

## Sintesis dan Karakterisasi Komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Menggunakan Ekstrak *Sargassum sp* untuk Fotokatalisis Degradasi Rhodamin B

Rasyid Ferdian<sup>1\*</sup>, Alifiani Maulida<sup>1</sup>, Desy Harlina Putri<sup>1</sup>, Syahwa Jihandini<sup>1</sup>, Anthoni Batahan Aritonang<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Universitas Tanjungpura, Pontianak, Indonesia

### ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan metode sol-gel berbasis kimia ramah lingkungan menggunakan ekstrak *sargassum sp*. Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengkaji kemampuan senyawa dalam ekstrak *sargassum sp* dalam pembentukan komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berukuran nano menggantikan asetilaseton yang bersifat toksik. Sintesis komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan prekursor TTIP dan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O disertai penambahan variasi massa ekstrak *sargassum sp* (0,25g; 0,50g dan 0,75g). Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 500-400 cm<sup>-1</sup> yang menandakan terbentuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diatas permukaan TiO<sub>2</sub>. Hasil XRD menunjukkan puncak difraksi TiO<sub>2</sub> pada 2θ (25,37°, 37,95°, 48,09°, 54,09°, 54,99° dan 62,77°, namun hasil adanya puncak difraksi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada difraktogram XRD. Terjadi penurunan energi celah pita (Eg) pada TiO<sub>2</sub> (3,26 eV) menjadi (2,64 eV) setelah membentuk komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Uji aktivitas efisiensi degradasi Rhodamin B(RhB) dilakukan pada sinar tampak, dan diperoleh efisiensi degradasi sebesar 42,09%.

**Kata kunci:** *sargassum sp*; komposit; celah pita

### ABSTRACT

*Synthesis of the TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite has been carried out using an environmentally friendly chemical-based sol-gel method using sargassum sp extract. The aim of this research is to examine the ability of compounds in sargassum sp extract to form nano-sized TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites to replace toxic acetylacetone. The synthesis of the TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite was carried out using the sol-gel method with TTIP and Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O precursors accompanied by the addition of varying masses of sargassum sp extract (0.25g; 0.50g and 0.75g). The results of FTIR characterization show the presence of an absorption band at wave numbers 500-400 cm<sup>-1</sup> which indicates the formation of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the TiO<sub>2</sub> surface. The results of The band gap energy (Eg) in TiO<sub>2</sub> (3.26 eV) becomes (2.64 eV) after forming the TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite. The degradation efficiency activity test of Rhodamine B(RhB) was carried out in visible light, and a degradation efficiency was obtained of 42.09%.*

**Keywords:** *sargassum spt*; composite; band gap

Received: 17-07-2024, Accepted: 20-06-2025, Online: 13-10-2025

### PENDAHULUAN

Limbah cair dari industri telah diketahui mengandung senyawa organik salah satunya zat warna. Salah satu senyawa organik yang banyak digunakan industri manufaktur adalah Rhodamin B (RhB) yang merupakan zat warna sintetik dengan tingkat toksisitas yang tinggi. Polutan RhB yang terbuang ke badan air dapat mengganggu ekosistem (Sharma *et al.*, 2022). Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya mengatasi pencemaran yang ditimbulkan dari zat warna RhB.

Salah satu metode alternatif yang murah dan ramah lingkungan adalah fotokatalisis menggunakan bahan semikonduktor dan energi cahaya. Dalam reaksi fotokatalisis, polutan organik dikonversi menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Penelitian yang dilakukan oleh Apopei *et al.* (2014) melaporkan bahwa fotokatalis TiO<sub>2</sub> dengan bantuan sinar UV mampu mendekomposisi 99% 4-klorofenol pada konsentrasi 10mg/L selama 2 jam. Namun demikian, penggunaan fotokatalis

\*Corresponding author:

[h1031201012@student.untan.ac.id](mailto:h1031201012@student.untan.ac.id)

TiO<sub>2</sub> memiliki keterbatasan, yaitu hanya dapat aktif pada daerah sinar *ultra violet* (UV), dikarenakan energi celah pita berkisar pada 3,0-3,3 eV (Selpiana *et al.*, 2022). Oleh karena itu perlu dilakukan modifikasi struktur elektron permukaan TiO<sub>2</sub> sehingga mampu menyerap sinar tampak.

Modifikasi fotokatalis TiO<sub>2</sub> dapat dilakukan dengan menggabungkannya dengan semikonduktor lain yang memiliki energi celah pita kecil, membentuk komposit. Salah satu semikonduktor yang potensial dikompositkan dengan TiO<sub>2</sub> adalah semikonduktor Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, karena memiliki energi celah pita berkisar 1,9-2,2 eV (Selpiana *et al.* 2022). Keberadaan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bertanggungjawab untuk menyerap energi pada daerah sinar tampak yang menginisiasi reaksi fotokatalisis menghasilkan pasangan *electron-hole* di permukaan TiO<sub>2</sub>. Selanjutnya elektron ditransfer ke celah pita Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan dapat menghambat proses rekombinasi pasangan *electron-hole*, dengan demikian penambahan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan meningkatkan efisiensi fotokatalitik TiO<sub>2</sub> (Khasawneh *et al.* 2021).

Komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat disintesis dengan beberapa metode. Wannapop *et al.* (2021) berhasil mensintesis komposit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> dengan metode hidrotermal. Dilaporkan bahwa energi celah pita TiO<sub>2</sub> sebesar (3.13 eV) turun menjadi (2.5 eV) setelah membentuk komposit 0.50Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>. Selpiana *et al.* (2022) mensintesis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> dengan metode presipitasi dan ultrasonikasi. Hasil menunjukkan penurunan energi celah pita TiO<sub>2</sub> yang semula 3,2 eV menjadi 2,6 eV setelah membentuk komposit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> dengan ukuran kristal 16,12 nm.

Pada umumnya sintesis TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan asetilaseton sebagai agen pengkhalat untuk mencegah aglomerasi (Selpiana *et al.* 2022). Namun demikian asetilaseton bersifat toksik dan dapat menimbulkan dampak negatif bagi kesehatan manusia (Kang *et al.* 2017). Oleh karena itu perlu adanya senyawa pengganti asetilaseton sebagai agen pengkhalat dalam sintesis TiO<sub>2</sub>.

Salah satu cara ialah dengan menerapkan *Green Chemistry* menggunakan ekstrak tumbuhan. Mohamed *et al.* (2019) memanfaatkan ekstrak *flax seed* untuk membentuk nanokomposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> melalui metode sonokimia dan rasio TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> divariasikan. Dilaporkan bahwa senyawa yang berperan sebagai *templating agent* di dalam *flax seed* yaitu 2-hidroksi-gammabutirolakton dan sukrosa yang menghasilkan TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan ukuran ±10nm. Material Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga berhasil disintesis menggunakan ekstrak *Emblica officinalis* yang mengandung polifenol yang berperan sebagai *capping agent*. Hasil penelitiannya menunjukkan ukuran partikel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk berdiameter 20 nm – 100 nm (Malarkodi, Malik, and Uma 2018). Selain itu Jegadeeswaran *et al.* (2016) memanfaatkan rumput laut coklat *Padina tetrastromatica* sebagai agen pereduksi dan penstabil dalam sintesis Ag/TiO<sub>2</sub>. Dilaporkan bahwa Ag/TiO<sub>2</sub> yang diperoleh memiliki fase *anatase* dengan ukuran partikel rata rata 25 ± 4 nm. Berdasarkan penelitian diatas membuktikan bahwa ekstrak tumbuhan yang mengandung senyawa golongan polisakarida dan polifenol dapat digunakan sebagai agen pengkhalat.

Rumput laut coklat merupakan salah satu tumbuhan kaya akan polisakarida dan polifenol. Selain itu rumput laut coklat juga mengandung senyawa golongan fenolik seperti katekin, fluorotanin, flavonoid dan flavonol glikosida (Al-Hakkani, Gouda, and Hassan 2021). Salah satu rumput laut coklat yang dapat digunakan adalah *sargassum sp* karena mengandung polisakarida seperti alginat, fukoidan dan laminarin dan polifenol (Arsianti *et al.* 2020).

Pada riset ini komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disintesis dari titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP) dan Besi Nitrat (Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O) dengan metode *green synthesis* sol-gel menggunakan ekstrak *sargassum sp* (0.25, 0.5 dan 0.75 g) yang mengacu pada (Khasawneh *et al.* 2021) dengan sedikit modifikasi. Keunggulan metode ini ialah prekursor proses pembentukan komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> secara simultan (*insitu*). Keberhasilan sintesis komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang terbentuk dipelajari melalui karakterisasi gugus fungsi dengan *Fourier Transformed Infrared* (FTIR), kristalinitas dengan *X-ray Diffraction* (XRD), dan energi celah pita dengan *Ultraviolet-visible Diffuse Reflectance* (UV-DRS). Aktivitas fotokatalitik akan diuji terhadap degradasi larutan rhodamin B.

## METODE PENELITIAN

### Preparasi Ekstrak Sargassum

Sargassum sp di ekstrak dengan menggunakan metode maserasi yang mengacu pada penelitian (Sedjati, Santosa, and Supriyanti dan Ali Ridlo 2017). Sampel sargassum sp dimaserasi dengan menyiapkan sebanyak 500g sampel lalu dimasukkan kedalam wadah kaca, dan kemudian ditambahkan 5 L pelarut etanol. Proses maserasi dilakukan selama 3 hari. Ekstrak cair sargassum yang diperoleh disaring lalu dipekatkan dengan cara dievaporasi pada temperatur 50°C. Terakhir ekstrak kental sargassum sp disimpan kedalam lemari pendingin.

