

Original Research

# Sintesis Oksida Logam Ganda TiO<sub>2</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam Struktur Lapisan Bentonit Alam sebagai Material Fotokatalis

Restu Kartiko Widi <sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Surabaya, Surabaya-Indonesia

\* corresponding author: [restu@staff.ubaya.ac.id](mailto:restu@staff.ubaya.ac.id)

**Abstract**—The synthesis of double metal oxides TiO<sub>2</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> within the layered structure of natural bentonite as a photocatalyst material has been successfully conducted. This study aims to investigate the effect of the Ti and Fe mole ratio on the properties and structure of the resulting material. The background of this research is the successful synthesis of iron oxide in the natural bentonite layer structure without destroying the overall bentonite structure. In this research, the synthesis method used was using the sol-gel method in an inert nitrogen gas atmosphere system. The photocatalyst material was calcined using a pipe furnace at a temperature of 500 oC for 3 hours with a flow of nitrogen and oxygen gas to obtain a better metal oxide. The photocatalyst material obtained was characterized using XRD, surface analysis using N<sub>2</sub> gas and BET and SEM-EDX methods to determine the presence and amount of Ti and Fe metal oxides formed in the bentonite layer structure. The XRD results indicate that the optimum material was obtained from the sample with a Ti : Fe mole ratio of 50 : 25 mmol, as evidenced by the presence of TiO<sub>2</sub> diffraction peaks in the anatase phase. In addition, the gas adsorption-desorption analysis revealed that the material exhibits mesoporous characteristics. The photocatalyst performance test was carried out on the photodegradation process of basic blue dye by providing the best removal percentage of 88% using the Bent-Ti : Fe = 50 : 25 catalyst.

**Keywords:** photocatalyst, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, bentonite

**Abstrak**—Sintesis oksida logam ganda TiO<sub>2</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam struktur lapisan bentonit alam sebagai material fotokatalis telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari efek rasio mol Ti dan Fe terhadap sifat dan struktur material yang dihasilkan. Latar belakang dari penelitian ini adalah keberhasilan sintesis oksida besi dalam struktur lapisan bentonit alam tanpa merusak struktur bentonit secara keseluruhan. Adapun dalam penelitian ini metode sintesis yang dilakukan adalah menggunakan metode sol-gel dalam sistem atmosfer inert gas nitrogen. Material fotokatalis dikalsinasi menggunakan tungku pipa pada suhu 500 oC selama 3 jam dengan aliran gas nitrogen dan oksigen untuk memperoleh oksida logam yang lebih baik. Material fotokatalis yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD, analisis permukaan menggunakan gas N<sub>2</sub> dan metode BET dan SEM-EDX untuk menentukan keberadaan dan jumlah oksida logam Ti dan Fe yang terbentuk dalam struktur lapisan bentonit tersebut. Dari data XRD ditunjukkan bahwa material terbaik diberikan oleh sampel dengan ratio mol Ti : Fe = 50 : 25 mmol, yang ditandai dengan munculnya puncak difraksi TiO<sub>2</sub> fasa anatase dan kurva adsorpsi dan desorpsi gas menunjukkan material memiliki karakter mesopori. Uji kinerja fotokatalis dilakukan pada proses fotodegradasi zat warna basic blue dengan memberikan persen removal terbaik sebesar 88% menggunakan katalis Bent-Ti : Fe = 50 : 25.

**Kata kunci:** fotokatalis, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, bentonit

## PENDAHULUAN

Saat ini telah dikembangkan metode untuk mengolah limbah organik terlarut dengan sistem fotokatalisis. Beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya telah memanfaatkan fotokatalis ini untuk proses degradasi senyawa-senyawa polutan terutama dalam sistem perairan, pembuatan teknologi untuk mendesinfeksi air dalam sistem irigasi (Mao *et al.*, no date; El Sharkawy *et al.*, 2023; Lee *et al.*, 2023; Li *et al.*, 2023; Madkhali *et al.*, 2023; Baral *et al.*, 2024; Gadore *et al.*, 2024; Sari *et al.*, 2024) pemanfaatan fotokatalis untuk mengontrol senyawa organik volatil (Yang, Zuo and Zhou, 2017; Dai *et al.*, 2018; Nagaraju *et al.*, 2020; Rao *et al.*, 2021) dan sebagainya.

Para peneliti terdahulu juga telah melakukan beberapa penelitian pemanfaatan logam dan oksida logam sebagai fotokatalis, seperti TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, ZnO, CeO, CuO, MnO<sub>2</sub>, WO<sub>3</sub> (Nagaraju *et al.*, 2020; Sophiana *et al.*, 2020; Dubey, Challagulla, *et al.*, 2021; Dubey, Kumar, *et al.*, 2021; Ghasemi *et al.*, 2021; Shajari *et al.*, 2021; Ulhaq *et al.*, 2021; Wang *et al.*, 2021; Rostamzadeh and Sadeghi, 2022; Mahadevan, Palanisamy and Sakthivel, 2023). Metode sintesis sebagian

besar menggunakan metode sol-gel hal ini disebabkan tingkat kemudahan dalam mengontrol ukuran partikel katalis selama proses berlangsung.

