

SINTESIS SENYAWA TiO₂ TERDOPING NITROGEN SEBAGAI LAPISAN MESOPORI PADA SINTESIS MATERIAL TiO₂/CH₃NH₃PbI₃

SYNTHESIS OF N-DOPED TiO₂ AS MESOPOROUS LAYER OF SYNTHESIS TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ MATERIAL

Denny Hadya Khoirulfatihin , Cahyorini Kusumawardani

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Email : hadyadenny@gmail.com, cahyorini.k@uny.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh perbandingan mol TTIP dan dodesilamin terhadap karakteristik material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen serta mengetahui pengaruh jenis pelarut terhadap karakteristik material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃. Material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen dihasilkan melalui metode sol-gel satu langkah dengan prekursor Titanium (IV) Isopropoksida dan Dodesilamin sebagai sumber nitrogen dan pencetak pori. Sintesis dilakukan dengan variasi perbandingan mol TTIP dan Dodesilamin yaitu 1:1, 1:2, 1:3, 1:4 dan 1:5. Pada proses refluks digunakan temperatur 80°C dengan waktu 6 jam. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 450°C selama 4 jam. Diperoleh serbuk berwarna putih kekuningan. Selanjutnya material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen dilapiskan pada kaca yang sudah dilapisi c-TiO₂. Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ dibuat dengan mencampurkan larutan CH₃NH₃I dalam Isopropanol dan PbI₂ dalam pelarut yang divariasikan yaitu DMF, DMSO, DMF/DMSO=1:1 dan Asetonitril. Selanjutnya larutan tersebut dilapiskan pada substrat yang sebelumnya telah dilapisi dengan *compact*-TiO₂ dan *mesoporous*-TiO₂. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan perbandingan mol TTIP dan dodesilamin dalam sintesis material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen tidak berpengaruh terhadap fasa, namun mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk, dilakukan karakterisasi UV-Vis terhadap sampel dengan perbandingan mol TTIP/DDA 1:2, karena menunjukkan peningkatan ukuran kristal yang cukup signifikan akibat adanya nitrogen dalam kisi kristal TiO₂, namun dengan rasio mol TTIP/DDA yang cukup kecil, diperoleh nilai energi celah pita sebesar 3,26 eV. Jenis pelarut sangat mempengaruhi nilai energi celah pita dari material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃. Sampel dengan pelarut DMF/DMSO 1:1 merupakan yang paling mendekati nilai energi celah pita dari senyawa CH₃NH₃PbI₃ menurut teori. Sampel material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ yang memungkinkan untuk diaplikasikan pada sel surya perovskite yaitu sampel dengan pelarut DMF/DMSO 1:1 dan pelarut asetonitril, meskipun hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa seluruh sampel bersifat amorf yang disebabkan oleh material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ yang telah terdegradasi.

Kata kunci : TiO₂, nitrogen, *mesoporous*, CH₃NH₃PbI₃.

Abstract

The research to determine the effect of mole ratio of TTIP and Dodecylamine on the characteristics of N doped *mesoporous*-TiO₂ and to know the effect of solvent types on the characteristics of TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ material have been done. N doped *mesoporous*-TiO₂ material was produced through a one-step sol-gel method with Titanium (IV) Isopropoxide as precursor and dodecylamine as nitrogen source and pore template agent. The synthesis was carried out with variations in the mole ratio between TTIP and dodecylamine, they were 1:1, 1:2, 1:3, 1:4 and 1:5. The reflux process use 80°C as temperature for 6 hours. The calcination was carried out at 450°C for 4 hours. Yellowish white powder were obtained. Then, N doped *mesoporous*-TiO₂ was coated on c-TiO₂ coated glass. The white layer was obtained from this process. The TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ material was made by mixing CH₃NH₃I in Isopropanol solution and PbI₂ in DMF, DMSO, DMF/DMSO=1:1 or Acetonitrile. Then the solution was coated on the substrate which had previously been coated with *compact*-TiO₂ and *mesoporous*-TiO₂ and heated on a hotplate at 130°C for 10 minutes. The results are in the form of a yellow layer. The XRD characterization results show the mole ratio of TTIP and dodecylamine in the synthesis of N doped *mesoporous*-TiO₂ material has no effect on the phase, but affects the size of the crystals. XRD characterization results showed that the mole ratio of TTIP and dodecylamine in

