

PENGARUH KANDUNGAN SULFUR TERHADAP KONSTANTE KISI KRISTAL $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$

Wirjoadi, Bambang Siswanto

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan –BATAN

Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 Ykbb, Yogyakarta

Diterima 15 Maret 2010; Diterima dalam bentuk perbaikan 14 April 2010; Disetujui 19 April 2010

ABSTRAK

PENGARUH KANDUNGAN SULFUR TERHADAP KONSTANTE KISI KRISTAL $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$. Telah dilakukan preparasi paduan bahan semikonduktor $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ yang dapat digunakan sebagai bahan target (CISS) dengan teknik Bridgman. Target paduan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ dibuat dari bahan Cu, In, Se dan S. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kandungan sulfur terhadap konstante kisi kristal paduan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$. Karakterisasi struktur kristal dengan menggunakan XRD. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa struktur kristal $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ dengan intensitas optimum terorientasi pada bidang (112), dengan sudut hamburan 2θ berturut-turut $26,90^\circ$, $27,27^\circ$ dan $27,64^\circ$ untuk $x = 0,2$; $0,5$ dan $0,8$. Dari perhitungan nilai konstante kisi kristal a dan c serta volume unit sel a^2c dari kristal $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ telah mengalami penurunan akibat pengaruh penambahan kandungan sulfur.

Kata kunci : sulfur, paduan, bridgman, struktur kristal.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF SULFUR CONTENT ON CRYSTAL LATTICE CONSTANCE OF $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$. The semiconductor alloy material of $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ has been prepared by Bridgman technique. This can be used as (CISS) target material. A $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ alloy target was made from Cu, In, Se and S material. The aim of the research is to obtain effect of sulfur content on the crystal lattice constance of $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ alloy. The crystal structure were characterized using XRD. The result of characterization shows that the optimum intensity crystal structure of $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ is oriented at (112) plane, for $x = 0.2$; 0.5 and 0.8 with 2θ degree are on $26,90^\circ$, $27,27^\circ$ and $27,64^\circ$, respectively. From calculation of crystal lattice constance (a , c) and unit cell volum (a^2c) of $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ crystal have been decreased by the effect of sulfur content.

Key note : sulfur, alloy, bridgman, structure crystal.

PENDAHULUAN

Pada tahun terakhir ini telah banyak dilakukan penelitian dan pengembangan pembuatan paduan bahan semikonduktor untuk sel surya berbasis CIS. Selain sel surya berbasis CIS biasanya digunakan bahan semikonduktor murni yang diberi pengotor (dopan) bahan lain, tetapi nilai konduktivitasnya masih rendah. Selama ini bahan semikonduktor masih menggunakan bahan Si dan Ge yang mempunyai struktur kristal. Untuk meningkatkan efisiensi dari sel surya ini digunakan bahan baru yaitu bahan konduktor yang dicampur dengan bahan semikonduktor. Dengan demikian efisiensi yang dihasilkan diharapkan juga lebih tinggi dari sel surya CIS.⁽¹⁾

Salah satu bahan sel surya berbasis $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ sampai saat ini masih terus diteliti, karena bahan tersebut memiliki energi gap yang berkaitan dengan efisiensi optimal sel surya. Bahan dari CuInSe_2 (CIS) sebagai komponen sel surya mempunyai energi gap sekitar $1,01$ eV. Penambahan dopan Galium pada CIS menjadi paduan $\text{CuIn}(\text{Ga})\text{Se}_2$ mempunyai energi gap dari $1,01$ eV hingga energi gap CuGaSe_2 (CGS) sebesar $1,68$ eV. Oleh karena itu dapat direalisasikan bahan sel surya $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$ (CIGS) dengan energi gap yang berkaitan dengan efisiensi optimal. Untuk bahan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ adalah termasuk suatu bahan fotovoltaiik yang mempunyai efisiensi cukup besar, secara teori material ini mempunyai efisiensi 20% .^(1,2)

Penelitian tentang bahan sel surya berbasis (CISS) juga terus menarik untuk diteliti dalam upaya menghasilkan bahan sel surya dengan efisiensi konversi terus meningkat. Preparasi bahan penelitian sebelumnya masih menggunakan bahan CuInS_2 dan CuInSe_2 . Preparasi penambahan sulfur pada paduan

bahan Cu, In, S dan Se dengan teknik Bridgman masih dikembangkan dan menarik untuk dikaji. Pemilihan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ dalam pengembangannya akan digunakan sebagai target untuk deposisi lapisan tipis komponen dasar sel surya. Dalam penelitian ini telah dilakukan preparasi paduan bahan dari Cu, In, S dan Se menjadi bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ untuk $x = 0,2; 0,5$ dan $0,8$.

