

BAB I

PENDAHULUAN UMUM

1.1 Latar Belakang

Zat warna merupakan salah satu kontaminan yang menjadi fokus perhatian di lingkungan. Permasalahan zat warna merupakan masalah yang serius, karena zat warna berkontribusi sekitar 17-20% dari polusi air global (Nur et al., 2022; Riyanti et al., 2023). Berbagai industri seperti plastik, tekstil, kulit, makanan, kosmetik, kertas, farmasi, dan manufaktur produk zat warna merupakan sumber limbah yang mengandung zat tersebut (He et al., 2017). Salah satu zat warna yang paling banyak digunakan dalam industri adalah zat warna azo yang terhitung sekitar 60% hingga 70% dari total penggunaan, karena zat warna azo memiliki afinitas yang kuat terhadap bahan (Nurfatin et al., 2023).

Congo red (CR) merupakan salah satu zat warna dalam kategori diazo anionik berbasis benzidin. Zat warna ini dapat terdegradasi menjadi benzidin yang bersifat karsinogenik dan mutagenik (Asses et al., 2018). Zat warna CR sangat perlu untuk dikurangi jumlahnya dalam limbah industri sebelum dilepaskan ke lingkungan (Riyanti et al., 2023). Beberapa metode telah dikembangkan sebagai solusi untuk menghilangkan zat warna dari air yang telah terkontaminasi seperti adsorpsi, filtrasi membran, dan proses oksidasi lanjutan (AOP) (Charafi et al., 2025). Salah satu metode yang saat ini sedang berkembang adalah AOP yang menggunakan fotokatalis dalam mendegradasi zat warna berbahaya menjadi senyawa yang lebih aman seperti CO₂ dan H₂O sehingga menjadi salah satu teknologi yang berkelanjutan dan menjanjikan untuk pemurnian air (Saefumillah et al., 2025).

Beberapa peneliti telah mengembangkan fotokatalis dengan menggunakan semikonduktor ZnO, TiO₂, Zns, dan WO₂ untuk fotodegradasi zat warna (Chen et al., 2020; Kousar et al., 2024; Sanadi et al., 2025; You et al., 2022). Titanium dioksida (TiO₂) merupakan semikonduktor yang paling banyak digunakan sebagai fotokatalis dalam proses fotodegradasi karena kinerja fotodegradasinya yang sangat baik, tidak beracun, biaya rendah, dan stabilitas yang baik (Li et al., 2025). Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan, penggunaan TiO₂ sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna menunjukkan tingkat degradasi yang cukup tinggi (Guo et al., 2019; Lee & Park, 2013; Nur et al., 2022; Sadikin et al., 2023). Fotokatalis TiO₂ memiliki sifat yang baik, tetapi juga memiliki kelemahan seperti kemampuan adsorpsi yang buruk. Adsorpsi yang buruk menyebabkan hanya sedikit molekul zat warna yang dapat menempel pada permukaan TiO₂ sebelum fotodegradasi terjadi, sehingga akan menyebabkan efisiensi penghilangan kontaminan menjadi kurang optimal (Rashid et al., 2024). Kelemahan ini dapat diatasi dengan memadukan TiO₂ dengan bahan yang memiliki luas permukaan

yang luas, karbon aktif (KA), dan kitosan (Ali et al., 2019; Liu et al., et al., 2024; Spoială et al., 2022).

KA digunakan sebagai material pendukung fotokatalis karena luas permukaannya yang tinggi, fungsi permukaannya yang sangat baik, dan porositasnya yang sangat baik. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, KA dapat dihasilkan dari limbah pertanian salah satunya yaitu tongkol jagung (Negoescu et al., 2022). Tongkol jagung merupakan salah satu limbah pertanian yang melimpah dan



berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam produksi KA karena memiliki kadar abu yang rendah sekitar 2–6% yang didominasi oleh silika, proses produksi yang sederhana, biaya yang efisien, serta ketersediaan bahan baku yang melimpah, sehingga KA sangat cocok sebagai bahan pendukung dalam fotodegradasi. Kadar abu yang rendah meningkatkan luas permukaan dan porositas karbon aktif, sedangkan kadar abu yang tinggi dapat menutupi pori-pori sehingga menurunkan kemampuan adsorpsi dan efektivitas fotodegradasi (Setiawan et al., 2024). Melalui proses dua langkah adsorpsi dan fotokatalisis, polutan akan menempel pada permukaan katalis, di mana spesies oksigen reaktif seperti radikal hidroksil dan anion superoksida mendegradasinya menjadi zat yang tidak berbahaya (Rajendran et al., 2025). Studi menunjukkan adanya efek sinergis antara KA dan TiO_2 , di mana KA dengan kemampuan adsorpsinya akan mengadsorpsi molekul organik yang kemudian ditransfer ke TiO_2 sehingga dapat terdegradasi (Pereira et al., 2019). Perpaduan antara KA dan TiO_2 juga membantu dalam memisahkan pasangan elektron-lubang yang menghambat rekombinasi yang cepat sehingga memperpanjang waktu hidup elektron, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi (Baruah et al., 2024).

Semikonduktor TiO_2 juga memiliki kelemahan lain yaitu kesulitan dalam pemisahan dan menggunakannya kembali setelah proses fotodegradasi (Aghababaei et al., 2025). Rendahnya kemampuan pemulihan material yang digunakan setelah proses fotodegradasi dapat menyebabkan kontaminasi dalam lingkungan perairan sehingga berdampak negatif pada ekosistem, organisme, dan manusia (Thuy et al., 2023). Salah satu solusi yang diusulkan adalah mengkompositkan TiO_2 dengan partikel magnetit, sehingga komposit dengan mudah dipisahkan menggunakan medan magnet eksternal setelah proses fotodegradasi (Aghababaei et al., 2025). Magnetit memiliki sejumlah kelebihan, di antaranya mudah disiapkan, dapat digunakan kembali, biaya rendah, dan tidak bersifat toksik (Thanh et al., 2023). Bahan magnetit seperti Fe_3O_4 dikombinasikan ke dalam fotokatalis dapat diregenerasi dengan baik menggunakan medan magnet eksternal sehingga pengembangan material fotokatalitik magnetit menjadi bidang penelitian yang menarik karena menawarkan penghematan energi dan kemudahan operasi (Yahya et al., 2025).

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mensintesis komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2/\text{KA}$ seperti penelitian yang dilakukan oleh Utami et al. (2022), yang mensintesis magnetit KA dari kulit kacang tanah difungsikan dengan fotokatalis TiO_2 . Komposit yang dihasilkan menunjukkan efisiensi degradasi yang cukup tinggi, dengan pencapaian penghilangan indigosol green sebesar 92,91% dan reduksi Cr(VI) sebesar 76,92% pada konsentrasi awal 5 mg/L. Penelitian yang dilakukan oleh Hariani et al. (2023), berhasil mensintesis komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{Ag}$ yang menunjukkan sifat katalitik yang sangat baik, dengan efisiensi degradasi mencapai 96,52% terhadap zat warna CR pada kondisi pH 4, dosis fotokatalis 0,5 g/L, serta konsentrasi zat warna 10 mg/L selama 100 menit

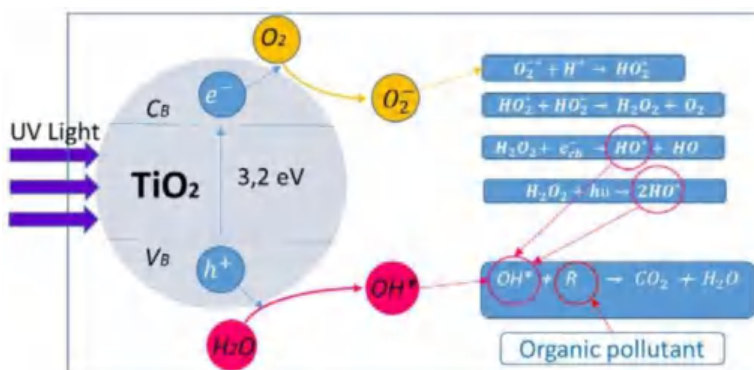


ra penelitian yang dilakukan oleh Azari et al. (2018), nanokomposit iensi degradasi 97% terhadap degradasi-adsorpsi CR pada pH 3, dosis adsorben 1 gram, dan suhu 50°C di bawah penyinaran UV. an Chekem et al. (2019), menyimpulkan bahwa sinergi adsorpsi-limanfaatkan dengan material komposit KA- TiO_2 untuk depolusi air. 3), menyimpulkan komposit magnetit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2\text{-P25}$ dapat 6 kali siklus tanpa penurunan yang signifikan.

Penelitian ini, berfokus pada sintesis komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dengan menggunakan metode hidrotermal, sol-gel, dan kopresipitasi untuk mendegradasi CR serta mengkaji potensinya untuk digunakan kembali. Sintesis KA dari limbah tongkol jagung bersama Fe_3O_4 yang berperan dalam meningkatkan aktivitas fotodegradasi TiO_2 , memperluas daerah serapan, memperbesar luas permukaan, serta meningkatkan stabilitas dan kemudahan pemisahan fotokatalis untuk digunakan kembali setelah proses degradasi. Selain itu, dibandingkan efektivitas komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ melalui variasi konsentrasi, waktu, massa fotokatalis dan pH dalam mendegradasi CR.

1.1.1 Fotokatalis TiO_2

Material TiO_2 memiliki ciri struktur semikonduktor yang ditandai dengan adanya pita valensi (VB) dan pita konduksi (CB) yang dipisahkan oleh suatu celah yang disebut sebagai *band gap*. Kehadiran *band gap* memungkinkan material menyerap energi radiasi sebanyak celah pada pita yang dimilikinya. Semikonduktor TiO_2 dapat berperan dalam proses fotodegradasi karena memiliki kepekaan terhadap reaksi oksidasi dan reduksi yang dipicu oleh cahaya (Pradipta et al., 2021).



Gambar 1.1 Mekanisme Fotodegradasi Titanium dioksida (TiO_2) (Nasikhudin et al., 2018)

Proses fotodegradasi oleh semikonduktor TiO_2 dimulai ketika material terpapar oleh cahaya dengan panjang gelombang yang cukup untuk mengaktifkan fotokatalis seperti pada **Gambar 1.1**. Cahaya tersebut menyediakan energi bagi elektron (e^-) di VB untuk berpindah ke CB, meninggalkan lubang (h^+) di VB. Perpindahan e^- ini menciptakan keadaan eksitasi, di mana pasangan elektron-lubang (e^-/h^+) terbentuk dan aktif dalam reaksi kimia. Elektron yang tereksitasi berperan dalam reaksi reduksi, sementara h^+ berperan dalam reaksi oksidasi. Kehadiran kedua spesies ini secara simultan membuat fotokatalis TiO_2 mampu memicu serangkaian reaksi yang kompleks dan efisien (Rashid



ng yang terbentuk berinteraksi dengan molekul H_2O atau ion permukaan fotokatalis. Interaksi ini menghasilkan radikal hidroksil reaktif dan bersifat oksidatif. Elektron di CB mereduksi molekul untuk anion superoksida (O_2^-) yang kemudian berubah menjadi H_2O_2). Senyawa H_2O_2 ini dapat memproduksi kembali radikal $\text{OH}^\cdot$ m mengubah zat warna CR menjadi zat yang tidak beracun

(Kampouri & Stylianou, 2019; Parvizi et al., 2019; Rashid et al., 2020). Mekanisme fotodegradasi dapat dilihat pada Persamaan (1-8).



1.1.2 Karbon Aktif dari Tongkol Jagung

Jagung merupakan salah satu hasil pertanian utama di Indonesia dengan produksi mencapai 22,5 juta ton per tahun. Sekitar 75–85% dari jumlah ini menghasilkan limbah tongkol yang belum dimanfaatkan secara optimal oleh masyarakat. Limbah tersebut sering dibuang atau dibakar, sehingga menimbulkan polusi udara dan mencemari lingkungan. Tongkol jagung memiliki potensi besar untuk dijadikan KA, karena material memiliki pori, kadar abu yang rendah, proses produksi sederhana, biaya efisien, serta bahan baku melimpah (Setiawan et al., 2024). Tongkol jagung mengandung selulosa (41%), hemiselulosa (36%), dan lignin (6%) yang mendukung penggunaannya sebagai prekursor KA (Farma et al., 2018). Adsorben KA merupakan bahan amorf berbasis karbon yang memiliki struktur berpori, terutama terdiri atas pori-pori kecil dengan volume rendah. Luas permukaan KA umumnya memiliki berkisar antara 300 hingga 2500 m²/g dan volume pori antara 0,20 hingga 0,60 cm³/g (De Smedt et al., 2025).

Karbonisasi dan aktivasi merupakan tahapan utama dalam modifikasi KA. Pada tahap karbonisasi, bahan baku mengalami proses pirolisis dalam kondisi atmosfer inert dengan suhu antara 300–500°C, menghasilkan produk berupa arang. Arang kemudian melalui proses aktivasi untuk mengubahnya menjadi KA, baik melalui metode fisik maupun kimia. Aktivasi fisik umumnya dilakukan pada suhu tinggi, sedangkan aktivasi kimia berlangsung pada suhu yang lebih rendah (Kumaravel et al., 2024). Proses aktivasi kimia dilakukan menggunakan arang yang direaksikan dengan agen kimia seperti KOH dan NaOH, sehingga menghasilkan KA dengan struktur mikropori dan mesopori (Tahsin et al., 2025). Salah satu parameter utama yang menentukan KA adalah distribusi ukuran pori. Pori-pori tersebut diklasifikasikan menjadi tiga kelompok menurut ukurannya: mikropori (< 2 nm), mesopori (2–50 nm), dan makropori (> 50 nm). Aplikasi penghilangan polutan organik, seperti senyawa zat warna, diperlukan struktur pori KA yang berada pada kisaran mesopori agar adsorpsi dapat berlangsung secara efektif karena zat warna memiliki molekul yang besar (De Smedt et al., 2025).

