

PENGARUH KONSENTRASI SUMBER KARBON TERHADAP SIFAT PL FOSFOR BORON CARBON OXYNITRIDE (BCNO)

Nina Yunia Hasanah*¹, Bebeh Wahid Nuryadin^{1,2}, dan Ferry Iskandar²

¹) Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung
Jl. A.H Nasution No. 105 Bandung 40614

²) Departemen Fisika, Fakultas MIPA Institut Teknologi Bandung
Jl. Ganesha 10 Bandung 40123

*E-mail : nina.bbl09@gmail.com

Halaman 1-8

Diterima: 10 November 2014, Direview: 20 November 2014, Dipublikasi: 5 Desember 2014

ABSTRAK

Kami berhasil mensintesis partikel fosfor BCNO dengan metode pemanasan sederhana menggunakan furnace. Kami menggunakan asam sitrat sebagai sumber karbon karena asam sitrat memiliki distribusi berat molekul yang seragam dan bersifat reaktif terhadap sumber boron dan sumber karbon. Variasi intensitas pendaran dan puncak PL dapat diperoleh dengan memvariasikan konsentrasi sumber karbon dan temperatur sintesis. Temperatur sintesis yang kami gunakan yaitu 700°C, 750°C, 800°C, 850°C. Temperatur optimum untuk menghasilkan fosfor BCNO adalah pada temperatur 750°C. Partikel fosfor BCNO dikarakterisasi dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) dan PL spectra. SEM digunakan untuk melihat morfologi partikel fosfor BCNO sedangkan PL spectra digunakan untuk mengetahui intensitas pendaran dan puncak yang dihasilkan. Hasil karakterisasi dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) menunjukkan bahwa morfologi fosfor BCNO berukuran mikron.

Kata kunci: fosfor, boron carbon oxynitride, metode pemanasan sederhana, asam sitrat.

PENDAHULUAN

Aplikasi nanomaterial dalam bidang energi adalah aplikasi pencahayaan yang efektif dan efisien, salah satunya adalah lampu hemat energi dan LED putih. Salah satu bagian material penting dari aplikasi itu adalah material fosfor. Secara tradisional, LED putih dibuat dengan mengkombinasikan LED chip biru indium gallium nitride (InGaN) dengan fosfor yang menghasilkan pendaran kuning seperti $Y^3Al^5O^{12}:Ce^{3+}$ (YAG:Ce³⁺), $Tb^3Al^5O^{12}:Ce^{3+}$ (TAG:Ce³⁺), $CaGa_2S_4:Eu^{2+}$, atau $\alpha-SiAlON:Eu^{2+}$. Fosfor jenis ini biasanya menggunakan ion tanah jarang sebagai aktivator. Namun, beberapa ion tanah jarang seperti europium (Eu), terbium (Tb), dan ytterbium (Yb) yang digunakan untuk menghasilkan luminesensi tinggi harganya sangat mahal dan pembuatannya memerlukan temperatur dan tekanan tinggi, selain itu produksinya didominasi oleh Cina. Untuk itu perlu dikembangkan material baru sebagai pengganti fosfor tersebut[1-9].

Salah satu material yang memiliki peluang menggantikan material di atas adalah material fosfor BCNO. Fosfor BCNO merupakan material oxynitride yang memiliki karakteristik sempurna. Dengan eksitasi oleh sinar UV pada daerah panjang gelombang 365 nm, fosfor BCNO dapat menghasilkan luminesensi dengan jangkauan yang luas yaitu dari emisi ungu hingga mendekati daerah merah dengan cara memvariasikan kandungan karbon. Kelebihan dari material ini adalah dapat menghasilkan pendaran dengan intensitas tinggi tanpa menggunakan ion tanah jarang yang harganya relatif mahal sebagai pusat luminesensi[6].