Teknik Bridgman ini dapat digunakan untuk menumbuhkan kristal dalam bentuk masif yaitu dengan cara melelehkan paduan bahan serbuk Cu, In, S dan Se masing-masing dengan kemurnian 99,99 % di dalam tabung kuarsa yang divakumkan, kemudian dipanaskan bertahap dengan alat pemanas (*furnace*). Untuk menumbuhkan kristal paduan bahan yang telah dipanaskan, maka alur pemanasan disesuaikan dengan titik leleh masing-masing unsur bahan, berdasarkan pada keadaan suatu sistem keseimbangan dan suhu kritis suatu bahan seperti ditunjukkan pada diagram fasa. Diagram fasa ini menyatakan tentang keadaan keseimbangan suatu sistem, sehingga secara sistematis dapat memberikan informasi dalam menentukan paduan bahan dan suhu kritis bahan. Dengan menggunakan diagram fasa diharapkan dapat dipakai untuk mengetahui dalam merancang "peta" percobaan prosedur penumbuhan kristal, sehingga diperoleh hasil interpretasi optimum.⁽³⁾

Untuk memadukan unsur Cu, In, S dan Se dalam membentuk paduan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ merupakan hal yang tidak mudah, karena ke empat bahan tersebut mempunyai titik didih maupun titik leleh yang berbeda. Suhu yang diperlukan untuk memadukan ke empat bahan tersebut adalah suhu leleh, masing-masing titik leleh untuk bahan Cu = 1.083 °C, In = 165 °C, S = 112 °C dan Se = 217 °C, sehingga suhu akan berpengaruh terhadap parameter kisi kristal.

Parameter-parameter yang paling berpengaruh dalam penelitian ini adalah suhu dan waktu pemanasan. Paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ atau (CISS) yang dibuat telah dipanaskan secara bertahap. Pengaturan suhu dan waktu pemanasan untuk sampel 1, ($x = 0,2$) atau $\text{CuIn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})_2$ berturut-turut mulai dari suhu 28°C, suhu (28 - 350) °C selama 10 menit, suhu 350 °C selama 120 menit, suhu (350 - 1.100) °C selama 61 menit, suhu 1.100 °C selama 60 menit, kemudian suhu diturunkan dari (1.100 - 980) °C selama 13 menit, suhu 980 °C selama 120 menit dan suhu (980 - 28) °C selama 120 menit. Untuk sampel 2, ($x = 0,5$) atau $\text{CuIn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})_2$ berturut-turut mulai dari suhu 29°C, suhu (29 - 350) °C selama 10 menit, suhu 350 °C selama 60 menit, suhu (350 - 1.100) °C selama 75 menit, suhu 1.100 °C selama 60 menit, kemudian suhu diturunkan dari (1.100 - 980) °C selama 15 menit, suhu 980 °C selama 240 menit dan suhu (980 - 29) °C selama 300 menit. Untuk sampel 3, ($x = 0,8$) atau $\text{CuIn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})_2$ berturut-turut mulai dari suhu 40°C, suhu (40 - 350) °C selama 60 menit, suhu 350 °C selama 120 menit, suhu (350 - 1.100) °C selama 30 menit, suhu 1.100 °C selama 60 menit, kemudian suhu diturunkan dari (1.100 - 980) °C selama 60 menit, suhu 980 °C selama 120 menit dan suhu (980 - 40) °C selama 180 menit. Kenaikan suhu diatur sedemikian rupa, sehingga dapat mengurangi kemungkinan timbulnya bahaya ledakan yang diakibatkan oleh unsur tertentu pada suhu kritisnya.⁽⁴⁾

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh hasil paduan bahan Cu, In, S dan Se menjadi bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ yang dipengaruhi oleh suhu dan waktu pemanasan, selain itu juga untuk mengetahui pengaruh kandungan sulfur terhadap konstante kisi kristal $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$. Berdasarkan informasi diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{S} - \text{In}_2\text{S}$) dan diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}$) untuk sistem keseimbangan bahan pada Gambar 1, maka sebagai contoh paduan bahan semikonduktor untuk sampel 3 yaitu target $\text{CuIn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})_2$ telah dilakukan pemanasan secara bertahap sesuai dengan alur pemanasan seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Pemanasan secara bertahap ini dilakukan agar supaya paduan bahan Cu, In, Se dan S terjadi reaksi dan saling mengikat, karena masing-masing unsur mempunyai titik leleh yang berlainan. Hasil dari paduan bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan spektrometer difraksi sinar-X (XRD) yaitu untuk mengetahui struktur kristal, dengan harapan diperoleh penumbuhan kristal tunggal yang sempurna dengan kemurnian tinggi. Karakterisasi masing-masing struktur kristal dari bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0,2}\text{Se}_{0,8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0,5}\text{Se}_{0,5})_2$ dan $\text{CuIn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})_2$ diamati dengan menggunakan spektrometer difraksi sinar-X (XRD). Kemudian juga dilakukan pengamatan pengaruh kandungan sulfur terhadap konstante kisi kristal a dan c serta volume unit sel a^2c .⁽⁵⁾

TATAKERJA

Dalam penelitian ini tahapan yang dilakukan meliputi persiapan bahan, pembuatan paduan bahan target dengan teknik Bridgman, pelaksanaan preparasi penumbuhan kristal, karakterisasi struktur kristal dan struktur mikro dari paduan bahan target.