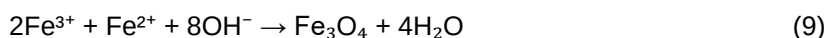


4)

merupakan jenis oksida besi berwarna hitam yang memiliki nilai (Shah et al., 2025). Nanopartikel Fe₃O₄ dapat digunakan untuk arna dengan beberapa keunggulan meliputi biaya rendah, fabrikasi itas, dan kemampuan pemisahan magnetit (Lisjak & Mertelj, 2018),

namun magnetit juga memiliki kelemahan seperti aglomerasi tetapi, dapat diatasi dengan modifikasi permukaan menggunakan TiO_2 dan material berpori seperti KA (Lee et al., 2021). Sifat magnetik Fe_3O_4 dapat dijelaskan oleh struktur kristalnya. Magnetit mempunyai struktur kristal spinel terbalik kubik yang terdiri dari Ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang berlokasi di situs oktahedral berinteraksi secara feromagnetik, menghasilkan momen magnetik yang searah. Sebaliknya, ion Fe^{3+} yang berada di situs tetrahedral memiliki momen magnetik yang berlawanan arah dengan ion Fe^{3+} di situs oktahedral. Pola ini menciptakan konfigurasi feromagnetik, di mana sebagian momen magnetik saling meniadakan, namun tetap menghasilkan magnetisasi total yang signifikan. Interaksi magnetit antara ion Fe dalam struktur ini menghasilkan sifat feromagnetik, dengan magnetisasi saturasi tinggi (MS) dan koersivitas rendah (HC) (Nguyen et al., 2021).

Proses sintesis magnetit idealnya dengan rasio molar 2:1 antara Fe^{3+} dan Fe^{2+} dalam kondisi pH 9–14. Tantangan utama dalam sintesis magnetit adalah menjaga keberadaan Fe^{2+} dalam lingkungan bebas oksigen, karena senyawa ini mudah mengalami oksidasi menjadi Fe^{3+} . Jika jumlah Fe^{3+} berlebih, dapat terbentuk hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan goetit ($\alpha\text{-FeOOH}$), sehingga hasil sintesis Fe_3O_4 menjadi kurang optimal (Rahmayanti, 2020). Reaksi pembentukan magnetit seperti pada Persamaan (9) (Ren et al., 2024):



Sintesis hidrotermal merupakan salah satu metode efektif untuk menghasilkan nanopartikel kristal, terutama berbasis oksida besi. Proses ini dilakukan dalam wadah tertutup dengan menggunakan air sebagai pelarut utama, di bawah suhu tinggi (130–250 °C). Keunggulan dari pendekatan ini terletak pada suhu reaksi yang relatif rendah, kemudahan dalam kontrol proses, kemampuan produksi hasil yang baik, efisiensi yang tinggi (hingga 98%). Metode hidrotermal sangat unggul dalam menghasilkan partikel kristal tunggal yang bebas dislokasi dan memiliki tingkat kristalinitas lebih tinggi dibandingkan metode lainnya. Pendekatan ini kerap digunakan dalam sintesis berbagai struktur nano berbasis oksida besi (Shah et al., 2025).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik dari komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ menggunakan FTIR, XRD, SEM-EDX, UV-DRS, SAA, DSC-TGA dan VSM?
2. Bagaimana kondisi optimum proses degradasi zat warna CR oleh komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$?
3. Bagaimana efektivitas komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dalam mendegradasi zat warna CR?



ulus regenerasi yang dapat dicapai oleh fotokatalis komposit

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menganalisis karakteristik dari komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ menggunakan FTIR, XRD, SEM-EDX, UV-DRS, SAA, DSC-TGA dan VSM .
2. Mengidentifikasi kondisi optimum dari degradasi zat warna CR oleh komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$.
3. Menguji efektivitas komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dalam mendegradasi zat warna CR.
4. Mengevaluasi jumlah siklus regenerasi yang dapat dicapai oleh komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat pada penelitian ini yaitu:

1. Memberikan informasi mengenai karakteristik dan efektivitas komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna CR
2. Sebagai sumber referensi bagi peneliti berikutnya untuk mengembangkan penelitian terkait.

1.5 Kerangka Pikir

Perusahaan industri termasuk plastik, tekstil, kulit, dan makanan banyak menghasilkan limbah yang mengandung zat warna seperti CR. Zat warna CR merupakan salah satu zat yang paling penting dalam industri tekstil dan memiliki peran besar dalam pencemaran air. Zat warna CR merupakan zat warna anionik yang sangat larut dan bersifat karsinogenik, serta sulit terurai. Pengurangan jumlah zat warna CR sangat penting dalam limbah industri sebelum dibuang ke lingkungan karena dalam konsentrasi rendah, CR dapat menyebabkan masalah kesehatan yang serius. Pengembangan metode yang efektif dan ekonomis untuk menghilangkan polutan CR dari sistem perairan sangat diperlukan. Metode yang telah diterapkan untuk mengurangi konsentrasi zat warna adalah fotodegradasi.

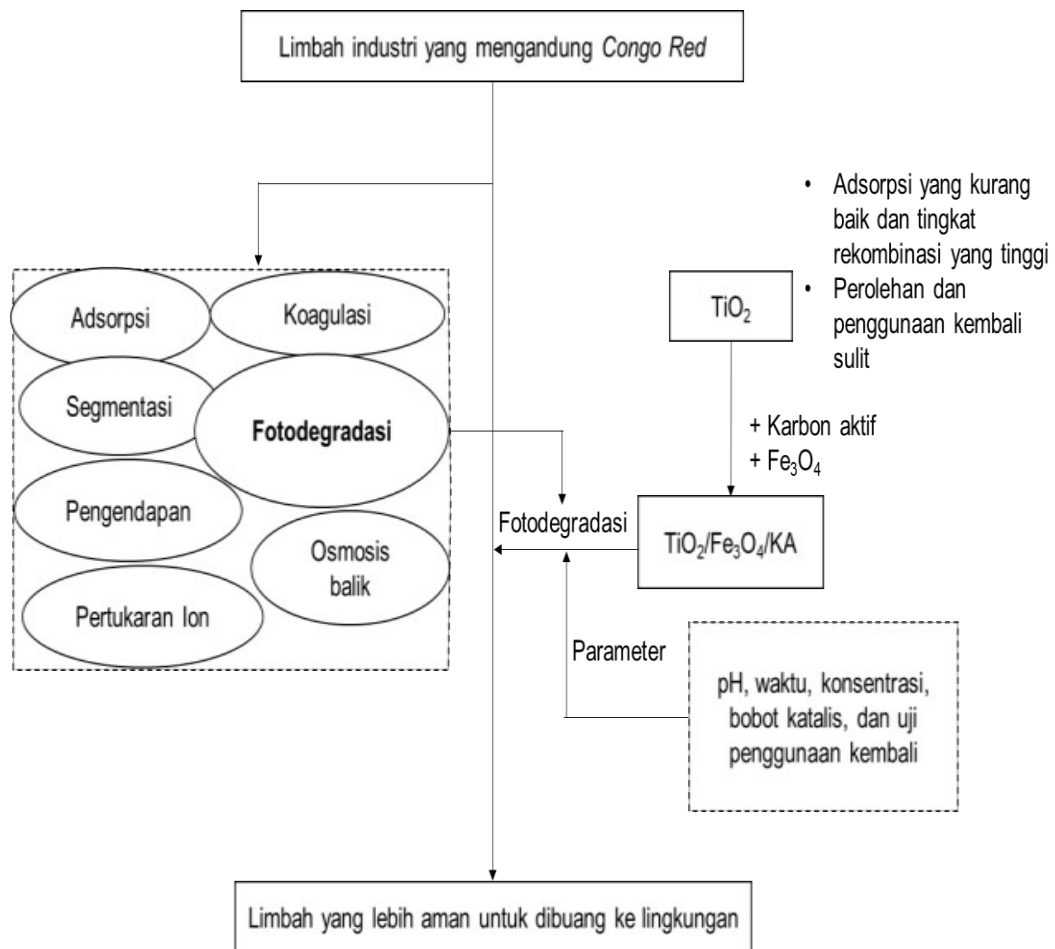
Fotodegradasi merupakan metode yang efektif untuk menguraikan zat warna dan senyawa berbahaya lainnya menjadi senyawa yang tidak beracun dengan bantuan cahaya (foton). Semikonduktor yang sering digunakan sebagai material fotokatalis adalah TiO_2 . Aktivitas fotokatalisis TiO_2 dapat ditingkatkan dengan memodifikasi menggunakan KA, yang berperan sebagai adsorben polutan. Hal ini memungkinkan polutan lebih mudah berinteraksi dengan fotokatalis, sehingga degradasi polutan oleh TiO_2 menjadi lebih efisien. Setelah proses fotodegradasi selesai, fotokatalis perlu dipisahkan dari larutan agar dapat digunakan kembali. Kesulitan dalam memisahkan TiO_2 dari larutan menjadi kendala utama yang dapat menurunkan efisiensi dan

operasional. Salah satu solusi dari permasalahan ini adalah men magnetit pada fotokatalis sehingga material tersebut lebih ri larutan dengan bantuan medan magnet eksternal.

ri fotokatalis $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ yang disintesis menggunakan metode dan kopresipitasi akan digunakan untuk degradasi zat warna CR dilakukan dengan parameter bobot katalis, pH zat warna CR, waktu



kontak dan konsentrasi dari zat warna CR. Skema kerangka pikir disajikan pada **Gambar 1.2**.



Gambar 1.2 Kerangka Pikir

1.6 Hipotesis

Berdasarkan latar belakang dan kerangka pikir maka hipotesis pada penelitian ini ialah sebagai berikut.

1. Komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ memiliki karakteristik yang sesuai untuk fotokatalis
2. Fotodegradasi CR menggunakan komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ akan berlangsung pada kondisi optimum



$\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dapat meningkatkan efisiensi fotokatalisis dalam CR jika dibandingkan dengan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$.
 $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dapat diregenerasi dalam beberapa siklus dalam zat warna CR.

1. Bab 1: membahas mengenai latar belakang, rumusan masalah, tujuan, manfaat, kerangka pikir, hipotesis dan ruang lingkup penelitian.
2. Bab 2: membahas mengenai sintesis dan karakterisasi material menggunakan FTIR, XRD, SEM-EDX, UV-DRS, SAA, DSC-TGA dan VSM.
3. Bab 3: membahas mengenai aplikasi penggunaan fotokatalis komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ sebagai fotodegradasi CR
4. Bab 4: merupakan pembahasan secara umum yang menghubungkan hasil penelitian dari Bab 2 dan 3.
5. Bab 5: merupakan kesimpulan secara umum pada penelitian ini serta saran.



BAB II

TOPIK PENELITIAN 1

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS KOMPOSIT $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

2.1 Abstrak

Latar belakang, semikonduktor TiO_2 banyak digunakan sebagai fotokatalis karena kinerjanya baik, stabil, tidak beracun, dan murah. Semikonduktor TiO_2 memiliki kelemahan yaitu daya adsorpsi rendah serta sulit dipisahkan dan digunakan kembali. Kondisi ini menurunkan efisiensi penghilangan kontaminan dan berpotensi mencemari lingkungan. Solusi yang dapat dilakukan adalah mengkompositkan TiO_2 dengan karbon aktif (KA) dan partikel magnetit. **Tujuan**, penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi fotokatalis $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$. **Metode**, sintesis dilakukan menggunakan metode hidrotermal, sol-gel, dan pencampuran fisik sederhana untuk sintesis material Fe_3O_4 , KA, TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, SEM-EDX, UV-DRS, SAA, DSC-TGA dan VSM. **Hasil**, analisis FTIR mengonfirmasi keberadaan gugus fungsi khas TiO_2 , Fe_3O_4 , dan KA yang menandakan keterikatan antar komponen. Hasil XRD menunjukkan struktur kristalin komposit sesuai dengan pola magnetit dan anatase, sedangkan SEM memperlihatkan morfologi dimana TiO_2 dan Fe_3O_4 berada di atas permukaan maupun dalam pori KA, dan EDS memastikan komposisi unsur Ti, Fe, C, serta O sesuai material penyusun. Analisis TGA-DSC membuktikan stabilitas termal komposit yang baik dengan kehilangan massa utama akibat penguapan pelarut dan degradasi karbon. Karakterisasi SAA menunjukkan luas permukaan spesifik dan porositas yang mendukung peningkatan kapasitas adsorpsi. Sifat magnetik berdasarkan VSM menegaskan bahwa material bersifat superparamagnetik, sehingga mudah dipisahkan menggunakan medan magnet eksternal. Hasil UV-DRS memperlihatkan penyempitan celah pita energi (band gap) yang meningkatkan kemampuan penyerapan cahaya tampak. **Kesimpulan**, berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ memiliki struktur kristalin yang stabil, karakteristik optik dan magnetik yang optimal, serta tekstur pori yang mendukung peningkatan efisiensi fotodegradasi dan adsorpsi sekaligus mempermudah proses pemulihan katalis setelah reaksi.