the synthesis of mesoporous-TiO₂ material doped with nitrogen had no effect on the phase, but affected the size of the crystals formed, UV-Vis characterization of the sample with a 1:2 mole ratio TTIP/DDA have been performed, because it showed a significant increase in size of the crystal due to the presence of nitrogen in the TiO₂ crystal lattice, but with a small TTIP/DDA mole ratio, a band gap energy value of 3.26 eV is obtained. The type of solvent greatly affects the band gap of TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ material. Sample with DMF/DMSO 1:1 solvent are the closest to the band gap of CH₃NH₃PbI₃ compounds according to the theory. The TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ material samples that were possible to be applied to perovskite solar cells were samples with DMF/DMSO 1:1 solvent and acetonitrile solvent, although the XRD characterization results showed that all samples were amorphous due to degraded TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ materials.

Keywords : TiO₂, nitrogen, mesoporous, CH₃NH₃PbI₃.

PENDAHULUAN

Kebutuhan energi Indonesia terus meningkat seiring bertambahnya jumlah penduduk Indonesia. Total konsumsi energi final Indonesia meningkat pada tahun 2003 sebesar 117 juta *Ton of Oil Equivalent* (TOE), pada tahun 2013 menjadi 174 juta TOE (Dewan Energi Nasional, 2014). Beberapa daerah di Indonesia memiliki akses yang sulit diakibatkan oleh kondisi geografis yang sulit untuk dijangkau. Penyaluran energi listrik ke daerah terpencil dan terisolasi sangatlah sulit, sehingga masih banyak daerah di Indonesia yang belum terjangkau oleh aliran listrik. Padahal listrik merupakan salah satu kebutuhan yang sangat penting bagi manusia untuk membantu dalam berbagai aspek kehidupan.

Sel surya merupakan salah satu terobosan teknologi yang memanfaatkan energi terbarukan yang ramah lingkungan. Sel surya tidak menghasilkan pencemaran dalam penggunaannya karena sel surya memanfaatkan energi yang bersumber dari cahaya matahari (Jha, 2010). Potensi energi surya untuk dikembangkan yaitu sebesar 4,80 kWh/m²/hari (Dewan Energi Nasional, 2014).

Sel surya perovskite memiliki perkembangan efisiensi yang signifikan dalam 5 tahun terakhir dibandingkan dengan sel surya generasi ketiga lainnya. Sel surya perovskite pertama kali dikembangkan pada tahun 2009 oleh Kojima dkk, dengan mengaplikasikan larutan perovskite pada sel fotoelektrokimia dengan efisiensi yang didapat adalah sebesar 3,81% (Kojima *et al.*, 2009). Setelah itu perkembangan sel surya perovskite menjadi sangat pesat dengan dilakukannya berbagai inovasi baik dalam penggunaan material maupun proses fabrikasi sel surya untuk meningkatkan efisiensinya (Noorlaily, Ulfa, & Bisri, 2015). Sehingga pada tahun 2015 didapatkan efisiensi tertinggi mampu mencapai hingga lebih dari 20% (Yang *et al.*, 2015).

Sel surya provskite memiliki beberapa komponen yaitu substrat yang berfungsi sebagai anoda (Zhu, 2017), *compact layer* yang berfungsi sebagai *Electron Transporting Material* (ETM) (Cui, 2015), lalu *mesoporous layer* yang juga berfungsi sebagai *Electron Transporting Material* (ETM) dan untuk menyangga material penyerap cahaya serta mencegah terjadinya cacat pada morfologi sel surya perovskite yang dapat

merusak fungsi fotofoltaiknya (Wang, 2014), lapisan perovskite yang berfungsi sebagai penyerap sinar matahari, kemudian terdapat lapisan *Hole Transporting Material* (HTM) dan lapisan terakhir yaitu katoda (Zhu, 2017).