Persiapan Bahan dan Pembuatan Pelet.

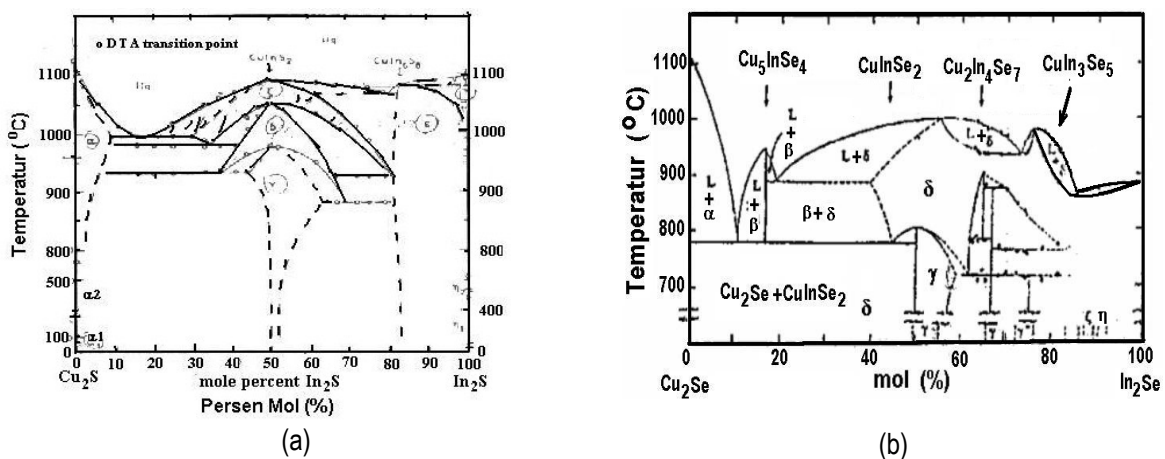
Bahan yang akan digunakan untuk pembuatan target adalah paduan bahan dari serbuk Cu, In, S dan Se masing-masing dengan kemurnian 99,99 %. Paduan bahan dari Cu, In, S dan Se dibuat menjadi bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ masing-masing untuk $x = 0,2; 0,5$ dan $0,8$. Paduan dari ke empat bahan tersebut dicampur dan diaduk sampai merata, kemudian dimasukkan ke dalam alat pengepres untuk di pres dengan beban tekan 500 kg/cm^2 . Hasil paduan bahan semikonduktor untuk target dicetak menjadi bentuk pelet $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ dengan ukuran diameter 13 mm dan tebal 2 mm.

Pembuatan Bahan Target Dengan Teknik Bridgman

Bahan semikonduktor $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ yang berbentuk pelet dimasukkan ke dalam tabung kaca kuarsa dengan ketebalan 2 mm, diameter dalam 12 mm dan diameter luar 16 mm. Kemudian tabung kaca kuarsa ditutup dengan mengelas diujung tabungnya, sehingga seperti bentuk kapsul. Selanjutnya tabung kaca kuarsa divakumkan dengan menggunakan pompa vakum rotari sampai tekanan vakumnya mencapai 5×10^{-4} Torr selama 4 jam. Untuk proses pengelasan tabung kuarsa yaitu ketika tekanan vakumnya sudah mencapai 10^{-4} Torr. Tujuan pengelasan tabung kaca kuarsa ini agar ketika dilakukan pemanasan paduan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ yang berada di dalam tabung tidak bereaksi dengan oksigen, nitrogen dan gas lain yang tidak dikehendaki.

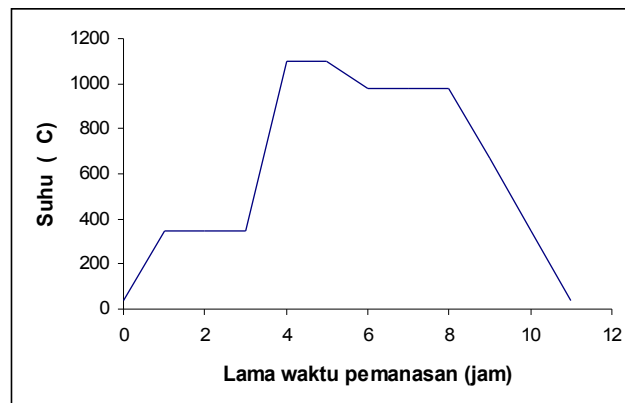
Pelaksanaan Preparasi Penumbuhan Kristal

