500°C

Berdasarkan hasil analisis EDAX, diketahui bahwa preparasi semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ mengandung unsur *Stannum* (Sn), *Sulfur* (S) dan *Selenium* (Se). Adapun perbandingan persentase komposisi kimia bahan dasarnya yaitu unsur Sn = 70,99 %; S = 27,32 %; Se = 1,69 %. Persentase tersebut menunjukkan perbandingan molaritas dari unsur-unsur Sn, S dan Se. Tampak pula bahwa jumlah Se berkurang, hal ini kemungkinan diakibatkan oleh adanya unsur lain ikut bereaksi seperti oksigen pada saat proses pemvakuman. Perbandingan molaritas kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ tertera pada Tabel 19. Konsentrasi unsur sebanding dengan molaritas unsur.

Tabel 19. Perbandingan Molaritas Unsur Sn, S dan Se pada Kristal Semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$

Konsentrasi Unsur (%)			Perbandingan mol Unsur		
Sn	S	Se	Sn	S	Se
70,99	27,32	1,69	1	0,4	0,02

Berdasarkan Tabel 17, dapat dilihat bahwa komposisi unsur kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ memiliki perbandingan molaritas 1 : 0,4 : 0,02. Sedangkan perbandingan molaritas Sn : S : Se pada kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ secara teori adalah 1 : 0,4 : 0,6. Hasil karakterisasi EDAX menunjukkan bahwa terjadi perubahan komposisi atom Se. Hal ini disebabkan oleh sifat tak jenuh dari ikatan logam yang menyatakan bahwa pencampuran berbagai atom logam berlainan tidak bergantung secara kritis pada perbandingan masing-

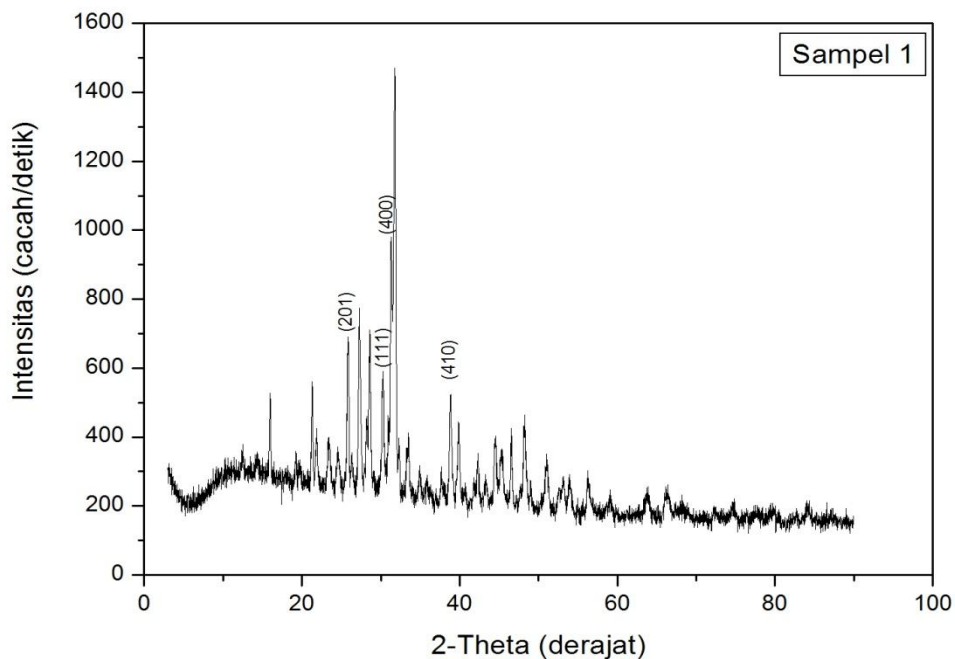
masing jenis atom. Jadi karakteristik suatu logam sering berubah malar terhadap perubahan komposisinya.

Sn(S_{0,2}Se_{0,8})

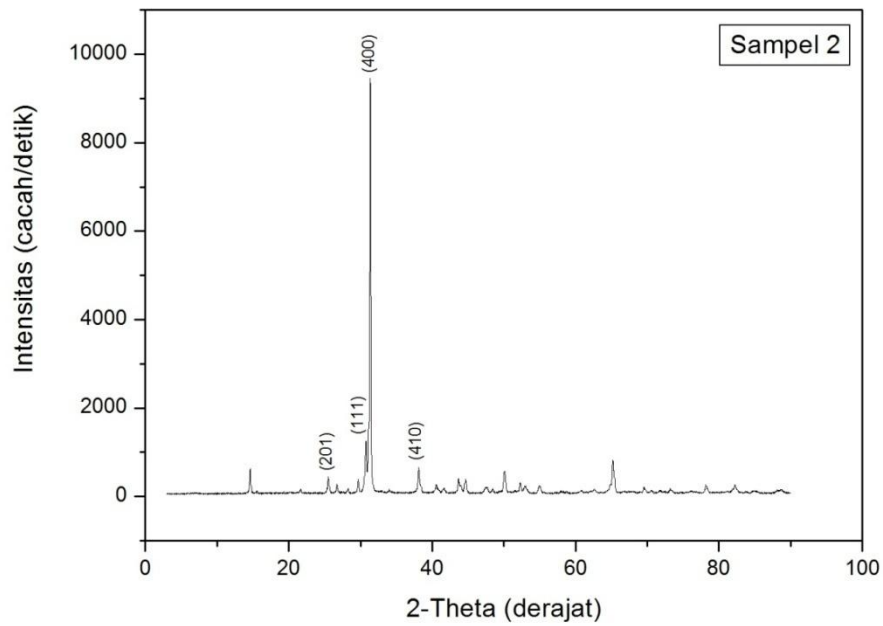
Karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD

XRD (X-Ray Diffraction) dipergunakan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada massif atau ingot hasil kristalisasi sampel paduan Sn(S_{0,2}Se_{0,8}). Data yang di dapatkan berupa difraktogram, yaitu grafik hubungan antara sudut hamburan (2θ) dan intensitas (I) puncak spektrum. Penumbuhan kristal paduan Sn(S_{0,2}Se_{0,8}) ini menggunakan metode Bridgman, dilakukan dengan memanaskan bahan Sn, S dan Se masing-masing dengan perbandingan mol 1 : 0,2 : 0,8. Temperatur maksimum pemanasan untuk ketiga buah sampel dibuat bervariasi yaitu pada suhu 550°C untuk SnSe sampel 1, 600 °C untuk SnSe sampel 2, dan 500 °C untuk SnSe sampel 3 dengan menggunakan alur pemanasan yang sama untuk mendapatkan kristal dengan kualitas terbaik.