Introduction, TiO_2 semiconductor is widely used as a photocatalyst due to its good performance, stability, non-toxicity, and low cost. However, TiO_2 has several limitations, including low adsorption capacity and difficulty in separation and reuse. These drawbacks reduce contaminant removal efficiency and may cause secondary environmental



Optimized using
trial version
www.balesio.com

ve solution is to composite TiO_2 with activated carbon (AC) and
Objective, This study aims to synthesize and characterize a catalyst composite. **Methods**, The synthesis was carried out using
l, and simple physical mixing methods to prepare Fe_3O_4 , AC, TiO_2 ,
/ Fe_3O_4 /AC materials. The synthesized products were characterized
EM-EDX, UV-DRS, SAA, DSC-TGA, and VSM. **Results**, FTIR
e presence of characteristic functional groups of TiO_2 , Fe_3O_4 , and

AC, indicating successful interaction among the components. XRD results showed that the composite exhibited crystalline structures corresponding to magnetite and anatase phases. SEM images revealed that TiO_2 and Fe_3O_4 particles were distributed on the surface and within the pores of activated carbon, while EDS analysis confirmed the presence of Ti, Fe, C, and O elements. TGA–DSC analysis demonstrated good thermal stability of the composite, with major weight loss attributed to solvent evaporation and carbon degradation. SAA characterization indicated a specific surface area and porosity favorable for enhanced adsorption capacity. Magnetic properties measured by VSM confirmed the superparamagnetic behavior of the composite, enabling easy separation using an external magnetic field. UV–DRS results showed a reduced band gap energy, enhancing visible light absorption. **Conclusion**, Based on the results, the $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}$ composite exhibits a stable crystalline structure, optimal optical and magnetic properties, and favorable pore texture, which collectively enhance photocatalytic degradation and adsorption efficiency while facilitating catalyst recovery after the reaction.

2.2 Pendahuluan

Beberapa peneliti telah mengembangkan fotokatalis dengan menggunakan semikonduktor seperti ZnO , TiO_2 , Zns , dan WO_2 untuk fotodegradasi zat warna (Chen et al., 2020; Kousar et al., 2024; Sanadi et al., 2025; You et al., 2022). Titanium dioksida (TiO_2) merupakan salah satu semikonduktor yang paling banyak digunakan sebagai fotokatalis dalam proses fotodegradasi karena kinerja fotodegradasi yang sangat baik, tidak beracun, biaya rendah, dan stabilitas yang baik (Li et al., 2025). Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan, penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna menunjukkan tingkat degradasi yang cukup tinggi (Guo et al., 2019; S. Y. Lee & Park, 2013; Nur et al., 2022; Sadikin et al., 2023). Fotokatalis TiO_2 memiliki sifat yang baik, tetapi juga memiliki kelemahan seperti kemampuan adsorpsi yang buruk. Adsorpsi yang buruk menyebabkan hanya sedikit molekul zat warna yang dapat menempel pada permukaan TiO_2 sebelum fotodegradasi terjadi, sehingga akan menyebabkan efisiensi penghilangan kontaminan menjadi kurang optimal (R. Rashid et al., 2024). Kelemahan ini dapat diatasi dengan memadukan TiO_2 dengan bahan yang memiliki luas permukaan tinggi, seperti zeolit, tanah liat, karbon aktif (KA), dan kitosan (Ali et al., 2019; Liu et al., 2018; Napruszewska et al., 2024; Spoială et al., 2022).

Material KA banyak digunakan sebagai material pendukung fotokatalis karena luas permukaannya yang tinggi, fungsi permukaan, dan porositasnya yang sangat baik (Baruah et al., 2024). Melalui proses dua langkah adsorpsi dan fotokatalisis, polutan akan menempel pada permukaan katalis, di mana spesies oksigen reaktif seperti radikal hidroksil dan anion superoksida mendegradasinya menjadi zat yang tidak berbahaya (Rajendran et al., 2025). Studi menunjukkan adanya efek sinergis antara KA dan TiO_2 , di mana KA dengan kemampuan adsorpsinya akan mengadsorpsi molekul organik yang teradsorpsi pada TiO_2 sehingga dapat terdegradasi (Pereira et al., 2019).

Jagung merupakan salah satu limbah pertanian yang melimpah dan banyak digunakan sebagai bahan baku dalam produksi KA. Tongkol jagung yang rendah sekitar 2–6% yang didominasi oleh silika, proses produksinya sederhana, biaya yang efisien, serta ketersediaan bahan baku yang melimpah. Tongkol jagung sangat cocok sebagai bahan pendukung dalam fotodegradasi.



Kadar abu yang rendah dapat meningkatkan luas permukaan dan porositas karbon aktif, sedangkan kadar abu yang tinggi dapat menutupi pori-pori sehingga menurunkan kemampuan adsorpsi dan efektivitas fotodegradasi (Setiawan et al., 2024). Perpaduan antara KA dan TiO_2 juga membantu dalam memisahkan pasangan elektron-lubang yang menghambat rekombinasi yang cepat sehingga memperpanjang waktu hidup elektron, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi (Baruah et al., 2024).

Semikonduktor TiO_2 memiliki Kelemahan lain yaitu kesulitan dalam pemisahan dan menggunakannya kembali setelah proses degradasi (Aghababaei et al., 2025). Rendahnya kemampuan pemulihan material yang digunakan setelah proses fotodegradasi dapat menyebabkan kontaminasi dalam lingkungan perairan sehingga berdampak negatif pada ekosistem, organisme, dan manusia (Thuy et al., 2023). Salah satu solusi yang diusulkan adalah mengkompositkan TiO_2 dengan partikel magnetit, sehingga komposit dengan mudah dipisahkan menggunakan medan magnet eksternal setelah proses fotodegradasi (Aghababaei et al., 2025). Magnetit memiliki sejumlah kelebihan, di antaranya mudah disiapkan, dapat digunakan kembali, berbiaya rendah, dan tidak bersifat toksik (Thanh et al., 2023). Bahan magnetit seperti Fe_3O_4 dikombinasikan ke dalam fotokatalis dapat diregenerasi dengan baik menggunakan medan magnet eksternal sehingga pengembangan material fotokatalis magnetit menjadi bidang penelitian yang menarik karena menawarkan penghematan energi dan kemudahan operasi (Yahya et al., 2025).

Sintesis komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal, sol-gel, dan kopresipitasi. Karakteristik komposit yang dihasilkan kemudian dianalisis dengan berbagai teknik. Struktur kristalin ditentukan menggunakan XRD, sedangkan morfologi permukaan dan komposisi unsur dianalisis melalui SEM-EDS. Gugus fungsi utama dikaji dengan FTIR, sementara stabilitas termal dipelajari melalui TGA-DSC. Luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori dihitung menggunakan SAA dengan metode BET dan BJH. Sifat magnetik dianalisis menggunakan VSM, sedangkan sifat optik dan energi celah pita ditentukan melalui UV-DRS.

2.3 Metode Penelitian

2.3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Oktober 2024 hingga Maret 2025. Pengambilan sampel tongkol jagung dilakukan di Kabupaten Bulukumba, Kecamatan Bonto Tiro, Sulawesi Selatan. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UNHAS. Karakterisasi sampel dilakukan di Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi ITB, Laboratorium Kimia Terpadu FMIPA UNHAS, Laboratorium Kimia analitik FMIPA UNHAS, Laboratorium Ilmu Ukur Tanah Teknik UNHAS, dan Laboratorium Karakterisasi Lanjut BRIN Serpong.



Optimized using
trial version
www.balesio.com

akan di dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas standar
it-alat karakterisasi material, yang terdiri dari: *X-Ray Diffraction*
(Xima-X 7000), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (Shimadzu
anning Electron Microscopy-EDX (SEM-SU3500), *Vibrating sample*

magnetometer (VSM-OXFORD 1.2H), spektrum refleksi difusi ultraviolet–tampak (UV-DRS, UV3600), *Scanning Calorimetry-Thermogravimetric Analysis* (DSC-TGA) (Linseis STA PT1600) dan *Surface Area Analyser* (SAA) (Almita Micro-200).

2.3.3 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah tongkol jagung, titanium tetra isopropoksida (TTIP) $\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4$ (Sigma-Aldrich), isopropil alkohol (Merck), etanol (Merck), natrium hidroksida (NaOH) (Merck), besi(III) klorida ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Merck), besi(II) sulfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (Merck), amonia (NH_3) (Merck), asam sitrat (Merck), akuades, kertas saring Whatman No. 42, dan kertas pH universal.

2.3.4 Prosedur Penelitian

2.3.4.1 Preparasi Karbon Aktif (KA)

Preparasi KA dilakukan dengan berdasarkan metode Lala et al. (2023), dengan beberapa modifikasi. Tongkol jagung dibersihkan dan dikeringkan selama tiga hari di bawah sinar matahari, kemudian dilanjutkan dengan pemanasan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Setelah itu, material dikarbonisasi dalam *furnace* pada suhu 400°C selama 2 jam. Arang yang dihasilkan dihancurkan dan disaring dengan menggunakan ayakan berukuran 100 mesh. Arang yang lolos, di aktivasi dengan larutan NaOH 1 M, diikuti dengan tahap penetralan. Setelah proses ini selesai, serbuk KA dikeringkan kembali dalam oven pada 100°C selama 6 jam, kemudian kadar abu dan kadar airnya diukur sesuai Persamaan (9) dan (10).

$$\text{Kadar Air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\% \quad (9)$$

Keterangan:

W0 = berat wadah kosong (g)

W1 = berat wadah + sampel sebelum dikeringkan (g)

W2 = berat wadah + sampel sesudah dikeringkan (g)

$$\text{Kadar Abu} = \frac{\text{Berat abu}}{\text{Berat sampel}} \times 100\% \quad (10)$$

2.3.4.2 Sintesis Fe_3O_4

Sintesis dilakukan berdasarkan metode Ahmad et al. (2024), dengan beberapa modifikasi. Campuran FeCl_3 dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan 2:1 dimasukkan ke dalam 20 mL akuades kemudian diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer hingga partikelnya benar-benar larut. Larutan NH_3 ditambahkan ke dalam larutan sampai pH 10 sambil diaduk. Campuran kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan pada suhu 160°C selama 2,5 jam. Endapan selanjutnya dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama



TiO_2

yang berdasarkan metode Ramalingam (2019), dengan beberapa modifikasi. TTIP sebanyak 10 mL dicampur dengan 50 mL isopropanol

kemudian diaduk. Asam sitrat 0,1 M ditambahkan ke dalam campuran sebanyak 6 ml sambil diaduk. Larutan kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 80 °C selama 48 jam. Serbuk yang diperoleh dimasukkan ke dalam cawan porselin dan dikalsinasi dalam furnace pada suhu 400 °C selama 3 jam.

2.3.4. 4 Preparasi $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Sintesis komposit dilakukan dengan berdasarkan metode Utami et al. (2022), dengan beberapa modifikasi. Sintesis $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dilakukan dengan mencampurkan 1,67 g Fe_3O_4 dan 3.33 g TiO_2 dalam 30 mL etanol, lalu disonikasi selama 1 jam. Campuran kemudian diaduk selama 5 jam lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 2 jam.

Sintesis $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ menggunakan 1,11 g Fe_3O_4 , 1,67 g KA, dan 2,22 g TiO_2 yang dilarutkan dalam 30 mL etanol, kemudian disonikasi selama 1 jam. Setelah proses sonikasi, campuran diaduk selama 5 jam lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 2 jam.

2.3.4.5 Karakterisasi fotokatalis

1. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Instrumen FTIR digunakan untuk mengamati gugus fungsi dari material dengan menggunakan alat Shimadzu IR Prestige-21. Sampel serbuk dikeringkan terlebih dahulu, kemudian dicampur dengan kalium bromida (KBr) dan ditekan menjadi pelet tipis sebelum dilakukan pengukuran. Pengujian dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000–350 cm^{-1} .

2. *X-ray diffraction (XRD)*

Karakterisasi struktur kristal komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dilakukan menggunakan XRD Shimadzu Maxima-X 7000. Sampel berupa serbuk komposit yang telah dikeringkan dan digerus halus kemudian dimasukkan ke dalam plat aluminium sebagai wadah sampel. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan sumber radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$) pada rentang sudut $2\theta = 10^\circ\text{--}70^\circ$, dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Analisis pola difraksi digunakan untuk mengidentifikasi fase kristalin yang terbentuk serta menilai tingkat kristalinitas dari komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dengan membandingkan puncak-puncak difraksi terhadap data standar (JCPDS/ICDD).

3. *Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX).*

Morfologi permukaan komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ diamati menggunakan SEM tipe SU3500 dengan perbesaran 1.000×–15.000×. Sampel serbuk ditempatkan pada sel holder ganda (1 coating) sebelum dimasukkan ke dalam alat. Analisis EDX yang SEM digunakan untuk mengetahui komposisi unsur penyusun



Magnetometer (VSM)

komposit dianalisis menggunakan VSM pada suhu ruang, dengan 1 hingga 1 Tesla. Sampel dimasukkan dalam wadah sampel tanpa

penambahan bahan apapun sebelum pengujian. Analisis ini memberikan informasi mengenai karakteristik magnetisasi material, seperti nilai saturasi dan koersivitas, yang relevan dengan keberadaan Fe_3O_4 .

5. *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-DRS)*

Spektrum serapan optik dan karakteristik band gap dari komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dikaji menggunakan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-DRS) dengan instrumen Shimadzu UV-3600. Sampel serbuk kering ditempatkan pada tempat sampel berbahan aluminium untuk mode reflektansi difus, tanpa penambahan bahan lain. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200–800 nm

6. *Surface Area Analyzer (SAA)*

Luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori dari komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dianalisis menggunakan metode Brunauer–Emmett–Teller (BET) dan Barrett–Joyner–Halenda (BJH) dengan instrumen Almita Micro-200. Sebelum pengukuran, sampel serbuk mengalami proses degas secara bertahap untuk menghilangkan kelembapan dan gas teradsorpsi, yaitu pada suhu 100 °C selama 30 menit, 200 °C selama 30 menit, 300 °C selama 30 menit, dan dilanjutkan pada 300 °C selama 3 jam hingga kondisi sampel stabil. Proses ini dilakukan untuk memastikan kondisi optimal dalam analisis adsorpsi gas nitrogen.

