

**PEMBUATAN ALGINAT SELULOSA XANTAT *BEADS*
SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG FOTOKATALIS TiO₂
DENGAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
ALFI AULIYANA PURNAMA DHEWI
NIM. 16630030**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**PEMBUATAN ALGINAT SELULOSA XANTAT BEADS
SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG FOTOKATALIS TiO₂
DENGAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
ALFI AULIYANA PURNAMA DHEWI
NIM. 16630030**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**PEMBUATAN ALGINAT SELULOSA XANTAT BEADS
SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG FOTOKATALIS TiO_2
DENGAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
ALFI AULIYANA PURNAMA DHEWI
NIM. 16630030**

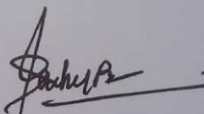
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal 17 Juni 2021

Pembimbing I



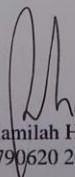
Eny Yulianti, M. Si
NIP. 19760611 200501 006

Pembimbing II



Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004

Mengetahui,
Ketua Program Studi



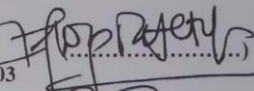
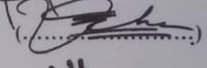
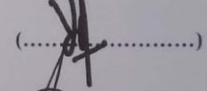
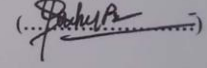
Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP.19790620 200604 2 002

PEMBUATAN ALGINAT SELULOSA XANTAT *BEADS*
SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG FOTOKATALIS TiO_2
DENGAN METODE SONIKASI

SKRIPSI

Oleh:
ALFI AULIYANA PURNAMA DHEWI
NIM. 16630030

Telah Dipertahankan di Depan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal 17 Juni 2021

Penguji Utama	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003	
Ketua Penguji	: Vina Nurul Istighfarini, M.Si LB.63025	
Sekretaris Penguji	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 200312 1 004	

Mengetahui,
Ketua Program Studi


Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Alfi Auliyana Purnama Dhewi

NIM : 16630030

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “ Pembuatan Alginat Selulosa Xantat *Beads* Sebagai Material Pendukung Fotokatalis TiO_2 Dengan Metode Sonikasi”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggung jawabkan sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 17 Juni 2021

Yang Membuat Pernyataan,



Alfi Auliyana Purnama Dhewi
NIM. 16630030

MOTTO

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا ﴿٦﴾

“Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan

فَإِذَا فَرَغْتَ فَانصَبْ ﴿٧﴾

Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain”

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah dengan mengucapkan puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan kesehatan sampai saat ini dan memudahkan dalam penulisan skripsi. Terimakasih untuk diri saya sendiri yang telah berjuang selama ini. Skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua saya ibu Masri'ah dan bapak Imam Syahroni atas segala kasih sayang dan pengorbanannya selama ini. Semoga kalian berdua diberikan kesehatan dan umur yang barokah. Terimakasih untuk segalanya. Love you more.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Alhamdulillah, segala puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pembuatan Alginat Selulosa Xantat *Beads* Sebagai Material Pendukung Fotokatalis TiO₂ Dengan Metode Sonikasi ”**. Sholawat dan salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad Saw. yang telah menunjukkan jalan kebenaran bagi seluruh umat islam. Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak yang telah membantu, memberi bimbingan dan motivasi dalam menyelesaikan skripsi penelitian ini, khususnya kepada:

1. Orang tua penulis, Bapak Imam Syahroni dan Ibu Masri'ah yang senantiasa memberikan do'a dan restunya dalam menuntut ilmu.
2. Ibu Eny Yulianti, M.Si., selaku pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberikan pengarahan, bimbingan, motivasi, saran dan nasehat dalam penyusunan naskah.
3. Bapak Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dalam menyelesaikan penyusunan naskah.
4. Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku konsultan yang telah meluangkan waktu untuk memberikan masukan, saran dan semangat dalam penyusunan naskah.
5. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku penguji utama yang telah memberikan masukan, saran dan pemahaman teori dalam penyusunan naskah.
6. Ibu Elok Kamilah Hayati M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Seluruh dosen dan laboran jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, dan pembelajaran selama di bangku perkuliahan.

8. Teman-teman “*Beads*”, “*Carbon*” kimia 2016, khususnya kimia A terimakasih telah berjuang bersama dan memberikan motivasi serta semangat.
9. Sahabat : Fattika Muzammila, Hidayatul Mufidah, Niswatul Azizah, dan Rizqia Rahmatul Umami terimakasih telah menemani selama perkuliahan, memberikan semangat, motivasi dan dukungan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.

Penulis sadar bahwa dalam penyusunan dan penulisan skripsi ini belum sempurna. Oleh karena itu, penulis mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah wawasan ilmu pengetahuan bagi pembaca. Demikian skripsi ini penulis buat, semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb

Malang, 3 Maret 2020

Penulis

3.4.5.3 Karakterisasi TiO ₂ Alginat/Selulosa Xantat <i>Beads</i> (TiO ₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75) Menggunakan UV-Vis DRS	22
3.4.5.4 Karakterisasi TiO ₂ Alginat/Selulosa Xantat <i>Beads</i> (TiO ₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75) Menggunakan SEM-EDX	23
3.4.6 Uji Aktivitas Fotokatalitik TiO ₂ Alginat/Selulosa Xantat <i>Beads</i> ..	23
3.4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum <i>Methylene Blue</i>	23
3.4.6.2 Pembuatan Kurva Standar	23
3.4.6.3 Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Beads</i> dengan Menggunakan Zat Warna <i>Methylene Blue</i>	23
3.4.7 Analisis Data	24
3.4.7.1 Analisis Data FTIR	24
3.4.7.2 Analisis Data XRD	24
3.4.7.3 Analisis Data UV-Vis DRS	25
3.4.7.4 Analisis Data SEM-EDX	25
3.4.7.5 Analisis Data UV-Vis	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Preparasi Sampel	27
4.2 Ekstraksi Selulosa dan Pembuatan Selulosa Xantat	28
4.3 Pembuatan TiO ₂ /Alginat Selulosa Xantat <i>Beads</i>	31
4.4 Karakterisasi Selulosa dan Selulosa Xantat.....	32
4.5 Karakterisasi Hasil TiO ₂ /Alginat Selulosa Xantat <i>Beads</i> dengan XRD.....	34
4.6 Karakterisasi Hasil TiO ₂ /Alginat Selulosa Xantat <i>Beads</i> dengan UV-Vis DRS.....	36
4.7 Karakterisasi Hasil TiO ₂ /Alginat Selulosa Xantat <i>Beads</i> dengan SEM-EDX	38
4.8 Uji Mikroskop Optik	39
4.9 Uji Aktivitas Fotokatalitik TiO ₂ /Alginat Selulosa Xantat <i>Beads</i> Menggunakan <i>Methylen Blue</i>	40
4.9.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Methylen Blue</i>	40
4.9.2 Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Beads</i> dengan Menggunakan Zat Warna <i>Methylen Blue</i>	40
4.10 Hasil Penelitian dalam Prespektif Isam.....	42
BAB V PENUTUP	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA	46
LAMPIRAN	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Rancangan Penelitian	51
Lampiran 2.	Diagram Alir	52
Lampiran 3.	Pembuatan Larutan.....	59
Lampiran 4.	Perhitungan Rendemen Selulosa.....	66
Lampiran 5.	Hasil Karakterisasi FTIR.....	67
Lampiran 6.	Hasil Karakterisasi XRD.....	69
Lampiran 7.	Contoh Perhitungan <i>Crystalite Size</i>	73
Lampiran 8.	Hasil Analisis DRS	74
Lampiran 9.	Hasil Karakterisasi SEM-EDX	77
Lampiran 10.	Hasil Karakterisasi UV-Vis.....	78
Lampiran 11.	Perhitungan Uji Aktivitas Fotodegradasi	84

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema mekanisme fotokatalik	6
Gambar 2.2	Struktur kristal (a) rutil, (b) anatase, dan (c) brookite.....	8
Gambar 2.3	Energi celah pita dari berbagai fotokatalis.....	8
Gambar 2.4	Pembentukan, pertumbuhan dan pemecahan gelembung pada kavitas akustik.....	9
Gambar 2.5	Struktur molekul selulosa	10
Gambar 2.6	Spektra FTIR dari selulosa, delignifikasi selulosa, serbuk batang jagung murni, <i>bleaching</i> selulosa.....	11
Gambar 2.7	Mekanisme pembentukan selulosa menjadi selulosa xantat	12
Gambar 2.8	Spektra FTIR dari batang jagung murni dan sudah dimodifikasi menjadi selulosa xantat	12
Gambar 2.9	Karakterisasi XRD TiO ₂ , TiO ₂ /CaAlg dan CaAlg.....	15
Gambar 2.10	Hasil analisis UV-Vis DRS (a) Ba/Alginat/CMC (b) Ba/Alginat/CMC/TiO ₂	16
Gambar 2.11	Hasil karakterisasi SEM (a) TiO ₂ <i>beads</i> (b) permukaan TiO ₂ <i>beads</i>	17
Gambar 2.12	Spektrum permukaan <i>beads</i> dengan karakterisasi EDX	17
Gambar 4.1	(a) Serbuk batang jagung setelah penggilingan (b) serbuk batang jagung setelah pengayakan dan pengeringan	28
Gambar 4.2	Mekanisme reaksi pemutusan lignin dan selulosa	29
Gambar 4.3	(a) proses delignifikasi (b) pulp hasil delignifikasi.....	29
Gambar 4.4	(a) pulp setelah <i>bleaching</i> (b) mikroselulosa	30
Gambar 4.5	(a) alkali mikroselulosa (b) selulosa xantat.....	31
Gambar 4.6	Bentuk fisik TiO ₂ /alginat selulosa xantat <i>beads</i> (a) basah (b) kering.....	32
Gambar 4.7	Hasil spektra FTIR serbuk batang jagung, hidrolisis selulosa dan selulosa xantat	33
Gambar 4.8	Difraktogram TiO ₂ /alginat selulosa xantat <i>Beads</i>	34
Gambar 4.9	<i>Crystallite size</i> TiO ₂ /alginat selulosa xantat <i>beads</i> (TiO ₂ =0,25; 0,5 dan 0,75).....	35
Gambar 4.10	Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang TiO ₂ /Alginat selulosa xantat <i>beads</i>	36
Gambar 4.11	Spektra DRS energi celah pita TiO ₂ /alginat selulosa xantat <i>beads</i>	37
Gambar 4.12	Hasil Mikrograf SEM alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂ (a) pembesaran 500X (b) pembesaran 1000X.....	38
Gambar 4.13	Hasil uji mikroskop optik (a) alginat selulosa xantat <i>beads</i> , (b) alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,25 TiO ₂ , (c) alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,5 TiO ₂ dan (d) alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂	39
Gambar 4.14	Panjang gelombang maksimum <i>methylene blue</i>	40
Gambar L.5.1	Gugus fungsi serbuk batang jagung	67
Gambar L.5.2	Gugus fungsi mikroselulosa.....	67
Gambar L.5.3	Gugus fungsi selulosa xantat.....	68
Gambar L.6.1	Difraktogram alginat selulosa xantat <i>beads</i>	69
Gambar L.6.2	Difraktogram alginat selulosa xantat <i>beads</i> -TiO ₂ 0,25	70

Gambar L.6.3	Difraktogram alginat selulosa xantat <i>beads</i> -TiO ₂ 0,5	71
Gambar L.6.4	Difraktogram alginat selulosa xantat <i>beads</i> -TiO ₂ 0,75	72
Gambar L.8.1	Spektra DRS energi celah pita TiO ₂	74
Gambar L.8.2	Spektra DRS energi celah pita alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,25 TiO ₂	74
Gambar L.8.3	Spektra DRS energi celah pita alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,5 TiO ₂	75
Gambar L.8.4	Spektra DRS energi celah pita alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂	76
Gambar L.9.1	Hasil mikrograf SEM alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂ (a) pembesaran 500X (b) pembesaran 1000X.....	77
Gambar L.9.2	Hasil EDX alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂	77

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Data bilangan gelombang (cm^{-1}) serbuk batang jagung, selulosa hasil hidrolisis, dan selulosa xantat	33
Tabel 4.2	<i>Crystallite size</i> TiO_2 /alginat selulosa xantat <i>beads</i> ($\text{TiO}_2=0,25$; 0,5 dan 0,75).....	35
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita dan panjang gelombang dari komposisi berat TiO_2 (0,25; 0,5 dan 0,75) alginat selulosa xantat <i>beads</i>	37
Tabel 4.4	Persen berat unsur dari alginat selulosa xantat <i>beads</i> - 0,75 TiO_2	38
Tabel 4.5	Diameter alginat selulosa xantat <i>beads</i> dan TiO_2 /alginat selulosa xantat <i>beads</i> ($\text{TiO}_2 = 0,25$; 0,5 dan 0,75 gram).....	39
Tabel 4.6	Hasil aktivitas TiO_2 /alginat selulosa xantat <i>beads</i> terhadap <i>methylene blue</i>	41
Tabel L.6.1	Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat <i>beads</i>	69
Tabel L.6.2	Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat <i>beads</i> - TiO_2 0,25.....	70
Tabel L.6.3	Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat <i>beads</i> - TiO_2 0,5.....	71
Tabel L.6.4	Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat <i>beads</i> - TiO_2 0,75.....	72
Tabel L.7.1	Perhitungan <i>crystallite size</i> senyawa alginat selulosa xantat <i>beads</i> - TiO_2 (0,25; 0,5 dan 0,75)	73
Tabel L.11.1	Hasil konsentrasi kontrol <i>methylene blue</i> , absorbansi, konsentrasi fotokatalis dan % degradasi dengan penyinaran lampu UV	84
Tabel L.11.2	Hasil konsentrasi kontrol <i>methylene blue</i> , absorbansi, konsentrasi fotokatalis dan % degradasi tanpa penyinaran lampu UV	86

ABSTRAK

Dhewi, A. A. P. 2021. **Pembuatan Alginat Selulosa Xantat *Beads* Sebagai Material Pendukung Fotokatalis TiO₂ Dengan Metode Sonikasi**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Eny Yulianti M. Si, Pembimbing II : Ahmad Abtokhi, M.Pd.

Kata Kunci: Alginat, *Beads*, Fotokatalis, Selulosa Xantat, TiO₂

Penggunaan titanium dioksida (TiO₂) sebagai material fotokatalis memiliki kelemahan yaitu pemisahan dan pemulihan TiO₂ yang telah menggumpal di dalam air cukup sulit. Sehingga, dibutuhkan material pendukung untuk menangani masalah tersebut. Salah satu material pendukung yang berpeluang digunakan adalah *beads* yang memiliki ukuran makro untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dan pemisahan material dengan polutan lebih mudah. Komposisi yang digunakan dalam pembuatan *beads* berupa alginat dan selulosa xantat hasil modifikasi dari selulosa serbuk batang jagung.

Pembuatan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dilakukan dengan variasi berat TiO₂ 0,25; 0,5; dan 0,75 gram menggunakan metode sonikasi. Metode sonikasi memiliki kelebihan yaitu dapat dilakukan pada suhu rendah dan material yang dihasilkan lebih seragam. Material yang dihasilkan akan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, XRD untuk mengetahui karakteristik kristal, UV-Vis DRS untuk mengetahui serapan panjang gelombang dan energi celah pita, dan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi, topografi dan komposisi unsur.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa selulosa xantat ditandai dengan adanya gugus C=S pada bilangan gelombang 1024 cm⁻¹. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa terdapat puncak khas dari TiO₂ dan CaCO₃. Semakin tinggi berat TiO₂ yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* maka semakin tinggi intensitas puncak khas TiO₂ dari TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*. Reflektansi TiO₂ lebih tinggi dibandingkan dengan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*. Namun, reflektansi TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* relatif berkurang seiring dengan bertambahnya berat TiO₂. Nilai energi celah pita TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* menjadi semakin kecil pada berat 0,75- TiO₂ yaitu 2,86 eV. Semakin bertambahnya berat TiO₂ yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* memiliki kemampuan yang besar dalam mendegradasi *methylene blue*. % degradasi terbesar pada berat 0,75-TiO₂ yaitu 43,97%. Pada alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂ terlihat bintik-bintik putih dan permukaan yang kasar berdasarkan hasil karakterisasi SEM. Hasil karakterisasi EDX menunjukkan bahwa pada alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂ terdapat unsur C, O, Ca, dan Ti.

ABSTRACT

Dhewi, A.A.P. 2021. Preparation of Alginate Cellulose Xanthate Beads as Supporting Material for TiO₂ Photocatalysts Using Sonication Methods. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Eny Yulianti M. Si, Examiner II: Ahmad Abtokhi, M.Pd.

Keywords: Alginate, Beads, Photocatalyst, Cellulose Xanthate, TiO₂

The use of titanium dioxide (TiO₂) as a photocatalyst material has disadvantages, namely separation and recovery of TiO₂ which has coagulated in water quite difficult. Thus, supporting materials are needed to deal with this problem. One of the supporting materials that has the opportunity to be used is beads that have a macro size to increase the photocatalytic activity and make the separation of materials from pollutants easier. The compositions used in the manufacture of beads are alginate and cellulose xanthate modified from cellulose powder from corn stalks.

The preparation of TiO₂/alginate cellulose xanthate beads was carried out with variations in the composition of TiO₂ 0.25; 0.5; and 0.75 grams using the sonication method. The sonication method has the advantage that it can be done at low temperatures and the resulting material is more uniform. The resulting material will be characterized using FTIR to determine functional groups, XRD to determine crystal characteristics, UV-Vis DRS to determine the absorption of wavelength and bandgap energy, and SEM-EDX to determine morphology, topography and elemental composition.

The results showed xanthate cellulose is characterized by the presence of the C=S group at wave number 1024 cm⁻¹. The results of the diffractogram pattern show that there are typical peaks of TiO₂ and CaCO₃. The higher the weight of TiO₂ in the alginate cellulose xanthate beads, the higher the typical peak intensity of TiO₂ from the TiO₂/Alginate cellulose xanthate beads. The reflectance of TiO₂ was higher than that of TiO₂/alginate cellulose xanthate beads. However, the reflectance of TiO₂/alginate cellulose xanthate beads was relatively reduced with increasing TiO₂ weight. The energy value of the TiO₂/alginate cellulose xanthate beads became smaller at a weight of 0.75-TiO₂, namely 2.86 eV. In addition to increasing the weight of TiO₂, which is in the alginate cellulose xanthate beads, it has a great ability to degrade methylene blue. The biggest% degradation in weight 0,75-TiO₂ was 43,97%. The alginate cellulose xanthate beads-0.75 TiO₂ showed white spots and a rough surface based on the results of SEM characterization. The results of EDX characterization showed that the alginate cellulose xanthate beads-0.75 TiO₂ contained elements of C, O, Ca, and Ti.

مستخلص البحث

ديوي، أ. أ. ب. 2021 م. تحضير حبيبات زائحات السليلوز من الألجينات المدعومة TiO_2 باستخدام طريقة الصوتنة مقال، قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانق. المشرفة الأولى: إيني بوليبياتي الماجستير، المشريف الثانية: أحمد أبطاكي الماجستير

الكلمات الأساسية: الجينات، الخرز، باستخدام، زائحات السليلوز، TiO_2

إن استخدام ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) كمادة محفز ضوئي له عيب في فصل واستعادة TiO_2 الذي تختثر في الماء أمر صعب للغاية. وبالتالي، هناك حاجة إلى مواد داعمة للتعامل مع هذه المشكلة. إحدى المواد الداعمة التي لديها فرصة لاستخدامها هي الخرزات ذات الحجم الكبير لزيادة نشاط التحفيز الضوئي وتسهيل فصل المواد عن الملوثات. التركيبات المستخدمة في صناعة الخرز هي الألجينات زائحات والسيلولوز المعدل من مسحوق السليلوز من سيقان الذرة.