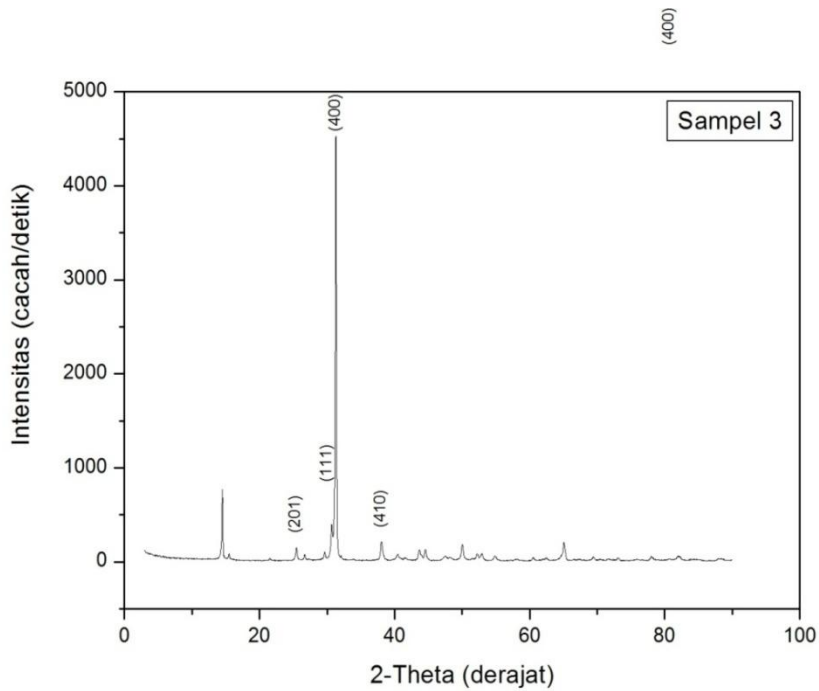
Data untuk sampel paduan Sn(S_{0,2}Se_{0,8}) yang sudah di XRD, ketiganya di bandingkan dengan data JCPDS (*Join Committee on Powder Diffraction Standar*) dari SnSe. Data JCPDS memberi informasi indek miller (hkl) dari puncak difraksi yang terbentuk, bentuk kristal, dan juga parameter kisi kristal.



Gambar 25. Difraktogram ingot paduan Sn(S_{0,2}Se_{0,8}) sampel 1 hasil preparasi dengan metode Bridgman dengan temperatur pemanasan 550°C



Gambar 25.a. Difraktogram ingot paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 2 hasil preparasi dengan metode Bridgman dengan temperatur pemanasan 600°C



Gambar 25.c. Difraktogram ingot paduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 3 hasil preparasi dengan metode Bridgman dengan temperatur pemanasan 500°C

Difratogram yang ditampilkan pada gambar 25- 26, puncak- puncak difraksinya dapat ditampilkan dalam tabel 20-22 berikut ini.

Tabel 20. Perbandingan data hasil penelitian bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel I dengan data JCPDS SnSe

Puncak ke-	$\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1		JCPDS SnSe		hkl
	$2\theta(\text{o})$	I relatif	$2\theta(\text{o})$	I relatif	
1	25,8128	33	25,339	16	201
2	30,2326	28	30,309	100	111
3	31,3	57	31,344	47	400
4	38,8032	25	38,134	4	410

Tabel 21. Perbandingan data hasil penelitian bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel 2 dengan data JCPDS SnSe

No	$\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 2		JCPDS SnSe		Hkl
	$2\theta(^{\circ})$	I relatif	$2\theta(^{\circ})$	I relatif	
1	25,511	5	25,339	16	201
2	30,692	13	30,309	100	111
3	31,337	100	31,344	47	400
4	38,058	9	38,134	4	410

Tabel 22. Perbandingan data hasil penelitian bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel 3 dengan data JCPDS SnSe

Puncak ke-	$\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 3		JCPDS SnSe		hkl
	$2\theta(^{\circ})$	I relatif	$2\theta(^{\circ})$	I relatif	
1	25,461	3	25,339	16	201
2	30,68	8	30,309	100	111
3	31,299	100	31,344	47	400
4	38,06	4	38,134	4	410

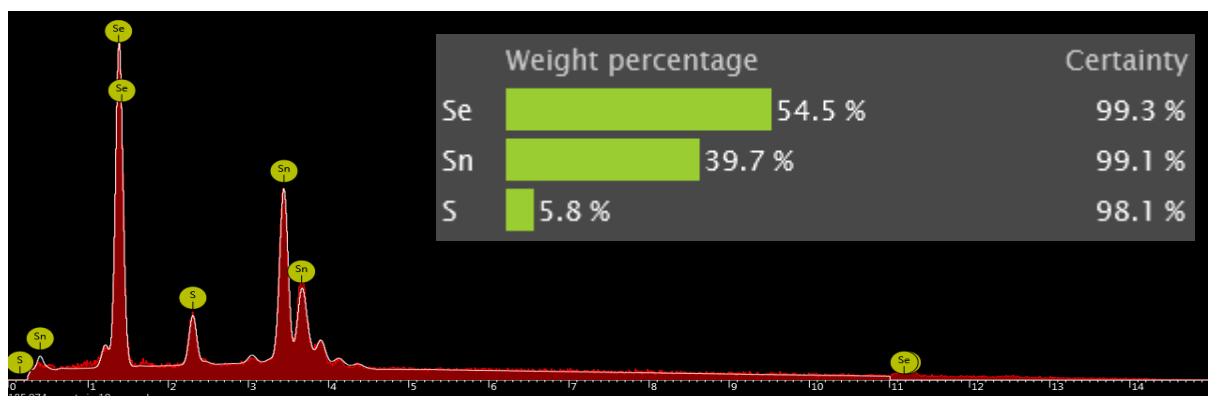
Data yang berupa *difraktogram* dan jarak antar bidang d_{hkl} , kemudian dibandingkan dengan JCPDS sehingga dapat diketahui indeks miller dari setiap puncak yang bersesuaian. Dengan perbandingan data XRD dengan JCPDS, dapat diketahui bahwa kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ yang terbentuk memiliki struktur *orthorombic*. Dengan mengetahui nilai sudut 2θ dan indeks miller (hkl), maka dapat dihitung nilai parameter kisi kristal $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ menggunakan perhitungan metode *cohen* yang terdapat pada teori. Nilai parameter kisi a , b dan c serta perbandingan dengan JCPDS dapat dilihat pada Tabel 23 berikut ini..