Salah satu teknik yang dapat digunakan untuk penumbuhan kristal semikonduktor adalah dengan teknik Bridgman. Teknik penumbuhan kristal ini dalam bentuk masif yaitu dengan cara melelehkan bahan paduan $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ berbentuk pelet ini ke dalam tabung kuarsa yang telah divakumkan. Kemudian kapsul tabung kuarsa ini dipanaskan secara bertahap dalam alat pemanas (*furnace*) pada posisi horisontal. Dalam pemanasan dipilih posisi horisontal, karena gaya adhesi antara bahan paduan dengan dinding tabung kuarsa lebih kecil bila dibandingkan dengan posisi vertikal, sehingga kemungkinan terjadi retakan atau cacat kristal dapat dikurangi.⁽⁵⁾ Satu diantara parameter yang berpengaruh dalam penumbuhan kristal adalah suhu dan waktu pemanasan. Untuk menentukan alur pemanasan paduan bahan semikonduktor, maka perlu diperhatikan diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{S} - \text{In}_2\text{S}$) dan diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}$) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Dengan menggunakan diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{S} - \text{In}_2\text{S}$) dan diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}$) ini diharapkan dapat dipakai sebagai acuan untuk memperoleh penumbuhan kristal dan memberikan informasi dalam menentukan paduan bahan dan suhu kritis bahan.⁽⁵⁾



Gambar 1. Diagram fasa a). ($\text{Cu}_2\text{S} - \text{In}_2\text{S}$) dan b). ($\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}$) untuk sistem keseimbangan bahan.

Berdasarkan informasi dari diagram fasa ($\text{Cu}_2\text{S} - \text{In}_2\text{S}$) dan ($\text{Cu}_2\text{Se} - \text{In}_2\text{Se}$) pada Gambar 1, maka untuk sampel 3 paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0,8}\text{Se}_{0,2})_2$ telah dipanaskan secara bertahap sesuai dengan alur pemanasan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik alur pemanasan paduan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$.

Paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ atau (CISS) telah dipanaskan secara bertahap berturut-turut mulai dari suhu 40°C, suhu (40-350) °C selama 1 jam, suhu 350 °C selama 2 jam, suhu (350-1.100)°C selama 60 menit, suhu 1.100 °C selama 60 menit, kemudian suhu diturunkan dari (1.100-980) °C selama 60 menit, suhu 980 °C selama 120 menit dan suhu (980-40) °C selama 180 menit.

Dilakukan pemanasan bertahap ini tujuannya agar supaya paduan bahan Cu, In, S dan Se terjadi reaksi dan saling mengikat, sehingga paduan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ terdistribusi cukup homogen, karena masing-masing unsur mempunyai titik leleh yang berlainan yaitu $\text{Cu}=1.083^\circ\text{C}$, $\text{In}=165^\circ\text{C}$, $\text{S}=112^\circ\text{C}$ dan $\text{Se}=217^\circ\text{C}$. Untuk pemanasan 350 °C dipertahankan selama 2 jam, agar paduan bahan ke tiga unsur In, S dan Se terjadi reaksi dan saling mengikat, sehingga distribusi paduan cukup homogen. Kemudian pemanasan dinaikkan 1.100 °C dipertahankan selama 1 jam, agar paduan bahan ke empat unsur Cu, In, S dan Se dapat bereaksi yang saling mengikat menjadi target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$. Selanjutnya agar tidak terjadi keretakan atau pecah pada target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ akibat pendinginan mendadak, maka pemanasan akan diturunkan secara bertahap menjadi 980 °C dipertahankan selama 2 jam, kemudian diturunkan lagi sampai suhu kamar.

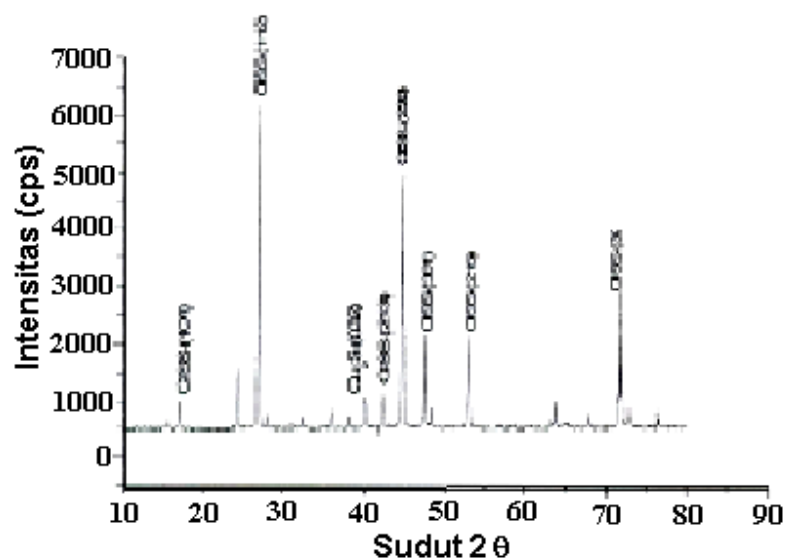
Karakterisasi

Hasil paduan dari masing-masing bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_x, \text{Se}_{1-x})_2$ akan dikarakterisasi dengan spektrometer sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristalnya dan diharapkan akan diperoleh penumbuhan kristal tunggal yang sempurna dengan kemurnian tinggi. Kemudian hasil XRD dari ke tiga sampel tersebut akan dibandingkan sesuai dengan kandungan sulfur didalamnya. Selanjutnya juga diamati pengaruh kandungan sulfur terhadap perhitungan konstante kisi a dan c serta volume sel unit a^2c .⁽⁶⁾