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis material *compact*-TiO₂ sebagai *compact layer*, sintesis material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen sebagai *mesoporous layer* dengan variasi perbandingan mol prekursor untuk mengetahui perbandingan mol prekursor yang optimal dan sintesis senyawa perovskite CH₃NH₃PbI₃ yang digunakan sebagai penyerap cahaya matahari (*light absorber*) dengan variasi jenis pelarut untuk mengetahui jenis pelarut yang optimal sehingga dapat meningkatkan efisiensi dan dapat diaplikasikan dalam sel surya perovskite secara luas sebagai energi terbarukan yang ramah lingkungan.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah dodesilamin, Titanium (IV) Isopropoksida, asam asetat glasial, *deionized water*, PbI₂, etanol absolut, CH₃NH₃I, dimetilformamida (DMF), dimetilsulfoksida (DMSO), asetonitril, isopropanol dan kaca preparat. Alat yang digunakan antara lain alat-alat gelas, neraca analitik, *magnetic stirrer*, *hotplate*, *furnance*, XRD *Rigaku Miniflex* 600 dengan radiasi Cu α ($\lambda=1,5405981 \text{ \AA}$) dan UV-Vis 1700 *Pharmaspec Spectrophotometer Specular Reflectance Attachment*.

1. Sintesis *compact*-TiO₂

Sintesis *compact*-TiO₂ dilakukan dengan melarutkan 0,46 mL Titanium Isopropoksida dengan 5 mL etanol absolut sambil dilakukan

pengadukan. Kemudian dilanjutkan dengan pengadukan selama 30 menit. Setelah itu larutan ditambahkan Triton-X sebanyak 12 mL dan Asetilaseton sebanyak 2,4 mL hingga terbentuk larutan kental seperti minyak. Selanjutnya larutan dilapiskan pada kaca preparat dan dipanaskan dalam *furnance* dengan suhu 500°C selama 30 menit.

2. Sintesis *mesoporous*-TiO₂ terdoping Nitrogen

Sintesis m-TiO₂ dilakukan berdasarkan metode yang telah dikembangkan pada penelitian sebelumnya yaitu 4,7 mL DDA dilarutkan dalam 80 mL etanol absolut dan diaduk selama 2 jam sehingga diperoleh larutan homogen. Setelah itu, 3 mL Titanium isopropoksida ditambahkan tetes demi tetes sambil terus dilakukan pengadukan selama 4 jam. Selanjutnya dilakukan proses refluks terhadap larutan prekursor tersebut pada temperatur 80°C selama 6 jam. Kemudian larutan hasil refluks didinginkan hingga suhu ruang dan ditambah asam asetat glasial hingga pH 5. Setelah itu, ditambahkan 7,2 mL air terdeionisasi tetes demi tetes sambil diaduk dan dilanjutkan pengadukan selama 24 jam. Setelah proses hidrolisis selesai larutan didiamkan selama 24 jam dan diperoleh padatan berwarna putih kekuningan. Selanjutnya padatan tersebut dipisahkan dari filtratnya. Serbuk m-TiO₂ diperoleh dengan mengeringkan padatan tersebut pada temperatur 80°C dalam oven selama 4 jam. Selanjutnya padatan tersebut dikalsinasi pada temperatur 450°C selama 4 jam. Serbuk m-TiO₂ selanjutnya dibuat menjadi pasta dengan mencampurkan 0,1823 gram serbuk m-TiO₂ dengan 3 tetes Asetilaseton dan 4 tetes Triton-X. Selanjutnya pasta m-TiO₂ dilapiskan pada kaca

preparat yang sebelumnya sudah dilapisi c-TiO₂ dan dilakukan pemanasan pada suhu 500°C selama 30 menit. Selanjutnya mengulangi langkah-langkah tersebut dengan dodesilamin sebanyak 7,04 mL; 9,39 mL; 11,73 mL dan 2,35 mL.

3. Sintesis Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃

Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ dibuat dengan melarutkan 0,0013 gram CH₃NH₃I dengan 0,2 mL Isopropanol. Kemudian larutan diaduk hingga homogen. Selanjutnya 0,094 gram PbI₂ dilarutkan dengan 0,2 mL DMF dan diaduk hingga homogen. Kemudian larutan CH₃NH₃I dan PbI₂ dicampurkan dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya larutan tersebut dilapiskan pada substrat yang sebelumnya telah dilapisi dengan *compact*-TiO₂ dan *mesoporous*-TiO₂ dan dipanaskan di atas *hotplate* dengan suhu 130°C selama 10 menit. Selanjutnya langkah-langkah tersebut diulangi dengan mengganti DMF dengan pelarut lain yaitu DMSO, Asetonitril dan campuran DMF/DMSO=1:1.