Tabel 23. Perbandingan parameter kisi bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ untuk sampel 1, sampel 2 dan sampel 3 dengan data JCPDS SnSe

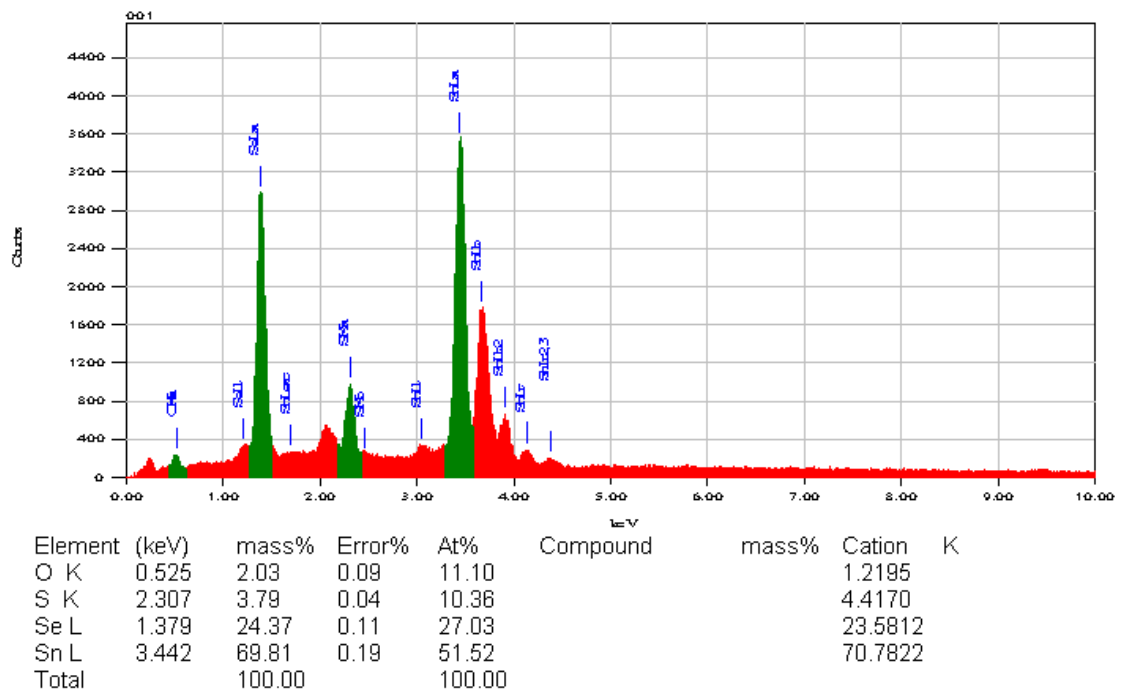
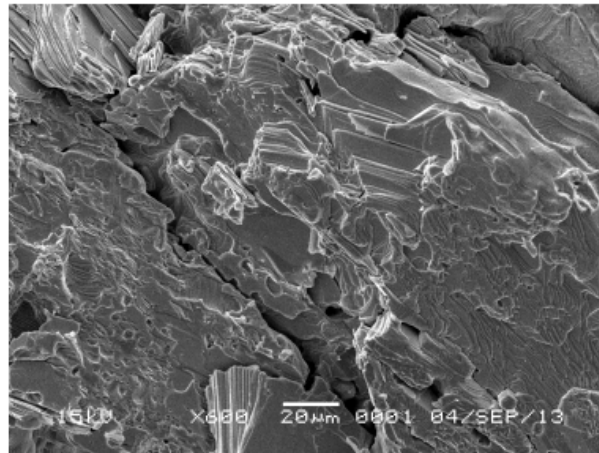
Sampel Ke-	Parameter Kisi Kristal		
	a (Å) Standar JCPDS SnSe (11,42)	b(Å) Standar JCPDS SnSe (4,19)	c(Å) Standar JCPDS SnSe (4,46)
1	11,42	4,32	4,33
2	11,41	4,12	4,41
3	11,42	4,11	4,42

Karakterisasi Komposisi Kimia dengan EDAX

EDAX dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia kandungan dari unsur-unsur dalam *ingot* hasil preparasi yaitu unsur Sn, S dan Se. Gambar dibawah ini menunjukkan hasil dari komposisi perpaduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1 dan 2



Gambar 26. Hasil EDAX $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1



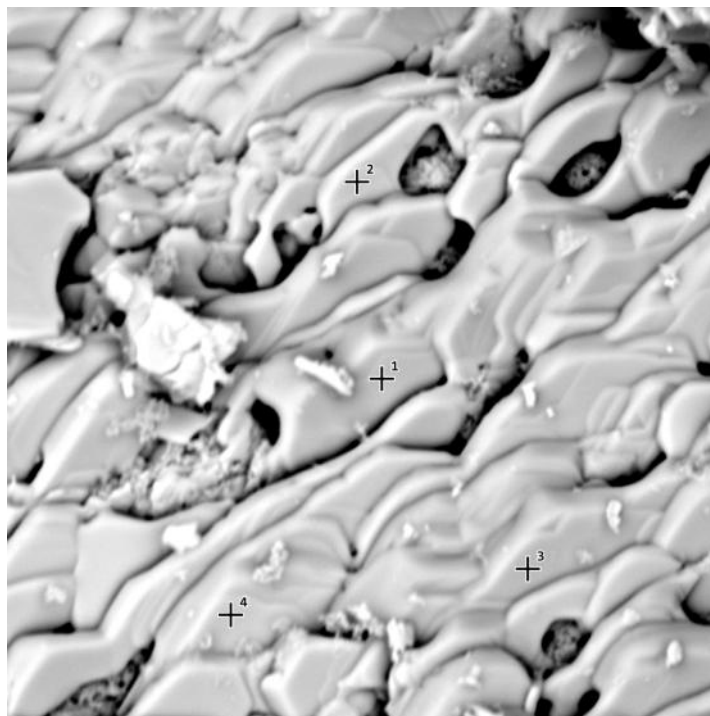
Gambar 27. Grafik hubungan antara Intensitas dengan energi hasil karakterisasi EDAX

Massif Sn(S_{0,2}Se_{0,8})

