

## Peningkatan Prestasi Fotomangkin dalam Degradasi Aseton menggunakan Filem Nipis Nanorod $x$ -TiNb

(Enhanced Photocatalytic Performance in Acetone Degradation using  $x$ -TiNb Nanorods Thin Films)

MASLIANA MUSLIMIN<sup>1,\*</sup> & MOHAMMAD HAFIZUDDIN HJ JUMALI<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Bahagian Teknologi Industri, Agensi Nuklear Malaysia, Bangi, 43000 Kajang, Selangor, Malaysia

<sup>2</sup>Jabatan Fizik Gunaan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 UKM Bangi, Selangor, Malaysia

Diserahkan: 21 Mac 2025/Diterima: 19 Mei 2025

### ABSTRAK

Penyelidikan terhadap degradasi aseton menggunakan fotomangkin  $\text{TiO}_2$  nanorod ( $\text{TiO}_2\text{NR}$ ) terdop Nb telah dijalankan dalam kajian ini. Filem nipis  $\text{TiO}_2\text{NR}$  terdop Nb ( $x$ -TiNb) dengan kepekatan berbeza; 0.2 v/v%, 0.5 v/v%, 0.7 v/v% dan 1.0 v/v% dihasilkan menggunakan kaedah hidrotermal pada suhu 170 °C selama 30 min. Analisis FESEM menunjukkan peningkatan kepekatan Nb membawa kepada pembesaran diameter nanorod. Ini akhirnya mengakibatkan kemusnahan struktur nanorod bagi sampel pada kepekatan 1.0 v/v%. Analisis PL menunjukkan bahawa sampel  $x$ -TiNb menunjukkan keamatan puncak yang lebih rendah berbanding dengan  $\text{TiO}_2\text{NR}$ , kecuali pada kepekatan 1.0 v/v%. Dapat dilihat peratus degradasi optimum bagi larutan aseton sebanyak 60% berlaku bagi sampel pada kepekatan 0.5 v/v% dalam tempoh masa 240 min. Analisis XPS menunjukkan kehadiran dua puncak utama  $\text{Nb } 3\text{d}_{5/2}$  dan  $\text{Nb } 3\text{d}_{3/2}$  masing-masing pada sekitar 207 eV dan 209.5 eV, yang mengesahkan kewujudan  $\text{Nb}^{5+}$  dalam struktur  $\text{TiO}_2$ . Justeru, dapat dinyatakan bahawa pendopan Nb telah membantu meningkatkan prestasi  $\text{TiO}_2\text{-NR}$  sebagai fotomangkin dalam proses degradasi aseton.

Kata kunci: Aseton; fotomangkin;  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ;  $\text{TiO}_2\text{NR}$

### ABSTRACT

Research on acetone degradation using Nb-doped  $\text{TiO}_2$  nanorods ( $\text{TiO}_2\text{NR}$ ) photocatalyst was carried out in this study. Nb doped  $\text{TiO}_2\text{NR}$  ( $x$ -TiNb) thin films with different concentrations; 0.2 v/v%, 0.5 v/v%, 0.7 v/v%, and 1.0 v/v% were produced using the hydrothermal method at a temperature of 170 °C for 30 min. FESEM analysis shows that increasing the concentration of Nb leads to an increase in the diameter of the nanorods. This ultimately resulted in the destruction of the nanorods structure in the sample with a concentration of 1.0 v/v%. Except for a concentration of 1.0 v/v%, PL analysis shows that the  $x$ -TiNb sample exhibits a lower peak intensity compared to  $\text{TiO}_2\text{NR}$ . It can be seen that the optimal percentage of acetone solution degradation is 60% occurs for the sample with a concentration of 0.5 v/v% in 240 min duration time. There was an increment in binding energy of Ti 2p for this sample by XPS analysis, confirming the incorporation of Nb into the  $\text{TiO}_2$  crystal plane. Thus, it can be stated that Nb doping has improved the performance of  $\text{TiO}_2\text{NR}$  as a photocatalyst in the acetone degradation process.

Keywords: Acetone;  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ; photocatalyst;  $\text{TiO}_2\text{NR}$

### PENGENALAN

Kelazimannya, sisa air industri terdiri daripada sebatian organik seperti metana, asid asetik, asid formik dan etana. Degradasi kesemua sebatian organik ini boleh membentuk sisa sama ada fenol, benzena, toluena, klorobenzena, metanol atau aseton. Sisa ini perlu disingkirkan terutamanya aseton. Aseton ialah sebatian organik meruap (VOC) yang mendatangkan risiko kepada alam sekitar dan kesihatan yang ketara. Malangnya, aseton merupakan sebatian penyerap yang lemah dan mengambil masa paling lama untuk didegradasikan melalui kaedah UV berbanding sebatian organik yang lain (Stefan & Bolton 1999).

Pelbagai jenis kaedah telah dibangunkan dan dikaji bagi merawat sebatian aseton antaranya termasuk pengoksidaan pemangkin (Li et al. 2022), pengozonan (Liu et al. 2021) dan fotomangkin (Li et al. 2023).

Kaedah fotomangkin mempunyai kelebihan berbanding dengan pemangkin kimia yang lain disebabkan kaedah ini kurang berbahaya kepada alam sekitar. Di samping itu, penggunaan fotomangkin berupaya mempercepatkan proses kinetik degradasi bahan pencemar organik dengan ketara seterusnya menjimatkan masa yang diperlukan untuk rawatan air sisa. Rawatan menggunakan fotomangkin juga boleh berfungsi pada suhu normal

dan tekanan atmosfera, tanpa penciptaan sisa sekunder (Wei et al. 2025). Fotomangkin bahan semikonduktor seperti titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dan grafin oksida (GO) menunjukkan luas permukaan yang tinggi dan sifat pemindahan elektron yang sangat baik. Kelebihan ini membolehkan degradasi bahan pencemar organik berlaku dengan cekap (Prabhakarrao et al. 2021). Kebanyakan fotomangkin boleh disintesis dengan mudah kerana terdapat limpahan sumber dan kos yang murah. Faktor ini menjadikannya pilihan yang mampan untuk pemulihian alam sekitar.

Penggunaan  $\text{TiO}_2$  sebagai fotomangkin dalam rawatan air tercemar sudah lama diperkenalkan secara komersil.  $\text{TiO}_2$  terkenal dengan kestabilan fizikal dan kimia, ketoksikan rendah, mudah disintesis, kos rendah dan nilai indeks biasan, kereaktifan dan aktiviti pemangkinan yang masing-masing juga tinggi (Karuppiah et al. 2025; Racovita 2023). Selain itu, struktur nano  $\text{TiO}_2$  telah dikaji secara meluas sebagai fotomangkin kerana mempunyai nisbah permukaan per isi padu besar, tindak balas foto yang tinggi dan penyerapan cahaya yang cekap dalam julat ultralembayung (UV). Kelebihan tersebut menjadikan struktur nano  $\text{TiO}_2$  lebih sensitif daripada bahan pukal  $\text{TiO}_2$ . Struktur nano yang teratur dan khusus dapat meningkatkan pemisahan cas terfotoaruhan dan menyediakan kecekapan pengangkutan cas yang berkesan (Rettenmaier & Berger 2021). Ini menjadi prasyarat dalam aplikasi fotomangkin bagi degradasi pencemar organik. Faktor yang mempengaruhi prestasi fotomangkin struktur nano  $\text{TiO}_2$  telah dikaji oleh penyelidik. Antaranya seperti kaedah sintesis (Kholief et al. 2024; Sharma, Sarkar & Jha 2020), parameter penyediaan (Chen et al. 2020; Hamed et al. 2022), morfologi (Irfan, Tanveer & Moiz 2022; Roskaric et al. 2025), struktur (Khezami et al. 2021; Kubiak 2023) dan sifat optik (Ciobanu et al. 2024; Velardi et al. 2020) fotomangkin.

Cara paling berkesan untuk meningkatkan aktiviti bahan fotomangkin adalah dengan meningkatkan kawasan permukaan yang aktif melalui jenis pendopan. Bahan dopan seperti ion logam (Chen & Yu 2021; Emerson et al. 2022; Khlyustova et al. 2020), ion bukan logam (Akhter et al. 2022; Piatkowska et al. 2021; Wafi et al. 2024), pengubahsuaian permukaan melalui pemendapan logam adi (Ali et al. 2022; Jiang et al. 2021; Napat et al. 2021) dan campuran pelbagai bahan semikonduktor (Synthiya et al. 2025) dilaporkan sering menjadi pilihan. Antara kaedah tersebut, kaedah pendopan paling banyak dikaji kerana prosedur untuk mendapatkan unsur adalah pelbagai dan dapat mengubah morfologi dan meningkatkan tapak aktif pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Antara bahan dop yang dikaji adalah Zn (Dikici, Yilmaz & Akalin 2022), N (Natarajan, Mozhiarasi & Tayade 2021), Grafin (Caique et al. 2022), Au (Nur Syuhada et al. 2020), Ag (Devipriya et al. 2020) dan Nb (Dudziak et al. 2023).

