

STUDI HASIL *PHOTOLUMINESCENCE* PADA LAPISAN TIPIS TiO₂ YANG DIDOPING Sn DAN HUBUNGANNYA DENGAN AKTIFITAS FOTOKATALITIK DALAM MENDEGRADASI SENYAWA ASAM STEARAT SEBAGAI MODEL POLUTAN

Diana V. Wellia^{1*}, Tuti Mariana Lim², Timothy Thatt Yang Tan³

1. Jurusan Kimia, Universitas Andalas, Padang, Sumatera Barat
Kampus Limau Manis, Padang
E-mail: nandadiana@gmail.com
2. School of Life Sciences and Chemical Technology, Ngee Ann Polytechnic, Singapore 599489, Singapore
3. School of Chemical and Biomedical Engineering, Nanyang Technological University, Singapore 637459, Singapore

ABSTRAK

Photoluminescence merupakan suatu teknik *non-destructive* dan memiliki sensitivitas yang tinggi untuk mempelajari sifat fotofisika dan fotokimia suatu semikonduktor. Pengukuran *photoluminescence* dari beberapa sampel lapisan tipis TiO₂ yang didoping Sn dilakukan pada suhu kamar. Panjang gelombang eksitasi yang digunakan adalah 300 nm dengan lebar celah emisi 1 nm. *Photoluminescence* merupakan suatu teknik pengukuran yang bisa memberikan informasi mengenai kekosongan oksigen atau cacat pada permukaan kristal, kondisi permukaan serta pemisahan atau penggabungan muatan, yang berhubungan erat dengan aktifitas fotokatalitiknya. Pada percobaan ini, doping dengan Sn memperlihatkan pengaruh yang jelas pada intensitas *photoluminescence* nanopartikel TiO₂ pada puncak 370 nm tetapi tidak terlalu jelas pada puncak 470 nm. Sampel Sn-3 (dengan konsentrasi Sn⁴⁺ 3.2 wt%) menunjukkan intensitas puncak yang paling rendah dibandingkan sampel-sampel lainnya yang menunjukkan rendahnya kecepatan rekombinasi elektron-hole. Hal ini mendukung hasil aktifitas fotokatalitik Sn-3 yang lebih baik dibandingkan dengan sampel-sampel lainnya.

Katakunci: *Photoluminescence*, TiO₂ yang didoping Sn, Nanopartikel, TiO₂

1. PENDAHULUAN

Reaksi fotokatalisis sangat dipengaruhi oleh adanya elektron dan hole yang tetap berada terpisah. Elektron nantinya akan bereaksi dengan molekul oksigen membentuk radikal anion superoksida (O₂^{•-}) yang akan terlibat dengan reaksi-reaksi selanjutnya. Di sisi lain, hole bisa langsung mengoksidasi senyawa-senyawa organik yang terserap pada TiO₂ atau bereaksi dengan air atau OH⁻ membentuk radikal hidroksil ([•]OH). Radikal hidroksi yang reaktif ini selanjutnya menyerang senyawa organik yang terdapat pada atau dekat permukaan material [1]. Sifat-sifat dan kondisi dari elektron-elektron dan hole tersebut (sifat elektronik, optik dan fotoelektrik) dapat dipelajari dengan spektroskopi *photoluminescence* (PL). Secara umum, PL merupakan teknik *non-destructive* dan memiliki sensitivitas tinggi yang digunakan untuk mempelajari sifat fotofisika dan fotokimia suatu semi konduktor [2, 3].

TiO₂ yang didoping Sn merupakan salah satu teknik modifikasi TiO₂ oleh pendopingan logam untuk menghasilkan fotokatalis lapisan tipis TiO₂ yang dapat teraktifkan oleh cahaya tampak. Pada dasarnya ada beberapa teknik modifikasi TiO₂ untuk menghasilkan fotokatalis TiO₂ yang dapat teraktifkan cahaya tampak yaitu doping oleh non logam, co-doping TiO₂ dengan dua atau lebih dopan dan *coupling* TiO₂ dengan semikonduktor lain

yang memiliki energi gap yang rendah seperti CdS, WO₃, and Bi₂WO₆ [4]. TiO₂ yang didoping Sn ini merupakan penelitian lanjutan dari modifikasi TiO₂ yang dipersiapkan dengan menggunakan metoda sol-gel perokso.