7. *Thermogravimetric Analysis (TGA) dan Differential Scanning Calorimetry (DSC)*

Stabilitas termal dan perubahan entalpi dari komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dikaji menggunakan TGA-DSC dengan instrumen Linseis STA PT1600. Sampel serbuk kering ditimbang sekitar 10 mg dan ditempatkan pada wadah alumina, kemudian dianalisis dalam atmosfer nitrogen dengan laju pemanasan 20 °C/menit hingga 1000 °C.

2.4 Hasil dan Pembahasan

2.4.1 Hasil Preparasi KA dari Tongkol Jagung

Pada **Gambar 2.1**, menunjukkan tahapan proses pembuatan KA dari tongkol jagung. Bahan awal berupa tongkol jagung kering memiliki warna coklat muda dan tekstur keras. Setelah melalui proses pirolisis, kemudian dihasilkan arang berwarna hitam keabuan yang menandakan terbentuknya arang. Proses dilanjutkan dengan aktivasi kimia dan pencucian hingga pH netral yang menghasilkan karbon aktif berwarna hitam pekat. Massa akhir karbon aktif setelah proses aktivasi adalah 35,756 g dari bahan awal 50,0004 g, dengan rendemen sebesar 71,5%. Penurunan massa ini terjadi karena arang selama proses pencucian.



Optimized using
trial version
www.balesio.com

lar abu dari KA dianalisis karena kedua parameter tersebut dapat kemampuan adsorpsi material. Berdasarkan ketentuan Standar Nasional 30-1995), kadar air dan kadar abu KA masing-masing harus berada 5% dan 10%. Perhitungan kadar air dan kadar abu dilakukan persamaan (9) dan (10), seperti ditampilkan pada **Tabel 2.1**. Hasil analisis KA yang dihasilkan telah memenuhi standar tersebut. Biomassa

sebagai bahan baku KA umumnya mengandung mineral abu yang berasal dari senyawa organik maupun anorganik, dan kandungan abu yang tinggi dapat menurunkan kapasitas adsorpsi dari KA (Paryanto et al., 2019)



Gambar 2.2. Tongkol jagung (A), KA setelah pirolisis (B), dan KA setelah aktivasi (C)

Tabel 2.1. Kadar abu dan kadar air KA

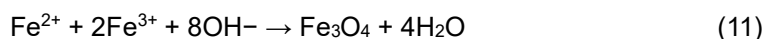
Sampel	Kadar air (%)	Kadar abu (%)	Metode Uji
Karbon aktif	6,33	3.9	(SNI 06-3730-1995)

2.4.2. Hasil Sintesis Fe_3O_4

Material Fe_3O_4 berhasil disintesis melalui kombinasi metode kopresipitasi diikuti perlakuan hidrotermal. Pada tahap kopresipitasi, ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} dicampur dalam rasio 1:2 kemudian ditambahkan basa untuk mengendapkan magnetit sebagai partikel padat yang berwarna hitam dengan berat 2,1250 seperti pada **Gambar 2.2**. Reaksi pembentukan Fe_3O_4 seperti pada persamaan (11) (Bustamante-Torres et al., 2022; Shah et al., 2025).



Gambar 2.3. Hasil sintesis Fe_3O_4



Optimized using
trial version
www.balesio.com

TiO_2

inakan sebagai teknik sintesis bahan padat melalui tahapan (persi partikel nano dalam pelarut) yang kemudian bertransformasi aringan padatan yang masih mengandung fase cair. Gel yang dikeringkan dan dipanaskan hingga menghasilkan material padat an massa 3,4601 g seperti pada **Gambar 2.3**. Pembentukan TiO_2

melalui dua tahap yaitu hidrolisis dan kondensasi seperti pada persamaan (13-15) (Sadek et al., 2022)

a) Hidrolisis:



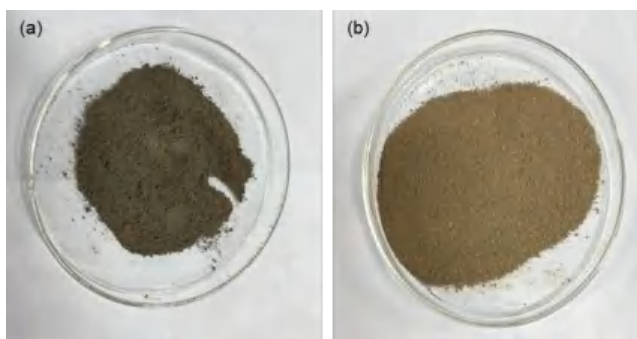
b) Kondensasi:



Gambar 2.4. Hasil sintesis TiO_2

2.4.4. Hasil Preparasi Komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Sintesis komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dilakukan dengan metode pencampuran fisik sederhana. Proses ini menghasilkan serbuk komposit dengan warna cokelat keabu-abuan pada $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, sedangkan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ menunjukkan warna abu-abu, seperti yang ditampilkan pada **Gambar 2.4**.



Gambar 2.5. Hasil sintesis fotokatalis $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ (a) dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ (b)

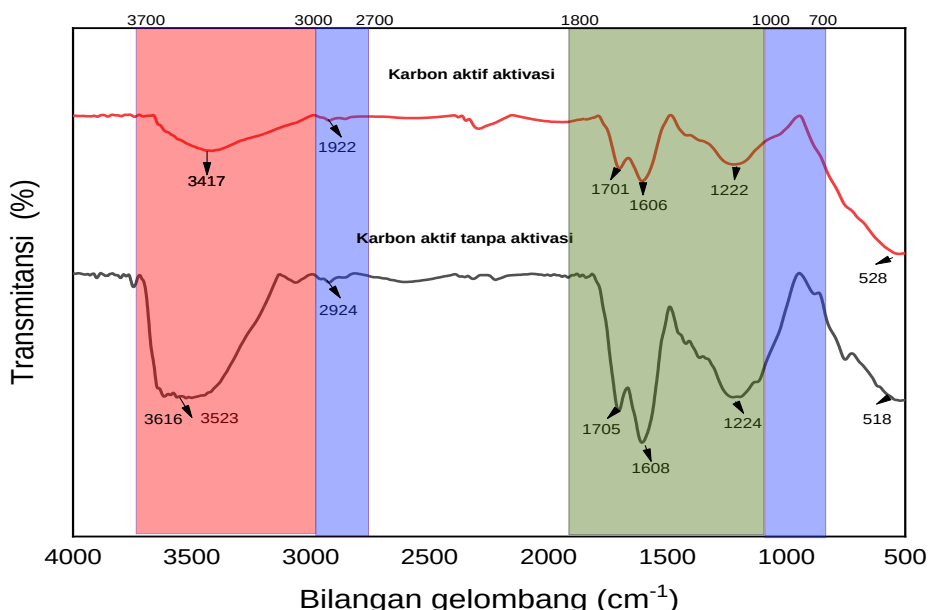
2.4.5 Hasil Karakterisasi Komposit menggunakan FTIR



Optimized using
trial version
www.balesio.com

sebelum dan sesudah diaktivasi ditunjukkan pada **Gambar 2.5**. 417 cm^{-1} setelah aktivasi, sedangkan pada KA sebelum aktivasi dan 3523 cm^{-1} , dikaitkan dengan vibrasi regang O–H yang daan gugus hidroksil dan interaksi ikatan hidrogen, kemungkinan air yang teradsorpsi di permukaan KA (Ozpinar et al., 2023). Pita 24 cm^{-1} sebelum aktivasi serta 2922 cm^{-1} setelah aktivasi

menunjukkan vibrasi regang C–H dari hidrokarbon alifatik. Penurunan intensitas pita ini mengindikasikan berkurangnya sisa hidrokarbon pada permukaan (Zhu et al., 2018).



Gambar 2.6. Hasil karakterisasi FTIR sebelum dan sesudah aktivasi

Pita pada 1705 cm^{-1} sebelum aktivasi dan 1701 cm^{-1} setelah aktivasi berhubungan dengan vibrasi regang C=O, menandakan keberadaan gugus karbonil, karboksilat, dan lakton (Ozpinar et al., 2023). Pita pada 1608 cm^{-1} sebelum aktivasi dan 1606 cm^{-1} setelah aktivasi dikaitkan dengan vibrasi tekuk C=C, menunjukkan adanya struktur aromatik pada KA (Kumaravel et al., 2024). Pita serapan pada 1224 , 1124 , dan 1105 cm^{-1} sebelum aktivasi serta 1222 cm^{-1} setelah aktivasi menandakan vibrasi regang C–O dari gugus ester, fenolik, asam karboksilat, dan alkohol. Adapun pita pada 519 cm^{-1} sebelum aktivasi serta 528 cm^{-1} setelah aktivasi berkaitan dengan vibrasi tekuk C–C pada kerangka aromatik KA (Ozpinar et al., 2023). Proses aktivasi menyebabkan penurunan intensitas puncak serapan seperti pada **Tabel 2.2**.

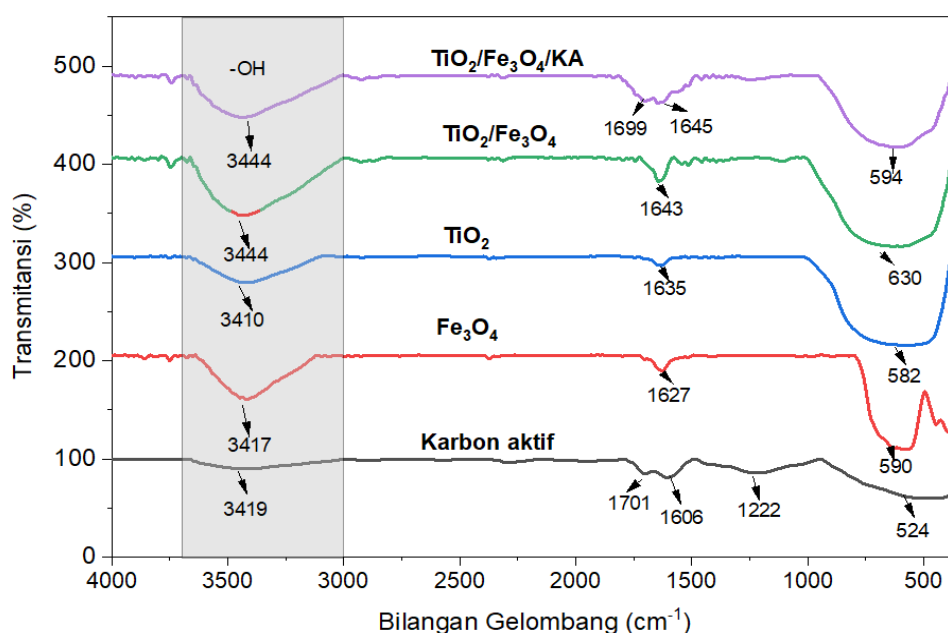
Tabel 2.2. Perbandingan spektrum KA sebelum dan sesudah aktivasi

Karbon aktif tanpa aktivasi	Karbon aktif aktivasi	Daerah serapan (cm^{-1})
3616 dan 3523	3417	O–H stretching (hidroksil, air teradsorpsi)
	2922	C–H alifatik
	1701	C=O karbonil
	1606	C=C aromatik (rangka)
	1222	C–O (fenol/ester/eter)



Karbon aktif tanpa aktivasi	Karbon aktif aktivasi	Daerah serapan (cm^{-1})
519	528	C–C

Selain perubahan gugus fungsi pada KA, karakterisasi FTIR juga dilakukan pada material lain yang digunakan dalam penelitian ini, seperti TiO_2 dan Fe_3O_4 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ untuk mengidentifikasi vibrasi khas masing-masing material seperti pada **Gambar 2.6**. Spektrum FTIR dari Fe_3O_4 menunjukkan pita serapan kuat pada $585\text{--}590\text{ cm}^{-1}$, yang dikaitkan dengan vibrasi regang Fe–O dalam struktur kristal magnetit. Puncak tambahan muncul pada 3417 cm^{-1} dan 1627 cm^{-1} , masing-masing berasal dari vibrasi regang O–H dan deformasi H–O–H pada molekul air atau gugus hidroksil yang teradsorpsi di permukaan (Kumar et al., 2020).



Gambar 2.7. Hasil karakterisasi FTIR karbon aktif, Fe_3O_4 , TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Hasil analisis FTIR pada sampel TiO_2 , memperlihatkan bahwa pita serapan pada 582 cm^{-1} yang dikaitkan dengan vibrasi regang ikatan Ti–O. Pita ini menegaskan keberadaan gugus khas dari struktur TiO_2 . Spektrum juga menunjukkan pita serapan pada sekitar



hubungan dengan vibrasi regang –OH, serta pita pada 1635 cm^{-1} dan vibrasi tekuk –OH. Kehadiran kedua pita serapan tersebut menunjukkan adanya molekul air yang teradsorpsi pada permukaan komposit akibat kelembapan dari atmosfer. Fenomena ini lazim ditemukan pada material lain karena sifat permukaannya yang hidrofilik, sehingga cenderung terdapat gugus –OH maupun molekul air (Al-Oubidy & Kadhim, 2019). Spektrum komposit menunjukkan pita lebar pada rentang $500\text{--}800\text{ cm}^{-1}$ yang

merepresentasikan vibrasi regang Ti–O–Ti dan Fe–O, yaitu vibrasi khas ikatan logam–oksigen yang menegaskan keberadaan fase oksida logam dalam material. Pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, pita serapan muncul pada 1699 cm^{-1} dan 1645 cm^{-1} menandakan keberadaan gugus C=O dari karbonil pada KA serta vibrasi tekuk H–O–H dari molekul air (Utami et al., 2022).