HASIL DAN DISKUSI

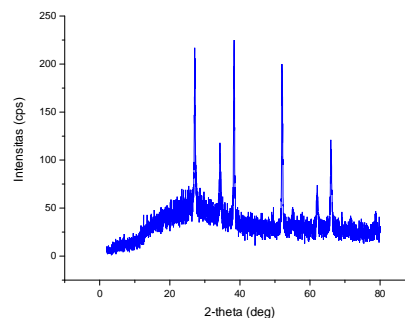
1. Material *compact*-TiO₂

Pada penelitian ini dilakukan sintesis material *compact*-TiO₂ yang digunakan sebagai *Electron Transporting Material* (ETM) dalam sel surya perovskite. Preparasi material ini menggunakan Titanium Isopropoksida sebagai sumber titania dan menggunakan pelarut etanol absolut. Setelah selesai, dihasilkan lapisan *compact*-TiO₂ yang transparan seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. Sampel *compact*-TiO₂
Sampel *compact*-TiO₂ dikarakterisasi

menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui ukuran kristal, struktur kristal, parameter kisi, *space group*, volume kristal dan jumlah serta persentase fasa dalam kristal.



Gambar 2. Difraktogram material *compact*-TiO₂

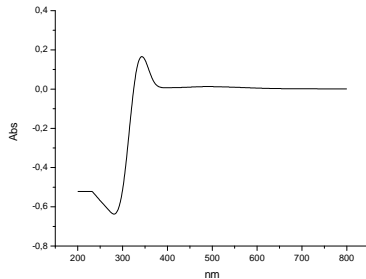
Dari difraktogram XRD dihitung ukuran kristal *compact*-TiO₂ dengan persamaan Scherrer yaitu sebesar 30,765 nm. Selain itu, juga dilakukan pengolahan data XRD dengan program Rietica, diperoleh hasil bahwa sampel terdiri dari 3 fasa kristal yaitu anatase, rutil dan brookite serta data berupa struktur kristal, *space group*, parameter kisi, volum sel dan persentase fasa yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Parameter Kisi dan Volume Kristal material *compact*-TiO₂

Parameter	Compact-TiO ₂		
	Fasa 1 TiO ₂ Anatase	Fasa 2 TiO ₂ Rutil	Fasa 3 TiO ₂ Brookite
Sistem Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Ortorombik
Space Group	I 41/A M D	P 42/M N M	P B C A
a (Å)	3,9057	4,6245	9,1559
b (Å)	3,9057	4,6245	5,4675
c (Å)	10,5557	3,1389	5,1849
α (°)	90	90	90
β (°)	90	90	90
γ (°)	90	90	90
Volume Sel (Å ³)	161,021881	67,128502	259,55551

Persentase Molar Fasa (%)	49,64	10,35	40,01
---------------------------	-------	-------	-------

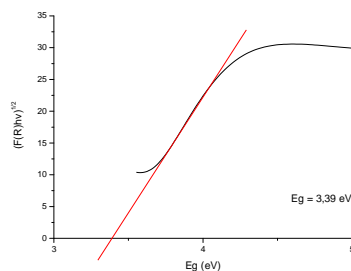
Kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan Spektroskopi UV-Vis *Diffuse Reflectance* untuk mengetahui nilai absorbansi dan reflektansi yang akan digunakan untuk menentukan energi celah pita.



Gambar 3. Spektra Absorbansi UV-Vis material compact-TiO₂

Dapat dilihat dari data absorbansi diperoleh nilai absorbansi maksimum senyawa *c*-TiO₂ yaitu sebesar 343 nm. Hal ini sesuai teori bahwa senyawa TiO₂ aktif pada daerah spektrum ultraviolet. Berdasarkan data nilai absorbansi maksimum senyawa *c*-TiO₂ menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$.

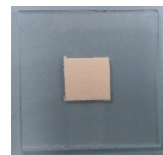
Dari hasil perhitungan energi celah pita dengan grafik $E_g(\text{eV})$ vs $(F(R_{\infty})/hv)^{1/2}$ pada Gambar 4 diperoleh nilai energi celah pita sebesar 3,39 eV. Nilai energi celah pita tersebut mendekati dengan teori yang ada yang menyatakan bahwa TiO₂ khususnya fasa Anatase memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV.