Investigasi TiO₂ yang didoping Sn dengan spektroskopi PL dapat memberikan informasi tentang kondisi permukaan TiO₂ yang didoping Sn dan hubungannya dengan efisiensi fotoreaksi dari fotokatalis [3, 5], belum pernah dilaporkan sebelumnya. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan studi hasil PL dan hubungannya dengan aktifitas fotokatalitik dalam mendegradasi asam stearat sebagai model polutan.

2. BAHAN-BAHAN DAN METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Bahan-bahan

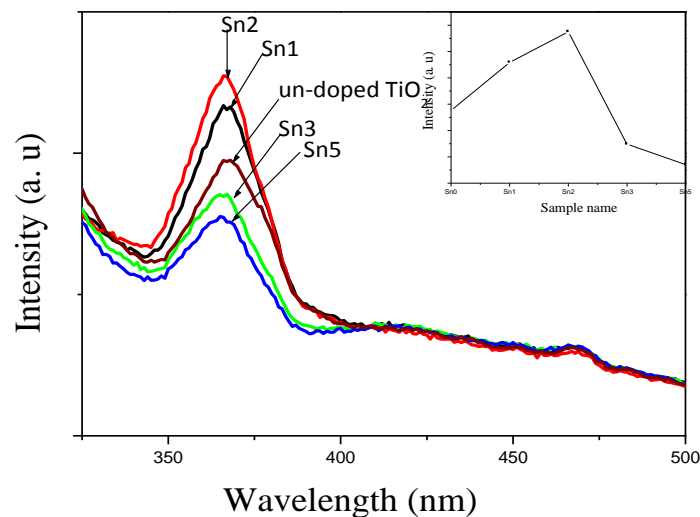
Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah lapisan tipis TiO₂ yang didoping Sn yang telah di buat dengan menggunakan metoda sol-gel perokso. Sampel yang ada diberi nama

Sn-1, Sn-2, Sn-3 dan Sn-4 untuk variasi konsentrasi Sn⁴⁺ 1.08, 2.12, 3.2 and 5.0 wt%, masing-masingnya, yang dikalsinasi pada suhu 550 °C selama satu jam.

2.2 Metodologi Penelitian

Seluruh sampel lapisan tipis TiO₂ yang didoping Sn (Sn-1, Sn-2, Sn-3, Sn-4 dan TiO₂ yang tidak didoping) disiapkan. Pertama kali pengukuran dilakukan untuk menentukan panjang gelombang eksitasi. Setelah diperoleh, panjang gelombang ini digunakan pada pengukuran PL sehingga diperoleh spektrum PL. Pengukuran dilakukan pada suhu ruang dengan menggunakan Fluoromax-4 Spectrophotometer (Horiba Jobin Yvon) dengan celah emisi 1.0 nm.

3. HASIL DAN DISKUSI



Gambar 1 Spektrum PL TiO₂ yang didoping Sn pada beberapa variasi konsentrasi Sn⁴⁺ setelah dikalsinasi pada suhu 550 °C (Sn-1: 1.08 wt% Sn⁴⁺, Sn-2: 2.12 wt% Sn⁴⁺, Sn-3: 3.2 wt% Sn⁴⁺, Sn-5: 5 wt% Sn⁴⁺) (*inset*: Intensitas puncak relatif terhadap dasar nol vs suhu)