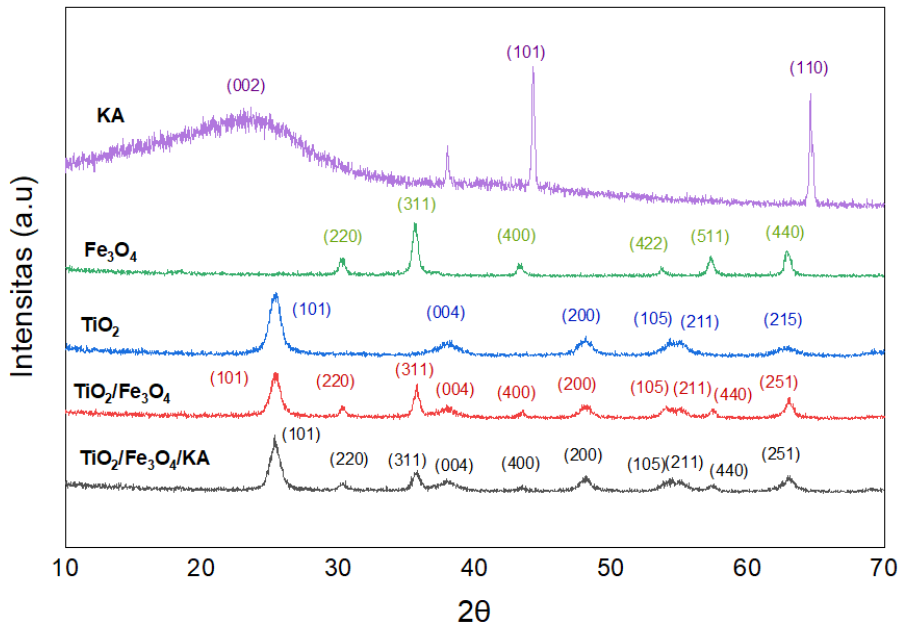
2.4.6 Hasil Karakterisasi Komposit Menggunakan XRD

Hasil karakterisasi XRD yang disajikan pada **Gambar 2.7**. menunjukkan pola difraksi dari karbon aktif, TiO_2 , Fe_3O_4 , serta komposit. Pola difraksi dari sampel KA menunjukkan refleksi yang melebar pada rentang sudut 2θ antara 10° hingga 30° yang menandakan bahwa struktur KA bersifat amorf. Puncak-puncak difraksi yang terdeteksi pada sekitar 26° , $44,27^\circ$, dan $64,61^\circ$ dapat dikaitkan dengan bidang kristal (002), (101), dan (110) dari struktur grafit, yang menunjukkan keberadaan struktur karbon mirip grafit yang tidak teratur (Lei et al., 2020). Kemunculan puncak-puncak ini menunjukkan adanya struktur mikro-grafit pada material KA (Pang et al., 2020). Difraktogram XRD dari Fe_3O_4 menunjukkan enam puncak difraksi yang tajam pada sudut 2θ masing-masing sebesar $30,24^\circ$ (220); $35,63^\circ$ (311); $43,28^\circ$ (400); $53,70^\circ$ (422); $57,28^\circ$ (511); dan $62,88^\circ$ (440). Pola-pola ini konsisten dengan struktur kristal magnetit kubik, sesuai dengan data referensi JCPDS No. 19-0629 (Moosavi, et al., 2020).

Pola XRD hasil karakterisasi TiO_2 menunjukkan puncak difraksi yang muncul pada sudut $2\theta = 25,37^\circ$; $38,03^\circ$; $48,07^\circ$; $54,50^\circ$; $55,00^\circ$; $62,82^\circ$; $70,07^\circ$; dan $75,30^\circ$. Berdasarkan data standar JCPDS No. 21-1272, puncak-puncak tersebut masing-masing sesuai dengan bidang kristal (101), (004), (200), (105), (211), (204), (220), and (215). Kesesuaian posisi sudut dan bidang difraksi ini mengonfirmasi bahwa fasa utama yang terbentuk pada sampel adalah anatase TiO_2 (Huang et al., 2025). Keberadaan fasa anatase penting karena struktur ini dikenal memiliki kestabilan yang baik pada ukuran nanometer serta memberikan aktivitas fotodegradasi yang tinggi dibandingkan dengan fasa rutil maupun brookite (Žerjav et al., 2022). Hasil analisis XRD terhadap komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ menunjukkan adanya puncak-puncak difraksi yang khas dari masing-masing material penyusunnya yaitu TiO_2 dan Fe_3O_4 . Hal ini mengonfirmasi bahwa fasa magnetit berhasil terintegrasi tanpa mengalami perubahan menjadi hematit atau maghemit, sehingga sifat magnetiknya tetap terjaga. Pola XRD dari kedua komposit memperlihatkan bahwa fasa anatase TiO_2 merupakan fasa kristal dominan, sedangkan Fe_3O_4 muncul sebagai fasa tambahan yang terdistribusi di dalam matriks TiO_2 maupun pada permukaan KA. Keberadaan KA sendiri tidak menimbulkan puncak difraksi tajam karena sifatnya yang lebih amorf. Memperkirakan ukuran kristal dilakukan menggunakan persamaan Scherrer (12) dengan parameter $K = 0,9$ dan panjang gelombang sinar $\lambda = 0,15406\text{ nm}$ (Pishrafti et al., 2022). Berdasarkan perhitungan, ukuran kristal rata-rata TiO_2 sebesar $5,6\text{ nm}$. Pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ ukuran kristal rata-rata $8,25\text{ nm}$, sedangkan pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ sebesar $0,65\text{ nm}$.



$$D = \frac{K}{\beta \cos \theta} \quad (12)$$

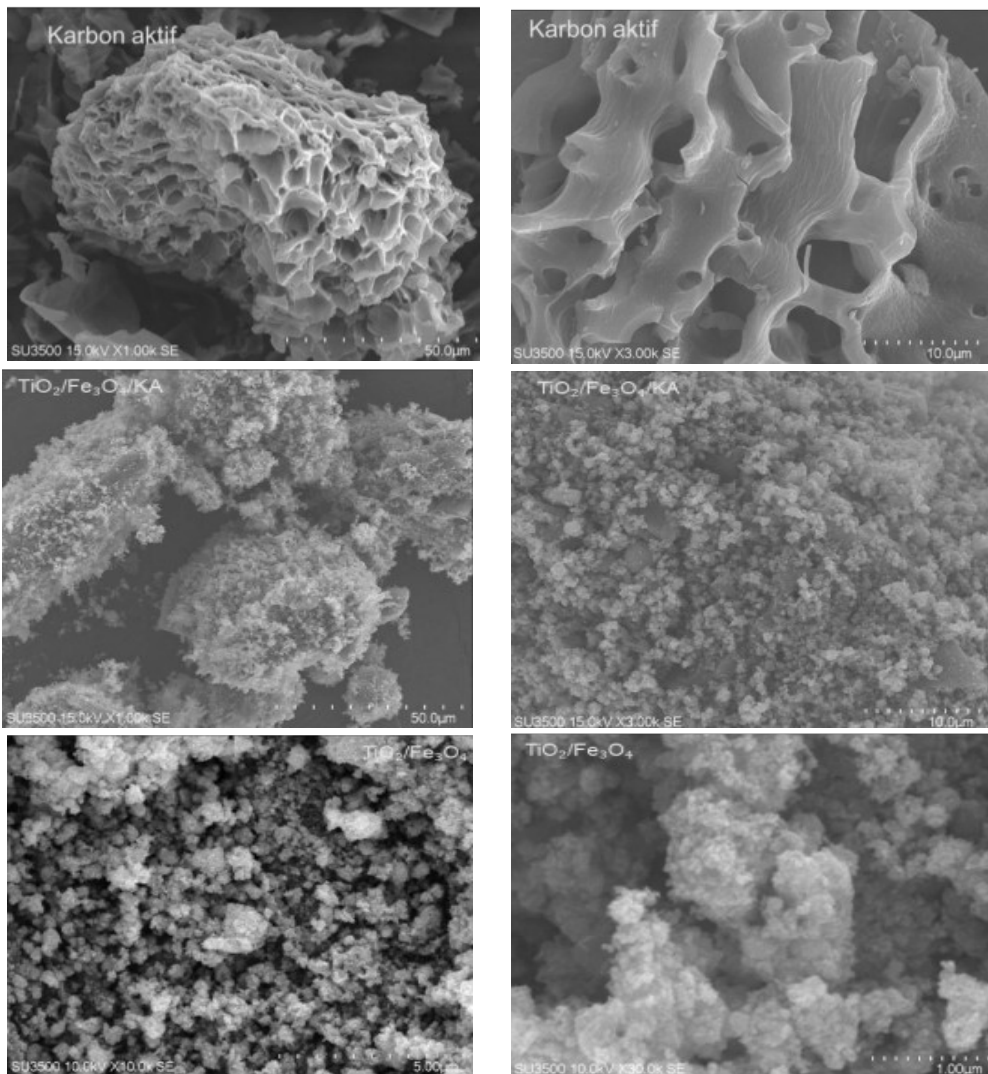


Gambar 2.8. Hasil karakterisasi XRD karbon aktif, TiO_2 , Fe_3O_4 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$, dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

2.4.7 Hasil Karakterisasi SEM-EDX

Karakterisasi morfologi KA dan kedua komposit dilakukan menggunakan SEM untuk mengamati penyebaran partikel TiO_2 dan Fe_3O_4 pada matriks KA seperti pada **Gambar 2.8**. Permukaan KA terlihat berpori, dengan variasi ukuran dan bentuk pori yang dihasilkan oleh proses depolimerisasi serta pelepasan zat volatil selama karbonisasi (Kunusa et al., 2021). Pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, partikel TiO_2 dan Fe_3O_4 tampak menempel pada permukaan KA serta masuk ke dalam celah dan pori-porinya. Keberadaan kedua partikel ini menambah jumlah situs aktif, memungkinkan molekul zat warna terserap lebih baik dan berinteraksi langsung dengan TiO_2 sehingga meningkatkan efektivitas degradasi fotokatalitik (Pang et al., 2019). Citra SEM komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ menunjukkan partikel berbentuk butiran dengan beberapa aglomerasi, fenomena yang umum pada material berukuran nano (Pishrafti et al., 2022). Keberadaan Fe_3O_4 yang terdispersi di dalam komposit tetap dapat memberikan sifat magnetik sehingga mempermudah proses pemisahan katalis dari medium reaksi setelah digunakan. Hasil SEM mengonfirmasi bahwa komposit yang diperoleh memiliki morfologi yang sesuai untuk mendukung peningkatan aktivitas fotodegradasi sekaligus menjaga



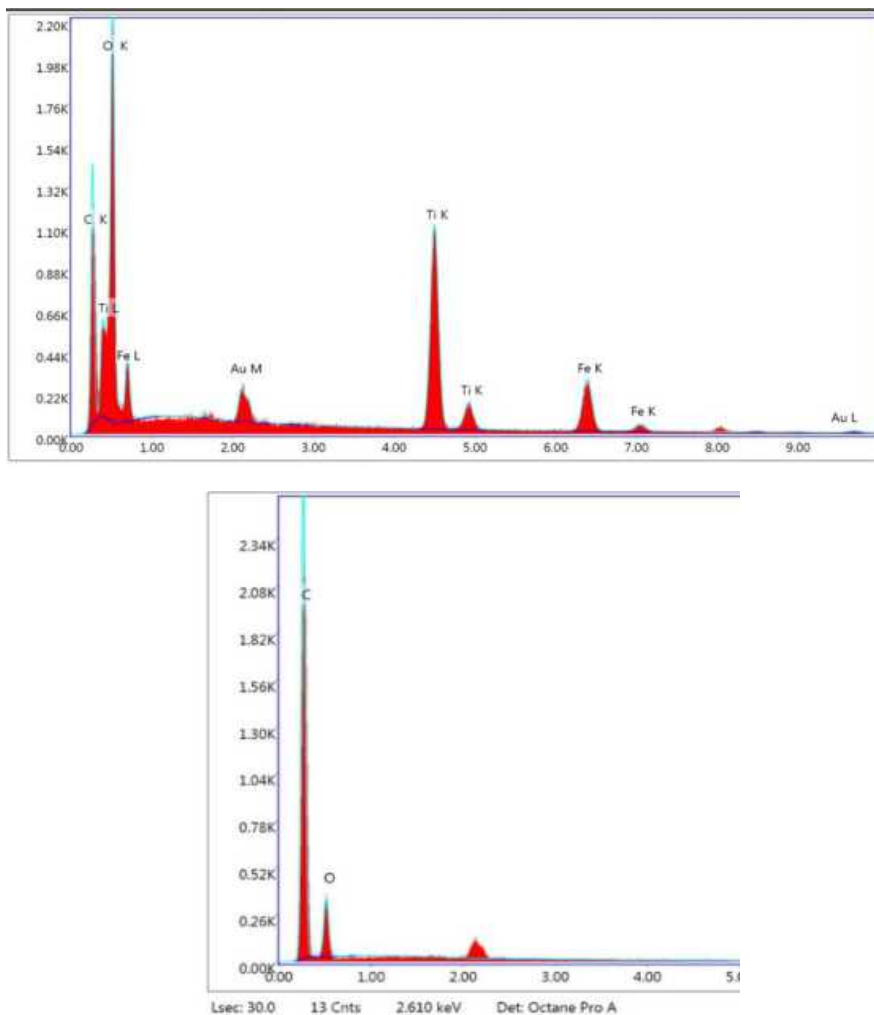


Gambar 2.9. Hasil pengamatan morfologi menggunakan SEM pada karbon aktif, $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$

Karakterisasi lebih lanjut dilakukan dengan EDX untuk menentukan komposisi unsur dan karakterisasi kimia sampel seperti pada (**Gambar 2.10.**). Spektrum EDX KA memperlihatkan dominasi unsur C dan O dengan rasio karbon lebih tinggi, menandakan bahwa material tersusun terutama oleh atom karbon dan bebas dari kontaminan (**Tabel 2.3.**). Spektrum EDX komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ menunjukkan