تم إجراء تحضير TiO_2 /الألجينات زائحات السليلوز مع اختلافات في تكوين TiO_2 0.25 ، 0.5 ، و 0.75 جرام باستخدام طريقة الصوتنة. تتميز طريقة الصوتنة بأنها يمكن إجراؤها في درجات حرارة منخفضة وتكون المادة الناتجة أكثر اتساقاً. سيتم تمييز المادة الناتجة باستخدام FTIR لتحديد المجموعات الوظيفية ، و XRD لتحديد خصائص الكريستال ، و UV-Vis DRS لتحديد امتصاص الطول الموجي وطاقة فجوة النطاق ، و SEM-EDX لتحديد التشكل والتضاريس والتكوين الأولي.

يتميز زائحات السليلوز بوجود مجموعة $C = S$ عند الموجة رقم 1024 cm^{-1} . تظهر نتائج نمط الحيود وجود قمم نموذجية لثاني أكسيد التيتانيوم و كربونات الكالسيوم. كلما زاد وزن TiO_2 في حبات زائحات السليلوز الجينات ، زادت كثافة الذروة النموذجية ل TiO_2 من حبات زائحات السليلوز TiO_2 /الألجينات. كان انعكاس TiO_2 أعلى من انعكاس TiO_2 /الألجينات زائحات السليلوز. ومع ذلك ، فإن انعكاس TiO_2 /الألجينات زائحات السليلوز حبات انخفاض نسبياً مع زيادة وزن TiO_2 . أصبحت قيمة الطاقة ل TiO_2 /الألجينات زائحات السليلوز أصغر بوزن TiO_2 -0.75 ، أي 2.86 فولت. بالإضافة إلى زيادة وزن TiO_2 ، الموجود في خرزات السليلوز السليلوزية ، لديها قدرة كبيرة على تحلل الميثيلين الأزرق. أكبر انحلال في الوزن TiO_2 -750 كان 43.97%. أظهرت حبات زئحات السليلوز TiO_2 -0.75 بقعاً بيضاء و سطحاً خشناً بناءً على نتائج توصيف SEM. أظهرت نتائج توصيف EDX أن حبات الألجينات زائحات السليلوز TiO_2 -0.75 تحتوي على عناصر C و O و Ca و Ti.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri di Indonesia semakin berkembang pesat sehingga meningkatkan jumlah limbah organik yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Hal tersebut dapat diminimalisir dengan berbagai metode seperti biodegradasi, koagulasi, flokulasi, adsorpsi dan fotokatalis. Fotokatalis merupakan metode yang memanfaatkan cahaya dan katalis untuk mempercepat reaksi. Material fotokatalis dapat digunakan untuk membantu proses degradasi senyawa organik, pemurnian air, dan pengolahan limbah untuk menanggulangi pencemaran lingkungan. Material fotokatalis yang digunakan adalah material semikonduktor, salah satunya adalah TiO_2 karena *inert*, mampu menyerap cahaya matahari dan aktivitas fotokatalitik yang efektif (Gjipalaj dan Alessandri, 2017). Namun, fotokatalis TiO_2 tidak dapat bekerja secara optimal karena pemisahan dan pemulihan TiO_2 yang telah menggumpal didalam air cukup sulit. Sehingga untuk membuat TiO_2 bekerja secara optimal maka TiO_2 membutuhkan suatu material pendukung berupa partikel yang berukuran makro seperti *beads* agar dapat meningkatkan aktivitas fotokatalik dan pemisahan material dengan polutan lebih mudah (Gjipalaj dan Alessandri, 2017).

Beads digunakan sebagai material pendukung karena memiliki stabilitas mekanik yang baik, dapat mudah tersebar pada larutan yang tercemar karena bentuknya yang seperti mutiara, relatif tidak mudah rusak, mudah dipisahkan dan dipulihkan dari polutan, mudah disiapkan, digunakan kembali dalam proses fotokatalitik. Penggunaan ulang *beads* memiliki potensi yang baik untuk

penghilangan warna. Penghilangan pewarna dari siklus satu ke siklus sepuluh masih lebih tinggi dari 85% (Gjipalaj dan Alessandri, 2017). Menurut (Isik, dkk., 2019) penggunaan kembali *beads* dapat menunjukkan hasil yang efisien untuk penghilangan warna dan tetap dalam kondisi stabil setelah dilakukan sampai lima siklus berturut-turut.

Komposisi yang digunakan dalam pembuatan *beads* adalah alginat dan selulosa xantat. Alginat dipilih sebagai material pembuatan *beads* karena sifatnya pembentuk gel dan biokompatibilitas (Nörnberg, dkk., 2019). Namun, alginat memiliki stabilitas yang rendah sehingga perlu dikompositkan dengan selulosa xantat yang memiliki stabilitas yang tinggi. Stabilitas yang tinggi tersebut membuat selulosa xantat semakin kristalin sehingga dapat mempermudah pembuatan *beads* (Puspitasari, dkk., 2017). Selulosa xantat memiliki karakteristik tidak mudah terbakar dan pembuatannya dapat dilakukan secara langsung tanpa mengalami isolasi (Gericke, dkk., 2013). Pada penelitian ini selulosa xantat merupakan hasil modifikasi dari selulosa limbah batang jagung.

Selulosa dari limbah batang jagung memberikan peluang untuk dimanfaatkan sebagai *cellulose beads* karena kandungan selulosa yang tinggi yaitu sebesar 42,6% (Sarkar, dkk., 2012). Menurut Suvachittanont dan Pookingdao (2013) isolasi *cellulose beads* dari batang jagung menggunakan NaOH 10% menghasilkan kristalinitas sebesar 76,02%. Pemanfaatan selulosa sebagai *beads* dapat menanggulangi limbah pertanian dan dapat bernilai ekonomis. Hal ini telah disebutkan dalam firman Allah dalam Q.S Ali Imran ayat 191 berikut:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَرُغُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا بَطِيْلًا سُبْحٰنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya : “(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”.

Ghofar E.M (2003) pada kalimat *فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ* Allah menciptakan sesuatu yang dapat dijangkau oleh indra manusia (langit dan bumi) baik berupa komet, bintang-bintang, daratan dan lautan, pegunungan dan pepohonan, tumbuh-tumbuhan, tanaman, buah-buahan, binatang, barang tambang, serta berbagai macam warna dan aneka ragam makanan dan bebauan sebagai tanda kekuasaannya. Menurut Ad-Dimasyqi (2000) pada kalimat *مَا خَلَقْتَ هٰذَا بَطِيْلًا سُبْحٰنَكَ* menjelaskan bahwa tidak sekali-kali Allah menciptakan dengan sia-sia tetapi dengan baik dan benar agar manusia dapat memikirkan segala sesuatu yang telah Allah ciptakan untuk dipelajarinya. Seperti halnya pengolahan limbah batang jagung yang dimanfaatkan sebagai *cellulose beads*.

Berdasarkan latar belakang tersebut, pembuatan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* perlu dikembangkan dengan variasi penambahan TiO₂ untuk mengetahui berat terbaik TiO₂ yang akan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi pada serbuk batang jagung, selulosa, dan selulosa xantat, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui karakteristik kristal TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*, UV-Vis DRS untuk mengetahui serapan panjang gelombang dan energi celah pita TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*, *Scanning Electronic Microscopy-Energy*

Dispersive X-ray (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi, topografi permukaan dan komposisi unsur yang terbaik TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*, serta pengujian fotodegradasi TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* menggunakan zat warna *methylene blue* untuk mengetahui aktivitas fotodegradasi terbaik dari variasi TiO₂.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- a. Bagaimana karakteristik kristal, serapan panjang gelombang, nilai energi celah pita dan aktivitas fotokatalis alginat selulosa xantat *beads* sebagai material pendukung TiO₂ dengan menggunakan metode sonikasi pada variasi berat TiO₂ 0,25; 0,5; dan 0,75 gram?
- b. Bagaimana morfologi, topografi permukaan, dan komposisi unsur TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang terbaik?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Untuk mengetahui karakteristik kristal, serapan panjang gelombang, nilai energi celah pita, dan aktivitas fotokatalis alginat selulosa xantat *beads* sebagai material pendukung TiO₂ dengan menggunakan metode sonikasi pada variasi berat TiO₂ 0,25; 0,5; dan 0,75 gram.
- b. Untuk mengetahui morfologi, topografi, dan komposisi unsur TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang terbaik.

1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini dapat dibatasi dengan :

- a. Limbah batang jagung yang digunakan berasal dari Tulungagung.
- b. Selulosa batang jagung dimodifikasi menjadi selulosa xantat.
- c. Komposisi dari alginat:selulosa xantat yang digunakan adalah 1:3 dengan variasi TiO_2 0,25; 0,5; dan 0,75 gram.
- d. Metode pembuatan TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* menggunakan metode sonikasi.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan:

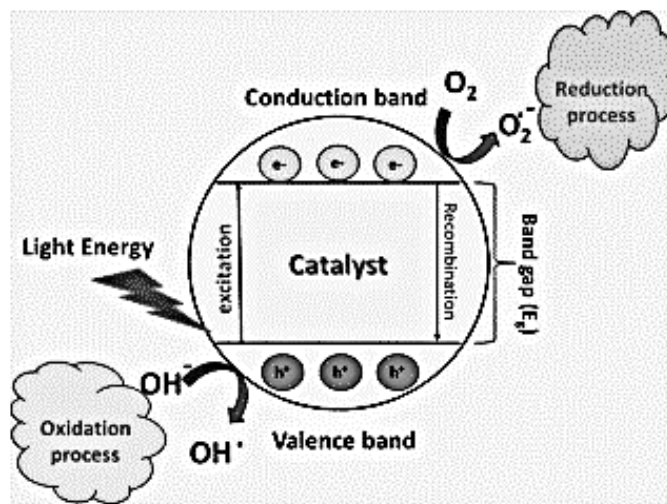
- a. Dapat mengurangi limbah batang jagung dengan memanfaatkan kandungan selulosa dan memodifikasinya menjadi selulosa xantat yang berfungsi sebagai komposit dalam pembuatan *beads*.
- b. Dapat memberikan pengetahuan pengaruh penambahan TiO_2 pada pembuatan *beads* yang dapat diaplikasikan sebagai fotodegradator.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor Titanium Dioksida (TiO_2) sebagai Material Fotokatalis

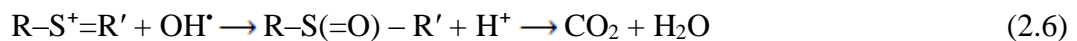
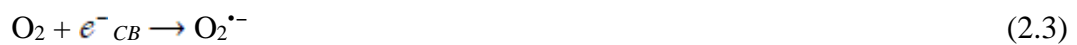
Fotokatalis merupakan suatu proses perubahan kimia yang membutuhkan bantuan cahaya dan katalis yang dalam reaksinya melibatkan pasangan elektron-*hole*. Salah satu material yang dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis adalah material semikonduktor. Material semikonduktor memiliki energi celah pita yaitu energi yang digunakan untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Mekanisme perpindahan elektron dan terbentuknya *hole* ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Skema mekanisme fotokatalitik (Khan, dkk., 2017).

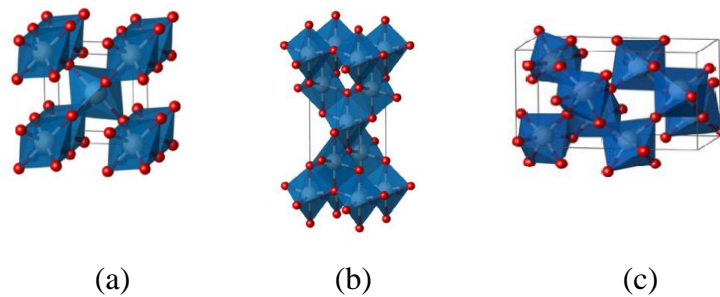
Proses eksitasi ini terjadi ketika sebuah foton yang memiliki energi $h\nu$ yang sama atau melebihi energi celah pita dari semikonduktor maka elektron dari

pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi menghasilkan pasangan elektron-*hole*. Pasangan elektron-*hole* yang dihasilkan sebagian besar akan berekombinasi kembali, sebagian lainnya akan bertahan sampai pada permukaan semikonduktor dan akan mengalami reaksi reduksi-oksidasi terhadap molekul pada permukaan material fotokatalis yang teradsorpsi (Sutanto dan Wibowo, 2015). *Hole* yang tertinggal pada pita valensi semikonduktor dapat mengoksidasi molekul donor dan bereaksi dengan molekul air (H₂O) menghasilkan radikal hidroksil (OH) yang memiliki kekuatan oksidasi kuat sebagai pendegradasi. Radikal hidroksil akan mendegradasi polutan senyawa organik yang teruarai menjadi karbon dioksida dan air. Elektron yang berada pada pita konduksi dapat mereduksi oksigen (O₂) untuk membentuk ion superoksida. Elektron-elektron ini menyebabkan terjadinya reaksi redoks (Khan, dkk., 2017). Mekanisme reaksi material fotokatalis ditunjukkan pada persamaan 2.1-2.6 (Mehmood, dkk., 2020).

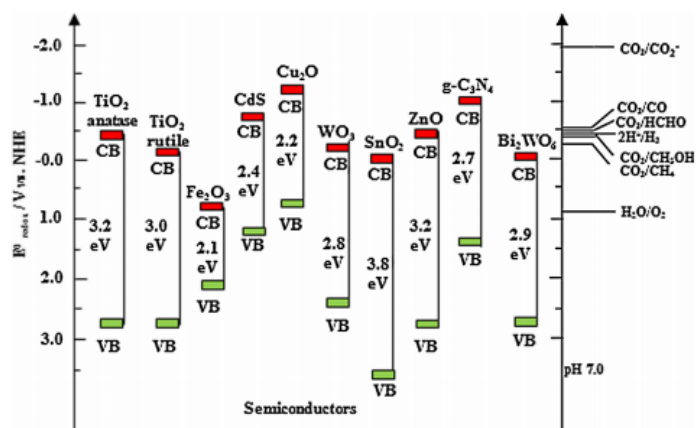


TiO₂ merupakan material semikonduktor dengan ketersediaan yang melimpah, biaya yang rendah, *inert*, tidak beracun dan ramah lingkungan (Gjipalaj dan Alessandri, 2017). TiO₂ memiliki kompatibilitas yang baik dengan alginat karena adanya banyak gugus hidroksil pada TiO₂ yang membentuk ikatan

hidrogen dengan gugus hidroksil dalam alginat (Urruela-Barrios, dkk., 2019). Semikonduktor TiO_2 memiliki tiga struktur kristal yaitu anatase, rutil, dan brokit seperti Gambar 2.2. TiO_2 anatase memiliki luas permukaan yang lebih besar, serta stabilitas dan aktivitas anatase lebih tinggi daripada rutil (Ola dan Maroto-Valer, 2015). TiO_2 anatase memiliki energi celah pita lebih besar 3,2 eV dibandingkan dengan rutil 3,0 eV sehingga memiliki kinerja fotokatalitik yang tinggi. Hal ini berkaitan dengan tingkat radikal yang teradsorpsi lebih tinggi pada permukaan anatase (Hanaor dan Sorrell, 2011).



Gambar 2.2 Struktur kristal (a) rutil, (b) anatase, dan (c) brookite (Landmann, dkk., 2012).

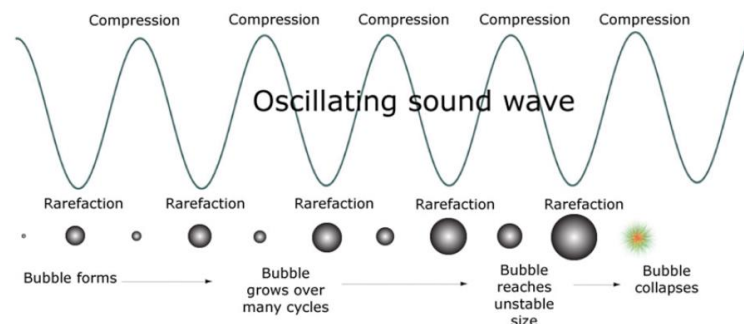


Gambar 2.3 Energi celah pita dari berbagai material fotokatalis (Ola dan Maroto-Valer, 2015).

2.2 Metode Sonikasi

Metode sonikasi merupakan metode yang menggunakan gelombang ultrasonik dalam proses kimia dengan cairan sebagai mediumnya. Spektrum ultrasonik biasanya memiliki frekuensi sekitar 20 kHz – 1 MHz. Efek dari ultrasonik adalah kavitasi akustik yang dapat menyebabkan pembentukan, pertumbuhan dan pecahnya gelembung mikro dalam larutan. Pecahnya gelembung didalam cairan dapat menghasilkan energi yang besar perubahan dari energi kinetik gerakan cairan sehingga dapat melepaskan panas. Hal tersebut diakibatkan karena peningkatan suhu dan tekanan yang signifikan (Leong, dkk., 2011; Patel, dkk., 2010).

Kavitasi akustik merupakan proses dimana aktivasi mekanis menghancurkan gaya tarik molekul dalam cairan. Pada tekanan tinggi, akan terbentuk gelembung yang saling tarik-menarik. Gelembung tersebut akan mengembang pada setiap siklus gelombang ultrasonik yang diberikan hingga mencapai ukuran yang tidak stabil dan kemudian gelembung akan pecah sebagaimana Gambar 2.4 (Patel, dkk., 2010).



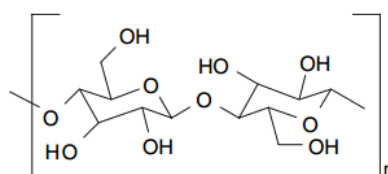
Gambar 2.4 Pembentukan, pertumbuhan dan pemecahan gelembung pada kavitasi akustik (Leong, dkk.,2011).

Metode sonikasi dapat menghasilkan material berukuran lebih kecil dan luas permukaan yang tinggi (Ningsih, 2016). Selain itu, metode ini lebih cepat, hemat biaya, dan menghasilkan distribusi ukuran partikel yang seragam (Awati, dkk., 2003).

2.3 Selulosa Batang Jagung

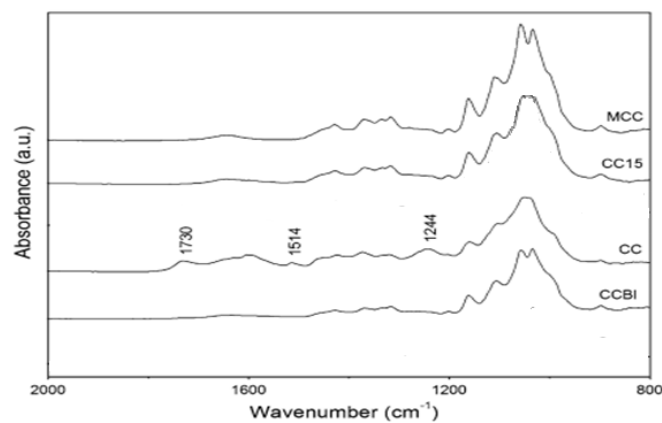
Batang jagung merupakan limbah pertanian yang dapat berdampak buruk terhadap lingkungan. Pemanfaatan batang jagung dapat dilakukan dengan mengisolasi batang jagung sebagai sumber alternatif selulosa karena batang jagung memiliki kadar selulosa yang tinggi (Lestari, dkk., 2012). Menurut Boufi dan Chaker (2016) limbah batang jagung sebelum dilakukan delignifikasi mengandung selulosa 38%, hemiselulosa 32%, lignin 19%, abu 7% dan *extractible* 4% sedangkan kandungan selulosa batang jagung hasil delignifikasi mencapai 69%, hemiselulosa 31% dan lignin 0%. Kandungan selulosa pada batang jagung yang tinggi dapat dimanfaatkan sebagai material pembuatan *beads*.