Gambar 4. Energi Celah Pita material compact-TiO₂

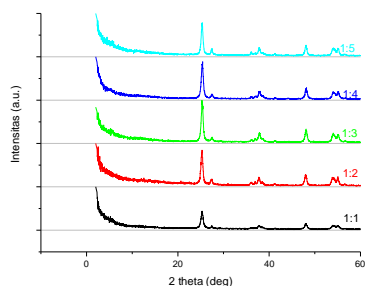
2. Material *mesoporous*-TiO₂ terdoping Nitrogen

Sintesis material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen dilakukan untuk mengisi bagian *mesoporous layer* pada struktur sel surya perovskite yang juga berupa senyawa logam oksida yang juga berfungsi sebagai *Electron Transporting Material* (ETM) dan untuk menyangga material penyerap cahaya serta mencegah terjadinya cacat pada morfologi sel surya perovskite yang dapat merusak fungsi fotofoltaiknya. Prekursor yang digunakan dalam sintesis *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen yaitu Titanium (IV) Isopropoksida sebagai sumber titania, dodesilamin sebagai pencetak pori dan sumber nitrogen, etanol sebagai pelarut karena merupakan jenis pelarut non air sehingga diharapkan mampu menahan proses hidrolisis cepat TiO₂ serta asam asetat glasial sebagai pengatur keasaman. Sintesis dilakukan dengan metode sol-gel satu langkah. Hasil dari sintesis *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen berupa lapisan berwarna putih seperti ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Sampel *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen

Material *mesoporous*-TiO₂ terdoping nitrogen dengan variasi perbandingan mol TTIP dan DDA yang telah dihasilkan juga dianalisis menggunakan XRD, menghasilkan difraktogram seperti pada Gambar 6.



Gambar 6. Difraktogram Material *mesoporous-TiO₂* terdoping Nitrogen dengan Variasi Perbandingan Mol TTIP dan DDA

Hasil perhitungan ukuran Kristal *mesoporous-TiO₂* terdoping nitrogen dengan persamaan Scherrer dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Ukuran Kristal Material *mesoporous-TiO₂* terdoping nitrogen

Sampel	Ukuran Kristal (nm)
TTIP:DDA=1:1	14,42894
TTIP:DDA=1:2	16,04146
TTIP:DDA=1:3	16,22360
TTIP:DDA=1:4	16,89098
TTIP:DDA=1:5	16,66299

Variasi perbandingan mol TTIP dan dodesilamin mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk. Semakin besar perbandingan mol dodesilamin terhadap TTIP, ukuran kristal yang terbentuk cenderung semakin besar, meskipun pada perbandingan mol 1:5 terjadi sedikit penurunan. Peningkatan ukuran kristal ini disebabkan karena adanya atom N yang memiliki ukuran yang lebih besar daripada atom O, sehingga semakin banyak atom N dalam struktur kristal ukuran kristal akan semakin besar.

Hasil pengolahan data XRD dengan program Rietica dapat dilihat pada Tabel 3 untuk fasa anatase dan Tabel 4 untuk fasa rutil.

Tabel 3. Data Parameter Kisi dan Volume Kristal Fasa Anatase Material *mesoporous-TiO₂* terdoping Nitrogen dengan Variasi Perbandingan Mol TTIP dan DDA

Paramet	<i>Mesoporous-TiO₂</i> terdoping Nitrogen Fasa Anatase
---------	---

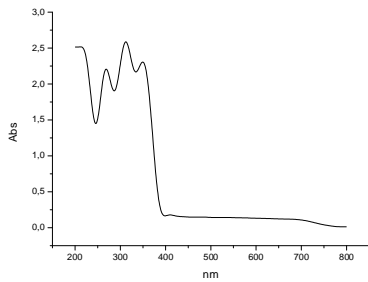
er	1:1	1:2	1:3	1:4	1:5
Sistem Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Space Group	I 41/A M D	I 41/A M D	I 41/A M D	I 41/A M D	I 41/A M D
a (Å)	3,8040	3,8040	3,8040	3,8040	3,8044
b (Å)	3,8040	3,8040	3,8040	3,8040	3,8044
c (Å)	9,5753	9,5671	9,5655	9,5649	9,5669
α (°)	90	90	90	90	90
β (°)	90	90	90	90	90
γ (°)	90	90	90	90	90
Volume Sel (Å ³)	138,55 8563	138,43 9880	138,41 6763	138,43 7195	138,46 6141
Persentase Molar Fasa (%)	81,32	81,31	81,27	81,29	81,34