Ti, Fe, C, dan O yang sesuai dengan material penyusun. O mengonfirmasi fasa TiO_2 , Fe menunjukkan keberadaan Fe_3O_4 , al dari KA. Tidak terdeteksinya unsur lain menandakan bahwa silkan memiliki kemurnian yang baik



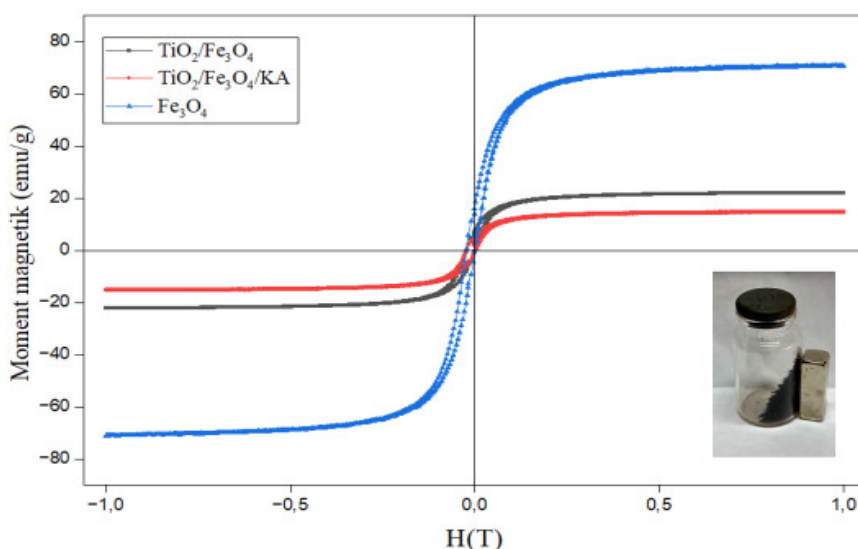
Gambar 2.10. Hasil analisis EDX karbon aktif dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Tabel 2. 3 Hasil Spektrum EDX komposisi unsur penyusun karbon aktif dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Sampel	Unsur	Berat%	Atom%
	C	82,97	86,65
	O	17,03	13,35
	C	19,5	35,91
	O	30,57	42,26
	Ti	31,49	14,54
	Fe	18,44	7,3

2.4.8 Hasil Karakterisasi VSM

Sifat magnetik material ditampilkan pada **Gambar 2.10**, yang menunjukkan bahwa nilai magnetisasi saturasi Fe_3O_4 mencapai 70,71 emu/g, sedangkan pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ masing-masing menurun menjadi 22,13 emu/g dan 14,78 emu/g. Penurunan ini terjadi karena adanya lapisan KA dan TiO_2 yang bersifat nonmagnetik dan menutupi permukaan Fe_3O_4 , sehingga mengurangi kontribusi fase magnetiknya, sebagaimana terlihat pada kurva histeresis (Pereira et al., 2019). Kedua komposit tetap mempertahankan sifat feromagnetik dengan nilai koersivitas yang sangat rendah, mendekati nol, di mana koersivitas merupakan besarnya medan magnet balik yang diperlukan untuk menurunkan magnetisasi material hingga mencapai nol setelah proses magnetisasi, sehingga material ini memiliki potensi tinggi untuk diterapkan pada berbagai aplikasi yang memerlukan proses pemisahan atau respons magnetik yang cepat dan efisien. (Liu et al., 2023).



Gambar 2.11. Hasil Karakterisasi VSM dari Fe_3O_4 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$, dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

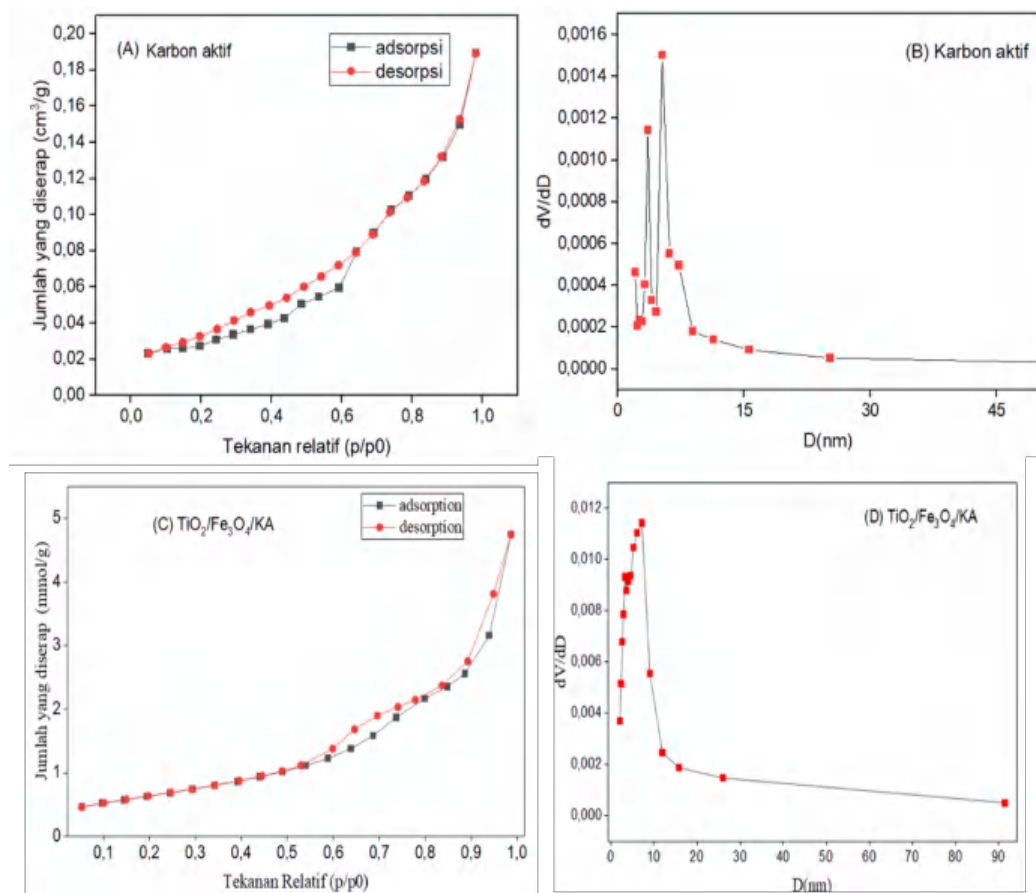
2.4.9 Hasil Karakterisasi SAA

Evaluasi sifat tekstur permukaan dilakukan melalui analisis BET untuk menentukan luas permukaan spesifik dan BJH untuk mengetahui distribusi serta volume pori. Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen menunjukkan bahwa KA memiliki Isoterm Tipe IV dengan loop histeresis tipe H3 (**Gambar 2.11(A)**). Berdasarkan analisis BET, KA dari tongkol jagung memiliki luas permukaan spesifik rendah, yaitu $2,37 \text{ m}^2/\text{g}$, dengan volume pori total $0,01 \text{ cm}^3/\text{g}$ (**Tabel 2.4**), yang mengindikasikan porositas yang masih terbatas.



akan bahwa material memiliki karakter mesopori dengan diameter 10 nm (**Gambar 2.11(B)**) dan pori dominan pada rentang $2\text{--}10 \text{ nm}$ dan mesopori ini menjadi keunggulan karena mendukung difusi besar seperti zat warna, sehingga tetap efektif digunakan meskipun rendah (De Smedt et al., 2025). Karbon tongkol jagung tetap al yang signifikan, baik sebagai adsorben maupun sebagai material

pendukung dalam sistem fotokatalis komposit. Pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, analisis BET dan BJH menunjukkan peningkatan signifikan pada struktur porinya, dengan luas permukaan spesifik mencapai $52,83 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori total $0,16 \text{ cm}^3/\text{g}$, dan ukuran pori rata-rata $12,46 \text{ nm}$ yang tetap berada dalam kategori mesopori berdasarkan isoterm adsorpsi-desorpsi Tipe IV (**Gambar 2.11(C)**).



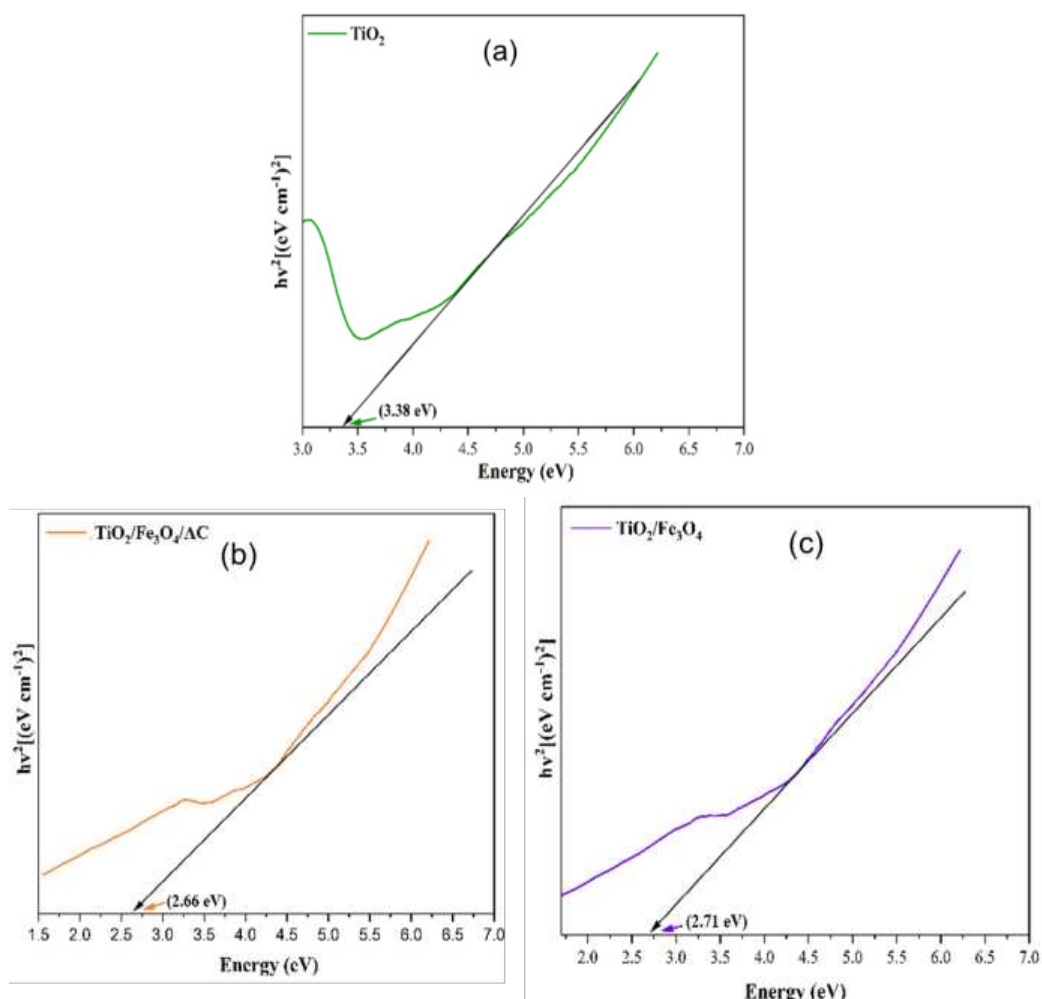
Gambar 2.12. Hasil karakterisasi SAA (A) Adsorpsi-desorpsi karbon aktif, (B) ukuran rata-rata pori karbon aktif, (C) Adsorpsi-desorpsi $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, dan (D) ukuran rata-rata pori $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Tabel 2.4. Hasil analisis SAA pada karbon aktif dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$

Sampel	Luas permukaan	Ukuran pori rata-rata	Volume total
	$2,37 \text{ m}^2/\text{g}$	$11,10 \text{ nm}$	$0,001 \text{ cm}^3/\text{g}$
	$52,84 \text{ m}^2/\text{g}$	$12,46 \text{ nm}$	$0,16 \text{ cm}^3/\text{g}$



2.4.10 Hasil Karakterisasi UV-DRS



Gambar 2.13. Hasil karakterisasi UV-DRS (a) TiO_2 , (b) $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$, dan (c) $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$

Sifat optik TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$, dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ dianalisis menggunakan UV-DRS, sedangkan nilai energi celah pita (E_g) dihitung dengan metode Kubelka–Munk (Gambar 2.12(a-c)). Hasil pengukuran menunjukkan bahwa TiO_2 hasil sintesis menyerap cahaya pada 297 nm dengan nilai E_g sebesar 3,38 eV. Pada kedua komposit menjadi 2,71 eV pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan 2,66 eV pada urunan ini menunjukkan bahwa penambahan Fe_3O_4 dan KA lebih mampu menyerap cahaya tampak, sehingga lebih efektif jika cahaya. Fe_3O_4 membantu mempercepat perpindahan muatan, juga sebagai penyangga yang mengurangi rekombinasi elektron–nya meningkatkan sifat optik TiO_2 dan membuat komposit bekerja sama TiO_2 murni (Gebrezgiabher et al., 2019; Ramalingam, 2019).