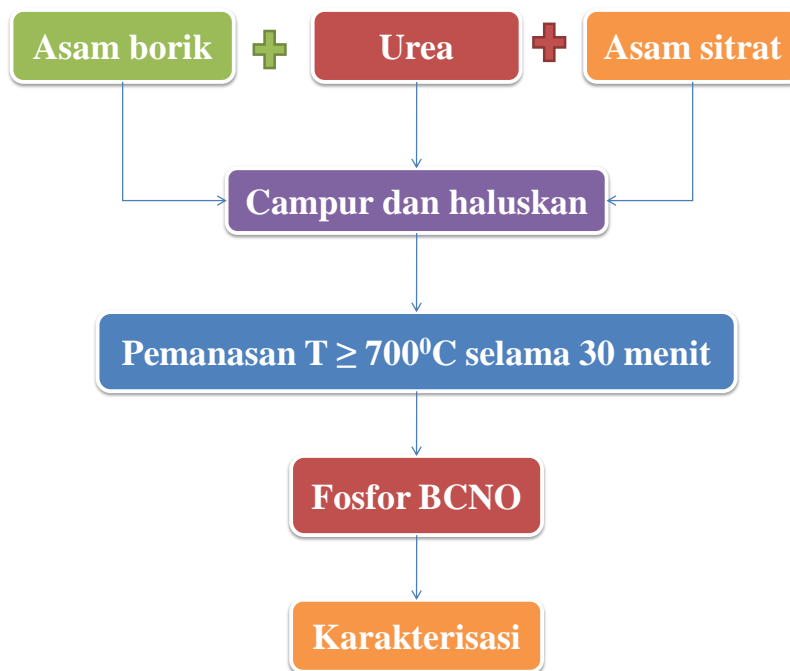
Fosfor BCNO yang disintesis dengan metode pemanasan sederhana dan menggunakan PEG sebagai sumber karbon ternyata menghasilkan pendaran yang tidak merata. Hasil sintesis menunjukkan terdapat pendaran warna yang dominan namun ada bagian yang berpendar dengan warna lainnya. Oleh karena itu, diperlukan sumber karbon baru pengganti turunan etilen glikol yang dapat menghasilkan

fosfor BCNO dengan pendaran seragam. Dalam paper ini kami melaporkan hasil sintesis fosfor BCNO dengan menggunakan asam sitrat sebagai sumber karbon.

METODE EKSPERIMEN

Fosfor BCNO kami sintesis dengan menggunakan asam borik ($B(OH)_3$) sebagai sumber boron, urea ($(NH_2)_2CO$) sebagai sumber nitrogen, dan asam sitrat ($C_6H_8O_7$) sebagai sumber karbon. Asam sitrat juga dapat meningkatkan kinetika reaksi antara asam borik dan urea.

Prosedur eksperimen mengikuti skema sebagai berikut: pertama, asam borik, urea, dan asam sitrat digerus sampai benar-benar halus. Prekursor tersebut dimasukkan ke dalam cawan dan dibakar dengan menggunakan furnace selama 30 menit dengan temperatur sintesis bervariasi. Dalam penelitian ini, temperatur sintesis yang kami gunakan adalah $700^{\circ}C$, $750^{\circ}C$, $800^{\circ}C$, $850^{\circ}C$. Fosfor BCNO yang telah disintesis dikarakterisasi dengan menggunakan PL spectra untuk mengetahui intensitas pendarannya.