Penelitian lain yang telah dilakukan adalah menggunakan material pengemban bagi oksida logam fotokatalis yang bertujuan untuk meningkatkan efisiensi dan aktivitas katalis pada saat uji aktivitas fotokatalis. Ulhaq et al, 2021, mensintesis TiO<sub>2</sub> dalam padatan pengemban CTAB yang digunakan pada proses fotokatalis (Ulhaq *et al.*, 2021). Widi et al, juga telah meneliti sintesis oksida logam besi (Fe), logam aluminium (Al) dan logam titanium (Ti) dalam struktur lapisan bentonit alam tanpa merusak struktur bentonit tersebut secara keseluruhan (Widi and Budhyantoro, 2014; Widi, Budhyantoro and Savitri, 2014, 2015; Savitri, Widi and Budhyantoro, 2015; Widi, Budhyantoro and Christianto, 2017; Kartiko Widi *et al.*, 2020; Widi *et al.*, 2020).

Selain dimanfaatkan sebagai bahan fotokatalis logam berkemampuan fotokatalis yang diimbangkan pada silika digunakan sebagai bahan pembuat keramik untuk pembuatan gigi, hal ini disebabkan keramik tidak akan berlumut atau berjamur maupun ditumbuhi bakteri (Widi *et al.*, 2018).

## METODE

Sintesis fotokatalis ini dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan sistem refluks. Metode sintesis yang digunakan merupakan modifikasi dari metode Massart. Sebanyak 20 mL larutan FeCl<sub>3</sub> 1 M dicampurkan dengan 5 mL larutan FeCl<sub>2</sub> 1 M dalam larutan HCl 2 M di dalam suatu wadah. Campuran tersebut kemudian ditambahkan secara cepat ke dalam 250 mL larutan amonia 0,7 M sambil diaduk menggunakan batang pengaduk kaca dan dialiri gas nitrogen selama 30 menit. Padatan yang terbentuk selanjutnya dipisahkan melalui dekantasi, sedangkan filtrat yang masih membentuk suspensi diendapkan menggunakan bantuan magnet. Padatan hasil pemisahan kemudian didispersikan kembali menggunakan larutan Tetramethyl Ammonium Hydroxide (TMA-OH) 1 M hingga mencapai volume total 250 mL.

Sebanyak 2 mL larutan TiCl<sub>4</sub> diencerkan hingga volume 50 mL menggunakan campuran etanol dan air dengan perbandingan 1:1. pH larutan kemudian disesuaikan hingga pH 7 melalui penambahan larutan NH<sub>3</sub> secara bertahap. Larutan akan membentuk gel putih yang selanjutnya diaduk selama 5 jam. Gel yang dihasilkan kemudian digunakan sebagai prekursor dalam proses sintesis fotokatalis pada tahap berikutnya.

Suspensi bentonit dibuat dengan mendispersikan 20 gram serbuk bentonit ke dalam 500 mL akuades. Suspensi tersebut kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 24 jam hingga homogen. Seluruh larutan yang telah diperoleh kemudian dicampurkan ke dalam labu alas bulat dan diaduk pada suhu 50 °C selama 24 jam. Setelah proses selesai, campuran didinginkan, kemudian padatan yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan campuran etanol-air 50%. Padatan hasil sintesis selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu 500 °C selama 3 jam. Variabel yang diteliti dalam sintesis material fotokatalis ini meliputi perbandingan mol Fe dan Ti yang digunakan selama proses pencampuran, dengan variasi rasio mol Fe : Ti sebesar 25 : 12,5 mmol; 25 : 25 mmol; 25 : 50 mmol; 25 : 75 mmol; dan 25 : 100 mmol.

Untuk mengevaluasi keberhasilan sintesis fotokatalis, padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan difraktometer, analisis SEM-EDS, serta adsorpsi gas nitrogen dengan metode BET. Analisa logam Fe dan Ti serta Si dan Al dilakukan menggunakan metode SEM-EDS, dengan menentukan komposisi setiap logam dalam katalis tersebut.

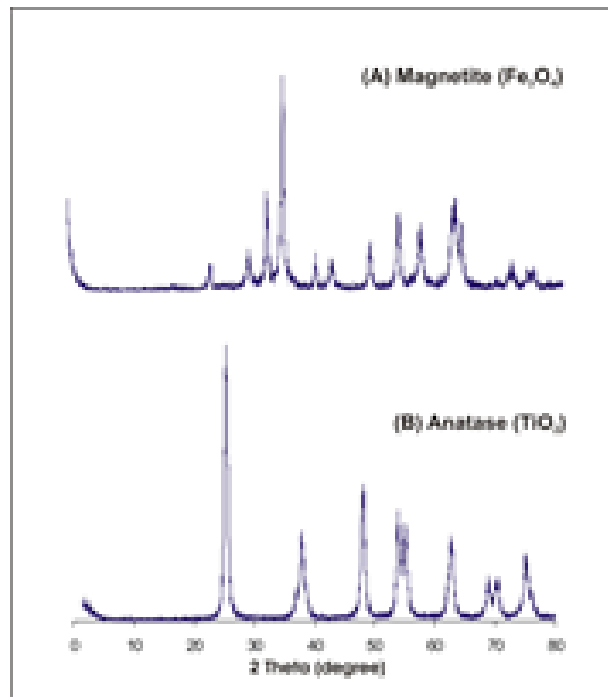
Untuk mengetahui kinerja material fotokatalis yang dihasilkan, dilakukan proses fotodegradasi zat warna basic blue dalam sistem batch. Uji kinerja dilakukan terlebih dahulu dengan pembuatan larutan zat warna *Basic Blue* serta kurva standar yang digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan dengan Spektrofotometer UV-Vis (Genesys 150). Selanjutnya dilakukan uji kinerja dengan intensitas UV C sebesar 213 mW/cm<sup>2</sup>, konsentrasi awal larutan zat warna 100 ppm dan pH awal larutan zat warna sebesar 5.