HASIL DAN PEMBAHASAN

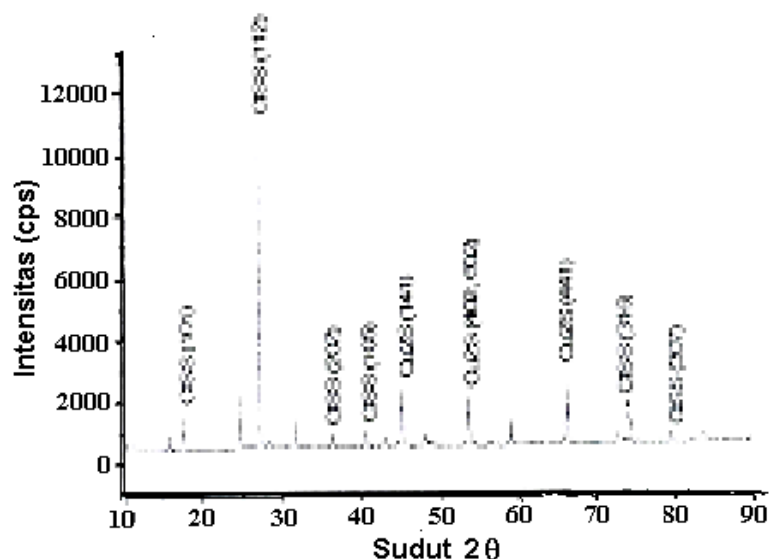
Hasil dari karakterisasi struktur kristal paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$ dengan difraksi Sinar-X (XRD) ditunjukkan pada Gambar 3.

Pola difraksi sinar-X (sampel 1) paduan bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$ untuk pemanasan yang sesuai dengan alur pemanasan sampel 1 disebutkan di atas, telah diperoleh hasil penumbuhan kristal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. Berdasarkan analisis data pola difraksi sinar-X dari preparasi paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$, maka hasil data yang diperoleh telah memperlihatkan beberapa pertumbuhan kristal yang terorientasi pada bidang (101), (112), (213), (220), (301), (215) dan (325), dengan sudut 2θ berturut-turut $17,52^\circ$; $26,90^\circ$; $42,11^\circ$; $44,55^\circ$; $47,48^\circ$; $53,03^\circ$ dan $71,71^\circ$. Apabila dibandingkan dengan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*), maka ada sedikit pergeseran sudut hamburan 2θ yaitu berturut-turut $17,12^\circ$; $26,65^\circ$; $41,99^\circ$; $44,28^\circ$; $47,80^\circ$; $52,96^\circ$ dan $71,44^\circ$. Pergeseran sudut hamburan ini dimungkinkan karena pada saat pertumbuhan kristal sangat dipengaruhi oleh suhu pemanasan dan kemungkinan lain adalah telah tersisipi oleh atom-atom lain, sehingga akan mempengaruhi jarak antar bidang kristal.



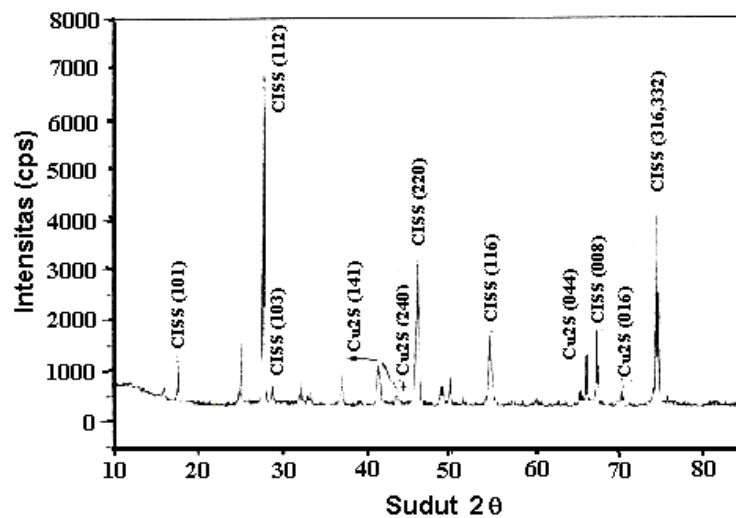
Gambar 3. Hasil karakterisasi struktur kristal paduan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2},\text{Se}_{0.8})_2$ dengan XRD.

Hasil karakterisasi struktur kristal paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5},\text{S}_{0.5})_2$ dengan difraksi Sinar-X (XRD) ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil karakterisasi struktur kristal paduan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5},\text{S}_{0.5})_2$ dengan XRD.