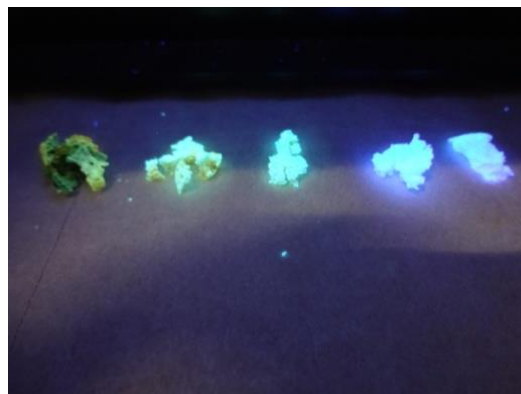


Gambar 1. Skema sintesis fosfor BCNO

HASIL DAN PEMBAHASAN

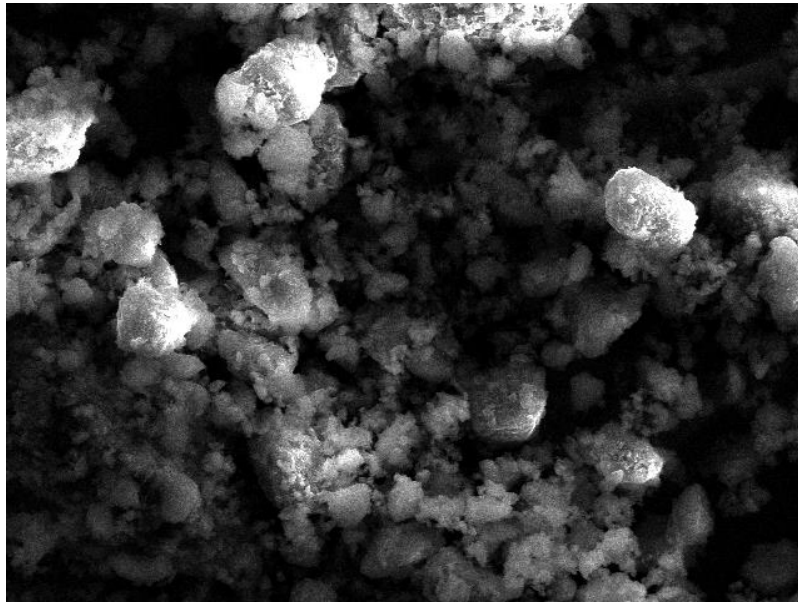


(a)



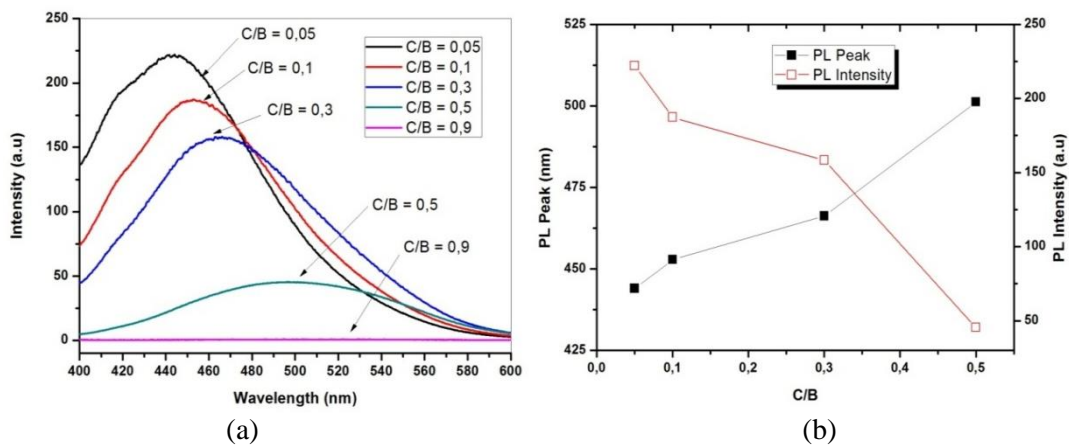
(b)

Gambar 2. Partikel fosfor BCNO. (a) Sebelum disinari UV, (b) Setelah disinari UV.



Gambar 3. Citra SEM fosfor BCNO dengan N/B = 10, C/B = 0,3, temperatur sintesis 750°C selama 30 menit.

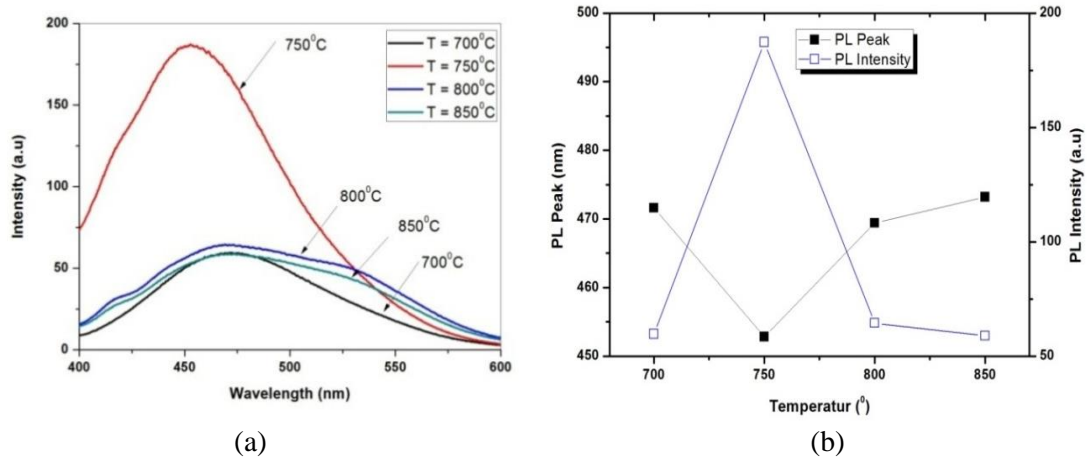
Dari hasil karakterisasi dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) menunjukkan bahwa fosfor BCNO yang dihasilkan berukuran mikron.