Dalam kalangan pendopan jenis ion logam, ion  $\text{Nb}^{5+}$  merupakan salah satu dopan jenis-n yang menghasilkan

pembawa elektron tambahan dalam jalur konduks dan berupaya meningkatkan prestasi fotomangkin  $\text{TiO}_2$  (Yeoh et al. 2024). Kelebihan Nb terbukti melalui laporan kajian berkaitan aplikasi pemangkinan  $\text{TiO}_2$  terdop Nb seperti degradasi metilena biru, metil jingga dan 4-klorofenol (Bbumba et al. 2024; Perciani de Moraes et al. 2020). Salah satu faktor utama yang menjadikan Nb sebagai calon yang sesuai sebagai bahan dop  $\text{TiO}_2$  adalah kerana kedua-dua ion Nb (bercas 5+) dan Ti (bercas 4+) mempunyai jejari ion yang hampir sama. Jejari ion  $\text{Nb}^{5+}$  adalah 0.0640 nm manakala bagi  $\text{Ti}^{4+}$  adalah 0.0605 nm. Kajian oleh Dalal et al. (2024) dan Tarutani et al. (2021) melaporkan peningkatan degradasi pewarna metilena biru dan metil jingga dengan penambahan Nb ke dalam kekisi  $\text{TiO}_2$ . Kehadiran ion Nb bertindak sebagai pembentuk tapak aktif serta penyingkirkan spesies organik. Justeru, penyelidikan ini dilakukan bertujuan untuk mengkaji kesan penambahan dopan Nb ke atas morfologi dan sifat optik  $\text{TiO}_2$  nanorod. Prestasinya sebagai fotomangkin dalam degradasi aseton akan dinilai dan dibandingkan dengan rujukan.

#### KAEDAH KAJIAN

##### PENYEDIAAN $\text{TiO}_2$ NR DAN $\text{TiO}_2$ NR TERDOP Nb ( $X\text{-TiNb}$ )

Dalam kajian ini, filem nipis  $\text{TiO}_2$  NR dengan kepekatan berbeza disediakan melalui kaedah hidroterma. Bahan pelopor yang digunakan adalah asid hidroklorik, HCl (37.0%; Actec), titanium butoksida,  $\text{TiC}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4$  (97%; Sigma-Aldrich) dan niobium etoksida,  $\text{Nb}_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_{10}$  (99.95%; Sigma-Aldrich). Larutan penumbuh  $\text{TiO}_2$  NR disediakan dengan mencampurkan 10 mL HCl dan 10 mL air ternyahion ke dalam bikar. Larutan tersebut digetarkan menggunakan mesin ultrasonik selama 10 minit. Seterusnya sebanyak 0.7 mL ( $\text{TiC}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4\text{Ti}$ ) pula dimasukkan ke dalam larutan tersebut. Bagi pertumbuhan  $\text{TiO}_2$  terdop Nb, bahan kimia yang digunakan adalah  $\text{Nb}_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_{10}$  dengan kepekatan yang berbeza (0.2, 0.5, 0.7 dan 1.0 v/v %) dititiskan secara perlahan-lahan ke dalam larutan penumbuh  $\text{TiO}_2$  NR. Larutan penumbuh digetarkan lagi selama 10 minit. FTO digunakan dalam kajian ini sebagai substrat bagi pertumbuhan nanorod  $\text{TiO}_2$ . FTO diletakkan ke dalam bekas teflon pada sudut 45° dengan permukaan substrat menghadap ke bawah. Seterusnya, larutan penumbuh pula dimasukkan ke dalam bekas teflon dan dimasukkan ke dalam autoklaf. Larutan penumbuh tersebut dipanaskan pada suhu 170 °C dengan tempoh masa 30 minit. Kemudian, sampel dikeluarkan dan dibilas dengan air ternyahion. Akhirnya sampel dikeringkan di atas plat pemanas pada suhu 100 °C selama 10 minit. Larutan tanpa penambahan  $\text{Nb}_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_{10}$  iaitu nanorod  $\text{TiO}_2$  ( $\text{TiO}_2$  NR) turut disediakan sebagai sampel kawalan.

Alat mikroskopi elektron imbasan pancaran medan (FESEM; Zeiss Supra 55 VP, berkuasa 3 kV) digunakan untuk melihat morfologi dan dimensi struktur. Manakala, alat spektrofotometer fotoluminesen

(PL; Edinburg FLS 920) digunakan bagi mengetahui sifat optik sampel melalui pancaran fotoluminesen. Pengujian terhadap sampel filem nipis dilakukan dengan kuasa dan panjang gelombang sumber cahaya Xenon ditetapkan masing-masing pada 450 W serta 300 nm. Spektrum yang direkod daripada spektrofotometer fotoluminesen tersebut dianalisis dengan perisian FL WinLab for Windows versi 3.0. Seterusnya, spektrometer UV-Vis-NIR (Perkin Elmer Lambda 900) digunakan untuk mengukur penyerapan optik sampel kajian. Julat imbasan bagi mod keserapan optik ditetapkan pada panjang gelombang dari 300 nm hingga 800 nm dengan saiz langkau 1 nm pada kadar pengesan 250 nm/min, dengan kuasa 100-240 V. Spektrum penyerapan optik yang terhasil akan dipaparkan melalui perisian UV WinLab versi 4.3. Penentuan komposisi unsur bahan yang wujud pada permukaan filem nipis dilakukan dengan menggunakan spektrometer fotoelektron sinar-X (XPS; Kratos/Shimadzu Axis Ultra DLD) dan data spektrum dianalisis menggunakan perisian Vision Processing.

#### UJI KAJI DEGRADASI ASETON

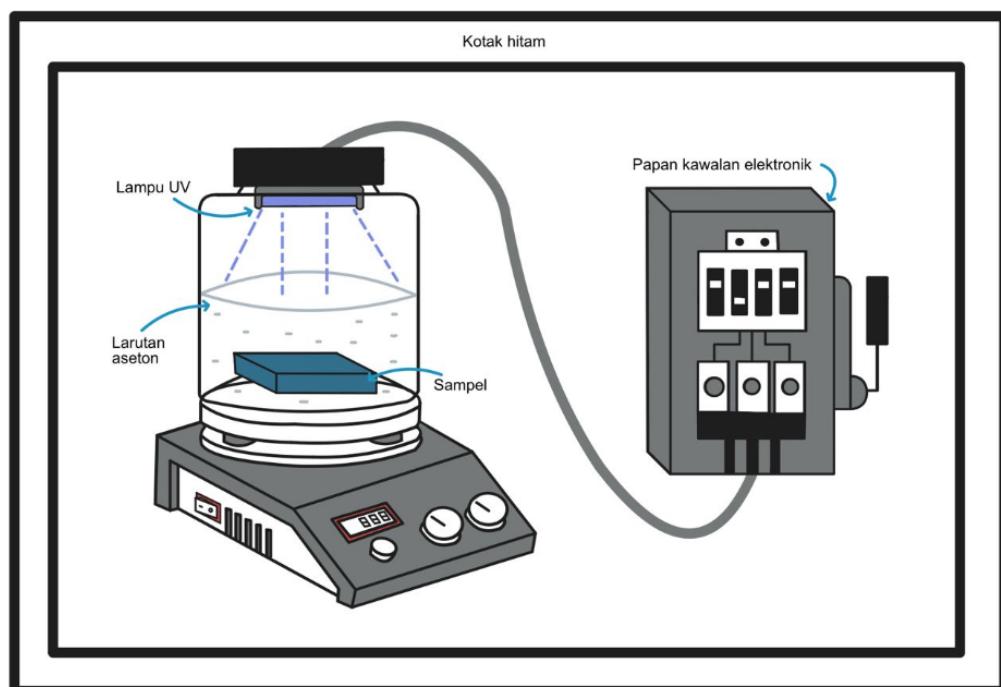
Ujian sifat fotomangkin  $TiO_2$ NR terdop Nb terhadap aseton telah dikaji di bawah pendedahan cahaya ultra lembayung, UV pada suhu bilik. Rajah 1 menunjukkan susunan uji kaji fotomangkin nanorod  $TiO_2$ NR terdop Nb di dalam larutan aseton. Uji kaji proses degradasi aseton dijalankan

selama 240 min dengan sela masa pengukuran 60 min dan ditutup dengan kotak hitam. Pada setiap sela masa ini, larutan aseton sebanyak 10 mL diambil dan dianalisis dengan menggunakan spektroskopi ultra lembayung, UV-Vis untuk mendapatkan nilai keamatan penyerapan aseton. Kotak ini direka khas untuk mengelakkan gangguan cahaya luar dan memastikan hanya sumber cahaya UV yang digunakan semasa ujian. Sampel diletakkan di dalam bekas kaca yang mengandungi larutan aseton (0.15 mol/L) dengan mengenakan cahaya UV secara terus kepada sampel. Larutan tersebut didedahkan kepada sinar UV yang mempunyai panjang gelombang 365 nm dan kuasa lampu 4 W. Sumber cahaya UV dipasang di bahagian atas dengan jarak tetap antara lampu UV dan sampel uji kaji adalah 4 cm daripada permukaan larutan untuk memastikan pencahayaan yang seragam.