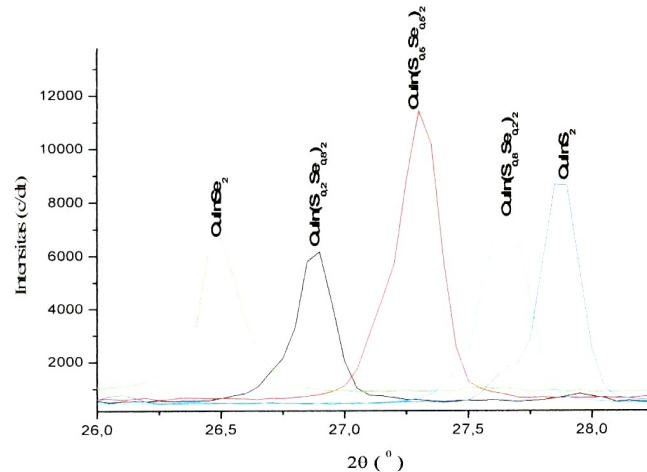
Pola difraksi sinar-X (sampel 2) paduan bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5},\text{Se}_{0.5})_2$ untuk pemanasan yang sesuai dengan alur pemanasan sampel 2 disebutkan di atas, telah diperoleh hasil penumbuhan kristal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Berdasarkan analisis data pola difraksi sinar-X dari preparasi paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5},\text{Se}_{0.5})_2$, maka hasil data yang diperoleh telah memperlihatkan beberapa pertumbuhan kristal yang terorientasi pada bidang (101); (112); (202); (105); (316) dan (307), dengan sudut 2θ berturut-turut $17,53^\circ$; $27,27^\circ$; $36,36^\circ$; $42,99^\circ$; $74,09^\circ$ dan $79,59^\circ$. Apabila dibandingkan dengan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*), maka ada sedikit pergeseran sudut hamburan 2θ yaitu berturut-turut $17,91^\circ$; $27,88^\circ$; $36,28^\circ$; $43,80^\circ$; $74,53^\circ$ dan $79,59^\circ$. Pergeseran sudut hamburan ini dimungkinkan karena pada saat pertumbuhan kristal sangat dipengaruhi oleh suhu pemanasan dan kemungkinan lain adalah telah tersisipi oleh atom-atom lain, sehingga akan mempengaruhi jarak antar bidang kristal.



Gambar 5. Hasil karakterisasi struktur kristal paduan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ dengan XRD.

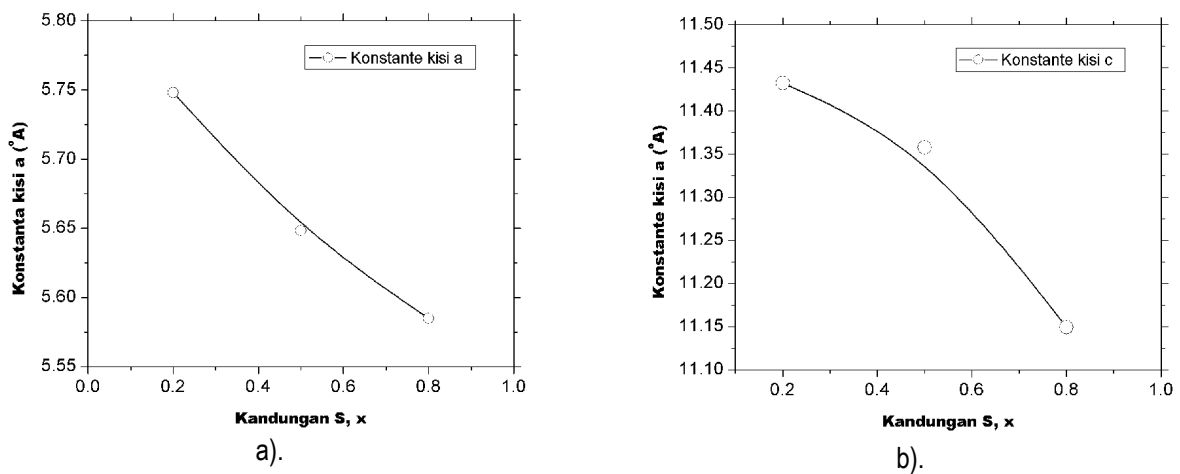
Hasil karakterisasi struktur kristal paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ dengan difraksi Sinar-X (XRD) ditunjukkan pada Gambar 5. Pola difraksi sinar-X (sampel 3) paduan bahan target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ untuk pemanasan yang sesuai dengan alur pemanasan pada Gambar 2, telah diperoleh hasil penumbuhan kristal seperti ditunjukkan pada Gambar 5. Berdasarkan analisis data pola difraksi sinar-X dari preparasi paduan bahan semikonduktor target $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$, maka hasil data yang diperoleh telah tampak beberapa pertumbuhan kristal yang terorientasi pada bidang (101); (112); (103); (220); (116); (008); (316) dan (332), dengan sudut 2θ berturut-turut $17,69^\circ$; $27,64^\circ$; $28,71^\circ$; $45,92^\circ$; $54,60^\circ$; $67,24^\circ$; $74,22^\circ$ dan $74,60^\circ$. Apabila dibandingkan dengan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*), ada sedikit pergeseran sudut hamburan 2θ yaitu berturut-turut $17,91^\circ$; $27,88^\circ$; $28,96^\circ$; $46,47^\circ$; $54,72^\circ$; $67,22^\circ$; $74,56^\circ$ dan $74,85^\circ$. Pergeseran sudut hamburan 2θ ini terjadi karena pada saat pertumbuhan kristal sangat dipengaruhi oleh suhu pemanasan dan kemungkinan lain adalah telah disisipi oleh atom-atom lain atau terjadi interstisi, sehingga akan mempengaruhi jarak antar bidang kristal. Hasil gabungan dari karakterisasi struktur kristal sampel dari bahan masif $\text{CuIn}(\text{S}_x, \text{Se}_{1-x})_2$, CuInS_2 dan CuInSe_2 dengan sinar-X (XRD) ditunjukkan pada Gambar 6.