## HASIL

Hasil penelitian difokuskan pada hasil karakterisasi material menggunakan metode X-Ray difraktometer untuk mengetahui struktur kristal mineral, dan adsorpsi gas nitrogen (BET) untuk mengetahui luas permukaan dan pori material.

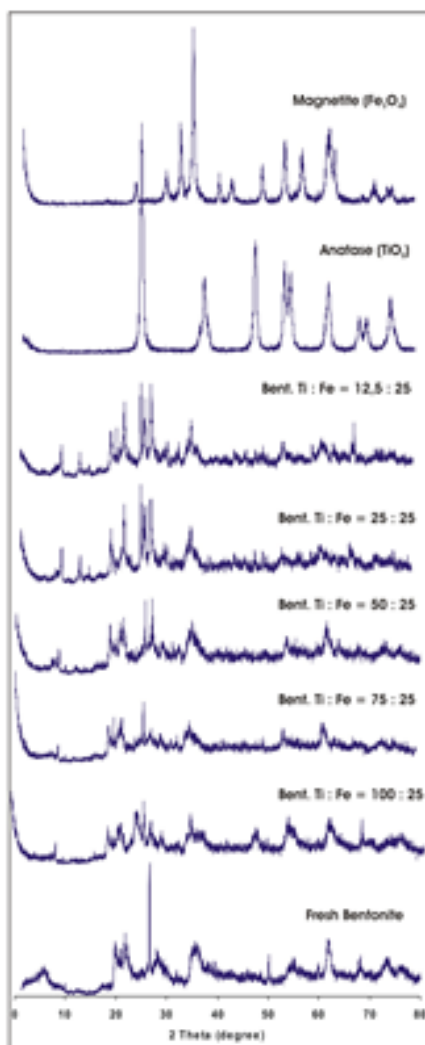
### *Karakterisasi menggunakan XRD difraktometer*

Hasil sintesis TiO<sub>2</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikel berhasil disintesis dengan menggunakan metode sol-gel. Hasil sintesis ini dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) seperti diberikan pada gambar 1.



*Gambar 1.* Pola difraksi sinar-X hasil sintesis magnetite/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (A) dan Anatase/TiO<sub>2</sub> (B) nanopartikel menggunakan metode sol-gel.

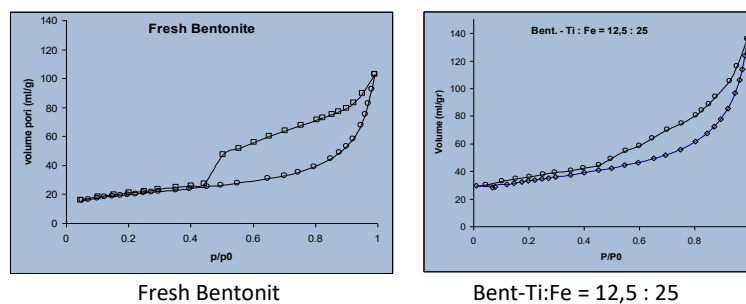
Pada penelitian ini sintesis katalis Bentonit – Ti : Fe dilakukan dengan memvariasikan jumlah mol Ti terhadap mol Fe yang konstan 25 mmol. Hasil sintesis katalis Bentonit – Ti : Fe ini memberikan sebuah hasil pola difraksi sinar-X yang relatif berbeda dengan pola difraksi mineral murni anastase dan magnetite, hal ini dapat dilihat pada gambar 2.