Tabel 4. Data Parameter Kisi dan Volume Kristal Fasa Rutil Material *mesoporous-TiO₂* terdoping Nitrogen dengan Variasi Perbandingan Mol TTIP dan DDA

Parameter	<i>Mesoporous-TiO₂</i> terdoping Nitrogen Fasa Rutil				
	1:1	1:2	1:3	1:4	1:5
Sistem Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Space Group	P 42/M N M	P 42/M N M	P 42/M N M	P 42/M N M	P 42/M N M
a (Å)	4,6257	4,6224	4,6229	4,6204	4,6186
b (Å)	4,6257	4,6224	4,6229	4,6204	4,6186
c (Å)	2,9750	2,9780	2,9860	2,9860	2,9784
α (°)	90	90	90	90	90
β (°)	90	90	90	90	90
γ (°)	90	90	90	90	90
Volume Sel (Å ³)	63,656 372	63,629 7	63,814 419	63,745 411	63,533 638
Persentase Molar Fasa (%)	18,68	18,69	18,73	18,71	18,66

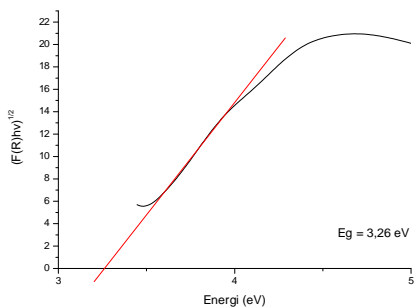
Variasi perbandingan mol prekursor DDA dan TTIP dalam sintesis material *mesoporous-TiO₂* terdoping nitrogen tidak terlalu mempengaruhi fasa yang terbentuk, hal ini ditunjukkan oleh persentase fasa yang tidak terlalu berbeda dari tiap sampel. Sampel dengan perbandingan TTIP/DDA 1:2 menunjukkan peningkatan ukuran kristal yang cukup signifikan, sehingga dilakukan analisa UV-Vis terhadap sampel tersebut.

Hasil analisa Spektroskopi UV-Vis *Diffuse Reflectance* diperoleh spektra absorbansi pada Gambar 7.



Gambar 7. Spektra Absorbansi UV-Vis Material *mesoporous*-TiO₂ terdoping Nitrogen

Dapat dilihat dari data absorbansi diperoleh nilai absorbansi maksimum senyawa *m*-TiO₂ yaitu sebesar 312 nm. Hal ini sesuai teori bahwa senyawa TiO₂ aktif pada daerah spektrum ultraviolet. Berdasarkan data nilai absorbansi maksimum senyawa *m*-TiO₂ yaitu sebesar 312 nm menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$.

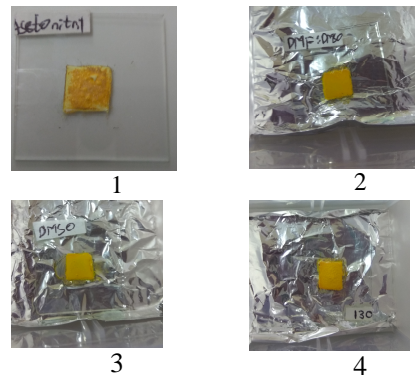


Gambar 8. Energi Celah Pita Material *mesoporous*-TiO₂ terdoping Nitrogen

Dari hasil perhitungan energi celah pita dengan grafik $E_g(\text{eV})$ vs $(F(R_{\infty})hv)^{1/2}$ yang dapat dilihat pada Gambar 8, diperoleh nilai energi celah pita sebesar 3,26 eV. Nilai energi celah pita tersebut sesuai dengan teori yang ada yang menyatakan bahwa TiO₂ khususnya fasa Anatase memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV.