Gambar 4. (a) Hubungan antara variasi kandungan karbon terhadap intensitas pendaran fosfor BCNO. Fosfor BCNO disintesis dengan rasio N/B =10 dan C/B = 0,05; C/B = 0,1; C/B = 0,3; C/B = 0,5; dan C/B = 0,9. (b) Sifat PL fosfor BCNO yang dibuat dengan variasi C/B.

Gambar 4 merupakan hasil dari fosfor BCNO yang disintesis dengan variasi C/B dan N/B tetap. Fosfor BCNO disintesis dengan temperatur 750°C selama 30 menit. Peningkatan kandungan karbon pada sampel BCNO menyebabkan semakin lebar puncak yang dihasilkan. Sampel BCNO yang disintesis dengan rasio N/B =10 dan C/B = 0,05; C/B = 0,1; C/B = 0,3; C/B = 0,5; dan C/B = 0,9 masing-masing memiliki puncak pada daerah panjang gelombang 444 nm, 452 nm, 466 nm, dan 501 nm. Tetapi dengan adanya peningkatan kandungan karbon tersebut menyebabkan intensitas pendaran menurun drastis. Penurunan intensitas tersebut dapat merugikan kualitas fosfor BCNO. Hal ini disebabkan karbon tidak terbakar sempurna sehingga menutupi permukaan fosfor BCNO. Intensitas tertinggi dihasilkan oleh sampel BCNO yang dibuat dengan rasio C/B = 0,05 yang memiliki intensitas pendaran 222,04 a.u sedangkan sampel yang dibuat dengan rasio C/B = 0,5 memiliki intensitas pendaran paling rendah, yaitu 45, 383 a.u.

Selain dengan memvariasikan kandungan karbon, kami juga mensintesis fosfor BCNO dengan memvariasikan temperatur sintesis, yaitu 700, 750, 800, dan 850°C dengan perbandingan C/B = 0,3 dan N/B = 10. Gambar 5 memperlihatkan sifat PL fosfor BCNO yang disintesis dengan variasi temperatur.



Gambar 5. (a) Spektrum PL sampel BCNO yang dibuat pada temperatur 700, 750, 800, 850°C menggunakan perbandingan C/B = 0,3 dan N/B = 10. (b) Sifat PL fosfor BCNO yang dibuat dengan variasi temperatur.

Fosfor BCNO yang disintesis dengan temperatur 700°C menghasilkan intensitas pendaran yang relatif rendah. Penyebabnya adalah karena pada suhu tersebut kinetika reaksi belum sempurna sehingga karbon belum terbakar sempurna. Karbon yang belum terbakar sempurna tersebut menutupi permukaan fosfor BCNO sehingga fosfor tersebut memiliki intensitas pendaran yang relatif rendah.

Ketika temperatur sintesis dinaikkan menjadi 750°C, reaksi pembakaran karbon berjalan sempurna. Karbon terbakar seluruhnya sehingga yang tersisa hanyalah ikatan B-N. Pada umumnya, material luminesen yang dibuat dengan temperatur tinggi akan memiliki tingkat intensitas yang tinggi pula karena kenaikan temperatur akan menyebabkan peningkatan kristalinitas material tersebut.

Tetapi hal tersebut tidak berlaku untuk fosfor BCNO yang disintesis dengan temperatur 800 dan 850°C. Temperatur tinggi dapat menyebabkan ikatan kristal B-N terputus sehingga pada temperatur tersebut intensitas fosfor BCNO kembali menurun.