2.4.11 Hasil Karakterisasi TGA-DSC

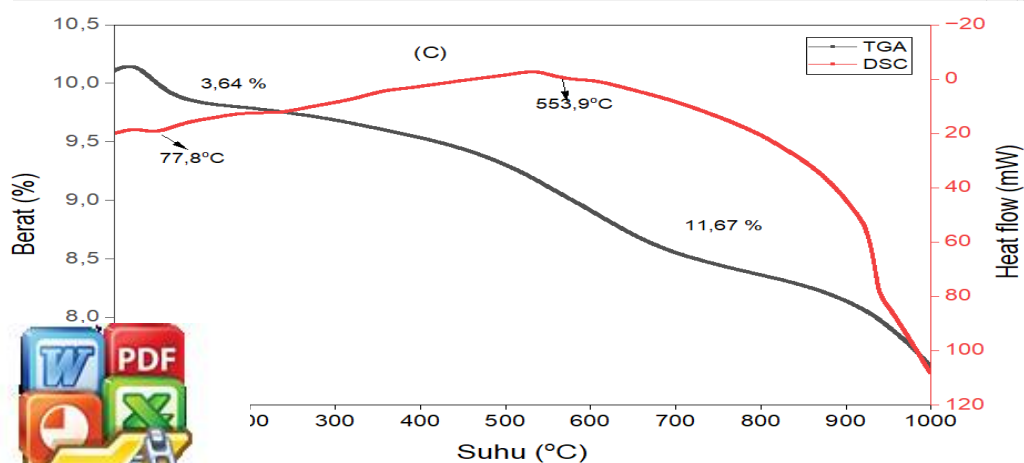
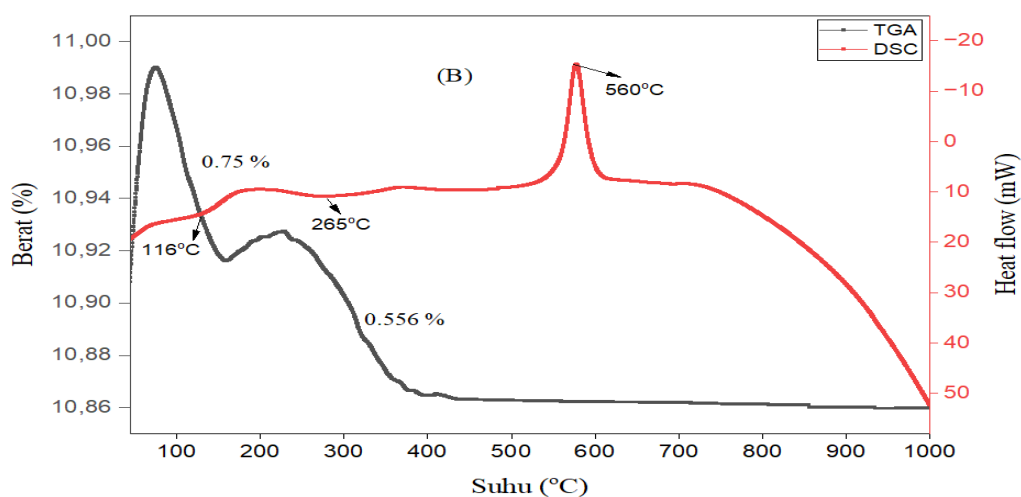
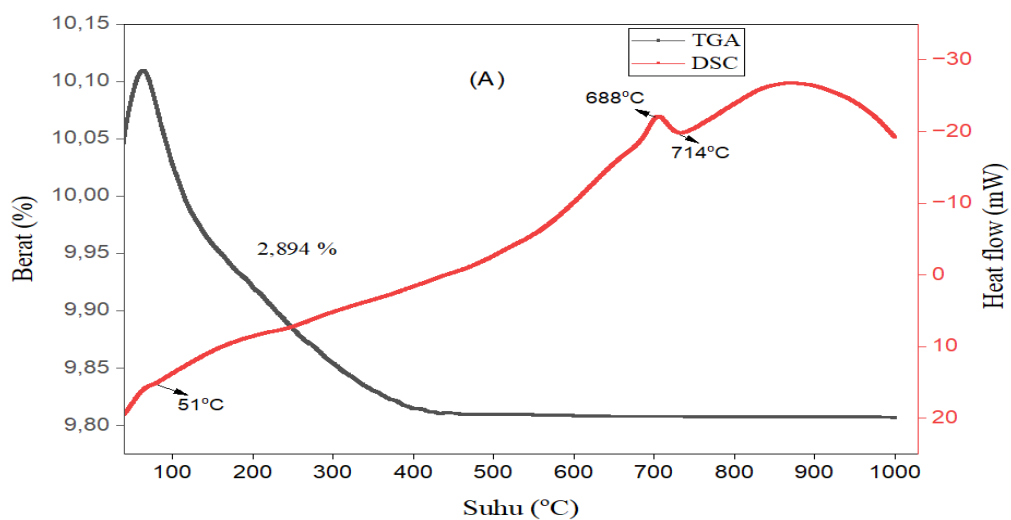
Hasil analisis termal TGA-DSC pada TiO_2 , Fe_3O_4 , dan komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ menunjukkan bahwa ketiganya memiliki stabilitas termal yang baik. Pada **Gambar 2.13(a)**, kurva TGA TiO_2 memperlihatkan penurunan massa sekitar 2,89% hingga 1000 °C. Penurunan ini terjadi pada rentang 68–450 °C yang berkaitan dengan penguapan air teradsorpsi dan dekomposisi sisa pelarut dari proses sintesis. Setelah rentang tersebut, massa cenderung stabil hingga 1000 °C, menunjukkan bahwa TiO_2 memiliki ketahanan termal yang tinggi (Byzynski et al., 2018). Kurva DSC TiO_2 menunjukkan tiga puncak utama pada 51,91 °C; 688 °C; dan 714 °C. Puncak pertama bersifat endotermik ($\Delta H = +0,44 \text{ J/g}$) yang menggambarkan titik leleh awal akibat pelepasan air teradsorpsi. Puncak kedua pada 688 °C bersifat eksotermik ($\Delta H = -20,948 \text{ J/g}$) dan menandakan titik kristalisasi yang menjadi awal pembentukan fasa anatase. Puncak ketiga pada 714 °C bersifat endotermik ($\Delta H = +9,605 \text{ J/g}$) yang menunjukkan titik leleh struktur kristal selama berlangsungnya transformasi anatase menjadi rutil. Perubahan ini sesuai dengan laporan sebelumnya yang menyatakan bahwa transisi anatase–rutil terjadi pada 600–800 °C (Toubal et al., 2017). Material TiO_2 menunjukkan stabilitas panas yang baik serta transisi fasa khas pada suhu tinggi, yang penting karena pergeseran struktur kristal dapat memengaruhi sifat fotokatalisnya, di mana anatase memiliki nilai E_g lebih tinggi dibandingkan rutil (Karunadasa & Manoratne, 2022).

Analisis TGA pada Fe_3O_4 menunjukkan beberapa tahapan penurunan massa yang menggambarkan perubahan termal material (**Gambar 2.13(b)**). Penurunan awal pada 76–190 °C dengan $\Delta Y = 0,57\%$ berkaitan dengan pelepasan air permukaan atau air yang teradsorpsi secara fisik. Penurunan berikutnya pada 200–400 °C dengan $\Delta Y = 0,56\%$ menunjukkan penguapan sisa pelarut. Setelah melewati suhu sekitar 500 °C, kurva TGA menjadi stabil tanpa penurunan massa tambahan, menandakan bahwa Fe_3O_4 telah mencapai kondisi termal yang stabil. Kurva DSC Fe_3O_4 juga memperlihatkan beberapa puncak endotermik dan eksotermik yang mendukung hasil TGA. Puncak endotermik kecil pada 116 °C ($\Delta H = +15,10 \text{ J/g}$) dengan onset 76 °C menunjukkan proses dehidrasi atau titik leleh awal dari air teradsorpsi. Puncak endotermik pada 265 °C ($\Delta H = +36,64 \text{ J/g}$) dengan onset 203 °C menggambarkan pelelehan dan penguraian sisa pelarut. Puncak eksotermik besar pada 560 °C ($\Delta H = -196,37 \text{ J/g}$) menandai oksidasi magnetit (Fe_3O_4) menjadi hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), yang merupakan titik kristalisasi fasa baru (Ali et al., 2021; Bassim et al., 2022).

Analisis TGA-DSC pada komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ ditunjukkan pada **Gambar 2.13(c)**. Kurva TGA komposit menunjukkan dua tahap utama penurunan massa. Tahap pertama terjadi pada 60–200 °C dengan penurunan massa sebesar 3,64%, berkaitan dengan penguapan air teradsorpsi serta sisa pelarut. Tahap kedua pada rentang 450–860 °C menghasilkan penurunan massa 11,67%, yang berasal dari degradasi gugus organik KA.



ntang 450–860 °C menghasilkan penurunan massa 11,67%, yang si gugus organik pada KA. Setelah melewati suhu 900 °C, kurva ikkan perubahan massa lebih lanjut. Kurva DSC komposit puncak endotermik yang selaras dengan perubahan massa pada termik pertama berada pada 77,85 °C ($\Delta H = +19,88 \text{ J/g}$) s dehidrasi atau pelepasan air teradsorpsi sebagai titik leleh awal.



asil DSC dan TGA dari TiO_2 (a), Fe_3O_4 (b), dan $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ (c)

Puncak endotermik kedua pada 553,94 °C ($\Delta H = +5,28$ J/g) berkaitan dengan degradasi termal gugus organik serta oksidasi ringan pada KA yang memerlukan penyerapan energi panas. Tidak muncul puncak eksotermik pada rentang suhu pengujian, menunjukkan bahwa tidak terjadi kristalisasi fasa baru dan komposit tetap stabil secara termal hingga suhu tinggi (Almutairi, 2024)

2.5 Kesimpulan

Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ telah berhasil disintesis dengan baik, ditandai oleh dominasi fasa anatase TiO_2 serta keberadaan Fe_3O_4 yang tetap mempertahankan sifat magnetiknya. Morfologi permukaan yang terbentuk menunjukkan partikel TiO_2 dan Fe_3O_4 yang mengisi permukaan dan pori KA, sehingga meningkatkan luas area aktif dan jumlah situs adsorpsi. Spektrum FTIR memperlihatkan keberadaan gugus fungsional $-\text{OH}$ dan $\text{C}=\text{O}$ serta ikatan $\text{Ti}-\text{O}$ dan $\text{Fe}-\text{O}$ yang menegaskan interaksi antarfasa dalam komposit. Hasil analisis DRS menunjukkan penurunan energi celah pita hingga 2,66 eV, yang memperluas penyerapan cahaya ke daerah tampak dan meningkatkan potensi aktivitas fotodegradasi. Analisis BET-BJH mengindikasikan bahwa komposit memiliki luas permukaan spesifik sebesar 52,83 m^2/g dengan struktur mesopori yang mendukung penyerapan zat warna. Sifat magnetik yang bersifat ferimagnetik memungkinkan proses pemisahan katalis secara efisien, sementara analisis TGA-DSC menunjukkan kestabilan termal yang baik hingga suhu tinggi. Secara keseluruhan, komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KA}$ memiliki struktur kristalin yang stabil, karakteristik optik dan magnetik yang optimal, serta tekstur pori yang mendukung peningkatan efisiensi fotodegradasi dan adsorpsi sekaligus mempermudah proses pemulihan katalis setelah reaksi.

2.6 Daftar Pustaka

- Aghababaei, E., Alizadeh, M., & Bahrami, A. 2025. Synthesis and characterization of Ce-doped TiO_2/Cu -doped Fe_3O_4 heterogeneous photocatalyst for antibacterial applications and visible-light photocatalytic degradation of methylene blue. *Ceramics International*, 1–19. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.05.109>
- Ahmad, N., Wijaya, A., Arsyad, F. S., Royani, I., & Lesbani, A. 2024. Layered double hydroxide-functionalized humic acid and magnetite by hydrothermal synthesis for optimized adsorption of malachite green. *Kuwait Journal of Science*, 51(2), 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.kjs.2024.100206>
- Ali, A. A., Ahmed, I. S., & Elfiky, E. M. 2021. Auto-combustion synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) for removal of lead ions from aqueous solution. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*. 31(1), 384–396. <https://doi.org/10.1007/s10904-020-01695-3>



Shah, Zada, A., Khan, I., Khan, I., Ali, W., Shaheen, S., Qu, Y., & Jing, J. 2019. Synthesis of Activated Carbon-Supported TiO_2 -Based Nanocomposites With Well Recycling for Efficiently Degrading High-Concentration Dyes. *Analysis Today*, 335, 557–564. [/10.1016/j.cattod.2019.03.044](https://doi.org/10.1016/j.cattod.2019.03.044)

- Almutairi, S. T. 2024. Fabrication and catalytic activity of $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ and $\text{Fe}_3\text{O}_4/\beta$ -cyclodextrin nanocatalysts for safe treatment of industrial wastewater. *Heliyon*, 10(15), 1-12. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e35400>
- Al-Oubidy, E. A., & Kadhim, F. J. 2019. Photocatalytic activity of anatase titanium dioxide nanostructures prepared by reactive magnetron sputtering technique. *Optical and Quantum Electronics*, 51(1), 1–23. <https://doi.org/10.1007/s11082-018-1738-z>
- Baruah, M., Kumar, S., Ezung, S. L., Jamir, L., Bora Sinha, U., & Sinha, D. 2024. Preparation of Co-doped TiO_2 activated carbon nanocomposite and its photocatalytic degradation of phenol wastewater. *Inorganic Chemistry Communications*, 166, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.112644>
- Bassim, S., Mageed, A. K., AbdulRazak, A. A., & Majdi, H. Sh. 2022. Green synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles and its applications in wastewater treatment. *Inorganics*, 10(12), 1–23. <https://doi.org/10.3390/inorganics10120260>
- Bustamante-Torres, M., Romero-Fierro, D., Estrella-Nuñez, J., Arcentales-Vera, B., Chichande-Proañó, E., & Bucio, E. (2022). Polymeric Composite of Magnetite Iron Oxide Nanoparticles and Their Application in Biomedicine: A Review. *Polymers*, 14(4), 1–26. <https://doi.org/10.3390/polym14040752>
- Byzynski, G., Volanti, D. P., Ribeiro, C., Mastelaro, V. R., & Longo, E. 2018. Direct photo-oxidation and superoxide radical as major responsible for dye photodegradation mechanism promoted by TiO_2 -rGO heterostructure. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29(19), 17022–17037. <https://doi.org/10.1007/s10854-018-9799-0>
- Chen, W., Chang, L., Ren, S. Bin, He, Z. C., Huang, G. B., & Liu, X. H. 2020. Direct Z-scheme $1\text{D}/2\text{D}$ $\text{WO}_3/\text{ZnIn}_2\text{S}_4$ hybrid photocatalysts with highly-efficient visible-light-driven photodegradation towards tetracycline hydrochloride removal. *Journal of Hazardous Materials*, 384, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121308>
- De Smedt, J., Arauzo, P. J., & Ronsse, F. 2025. Molten salts vs conventional activating agents for activated carbon production: A comprehensive review. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 192, 1–23. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2025.107239>
- Gebrezgiabher, M., Gebreslassie, G., Gebretsadik, T., Yeabyo, G., Elemo, F., Bayeh, Y., Thomas, M., & Linert, W. 2019. A c-doped $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ nanocomposite for photocatalytic dye degradation under natural sunlight irradiation. *Journal of Composites Science*, 3(3), 1–11. <https://doi.org/10.3390/jcs3030075>
- Guo, Q., Zhou, C., Ma, Z., & Yang, X. 2019. Fundamentals of TiO_2 photocatalysis: concepts, mechanisms, and challenges. *In Advanced Materials*, 31(50), 1–26. <https://doi.org/10.1002/adma.201901997>



, Y.-H., Hsu, S.-H., Liu, Y.-H., & Hsu, C.-L. 2025. Enhancing UV photocatalytic degradation with Pt nanoparticles on carbon-modified O_2 nanowires. *Materials Chemistry and Physics*, 347, 1–9. [10.1016/j.matchemphys.2025.131458](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2025.131458)

& Manoratne, C. H. 2022. Microstructural view of anatase to rutile transformation examined by in-situ high-temperature X-ray powder diffraction. *Journal of Solid State Chemistry*, 314, 1–10.