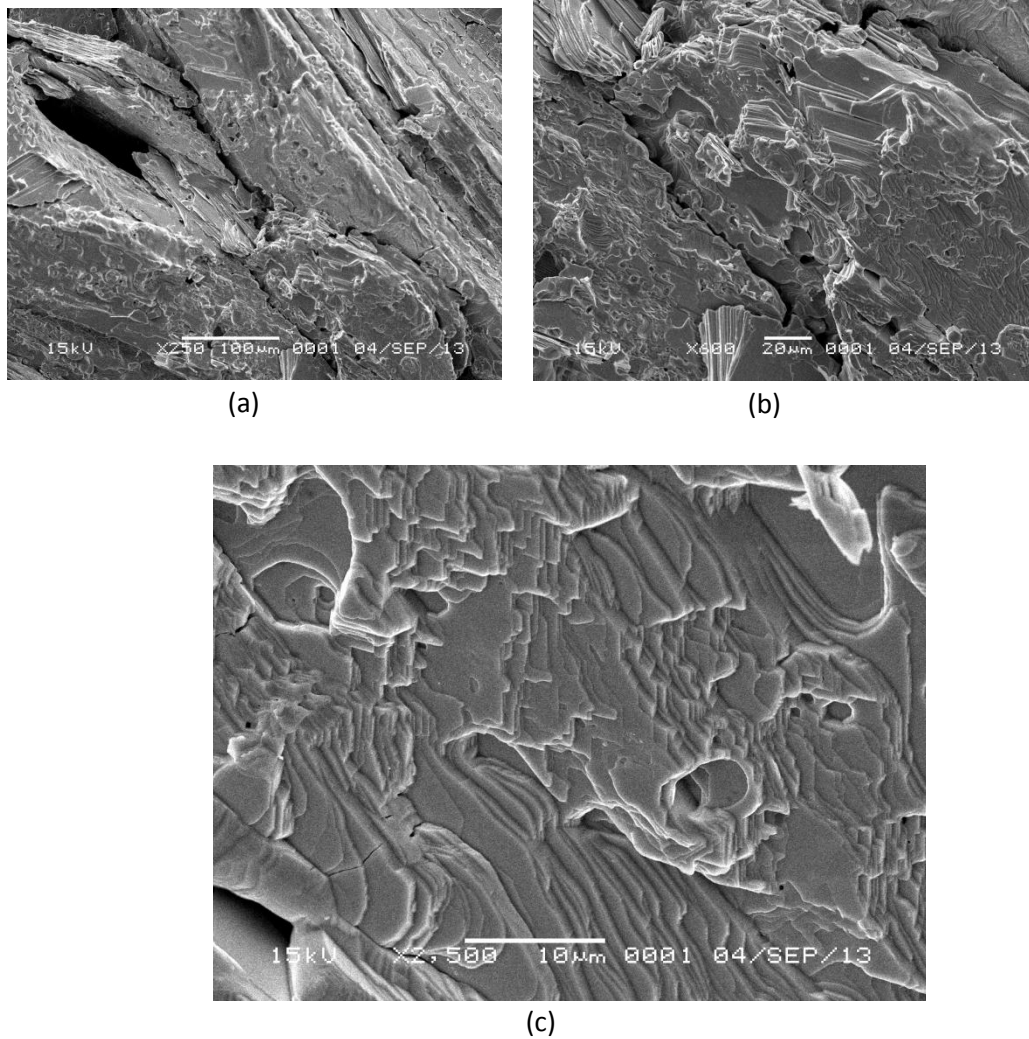
Preparasi bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ dengan metode Bridgman yang dihasilkan menunjukkan perbandingan persentase komposisi kimia bahan dasarnya, yaitu sampel 1, unsur Sn= 39,7%, ; S = 5,8 % ; Se = 54,5 % dan sampel 2, unsur Sn= 52,3%, ; S = 24,63% ; Se = 15,06 %. dengan perbandingan mol Sn : S : Se adalah 1,0: 0,15 : 1,37 untuk sampel pertama dan 1,0: 0,47: 0,3 untuk sampel kedua, sedangkan secara teori Sn : S : Se adalah 1 : 0,2 : 0,8. Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa terdapat ketidaksesuaian perbandingan mol unsur Sn, S dan Se hasil penelitian dengan teori, ketidaksesuaian tersebut dapat disebabkan faktor tekanan vakum yang belum mencapai tekanan optimal, namun demikian fase $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ telah terbentuk.

Karakterisasi Struktur Morfologi dengan SEM

SEM digunakan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan bahan. Dalam gambar 28, hasil pengamatan permukaan ingot $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ dengan perbesaran 500X, 2500X, dan 7500X. Hasil SEM menunjukkan bahwa dominasi bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ adalah yang ditunjukkan oleh homogenitas morfologi permukaan kristal.



Gambar 28. Hasil SEM *ingot* perpaduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 1 dengan perbesaran 7100 kali



Gambar 29. Hasil SEM *ingot* perpaduan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$ sampel 2 dengan perbesaran (a). 250 kali, (b). 600 kali dan (c). 2500 kali

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dari *ingot* bahan $\text{Sn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})$. Hasil foto karakterisasi SEM pada kristal semikonduktor $\text{Sn}(\text{S}_{0,4}\text{Se}_{0,6})$ dapat dilihat pada Gambar 29 dan 30. Dalam gambar tersebut menunjukkan bahwa muncul butiran-butiran (*grain*) berbentuk kotak meruncing, gepeng, dan bulat yang tersebar secara teratur dalam pola tataan tertentu. Struktur atau pola tataan yang teratur dari *grain* ini menunjukkan bahwa kristal semikonduktor hasil preparasi sudah terbentuk dan berbentuk orthorombik.

SnSe

Hasil penumbuhan kristal SnSe dengan metode Bridgman

Pada penelitian ini telah dibuat tiga buah *ingot* atau *massif* bahan semikonduktor SnSe untuk aplikasi sel surya dengan menggunakan metode Bridgman. Proses penumbuhan kristal menggunakan metode Bridgman dilakukan dengan memanaskan bahan Sn dan Se masing-masing dengan perbandingan molar 1 : 1. Temperatur maksimum pemanasan untuk ketiga buah sampel dibuat bervariasi yaitu pada suhu 550°C untuk SnSe sampel 1, 600 °C untuk SnSe sampel 2, dan 500 °C untuk SnSe sampel 3 dengan menggunakan alur pemanasan yang sama untuk mendapatkan kristal dengan kualitas terbaik.

Proses penumbuhan kristal untuk sampel 1 bahan Sn dan Se ditimbang sesuai perbandingan molarnya 1 : 1 dengan Sn sebanyak 1,5244 gram dan Se sebanyak 1,014 gram, kemudian bahan dimasukkan kedalam tabung pyrex yang telah dibersihkan. Setelah bahan Sn dan Se dimasukkan kedalam tabung pyrex kemudian tabung divakum dengan pompa vakum yang bertujuan agar didalam tabung pyrex tidak ada lagi gas-gas yang dapat bereaksi ketika dilakukan furnace nantinya. Pevakuman ini mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar kemudian tabung pyrex dilas dengan menggunakan las asetelin sehingga terbentuk kapsul.

Setelah terbentuk kapsul yang berisi bahan Sn dan Se kemudian dilakukan pemanasan bahan dengan menggunakan *furnace*, bahan Sn dan Se dipanaskan dari suhu lingkungan hingga temperatur 250 °C kemudian dibiarkan konstan selama 120 menit selanjutnya temperatur dinaikkan pada 550 °C kemudian dibiarkan konstan selama 300 menit. Setelah bahan terbentuk menjadi ingot SnSe, bahan SnSe kemudian digerus dan dilakukan karakterisasi XRD , SEM dan EDAX.