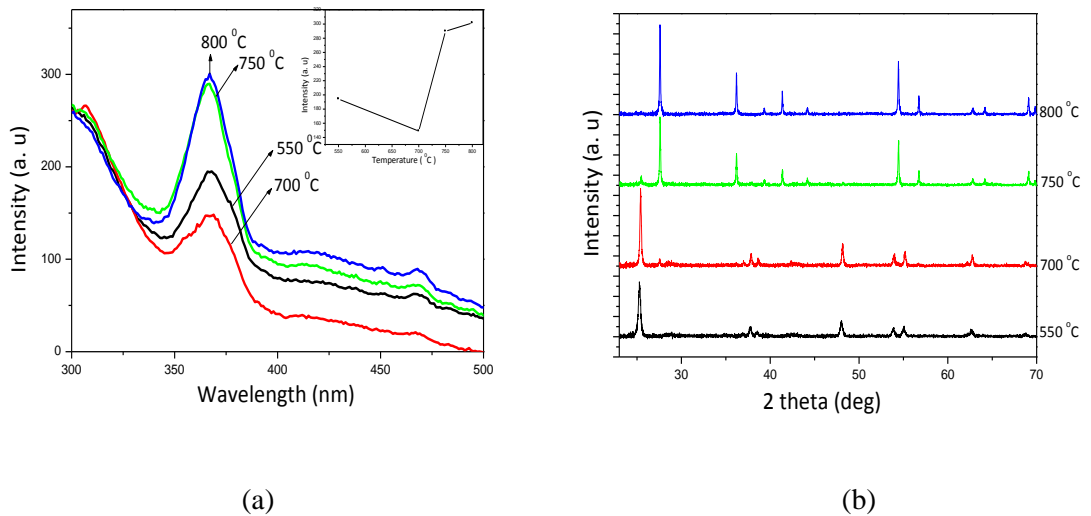
Gambar 1 memperlihatkan spektrum PL dari TiO₂ yang didoping Sn dengan beberapa variasi konsentrasi Sn⁴⁺ setelah dikalsinasi pada suhu 550 °C. Emisi PL merupakan hasil dari rekombinasi elektron yang tereksitasi dan hole, oleh karena itu spektrum emisi PL dapat digunakan untuk mempelajari efisiensi penangkapan muatan pembawa, perpindahan dan transfer pasangan elektron-hole pada semikonduktor [6]. Intensitas puncak PL yang lebih tinggi menunjukkan meningkatnya jumlah emisi foton yang dihasilkan oleh rekombinasi elektron-hole [6,7], artinya efisiensi pemisahan menjadi lebih rendah sehingga aktifitas fotokatalitik pun demikian [8]. Oleh karena itu, terlihat adanya hubungan yang kuat antara intensitas PL dengan aktifitas fotokatalitik. Dari gambar 1 bisa dilihat bahwa pendopingan dengan Sn mempengaruhi intensitas PL nanopartikel TiO₂ pada puncak 370 nm tetapi tidak terlalu jelas pada puncak 470 nm. Penurunan intensitas pada puncak 370 nm menunjukkan penurunan laju rekombinasi sehingga meningkatkan efisiensi pemisahan muatan dari elektron dan hole yang dihasilkan [9]. Gambar 1 juga menunjukkan bahwa intensitas puncak sampel Sn-3 dan Sn-5 lebih rendah dibandingkan sampel yang lain. Hal ini bermakna bahwa laju rekombinasi pada sampel Sn-3 dan Sn-5 lebih rendah dibandingkan sampel yang lain. Sampel Sn-3 dan Sn-5 mengandung fasa anatase dan rutil. Pada heterofasa ini, penurunan laju rekombinasi adalah efisien karena adanya heterofasa ini pada antarmuka dan level doping di dalam *bandgap* [10]. Sedangkan fenomena pada puncak 470 nm disebabkan karena Sn sebagai dopan hanya bisa menekan sedikit perubahan fasa dari anatase ke rutil pada TiO₂ berdasarkan hasil dari XRD (tabel 1). Hal ini menunjukkan bahwa jumlah kekosongan oksigen pada permukaan pada sampel Sn-3 tidak menurun dengan adanya pendopingan Sn. Oleh karena itu penurunan intensitas puncak PL pada TiO₂ yang didoping Sn yang tidak terlihat jelas pada panjang gelombang ini tidak disebabkan oleh penurunan jumlah kekosongan oksigen pada permukaan [11].

Tabel 1 Komposisi fasa Sn-doped TiO₂ dengan variasi konsentrasi Sn⁴⁺ setelah dikalsinasi pada suhu 550 °C selama satu jam (Sn-1: 1.08 wt% Sn⁴⁺, Sn-2: 2.12 wt% Sn⁴⁺, Sn-3: 3.2 wt% Sn⁴⁺, Sn-5: 5 wt% Sn⁴⁺) berdasarkan perhitungan *software* Bruker AXS TOPAS v.3

| No | Sampel | Fasa | |
|----|--------|---------|--------|
| | | Anatase | Rutil |
| 1 | Sn1 | 100% | 0 |
| 2 | Sn2 | 100% | 0 |
| 3 | Sn3 | 36.10% | 63.90% |
| 4 | Sn5 | 6.57% | 93.43% |

Efek dari heterofasa untuk menurunkan laju rekombinasi elektron-hole dibuktikan dengan mengukur PL dari sampel TiO₂ yang dipersiapkan pada beberapa suhu kalsinasi yang berbeda (550, 700, 750 dan 800 °C). Gambar 2 memperlihatkan bahwa sampel TiO₂ yang mengandung anatase dan rutil (bersama-sama) menghasilkan intensitas puncak yang paling rendah.