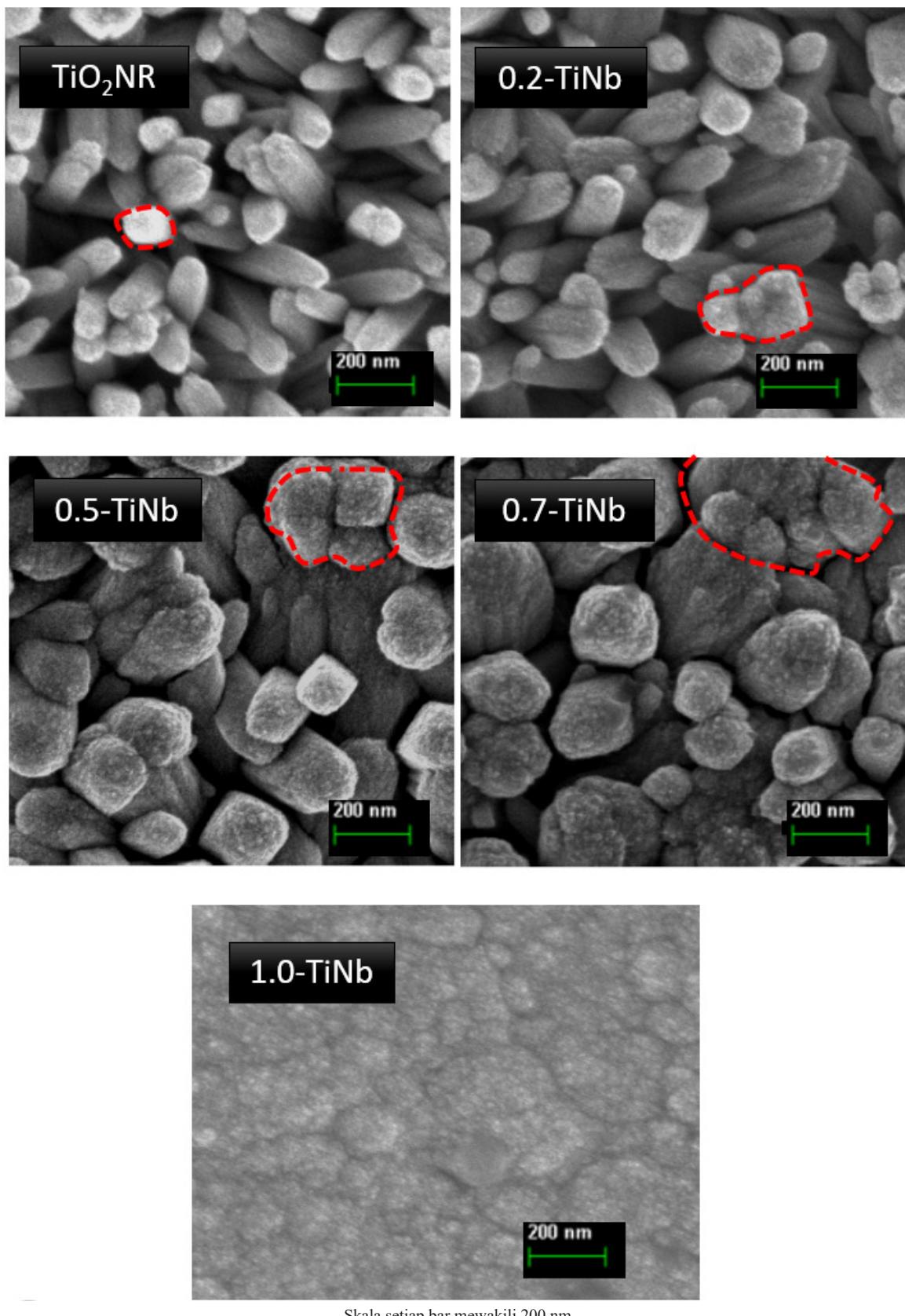
#### KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

##### ANALISIS FESEM

Rajah 2 menunjukkan mikrograf FESEM bagi sampel filem nipis  $TiO_2$  nanorod ( $TiO_2$ NR) dan  $TiO_2$  terdop Nb pada peratus isi padu berbeza ( $x$ -TiNb). Bagi sampel  $TiO_2$ NR, dapat diperhatikan nanostruktur yang terhasil adalah dalam bentuk rod. Bentuk nanorod ini mempunyai hujung yang tirus dengan permukaan nanorod bersaiz  $100 \pm$



RAJAH 1. Susunan uji kaji fotomangkin nanorod  $TiO_2$  dan  $TiO_2$  terdop Nb di dalam larutan aseton



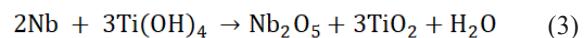
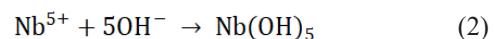
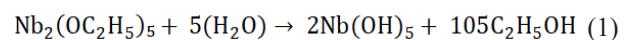
RAJAH 2. Mikrograf FESEM untuk filem nipis  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan  $x\text{-TiNb}$

15 nm. Bilangan nanorod bagi setiap keluasan  $1 \mu\text{m}^2$  adalah dianggarkan kira-kira  $44 \pm 4 \text{ rod}/\mu\text{m}^2$ . Apabila Nb didopkan ke dalam  $\text{TiO}_2$  (0.2-TiNb), terdapat perubahan kepada morfologi dan saiz nanorod yang terhasil. Percantuman nanorod mula berlaku pada sampel ini. Diameter permukaan nanorod menjadi lebih besar kepada  $172 \pm 19 \text{ nm}$  dan ketumpatan nanorod mengalami penurunan kepada  $43 \pm 8 \text{ rod}/\mu\text{m}^2$ . Perubahan yang drastik dapat diperhatikan pada morfologi dan diameter permukaan nanorod sampel 0.5-TiNb dan 0.7-TiNb. Bentuk tirus permukaan dilihat sudah tidak wujud. Ini menunjukkan bahawa pada kepekatan Nb yang tinggi, pertumbuhan nanorod menjadi lebih padat. Ini disebabkan oleh lebihan ion  $\text{Nb}^{5+}$  yang mengganggu proses orientasi pertumbuhan sepanjang paksi tertentu. Keadaan ini mengakibatkan gangguan terhadap pembentukan nanorod yang teratur dan tersusun, selaras dengan laporan terdahulu mengenai kesan pendopan Nb yang berlebihan terhadap kestabilan morfologi  $\text{TiO}_2$  (Yin et al. 2016).