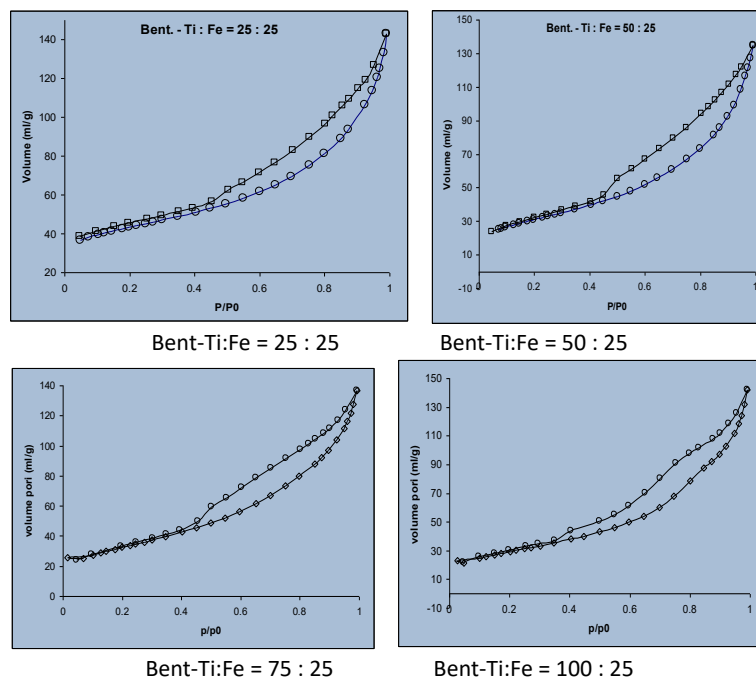


Gambar 2. Pola difraksi sinar-X katalis Bentonit – Ti : Fe pada berbagai rasio mol Ti : Fe dengan mol Fe = 25 mmol dan mol Ti bervariasi dari 12,5 mmol hingga 100 mmol

#### Karakterisasi adsorpsi gas nitrogen dengan metode BET

Metode Brunauer–Emmett–Teller (BET) digunakan pada karakterisasi adsorpsi gas nitrogen untuk menentukan luas permukaan katalis padat. Hasil karakterisasi tersebut disajikan pada Gambar 3 dan Tabel 1.





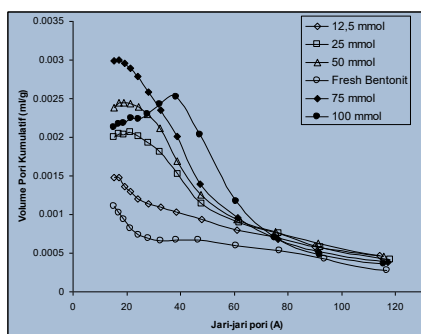
**Gambar 3.** Pola kurva adsorpsi-desorpsi gas nitrogen oleh fresh bentonit dan material katalis Bent. – Ti : Fe sebagai pengaruh jumlah logam Ti (oksida  $\text{TiO}_2$ ) yang teremban dalam bentonit dengan rasio mol (12,5:25), (25:25), (50:25), (75:25) dan (100:25).

**Tabel 1**

*Luas Permukaan Katalis Bentonit T:Fe sebagai Pengaruh Jumlah Logam Ti dan Fe yang Teremban dalam Bentonit*

| No. | Nama Katalis              | Jml. Logam<br>(% massa) |      | Luas<br>permukaan<br>katalis ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) | Volume total<br>(ml/g) |
|-----|---------------------------|-------------------------|------|--------------------------------------------------------|------------------------|
|     |                           | Ti                      | Fe   |                                                        |                        |
| 1   | Fresh Bentonit            | 0                       | 0    | 34,17                                                  | 0,14                   |
| 2   | Bent– Ti : Fe = 12,5 : 25 | 0,69                    | 10,2 | 110,8                                                  | 0,176                  |
| 3   | Bent– Ti : Fe = 25 : 25   | 1,94                    | 3,31 | 144,4                                                  | 0,176                  |
| 4   | Bent– Ti : Fe = 50 : 25   | 13,12                   | 6,9  | 109,6                                                  | 0,185                  |
| 5   | Bent– Ti : Fe = 75 : 25   | 17,81                   | 8,4  | 78,6                                                   | 0,188                  |
| 6   | Bent– Ti : Fe = 100 : 25  | 22,72                   | 7,76 | 75,8                                                   | 0,202                  |

Pengaruh perubahan material mikropori ke mesopori sebagai fungsi jumlah mol logam Ti teremban dapat dilihat dari data BET pada gambar 4.



**Gambar 4.** Pola distribusi ukuran pori katalis sebagai fungsi jumlah logam Ti awal yang digunakan sebagai logam teremban.

**Tabel 2**

*Hasil Uji Kinerja Fotokatalis pada Fotodegradasi Zat Warna Basic Blue*

| No. | Nama Katalis            | % removal |
|-----|-------------------------|-----------|
| 1   | Bent– Ti : Fe = 25 : 25 | 85        |
| 2   | Bent– Ti : Fe = 50 : 25 | 88        |

## BAHASAN

### *Sintesis $\text{TiO}_2$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$*

Berdasarkan pola difraksi sinar-X pada Gambar 1, fase magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) berhasil terbentuk yang ditunjukkan oleh munculnya puncak difraksi utama pada sudut  $2\theta$  sebesar  $35,63^\circ$ . Nilai tersebut sangat mendekati data standar ASTM, yaitu  $35,45^\circ$ . Selain puncak utama tersebut, keberadaan magnetit juga diperkuat oleh beberapa puncak lain pada  $2\theta$   $30,30^\circ$ ;  $33,17^\circ$ ;  $49,38^\circ$ ; dan  $54,14^\circ$ .