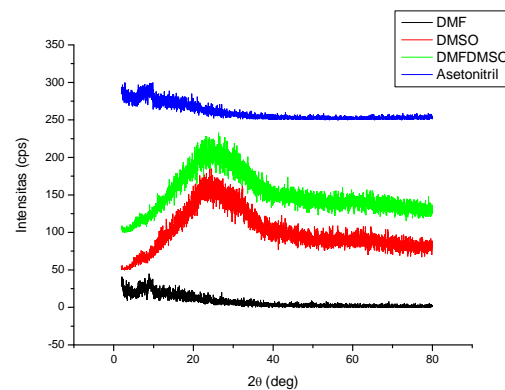
3. Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃

Pada penelitian ini dilakukan sintesis material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ dimana senyawa CH₃NH₃PbI₃ berfungsi sebagai penyerap cahaya untuk meningkatkan sensitivitas TiO₂ dalam sel surya perovskite. Preparasi material ini menggunakan CH₃NH₃I (MAI), PbI₂ sebagai prekursor senyawa CH₃NH₃PbI₃ dan DMF, DMSO, Asetonitril serta campuran DMF dan DMSO dengan perbandingan 1:1 sebagai pelarut.



Gambar 9. Sampel Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ dengan Pelarut Asetonitril (1), DMF/DMSO 1:1 (2), DMSO (3) dan DMF (4)

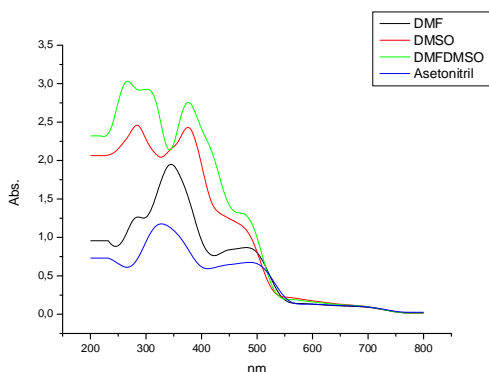
Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ yang telah dihasilkan dianalisis menggunakan XRD dan menghasilkan data berupa difraktogram pada Gambar 10.



Gambar 10. Difraktogram Material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ dengan Variasi Jenis Pelarut

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh, dapat dilihat bahwa material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ yang disintesis dengan semua jenis variasi pelarut

berbentuk amorf, karena tidak terdapat puncak-puncak pada $2\theta = 14,5; 20,5; 25; 28; 32,5$ dan $35,5$ yang mengindikasikan terbentuknya kristal perovskite $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$. Hal ini mungkin disebabkan oleh suhu sintesis yang kurang tepat atau material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ yang disintesis telah terdegradasi akibat bereaksi dengan oksigen maupun uap air yang ada di udara karena material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ bersifat sangat higroskopis.



Gambar 11. Spektra Absorbansi UV-Vis Material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ dengan Variasi Jenis Pelarut

Berdasarkan data nilai absorbansi maksimum material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ dengan variasi jenis pelarut Asetonitril, DMF/DMSO, DMF dan DMSO adalah sebesar 328 nm, 267 nm, 345 nm dan 284 nm. Data tersebut menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$. Sedangkan sampel yang menunjukkan transisi $n \rightarrow \pi^*$ adalah sampel dengan pelarut Asetonitril dan DMF dengan panjang gelombang maksimum sebesar 487 nm dan 481 nm. Energi celah pita dihitung dengan grafik hubungan $h\nu(\text{eV})$ vs $(F(R_{\infty})h\nu)^{1/2}$. Diperoleh nilai energi celah pita material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ seperti pada Tabel 5.

Tabel 5. Data Energi Celah Pita Material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ dengan Variasi Jenis Pelarut

Variasi Pelarut	Energi Celah Pita
DMF	0,84 eV

DMSO	3,54 eV
DMF/DMSO=1:1	1,47 eV
Asetonitril	1,16 eV

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Perbandingan mol TTIP dan dodesilamin dalam sintesis material *mesoporous*- TiO_2 terdoping nitrogen tidak berpengaruh terhadap fasa, namun mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk, dilakukan karakterisasi UV-Vis terhadap sampel dengan perbandingan mol TTIP/DDA 1:2, karena menunjukkan peningkatan ukuran kristal yang cukup signifikan akibat adanya nitrogen dalam kisi kristal TiO_2 , namun dengan rasio mol TTIP/DDA yang cukup kecil sehingga meminimalisir terjadinya polimerisasi senyawa dodesilamin serta proses doping yang dapat terjadi secara substitusional sehingga diharapkan dapat meningkatkan fotoaktivitas TiO_2 , diperoleh nilai energi celah pita sebesar 3,26 eV.