### Uji Kadar Karbohidrat

Kadar karbohidrat didalam ekstrak *sargassum sp* diuji dengan merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Amir *et al.*, (2013) dengan sedikit modifikasi. Pengujian dilakukan menggunakan metode fenol-sulfat. Sebanyak 0,5mL sampel dengan variasi konsentrasi (1, 2, 3,4 dan 5ppm) dimasukkan kedalam tabung reaksi, lalu ditambahkan 0,5mL fenol 5% dan 2,5mL asam sulfat pekat, setelah itu campuran didiamkan selama 30 menit. Absorbansi campuran diukur pada [anjang gelombang 488nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

### Sintesis Sol Ti(OH)<sub>n</sub>

Sol Ti(OH)<sub>n</sub> disintesis merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh (Pratiwi *et al.*, (2020). Sintesis sol Ti(OH)<sub>n</sub> dilakukan dengan mencampurkan larutan A dan larutan B. Larutan A terdiri dari 26,5mL etanol, 2mL akuades dan 2mL asam asetat, sedangkan larutan B terdiri dari 26,5mL etanol dan 7,5 TTIP (0,024 mol). Etanol dari larutan B terlebih dahulu dimasukkan kedalam labu refluks lalu diaduk menggunakan magnetic stirrer. Kedalam labu refluks dimasukkan TTIP tanpa mengenai dinding labu. Setelah itu ekstrak sargassum sp (0,25; 0,5 dan 0,75 gram) dimasukkan kedalam labu refluks. Selanjutnya larutan A diteteskan secara perlahan kedalam labu refluks. Proses refluks dilakukan pada suhu 55°C selama 120 menit hingga terbentuk sol Ti(OH)<sub>n</sub>.

### Sintesis Komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Komposit TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disintesis dengan metode sol-gel secara simultan yang mengacu pada penelitian Khasawneh *et al.*, (2021) dengan sedikit modifikasi. larutan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O 5% (b/v) ditambahkan kedalam Sol Ti(OH)<sub>n</sub> yang telah disintesis sebelumnya sambil diaduk pada suhu kamar selama 120 menit hingga diperoleh sol Fe(OH)<sub>n</sub>-Ti(OH)<sub>n</sub>. Setelah itu sol Fe(OH)<sub>n</sub>-Ti(OH)<sub>n</sub> didiamkan minimal 2 hari hingga terbentuk gel, lalu dioven pada suhu 100°C selama 12 jam, dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 450°C selama 2 jam.

### Uji Aktivitas Fotokatalisis Degradasi Rhodamin B

Uji aktivitas terhadap rhodamin B dilakukan secara fotokatalisis yang merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Pratiwi *et al.*, (2020). Sebanyak 0,1g TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dimasukkan kedalam reaktor, kemudian diisi dengan 50 mL larutan Rhodami B 10 ppm, lalu diiluminasi sinar tampak selama 2 jam. Penurunan konsentrasi dari Rhodamin B diukur absorbansinya dengan menggunakan panjang gelombang yang telah ditentukan sebelumnya. Pengukuran dilakukan setiap 20 menit menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel *sargassum sp* dipreparasi dengan cara dicuci menggunakan air tawar untuk menghilangkan pasir, garam dan kotoran lainnya yang berasal dari air laut. Sampel yang telah dicuci bersih dikering anginkan selama ±3 hari untuk mengurangi kadar air didalam sampel. Selanjutnya sampel dihaluskan menggunakan belnder untuk meningkatkan efesiensi ekstraksi karena luas permukaan sampel yang besar yang memungkinkan banyak kontak antara sampel dengan pelarut sehingga zat-zat aktif didalam sampel lebih mudah larut didalam pelarut (Prasedya *et al.* 2021).

Ekstraksi *sargassum sp* dilakukan dengan metode maserasi karena murah dan mudah dilakukan (Setyawardhani, Saputri, and Ni'mah 2021). Pelarut yang digunakan ialah etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) 96% karena etanol dapat mengekstrak senyawa dengan kepolaran yang berbeda. Sebanyak 300gram *sargassum sp* dimasukkan kedalam wadah kaca yang kemudian

ditambahkan pelarut etanol dengan perbandingan (1:10) (b/v). Proses maserasi dilakukan selama 3 hari, untuk memaksimalkan proses ekstraksi, karena semakin lama waktu maserasi maka semakin lama juga waktu kontak antara sampel dengan pelarut yang memungkinkan banyaknya jumlah zat aktif yang terlarut (Chairunnisa et al. 2019). Kemudian ekstrak cair dipekatan dengan cara dievaporasi pada temperatur 50°C. Ekstrak pekat *sargassum sp* yang diperoleh berwujud granula berwarna coklat kehitaman disertai dengan bau khas *sargassum sp*. Sol  $Ti(OH)_n$  disintesis menggunakan metode sol-gel. Sol-gel merupakan metode sintesis untuk memperoleh material fotokatalis berukuran nano dengan homogenitas dan kemurnian yang tinggi pada suhu rendah. Prinsip metode sol gel berdasarkan pembentukan suspensi koloid yang disebut sol dari reaksi hidrolisis dan kondensasi prekursor. Selanjutnya sol akan menjadi fasa cair kontinyu yang disebut gel melalui proses *aging* (pematangan) (Simon et al. 2021).