Selulosa merupakan polisakarida golongan karbohidrat yang biokompatibel dan tidak larut dalam air (Nörnberg, dkk., 2019). Selulosa memiliki rantai panjang yang terdiri dari unit b-D-glukopinarosa bergabung dengan b-1,4 glikosidik seperti pada Gambar 2.5 (Hokkanen, dkk., 2016).



Gambar 2.5 Struktur molekul selulosa (Eichhorn, dkk., 2010).

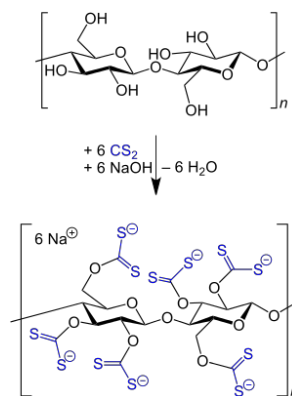
Selulosa murni memiliki puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3340 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus $-\text{OH}$, 2898 cm^{-1} adanya gugus *stretching* gugus $-\text{CH}_2$, 1429 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi *bending* dari CH_2 , 1201 cm^{-1} mengindikasikan gugus OH *bending*, 1161 cm^{-1} mengindikasikan gugus C-O-C , dan 898 cm^{-1} mengindikasikan β -glikosidik. Lignin memiliki pita serapan antara 1500-1600 cm^{-1} yang menunjukkan cincin aromatik ($\text{C}=\text{C}$ *stretching*). Pada spektra tersebut lignin terjadi penyerapan pada daerah 1514 cm^{-1} dan 1604 cm^{-1} . Pita serapan C-O-C dari eter aromatik menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang 1244 cm^{-1} . Hemiselulosa memiliki pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1730 cm^{-1} (C-O *stretching*) (Rehman, dkk., 2013).



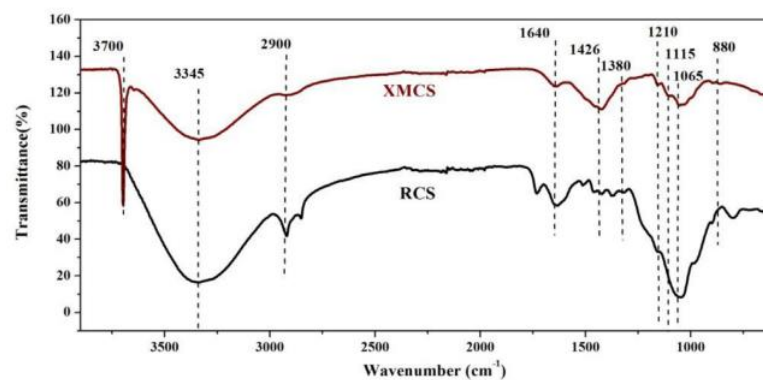
Gambar 2.6 Spektra FTIR dari selulosa, delignifikasi selulosa, serbuk batang jagung murni, *bleaching* selulosa (Rehman, dkk., 2013).

Selulosa dapat dimodifikasi menjadi selulosa xantat yaitu dengan melarutkan selulosa dan mengganti gugus $-\text{OH}$ dengan karbon disulfida (CS_2). Menurut (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013) dan (Wang, dkk., 2012) larutan

viskosa dihasilkan dari karbon disulfida dan NaOH 6% yang direaksikan dengan selulosa. Larutan viskosa tersebut menghasilkan viskositas yang tinggi sebesar 2,3-2,5 Pa.s (Wang, dkk., 2012) dan 0,024 Pa.s. (Puspitasari, dkk., 2017). Reaksi pembentukan selulosa menjadi selulosa xantat ditunjukkan pada Gambar 2.7. Selulosa batang jagung yang dimodifikasi dengan CS₂ memiliki bilangan gelombang 1115 cm⁻¹ yang merupakan bilangan gelombang khas yang dimiliki oleh gugus O-C(=S)-S- (Zheng dan Meng, 2015).



Gambar 2.7 Mekanisme pembentukan selulosa menjadi selulosa xantat (Wang, dkk., 2012).



Gambar 2.8 Spektra FTIR dari batang jagung murni dan sudah dimodifikasi menjadi selulosa xantat (Zheng dan Meng, 2015).

2.4 Sodium Alginat

Sodium alginat merupakan koloid yang terbentuk secara alami dengan rantai acak yang tak bercabang lurus α -1-guluronat dan residu β -d-mannuronat. Alginat mengandung gugus hidroksil $-OH$ dan karboksil $-COOH$ yang memungkinkan membentuk ikatan hidrogen (Fernando, dkk., 2020). Sodium alginat bersifat hidrofilik, melimpah, dan memiliki gugus karboksilat yang dapat digunakan sebagai pengikat (Sönmez, dkk., 2016).

Sodium alginat dapat menyebabkan terjadinya ikatan silang dengan ion Ca^{2+} dari agen porogen (Yulianti, dkk., 2016). Menurut Dalponte, dkk., (2019) bahwa *beads* mengembang dengan baik karena adanya $CaCO_3$. Pada penelitian yang dilakukan (Choi, dkk., (2002) dalam pembuatan *beads* menggunakan porogen $CaCO_3$ menghasilkan *beads* yang lebih halus, luas permukaan besar, serta diameter dan volume pori lebih besar (Mane, 2016).

Sodium alginat akan membentuk gel yang lebih kuat dengan adanya *crosslink* berupa $CaCl_2$ yang memiliki kation divalen Ca^{2+} . $CaCl_2$ dapat membentuk gel pada sodium alginat karena lebih stabil, bioadhesif dan *beads* yang dihasilkan berbentuk bulat (Ibrahim, dkk., 2014). Alginat yang memiliki ion blok residu guluronat ($-COO$) akan berinteraksi dengan kation divalen (Ca^{2+}) menghasilkan “*egg box*” (Bajpai dan Sharma, 2004). Adanya *crosslink* dapat mengurangi rusaknya *beads* saat dilarutkan dan *beads* yang dihasilkan tidak saling menyatu ketika dicetak (Yulianti, dkk., 2016).

سُبْحٰنَ الَّذِيْ خَلَقَ الْاَزْوَاجَ كُلَّهَا مِمَّا تُثْبِتُ الْاَرْضُ وَمِنْ اَنْفُسِهِمْ وَمِمَّا لَا يَعْلَمُوْنَ ﴿٣٦﴾

Artinya : “Maha Suci Tuhan yang telah menciptakan pasangan-pasangan semuanya, baik dari apa yang ditumbuhkan oleh bumi dan dari diri mereka maupun dari apa yang tidak mereka ketahui (Q.S Yasin:36).

Berdasarkan ayat tersebut istilah dari berpasangan biasanya merujuk pada laki-laki dan perempuan. Namun kalimat “apa yang tidak mereka ketahui” memiliki arti yang luas pada ayat ini yang merujuk pada benda-benda, binatang, buah-buahan, dan tumbuhan (Ghofar E.M, 2003). Paul Dirac mengungkapkan bahwa materi itu diciptakan berpasangan dengan lawan jenisnya yaitu anti materi, misalnya sebuah atom memiliki elektron yang bermuatan negatif dan proton bermuatan positif. Apabila atom kehilangan elektron bebas maka akan bermuatan positif sebaliknya apabila atom menerima elektron bebas maka akan bermuatan negatif. Ion-ion tersebut cenderung mencari pasangannya untuk berikatan agar menjadi lebih stabil (Khoiri, 2018).

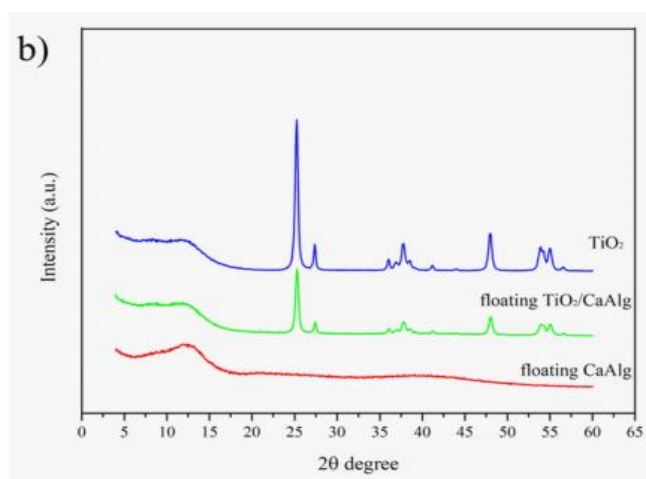
وَهُوَ الَّذِي خَلَقَ اللَّيْلَ وَالنَّهَارَ وَالشَّمْسَ وَالْقَمَرَ كُلٌّ فِي فَلَكٍ يَسْبَحُونَ ﴿٣٣﴾

Artinya : “Dan Dialah yang telah menciptakan malam dan siang, matahari dan bulan. Masing-masing dari keduanya itu beredar di dalam garis edarnya (Q.S Al-Anbiya’:33).

Ayat tersebut menjelaskan bahwa bintang-bintang yang diam dan beredar pada malam hari maupun siang hari. Beredar mengelilingi matahari didalam garis edarnya secara sempurna satu hari satu malam. Hal ini berkaitan dengan pergerakan atom yang bergerak mengelilingi inti atom seperti halnya bintang atau planet lain yang bergerak mengelilingi matahari (Ghofar E.M, 2003). Atom terdiri dari inti atom yang bermuatan positif dan dikelilingi elektron-elektron yang bermuatan negatif. Kedua muatan tersebut saling tarik-menarik satu sama lain sampai tercapai pada keadaan yang stabil. Begitu pula interaksi antara alginat yang memiliki ion blok residu guluronat ($-COO^-$) yang berinteraksi dengan kation divalen berupa Ca^{2+} membentuk jaringan tiga dimensi.

2.5 *Beads* Sebagai Material Pendukung

Beads merupakan mikrokapsul bulat berukuran 0,5 sampai 2 mm, berbentuk tiga dimensi, bersifat hidrofilik dan polimer pembentuknya mampu menyerap air (Khazaeli, dkk., 2010; Patil, dkk., 2010). *Beads* memiliki struktur yang berpori, luas permukaan yang besar, kekuatan mekanik yang tinggi, serta distribusi ukuran partikel yang seragam (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013).

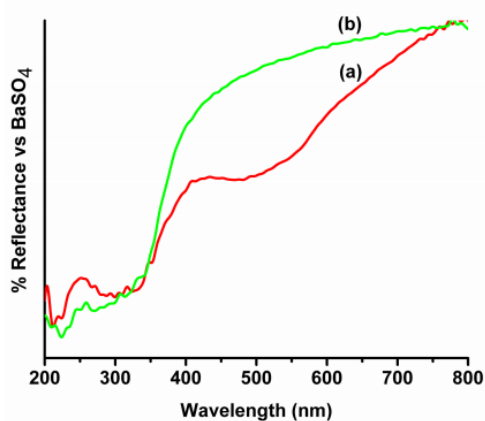


Gambar 2.9 Karakterisasi XRD TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{CaAlg}$ dan CaAlg (Dalponte, dkk., 2019).

Pembuatan *beads* dapat dilakukan dengan berbagai metode yaitu pemisahan fase koaservasi, semprot kering dan pengeringan beku, *suspense* udara, metode penguapan pelarut, dan metode gelasi ionik. Pada umumnya pembuatan *beads* dilakukan dengan metode gelasi ionik menggunakan teknik *dropping*. Prinsip metode gelasi ionik adalah pembentukan partikel dengan struktur intramolekul tiga dimensi oleh adanya interaksi antara muatan positif dari biopolimer gugus amino dan muatan negatif dari polianionik (Mardliyati, dkk., 2012). Metode gelasi ionik digunakan karena memiliki kelebihan yaitu mudah, murah, dan efektif

(Puspitasari, dkk., 2017). Teknik *dropping* dilakukan dengan meneteskan larutan polisakarida ke dalam *crosslinker* melalui lubang kecil seperti jarum suntik (Gericke, dkk., 2013).

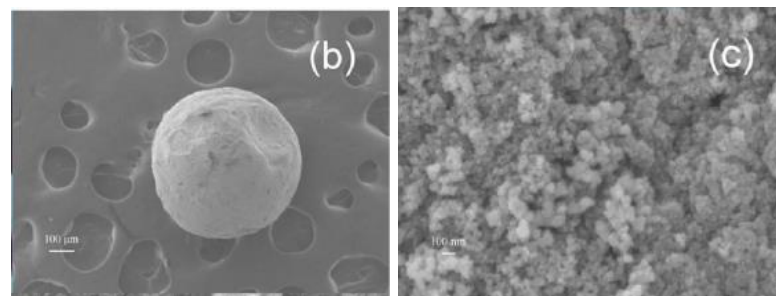
Berdasarkan hasil karakterisasi XRD dari penelitian yang dilakukan (Dalponte, dkk., 2019) pada Gambar 2.9 puncak difraksi TiO_2 anatase murni muncul pada 2θ 25,42; 27,81; 36,28; 37,97; 41,42; 48,21; 53,97; dan 55,35 sesuai dengan JCPDS No. 83.2243. Hasil difraksi pada $\text{TiO}_2/\text{CaAlg}$ mengalami penurunan intensitas karena TiO_2 yang sudah tercampur dengan larutan natrium alginat dan CaCO_3 . Difraksi CaAlg tidak mempengaruhi bentuk kristal karena tidak adanya TiO_2 .



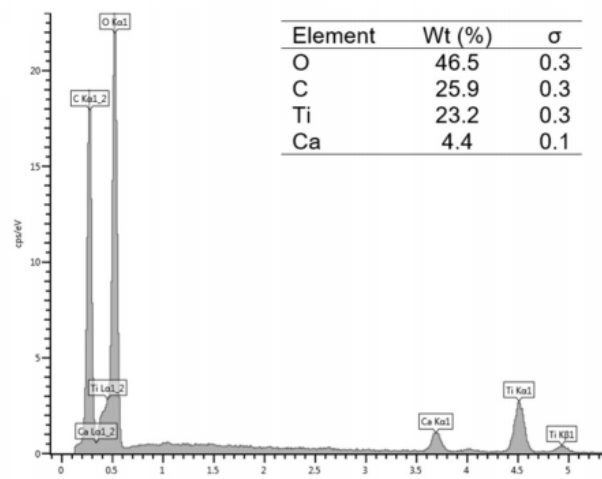
Gambar 2.10 Hasil analisis UV-Vis DRS (a) Ba/Alginat/CMC (b) Ba/Alginat/CMC/ TiO_2 (Thomas, dkk., 2016).

Analisis UV-Vis DRS menjelaskan tentang interaksi antara bahan katalis dengan foton. Analisis UV-Vis DRS pada Gambar 2.10 menunjukkan bahwa dengan adanya penambahan TiO_2 dapat menyerap sinar pada daerah sinar tampak yang disebabkan oleh transisi celah pita sehingga Ba/Alg/CMC/ TiO_2 cocok untuk

aktivitas fotokatalitik. Energi celah pita yang dihasilkan pada Ba/Alg/CMC sebesar 2,38 eV dengan serapan panjang gelombang 520 nm dan Ba/Alg/CMC/TiO₂ sebesar 2,92 eV dengan serapan panjang gelombang 424 nm (Thomas, dkk., 2016).



Gambar 2.11 Hasil karakterisasi SEM (a) TiO₂ beads (b) permukaan TiO₂ beads (Wu, dkk., 2012).



Gambar 2.12 Spektrum permukaan beads dengan karakterisasi EDX (Dalponte, dkk., 2019).

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM pada Gambar 2.11 menunjukkan bahwa beads yang dihasilkan berbentuk bulat, memiliki permukaan yang kasar

dan banyak pori (Wu, dkk., 2012). Hasil karakterisasi EDX menunjukkan adanya karbon (C) dari polimer alginat, oksigen (O) dari polimer alginat dan TiO_2 , kalsium (Ca) dari ikatan silang antara natrium alginat, dan Ti (titanium) dari permukaan TiO_2 /alginat yang ditunjukkan pada Gambar 2.12 (Dalponte, dkk., 2019).

TiO_2 yang terperangkap dalam *beads* dapat mendegradasi sebesar 30% pada kondisi basa (pH 9) dengan konsentrasi awal pewarna 20 mol/L (Dalponte, dkk., 2016). Sedangkan menurut (Lam, dkk., 2017) TiO_2 *beads* dapat mendegradasi *methylene blue* sebesar 9% tanpa adanya sinar UV dan 23% dengan adanya sinar UV. Pada penelitian yang dilakukan (Mallakpour, dkk., 2019) penyerapan *methylene blue* di bawah sinar UV sebesar 40% lebih tinggi dari tanpa sinar UV 28% dengan konsentrasi *methylene blue* 10 ppm.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada tanggal 1 juli-7 Desember 2020 di Laboratorium Kimia Fisik Edukasi Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, oven, seperangkat alat *reflux*, desikator, *hot plate*, kertas pH, timbangan analitik, termometer, kertas saring, *aluminium foil*, *syringe*, *magnetic stirrer*, fotoreaktor, FTIR, XRD, UV-Vis DRS, SEM-EDX, dan UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah batang jagung yang berasal dari Tulungagung, natrium hidroksida (NaOH) *p.a*, natrium klorit (NaClO_2) *p.a*, asam klorida (HCl) 37% *p.a*, karbon disulfida (CS_2), natrium alginat ($\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_6\text{Na}$)_n, serbuk titanium dioksida (TiO_2) anatase, kalsium karbonat (CaCO_3) *p.a*, asam asetat (CH_3COOH) *p.a*, kalsium diklorida (CaCl_2) *p.a*, akuademin, dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

- a. Preparasi limbah batang jagung sebagai sampel.
- b. Ekstraksi selulosa dari serbuk batang jagung.

- c. Hidrolisis selulosa menjadi mikroselulosa.
- d. Modifikasi selulosa menjadi selulosa xantat.
- e. Pembuatan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dengan alginat:selulosa xantat 1:3 dan variasi berat TiO₂ 0,25; 0,5; dan 0,75 gram.
- f. Uji fotodegradasi.
- g. Karakterisasi dan identifikasi.
- h. Analisa data.

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel

Limbah batang jagung dibersihkan selanjutnya dikeringkan di bawah sinar matahari. Sampel yang sudah kering digiling sampai halus kemudian diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Sampel dioven pada suhu 90°C selama 24 jam. Sampel yang dihasilkan berupa serbuk yang akan dikarakterisasi menggunakan FTIR (Latifah, dkk., 2019).

3.4.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Batang jagung yang sudah menjadi serbuk diambil 50 gram dan direndam dengan 1000 mL NaOH 10% selama 90 menit pada suhu 80°C. *Pulp* yang dihasilkan kemudian dicuci dengan akuades sampai pH netral dan diperas. Selanjutnya ditambahkan 200 mL NaClO₂ 1% dan ditambahkan CH₃COOH 10% tetes-pertetes sampai pH 5 selama 1 jam pada suhu 75°C. Kemudian dicuci dengan akuades sampai pH netral dan diperas. Selulosa *pulp* yang dihasilkan dihidrolisis dengan HCl 5% (1:20) selama 1 jam pada suhu 90°C dan dihasilkan *microfiber*-

terdispersi (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013). Sampel yang dihasilkan dari proses ekstraksi diidentifikasi dan dikarakterisasi dengan FTIR.