Peningkatan diameter permukaan nanorod dengan peningkatan pendopan Nb sehingga 0.7-TiNb dapat dikaitkan juga dengan mekanisme Ostwald. Mekanisme ini melibatkan kawalan terhadap pertumbuhan hablur dan kestabilan fasa bagi memastikan pendopan berlaku secara seragam. Pendopan boleh mengubah tenaga permukaan  $\text{TiO}_2$  dengan mempengaruhi pertumbuhan hablur (Gomer & Bredow 2022). Tenaga permukaan yang lebih rendah yang dikaitkan dengan pendopan boleh menggalakkan pertumbuhan filem nipis dan bukannya struktur rod. Ini kerana tenaga permukaan yang lebih rendah cenderung memihak kepada pertumbuhan sisi (pembentukan filem) berbanding pertumbuhan menegak (pembentukan rod). Bagi pendopan Nb, pembentukan kompleks antara ion  $\text{Nb}^{5+}$  dengan ion hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) untuk membentuk  $\text{Nb-OH}$  yang stabil telah berlaku dan menyebabkan perubahan morfologi ini (Leite et al. 2006). Keadaan ini

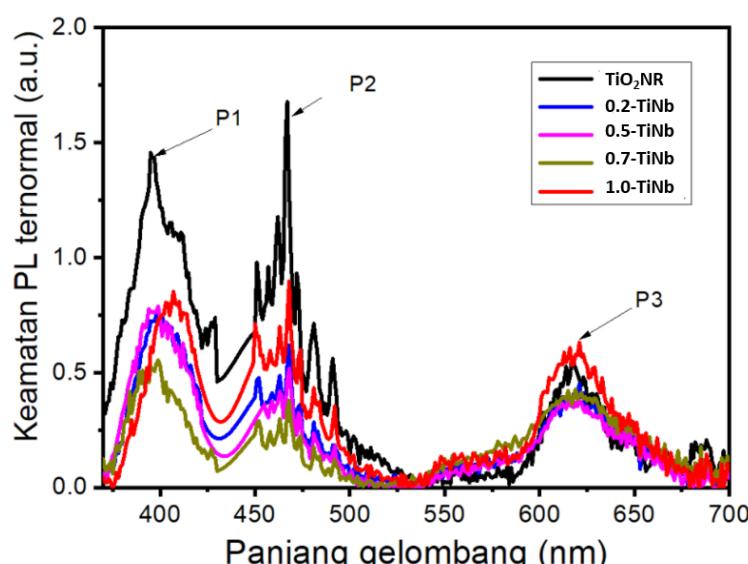
disebabkan oleh Nb mempunyai nilai keelektronegatifan (1.6 eV) yang lebih tinggi berbanding unsur Ti (1.54 eV). Maka, tindak balas antara ion  $\text{Ti}^{4+}$  dengan  $\text{OH}^-$  berkurangan dan menyebabkan kadar pertumbuhan yang tidak tekal bagi  $\text{TiO}_2\text{NR}$  (Li et al. 2010).

Selain itu kadar pembentukan ion  $\text{OH}^-$  memainkan peranan penting dalam menentukan orientasi hablur (Prathan et al. 2020). Pembentukan ion  $\text{OH}^-$  terabit terjadi semasa proses hidrotermal. Apabila larutan penumbuh dipanaskan selama 30 min, haba yang dihasilkan digunakan bagi menguraikan sebatian kepada spesies ion (Persamaan 1). Seterusnya, ion  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{Nb}^{5+}$  akan bergabung dengan  $\text{OH}^-$  untuk membentuk  $\text{Ti(OH)}_4$  dan  $\text{Nb(OH)}_5$ , seperti dalam Persamaan (2) dan (3). Persamaan berikut menggambarkan tindak balas kimia yang mungkin berlaku berikutnya pertambahan larutan Nb ke dalam larutan penumbuh.



#### ANALISIS PL

Spektrum PL antara 350 nm hingga 700 nm bagi struktur  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan  $x\text{-TiNb}$  ditunjukkan dalam Rajah 3. Penurunan keamatan puncak berlaku dengan peningkatan pendopan Nb bagi semua sampel terdop Nb kecuali 1.0-TiNb. Seperti yang ditunjukkan dalam rajah ini, puncak pancaran boleh dibahagikan kepada tiga julat panjang gelombang yang berbeza. Puncak bagi pancaran pertama ( $\text{P1}$ ) ini terletak pada panjang gelombang antara 381 nm hingga 399 nm dan dikenali sebagai pancaran pinggir jalur, *near band emission* (NBE). Seterusnya, puncak pancaran



RAJAH 3. Spektrum PL bagi sampel  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan  $x\text{-TiNb}$

kedua (P2) pada julat 438 nm hingga 468 nm berpunca daripada substrat FTO. Akhir sekali puncak pancaran ketiga (P3) pada julat 550 hingga 700 nm dikenali sebagai pancaran aras dalam, *deep level emission* (DLE). Puncak pancaran ketiga ini dikaitkan dengan kecacatan struktur dalam bahan seperti kekosongan, interstis dan ketidakselarasan struktur (Jin et al. 2015). Berbanding puncak lain, puncak DLE dianalisis untuk memahami sifat kecacatan dalam bahan semikonduktor bagi aplikasi fotomangkin.

Merujuk kepada puncak P3, ciri puncak bagi sampel 0.2-TiNb, 0.5-TiNb dan 0.7-TiNb didapati lebih lebar dan keamatian pula lebih rendah berbanding  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan 1.0-TiNb. Puncak yang lebar ini menunjukkan berlakunya kecacatan dalam bahan  $\text{TiO}_2$  (Bikash, Sujit & Bimal 2016). Nb biasanya hadir sebagai  $\text{Nb}^{5+}$  sedangkan Ti dalam  $\text{TiO}_2$  biasanya dalam bentuk  $\text{Ti}^{4+}$ . Apabila  $\text{Nb}^{5+}$  menggantikan  $\text{Ti}^{4+}$  dalam kekisi hablur, terdapat lebihan cas positif kerana  $\text{Nb}^{5+}$  mempunyai satu cas lebih tinggi daripada  $\text{Ti}^{4+}$ . Untuk mengimbangi cas, sistem menyesuaikan struktur dengan menghilangkan atom Ti dengan membentuk kekosongan Ti, ( $V_{\text{Ti}}$ ). Tambahan lagi, keamatian yang lebih rendah menggambarkan kadar penggabungan semula elektron dan lohong adalah perlahan dan meningkatkan prestasi fotomangkin (Wrana et al. 2021). Keputusan ini adalah selari dengan kajian Ben Jemaa et al. (2016) yang menunjukkan berlaku penurunan keamatian puncak PL apabila kepekatan Nb ditingkatkan seterusnya meningkatkan prestasi fotomangkin. Apabila  $\text{Nb}^{5+}$  dimasukkan ke dalam struktur  $\text{TiO}_2$ , perangkap cetek tertentu di bawah jalur konduksi  $\text{TiO}_2$  telah dihasilkan (Yang et al. 2018). Di samping itu, penurunan keamatian PL juga adalah disebabkan oleh kesan Auger yang berlaku akibat pendopan terhadap  $\text{TiO}_2$  dan mempengaruhi kecekapan fotomangkin (Choudhury, Dey & Choudhury 2014.) Apabila pasangan elektron-lohong bergabung, kesan Auger menyebabkan kehilangan tenaga yang dipancarkan sebagai foton. Sebaliknya, tenaga ini dipindahkan kepada pembawa lain, yang menyebabkan berlakunya kecacatan dalam struktur hablur  $\text{TiO}_2$ . Kecacatan ini juga boleh menjadi pusat penggabungan bukan radiatif yang meningkatkan proses Auger berlaku. Walau bagaimanapun, proses bukan radiatif yang berlebihan juga boleh mengurangkan kecekapan fotomangkin dengan mengurangkan jumlah foton yang dipancarkan (Wang & Yu 2023). Keseimbangan antara proses radiatif dan bukan radiatif perlu dioptimumkan untuk memaksimumkan aktiviti fotomangkin bahan  $\text{TiO}_2$ . Sampel 0.5-NbTi telah menunjukkan keamatian paling rendah berbanding sampel  $x$ -NbTi yang lain. Keputusan ini menunjukkan sampel 0.5-NbTi mempunyai kadar penggabungan semula pasangan elektron-lohong yang paling perlahan.

Apabila nisbah atom Nb/ $\text{TiO}_2$  meningkat, sifat pengumpulan dan pergerakan elektron pada atom Nb menyumbang kepada pengurangan aktiviti penggabungan semula elektron-lohong pada tapak kekosongan Ti. Walau

bagaimanapun, kepekatan kumpulan hidroksil yang berlebihan boleh menyebabkan pembentukan kecacatan pada kekisi  $\text{TiO}_2$  (Zhang, Yang & Dong 2015). Ini berlaku terhadap sampel 1.0-TiNb yang mengalami peningkatan puncak melebihi  $\text{TiO}_2\text{NR}$ . Kecacatan ini boleh berfungsi sebagai pusat penggabungan semula untuk pasangan elektron-lohong terfotoaruuh, dengan itu memberi kesan kepada kecekapan fotomangkin (Liccando et al. 2023). Pembentukan Nb-OH yang tinggi daripada penambahan Nb yang berlebihan dipercayai sebagai penyebab utama peningkatan puncak ini berlaku semula. Penambahan berlebihan Nb yang berada di permukaan nanostruktur  $\text{TiO}_2$  ini mempengaruhi kestabilan permukaan TiO dan mengubah morfologi permukaan dan sifat optik. Permukaan yang tidak stabil menyebabkan peningkatan pemantulan cahaya yang mengurangkan kecekapan fotomangkin (Chen et al. 2023). Peningkatan ini juga menunjukkan peranan Nb sebagai tapak pemerangkapan elektron telah berkuranjan.