Pola difraksi sinar-X (sampel 1, 2 dan 3) dari bahan masif $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}, \text{Se}_{0.5})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ pada pemanasan sesuai dengan alur pemanasan masing-masing, telah diperoleh hasil penumbuhan kristal seperti ditunjukkan pada Gambar 6. Berdasarkan analisis data pada pola difraksi sinar-X dari preparasi bahan masif $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}, \text{Se}_{0.5})_2$ dan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ dengan menggunakan teknik Bridgman, masing-masing telah ditampilkan puncak-puncak cacah optimum yang terorientasi pada bidang (112) atau mempunyai indeks miller (112). Hasil data yang diperoleh untuk (sampel 1) $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$ apabila dibandingkan dengan data JCPDS, tampak bahwa ada pergeseran sudut 2θ dari sudut $26,90^\circ$ menjadi sudut $26,65^\circ$. Untuk (sampel 2) $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}, \text{Se}_{0.5})_2$ tampak bahwa ada pergeseran sudut 2θ dari sudut $27,27^\circ$ menjadi sudut $27,88^\circ$. Untuk (sampel 3) $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ tampak ada pergeseran sudut 2θ dari sudut $27,64^\circ$ menjadi sudut $27,88^\circ$. Dari ke tiga sampel $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}, \text{Se}_{0.8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}, \text{Se}_{0.5})_2$ dan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}, \text{Se}_{0.2})_2$ masing-masing tampak mempunyai puncak cacah optimum yang terorientasi pada bidang (112) dengan sudut 2θ berturut-turut $26,90^\circ$, $27,27^\circ$ dan $27,64^\circ$. Dari hasil data yang diperoleh tampak bahwa semakin banyak penambahan kandungan sulfur pada sistem CIS akan menyebabkan pergeseran sudut hamburan semakin besar, hal ini terjadi karena adanya penyisipan (interstisi) dari unsur S yang mendesak atom-atom dalam struktur kristal. Dengan demikian pergeseran yang terjadi pada sudut hamburan kristal juga menunjukkan adanya pergeseran pada jarak antar bidang. Hubungan antara sudut hamburan dan jarak antar bidang kristal didekati dengan persamaan $2d \sin \theta = n\lambda$. Pergeseran sudut ini juga akan mempengaruhi nilai konstante kisi kristal a dan c yang terbentuk.



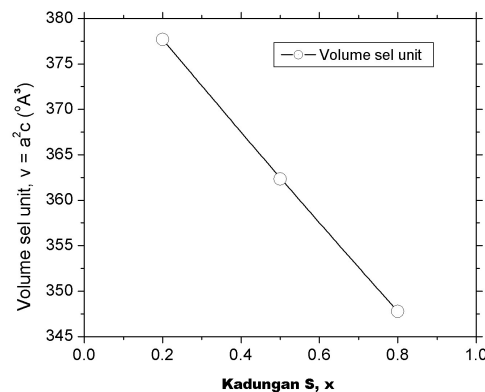
Gambar 6. Difraktogram masif CuInSe_2 ; $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}\text{Se}_{0.8})_2$; $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}\text{Se}_{0.5})_2$; $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}\text{Se}_{0.2})_2$ dan CuInS_2 dengan spektrometer sinar-X (XRD).

Berdasarkan hasil data eksperimen yang diamati dengan menggunakan XRD, maka data eksperimen dapat untuk menghitung nilai konstante kisi a dan c dengan menggunakan metode Cohen. Hasil perhitungan nilai konstante kisi a dan c yang diperoleh untuk variasi kandungan sulfur, x dari $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ seperti ditunjukkan pada Gambar 7a dan 7b, sedangkan untuk volume sel unit a^2c variasi kandungan sulfur, x $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 7. Hubungan antara konstante kisi a dan c dengan kandungan sulfur, x, dari $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$.