3.4.3 Pembuatan Selulosa Xantat

Selulosa 5 gram ditambahkan dalam 40 mL NaOH 20% selama 3 jam. Kemudian diperas dan didiamkan selama 60 jam pada suhu kamar untuk *aging*. Selulosa yang diperoleh direaksikan dengan 2,5 mL CS₂ dan 30 mL NaOH 6% dalam *shaker* dengan kecepatan 150 rpm selama 3 jam untuk didapatkan selulosa xantat (Wang, dkk., 2012). Selulosa xantat yang dihasilkan diidentifikasi dan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

3.4.4 Pembuatan TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads*

Serbuk TiO₂ dengan variasi berat (0,25; 0,5; dan 0,75 gram) diaduk dalam 50 ml akuademin selama 30 menit (Sarkar, dkk., 2015) dan disonikasi selama 1 jam (Dalponte, dkk., 2019). Setelah itu, ditambahkan natrium alginat dan selulosa xantat dengan perbandingan 1:3 diaduk selama 1 jam dan disonikasi selama 10 menit (Mallakpour, dkk., 2019). Kemudian ditambahkan porogen CaCO₃ 0,5 gram. Larutan diaduk kembali selama 1 jam dan disonikasi selama 30 menit (Dalponte, dkk., 2019). Setelah itu, larutan tersebut diteteskan menggunakan *syringe* ke dalam 50 mL CaCl₂ 3% dan didiamkan selama 24 jam.

TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang terbentuk disaring dan direaksikan dalam 1 mmol/L HCl dengan perbandingan 1:8. Kemudian *dishaker* pada kecepatan 150 rpm selama 45 menit. TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang dihasilkan dicuci sampai pH netral dengan aquademin. TiO₂/alginat selulosa

xantat *beads* basah yang dihasilkan dikeringkan pada suhu 37°C selama 4 jam (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013).

3.4.5 Karakterisasi Sampel TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75)

3.4.5.1 Karakterisasi TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75) Menggunakan FTIR

Sampel dihaluskan 5 mg dan dicampurkan dengan KBr. Kemudian dicetak menjadi pellet. Sampel yang dihasilkan diidentifikasi dan dianalisis berdasarkan gugus fungsi menggunakan pengujian FTIR (Puspitasari, dkk., 2017).

3.4.5.2 Karakterisasi TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75) Menggunakan XRD

Sampel akan dikarakterisasi dengan serbuk XRD (*X-Ray Diffraction*). Pengukuran standar dilakukan pada 2θ : 5-90° dengan *scanning speed* 10°/min dan *step-width* 0,02°. Kemudian data yang diperoleh dibandingkan dengan standar TiO₂.

3.4.5.3 Karakterisasi TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75) Menggunakan UV-Vis DRS

Sampel harus bertekstur halus ditempatkan pada *sample holder*. Kemudian diukur persentase reflektansi pada 200-800 nm. Energi celah pita dari sampel ditentukan dengan plot antara $(K-M hv)^{1/2}$ dengan energi foton (hv) sesuai dengan teori Kubelka Munk.

3.4.5.4 Karakterisasi TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75) Menggunakan SEM-EDX

Sampel ditempatkan dan diletakkan di atas SEM *specimen holder*. Pengujian dilakukan dengan menggunakan pembesaran 500x dan 1000x. Selanjutnya dikarakterisasi dan dianalisis berdasarkan morfologi, topografi permukaan dan komposisi unsur TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* menggunakan SEM-EDX.

3.4.6 Uji Aktivitas Fotokatalitik TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5; dan 0,75)

3.4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum *Methylene Blue*

Larutan 10 ppm *methylene blue* diukur panjang gelombang optimum pada panjang gelombang 400-700 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Nilai absorbansi terbesar merupakan panjang gelombang optimum.

3.4.6.2 Pembuatan Kurva Standar

Larutan baku *methylene blue* dibuat dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm dari larutan stok 50 ppm. Kemudian diukur absorbansinya panjang gelombang yang didapat pada 3.4.6.1 dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Dibuat kurva standar dengan sumbu *x* sebagai konsentrasi dan sumbu *y* sebagai absorbansi sehingga diperoleh persamaan garis $y = ax + b$.

3.4.6.3 Uji Aktivitas Fotodegradasi *Beads* dengan menggunakan Zat Warna *Methylen Blue*

TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* ditimbang 0,1 gram dengan berbagai variasi TiO₂ (0,25; 0,5; dan 0,75 gram) untuk mendegradasi 25 mL *methylene blue* 10 ppm. Pengujian dilakukan didalam fotoreaktor dengan berjarak \pm 10 cm.

Pengujian didahului dengan 60 menit tanpa sinar UV untuk mengevaluasi adanya proses adsorpsi. Setelah itu, dilakukan iradiasi UV (1 lampu Luster BLB 40 watt-T9 panjang 115 cm) selama 180 menit. Pengukuran dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan. Hasil degradasi dilakukan pengukuran pada λ_{maks} menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.4.7 Analisis Data

3.4.7.1 Analisis Data FTIR

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi FTIR berupa grafik transmittan (%) sebagai sumbu y dan bilangan gelombang (cm^{-1}) sebagai sumbu x . Sehingga dapat diamati gugus fungsi dari serbuk batang jagung, selulosa batang jagung, dan selulosa xantat. Kemudian dilakukan perbandingan antara ketiganya dan identifikasi sesuai dengan literatur.

3.4.7.2 Analisis Data XRD

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi XRD adalah difraktogram yang mana pada sumbu x menunjukkan 2θ dan pada sumbu y menunjukkan intensitas. Hasil sampel yang dikarakterisasi menggunakan XRD dibandingkan dengan difraktogram standar TiO_2 anatase berdasarkan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) menggunakan aplikasi origin. Perhitungan *crystallite size* sampel menggunakan persamaan Debye-Scherrer sebagaimana persamaan 3.1.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots 3.1$$

Dengan D adalah ukuran kristal (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), β adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

3.4.7.3 Analisis Data UV-Vis DRS

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi UV-Vis DRS adalah reflektansi (R) dari panjang gelombang 200-800 nm. Kemudian dibuat grafik dengan sumbu x berupa panjang gelombang dan sumbu y berupa reflektansi. Sehingga, dapat diketahui pengaruh TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* terhadap nilai panjang gelombang dari nilai reflektansi. Analisis nilai energi celah pita dari material fotokatalis TiO_2 yang memiliki variasi berat dilakukan dengan menggunakan pendekatan teori Kubelka-Munk yang ditunjukkan melalui persamaan 3.2. Kemudian dibuat plot antara energi foton (eV) pada sumbu x dengan $F(R(h\nu)^{1/2})$ pada sumbu y .

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \dots\dots\dots(3.2)$$

Penentuan energi celah pita dilakukan dengan menarik garis linier yang melewati garis tersebut atau perpotongan antara sumbu x dengan y dan dapat dihitung secara regresi linier pada nilai x ($h\nu$ =energi celah pita) ketika $y = 0$.

3.4.7.4 Analisis Data SEM-EDX

Hasil dari karakterisasi SEM berupa morfologi permukaan TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads*. Sedangkan EDX berupa presentase komposisi unsur dari TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads*. Sampel TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* yang dianalisis menggunakan SEM-EDX adalah sampel dengan berat TiO_2 terbaik berdasarkan uji fotokatalitik.

3.4.7.5 Analisis Data UV-Vis

Hasil data uji aktivitas fotokatalitik dilakukan dengan menghitung absorbansi larutan standar *methylene blue* dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kemudian dibuat kurva standar dengan sumbu x sebagai konsentrasi (2,4,6,8, dan 10 ppm) dan sumbu y sebagai absorbansi pada λ_{maks} . Hasil kurva standar berupa regresi linier sehingga didapatkan persamaan $y = ax + b$ serta angka R^2 .

Larutan *methylene blue* konsentrasi 10 ppm oleh TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* dengan variasi berat TiO_2 (0,25; 0,5 dan 0,75 gram) dibuat untuk mengukur persen degradasi pada waktu 240 menit berdasarkan perhitungan persamaan 3.3.

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \dots\dots\dots(3.3)$$

Dengan C_0 adalah konsentrasi awal dari *methylene blue* dan C_t adalah konsentrasi akhir *methylene blue* setelah dilakukan proses fotokatalitik.

BAB IV

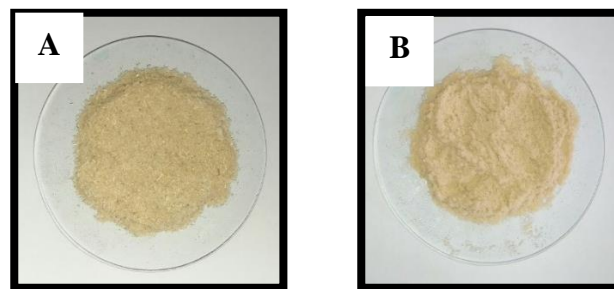
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini pembuatan *beads* dilakukan dengan berbahan komposit TiO₂/alginat selulosa xantat. Sumber selulosa yang digunakan berasal dari batang jagung yang diekstraksi untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa. Selanjutnya dihidrolisis menghasilkan mikroselulosa dan dimodifikasi menjadi selulosa xantat. Pembuatan alginat selulosa xantat *beads* dilakukan dengan metode sonikasi dengan komposisi berat TiO₂ 0,25; 0,5; dan 0,75 gram. TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang dihasilkan akan dikarakterisasi menggunakan (a) FTIR untuk mengetahui gugus fungsi pada serbuk batang jagung, selulosa, dan selulosa xantat (b) XRD untuk mengetahui karakteristik kristalografi pada TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui serapan panjang gelombang dan energi celah pita pada TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (d) SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan topografi pada TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang terbaik dan (e) uji fotokatalitik untuk mengetahui kemampuan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dalam mendegradasi *methylene blue*.

4.1 Preparasi Sampel Serbuk Batang Jagung

Batang jagung yang sudah digiling seperti Gambar 4.1 (a) selanjutnya dilakukan pengayakan 100 mesh untuk menghomogenkan ukuran dari serbuk batang jagung. Ukuran sangat berpengaruh terhadap luas permukaan dari batang jagung. Semakin kecil ukuran dari serbuk batang jagung maka akan semakin besar luas permukaannya sehingga dapat memaksimalkan proses ekstraksi. Selanjutnya

serbuk batang jagung dilakukan proses pengeringan dalam oven pada suhu 90°C untuk menghilangkan kadar air pada sampel. Kadar air yang rendah mampu menghambat pertumbuhan mikroorganisme sehingga sampel tidak mudah rusak dan penyimpanan sampel akan lebih tahan lama seperti Gambar 4.1 (b).

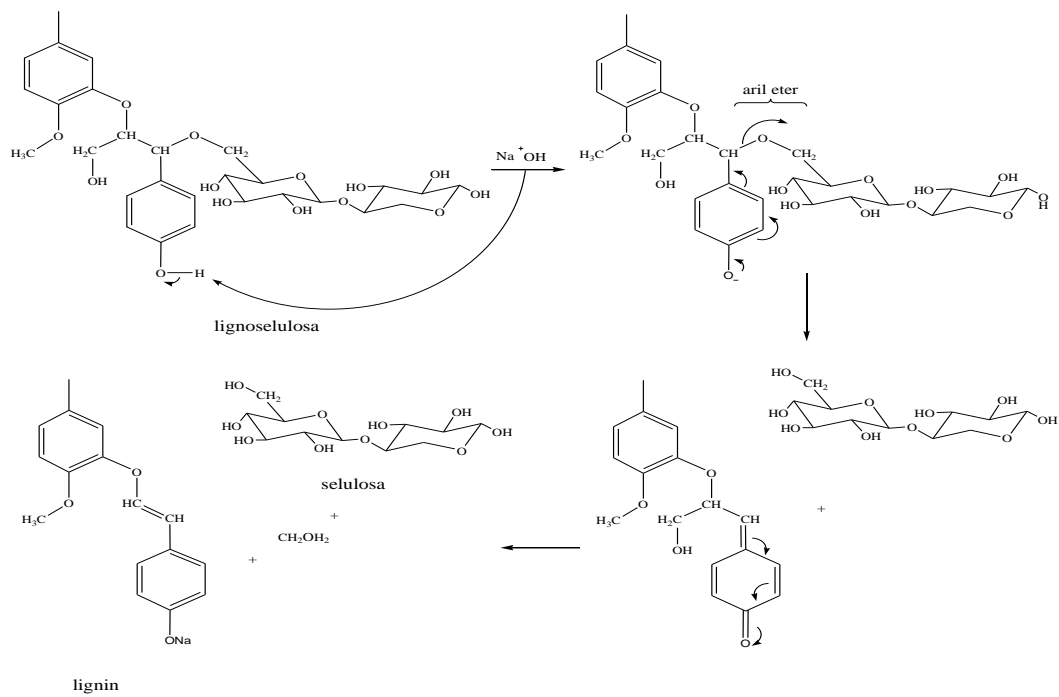


Gambar 4.1 (a) Serbuk batang jagung setelah penggilingan (b) serbuk batang jagung setelah pengayakan dan pegeringan.

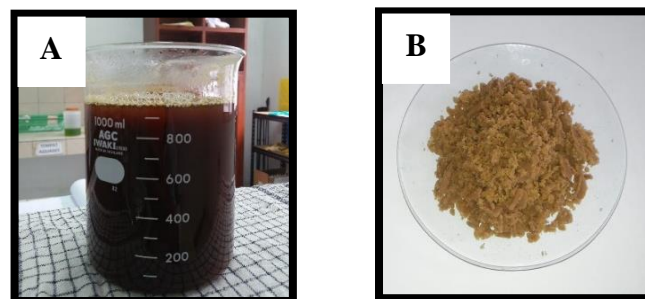
4.2 Ekstraksi Selulosa dan Pembuatan Selulosa Xantat

Proses ekstraksi dari batang jagung dilakukan dalam beberapa tahapan. Tahap pertama adalah proses delignifikasi menggunakan pelarut air yang mengandung NaOH 10% disertai dengan pemanasan yang berfungsi untuk memisahkan selulosa dengan melarutkan kandungan non-selulosa berupa lignin dan hemiselulosa. Proses delignifikasi menggunakan NaOH menghasilkan warna coklat kehitaman seperti Gambar 4.3 (a). Hal ini disebabkan karena ion hidroksil dari NaOH menyerang H pada gugus OH fenolik lignin yang menyebabkan O bermuatan negatif karena kelebihan elektron. Elektron dari O digunakan untuk beresonansi dan terjadi pemutusan ikatan lignin dan selulosa. Lignin yang terputus bermuatan negatif dan bersifat nukleofil sehingga mampu berikatan dengan ion Na^+ dari NaOH membentuk garam fenolat yang mudah larut.

Mekanisme reaksi pemutusan lignin dengan selulosa ditunjukkan pada Gambar 4.2.



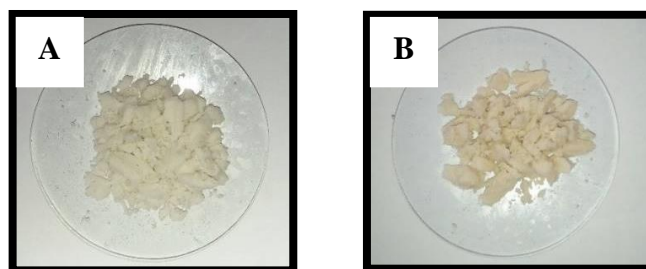
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pemutusan lignin dengan selulosa



Gambar 4.3 (a) proses delignifikasi (b) *pulp* hasil delignifikasi

Berdasarkan hasil delignifikasi *pulp* yang dihasilkan masih berwarna kecoklatan sebagaimana Gambar 4.3. Hal tersebut dimungkinkan masih terdapat sisa lignin pada selulosa. Lignin yang tersisa dari proses delignifikasi akan dihilangkan melalui proses *bleaching* dengan natrium klorit (NaClO_2) menghasilkan selulosa yang semakin putih sebagaimana Gambar 4.4 (a). Natrium klorit dikondisikan dalam suasana asam dengan penambahan asam asetat membentuk ClO_2^- berupa gas hijau yang larut dalam air dan mampu mendegradasi serta menghilangkan zat penyebab warna karena NaClO_2 bersifat oksidator.

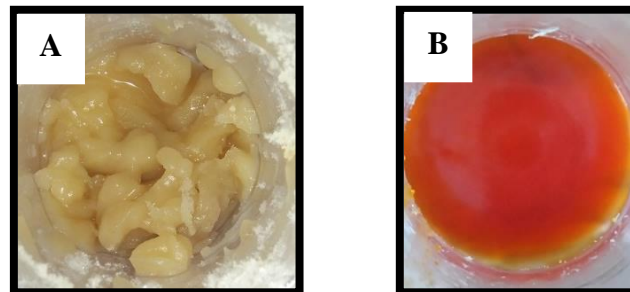
Selulosa memiliki struktur amorf. Penambahan asam pekat encer berupa HCl mampu mendegradasi struktur amorf selulosa membentuk mikroselulosa dengan tingkat kristalinitas yang tinggi. Ekstrak selulosa hasil hidrolisis memiliki warna putih kekuningan sebagaimana Gambar 4.4 (b). Hasil ekstrak selulosa serbuk batang jagung menghasilkan rendemen sebesar 36%.



Gambar 4.4 (a) *pulp* setelah *bleaching* (b) mikroselulosa

Mikroselulosa direaksikan dengan NaOH menghasilkan alkali mikroselulosa yang berserat dan berwarna putih seperti Gambar 4.5 (a). Proses xantasi dilakukan dengan mereaksikan alkali mikroselulosa dengan reagen CS_2 untuk membentuk natrium selulosa xantat. Selanjutnya dilarutkan dengan pelarut

NaOH menghasilkan larutan viskosa. Terbentuknya selulosa xantat ditandai dengan perubahan warna dari putih menjadi orange sebagaimana Gambar 4.5 (b).



Gambar 4.5 (a) alkali mikroselulosa (b) selulosa xantat

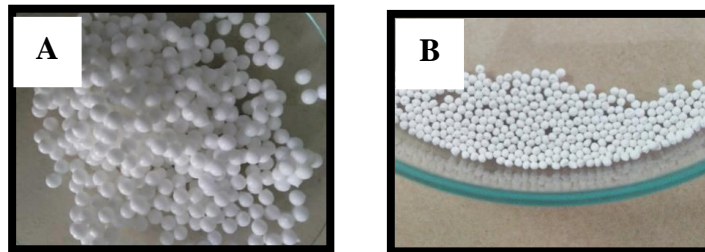
4.3 Pembuatan TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads*

Pembuatan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dilakukan menggunakan teknik *dropping* dengan komposisi larutan yang terdiri dari TiO₂, alginat, selulosa xantat, dan CaCO₃. Larutan tersebut diteteskan pada larutan CaCl₂ 3% dan didiamkan selama 24 jam untuk memaksimalkan terjadinya ikatan silang antara alginat (COO⁻) dengan kation divalen (Ca²⁺) membentuk TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang kaku dan bulat. TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang telah terbentuk dicuci menggunakan larutan HCl encer untuk menghilangkan porogen CaCO₃ sampai tidak muncul gelembung. Gelembung yang dihasilkan dari proses tersebut disebabkan karena adanya gas CO₂ hasil reaksi antara CaCO₃ dan HCl sebagaimana reaksi dibawah ini:



TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* hasil pencucian selanjutnya dilakukan pengeringan dalam oven untuk mengurangi kadar air pada TiO₂/alginat selulosa

xantat *beads* sehingga didapatkan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* kering yang bulat dan pipih sebagaimana Gambar 4.6.