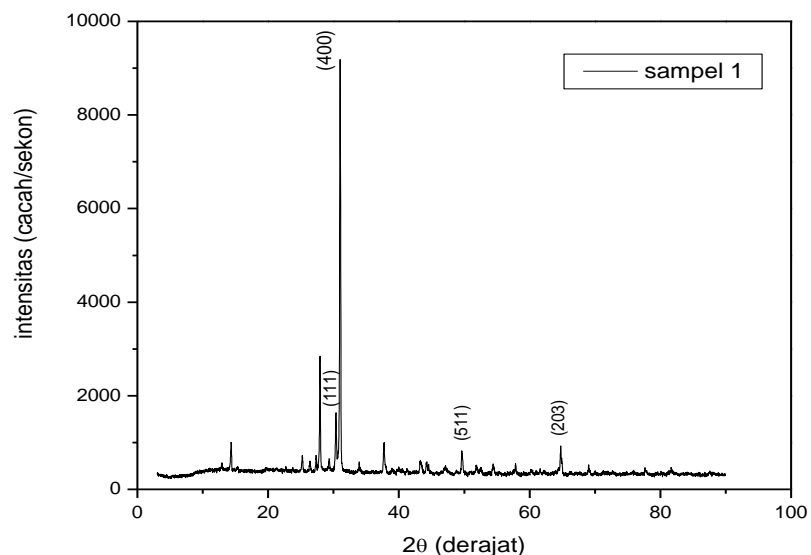
Sama halnya dengan proses penumbuhan kristal untuk sampel 1, proses penumbuhan kristal untuk sampel 2 bahan Sn dan Se ditimbang sesuai perbandingan molarnya 1 : 1 dengan Sn sebanyak 1,6086 gram dan Se sebanyak 1,070 gram, kemudian bahan dimasukkan kedalam tabung pyrex yang telah dibersihkan. Setelah bahan Sn dan Se dimasukkan kedalam tabung pyrex kemudian tabung divakum dengan pompa vakum yang bertujuan agar didalam tabung pyrex tidak ada lagi gas-gas yang dapat bereaksi ketika dilakukan furnace nantinya. Pevakuman ini mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar kemudian tabung pyrex dilas dengan menggunakan las asetelin sehingga terbentuk kapsul.

Setelah terbentuk kapsul yang berisi bahan Sn dan Se kemudian dilakukan pemanasan bahan dengan menggunakan furnace, bahan semikonduktor SnSe dipanaskan dari suhu lingkungan hingga temperatur 250 °C kemudian dibiarkan konstan selama 120 menit selanjutnya temperatur dinaikkan pada 600 °C kemudian dibiarkan konstan selama 300 menit.

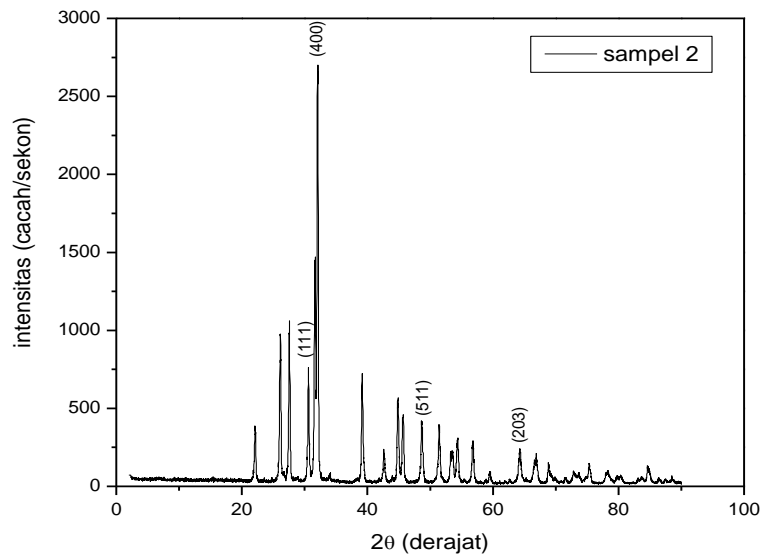
Setelah bahan terbentuk menjadi ingot SnSe, bahan SnSe kemudian digerus dan dilakukan karakterisasi XRD , SEM dan EDAX.

Proses penumbuhan kristal untuk sampel 3 bahan Sn dan Se ditimbang sesuai perbandingan molarnya 1 : 1 dengan Sn sebanyak 1,5379 gram dan Se sebanyak 1,023 gram, kemudian bahan dimasukkan kedalam tabung pyrex yang telah dibersihkan. Setelah bahan Sn dan Se dimasukkan kedalam tabung pyrex kemudian tabung divakum dengan pompa vakum yang bertujuan agar didalam tabung pyrex tidak ada lagi gas-gas yang dapat bereaksi ketika dilakukan furnace nantinya. Pevakuman ini mencapai tekanan 4×10^{-5} mbar kemudian tabung pyrex dilas dengan menggunakan las asetelin sehingga terbentuk kapsul. Selanjutnya dipanaskan pada furnace sebagaimana sampel yang lain.

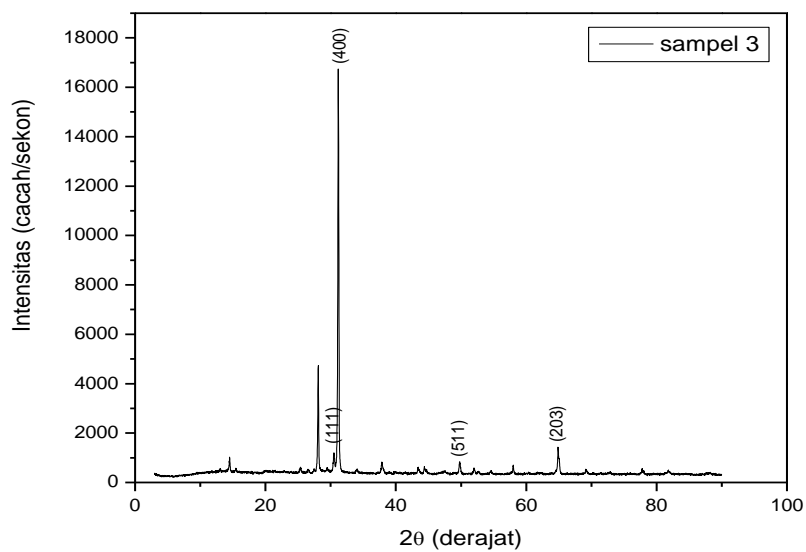
Karakteristik dengan menggunakan XRD dilakukan dengan menempatkan serbuk dari bahan SnSe pada pemegang stationer, kemudian menyinarinya dengan sinar X monokromatis. Keteraturan letak atom-atom dalam kristal SnSe menyebabkan sinar-X mengalami interferensi konstruktif (penguatan) sehingga terjadi difraksi sesuai dengan hukum Bragg. Hasilnya dapat ditunjukkan pada gambar berikut ini.