Sampel BCNO yang dibuat dengan variasi temperatur tersebut memiliki puncak-puncak yang berdekatan yaitu masing-masing pada daerah panjang gelombang 471 nm, 452 nm, 469 nm, dan 473 nm.

KESIMPULAN

Kami berhasil mensintesis fosfor BCNO dengan metode pemanasan sederhana menggunakan furnace. Asam sitrat kami gunakan sebagai sumber karbon pengganti turunan etilen glikol. Kelebihan dari asam sitrat adalah memiliki distribusi berat molekul yang seragam dan bersifat reaktif terhadap sumber boron dan sumber nitrogen. Asam sitrat juga dapat meningkatkan kinetika reaksi karena bersifat asam. Variasi puncak PL dan intensitas pendaran diperoleh dengan memvariasikan rasio molar karbon/boron dan temperatur sintesis. Tempertaur optimum untuk sintesis ini adalah 750°C. Morfologi partikel fosfor BCNO diamati dengan menggunakan SEM. Dari hasil SEM menunjukkan bahwa partikel tersebut berukuran mikro.

UCAPAN TERIMA KASIH

Riset ini didanai oleh “Riset KK Fismatel Institut Teknologi Bandung (ITB) 2012”. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Prof. K. Okuyama dan Dr. T. Ogi dari Hiroshima University untuk diskusi dan bantuannya dalam pengukuran PL.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. Ogi, Y. Kaihatsu, F. Iskandar, W.N. Wang, and K. Okuyama. "Facile Synthesis of New Full-Color-Emitting BCNO Phosphors with High Quantum Efficiency," *Advanced Materials*, Vol. 20, No. 17, pp. 3235-3238, 2008.
- [2] Y. Kaihatsu, F. Iskandar, H. Widiyandari, W. N. Wang, and K. Okuyama. "Fabrication and Characterization of a Yellow-Emitting BCNO Phosphor for White Light-Emitting Diodes." *Electrochem. Solid-State Lett.*, Vol. 12, No. 3, pp. J33-J36, 2009.
- [3] W. N. Wang, Y. Kaihatsu, F. Iskandar, and K. Okuyama. "Chemical and Photoluminescence Analyses of New Carbon- based Boron Oxynitride Phosphors." *Mater. Res. Bull.*, Vol. 44, pp. 2099-2102, 2009.
- [4] X. Liu, S. Ye, Y. Qiao, G. Dong, Q. Zhang, and J. Qiu. "Facile Synthetic Strategy for Efficient and Multi-color Fluorescent BCNO Nanocrystals." *Chem. Commun*, pp. 4073–4075, 2009.
- [5] X. Liu, S. Ye, Y. Qiao, J. Ruan, Y. Zhuang, Q. Zhang, G. Lin, D. Chen and J. Qiu. "Spectroscopic Investigation on BCNO-based Phosphor: Photoluminescence and Long Persistent Phosphorescence." *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 42, pp.1-9, 2009.
- [6] Y. Kaihatsu, W. N. Wang, F. Iskandar, T. Ogi, and K. Okuyama. "Effect of the Carbon Source on the Luminescence Properties of Boron Carbon Oxynitride Phosphor Particles." *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 157, No. 10, pp. J329-J333, 2010.
- [7] W. Lei, D. Portehault, R. Dimova, and M. Antonietti. "Boron Carbon Nitride Nanostructures from Salt Melts: Tunable Water-Soluble Phosphors." *J. Am. Chem. Soc.*, Vol. 133, pp.7121–7127, 2011.
- [8] B. W. Nuryadin, I. D. Faryuni, F. Iskandar, M. Abdullah, and Khairurrijal. "Effect of Silica Nanoparticles on the Photoluminescence Properties of BCNO Phosphors." *The 4th Nanoscience and Nanotechnology Symposium, AIP Conference Proceedings 1415*, Bali, 2011.
- [9] N. Y. Hasanah, B. W. Nuryadin, dan F. Iskandar. "Studi Awal: Fosfor Boron Carbon Oxynitride (BCNO) Nanopartikel." *Prosiding Seminar Konferensi Fisika I*, Bandung, 2012.