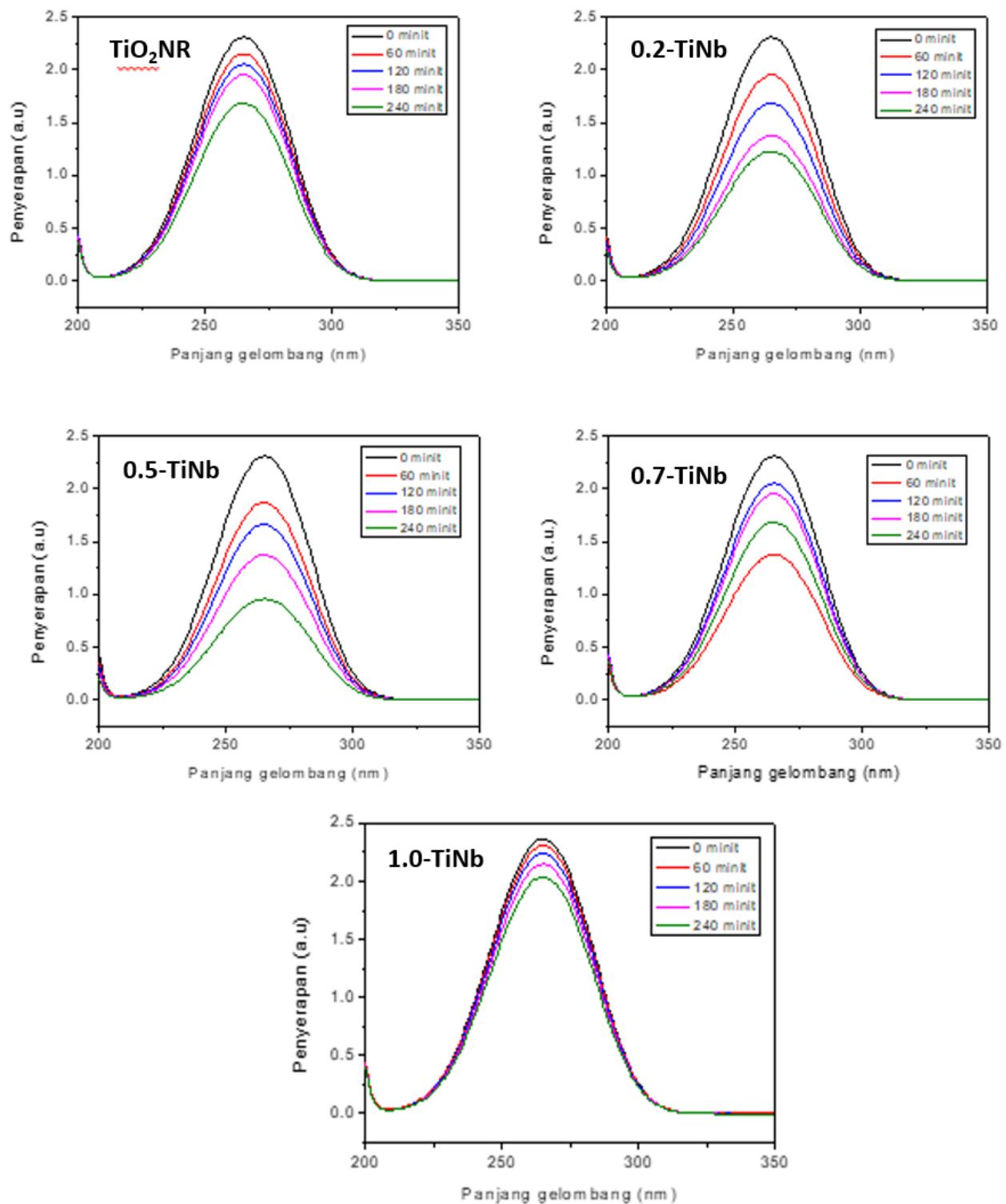
#### ANALISIS DEGRADASI ASETON

Rajah 4 menunjukkan perbandingan spektrum penyerapan bagi aseton antara kehadiran sampel  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan  $x$ -NbTi yang berbeza kepekatannya. Seperti yang ditunjukkan dalam rajah ini, keamatian aseton menurun secara relatif dengan pertambahan masa tindak balas kecuali bagi sampel 1.0-TiNb. Keputusan ini membuktikan kebanyakan sampel  $\text{TiO}_2$  terdop Nb menunjukkan sifat fotomangkin yang baik dalam degradasi bahan organik. Rajah 4 juga menunjukkan sampel 0.5-TiNb memberikan nilai keamatian paling rendah berbanding sampel  $x$ -TiNb yang lain dan  $\text{TiO}_2\text{NR}$ . Selain itu, peratus degradasi aseton dapat dikira melalui nilai keamatian serapan sebelum dan selepas serapan aseton seperti yang ditunjukkan dalam Persamaan (4).

$$\text{Peratus degradasi, (\%)} = \frac{A_0 - A_i}{A_0} \times 100 \% \quad (4)$$

dengan nilai  $A_0$  merujuk kepada keamatian sebelum penyinaran dan  $A_i$  mewakili keamatian selepas penyinaran. Daripada pengiraan daripada Persamaan (4), didapati nilai degradasi tertinggi adalah sebanyak 60% bagi sampel 0.5-TiNb. Ini diikuti dengan sampel 0.2-TiNb sebanyak 49%, sampel 0.7-TiNb sebanyak 42%, sampel  $\text{TiO}_2\text{NR}$  sebanyak 30% dan sampel 1.0-TiNb sebanyak 14%. Dapat dilihat bahawa fotomangkin 0.5-TiNb menunjukkan nilai degradasi paling tinggi manakala nilai degradasi sampel 1.0-TiNb adalah sebaliknya berbanding sampel tanpa pendopan Nb.

Peningkatan kadar degradasi ini boleh dikaitkan dengan diameter permukaan yang lebih besar apabila menyediakan pendedahan permukaan sampel yang lebih banyak untuk penyerapan UV. Kajian ini adalah selari dengan keputusan Choo et al. (2021) yang menerangkan bahawa bagi prestasi fotomangkin, pendedahan sinar UV



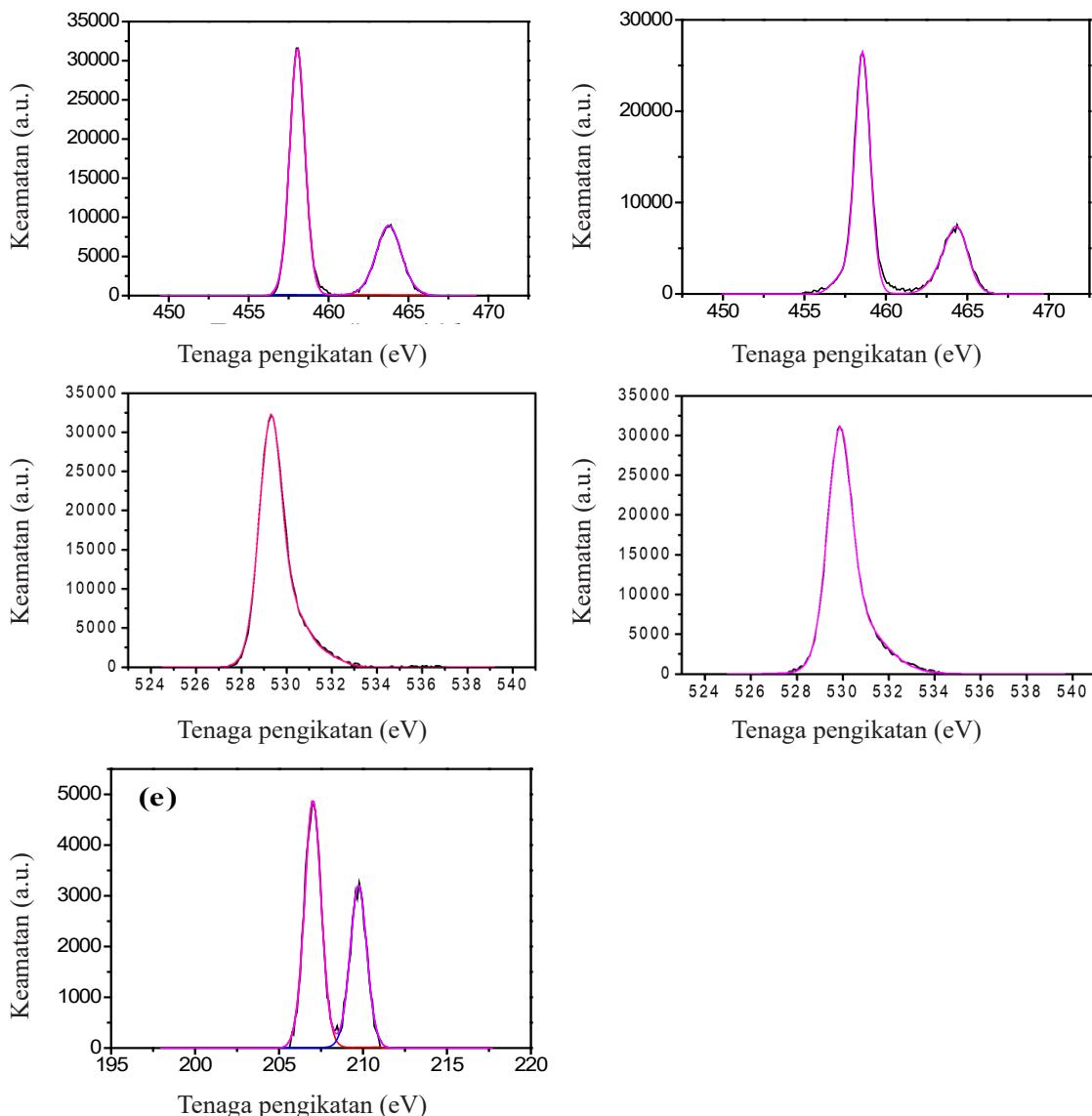
RAJAH 4. Spektrum serapan aseton dengan kehadiran fotomangkin  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan  $\text{TiO}_2\text{NR}$  terdop Nb di bawah sinaran UV selama 240 min