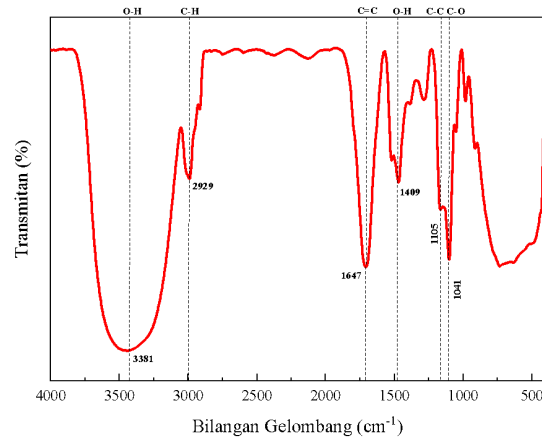
Tahapan metode sol-gel dimulai dengan menyiapkan larutan A dan larutan B. Larutan A merupakan campuran dari etanol, asam asetat dan akuades sedangkan larutan B merupakan campuran dari etanol dan TTIP. Prosedur dimulai dengan mencampurkan etanol dan TTIP kedalam labu refluks disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Etanol digunakan sebagai pelarut karena dapat mengontrol kereaktifan TTIP. Reaktifitas TTIP yang tinggi dikarenakan TTIP memiliki gugus alkoksida, dimana Ti sebagai atom pusat yang terikat secara kovalen dengan 4 gugus isopropoksida ( $-OCH(CH_3)_2$ ). Gugus alkoksida rentan terhadap reaksi hidrolisis dan membentuk koloid yang stabil atau dapat dengan mudah bereaksi dengan air sehingga membentuk senyawa hidroksida, oleh karena itu TTIP digunakan sebagai prekursor Ti (Svensson et al. 2020).

Setelah itu ekstrak *sargassum sp* ditambahkan kedalam campuran didalam labu refluks sebagai agen pengkhelet yang mampu mengendalikan reaksi hidrolisis dan kondensasi dari TTIP. Hal ini dapat mencegah terjadinya aglomerasi pada material fotokatalis. Warna larutan yang semula tidak berwarna berubah menjadi kuning pudar setelah ekstrak *sargassum sp* ditambahkan.

Larutan A ditestaskan secara perlahan kedalam larutan B saat suhu mencapai 55°C. Asam asetat yang terdapat didalam campuran larutan A bertindak sebagai katalis untuk mempercepat pembentukan sol  $Ti(OH)_n$ . Sedangkan akuades berperan sebagai agen penghidrolisis, dimana reaksi hidrolisis merupakan reaksi pemutusan ikatan kimia oleh air. Setelah larutan A ditambahkan terbentuk larutan berwarna putih kental yang disebut sol lalu memadat seperti agar (gel). Namun sol kembali stabil setelah  $\pm 20$  menit pengadukan karena adanya asam asetat yang memberikan efek peptisasi yang dapat mengubah gel menjadi larutan sistem koloid (Belle et al. 2023).

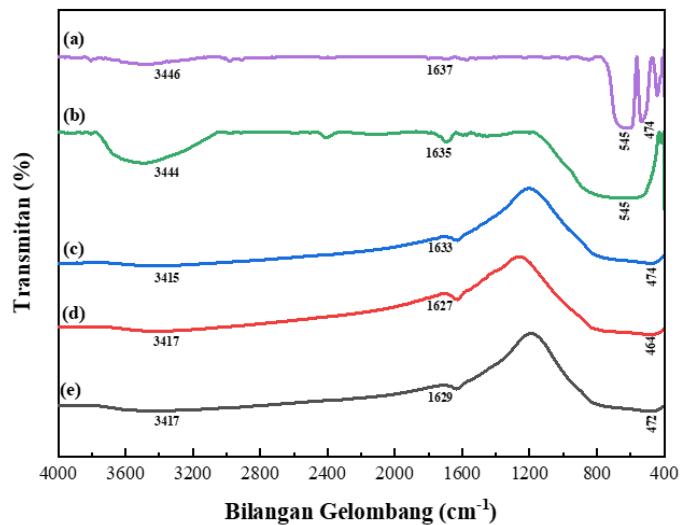
Proses sintesis dilakukan menggunakan sol  $Ti(OH)_n$  yang telah disintesis sebelumnya. Pada sintesis komposit  $TiO_2/Fe_2O_3$  senyawa yang digunakan sebagai prekursor  $Fe_2O_3$  adalah besi (III) nitrat nonahidrat ( $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ). Mula-mula  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  dilarutkan kedalam akuades untuk memudahkan proses pencampuran dengan sol  $Ti(OH)_n$ . Larutan  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  kemudian ditambahkan kedalam sol  $Ti(OH)_n$  sambil diaduk selama 2 jam. Penambahan Larutan  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  merubah warna sol  $Ti(OH)_n$  menjadi jingga lalu pudar menjadi kuning muda setelah  $\pm 10$  menit pengadukan, yang menandakan ion  $Fe^{3+}$  terakumulasi kedalam campuran membentuk sol  $Fe(OH)_n/Ti(OH)_n$ . Selanjutnya Sol  $Fe(OH)_n/Ti(OH)_n$  didiamkan pada suhu kamar selama 2-5 hari hingga membentuk gel  $Fe(OH)_n/Ti(OH)_n$  yang matang dan kaku karena melewati proses *aging* atau pembentukan struktur 3 dimensi karena danya pelepasan ikatan dengan air (Chang et al. 2023). Gel kemudian dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 100°C selama 12 jam untuk menghilangkan pelarut yang masih tersisa serta membentuk struktur kristal komposit  $TiO_2/Fe_2O_3$  amorf (Aritonang, Asma, and Sapar 2023). Komposit  $TiO_2/Fe_2O_3$  yang terbentuk berwarna kuning, hal tersebut menandakan bahwa  $Fe_2O_3$  berhasil terbentuk diatas permukaan  $TiO_2$ . Komposit  $TiO_2/Fe_2O_3$  kemudian digerus dan dilanjutkan ke proses kalsinasi pada temperatur 450°C selama 2 jam untuk membentuk struktur kristal  $TiO_2$  fase anatase karena memiliki sisi aktif yang lebih banyak dibandingkan dengan fase rutil dan brookite (Apopei et al. 2014).