Fase anatase  $\text{TiO}_2$  juga berhasil diperoleh dalam bentuk kristalin yang cukup murni. Hal ini dibuktikan dengan munculnya puncak utama pada  $2\theta = 25,28^\circ$ . Sementara itu, puncak khas fase rutil pada  $2\theta = 27,45^\circ$  tidak terdeteksi, meskipun masih ditemukan sinyal lemah pada sekitar  $69,05^\circ$  dan  $69,98^\circ$ . Kondisi ini mengindikasikan bahwa fase rutil terbentuk dalam jumlah kecil sebagai produk samping selama proses sintesis anatase. Kemunculan fase tersebut diperkirakan dipengaruhi oleh proses kalsinasi selama 3 jam yang memungkinkan sebagian anatase mengalami transformasi menjadi rutil. Beberapa puncak lain yang mengonfirmasi keberadaan anatase muncul pada  $2\theta$  sebesar  $37,75^\circ$ ;  $48,12^\circ$ ;  $48,75^\circ$ ; dan  $62,73^\circ$ .

### *Sintesis Katalis Bentonit – Ti : Fe*

Pembuatan katalis Bentonit–Ti:Fe dilakukan dengan memvariasikan jumlah mol Ti, sedangkan jumlah Fe dipertahankan tetap sebesar 25 mmol. Variasi komposisi tersebut menghasilkan pola difraksi sinar-X yang berbeda dibandingkan pola  $\text{TiO}_2$  anatase maupun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  murni, sebagaimana terlihat pada Gambar 2.

Hasil difraksi menunjukkan bahwa puncak utama bentonit bergeser dari  $2\theta = 5,8^\circ$  menjadi sekitar  $9,98^\circ$  disertai penurunan intensitas yang cukup signifikan. Pergeseran ini menandakan terjadinya penyempitan jarak antar lapisan (interlayer) bentonit. Fenomena tersebut dipengaruhi oleh keberadaan nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang menyebabkan struktur pilar dalam interlayer tidak berkembang secara optimal. Penurunan intensitas puncak bentonit semakin jelas ketika jumlah Ti yang digunakan semakin besar, yang menunjukkan bahwa peningkatan kandungan Ti berpengaruh terhadap perubahan struktur bentonit.

Interaksi kuat antara logam Ti dengan atom oksigen pada kerangka tetrahedral bentonit menjadi penyebab utama fenomena tersebut. Selama proses kalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$ , atom oksigen cenderung lebih mudah berikatan dengan Ti maupun Fe sehingga membentuk oksida logam, dibandingkan tetap berikatan dengan Si pada struktur bentonit. Akibatnya, kerangka kristal utama bentonit mengalami kerusakan secara bertahap dan cenderung berubah menjadi struktur amorf.

Selain itu, kemunculan puncak anatase  $\text{TiO}_2$  pada  $2\theta$  sekitar  $25,67^\circ$  menunjukkan bahwa kristal anatase berhasil terbentuk pada permukaan bentonit. Puncak tersebut tampak relatif tajam walaupun intensitasnya rendah, yang mengindikasikan bahwa pembentukan  $\text{TiO}_2$  pada matriks bentonit berlangsung cukup baik. Akan tetapi, sebagian besar puncak difraksi lain dari  $\text{TiO}_2$  tidak terlihat dengan jelas. Hal ini diperkirakan karena struktur berlapis bentonit membatasi pertumbuhan bidang kristal  $\text{TiO}_2$  yang lebih kompleks.

Seiring meningkatnya jumlah Ti yang diembankan, intensitas puncak anatase semakin menurun. Kondisi ini mengindikasikan bahwa  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk cenderung memiliki sifat

amorf pada konsentrasi Ti yang lebih tinggi. Besarnya interaksi antara Ti dan atom oksigen pada struktur tetrahedral bentonit menyebabkan proses pembentukan kristal anatase menjadi lebih sulit, karena posisi atom oksigen dalam struktur bentonit sudah tetap dan membatasi pembentukan kisi kristal TiO<sub>2</sub> secara sempurna. Berdasarkan hasil difraksi sinar-X, komposisi Bent. Ti:Fe = 50:25 menunjukkan rasio paling optimum karena masih mampu menghasilkan kristalinitas TiO<sub>2</sub> yang relatif baik.

Pola difraksi juga memperlihatkan bahwa puncak utama magnetit pada material Bent. Ti:Fe muncul dengan intensitas sangat rendah dan cenderung melebar pada  $2\theta$  sekitar 35,72°. Hal ini menunjukkan bahwa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terbentuk dalam ukuran nanopartikel dan sebagian puncaknya saling bertumpang tindih dengan puncak bentonit. Intensitas yang lemah mengindikasikan bahwa dalam lingkungan interlayer bentonit, besi lebih mudah membentuk spesies FeO<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub> yang bersifat amorf dibandingkan membentuk kristal magnetit yang teratur.

Kondisi tersebut terjadi karena sebagian ion Fe berinteraksi dengan atom oksigen pada struktur tetrahedral bentonit maupun molekul air yang terdapat dalam sistem. Interaksi ini menghambat pembentukan kristal magnetit secara sempurna, sehingga puncak difraksi khas magnetit tidak muncul secara tajam pada material yang diimbangkan ke bentonit. Berdasarkan pola difraksi yang diperoleh, puncak bidang kristal utama magnetit tidak menunjukkan perubahan pola yang signifikan antar variasi sampel, baik dari segi bentuk maupun intensitasnya.