ke atas permukaan yang lebih besar memainkan peranan lebih berkesan berbanding elektromangkin. Selain itu, nilai degradasi aseton yang terendah berlaku pada sampel 1.0-TiNb. Hal ini terjadi disebabkan oleh kepekatan dopan Nb yang lebih tinggi membawa kepada kesan tenu dengan fotomangkin menjadi kurang berkesan disebabkan oleh tapak aktif yang terhad atau peningkatan persaingan antara molekul untuk spesies reaktif yang tersedia (Sheetal & Pragathi 2010). Penemuan ini menunjukkan kepekatan yang tinggi telah menyebabkan elektron terfotoaruh yang berlebihan diperangkap pada permukaan logam. Akibatnya, penarikan lohong terfotoaruh berlaku ke arah permukaan logam, lantas menyebabkan penggabungan semula elektron-lohong dan mengurangkan prestasi fotomangkin.

#### ANALISIS XPS

Komposisi permukaan dan keadaan kimia bagi filem nipis  $\text{TiO}_2$  terdop Nb telah diuji dengan menggunakan XPS. Analisis XPS dijalankan bagi mengetahui kesan pendopan Nb terhadap sifat kimia permukaan TiNR. Sampel 0.5-TiNb sahaja dipilih sebagai perbandingan dengan  $\text{TiO}_2$ NR kerana memberikan nilai tertinggi dalam degradasi aseton. Melalui ujian ini, kejayaan bahan dopan memasuki hablur  $\text{TiO}_2$  akan dikesan. Komponen Ti, O dan Nb dianalisis melalui imbasan sempit untuk menentukan tenaga ikatan (BE) pada molekul tertentu.

Rajah 5 menunjukkan spektrum XPS imbasan sempit bagi sampel  $\text{TiO}_2$ NR; (a) dan (c). dan 0.5-NbTi; (b), (d) dan (e). Ikatan tenaga bagi Ti 2p (Rajah 5(a)) adalah merujuk kepada  $\text{Ti } 2p_{3/2}$  dan  $\text{Ti } 2p_{1/2}$  yang didapati pada kawasan



RAJAH 5. Spektrum imbasan sempit bagi (a) Ti 2p  $\text{TiO}_2$ NR, (b) Ti 2p 0.5-NbTi, (c) O 1s  $\text{TiO}_2$ NR, (d) O 1s 0.5-NbTi dan (e) Nb 3d 0.5-NbTi

456 eV sehingga 466 eV. Puncak sub-orbit bagi Ti  $2p_{3/2}$  dan Ti  $2p_{1/2}$  bagi sampel  $\text{TiO}_2\text{NR}$  adalah pada 458 eV dan 463.99 eV. Nilai pembelahan spin-orbital yang diperhatikan antara dua puncak Ti 2p ini adalah sebanyak 5.9 eV. Menurut pangkalan data *National Institute of Standards and Technology X-Ray Photoelectron Spectroscopy* (NIST XPS), nilai ini mengesahkan bahawa unsur Ti wujud dalam keadaan kimia sebagai  $\text{Ti}^{4+}$  serta merupakan ikatan yang terhasil antara Ti dan O.

Seterusnya, puncak sub-orbit spektrum bagi 0.5-TiNb 2p (Rajah 5(b)) masing-masing adalah pada 458.6 eV dan 464.5 eV dengan pembelahan spin-orbital sebanyak 5.9 eV. Ini menunjukkan kewujudan unsur Nb dalam keadaan  $\text{Nb}^{5+}$  serta ikatan Nb-O dalam kekisi  $\text{TiO}_2\text{NR}$ . Nilai anjakan positif BE yang didapati bagi sampel 0.5-NbTi adalah sebanyak 0.6 eV dan 0.5 eV berbanding  $\text{TiO}_2\text{NR}$ . Manakala, bagi spektrum asimetri O 1s bagi sampel  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan 0.5-NbTi (Rajah 5(c) dan 5(d)) adalah pada julat 528 eV hingga 534 eV. Puncak sub-orbit spektrum O1s bagi  $\text{TiO}_2\text{NR}$  dan 0.5-NbTi pula masing-masing adalah pada 529.3 eV dan 529 eV. Spektrum seterusnya bagi 0.5-NbTi (Rajah 5(e)) iaitu Nb  $3d_{5/2}$  pada 207 eV dan Nb  $3d_{3/2}$  pada 209.5 eV dengan nilai pembelahan spin-orbital adalah sebanyak 2.5 eV. Pengesahan fotopencarian daripada tenaga teras ini iaitu Nb 2p dan Nb 3d mengesahkan bahawa Nb telah berjaya memasuki kekisi  $\text{TiO}_2$ .

Secara umumnya, kedua-dua puncak Ti didapati telah beranjak kepada nilai yang lebih tinggi apabila didopkan dengan Nb. Anjakan ini adalah selaras dengan keputusan kajian oleh Eitner et al. (2024). Anjakan terbabit membuktikan kewujudan Ti dengan valensi yang lebih rendah berbanding Nb. Oleh itu, ketumpatan elektron valensi dalam Ti akan berkurangan dengan kehadiran ikatan Ti-O-Nb. Maka, tenaga ikatan Ti 2p meningkat dalam sampel yang didopkan dengan Nb.

#### KESIMPULAN

Kesimpulannya, berlaku peningkatan kadar degradasi aseton yang optimum dengan kehadiran fotomangkin  $\text{TiO}_2\text{NR}$  terdop Nb pada kepekatan 0.5 v/v%. Kadar degradasi sebanyak 60% dapat dilihat pada sampel ini berbanding  $\text{TiO}_2\text{NR}$  sebanyak 30% dengan penyinaran UV selama 240 min. Manakala sampel pada kepekatan tertinggi iaitu 1.0 v/v% mengakibatkan keruntuhan struktur nanorod dan menyumbang kepada kadar degradasi terendah sebanyak 14% bagi sampel ini. Kemasukan Nb ke dalam satah hablur  $\text{TiO}_2$  telah disahkan melalui analisis XPS dengan berlakunya peningkatan tenaga ikatan Ti 2p bagi sampel optimum (0.5 v/v%). Pengurangan puncak PL menunjukkan kehadiran Nb telah meningkatkan  $V_{\text{Ti}}$  dalam struktur hablur  $\text{TiO}_2\text{NR}$ . Nb telah berfungsi sebagai tapak pemerangkapan elektron yang mengurangkan penggabungan semula elektron-lohong terfotoaruh. Kajian ini menunjukkan bahawa sampel  $\text{TiO}_2\text{NR}$  terdop Nb mempunyai potensi dalam degradasi bahan pencemar organik lain.

#### PENGHARGAAN

Penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan kepada Pusat Pengurusan Penyelidikan dan Instrumenasi (CRIM), UKM dan Pusat Khidmat Kumpulan Teknologi Bahan (MTEG), Agensi Nuklear Malaysia atas kemudahan infrastruktur yang telah digunakan.