Pengukuran pita serapan dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $cm^{-1}$ .



**Gambar 1.** Spektrum FTIR Ekstras *sargassum sp*

Hasil FTIR estrak *sargassum sp* menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3381,21  $\text{cm}^{-1}$  menandakan vibrasi ulur gugus hidroksil (O-H), kemudian hasil spektrum menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang 2929,87  $\text{cm}^{-1}$  yang berarti adanya ikatan (C-H). Pita serapan yang tajam juga muncul pada bilangan gelombang 1647,21  $\text{cm}^{-1}$  dan 1409,09  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya regangan C=C terkonjugasi dan deformasi dari ikatan O-H yang merupakan mode vibrasi dari cincin aromatik (Dai et al. 2023; Zghari et al. 2017). Berdasarkan nilai bilangan gelombang tersebut ekstrak *sargassum sp* mengandung senyawa fenol (Jesumani et al. 2020). Gugus hidroksil pada senyawa fenol yang akan berperan penting dalam proses sintesis komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Gugus OH akan membentuk struktur kompleks dengan ion  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  yang dapat mencegah terjadinya pembentukan aglomerat ada komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Mohamed et al. 2019).

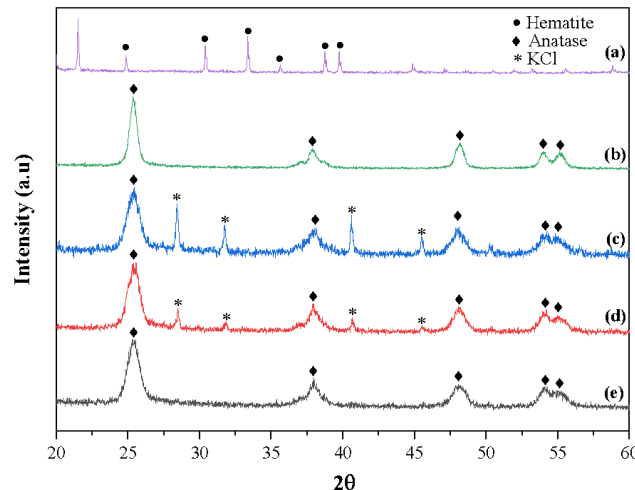


**Gambar 2.** Spektrum FTIR (a)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , (b)  $\text{TiO}_2$ , serta komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan variasi massa ekstrak (c) 0,75g; (d) 0,50g dan (e) 0,25g

Pita serapan O-H pada komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  muncul pada rentang bilangan gelombang 3415-3417  $\text{cm}^{-1}$  dan 1627-1633  $\text{cm}^{-1}$ . Hal tersebut mengindikasikan adanya ikatan Fe-OH dan Ti-OH dari air yang berada di permukaan komposit. Pita serapan yang lebar muncul pada rentang bilangan gelombang 500-400  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang terbentuk diatas permukaan  $\text{TiO}_2$ .

Pengukuran difraksi sinar x komposisi  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  dilakukan pada  $2\theta$  5-90°. Hasil difraktogram menunjukkan adanya puncak difraksi komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada  $2\theta$  (25,37°, 37,95°, 48,09°, 54,09°, 54,99° dan 62,77°) pada masing-masing variasi massa ekstrak *sargassum sp* (0,25g, 0,50g dan 0,75g) yang menandakan kristal  $\text{TiO}_2$  fase anatase. Nilai  $2\theta$  tersebut berhubungan dengan nilai hkl atau bidang kristal fasa anatase yaitu (101), (004), (200), (105) dan (211).

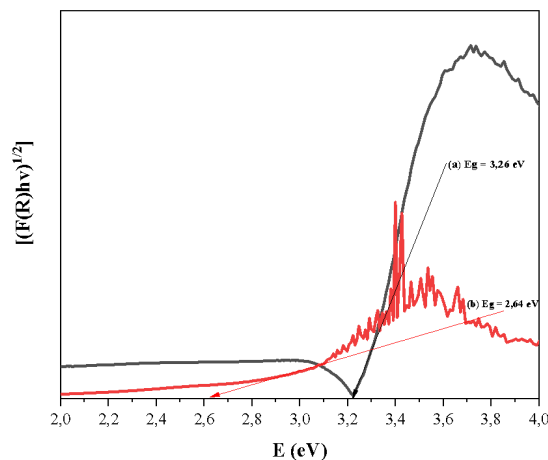
Puncak difraksi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  tidak muncul dikarenakan konsentrasi yang terlalu rendah yaitu 0,0012 mol. Namun, berdasarkan prosedur yang telah dilakukan, adanya kemungkinan terjadi pelarutan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dari prekursor besi (III) nitrat, yang kemudian ion  $\text{Fe}^{3+}$  membentuk doping di struktur  $\text{TiO}_2$ . Hal ini ditandai dengan pelebaran puncak difraksi pada  $2\theta$  25,37°. Masuknya ion  $\text{Fe}^{3+}$  membuat cacat kristal pada struktur  $\text{TiO}_2$ , dimana  $\text{Fe}^{3+}$  akan membentuk ikatan Fe-O-Ti didalam struktur  $\text{TiO}_2$ .