<https://doi.org/10.1016/j.jssc.2022.123377>

- Kousar, N., Rasheed, S., Yasmeen, K., Umar, A. R., Laiche, M. H., Masood, M., Muhammad, H., & Hanif, M. 2024. Efficient synergistic degradation of congo red and omeprazole in wastewater using rGO/Ag@ZnO nanocomposite. *Journal of Water Process Engineering*, 58, 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2024.104775>
- Kumaravel, S., Geetha, M., Niyitanga, T., Kumar, D. S., Al-Ansari, M. M., Mythili, R., Suganthi, S., Gunganathan, L., Murugan, A., & Ragupathy, S. 2024. Preparation and characterization of activated carbon from corn cob by chemical activation and their adsorption of brilliant green dye from wastewater. *Process Safety and Environmental Protection*, 188, 1338–1345. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.05.127>
- Kumar, S., Baruah, S., & Puzari, A. 2020. Poly(p-phenylenediamine)-based nanocomposites with metal oxide nanoparticle for optoelectronic and magneto-optic application. *Polymer Bulletin*, 77(1), 441–457. <https://doi.org/10.1007/s00289-019-02760-9>
- Kunusa, W. R., Iyabu, H., & Abdullah, R. 2021. FTIR, SEM and XRD analysis of activated carbon from sago wastes using acid modification. *Journal of Physics: Conference Series*, 1968(1), 1–12. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1968/1/012014>
- Lala, M. A., Olomowewe, Z. O., Adeniyi, A. T., & Giwa, A. 2023. Maize cob-derived activated carbon as an adsorbent for the removal of nickel (II) cation from aqueous solution: optimization and kinetic studies. *Arab Journal of Basic and Applied Sciences*, 30(1), 573–582. <https://doi.org/10.1080/25765299.2023.2266230>
- Lee, S. Y., & Park, S. J. 2013. TiO₂ photocatalyst for water treatment applications. *In Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 19 (6), 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.07.012>
- Lei, B., Xie, H., Chen, S., Liu, B., & Zhou, G. 2020. Control of pore structure and surface chemistry of activated carbon derived from waste Zanthoxylum bungeanum branches for toluene removal in air. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(21), 27072–27092. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-09115-2>
- Liu, M., Ye, Y., Ye, J., Gao, T., Wang, D., Chen, G., & Song, Z. 2023. Recent Advances of Magnetite (Fe₃O₄)-Based Magnetic Materials in Catalytic Applications. *Magnetochemistry*, 9(4), 1–32. <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry9040110>
- Liu, X., Liu, Y., Lu, S., Guo, W., & Xi, B. 2018. Performance and mechanism into TiO₂/Zeolite composites for sulfadiazine adsorption and photodegradation. *Chemical Engineering Journal*, 350, 131–147. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.05.141>
- Li, Y., Chen, S., Wan, X., Jiang, N., Duan, W., Lei, W., Nan, Y., Ding, D., & Xiao, G. 2025. Efficient dye degradation based on nanostructured FeOOH/TiO₂ hydrophilic surfaces and unparalleled photocatalytic performance. *National*, 51(11), 14966–14973. [10.1016/j.ceramint.2025.01.340](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.01.340)
- M., Lai, C. W., Yusof, Y., Gan, S., Akbarzadeh, O., Chowhury, Z. Z., Iqbal, M. R. 2020. Methylene blue dye photocatalytic degradation



over synthesised $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AC}/\text{TiO}_2$ nano-catalyst: Degradation and reusability studies. *Nanomaterials*, 10(12), 1–15. <https://doi.org/10.3390/nano10122360>

Napruszewska, B. D., Duraczyńska, D., Kryściak-Czerwenka, J., Nowak, P., & Serwicka, E. M. 2024. Clay Minerals/ TiO_2 composites—characterization and application in photocatalytic degradation of water pollutants. *Molecules*, 29(20), 1–20. <https://doi.org/10.3390/molecules29204852>

Nur, A. S. M., Sultana, M., Mondal, A., Islam, S., Robel, F. N., Islam, A., & Sumi, Mst. S. A. 2022. A review on the development of elemental and codoped TiO_2 photocatalysts for enhanced dye degradation under UV–vis irradiation. *Journal of Water Process Engineering*, 47(1), 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102728>

Ozpinar, P., Dogan, C., Demiral, H., Morali, U., Erol, S., Yildiz, D., Samdan, C., & Demiral, I. 2023. Effect of binder on the electrochemical performance of activated carbon electrodes obtained from waste hazelnut shells: Comparison of PTFE and PVDF. *Diamond and Related Materials*, 137(2023), 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2023.110092>

Pang, Y. L., Lim, S., & Lee, R. K. L. 2019. Enhancement of sonocatalytic degradation of organic dye by using titanium dioxide (TiO_2)/activated carbon (AC) derived from oil palm empty fruit bunch. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(28), 1–15. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-05373-x>

Paryanto, Wibowo, W. A., Hantoko, D., & Saputro, M. E. 2019. Preparation of Activated Carbon from Mangrove Waste by KOH Chemical Activation. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 543(1), 1–7. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/543/1/012087>

Pereira, L. de O., Sales, I. M., Zampiere, L. P., Vieira, S. S., Guimarães, I. do R., & Magalhães, F. (2019). Preparation of magnetic photocatalysts from TiO_2 , activated carbon and iron nitrate for environmental remediation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 382, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2019.111907>

Pishrafi, H., Kamani, H., Mansouri, N., Hassani, A. H., & Ahmadpanahi, H. 2022. Photocatalytic removal of the erythromycin antibiotic using Fe-doped TiO_2 @ Fe_3O_4 magnetic nanoparticles: investigation of effective parameters, process kinetics and degradation end products. *Desalination and Water Treatment*, 262, 323–337. <https://doi.org/10.5004/dwt.2022.28542>

Rajendran, R., Rojviroon, O., Arumugam, P., Ramasamy, G., Paramasivam, S., & Rojviroon, T. 2025. Synergistic effects of activated Carbon-Supported TiO_2/ZnO nanocomposites for photocatalytic dye degradation and antibacterial activity. *Journal of Molecular Liquids*, 433, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2025.127792>



Synthesis of Nanosized Titanium Dioxide (TiO_2) by Sol-Gel Method. *Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering*, 9, [://doi.org/10.35940/ijitee.b1174.1292s219](https://doi.org/10.35940/ijitee.b1174.1292s219)

Gilani, M. R. H. S., Maaz, M., Akhter, P., Hussain, M., Jeong, K. E., Bae, S., & Park, Y. K. 2024. Advancements in TiO_2 -based

photocatalysis for environmental remediation: Strategies for enhancing visible-light-driven activity. *In Chemosphere*, 349, 1–19.

<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.140703>

Sadek, O., Touhtouh, S., Rkhis, M., Anoua, R., El Jouad, M., Belhora, F., & Hajjaji, A. 2022. Synthesis by sol-gel method and characterization of nano-TiO₂ powders. *Materials Today: Proceedings*, 66, 456–458.

<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.06.385>

Sadikin, S. N., Ridwan, J., Umar, M. I. A., Raub, A. A. M., Yunas, J., Hamzah, A. A., Dahlan, D., Rahman, M. Y. A., & Umar, A. A. 2023. Photocatalytic activity and stability properties of porous TiO₂ film as photocatalyst for methylene blue and methylene orange degradation. *International Journal of Electrochemical Science*, 18(9), 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.ijoes.2023.100246>

Sanadi, P. D., Chougale, R. K., Malavekar, D. B., Kim, J. H., Masimukku, S., Chang-Chien, G. P., Lee, Y. Y., Ghaware, R. C., Kolekar, S. S., & Kamble, G. S. 2025. Controllable synthesis of semiconducting anatase TiO₂ nanostructures for visible light driven photocatalytic degradation of crystal violet and methylene blue dye. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 341, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2025.126404>

Setiawan, A., Kusumawati, T. A., Ramadani, T. A., Wang, Y.-F., Kusumawardani, A., & Dermawan, D. 2024. Composite of activated carbon-hydroxyapatite from corn (*Zea mays* L.) cob and catfish (*Pangasius* sp.) bones with H₃PO₄ activation for methylene blue dye adsorption. *Inorganic Chemistry Communications*, 167, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.112744>

Shah, S. I. A., Ahmad, W., Anwar, M., Shah, R., Khan, J. A., Shah, N. S., Al-Anazi, A., & Han, C. 2025. Synthesis, properties, and applications of Fe₃O₄ and Fe₃O₄-based nanocomposites: A review. *Applied Catalysis O: Open*, 203, 1–29. <https://doi.org/10.1016/j.apcato.2025.207049>

Spoială, A., Ilie, C. I., Dolete, G., Croitoru, A. M., Surdu, V. A., Truşcă, R. D., Motelica, L., Oprea, O. C., Fica, D., Fica, A., Andronescu, E., & Diţu, L. M. 2022. Preparation and characterization of Chitosan/TiO₂ composite membranes as adsorbent materials for water purification. *Membranes*, 12(8), 1–25. <https://doi.org/10.3390/membranes12080804>

Tahsin, M., Shahinuzzaman, M., Akter, T., Abdur, R., Bashar, M. S., Kadir, Md. R., Hoque, S., Jamal, M. S., & Hossain, M. 2025. Improved CO₂ adsorption and desorption using chemically derived activated carbon from corn cob hard shell. *Carbon Trends*, 19, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.cartre.2025.100495>

Thanh, N. D., Hai, D. S., Huyen, L. T., Thuy, V. T. T., Tung, D. T., Van, H. T. K., Toan, V. N., Giang, N. T. K., & Tri, N. M. 2023. Fe₃O₄-MNPs@MMT-K10: a reusable catalyst of propargyl 4-aryl-4H-pyran-3-carboxyles via one pot three-ction under microwave-assisted solvent-free conditions. *Research Intermediates*, 49(2), 525–555. <https://doi.org/10.1007/s11164-022->



Optimized using
trial version
www.balesio.com

. N., Khai, N. L. P., Thuy, N. T., Tien, N. T. C., Hien, L. P. T., Van
uy, N. N. 2023. Degradation of enrofloxacin in water by Fe₃O₄@TiO₂

magnetic photocatalyst: optimization of environmental factors. *Desalination and Water Treatment*, 287, 124–138. <https://doi.org/10.5004/dwt.2023.29351>

- Toubal, B., Bensaha, R., & Yakuphanoglu, F. 2017. The influence of copper-cobalt co-doping on optical and electrical properties of nanostructures TiO_2 thin films prepared by sol-gel. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 82(2), 478–489. <https://doi.org/10.1007/s10971-017-4337-8>
- Utami, M., Zahra', H. A., Khoirunisa, & Dewi, T. A. 2022. Green synthesis of magnetic activated carbon from peanut shells functionalized with TiO_2 photocatalyst for Batik liquid waste treatment. *Open Chemistry*, 20(1), 1229–1238. <https://doi.org/10.1515/chem-2022-0231>
- Yahya, S. N., Istiqomah, N. I., Sari, E. K., Asri, N. S., Darmawan, M. Y., Tumbelaka, R. M., Adrianto, N., & Suharyadi, E. 2025. Photodegradation of organic water pollutants using magnetically separable and reusable novel Ag-doped $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ nanocomposites synthesized by green route. *Inorganic Chemistry Communications*, 172, 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.113749>
- You, J., Liu, C., Feng, X., Lu, B., Xia, L., & Zhuang, X. 2022. In situ synthesis of ZnS nanoparticles onto cellulose/chitosan sponge for adsorption–photocatalytic removal of congo red. *Carbohydrate Polymers*, 288, 1–19. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119332>
- Žerjav, G., Žižek, K., Zavašnik, J., & Pintar, A. 2022. Brookite vs. rutile vs. anatase: What's behind their various photocatalytic activities. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(3), 1–18. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.107722>
- Zhu, J., Li, Y., Xu, L., & Liu, Z. 2018. Removal of toluene from waste gas by adsorption-desorption process using corncob-based activated carbons as adsorbents. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 165, 115–125. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2018.08.105>