#### RUJUKAN

- Akhter, P., Arshad, A., Saleem, A. & Hussain, M. 2022. Recent development in non-metal-doped titanium dioxide photocatalysts for different dyes degradation and the study of their strategic factors: A review. *Catalysts* 12(11): 1331.
- Ali, S., Razzaq, A., Kim, H. & In, S.I. 2022. Activity, selectivity, and stability of earth-abundant  $\text{CuO}/\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$ -based photocatalysts toward  $\text{CO}_2$  reduction. *Chemical Engineering Journal* 429: 131579.
- Ben Jemaa, I., Chaabouni, F., Presmanes, L., Thimont, Y., Abaab, M., Barnabe, A. & Tailhades, P. 2016. Structural, optical and electrical investigations on Nb doped  $\text{TiO}_2$  radio-frequency sputtered thin films from a powder target. *Journal Material Science: Material Electron* 27: 13242-13248.
- Bikash, S., Sujit, K.D. & Bimal, K.S. 2016. Photoluminescence and photocatalytic activities of  $\text{Ag}/\text{ZnO}$  metal-semiconductor heterostructure. *Journal of Physics: Conference Series* 765: 012023.
- Bbumba, S., Kigozi, M., Karume, I., Kisiki Nsamba, H., Tochukwu Arum, C., Kiganda, I., Maximillian, K., Nazziwa, R.A., Ssekawata, J., Yikii, C.L. & Ntale, M. 2024. Enhanced photocatalytic degradation of methylene blue and methyl orange dyes via transition metal-doped titanium dioxide nanoparticles. *Asian Journal of Chemical Sciences* 14(4): 17-41.
- Caique, P., Machado, D.O., Inara, F.F., Konrad, K., Jorg, E.D., Marcelo, M.V. & Miriam, C.S.A. 2022.  $\text{TiO}_2$ -Graphene oxide nanocomposite membranes: A review. *Separation and Purification Technology* 280: 119836.
- Chen, D., Cheng, Y., Zhou, N., Chen, P., Wang, Y., Li, K., Huo, S., Cheng, P., Peng, P., Zhang, R., Wang, L., Liu, H., Liu, Y. & Ruan, R. 2020. Photocatalytic degradation of organic pollutants using  $\text{TiO}_2$ -based photocatalysts: A review. *Journal of Cleaner Production* 268: 121725.
- Chen, Y. & Yu, Q. 2021. Research progress on degradation of VOCs by metal ions doped titanium dioxide nanoparticles. *Journal Physics Conference Series* 2021: 012063.
- Chen, Z., Ye, Y., Feng, X., Wang, Y., Han, X., Zhu, Y., Wu, S., Wang, S., Yang, W., Wang, L. & Zhang, J. 2023. High-density frustrated Lewis pairs based on Lamellar  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  for photocatalytic non-oxidative methane coupling. *Nature Communications* 14(1): 2000.

- Choo, T.F., Nur Ubaidah, S., Nurazila, M.Z. & Norhazirah, A. 2023. Electrocatalytic and photocatalytic activities of hierarchically structured zinc oxide nanoparticles derived from cellulose paper-precipitated hydrozincite. *Ceramics International* 49: 39180-39188.
- Choudhury, B., Dey, M. & Choudhury, A. 2014. Shallow and deep trap emission and luminescence quenching of  $\text{TiO}_2$  nanoparticles on Cu doping. *Applied Nanoscience* 4: 499-506.
- Ciobanu, V., Galatonova, T., Braniste, T., Urbanek, P., Lehmann, S., Hanulikova, B., Nielsch, K., Kuritka, I., Sedlarik, V. & Tiginyanu, I. 2024. Aero- $\text{TiO}_2$  three-dimensional nanoarchitecture for photocatalytic degradation of tetracycline. *Scientific Reports* 14: 31215.
- Dalal, A., Mohammad, S., Hanan, A.A., M.M. Al-Amari, Amal, B., AbdulAziz, A.A., Ebtihal, A.M., Ezdehar, A.E., Afaf, I.E., Bhupender, K. & Awatef, S.A. 2024. Hydrothermally synthesized Nb-doped  $\text{TiO}_2$  nanosheets for efficient removal of methylene blue dye on photocatalytic performance. *Physica Scripta* 99(8): 085915.
- Devipriya, G., Ashutosh, N., Animes, K.G. & Nageswara, R.P. 2020. Ag-doped  $\text{TiO}_2$  photocatalysts with effective charge transfer for highly efficient hydrogen production through water splitting. *International Journal of Hydrogen Energy* 45(4): 2729-2744.
- Dikici, T., Yilmaz, O. & Akalin, A. 2022. Production of Zn-doped  $\text{TiO}_2$  film with enhanced photocatalytic activity. *Journal Austria Ceramic Society* 58: 1415-1421.
- Dudziak, S., Kowalska, E., Wang, K., Karczewski, J., Sawczak, M., Ohtani, B. & Zielińska-Jurek, A. 2023. The interplay between dopant and a surface structure of the photocatalyst - The case study of Nb-doped faceted  $\text{TiO}_2$ . *Applied Catalysis B: Environmental* 328: 122448.
- Eitner, A., Al-Kamal, A.K., Ali, M.Y., Sheikh, M.A., Schulz, C. & Wiggers, H. 2024. Spray-flame synthesis of Nb-doped  $\text{TiO}_2$  nanoparticles and their electrochemical performance in sodium-ion batteries. *Applications in Energy and Combustion Science* 17: 100252.
- Emerson, S., Ariadne, C.C., Allan, F.P. & Waldir, A.J. 2020. Transition metal (Nb and W) doped  $\text{TiO}_2$  nanostructures: The role of metal doping in their photocatalytic activity and ozone gas-sensing performance. *Applied Surface Science* 579: 152149.
- Gomer, A. & Bredow, T. 2022. Effect of doping on rutile  $\text{TiO}_2$  surface stability and crystal shapes. *Chemistry Open* 11(6): e202200077.
- Hamed, N.K.A., Ahmad, M.K., Hairom, N.H.H., Faridah, A.B., Mamat, M.H., Mohamed, A., Suriani, A.B., Soon, C.F.F., Fazli, I.M., Mokhtar, S.M. & Shimomura, M. 2022. Photocatalytic degradation of methylene blue by flowerlike rutile-phase  $\text{TiO}_2$  film grown via hydrothermal method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 102: 637-648.
- Irfan, F., Tanveer, M.U. & Moiz, M.A. 2022.  $\text{TiO}_2$  as an effective photocatalyst mechanisms, applications, and dopants: A review. *European Physical Journal B* 95: 184.
- Jiang, D., Otitoju, T.A., Ouyang, Y., Shoparwe, N.F., Wang, S., Zhang, A. & Li, S. 2021. A review on metal ions modified  $\text{TiO}_2$  for photocatalytic degradation of organic pollutants. *Catalysts* 11(9): 1039.
- Jin, C., Liu, B., Lei, Z. & Sun, J. 2015. Structure and photoluminescence of the  $\text{TiO}_2$  films grown by atomic layer deposition using tetrakis-dimethylamino titanium and ozone. *Nanoscale Research Letters* 10: 95.
- Karuppiah, N., Suriyan, R., Christy, G.D., Raja, K., Vanitha, U., Nilesh, P.B., Nikhil, M.P., Thangavel, M., Lakshmanan, A.D. & Chandrabose, U. 2025. Photocatalytic advancements and applications of titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ): Progress in biomedical, environmental, and energy sustainability. *Next Research* 2(1): 100180.
- Khezami, L., Lounissi, I., Hajjaji, A., Guesmi, A., Assadi, A.A. & Bessais, B. 2021. Synthesis and characterization of  $\text{TiO}_2$  nanotubes ( $\text{TiO}_2$ -NTs) decorated with platine nanoparticles (Pt-NPs): Photocatalytic performance for simultaneous removal of microorganisms and volatile organic compounds. *Materials* 14(23): 7341.
- Kholief, M.G., Hesham, A.E.L., Hashem, F.S. & Mohamed, F.M. 2024. Synthesis and utilization of titanium dioxide nano particle ( $\text{TiO}_2$ NPs) for photocatalytic degradation of organics. *Scientific Reports* 14: 11327.
- Kubiak, A. 2023. Comparative study of  $\text{TiO}_2$ - $\text{Fe}_3\text{O}_4$  photocatalysts synthesized by conventional and microwave methods for metronidazole removal. *Scientific Reports* 13: 12075.
- Khlyustova, A., Sirotkin, N., Kusova, T., Kraev, A., Titov, V. & Agafonov, A. 2020. Doped  $\text{TiO}_2$ : The effect of doping elements on photocatalytic activity. *Material Advances* 1(5): 1193-1201.
- Leite, E.R., Vila, C., Bettini, J. & Longo, E. 2006. Synthesis of niobia nanocrystals with controlled morphology. *Physic Chemistry B* 110(37): 18088-18090.
- Li, T., Wang, Z., Shi, Y. & Yao, X. 2022. Preparation and performance of carbon-based Ce-Mn catalysts for efficient degradation of acetone at low temperatures. *International Journal Environmental Resources Public Health* 19(24): 16879.