**Gambar 3.** Difraktogram XRD (a)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , (b)  $\text{TiO}_2$ , serta komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan variasi massa ekstrak (c) 0,75g; (d) 0,50g dan (e) 0,25g

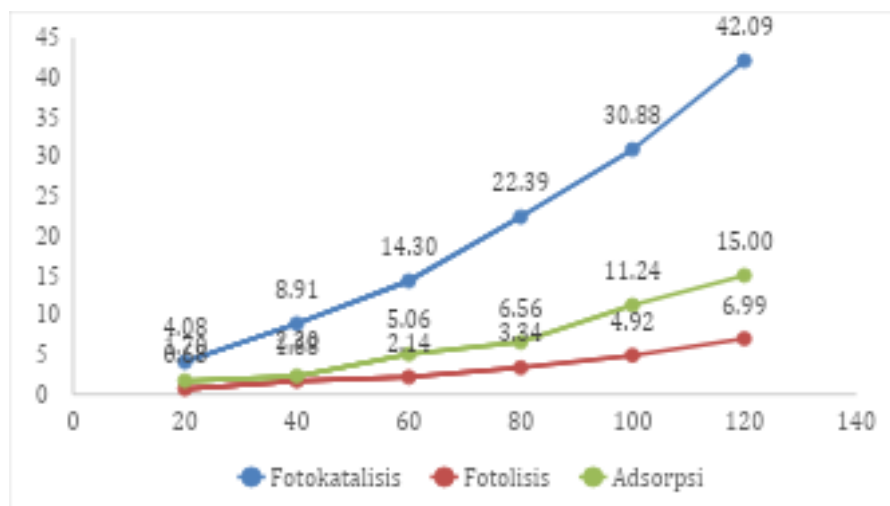
Terdapat *impurities* pada komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan dari sintesis menggunakan ekstrak *sargassum sp.* Muncul puncak difraksi yang tajam pada variasi massa ekstrak 0,50g dan 0,75g. Puncak difraksi yang muncul terlihat pada  $2\theta$  (28,42°; 31,47°; 40,61 dan 48,61°) menandakan adanya kristal KCl (Ismail et al. 2022). Kemunculan KCl tersebut diindikasikan berasal dari garam masih tersisa didalam ekstrak *sargassum sp.*, yang kemudian mengalami proses pemanasan pada suhu tinggi, sehingga membentuk kristal. Semakin banyak ekstrak yang ditambahkan maka jumlah KCl yang terakumulasi ke dalam komposit semakin tinggi dilihat dari puncak difraksi KCl pada variasi massa ekstrak 0,50g dan 0,75g. Sedangkan pada massa ekstrak 0,25g, tidak adanya puncak difraksi dari KCl.

Tujuan dilakukannya karakterisasi UV-DRS ialah untuk melihat perubahan energi celah pita ( $E_g$ ) pada  $\text{TiO}_2$  setelah membentuk komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Hasil spektrum  $\text{TiO}_2$  mengalami pergeseran energi dari 3,26 eV (380nm) menjadi 2,64eV (469nm) setelah membentuk komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Pergeseran tersebut membuktikan bahwa terbentuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  diatas permukaan  $\text{TiO}_2$ .



**Gambar 4.** Spektrum UV-DRS (a)  $\text{TiO}_2$  dan (b)  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$

Adanya  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  memberikan dampak positif yang dapat mempengaruhi sifat  $\text{TiO}_2$ , dikarenakan energi band gap  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 2,1 eV atau setara dengan energi pada cahaya tampak. Sehingga komposit yang terbentuk dapat menyerap energi pada daerah sinar tampak (Norouzi and Nezamzadeh-Ejhi 2020).



**Gambar 5.** Grafik Uji Aktivitas Degradasi

Uji aktivitas Degradasi dilakukan menggunakan lampu halogen. Rhodamin B 10ppm sebanyak 50 mL diiradiasi selama 2 jam dengan penambahan komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebanyak 0,1g. Pengukuran dilakukan setiap 20 menit. Efisiensi degradasi yang diperoleh sebesar 42,09%

## SIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  berhasil terbentuk dengan bantuan senyawa polifenol dari *sargassum sp.* Komposit  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan memiliki ukuran kristal 9,11 nm dan dengan energi band gap 2,64 eV. Efisiensi degradasi yang diperoleh sebesar 42,09%