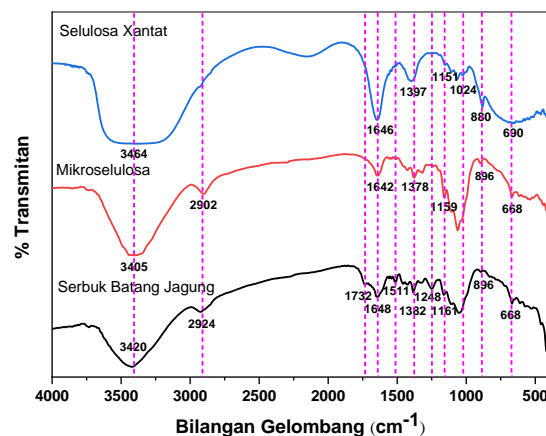


Gambar 4.6 Bentuk fisik TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (a) basah (b) kering

4.4 Karakterisasi Selulosa dan Selulosa Xantat

Batang jagung memiliki komponen utama berupa selulosa, lignin dan hemiselulosa. Data bilangan gelombang dari komponen batang jagung dirangkum pada Tabel 4.1. Berdasarkan spektra pada Gambar 4.7 menunjukkan bahwa serbuk batang jagung mengandung senyawa lignin yang dibuktikan dengan adanya vibrasi cincin aromatik pada daerah serapan bilangan gelombang 1511 cm⁻¹ dan adanya gugus C-O-C *stretching* pada daerah serapan bilangan gelombang 1248 cm⁻¹. Senyawa hemiselulosa memiliki ikatan C=O yang muncul pada bilangan gelombang 1732 cm⁻¹. (Rehman, dkk., 2013). Pada spektra hasil mikroselulosa terjadi penurunan intensitas pada senyawa lignin dan hemiselulosa. Hal ini mengindikasikan bahwa telah berkurangnya jumlah senyawa lignin dan hemiselulosa pada serbuk batang jagung. Spektra hasil selulosa xantat pada Gambar 4.7. menunjukkan bahwa pada gugus O-H *stretching* daerah serapan bilangan gelombang 3463 cm⁻¹ mengalami pelebaran puncak. Hal ini disebabkan karena gugus hidroksil yang berinteraksi dengan gugus hidroksil yang lain.

Serapan bilangan gelombang pada daerah 2900 cm^{-1} yang mengindikasikan gugus C-H *stretching* muncul puncak kecil akibat puncak O-H yang melebar sehingga menutupi daerah serapan gugus C-H *stretching*. Pada serapan bilangan gelombang 1151 cm^{-1} dan 1024 cm^{-1} menunjukkan karakter khas dari S-C-S dan C=S.



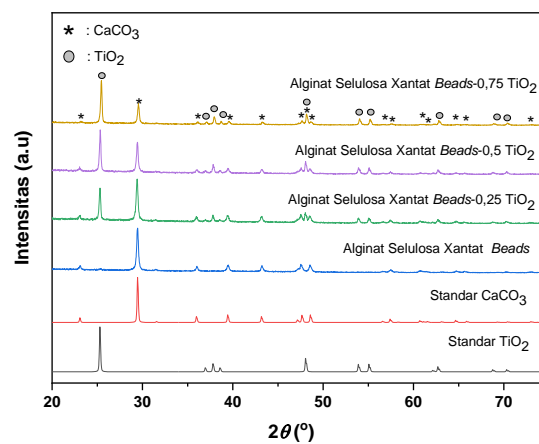
Gambar 4.7 Hasil spektra FTIR serbuk batang jagung, mikroselulosa dan selulosa xantat

Tabel 4.1 Data bilangan gelombang (cm^{-1}) serbuk batang jagung, selulosa hasil hidrolisis, dan selulosa xantat (Rehman, dkk., 2013, Iryani, dkk., 2017)

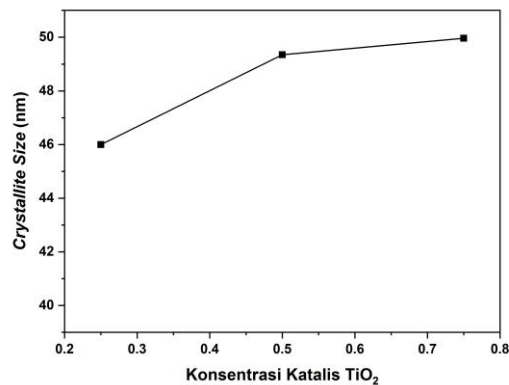
Bilangan gelombang (cm^{-1})			Jenis modus vibrasi
Serbuk batang jagung	Hidrolisis	Selulosa xantat	
3420	3405	3463	OH <i>stretching</i>
2924	2902	-	C-H <i>stretching</i>
1732	-	-	C=O <i>stretching</i>
1648	1642	1646	OH <i>bending</i>
1511	-	-	C=C <i>stretching</i>
1382	1378	1397	C-H <i>stretching</i>
1323	1318	-	C-H ₂ <i>deformation</i>
1248	-	-	C-O-C <i>stretching</i>
1161	1159	1151	C-O-O <i>assym</i>
-	-	1024	S-C-S
-	-	1024	C=S
894	896	880	β -glikosidik
668	668	690	C-C

4.5 Karakterisasi Hasil TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* dengan XRD

Hasil pola difraktogram pada Gambar 4.8 menunjukkan puncak-puncak XRD yang merupakan karakter khas dari CaCO₃ dan TiO₂ anatase. Pada difraktogram menunjukkan bahwa alginat selulosa xantat *beads* hanya terdapat puncak khas dari CaCO₃ dan tidak adanya puncak khas TiO₂. Puncak khas CaCO₃ yang muncul disebabkan karena kurang maksimalnya pencucian porogen CaCO₃ sehingga masih banyak CaCO₃ yang tertinggal pada alginat selulosa xantat *beads*. Namun dengan bertambahnya berat TiO₂ yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* puncak khas CaCO₃ mengalami penurunan intensitas karena ketika berat TiO₂ lebih tinggi dari CaCO₃ maka CaCO₃ tidak bisa menempati alginat selulosa xantat *beads* pada bagian permukaan. Terlihat dari puncak khas TiO₂ dengan bertambahnya berat TiO₂ yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* maka akan semakin tinggi intensitas dari TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (Dalponte, dkk., 2019).



Gambar 4.8 Difraktogram TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (TiO₂=0,25; 0,5 dan 0,75)



Gambar 4.9 *Crystallite size* TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (TiO₂=0,25; 0,5 dan 0,75).

Puncak khas dari CaCO₃ berdasarkan JCPDS No. 85-1108 dengan intensitas puncak yang tinggi terlihat pada posisi $2\theta = 29,44^\circ$. Intensitas puncak yang tinggi pada posisi $2\theta = 25,28^\circ$ merupakan puncak khas dari TiO₂ anatase berdasarkan JCPDS No. 71-1166.

Tabel 4.2 *Crystallite size* TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (TiO₂=0,25; 0,5 dan 0,75)

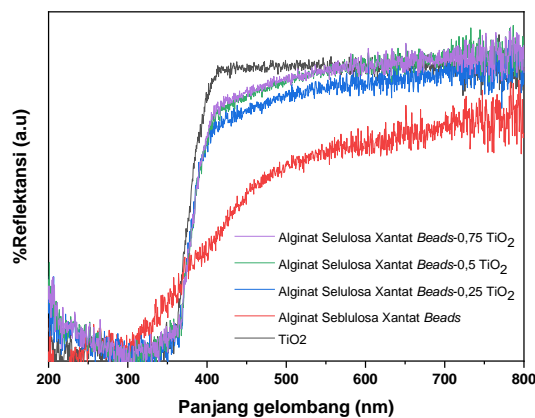
Material	<i>Crystallite size</i> (nm)
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,25 TiO ₂	46,00
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,5 TiO ₂	49,35
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂	49,97

Crystallite size dihitung menggunakan persamaan *Debye Scherrer* yang ditampilkan pada Lampiran 4. Hasil perhitungan *crystallite size* ditampilkan pada Tabel 4.2. dan Berdasarkan Gambar 4.9 menunjukkan bahwa semakin besar berat TiO₂ yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* maka semakin besar ukuran kristalnya. Hal ini disebabkan bertambahnya berat TiO₂ dengan jumlah

alginat selulosa xantat *beads* sama maka pertumbuhan kristal TiO_2 semakin tinggi karena interaksi TiO_2 dengan alginat selulosa xantat *beads* semakin rendah.

4.6 Karakterisasi Hasil TiO_2 /Alginat Selulosa Xantat *Beads* dengan UV-Vis DRS

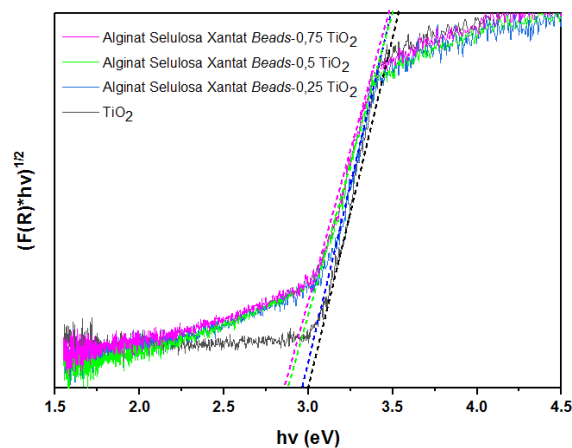
Hasil karakterisasi DRS pada Gambar 4.10. menunjukkan bahwa komposisi berat TiO_2 0,25; 0,5 dan 0,75 yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* mengalami penurunan reflektansi dibandingkan dengan TiO_2 tanpa adanya material pendukung dan serapan panjang gelombang akan bergeser pada daerah sinar tampak (400-800 nm). Nilai reflektansi yang didapat mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya komposisi berat TiO_2 . Selanjutnya data nilai reflektansi akan dianalisis dengan persamaan Kubelka-Munk untuk menentukan energi celah pita yang ditampilkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4.10 Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads*.

Berdasarkan pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa panjang gelombang yang dihasilkan semakin besar dengan bertambahnya variasi berat TiO_2 yang berada

pada alginat selulosa xantat *beads*. Semakin besar panjang gelombang maka energi celah pita yang dihasilkan semakin kecil sehingga elektron pada pita valensi akan mudah mengalami eksitasi ke pita konduksi menghasilkan banyak radikal hidroksil untuk meningkatkan % degradasi (Shen, dkk., 2012 dan Guesh, 2015). Perubahan energi celah pita berhubungan dengan *crystallite size*. Pengaruh *crystallite size* dapat diterangkan dengan partikel dalam kotak yang mempunyai energi sebesar $E = h^2/8mL^2$, dengan L dapat diasumsikan sebagai *crystallite size*, sehingga semakin besar *crystallite size* maka semakin kecil energi celah pita.



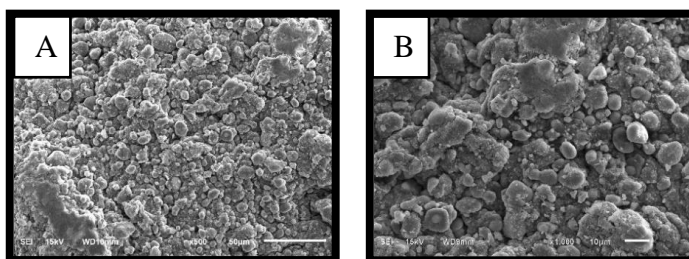
Gambar 4.11 Perhitungan energi celah pita TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* ($\text{TiO}_2 = 0,25; 0,5$ dan $0,75$).

Tabel 4.3 Nilai energi celah pita dan panjang gelombang dari komposisi berat TiO_2 (0,25; 0,5 dan 0,75) alginat selulosa xantat *beads*.

Material	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
TiO_2	3,01	412
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,25 TiO_2	2,96	419
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,5 TiO_2	2,88	431
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO_2	2,86	434

4.7 Karakterisasi Hasil TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* dengan SEM-EDX

Hasil mikrograf SEM alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂ ditampilkan pada Gambar 4.12 terlihat permukaan yang kasar berasal dari serbuk TiO₂ dan bintik-bintik putih yang mengindikasikan adanya TiO₂ yang tersebar pada permukaan alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂. Terlihat tidak adanya pori pada alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂ karena porogen CaCO₃ masih tertinggal sehingga pembentukan pori kurang maksimal. Hal tersebut dapat dibuktikan pada puncak khas CaCO₃ hasil XRD. Hasil EDX menunjukkan adanya kandungan unsur-unsur pada alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂. Berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan adanya unsur karbon (C) dari alginat, unsur oksigen (O) dari alginat dan TiO₂, unsur kalsium (Ca) dari pengikat silang berupa CaCl₂ dan unsur Ti yang terdeteksi dari permukaan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*.

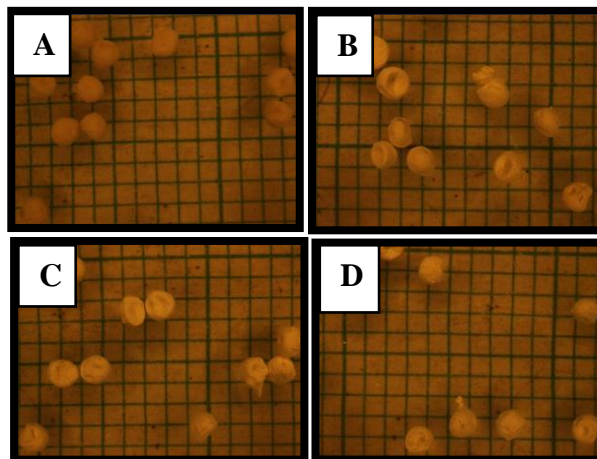


Gambar 4.12 Hasil mikrograf SEM alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂ (a) pembesaran 500X (b) pembesaran 1000X.

Tabel 4.4 Persen berat unsur dari alginat selulosa xantat *beads*- 0,75 TiO₂

Sampel	Unsur	Berat Unsur (%)
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> - 0,75 TiO ₂	C	21,07
	O	51,49
	Ca	16,39
	Ti	11,05

4.8 Uji Mikroskop Optik



Gambar 4.13 Hasil uji mikroskop optik (a) alginat selulosa xantat *beads*, (b) alginat selulosa xantat *beads*-0,25 TiO₂, (c) alginat selulosa xantat *beads*-0,5 TiO₂ dan (d) alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂.

Berdasarkan hasil mikroskop optik pada Gambar 4.13 (a-d) terlihat bahwa alginat selulosa xantat *beads* memiliki bentuk lebih bulat dari pada TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5 dan 0,75 gram) karena berat TiO₂ yang lebih tinggi dari CaCO₃ sehingga CaCO₃ tidak bisa menempati permukaan alginat selulosa xantat *beads* yang menyebabkan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* tidak berbentuk bulat. Pada Tabel 4.5. menunjukkan diameter dari alginat selulosa xantat *beads* dan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5 dan 0,75 gram) dengan rata-rata diameter keseluruhan adalah 2,7-2,9 mm.

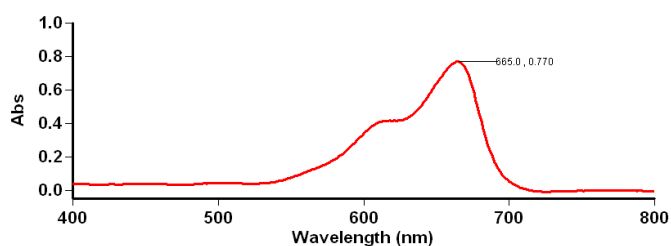
Tabel 4.5 Diameter alginat selulosa xantat *beads* dan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* (TiO₂ = 0,25; 0,5 dan 0,75 gram)

Material	Diameter (mm)
Alginat selulosa xantat <i>beads</i>	2,742
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,25 TiO ₂	2,852
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,5 TiO ₂	2,881
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,75 TiO ₂	2,969

4.9 Uji Aktivitas Fotokatalitik TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* Menggunakan *Methylene Blue*

4.9.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methylene Blue*

Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 400-700 nm. Menurut (Nurzihan, dkk., 2019) warna komplementer biru dari larutan standar *methylene blue* memiliki panjang gelombang 605-700 nm.



Gambar 4.14 Panjang gelombang maksimum *methylene blue*

Hasil penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* dengan konsentrasi 10 ppm adalah 665 nm sebagaimana Gambar 4.14. *Methylene blue* memiliki gugus alifatik dan benzena yang terkonjugasi. Gugus ini memiliki ikatan π yang dapat mengadsorpsi pada panjang gelombang yang lebih besar. Semakin banyak ikatan π yang terkonjugasi maka semakin kecil perbedaan tingkat energi dari keadaan dasar ke tingkat energi tereksitasi sehingga akan mempermudah transisi ikatan π (Suhartati, 2017).

4.9.2 Uji Aktivitas Fotodegradasi *Beads* dengan Menggunakan Zat Warna *Methylene Blue*

Pengujian aktivitas fotokatalis TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dalam mendegradasi *methylene blue* dilakukan selama 240 menit dengan konsentrasi

methylene blue 10 ppm. Kontrol yang digunakan adalah alginat selulosa xantat *beads* dengan penyinaran dan TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* tanpa penyinaran. Hasil fotodegradasi TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dengan larutan *methylene blue* disajikan pada Tabel 4.6. Berdasarkan Tabel 4.6. dengan penyinaran UV terlihat bahwa tanpa adanya katalis % degradasi yang dihasilkan lebih rendah dari adanya fotokatalis TiO₂. Pada fotokatalis TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* memiliki aktivitas fotodegradasi yang besar dalam mendegradasi *methylene blue* karena mampu menyerap foton untuk menghasilkan radikal hidroksil.

Penambahan berat katalis pada alginat selulosa xantat *beads* dapat meningkatkan % degradasi terhadap larutan *methylene blue*. Peningkatan jumlah berat katalis dapat memperluas permukaan dan membentuk radikal hidroksil. Banyaknya radikal hidroksil yang terbentuk mampu mendegradasi zat warna *methylene blue* (Chandra, 2019 dan Darnas, 2014).

Tabel 4.6 Hasil aktivitas TiO₂/Alginat selulosa xantat *beads* terhadap *methylene blue*

Material Fotokatalis	Dengan penyinaran UV %degradasi	Tanpa penyinaran UV %degradasi
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> tanpa TiO ₂	24,98	27,01
Alginat selulosa xantat <i>beads</i> -0,25 TiO ₂	30,73	26,54
Alginat selulosa xantat- <i>beads</i> 0,5 TiO ₂	31,09	25,38
Alginat selulosa xantat- <i>beads</i> 0,75 TiO ₂	43,97	19,37

Degradasi *methylen blue* yang dihasilkan pada Tabel 4.6 menunjukkan bahwa penyinaran dengan menggunakan lampu UV memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih besar dibandingkan dengan tanpa penyinaran UV. Hal ini

dikarenakan dengan adanya penyinaran UV, material fotokatalis mampu menyerap foton untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi menghasilkan *hole*. *Hole* akan bereaksi dengan H₂O dan mengoksidasi larutan *methylene blue* untuk menghasilkan radikal hidroksil. Sedangkan tanpa penyinaran UV, material fotokatalis tidak mampu menyerap foton sehingga tidak dihasilkan *hole*. Material fotokatalis pada kondisi ini hanya bertindak sebagai adsorben (Wardhani, dkk., 2016).

4.10 Hasil Penelitian Dalam Perspektif Islam

Pencemaran air akibat pembuangan limbah rumah tangga ataupun limbah pabrik menyebabkan sulit didapatkannya air bersih. Sebagaimana firman Allah dalam surat An-Naba' ayat 14-15 dalam tafsir Ghofar E.M (2003) bahwa Allah menurunkan air agar dapat bermanfaat bagi kelangsungan hidup manusia, hewan maupun tumbuhan. Oleh karena itu, untuk menanggulangi pencemaran air tersebut dilakukan pengolahan limbah dengan membuat material yang dapat mendegradasi zat warna dan memurnikan air.

وَأَنْزَلْنَا مِنَ الْمُعْصِرَاتِ مَاءً ثَجَّاجًا ﴿١٤﴾ لِيُخْرِجَ بِهِ حَبًّا وَنَبَاتًا ﴿١٥﴾

Artinya : "Dan Kami turunkan dari awan air yang banyak tercurah. Supaya Kami tumbuhkan dengan air itu biji-bijian dan tumbuh-tumbuhan".