Penambahan sulfur pada sistem CIS menyebabkan pergeseran sudut hamburan yang semakin besar dan juga terjadi pergeseran pada jarak antar bidang, sehingga nilai konstante kisi a dan c mengalami penurunan seperti ditunjukkan pada Gambar 7a dan 7b. Nilai konstante kisi kristal dari bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}\text{Se}_{0.8})_2$ adalah ($a = 5,747 \text{ \AA}$; $c = 11,432 \text{ \AA}$), bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}\text{Se}_{0.5})_2$ yaitu ($a = 5,648 \text{ \AA}$; $c = 11,357 \text{ \AA}$) dan bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}\text{Se}_{0.2})_2$ yaitu ($a = 5,584 \text{ \AA}$; $c = 11,149 \text{ \AA}$). Untuk parameter volume unit sel a^2c juga terjadi penurunan dengan adanya penambahan kandungan sulfur seperti ditunjukkan pada Gambar 8. Untuk bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}\text{Se}_{0.8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}\text{Se}_{0.5})_2$ dan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}\text{Se}_{0.2})_2$ diperoleh nilai volume unit sel berturut-turut $a^2c = 377,704 \text{ (\AA}^3\text{)}$; $362,332 \text{ (\AA}^3\text{)}$ dan $347,768 \text{ (\AA}^3\text{)}$. Penurunan nilai konstante kisi a dan c serta volume unit sel akibat penambahan kandungan sulfur ini karena jari-jari atom sulfur (100 pm) lebih kecil dari jari-jari atom selenium (115 pm).



Gambar 8. Hubungan antara volume unit sel a^2c dengan kandungan sulfur, x , dari $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi struktur kristal dan pembahasan mengenai paduan bahan semikonduktor $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ yang telah dilakukan dengan teknik Bridgman, maka dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Hasil pola difraksi sinar-X dari paduan bahan semikonduktor $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}\text{Se}_{0.8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}\text{Se}_{0.5})_2$ dan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}\text{Se}_{0.2})_2$ yang dibuat dengan teknik Bridgman telah memperlihatkan terbentuknya penumbuhan kristal.
2. Hasil karakterisasi struktur kristal dengan XRD dari masing-masing bahan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.2}\text{Se}_{0.8})_2$, $\text{CuIn}(\text{S}_{0.5}\text{Se}_{0.5})_2$ dan $\text{CuIn}(\text{S}_{0.8}\text{Se}_{0.2})_2$, telah diperoleh pertumbuhan kristal dengan puncak cacah optimum yang terorientasi pada bidang (112) dengan sudut hamburan 2θ berturut-turut $26,90^\circ$; $27,27^\circ$ dan $27,64^\circ$
3. Hasil nilai konstante kisi kristal a dan c serta volume unit sel a^2c dari kristal $\text{CuIn}(\text{S}_x\text{Se}_{1-x})_2$ telah mengalami penurunan akibat pengaruh penambahan kandungan sulfur.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada Sdr Sumaryadi, J.Karmadi, Isak Anshori, Sdri Deny Yusthina dan Kristianingsih S yang telah membantu penelitian ini, terutama pada saat melakukan pemvakuman, pengelasan tabung kuarsa dan pembuatan pelet paduan bahan. Semoga segala bantuan dan budi baik Saudara mendapat balasan dari Allah SWT. Amien.

DAFTAR PUSTAKA

1. J. BEKKER, V. ALBERTS, A.W. R. LEITCH, J. R. BOTHA, Properties of $\text{CuIn}(\text{Se,S})_2$ Thin Films Prepared by Two-Step Growth Processes, *Thin Solid Film* 431-432, (2003), 116-121.
2. JAN STERNER, ALD Buffer Layer Growth and Interface Formation on $\text{Cu}(\text{In,Ge})\text{Se}_2$ Solar Cell Absorbers, *Acta Universitatis Upsaliensis*, Uppsala, (2004).
3. LS YIP, I. SHIH, CHAMPNESS, Method of Avoiding Ampoule Adhesion of Ingot in Bridgman Growth CuInSe_2 , *Journal of crystal growth*, Nort Holand, K (2003).
4. C. P. LIU, B. H. TSENG, Preparation and Characterization of CuInS_2 Thin Films Completely Converted From CuInSe_2 by Sulfurization, Article in Press, *Thin Solid Film* xx (2004), 1-5
5. JONG WON LIM, JAE JOON CHOI, IN HWAN CHOI, Characteristics of CuInSe Thin Film Prepared by Sputtering of $\text{Cu}_2\text{Se-In}_2\text{Se}_3$ Target, *Journal of the Sputtering*. (2003).
6. TAKAHIRO WADA, HIROKI KINOSHITA, Preparation of $\text{CuIn}(\text{S,Se})_2$ by Mechanochemical Process, Article in Press, *Thin Solid Film* xx (2004), xxx-xxx.