Gambar 30. Difaktrogram ingot SnSe sampel 1 dengan temperatur pemanasan 550°C



Gambar 31. Difaktogram ingot SnSe sampel 2 dengan temperatur pemanasan 600°C



Gambar 32. Difaktogram ingot SnSe sampel 3 dengan temperatur pemanasan 500°C

Puncak- puncak difraksi yang dikaitkan dengan bidang hkl yang bersesuaian ditampilkan dalam tabel berikut ini.

Tabel 24. Perbandingan data penelitian sampel 1 SnSe dengan data JCPDS SnSe

No	SnSe sampel 1		JCPDS SnSe		hkl
	2 θ ($^{\circ}$)	I relative	2 θ ($^{\circ}$)	I relatif	
1	30,3474	13	30,309	100	111
2	30,9924	100	31,344	47	400
3	49,6249	6	49,860	22	511
4	64,7486	8	64,799	4	203

Tabel 25. Perbandingan data penelitian sampel 2 SnSe dengan data JCPDS SnSe

No	SnSe sampel 2		JCPDS SnSe		Hkl
	2 θ ($^{\circ}$)	I relative	2 θ ($^{\circ}$)	I relatif	
1	30,587	27	30,309	100	111
2	31,631	56	31,344	47	400
3	48,617	22	49,860	22	511
4	64,24	16	64,799	4	203

Tabel 26. Perbandingan data penelitian sampel 3 SnSe dengan data JCPDS SnSe

No	SnSe sampel 3		JCPDS SnSe		hkl
	2 θ ($^{\circ}$)	I relative	2 θ ($^{\circ}$)	I relatif	
1	30,4886	5	30,309	100	111
2	31,1493	100	31,344	47	400
3	49,7682	3	49,860	22	511
4	64,8905	8	64,799	4	203

Parameter kisi kristal (a , b dan c) yang terbentuk dapat dicari dengan menggunakan metode *cohen* (lampiran 5) yang mengacu pada Persamaan 5. Untuk sampel 1 diperoleh harga parameter kisi $a = 11,5322 \text{ \AA}$, $b = 4,1666 \text{ \AA}$ dan $c = 4,4566 \text{ \AA}$. Dengan menggunakan metode yang sama, untuk sampel 2 diperoleh harga parameter kisi $a = 11,3051 \text{ \AA}$, $b = 4,0835 \text{ \AA}$ dan $c = 4,4963 \text{ \AA}$ sedangkan untuk sampel 3 diperoleh harga parameter kisi $a = 11,4755 \text{ \AA}$, $b = 4,1379 \text{ \AA}$ dan $c = 4,4488 \text{ \AA}$.

Hasil perhitungan dalam dinyatakan dalam Tabel 24, yang menyatakan perbandingan parameter kisi Kristal SnSe pada sampel 1 , 2 dan 3 terhadap JCPDS SnSe

Tabel 27. Perbandingan parameter kisi Kristal SnSe pada sampel 1 , 2 dan 3 terhadap JCPDS SnSe

Parameter kisi	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3	JCPDS SnSe
<i>a</i>	11,5322Å	11,3051 Å	11,4755 Å	11,42 Å
<i>b</i>	4,1666 Å	4,0835 Å	4,1379 Å	4,19 Å
<i>c</i>	4,4566 Å	4,4963 Å	4,4488 Å	4,46 Å

Jika dibandingkan parameter kisi Kristal SnSe sampel 1, 2 dan 3 dengan parameter kisi Kristal SnSe JCPDS, nilai parameter kisi Kristal SnSe pada sampel 3 yang lebih baik karena paling mendekati dengan nilai JCPDSnya. Hal tersebut menunjukkan bahwa perbedaan temperatur pemanasan mempengaruhi parameter kisi kristal tetapi tidak mempengaruhi struktur kristal, yaitu merupakan polikristal dengan struktur Orthorombik.

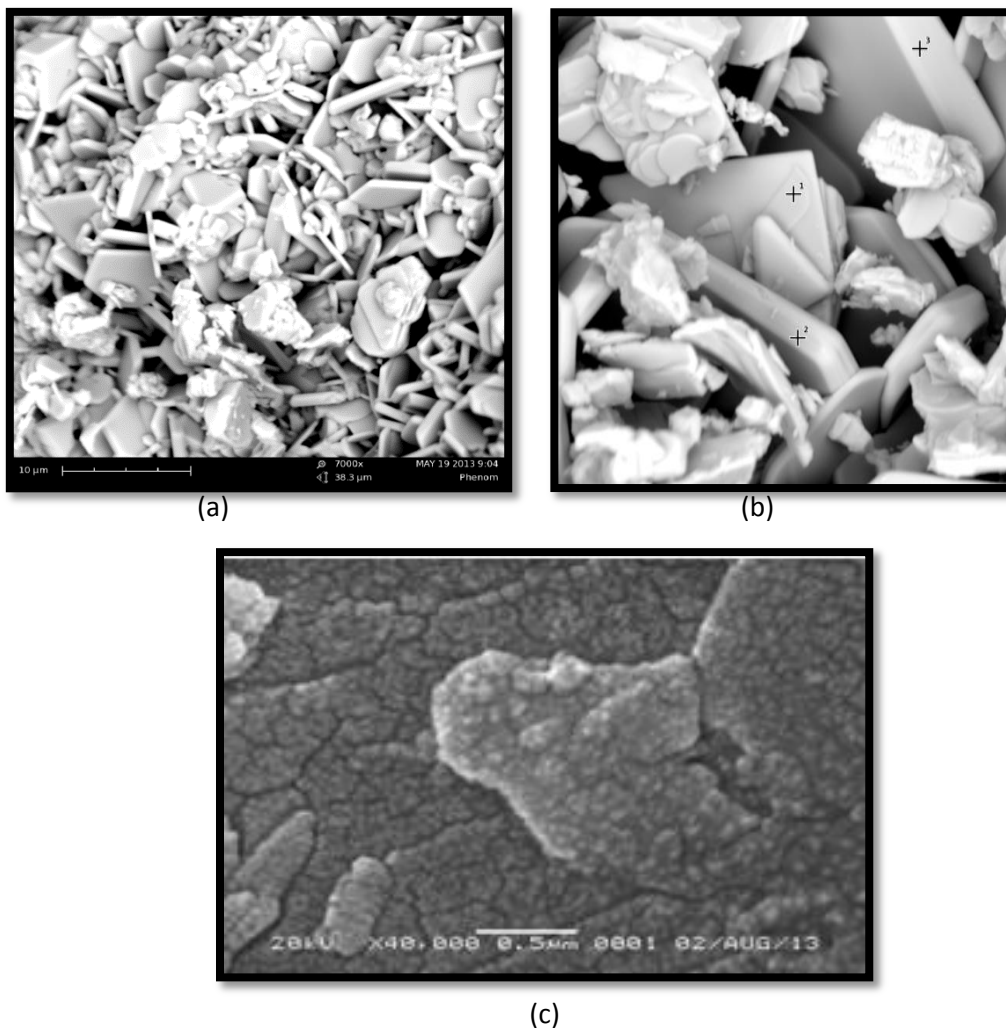
Analisis morfologi permukaan ingot SnSe dengan SEM