Pengolahan limbah pada penelitian ini menggunakan metode fotokatalis dengan material semikonduktor berupa TiO₂ yang memiliki kelemahan sulit terpisah dari dalam air ketika sudah menggumpal. Sehingga, material TiO₂ membutuhkan material pendukung berukuran makro berupa *beads* agar material

lebih mudah terpisah dari polutan. Hal ini berhubungan dengan firman Allah dalam surat Al-Furqon ayat 2 sebagai berikut:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ
فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿٢﴾

Artinya : “yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”.

Berdasarkan ayat diatas dapat diketahui bahwa Allah menciptakan segala sesuatu dengan ukuran secara tepat sesuai tatanan (Ghofar E.M, 2003) agar manusia dapat mengamalkan sesuai dengan apa yang Allah ciptakan. Contoh lain pada penelitian ini adalah semakin besar berat TiO₂ (0,25; 0,5; dan 0,75 gram) yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* maka semakin besar *crystallite size*. *Crystallite size* yang semakin besar mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitik.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- a. Hasil dari karakterisasi XRD menunjukkan adanya puncak-puncak khas TiO_2 dan khas CaCO_3 . Bertambahnya komposisi variasi berat TiO_2 0,25; 0,5 dan 0,75 gram untuk material pendukung alginat selulosa xantat *beads* puncak khas TiO_2 mengalami kenaikan intensitas. Puncak khas CaCO_3 yang muncul pada difraktogram disebabkan karena pencucian CaCO_3 TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* yang kurang maksimal. Variasi berat TiO_2 yang berada pada alginat selulosa xantat *beads* mampu menggeser serapan panjang gelombang ke daerah sinar tampak. Nilai energi celah pita yang dihasilkan semakin kecil seiring dengan bertambahnya berat TiO_2 yang berada pada alginat selulosa xantat *beads*. Serbuk TiO_2 memiliki Energi celah pita sebesar 3,0 eV dan TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* dengan variasi berat TiO_2 memiliki (Energi celah pita 0,25- TiO_2 = 2,96 eV; 0,5- TiO_2 = 2,88 eV; 0,75- TiO_2 = 2,86 eV). Aktivitas fotokatalitik dari TiO_2 /alginat selulosa xantat *beads* semakin meningkat seiring dengan bertambahnya berat TiO_2 .
- b. Variasi berat TiO_2 pada alginat selulosa xantat *beads* terbaik yaitu pada berat 0,75- TiO_2 dilihat dari % degradasi yaitu 43,97%. Pada alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO_2 terdapat bintik-bintik putih dan permukaan yang kasar berdasarkan hasil karakterisasi SEM. Hasil karakterisasi EDX menunjukkan

bahwa alginat selulosa xantat *beads*-0,75 TiO₂ mengandung unsur Ca, O, Ca dan Ti.

5.2 Saran

- a. Perlu dilakukan karakterisasi FTIR dari TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* untuk mengetahui interaksi antara TiO₂ dengan alginat, TiO₂ dengan selulosa xantat, alginat dengan selulosa xantat dan alginat dengan agen *crosslink*.
- b. Perlu dilakukan uji mikroskop optik untuk mengetahui kestabilan dari TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dengan cara direndam dan dilakukan pengamatan setiap hari sampai TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* tersebut pecah/ rusak.
- c. Perlu dilakukan uji penggunaan kembali TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* yang sudah dilakukan uji fotokatlitik untuk mengetahui keberhasilan material dalam mendegradasi warna setelah beberapa siklus.

DAFTAR PUSTAKA

- Ad-Dimasyqi., dan Kasir, Al-Imam Abdul Fida Isma'il Ibnu. 2000. *Tafsir Ibnu Kasir Juz 4*. Bandung: Penerbit Sinar Baru Algensindo Bandung.
- Awati, P.S., Awate, S.V., Shah, P.P., dan Ramaswamy, V. 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue Using Nanocrystalline Anatase Titania Prepared By Ultrasonic Technique. *Catalysis Communications* 4 (8): 393–400.
- Bajpai, S.K., dan Sharma, Shubhra. 2004. Investigation of Swelling/Degradation Behaviour of Alginate Beads Crosslinked With Ca^{2+} and Ba^{2+} Ions. *Reactive and Functional Polymers* 59 (2): 129–40.
- Boufi, Sami., dan Chaker, Achraf. 2016. Easy Production of Cellulose Nanofibrils From Corn Stalk By A Conventional High Speed Blender. *Industrial Crops and Products* 93: 39–47.
- Chandra, Dian Eka. 2019. Degradasi Metilen Biru Dengan Metode Fotokatalitik Berdasarkan Variasi Berat Katalis Zeolit- WO_3 . 4.
- Choi, B.Y., Park, H.J., Hwang, S.J., dan Park, J.B. 2002. Preparation of Alginate Beads For Floating Drug Delivery System: Effects of CO_2 Gas-Forming Agents. *International Journal of Pharmaceutics* 239 (1–2): 81–91.
- Dalponete, Ithiara., Mathias, Álvaro Luiz., Jorge, Regina Maria Matos., dan Weinschutz, Regina 2016. Degradação Fotocatalítica De Tartrazina Com TiO_2 Imobilizado Em Esferas De Alginato. *Química Nova*.
- Dalponete, Ithiara., Sousa, Bianca Cristina De., Mathias, Alvaro Luiz dan Jorge, Regina Maria Matos. 2019. Formulation and Optimization of A Novel TiO_2 /Calcium Alginate Floating Photocatalyst. *International Journal of Biological Macromolecules* 137: 992–1001.
- Darnas, Yeggi. 2014. Pengaruh Berat TiO_2 Anatase, Kecepatan Pengadukan dan pH Dalam Degradasi Senyawa Fenol. 7.
- Eichhorn, S. J., Dufresne, A., Aranguren, M., Marcovich, N. E., Capadona, J. R., Rowan, S. J., dan Weder, C. 2010. Review: Current International Research Into Cellulose Nanofibres and Nanocomposites.” *Journal of Materials Science* 45 (1): 1–33.
- Fernando, Ilekuttige Priyan Shanura., Lee, Wonwoo., Han, Eui Jeong dan Ahn , Ginnae. 2020. Alginate-Based Nanomaterials: Fabrication Techniques, Properties, and Applications. *Chemical Engineering Journal* 39: 123-823.
- Gericke, Martin., Trygg, Jani., dan Fardim, Pedro. 2013. Functional Cellulose Beads: Preparation, Characterization, and Applications. *Chemical Reviews* 113 (7): 4812–36.

- M Abdul, Ghofar E.M. 2003. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Gjipalaj, Joana., dan Alessandri, Ivano. 2017. Easy Recovery, Mechanical Stability, Enhanced Adsorption Capacity and Recyclability of Alginate-Based TiO₂ Macrobead Photocatalysts For Water Treatment. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 5 (2): 1763–70.
- Guesh, Kiros. 2015. Enhanced Photocatalytic Activity of TiO₂ Supported on Zeolites Tested In Real Wastewaters From The Textile Industry of Ethiopia. 33.
- Hanaor, Dorian A. H., dan Sorrell, Charles C. 2011. Review of The Anatase to Rutile Phase Transformation. *Journal of Materials Science* 46 (4): 855–74.
- Hokkanen, Sanna., Bhatnagar, Amitan., dan Sillanpää, Mika. 2016. A Review on Modification Methods to Cellulose-Based Adsorbents to Improve Adsorption Capacity. *Water Research* 91: 156–73.
- Ibrahim, Sayeda M., I, Faten., Fadl, Abou El., dan El-Naggar, Amal A. 2014. Preparation and Characterization of Crosslinked Alginate–CMC Beads For Controlled Release of Nitrate Salt. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 299 (3): 153-137.
- Iryani, D.A., Risthy, N. M., Resagian, D. A., Yuwono, S. D., dan Hasanudin, U. 2017. Preparation and Evaluation Adsorption Capacity of Cellulose Xanthate of Sugarcane Bagasse for Removal Heavy Metal Ion from Aqueous Solutions. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* 65: 12- 39.
- Isik, Zelal., Bilici, Zeynep., Adiguzel, Serpil Konen H., Yatmaz, Cengiz., dan Dizge, Nadir. 2019. Entrapment of TiO₂ And ZnO Powders In Alginate Beads: Photocatalytic and Reuse Efficiencies For Dye Solutions and Toxicity Effect For DNA Damage. *Environmental Technology and Innovation* 14: 100-358.
- Khan, Mohammad Mansoob., Pradhan, Debabrata., dan Sohn, Youngku. 2017. *Nanocomposites For Visible Light-Induced Photocatalysis*.
- Khazaeli, P., Pardakhty, A., dan Hassanzadeh, F. 2010. Formulation of Ibuprofen Beads By Iontropic Gelation.” *Iranian Journal of Pharmaceutical Research* 3: 163–70.
- Khoiri, Ahmad. 2018. Al-Qur'an dan Fisika (Telaah Konsep Fundamental: Waktu, Cahaya, Atom dan Gravitasi). *Prosiding Seminar Pendidikan Fisika Fitk Unsiq* 1 (1): 92–102.
- Lam, Weng-Hoong., Chong, Meng Nan., Horri, Bahman Amini., Tey, Beng-Ti., dan Chan, Eng-Seng. 2017. Physicochemical Stability of Calcium Alginate

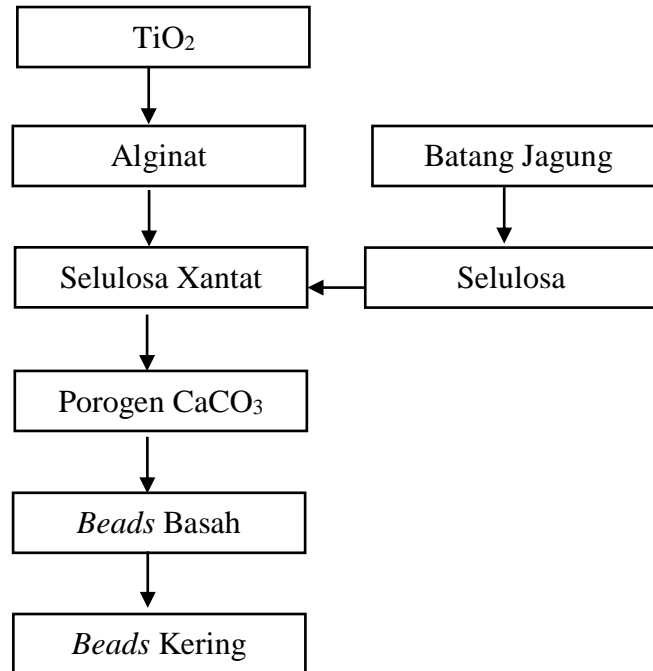
- Beads Immobilizing TiO₂ Nanoparticles For Removal of Cationic Dye Under UV Irradiation. *Journal of Applied Polymer Science*. 134 (26).
- Landmann, M., Rauls, E., dan Schmidt, W G. 2012. The Electronic Structure and Optical Response of Rutile, Anatase and Brookite TiO₂. *Journal of Physics: Condensed Matter* 24 (19): 195-503.
- Latifah, Annazmil., Yulianti, Eny dan Khoiroh, Lilik. 2019. Synthesis and Characterization of Alginate-Carboxymethyl Cellulose Beads From Corn Stalk (Zea Mays) With Crosslink Variation C₄H₆O₄Zn. *Journal of Islamic Pharmacy* 4: 40.
- Leong, Thomas., Ashokkumar, Muthupandian., dan Kentish, Sandra. 2011. The Fundamentals of Power Ultrasound – A Review. *Acoustics Australia* 39: 11.
- Lestari, Puji., Hidayati, Titi Nur., Lestari, Siti Hanum Indah., dan Marseno, Djagal Wiseso. 2012. Untuk Industri Makanan: CMC (Carboxymethylcellulose). 8.
- Mallakpour, Shadpour., Behranvand, Vajiheh dan Mallakpour, Fereshteh. 2019. Synthesis of Alginate/Carbon Nanotube/Carbon Dot/Fluoroapatite/TiO₂ Beads For Dye Photocatalytic Degradation Under Ultraviolet Light. *Carbohydrate Polymers* 224: 115-138.
- Mane, Sachin J. 2016. Effect of Porogens (Type And Amount) on Polymer Porosity : A Review.
- Mardliyati, Etik., Muttaqien, Sjaikhurrizal El., dan Setyawati, Damai Ria. 2012. Sintesis Nanopartikel Kitosan-Tripoly Phosphate Dengan Metode Gelasi Ionik: Pengaruh Konsentrasi dan Rasio Volume Terhadap Karakteristik Partikel. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan* 90: 93.
- Mehmood, Ch. Tahir., Zhong, Ziyi., Zhou, Hua., dan Xiao, Yeyuan. 2020. “Constructing Porous Beads with Modified Polysulfone-Alginate and TiO₂ as a Robust and Recyclable Photocatalyst for Wastewater Treatment. *Journal of Water Process Engineering*. 38.
- Ningsih, Sherly Kasuma Warda. 2016. *Sintesis Anorganik*. Padang: Unp Press.
- Nörnberg, Andressa B., Gehrke, Vinicios R., Mota, Henrique P., Camargo, Edinalvo R., dan Fajardo, André R. 2019. Alginate-Cellulose Biopolymeric Beads As Efficient Vehicles For Encapsulation and Slow-Release of Herbicide. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 583: 123-970.
- Nurzihan, Aris., Hrp Riani Ulfah Nuri., Siregar, Sri Hilma., dan Nasution, Hasmalina. 2019. Adsorpsi Zat Warna Methylene Blue Menggunakan Bentonit Termodifikasi Ethylene Diamine Tetra Aceticacid (EDTA). 1: 13.

- Ola, Oluwafunmilola., dan Valer, M.Mercedes Maroto. 2015. Review of Material Design and Reactor Engineering on TiO₂ Photocatalysis For CO₂ Reduction. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 24: 16–42.
- Patel, Vijay K., Sen,Dhrubo Jyoti., Patel, Harsha U., dan Patel, C. N. 2010. Sonochemistry: The Effect of Sonic Waves on Chemical Systems. 8.
- Patil, Jagadevappa., Kamalapur, M., Marapur, S., dan Kadam, D. 2010. Ionotropic Gelation and Polyelectrolyte Complexation: The Novel Techniques to Design Hydrogel Particulate Sustained, Modulated Drug Delivery System: A Review. *Digest Journal of Nanomaterials And Biostructures*. 5.
- Puspitasari, Sindi., Yulianti, Eny., dan Khoiroh, Lilik Miftahul. 2017. Preparasi dan Karakterisasi *Beads* Alginat:Selulosa Xantat Dari Ampas Tebu Melalui Metode Gelasi Ionik Dengan CaCO₃ Sebagai Porogen. 9.
- Rehman, Noor., Miranda, Maria Inez G., Rosa, De Simone M. L., Pimentel, Débora M., Nachtigall, Sônia M. B., dan Bica, Clara I. D. 2013. Cellulose and Nanocellulose From Maize Straw: An Insight on The Crystal Properties. *Journal of Polymers and The Environment*.
- Sarkar, Nibedita., Ghosh, Sumanta Kumar., Bannerjee, Satarupa., dan Aika, Kaustav. 2012. Bioethanol Production From Agricultural Wastes: An Overview. *Energy* 37 (1): 19–27.
- Sarkar, Santanu., Chakraborty, Sudip., dan Bhattacharjee, Chiranjib. 2015. Photocatalytic Degradation of Pharmaceutical Wastes By Alginate Supported TiO₂ Nanoparticles In Packed Bed Photo Reactor (Pbpr). *Ecotoxicology and Environmental Safety* 121: 263–70.
- Shen, C., Wang, Y.J., Xu, J.H., dan Luo, G.S. 2012. Facile Synthesis and Photocatalytic Properties of TiO₂ Nanoparticles Supported on Porous Glass Beads. *Chemical Engineering Journal* 209: 478–85.
- Sönmez, Maria., Fikai, Anton., Fikai, Denisa., Trusca, Roxana ., dan Andronescu, Ecaterina. 2016. Alginate/Cellulose Composite Beads For Environmental Applications. 78 (2): 12.
- Suhartati, Tati. 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometri Uv-Vis dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Bandar Lampung: Anugrah Utama Raharja.
- Sutanto, Dr Heri., dan Wibowo , Singgih. 2015. *Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi Dan Aplikasi)*. Telescope.
- Suvachittanont, Sirikalaya., dan Pookingdao, W. 2013. Development of Porous Spherical Cellulose Bead Production From Corn Cob As An Exfoliating Agent For Cosmetic Industries. 8.

- Thomas, Molly., Naikoo, Gowhar Ahmad., Sheikh, Mehraj Ud Din., Bano, Mustri., dan Khan, Farid. 2016. Effective Photocatalytic Degradation of Congo Red Dye Using Alginate/Carboxymethyl Cellulose/TiO₂ Nanocomposite Hydrogel Under Direct Sunlight Irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 327: 33–43.
- Urruela-Barrios, Rodrigo., Cedillo, Erick Ramírez., León, A. Díaz De., Alvarez, Alejandro dan Lara, Wendy Ortega. 2019. Alginate/Gelatin Hydrogels Reinforced With TiO₂ and B-Tcp Fabricated By Microextrusion-Based Printing For Tissue Regeneration. *Polymers*. 11 (3): 457.
- Wang, Ting., Li, Bin., dan Si, Hongyan. 2012. Preparation of Regenerated Cellulose Bead and Its Coating With Cyclodextrins. 37–47.
- Wardhani, Sri, Akhmad Bahari, Dan Muhammad Misbah Khunur. 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO₂-N/Zeolit-Kitosan Pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). *Journal of Environmental Engineering and Sustainable Technology* 3 (2): 78–84.
- Wu, Na., Wei, Huanhuan., dan Zhang, Lizhi. 2012. Efficient Removal of Heavy Metal Ions With Biopolymer Template Synthesized Mesoporous Titania Beads of Hundreds of Micrometers Size. *Environmental Science and Technology* 46 (1): 419–25.
- Yulianti, Eny., Dianti, Meilina Ratna., dan Mahmudah, Rif'atul. 2016. Pembuatan Nature Cellulosa Beads Dari Batang Jagung Sebagai Pengemban Senyawa Aktif Antidiabetic Tanaman Kelor Moringa Oleivera.