Untuk memperkuat analisa data difraksi sinar-X tersebut akan diperkuat dengan data adsorpsi gas nitrogen menggunakan metode BET untuk menunjukkan luas permukaan material katalis Bent. Ti : Fe, distribusi ukuran pori dan volume pori serta karakter adsorpsi material apakah masuk kedalam bentuk mikro atau mesopori.

Gambar 3 dan Tabel 1 menunjukkan hasil karakterisasi katalis menggunakan metode adsorpsi gas nitrogen BET. Pada gambar 3 menunjukkan bahwa pada katalis dengan logam Ti 50 mmol memberikan pola adsorpsi mendekati pola adsorpsi material mesopori. Hal tersebut ditunjukkan dengan bentuk kurva adsorpsi-desorpsinya membentuk kurva adsorpsi tipe IV yaitu dengan munculnya daerah patahan pada kurva adsorpsi-desorpsi gas nitrogen. Sedangkan pada jumlah logam Ti 12,5 mmol dan 25 mmol pola adsorpsi material cenderung mengarah pada bentuk material mikropori. Hal ini diperkirakan pada rasio mol Ti : Fe = 50 mmol : 25 mmol merupakan jumlah logam optimal yang dapat diimbangi oleh struktur inter-layer bentonit. Jumlah ini menghasilkan pilar yang optimum tingginya dalam struktur bentonit tersebut sehingga material porous yang dihasilkan memiliki ukuran mesopori. Perbedaan tersebut tidak terlalu signifikan, namun demikian perbedaan tersebut tetap memberikan makna tertentu. Pada Tabel 1 tersebut menunjukkan bahwa semakin besar mol logam Ti yang digunakan semakin besar % logam Ti teradsorpsi sedangkan % logam Fe teradsorpsi tidak mengikuti perubahan yang teratur. Jumlah logam Ti yang teradsorpsi semakin besar menunjukkan perubahan luas permukaan dan volume pori yang dihasilkan. Pada data tabel 1 tersebut luas permukaan tertinggi diberikan oleh katalis Bent. Ti : Fe = 25 : 25. Hal ini disebabkan sebagian besar struktur kristal bentonit tidak mengalami kerusakan seperti ditunjukkan oleh data difraksi sinar-X. Volume pori dari material katalis Bent. Ti : Fe menunjukkan tren kenaikan volume pori dengan bertambahnya % logam Ti teradsorpsi dalam bentonit. Jika dihubungkan dengan luas permukaan material semakin rendah pada katalis Bent. Ti : Fe = 75 : 25 dan 100 : 25.

Dari data tersebut dapat disimpulkan bahwa pada kedua material katalis tersebut padatan sebagian berbentuk amorf. Hal ini memperkuat data difraksi sinar-X pada daerah difraksi  $2\theta = 5$  s/d 30 dimana puncak difraksi semakin rendah.

Dari pembahasan ini dapat disimpulkan bahwa material fotokatalis yang relatif baik dari hasil sintesis ini adalah katalis Bent. – Ti : Fe = 50 : 25 mmol. Selanjutnya dalam penelitian ini material fotokatalis Bent. – Ti : Fe = 50 : 25 mmol akan dibandingkan dengan material fotokatalis Bent. – Ti : Fe = 25 : 25 mmol dalam pengujiannya. Hal ini dilakukan dengan pertimbangan pertama, keinginan untuk melihat performance fotokatalisis material yang didominasi oleh

bentukan amorf sebagai pembanding. Pertimbangan kedua adalah didasari pada kekristalan  $\text{TiO}_2$  dan distribusi ukuran pori yang dihasilkan relatif lebih baik dibandingkan dari material fotokatalis lainnya.

Pengaruh perubahan material mikropori ke mesopori tersebut sebagai fungsi jumlah mol logam Ti teremban dapat dilihat dari distribusi ukuran pori yang dihasilkan dari data BET pada gambar 4. Gambar 4 menunjukkan bahwa distribusi ukuran pori material mesopori diberikan oleh fotokatalis katalis Bent. – Ti : Fe = 100 : 25 mmol yaitu dengan munculnya puncak distribusi pori dengan diameter pori  $39 \text{ \AA}$  dengan volume pori berkisar  $27 \times 10^{-3} \text{ ml/gr}$ . Untuk pori dengan volume terbesar diberikan oleh katalis Bent. – Ti : Fe = 75 : 25 mmol dengan ukuran diameter pori  $17 \text{ \AA}$  dengan volume pori berkisar  $30 \times 10^{-3} \text{ ml/gr}$ . Namun demikian dari data XRD ditunjukkan bahwa karakter kedua material fotokatalis tersebut cenderung dominan bentuk amorf. Sedangkan material dengan tingkat kristalinitas yang masih baik dan memiliki distribusi ukuran pori berukuran mesopori diberikan oleh material fotokatalis Bent. – Ti : Fe = 50 : 25 mmol. Material ini memiliki distribusi ukuran pori pada kisaran  $15 - 24 \text{ \AA}$  dengan volume pori berkisar  $23 \times 10^{-3} - 24 \times 10^{-3} \text{ ml/gr}$ . Untuk katalis Bent. – Ti : Fe = 25 : 25 mmol memiliki distribusi ukuran pori pada kisaran  $15 - 24 \text{ \AA}$  dengan volume pori berkisar  $19 \times 10^{-3} - 20 \times 10^{-3} \text{ ml/gr}$ .