## DAFTAR RUJUKAN

- Al-Hakkani, Mostafa F., Gamal A. Gouda, and Sedky H. A. Hassan. 2021. "A Review of Green Methods for Phyto-Fabrication of Hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) Nanoparticles and Their Characterization, Properties, and Applications." *Heliyon* 7(1).
- Amir, Mellova, Wayan Sri Agustini, and Qste Fatimah Caesar. 2013. "Analisis Protein, Karbohidrat, Lemak, Dan Pigmen Fikobiliprotein Mikroalga Spirulina Platensis Yang Dikultivasi Pada Media Limbah Cair Pembuatan Tempe." *Jurnal Ilmu Kefarmasian* 6(2):21–29.
- Apopei, Petru, Cezar Catrinescu, Carmen Teodosiu, and Sébastien Royer. 2014. "Mixed-Phase  $\text{TiO}_2$  Photocatalysts: Crystalline Phase Isolation and Reconstruction, Characterization and Photocatalytic Activity In the Oxidation of 4-Chlorophenol From Aqueous Effluents." *Applied Catalysis B: Environmental* 160–161(1):374–82. doi: 10.1016/j.apcatb.2014.05.030.
- Aritonang, Anthoni Batahan, Al Asma, and Ajuk Sapar. 2023. "Synthesis of The Cu ( II ) -Doped  $\text{TiO}_2 / \text{Bi}_2 \text{O}_3$  as a Photocatalyst for Rhodamin B Degradation Under Visible Light Illumination." *Berkala Sainstek* 11(4):216–24. doi: 10.19184/bst.v11i4.39799.
- Arsianti, Ade, Anton Bahtiar, Vincent Kharisma Wangsaputra, Norma Nur Azizah, Wilzar Fachri, Lince Dameria Nadapdap, Ajeng Megawati Fajrin, Hiroki Tanimoto, and Kiyomi Kakiuchi. 2020. "Phytochemical Composition and Evaluation of Marine Algal Sargassum Polycystum for Antioxidant Activity and in Vitro Cytotoxicity on Hela Cells." *Pharmacognosy Journal* 12(1):88–94. doi: 10.5530/pj.2020.12.14.
- Belle, Umberto, Daniela Spini, Barbara Del Curto, Mariapia Pedferri, and Maria Vittoria Diamanti. 2023. "Water-Based Photocatalytic Sol–Gel  $\text{TiO}_2$  Coatings: Synthesis and Durability." *Catalysts* 13(3):494.
- Chairunnisa, Sarah, Ni Made Wartini, Lutfi Suhendra, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Udayana, and Kampus Bukit. 2019. "Pengaruh Suhu Dan Waktu Maserasi Terhadap Karakteristik Ekstrak Daun Bidara ( *Ziziphus Mauritiana* L . ) Sebagai Sumber Saponin." *Jurnal Rekayasa Dan Manajemen Agroindustri* 7(4):551–60.