- Li, Y.H., Yang, S.H., Yuan, C.S., Shen, H. & Hung, C.H. 2023. Photocatalytic degradation of gaseous acetone by photocatalysts with visible light and their potential applications in painting. *Aerosol Air Quality Research* 23: 220358.
- Li, Y., Zhang, M., Guo, M. & Wang, X. 2010. Hydrothermal growth of well-aligned TiO<sub>2</sub> nanorod arrays: Dependence of morphology upon hydrothermal reaction conditions. *Rare Metals* 29: 286-291.
- Liccardo, L., Bordin, M., Sheverdyeva, P.M., Belli, M., Moras, P., Vomiero, A. & Moretti, E. 2023. Surface defect engineering in colored TiO<sub>2</sub> hollow spheres toward efficient photocatalysis. *Advanced Functional Materials* 33(22): 2212486.
- Liu, P., Chen, L., Tang, H., Shao, J., Lin, F., He, Y., Zhu, Y. & Wang, Z. 2022. Low temperature ozonation of acetone by transition metals derived catalysts: activity and sulfur/water resistance. *Catalysts* 12(10): 1090.
- Napat, L., Natpichan, P., Kittapas, C., Thirawit, S., Prowpatchara, C., Panpailin, S., Pattaraporn, K.L. & Sira, S. 2021. One-step hydrothermal synthesis of precious metal-doped titanium dioxide-graphene oxide composites for photocatalytic conversion of CO<sub>2</sub> to ethanol. *ACS Omega* 6: 35769-35779.
- Natarajan, T.S., Mozhiarasi, V. & Tayade, R.J. 2021. Nitrogen doped titanium dioxide (N-TiO<sub>2</sub>): Synopsis of synthesis methodologies, doping mechanisms, property evaluation and visible light photocatalytic applications. *Photochemical* 1(3): 371-410.
- Nur Syuhada, I., Wai, L., Daud, M., Siti, H.A. & Hadi, N. 2020. A critical review of metal-doped TiO<sub>2</sub> and its structure physical properties photocatalytic activity relationship in hydrogen production. *International Journal of Hydrogen Energy* 45(53): 28553-28565.
- Perciani de Moraes, N., Torezin, F.A., Jucá Dantas, G.V., Martins de Sousa, J.G., Valim, R.B., da Silva Rocha, R., Landers, R., Pinto da Silva, M.L.C. & Rodrigues, L.A. 2020. TiO<sub>2</sub>/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/carbon xerogel ternary photocatalyst for efficient degradation of 4-chlorophenol under solar light irradiation. *Ceramics International* 46(10) Part A: 14505-14515.
- Piatkowska, A., Janus, M., Szymanski, K. & Mozia, S. 2021. C-, N- and S-Doped TiO<sub>2</sub> photocatalysts: A review. *Catalysts* 11(1): 144.
- Prabhakar Rao, N., Siva Rao, T., Lakshmi, K.V.D., Divya, G., Jaishree, G., Manga Raju, I. & Abdul Alim, S. 2021. Enhanced photocatalytic performance of Nb doped TiO<sub>2</sub>/reduced graphene oxide nanocomposites over rhodamine B dye under visible light illumination. *Sustainable Environment Research* 31: 37.
- Prathan, A., Sanglao, J., Wang, T., Bhoomanee, C., Ruankham, P., Gardchareon, A. & Wongratanaaphisan, D. 2020. Controlled structure and growth mechanism behind hydrothermal growth of TiO<sub>2</sub> nanorods. *Science Reports* 10: 8065.
- Racovita, A.D. 2022. Titanium dioxide: Structure, impact, and toxicity. *International Journal Environmental Research Public Health* 19(9): 5681.
- Rettenmaier, K. & Berger, T. 2021. Impact of nanoparticle consolidation on charge separation efficiency in anatase TiO<sub>2</sub> films. *Frontier Chemistry* 9: 772116.
- Roskaric, M., Zerjav, G., Zavasnik, J., Finsgar, M. & Pintar, A. 2025. Effect of TiO<sub>2</sub> morphology on the properties and photocatalytic activity of g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> nanocomposites under visible-light illumination. *Molecules* 30(3): 460.
- Sharma, R., Sarkar, A. & Jha, R. 2020. Sol-gel-mediated synthesis of TiO<sub>2</sub> nanocrystals: Structural, optical, and electrochemical properties. *International Journal Applied Ceramic Technology* 17: 1400-1409.
- Sheetal, O.D. & Pragati, T. 2010. Kinetics of photocatalytic degradation of methylene blue in a TiO<sub>2</sub> slurry reactor. *Research Journal of Chemistry and Environment* 14(4): 9-13.
- Stefan, M.I. & Bolton, J.R. 1999. Reinvestigation of the acetone degradation mechanism in dilute aqueous solution by the UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> process. *Environmental Science & Technology* 33(6): 870-873.
- Synthiya, T., Thilagavathi, R., Uthrakumar, M., Waqas, A. & Kaviyarasu, K. 2025. Synthesis and characterization of pure TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>-Doped Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites for electrochemical applications. *Luminescence* 40(4): e70161.
- Tarutani, N., Kato, R., Uchikoshi, T. & Ishigaki, T. 2021. Spontaneously formed gradient chemical compositional structures of niobium doped titanium dioxide nanoparticles enhance ultraviolet- and visible-light photocatalytic performance. *Scientific Reports* 11: 15236.
- Velardi, L., Scrimieri, L., Serra, A., Manno, D. & Calcagnile, L. 2020. Effect of temperature on the physical, optical and photocatalytic properties of TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *SN Applied Science* 2: 707.
- Wafi, A., Roza, L., Timuda, G.E., Demas, A., Deni, S.K., Nono, D., Nurfina, Y., Erzsebet, S.B., Otto, H. & Mohammad, M.K. 2024. N-doped TiO<sub>2</sub> for photocatalytic degradation of colorless and colored organic pollutants under visible light irradiation. *Transition Metal Chemistry* 49: 305-317.
- Wang, L. & Yu, J. 2023. Chapter 1 - Principles of photocatalysis. In *Interface Science and Technology*, edited by Yu, J., Zhang, L., Wang, L. & Zhu, B. Elsevier 35: 1-52.
- Wei, R., Shi, Y., Zhang, S., Diao, X., Ya, Z., Xu, D., Zheng, Y., Yan, C., Cao, K., Ma, Y. & Ji, N. 2025. Photocatalytic upgrading of plastic waste into high-value-added chemicals and fuels: Advances and perspectives. *ACS Sustainable Chemistry Engineering* 13(7): 2615-2632.

- Wrana, D., Gensch, T., Jany, B.R., Cieślik, K., Rodenbücher, C., Cempura, G., Kruk, A. & Krok, F. 2021. Photoluminescence imaging of defects in TiO<sub>2</sub>: The influence of grain boundaries and doping on charge carrier dynamics. *Applied Surface Science* 69: 150909.
- Yang, X., Min, Y., Li, S., Wang, D., Mei, Z., Liang, J. & Pan, F. 2018. Conductive Nb-doped TiO<sub>2</sub> thin films with the whole visible absorption to degrade pollutants. *Catalyst Science Technology* 8(5): 1357-1365.
- Yang, J., Zhang, X., Wang, C., Sun, P., Wang, L., Xia, B. & Liu, Y. 2012. Solar photocatalytic activities of porous Nb-doped TiO<sub>2</sub> microspheres prepared by ultrasonic spray pyrolysis. *Solid State Sciences* 14(1): 139-144.
- Yeoh, J.Z., Chan, P.L., Pung, S.Y., Ramakrishnan, S., Joseph, C.G. & Chen, C.Y. 2024. Designing a visible light driven TiO<sub>2</sub>-based photocatalyst by doping and co-doping with niobium (Nb) and boron (B). *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis* 19(2): 285-299.
- Yin, M., Liu, X., Hu, L., Xu, L. & He, J. 2016. Effects of Nb doping on microstructure and photocatalytic properties of TiO<sub>2</sub> thin film. *Desalination and Water Treatment* 57(15): 6910-6915.
- Zhang, D., Yang, M. & Dong, S. 2015. Improving the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> through reduction. *RSC Advances* 5(45): 35661-35666.

\*Pengarang untuk surat-menjurut; email: masliana@nm.gov.my