Pada penelitian ini, karakterisasi SEM dilakukan pada sampel 1, 2, dan 3. SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan bahan. Karakteristik bahan menggunakan SEM dimanfaatkan untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan tingkat kemurnian sampel.

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan bahan dalam bentuk struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan tingkat kemurnian sampel. Pada penelitian ini semua sampel dianalisis dengan SEM, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 27 (a), (b) dan (c). Bentuk morfologi dari permukaan kristal semikonduktor SnSe diperoleh dari penangkapan dan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh kristal tersebut. Karakterisasi ini dianalisis menggunakan SEM. Hasil dari SEM berupa foto permukaan dari kristal yang terbentuk. Dari foto yang dihasilkan akan dapat diketahui homogenitas dari kristal semikonduktor SnSe yang terbentuk. Gambar 27 (a), (b) dan (c) menunjukkan hasil karakterisasi sampel SnSe, untuk sampel 1 pada gambar 27 (a) terlihat pada perbesaran 7000X, untuk sampel 2 pada gambar 27 (b) pada perbesaran 7300X, dan untuk sampel 3 pada gambar 27 (c) pada perbesaran 40.000X.

Dalam gambar 34 (a) dan (b) tersebut menunjukkan bahwa Kristal yang terbentuk bersifat homogen dengan warna yang gelap serta muncul butiran-butiran (*grain*) yang berbentuk berupa lempengan yang pipih yang tersebar secara teratur dalam pola tataan tertentu. Struktur atau pola tataan yang teratur dari *grain* ini menunjukkan bahwa kristal semikonduktor hasil preparasi sudah terbentuk.

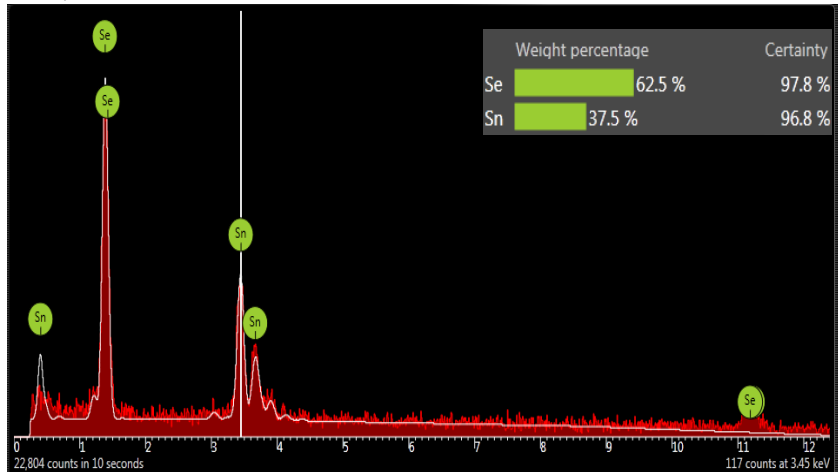
Gambar 34 (c) menunjukkan bentuk butiran kristal semikonduktor SnSe yang lebih mendetail. Bentuk *grain* yang muncul pada permukaan kristal tersebut menunjukkan adanya bongkahan besar dan kecil bervariasi dengan tekstur permukaan tidak rata berupa lempengan yang pipih yang tersebar secara teratur dalam pola tataan tertentu.



Gambar 33. Hasil pemotretan permukaan ingot SnSe (a) Sampel 1 dengan perbesaran 7000X (b) Sampel 2 dengan perbesaran 7300X (c) Sampel 3 dengan perbesaran 40.000X.

Analisis komposisi kimia ingot SnSe dengan EDAX

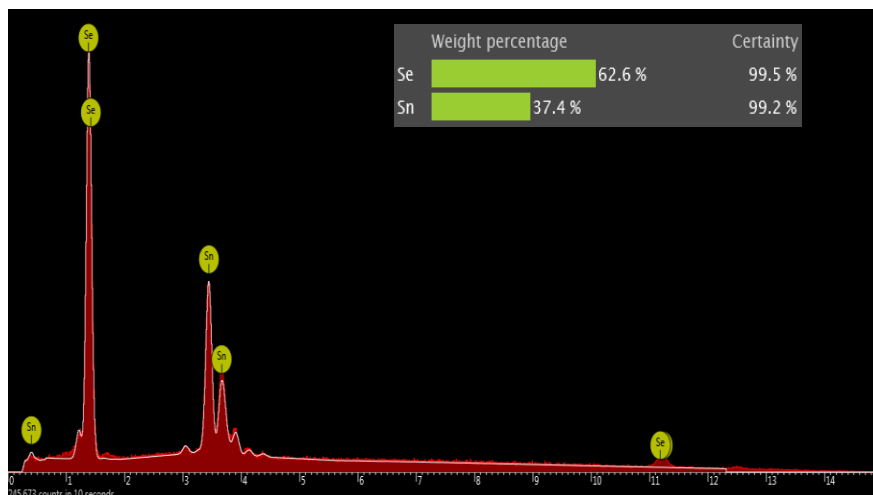
Analisis EDAX bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia pada ingot atau masif yang terbentuk. Pada penelitian ini, karakterisasi EDAX dilakukan pada ingot SnSe sampel 1, 2 dan 3.



Gambar 34. Grafik hubungan antara Intensitas dengan Energi hasil karakterisasi EDAX ingot SnSe pada temperatur pemanasan 550°C

Hasil Preparasi bahan SnSe dengan metode Bridgman yang dihasilkan dari temperatur pemanasan 550°C menunjukkan perbandingan prosentase komposisi kimia bahan dasarnya, yaitu unsur Sn = 37,5% dan Se = 62,5%. Presentase tersebut menunjukkan perbandingan mol Sn : Se adalah 0,6 : 1.