- Chang, Cheng, Saeed Rad, Lei Gan, Zitao Li, Junfeng Dai, and Asfandyar Shahab. 2023. "Review of the Sol-Gel Method in Preparing Nano TiO<sub>2</sub> for Advanced Oxidation Process." *Nanotechnology Reviews* 12(1). doi: 10.1515/ntrev-2023-0150.
- Dai, Fengwei, Qiuying Zhuang, Ge Huang, Hanzhong Deng, and Xun Zhang. 2023. "Infrared Spectrum Characteristics and Quantification of OH Groups in Coal." *ACS Omega* 8(19):17064–76. doi: 10.1021/acsomega.3c01336.
- Ismail, Shaymaa N., Ehab m. Ali, Bahaa Jawad Alwan, and Ahmed N. Abd. 2022. "Potassium Chloride Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Study the Antimicrobial Applications." *Macromolecular Symposia* 401(1). doi: 10.1002/masy.202100312.
- Jegadeeswaran, P., P. Rajiv, P. Vanathi, Sivaraj Rajeshwari, and Rajendran Venckatesh. 2016. "A Novel Green Technology: Synthesis and Characterization of Ag/TiO<sub>2</sub> Nanocomposites Using Padina Tetrastrumatica (Seaweed) Extract." *Materials Letters* 166:137–39. doi: 10.1016/j.matlet.2015.12.058.
- Jesumani, Valentina, Hong Du, Pengbing Pei, Muhammad Aslam, and Nan Huang. 2020. "Comparative Study on Skin Protection Activity of Polyphenol-Rich Extract and Polysaccharide-Rich Extract from Sargassum Vachellianum." *PLOS ONE* 15(1):1–17. doi: 10.1371/journal.pone.0227308.
- Kang, Xiao Min, Rui Rui Cheng, Hang Xu, Wen Min Wang, and Bin Zhao. 2017. "A Sensitive Luminescent Acetylacetone Probe Based on Zn-MOF with Six-Fold Interpenetration." *Chemistry - A European Journal* 23(54):13289–1329. doi: 10.1002/chem.201702533.
- Khasawneh, Omar Fawzi Suleiman, Puganeshwary Palaniandy, Puganeshwary Palaniandy, Mohsen Ahmadipour, Hossein Mohammadi, and Mohammad Razak Bin Hamdan. 2021. "Removal of Acetaminophen Using Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> nanocomposites by Photocatalysis under Simulated Solar Irradiation: Optimization Study." *Journal of Environmental Chemical Engineering* 9(1):104921. doi: 10.1016/j.jece.2020.104921.
- Malarkodi, C., V. Malik, and S. Uma. 2018. "Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Using Emblica Officinalis Extract and Its Photocatalytic Efficiency." *Mat Sci Ind J* 16(1):125.
- Mohamed, Hanan H., Nuhad A. Alomair, Sultan Akhtar, and Tamer E. Youssef. 2019. "Eco-Friendly Synthesized  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> Heterojunction with Enhanced Visible Light Photocatalytic Activity." *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 382(June):111951. doi: 10.1016/j.jphotochem.2019.111951.
- Nadjia, Laouedj, Elaziouti Abdelkader, and Bekka Ahmed. 2011. "Photodegradation Study of Congo Red in Aqueous Solution Using ZnO/ UV-A: Effect of PH And Band Gap of Other Semiconductor Groups." *Journal of Chemical Engineering & Process Technology* 02(02). doi: 10.4172/2157-7048.1000108.
- Norouzi, Abbas, and Alireza Nezamzadeh-Ejhieh. 2020. "Preparation, Characterization, and Investigation of the Catalytic Property of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZnO Nanoparticles in the Photodegradation and Mineralization of Methylene Blue." *Chemical Physics Letters* 752(April):137587. doi: 10.1016/j.cplett.2020.137587.
- Prasedya, E. S., A. Frediansyah, N. W. R. Martyasari, B. K. Ilhami, A. S. Abidin, H. Padmi, Fahrurrozi, A. B. Juanssilfero, S. Widyastuti, and A. L. Sunarwidhi. 2021. "Effect of Particle Size on Phytochemical Composition and Antioxidant Properties of Sargassum Cristaefolium Ethanol Extract." *Scientific Reports* 11(1):1–9. doi: 10.1038/s41598-021-95769-y.
- Pratiwi, Eka, Harlia Harlia, and Anthoni Batahan Aritonang. 2020. "Sintesis TiO<sub>2</sub> Terdoping Fe<sup>3+</sup> Untuk Degradasi Rhodamin B Secara Fotokatalisis Dengan Bantuan Sinar Tampak." *Positron* 10(1):57. doi: 10.26418/positron.v10i1.37739.
- Sedjati, Sri, Adi Santosa, and Endang Supriyantini dan Ali Ridlo. 2017. "Aktivitas Antioksidan Dan Kandungan Senyawa Fenolik Makroalga Coklat Sargassum Sp." *Jurnal Kelautan Tropis* 20(2):117–23.
- Selpiana, Hanopa, Anthoni Batahan Aritonang, Muhammad Agus Wibowo, Warsidah Warsidah, and Adhitiawarman Adhitiawarman. 2022. "Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>/Kaolinite under Visible Light Illumination." *JKPK (Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia)* 7(3):277. doi: 10.20961/jkpk.v7i3.66567.
- Setyawardhani, Dwi Ardiana, Cindy Mei Saputri, and Nafi'atun Ni'mah. 2021. "Pembuatan Dan

- Uji Organoleptik Hand Sanitizer Dari Daun Mangga (*Mangifera Indica*) Dengan Metode Maserasi.” *Equilibrium Journal of Chemical Engineering* 4(1):1–7. doi: 10.20961/equilibrium.v4i1.42852.
- Sharma, Jyotshana, Shubhangani Sharma, Upma Bhatt, and Vineet Soni. 2022. “Toxic Effects of Rhodamine B on Antioxidant System and Photosynthesis of *Hydrilla Verticillata*.” *Journal of Hazardous Materials Letters* 3(October):100069. doi: 10.1016/j.hazl.2022.100069.
- Simon, Mathew Sanu, Gejo George, Sajna M S, Prakashan V P, Twinkle Anna Jose, Prathibha Vasudevan, A. C. Saritha, P. R. Biju, Cyriac Joseph, and N. V. Unnikrishnan. 2021. “Recent Advancements in Multifunctional Applications of Sol-Gel Derived Polymer Incorporated TiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> Composite Coatings: A Comprehensive Review.” *Applied Surface Science Advances* 6:100173. doi: 10.1016/j.apsadv.2021.100173.
- Svensson, Fredric G., Geoffrey Daniel, Cheuk Wai Tai, Gulaim A. Seisenbaeva, and Vadim G. Kessler. 2020. “Titanium Phosphonate Oxo-Alkoxide ‘Clusters’: Solution Stability and Facile Hydrolytic Transformation into Nano Titania.” *Royal Society of Chemistry* 10(12):6873–83. doi: 10.1039/c9ra10691j.
- Wannapop, Surangkana, Asanee Somdee, and Thiti Bovornratanaraks. 2021. “Experimental Study of Thin Film Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> for Photocatalytic Rhodamine B Degradation.” *Inorganic Chemistry Communications* 128(February):108585. doi: 10.1016/j.inoche.2021.108585.
- Zghari, B., P. Doumenq, A. Romane, and A. Boukir. 2017. “GC-MS, FTIR and <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C NMR Structural Analysis and Identification of Phenolic Compounds in Olive Mill Wastewater Extracted from Oued Oussefrou Effluent (Beni Mellal-Morocco).” *Journal of Materials and Environmental Science* 8(12):4496–4509. doi: 10.26872/jmes.2017.8.12.475.