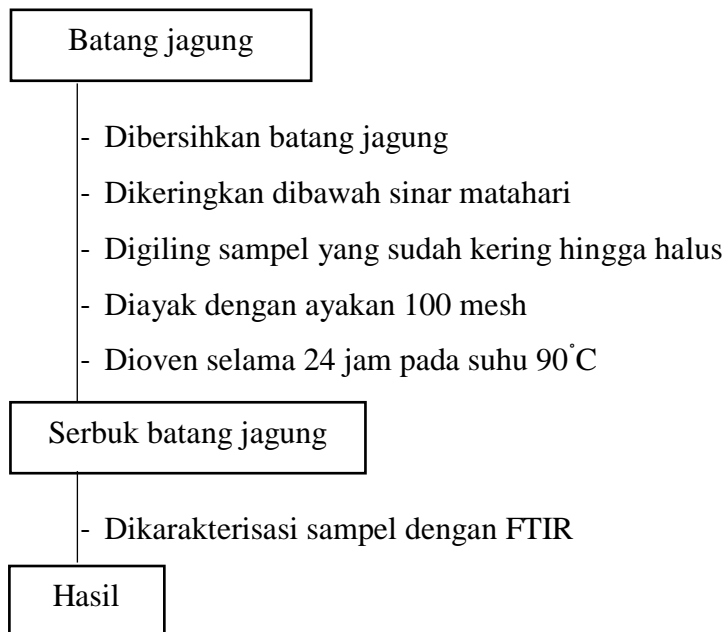
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

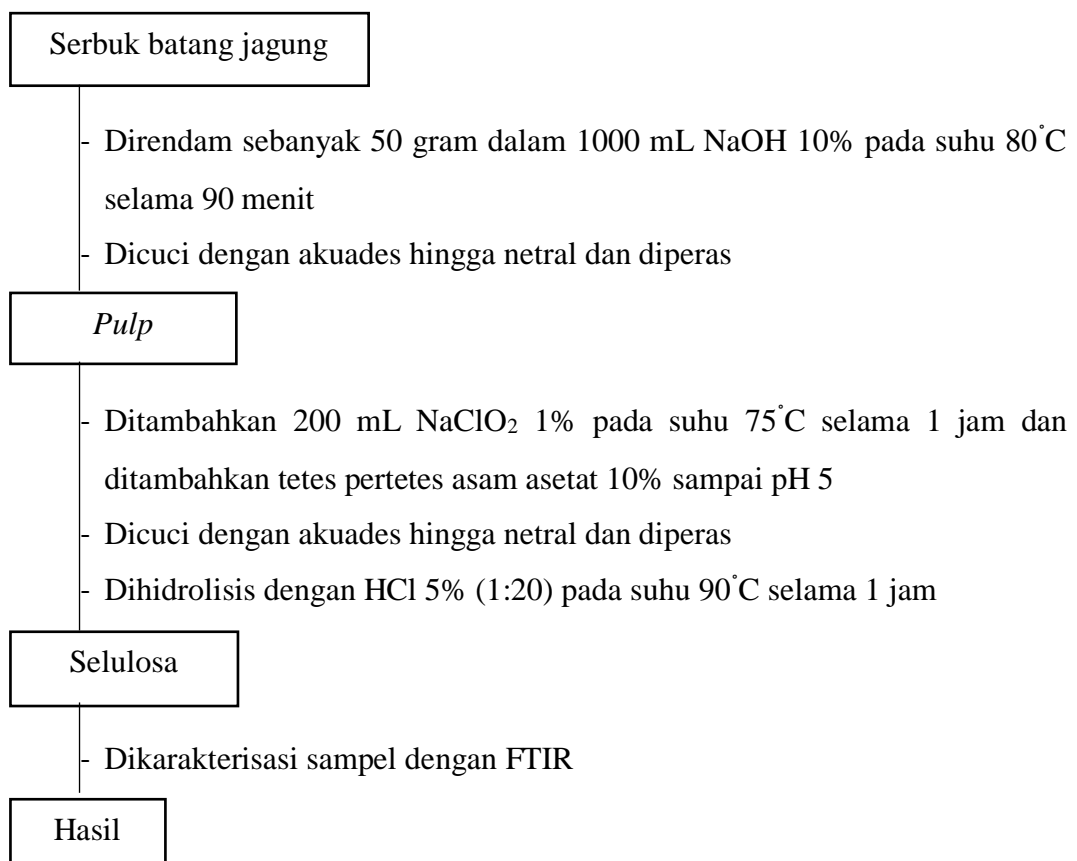


Lampiran 2. Diagram Alir

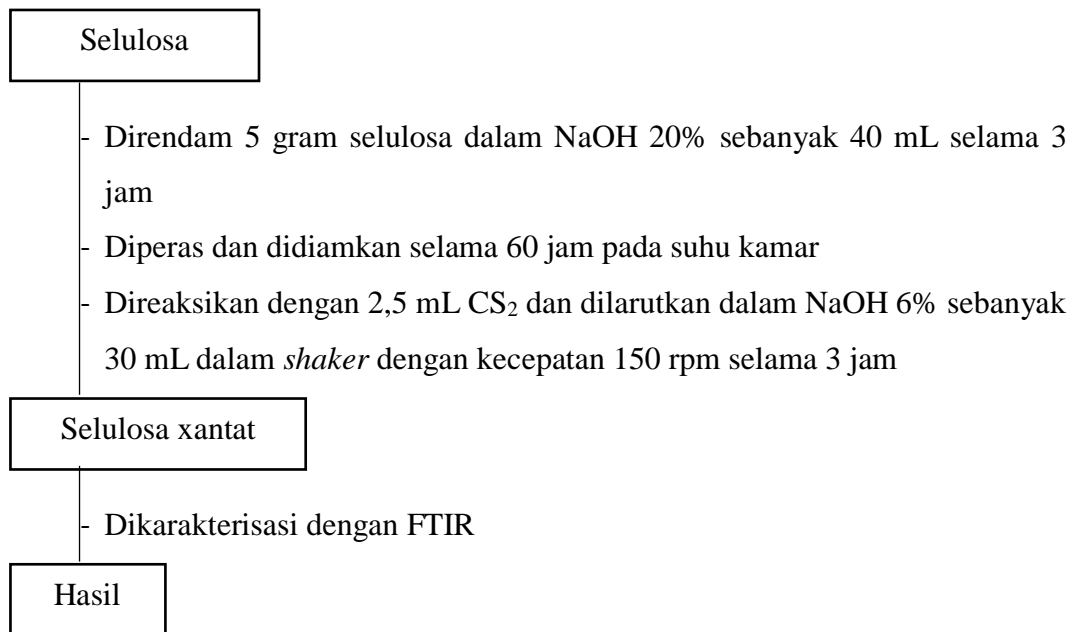
L.2.1 Preparasi Sampel



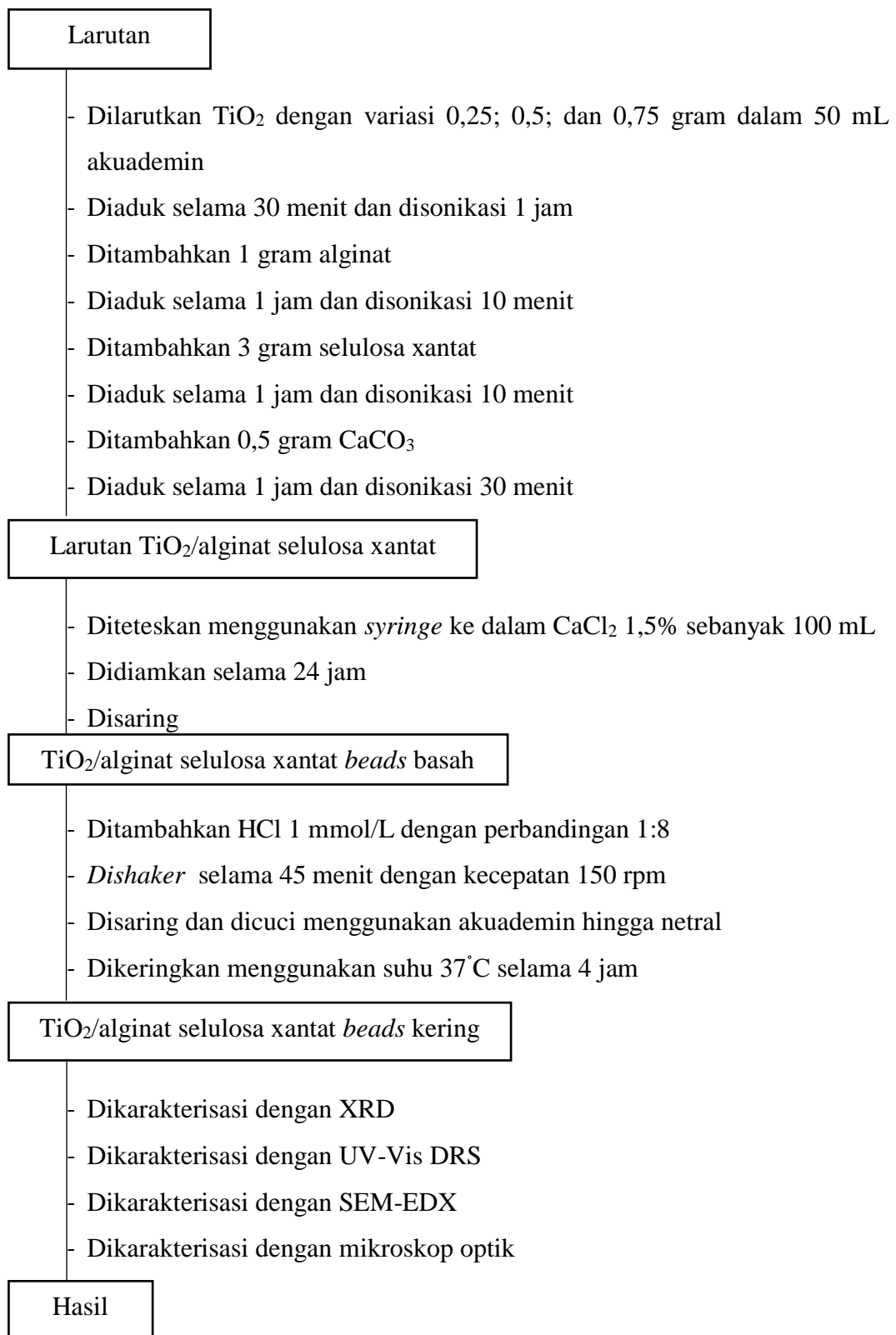
L.2.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung



L.2.3 Pembuatan Selulosa Xantat

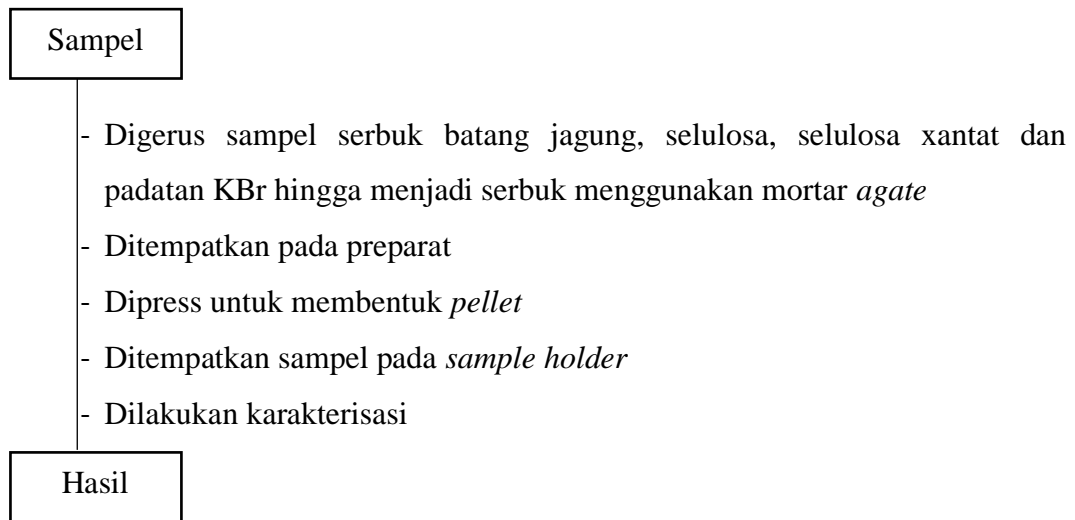


L.2.4 Pembuatan TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads*

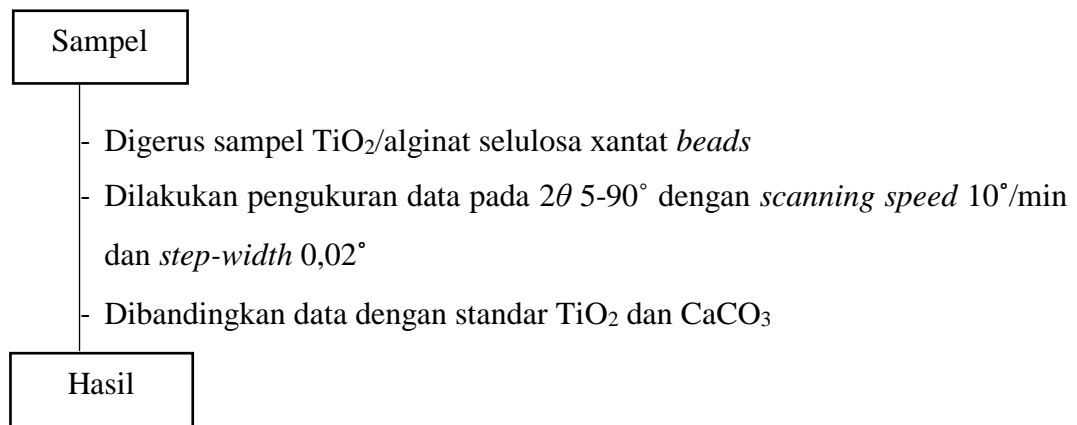


L.2.5 Karakterisasi

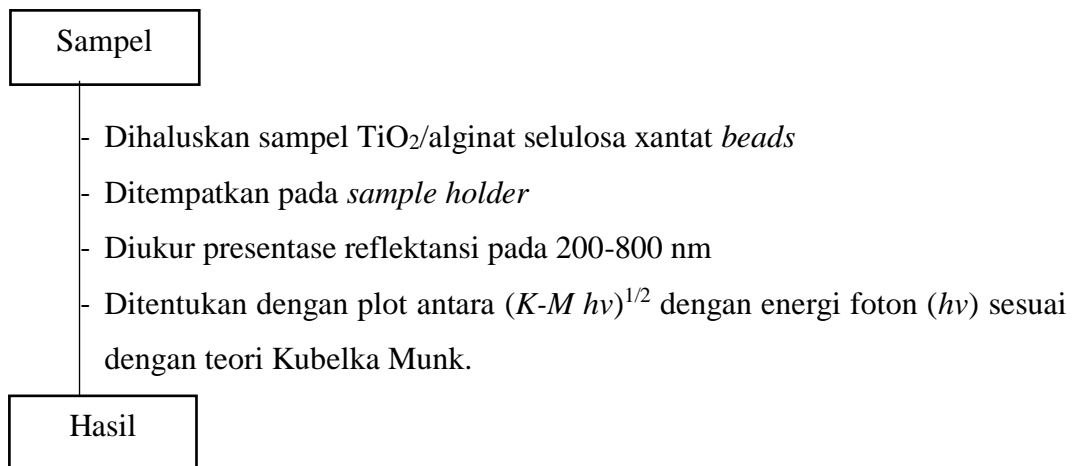
L.2.5.1 Analisis FTIR



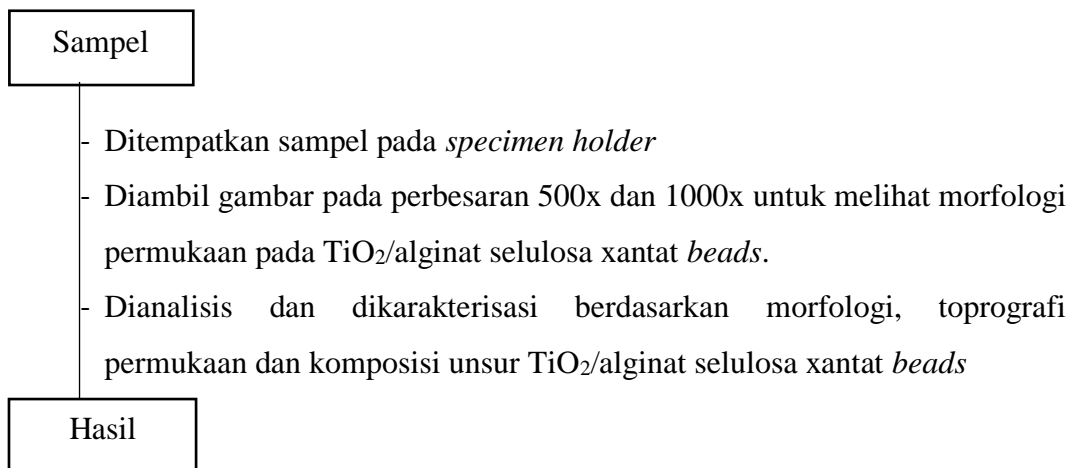
L.2.5.2 Analisis XRD



L.2.5.3 Analisis UV-Vis DRS

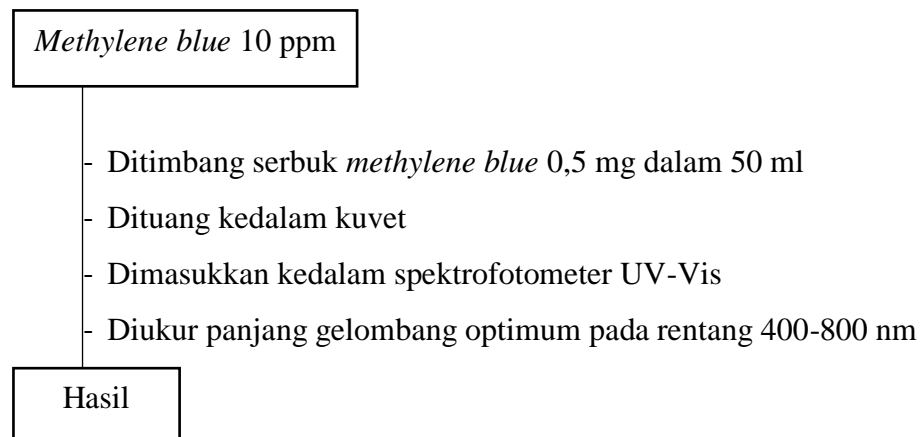


L.2.5.3 Analisis SEM-EDX

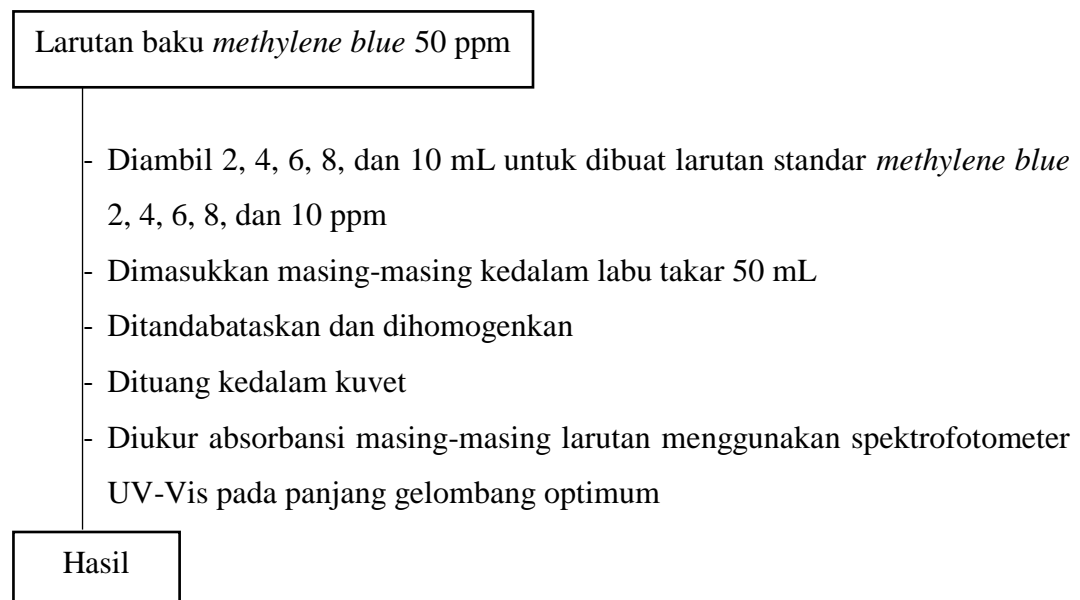


L.2.6 Uji Aktivitas Fotokatalitik TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads*

L.2.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum *Methylene Blue*



L.2.6.2 Pembuatan Kurva Standar



L.2.6.3 Uji Aktivitas Fotodegradasi dengan Menggunakan Zat Warna *Methylen Blue*

TiO₂/alginat selulosa xantat *beads*

- Ditimbang 0,1 gram TiO₂/alginat selulosa xantat *beads* dengan variasi konsentrasi TiO₂ (0,25; 0,5 dan 0,75)
- Ditambahkan 25 ml larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 10 ppm
- Dilakukan penyinaran pada kondisi gelap 60 menit
- Dimasukkan kedalam fotoreaktor untuk dilakukan penyinaran dengan iridiasi UV selama 180 menit
- Dilakukan pengukuran sebanyak 2 kali
- Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis

Hasil

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

L.3.1 Ekstraksi Selulosa

a. NaOH 10% dalam 1000 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 10\%$$

$$v = 1000 \text{ mL}$$

Ditanya m ?