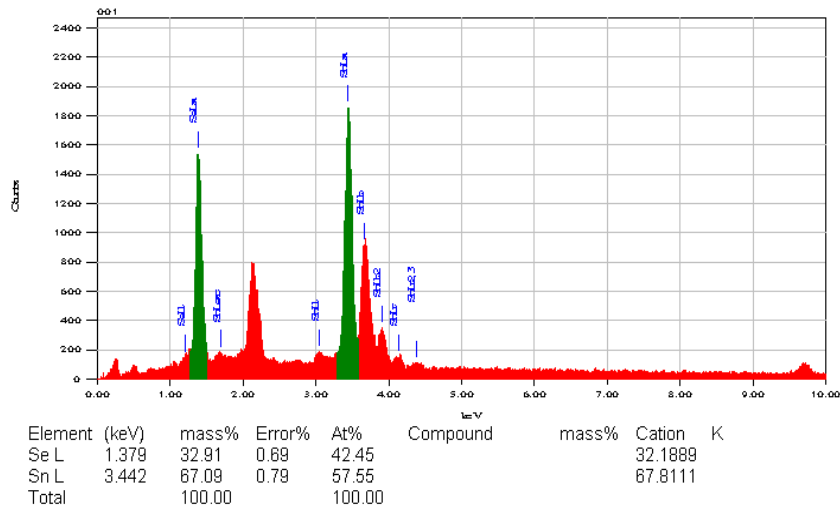
Sedangkan hasil karakterisasi EDAX SnSe pada sampel 2 ditunjukkan pada Gambar 36



Gambar 35. Grafik hubungan antara Intensitas dengan Energi hasil karakteristik EDAX ingot SnSe sampel 2.

Hasil preparasi bahan SnSe sampel 2 dengan metode Bridgman yang dihasilkan menunjukkan perbandingan prosentase komposisi kimia bahan dasarnya, yaitu unsur Sn = 37,4 % dan unsur Se = 62,6 %. Presentase tersebut menunjukkan perbandingan mol Sn : Se adalah 0,59 : 1.

Sedangkan hasil karakterisasi EDAX SnSe pada sampel 3 ditunjukkan pada Gambar 30.



Gambar 36. Grafik hubungan antara Intensitas dengan Energi hasil karakteristik EDAX ingot SnSe sampel 3.

Hasil preparasi bahan SnSe sampel 3 dengan metode Bridgman yang dihasilkan menunjukkan perbandingan prosentase komposisi kimia bahan dasarnya, yaitu unsur Sn = 57,55 % dan unsur Se = 42,45 %. Presentase tersebut menunjukkan perbandingan mol Sn : Se adalah 1 : 0,737

Hasil karakterisasi EDAX dapat dilihat pada Gambar 35, 36 dan 37, konsentrasi unsur (%) dan perbandingan mol pada sampel 1, 2 dan 3 SnSe dapat dinyatakan dalam bentuk tabel 28 berikut ini.

Tabel 28. Perbandingan konsentrasi dan mol unsur Sn dan Se

Sampel	Konsentrasi Unsur (%)		Perbandingan mol Unsur	
	Sn	Se	Sn	Se
1	37,5	62,5	0,6	1
2	37,4	62,6	0,59	1
3	57,55	42,45	1	0,737

Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa proses yang dilakukan sudah berhasil, yaitu dengan sudah terbentuknya unsur Sn dan Se. Namun, dari hasil tersebut dapat pula dilihat bahwa terdapat ketidaksesuaian perbandingan mol unsur Sn dan Se hasil penelitian dengan teori. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh perbandingan mol Sn : Se yang terlihat pada Tabel 25 tidak sesuai secara teori yaitu Sn : Se adalah 1 : 1. Ketidaksesuaian tersebut dapat disebabkan karena belum terjadi pencampuran yang maksimal antara bahan Sn dan Se, yang disebabkan karena kekurangan sempurnaan proses preparasi serta pemvakuman yang kurang tinggi sehingga masih ada unsur pengotor yang berasal dari udara. Jika dilihat hasil perbandingan mol unsur dari sampel 1, 2 dan 3, maka yang lebih mendekati secara teori adalah pada sampel 3 yaitu pada pemanasan maksimum 500°C. Hal ini menunjukkan pengaruh temperatur pemanasan mempengaruhi komposisi kimia bahan SnSe.

BAB V KESIMPULAN

Setelah melakukan penelitian terhadap bahan semikonduktor Sn(S,Se) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut.

1. Struktur kristal seluruh paduan Sn(S,Se) adalah orthorombik dengan parameter kisi lebih dekat pada dominansi atom sulfur atau selen.
2. Alur pemanasan tidak berpengaruh pada stuktur kristal
3. Seluruh senyawa non stoichiometry dengan dominasi pada atom Sn dan secara umum miskin pada atom sulfur, hal ini disebabkan karena penentuan suhu pemanasan belum memperhatikan titik lebur sulfur yaitu hanya sebesar 115,21°C.

Daftar Pustaka

- A. Akkari, C. Guasch, N. Kamoun-Turki, *Journal of Alloys and Compounds* 490 (2010) p180
- Ariswan, *Prosiding Seminar Nasional Pendidikan dan Penerapan MIPA*, 2011
- Fearheiley, M. L., *Solar Cells* 16 (1986)p.91
- Goetzberger, A; Hebling,C. *Solar Energy Materials and solar cells*, 62 (2000) p.1
- Hanna, G; Jasenek, A. ; Rau, U and Schock,H.W. *Thin Solid Films* 387 (2001) p.71
- Katy Hartman , J.L. Johnson , Mariana I. Bertoni , Daniel Recht , Michael J. Aziz c,
Michael A. Scarpulla , Tonio Buonassisi, *Thin Solid Films* 519 (2011) 7421–7424
- N.A. Okereke, A.J.Ekpunobi, *Journal of Chalcogenide Letters*, Vol.7, No.9 , 2010 p.531
- N.Kumar, V. Sharma, U. Parihar, R. Sachdewa, N.Padha, C.J. Panchal, *Journal of Nano
Electron Physics* Vol.3.No.1, 2011 p.117
- O.E. Ogah, G.Zoppi, I. Forbes, R.W. Miles, *23rd European Photovoltaics Solar Energy
Conference*, Sept.2008 p.2580
- S.S. Hegde, A.G. Kunjomana, K. Ramesh, K.A. Chandrasekharan, M. Prashantha,
International Journal of Soft Computing and Engineering (IJSCE)
ISSN: 2231-2307, Volume-1, Issue-NCRAMT2011, July 2011
- Yanuar, F.Guastavino, C. Llinares, *Jurnal of Materials Sciences*, 2001
- Zouaoui, A; Lachab,M ; Hidalgo,M.L; Chaffa, A, Llinares,C; and Kesri,N,
Thin Solid Films 339 (1999)p.10