Hasil PL tersebut mendukung hasil dari uji aktifitas fotokatalitik dari sampel TiO₂ yang didoping Sn dimana sampel Sn3 merupakan LAPISAN tipis Sn-doped TiO₂ dengan aktifitas fotokatalitik yang paling bagus dengan lama penyinaran UV dan sinar tampak selama 24 jam.



Gambar 2 a. Spektrum PL , b. Pola XRD dari TiO₂ pada beberapa variasi suhu kalsinasi (inset: Intensitas puncak relative terhadap dasar nol vs suhu)

4. KESIMPULAN

Intensitas puncak pada spektrum *photoluminescence* dapat memberikan informasi mengenai laju rekombinasi elektron-hole pada reaksi fotokatalisis. Informasi ini sangat berguna untuk menjelaskan hasil aktifitas fotokatalitik karena laju rekombinasi elektron-hole berbanding terbalik dengan tingkat aktifitas fotokatalitik. Sampel Sn-3 (TiO₂ yang didoping Sn dengan konsentrasi Sn⁴⁺ 3.2 wt%) memperlihatkan intensitas puncak yang paling rendah dibandingkan dengan sampel-sampel yang lain. Hal ini menunjukkan laju rekombinasi elektron-hole yang paling rendah pada sampel tersebut sehingga menghasilkan aktifitas fotokatalitik yang paling bagus.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih di tujukan kepada Nanyang Technological University yang telah mendanai penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Kumar C. 2006. Nanomaterials-Toxicity, Health and Environmental Issues. Weinheim. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.
2. Zhang WF, Zhang MS, Yin Z. 2000. Microstructures and Visible Photoluminescence of TiO₂ Nanocrystal. *Physcs of The Solid States (a)* 179: 319-327.
3. Jianying S, Jun C, Zhaochi F, Tao C, Yuxiang L, Xiuli W, Can L. 2007. Photoluminescence Characteristics of TiO₂ and Their Relationship to the Photoassisted Reaction of Water/Methanol Mixture. *Journal of Physical Chemistry C* 111: 693-699.
4. Diana VW. 2012. Green Preparation of Visible Light Active Titanium Dioxide Films. Thesis Dissertation.
5. Hiromitsu N, Tushiyuki M, Mamoru W. 2004. Relationship between Photoluminescence Intensity of TiO₂ Suspension Containing Ethanol and Its Coverage on TiO₂ Surface. *Japanese Journal of Applied Physics* 43 (6A): 3609-3610.

6. Xiangxin Y, Chundi C, Larry E, Keith H, Ronaldo M, Kenneth K. 2008. Synthesis of Visible-Light-Active TiO₂-based Photocatalyst by Carbon and Nitrogen Doping, *Journal of Catalysis* 260 (1): 128-133.
7. Dong YK, Sujung K, Misook K. 2009. *Bulletin of the Korean Chemical Society* 30 (3): 630-635.
8. Ying Z, Kathrin V, Greta RP. 2009. Studies of Nanostructured Bi₂WO₆: Convenient Hydrothermal and TiO₂-Coating Pathways. *Journal of Inorganic and General Chemistry* 635 (12): 1848-1855.
9. Yongqiang C, Tao H, Yongmei C, Yaan C. 2010. Fabrication of Rutile TiO₂-Sn/Anatase TiO₂-N Heterostructures and Its Application in Visible-Light Photocatalysis, *Journal of Physical Chemistry C* 114 (8): 3627-3633.
10. Liqiang J, Shudan L, Shu S, Lianpeng X, Hoggang F. 2008. Investigation on the Electron Transfer between Anatase and Rutile in nano-sized TiO₂ by means of Surface Photovoltage Technique and Its Effects on The Photocatalytic Activity. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 92 (9): 1030-1036.
11. Liqiang J, Hoggang F, Wang B, Xin B, Li S, Sun J. 2006. Effect of Sn Dopant on the Photoinduced Charge Property and Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanoparticles. *Applied Catalysis B: Environmental* 62 (3-4): 282-291.