Pada durasi sintesis selama 24 jam, baik pada katalis Bent.–Ti:Fe = 50:25 maupun Bent.–Ti:Fe = 75:25, terlihat bahwa struktur bentonit mengalami kerusakan yang lebih besar. Kondisi ini ditunjukkan oleh hilangnya puncak utama difraksi sinar-X pada daerah  $2\theta$  sekitar  $5,68-9^\circ$ . Hilangnya puncak tersebut mengindikasikan bahwa ion logam Ti dan Fe telah terintegrasi secara permanen ke dalam struktur bentonit selama proses sintesis. Akibatnya, ketika proses kalsinasi berlangsung, atom oksigen pada kerangka tetrahedral bentonit berinteraksi dengan logam Ti dan Fe untuk membentuk oksida logam, sehingga menyebabkan lapisan struktur bentonit mengalami degradasi atau kerusakan.

Hasil uji kinerja fotokatalis menunjukkan bahwa kedua jenis material yang diuji yaitu Bent. – Ti : Fe = 50 : 25 dan Bent. – Ti : Fe = 25 : 25 menunjukkan aktivitas yang cukup bagus dengan memberikan hasil persen removal sebesar 88% dan 85%. Hal ini juga semakin memperkuat Analisa hasil karakterisasi sebelumnya bahwa sifat porositas dan luas permukaan katalis serta adanya oksida logam Ti dan Fe memberikan pengaruh terhadap proses fotokatalitik tersebut.

## SIMPULAN

$\text{TiO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bulk dapat dihasilkan melalui proses sintesis menggunakan metode sintesis sol-gel pada pH larutan netral untuk sintesis  $\text{TiO}_2$  dan pada pH larutan basa untuk sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Katalis Bent. Ti : Fe terbaik yang dihasilkan adalah Bent. Ti : Fe = 50 : 25 dengan luas permukaan  $109 \text{ m}^2/\text{g}$  dengan volume pori total  $0,188 \text{ ml/g}$  dengan uji kinerja fotokatalitiknya memberikan hasil persen removal sebesar 88%.

## PUSTAKA ACUAN

- Baral, S.C. *et al.* (2024) "Rapid photocatalytic degradation of organic pollutants by  $\text{Al}^{3+}$  doped  $\text{CuO}$  powders under low power visible light and natural sunlight," *Optical Materials*, 147, p. 114653. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.optmat.2023.114653>.
- Dai, C. *et al.* (2018) "Current progress in remediation of chlorinated volatile organic compounds: A review," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 62, pp. 106–119. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.12.049>.
- Dubey, M., Challagulla, N.V., *et al.* (2021) "Ultrasound assisted synthesis of magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\alpha\text{-MnO}_2$  nanocomposite for photodegradation of organic dye," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 609. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125720>.