Jenis pelarut sangat mempengaruhi nilai energi celah pita dari material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$. Sampel dengan pelarut campuran DMF/DMSO dengan perbandingan 1:1 memiliki energi celah pita sebesar 1,47 eV, merupakan yang paling mendekati nilai energi celah pita dari senyawa $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ menurut teori. Akan tetapi, energi celah pita yang ideal untuk diaplikasikan pada sel surya adalah 1,1 – 1,55 eV. Sehingga, sampel material $\text{TiO}_2/\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ yang memungkinkan untuk diaplikasikan pada sel surya perovskite yaitu sampel dengan pelarut campuran DMF/DMSO 1:1 dan pelarut asetonitril dengan nilai energi celah pita sebesar 1,47 eV dan 1,16 eV, meskipun hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa seluruh sampel bersifat

amorf yang disebabkan oleh material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ yang telah terdegradasi.

Saran

Perlu karakterisasi FTIR untuk mengetahui komponen yang ada pada sampel material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃. Dalam sintesis material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ perlu dilakukan dalam kondisi yang benar-benar dikontrol agar material TiO₂/CH₃NH₃PbI₃ tidak bereaksi dengan uap air maupun oksigen yang ada di udara bebas sehingga mengakibatkan material terdegradasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Butler, K. T., Frost, J. M., & Walsh, A. (2014). Band Alignment of The Hybrid Halide Perovskites CH₃NH₃PbCl₃, CH₃NH₃PbBr₃ and CH₃NH₃PbI₃. *Materials Horizons*, 0, 1–4.
- Cui, J., Chen, C., Han, J., Cao, K., Zhang, W., Shen, Y., & Wang, M. (2016). Surface Plasmon Resonance Effect in Inverted Perovskite Solar Cells. *Advanced Science*, 3, 1–8.
- Cui, J., Yuan, H., Li, J., Xu, X., & Shen, Y. (2015). Recent progress in efficient hybrid lead halide perovskite solar cells. *Science and Technology of Advanced Materials*, 16(3), 36004.
- Dewan Energi Nasional. (2014). *Outlook Energi Indonesia 2014*. Jakarta: Kementrian ESDM.
- Jha, A. R. (2010). *Solar Cell Technology and Applications*. USA: Taylor and Francis Group.
- Kojima, A., Teshima, K., Shirai, Y., & Miyasaka, T. (2009). Organometal Halide Perovskites as Visible-Light Sensitizers for Photovoltaic. *American Chemical Society*, 131, 6050–6051.
- Kusumawardani, C., Kartini, I., & Narsito. (2010). Synthesis of Nanocrystalline N-Doped TiO₂ and Its Application on High Efficiency of Dye-Sensitized Solar Cells Synthesis of Nanocrystalline N-Doped TiO₂ and Its Application on High Efficiency of Dye-Sensitized Solar Cells. *Sci. J. UBU*, 1, 1-8.
- Noorlaili, P., Ulfa, M., & Bisri, S. Z. (2015). Absorbance Studies of Perovskite CH₃NH₃PbI_(3-x)Cl_x as Light Harvester in Solar Cell. *Advanced Materials Research*, 1112, 282–285.
- Wang, K., Jeng, J., Shen, P., Chang, Y., Diau, E. W., Tsai, C., ... Guo, T. (2014). p-type Mesoscopic Nickel Oxide/ Organometallic Perovskite Heterojunction Solar Cells. *Scientific Reports*, 1–8.
- West, A. R. (1989). *Solid State Chemistry*. United Kingdom: John Wiley & Sons, Ltd.
- Wu, Q., Chen, D., McMaster, W. A., Cheng, Y.-B., & Caruso, R. A. (2017). Solvent-Mediated Intragranular-Coarsening of CH₃NH₃PbI₃ Thin Films toward High-Performance Perovskite Photovoltaics. *Applied Materials and Interface*.
- Yang, W. S., Noh, J. H., Jeon, N. J., Kim, Y. C., Ryu, S., Seo, J., & Seok, S. Il. (2015). High-performance photovoltaic perovskite layers fabricated through intramolecular exchange. *Science*, 348, 1234–1237.
- Zhu, W., Kang, L., Yu, T., Lv, B., Wang, Y., Chen, X., ... Zou, Z. (2017). Facile Face-down Annealing Triggered Remarkable Texture Development in CH₃NH₃PbI₃ Films for High-performance Perovskite Solar Cells. *ACS Applied Materials & Interfaces*.