- Dubey, M., Kumar, R., *et al.* (2021) "Visible light induced photodegradation of chlorinated organic pollutants using highly efficient magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> nanocomposite," *Optik*, 243. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2021.167309>.
- Gadore, V. *et al.* (2024) "RSM approach for process optimization of the photodegradation of congo red by a novel NiCo<sub>2</sub>S<sub>4</sub>/chitosan photocatalyst," *Scientific Reports*, 14(1), p. 1118. Available at: <https://doi.org/10.1038/s41598-024-51618-2>.
- Ghasemi, H. *et al.* (2021) "Decolorization of wastewater by heterogeneous Fenton reaction using MnO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CuO hybrid catalysts," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(2). Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105091>.
- Kartiko Widi, R. *et al.* (2020) "Photocatalytic decolorization of Basic Blue 41 using TiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-bentonite coating applied to ceramic in continuous system," *Chemical Engineering Communications*, 207(2), pp. 203–212. Available at: <https://doi.org/10.1080/00986445.2019.1578756>.
- Lee, D.-E. *et al.* (2023) "State-of-the-art review on photocatalysis for efficient wastewater treatment: Attractive approach in photocatalyst design and parameters affecting the photocatalytic degradation," *Catalysis Communications*, 183, p. 106764. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.catcom.2023.106764>.
- Li, X. *et al.* (2023) "A review of the photocatalytic degradation of organic pollutants in water by modified TiO<sub>2</sub>," *Water Science and Technology*, 88(6), pp. 1495–1507. Available at: <https://doi.org/10.2166/wst.2023.288>.
- Madkhali, N. *et al.* (2023) "Recent update on photocatalytic degradation of pollutants in waste water using TiO<sub>2</sub>-based heterostructured materials," *Results in Engineering*, 17, p. 100920. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.100920>.
- Mahadevan, R., Palanisamy, S. and Sakthivel, P. (2023) "Role of nanoparticles as oxidation catalyst in the treatment of textile wastewater: Fundamentals and recent advances," *Sustainable Chemistry for the Environment*, 4, p. 100044. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.scenv.2023.100044>.
- Mao, T. *et al.* (no date) "Research progress of magnetic TiO<sub>2</sub> photocatalyst in wastewater treatment," *Composite Interfaces*, pp. 1–18. Available at: <https://doi.org/10.1080/09276440.2024.2338636>.
- Nagaraju, P. *et al.* (2020) "Preparation of modified ZnO nanoparticles for photocatalytic degradation of chlorobenzene," *Applied Water Science*, 10(6). Available at: <https://doi.org/10.1007/s13201-020-01228-w>.
- Rao, Z. *et al.* (2021) "Deactivation and activation mechanism of TiO<sub>2</sub> and rGO/Er<sup>3+</sup>-TiO<sub>2</sub> during flowing gaseous VOCs photodegradation," *Applied Catalysis B: Environmental*, 284. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2020.119813>.
- Rostamzadeh, D. and Sadeghi, S. (2022) "Ni doped zinc oxide nanoparticles supported bentonite clay for photocatalytic degradation of anionic and cationic synthetic dyes in water treatment," *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 431. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2022.113947>.
- Sari, Y. *et al.* (2024) "A review of TiO<sub>2</sub> photocatalyst for organic degradation and sustainable hydrogen energy production," *International Journal of Hydrogen Energy*, 55, pp. 984–996. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.11.126>.
- Savitri, E., Widi, R.K. and Budhyantoro, A. (2015) "The effect of the calcinations temperature during synthesis of TiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-bentonite as photocatalyst material," *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(9), pp. 70–75.
- Shajari, S. *et al.* (2021) "Efficient photocatalytic degradation of gaseous benzene and toluene over novel hybrid pil@tio<sub>2</sub>/m-go composites," *Catalysts*, 11(1), pp. 1–24. Available at: <https://doi.org/10.3390/catal11010126>.
- El Sharkawy, H.M. *et al.* (2023) "Efficient photocatalytic degradation of organic pollutants over TiO<sub>2</sub> nanoparticles modified with nitrogen and MoS<sub>2</sub> under visible light irradiation,"

- Scientific Reports*, 13(1), p. 8845. Available at: <https://doi.org/10.1038/s41598-023-35265-7>.
- Sophiana, I.C. *et al.* (2020) "Catalytic oxidation of benzene at low temperature over novel combination of metal oxide based catalysts: CuO, MnO<sub>2</sub>, NiO with Ce<sub>0.75</sub>Zr<sub>0.25</sub>O<sub>2</sub> as support," *Materials Today Chemistry*, 17, p. 100305. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2020.100305>.
- Ulhaq, I. *et al.* (2021) "Engineering TiO<sub>2</sub> supported CTAB modified bentonite for treatment of refinery wastewater through simultaneous photocatalytic oxidation and adsorption," *Journal of Water Process Engineering*, 43. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102239>.
- Wang, Q. *et al.* (2021) "Operando Investigation of Toluene Oxidation over 1D Pt@CeO<sub>2</sub> Derived from Pt Cluster-Containing MOF," *Journal of the American Chemical Society*, 143(1), pp. 196–205. Available at: <https://doi.org/10.1021/jacs.0c08640>.
- Widi, R.K. *et al.* (2018) "Antibacterial inactivation of Escherichia coli after TiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Bentonite photocatalytic treatment," *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*, 8(6), pp. 2367–2373. Available at: <https://doi.org/10.18517/ijaseit.8.6.3884>.
- Widi, R.K. *et al.* (2020) "Application of Photocatalyst Material Bentonite Ti Based as Antimicrobial Paint," *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*, 10(6), pp. 2498–2503. Available at: <https://doi.org/10.18517/ijaseit.10.6.9877>.
- Widi, R.K. and Budhyantoro, A. (2014) "Catalytic performance of TiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> supported bentonite for photocatalytic degradation of phenol," *International Journal of Applied Engineering Research*, 9(23), pp. 18753–18758.
- Widi, R.K., Budhyantoro, A. and Christianto, A. (2017) "Phenol hydroxylation on Al-Fe modified-bentonite: Effect of Fe loading, temperature and reaction time," *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 273(1), pp. 1–7. Available at: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/245/1/012007>.
- Widi, R.K., Budhyantoro, A. and Savitri, E. (2014) "Catalytic performance of Al-HDTMA bentonite impregnated Fe on phenol hydroxylation," *International Journal of Applied Engineering Research*, 9(20), pp. 7521–7529.
- Widi, R.K., Budhyantoro, A. and Savitri, E. (2015) "Use of TiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pillared bentonite as photocatalyst in photodegradation of basic blue," *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(9), pp. 183–188.
- Yang, P., Zuo, S. and Zhou, R. (2017) "Synergistic catalytic effect of (Ce,Cr)<sub>x</sub>O<sub>2</sub> and HZSM-5 for elimination of chlorinated organic pollutants," *Chemical Engineering Journal*, 323, pp. 160–170. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.04.002>.