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$10\% = \frac{m}{1000 \text{ mL}}$$

$$m = 100 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 10% dibuat dengan 100 gram NaOH yang diencerkan dalam 1000 mL akuades.

b. NaClO₂ 1% dalam 250 mL

Diketahui:

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

$$V_2 = 250 \text{ mL}$$

Ditanya V_1 ?

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1\% \times V_1 = 25\% \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{25\% \times 250 \text{ mL}}{1\%}$$

$$V_1 = 6250 \text{ mL}$$

Jadi, larutan NaClO₂ 1% dibuat dari NaClO₂ 25% dengan mengencerkan 6250 mL NaClO₂ dalam 250 mL akuades.

c. CH₃COOH 10% dalam 100 mL

Diketahui:

$$M_1 = 99,85\%$$

$$M_2 = 10\%$$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

Ditanya V_1 ?

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$99,85\% \times V_1 = 10\% \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10\% \times 100 \text{ mL}}{99,85\%}$$

$$V_1 = 10,02 \text{ mL}$$

Jadi, larutan CH₃COOH 10% dibuat dari CH₃COOH 99,85% dengan mengencerkan 10,02 mL CH₃COOH dalam 100 mL akuades.

d. HCl 5% dalam 1000 mL

Diketahui:

$$M_1 = 37\%$$

$$M_2 = 5\%$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$

Ditanya V_1 ?

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$37\% \times V_1 = 5\% \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{5\% \times 1000 \text{ mL}}{37\%}$$

$$V_1 = 135,1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan HCl 5% dibuat dari HCl 37% dengan mengencerkan 135,1 mL HCl dalam 1000 mL akuades.

L.3.2 Pembuatan Selulosa Xantat

a. NaOH 20% dalam 50 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 20\%$$

$$v = 50 \text{ mL}$$

Ditanya m ?

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$20\% = \frac{m}{50 \text{ mL}}$$

$$m = 10 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 20% dibuat dengan 10 gram NaOH yang diencerkan dalam 50 mL akuades.

b. NaOH 6% dalam 50 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 6\%$$

$$v = 50 \text{ mL}$$

Ditanya m ?

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$6\% = \frac{m}{50 \text{ mL}}$$

$$m = 3 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 6% dibuat dengan 3 gram NaOH yang diencerkan dalam 50 mL akuades.

L.3.3 Pembuatan *Beads*

a. CaCl₂ 3% dalam 50 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 3\%$$

$$v = 100 \text{ mL}$$

Ditanya m ?

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$3\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 3 \text{ gram}$$

Jadi, larutan CaCl₂ 3% dibuat dengan 3 gram CaCl₂ yang diencerkan dalam 100 mL akuades.

b. HCl 1 mmol/L

Diketahui:

$$bj = 1,19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}}$$

$$Mr = 36,5 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}$$

$$M = 37\%$$

$$M_2 = 0,001$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$

Ditanya V_1 ?

Jawab:

$$M = \% \times bj \times \frac{1000}{Mr}$$

$$M = 37\% \times 1,19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}} \times \frac{1000 \frac{\text{mL}}{\text{L}}}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$M = \frac{440,3 \text{ mol}}{36,5 \text{ L}}$$

$$M = 12,06 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,6 \times V_1 = 0,001 \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,001 \times 1000 \text{ mL}}{12,06}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan HCl 1 mmol/L dibuat dengan HCl 37% dengan mengencerkan 0,1 mL HCl dalam 1000 mL akuades.

L.3.4 Uji Fotodegradasi *Methylene Blue* pada *Beads*

a. Larutan *Methylene Blue* 10 ppm dalam 50 ml

$$\frac{10 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{x}{50 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{10 \text{ mg} \times 50 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 0,5 \text{ gram}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 10 ppm dibuat dengan melarutkan 0,5 gram *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

b. Pembuatan Kurva Standar

1. Larutan stok *methylene blue* 50 ppm

$$\frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{x}{50 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{50 \text{ mg} \times 50 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 2,5 \text{ mg}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 50 ppm dibuat dengan melarutkan 2,5 mg *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

2. Larutan *methylene blue* 2 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 2 ppm dibuat dengan melarutkan 2 mL larutan stok 50 ppm *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

3. Larutan *methylene blue* 4 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 50 \text{ ppm} \times V_1 &= 4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\
 V_1 &= 4 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 4 ppm dibuat dengan melarutkan 4 mL larutan stok 50 ppm *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

4. Larutan *methylene blue* 6 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 50 \text{ ppm} \times V_1 &= 6 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{6 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\
 V_1 &= 6 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 6 ppm dibuat dengan melarutkan 6 mL larutan stok 50 ppm *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

5. Larutan *methylene blue* 8 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 50 \text{ ppm} \times V_1 &= 8 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{8 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\
 V_1 &= 8 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 8 ppm dibuat dengan melarutkan 8 mL larutan stok 50 ppm *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

6. Larutan *methylene blue* 10 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 50 \text{ ppm} \times V_1 &= 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\
 V_1 &= 10 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 10 ppm dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan stok 50 ppm *methylene blue* kedalam 50 mL akuades.

c. Fotodegradasi *Methylene Blue* Menggunakan *Beads*

$$\frac{10 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{x}{100 \text{ mL}}$$
$$x = \frac{10 \text{ mg} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 1 \text{ mg}$$

Jadi, larutan *methylene blue* 10 ppm dibuat dengan melarutkan 1 mg *methylene blue* kedalam 100 mL akuades.

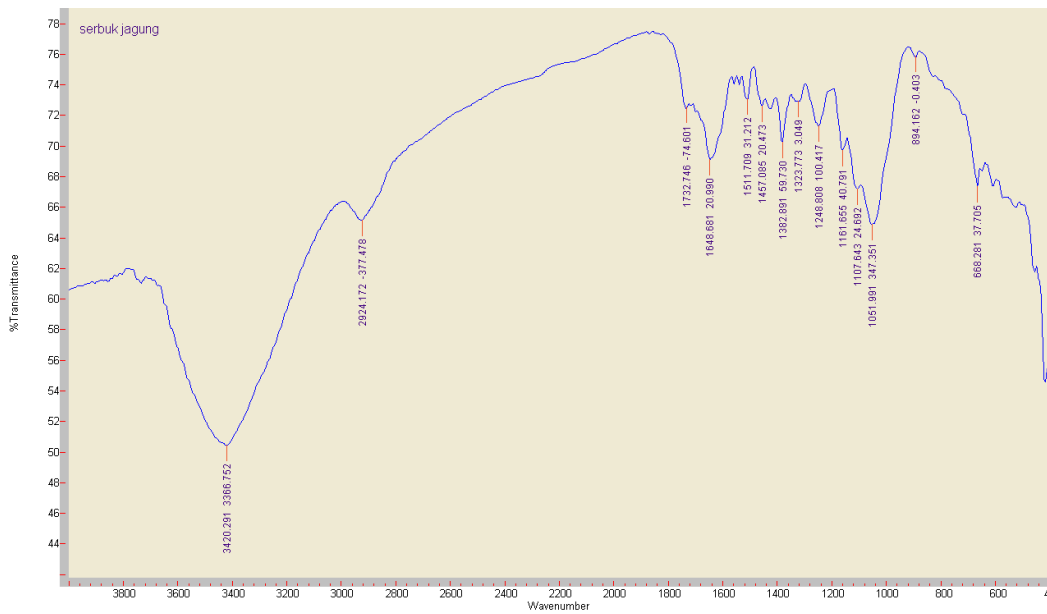
Lampiran 4. Perhitungan Rendemen Selulosa

L.4.1 Rendemen Selulosa Hasil Ekstraksi

$$\begin{aligned}\text{Rendemen} &= \frac{\text{Berat awal} - \text{berat setelah ekstraksi}}{\text{berat awal}} \times 100\% \\ &= \frac{50,0000 \text{ gram} - 32,0000 \text{ gram}}{50,0000 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 36\%\end{aligned}$$

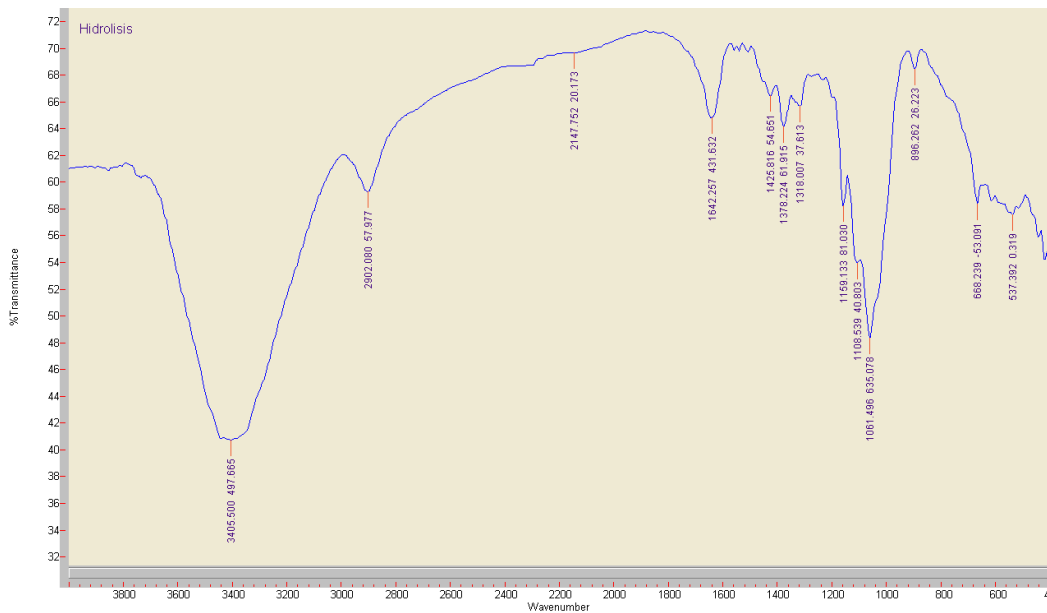
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi FTIR

L.5.1 Gugus Fungsi Serbuk Batang Jagung



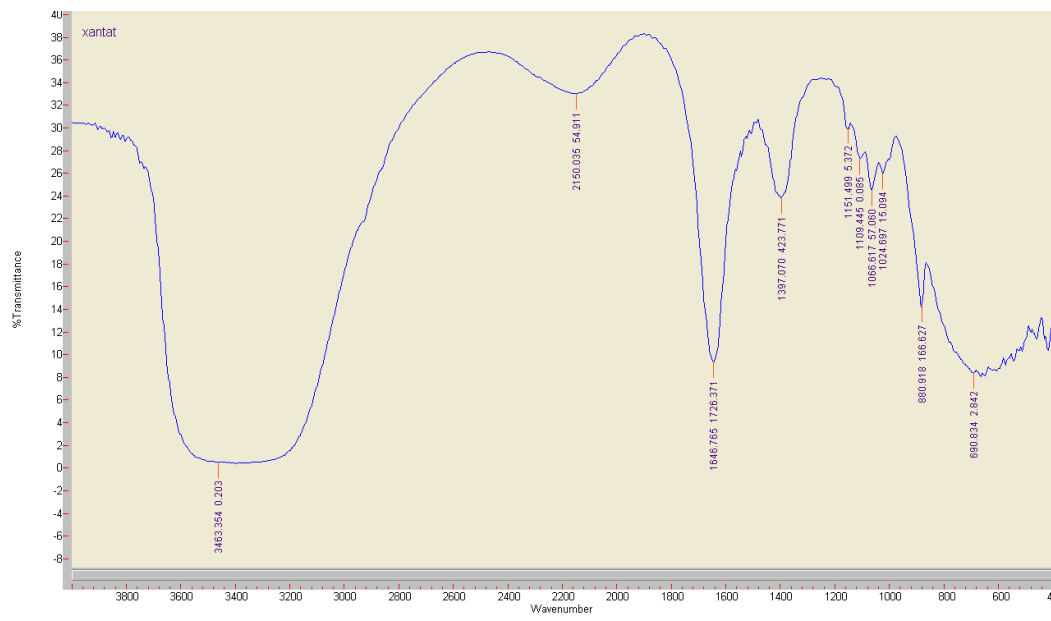
Gambar L.5.1 Gugus fungsi serbuk batang jagung

L.5.2 Gugus Fungsi Hidrolisis Selulosa



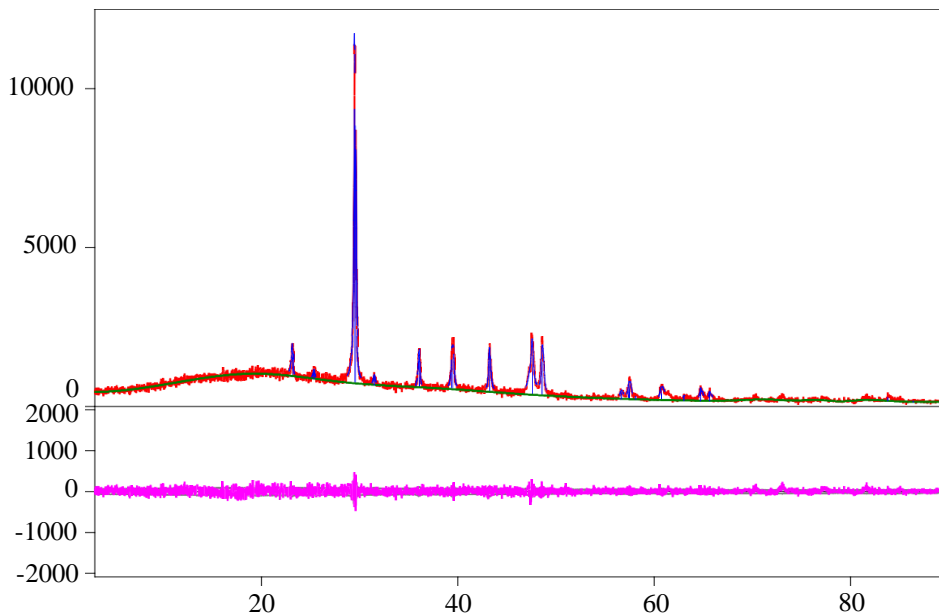
Gambar L.5.2 Gugus fungsi mikroselulosa

L.5.3 Gugus Fungsi Selulosa Xantat



Gambar L.5.1 Gugus fungsi selulosa xantat

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD
L.6.1 Data XRD Alginat Selulosa Xantat *Beads*

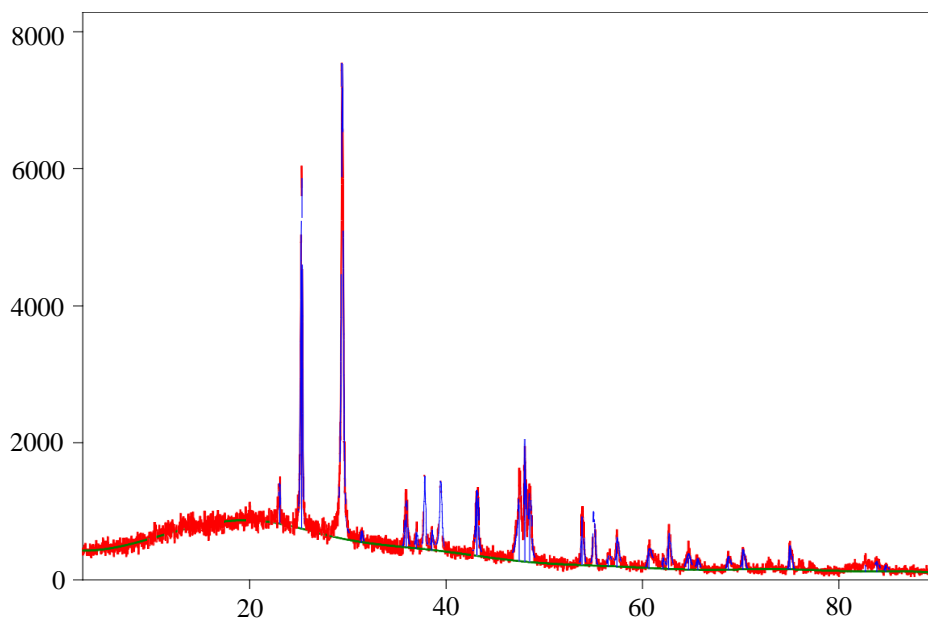


Gambar L.6.1 Difraktogram alginat selulosa xantat *beads*

Tabel L.6.1 Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat *beads*

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height(cts)
23.121	3.8438	0.16	727
25.34	3.512	0.20	204
29.449	3.0306	0.190	8094
31.491	2.8386	0.19	221
35.789	2.5069	0.03	301
36.032	2.4906	0.152	917
39.413	2.2844	0.229	1123
43.210	2.0920	0.19	1119
47.547	1.9108	0.27	1348
48.532	1.8743	0.27	1198
56.64	1.6237	0.27	197
57.429	1.6033	0.29	461
58.08	1.5868	0.27	99
60.71	1.5243	0.46	338
63.01	1.4740	0.21	134
64.71	1.4394	0.20	335
65.62	1.4216	0.22	235
83.78	1.1536	0.61	105
86.4	1.126	0.4	25

L.6.2 Data XRD Alginat Selulosa Xantat *Beads*-TiO₂ 0,25

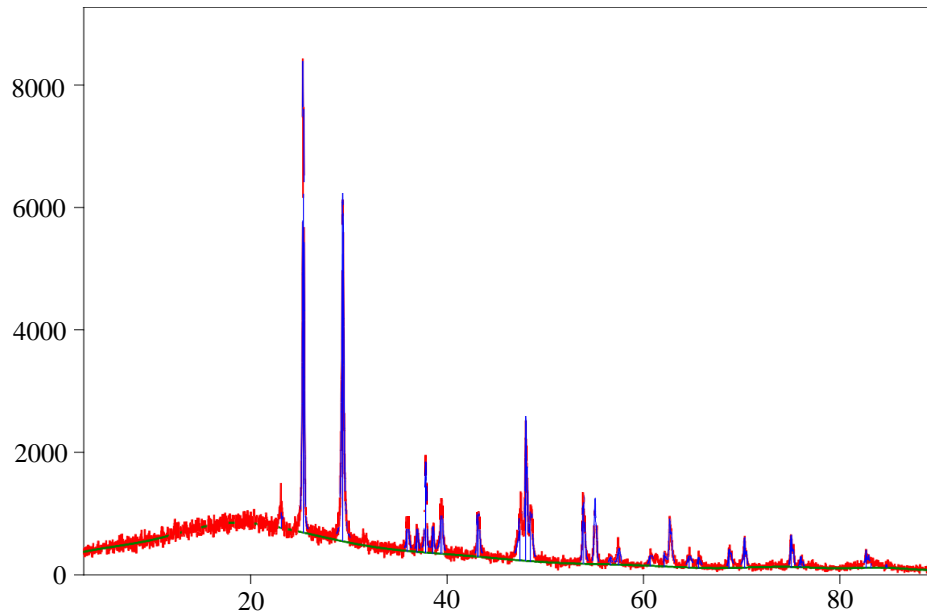


Gambar L.6.2 Difraktogram alginat selulosa xantat *beads*-TiO₂ 0,25

Tabel L.6.2 Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat *beads*-TiO₂ 0,25

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height(cts)
23.08	3.850	0.19	422
25.298	3.5177	0.177	3765
29.398	3.0358	0.209	5066
31.39	2.8474	0.18	119
35.99	2.493	0.25	468
36.979	2.4289	0.07	284
37.808	2.3776	0.138	870
38.56	2.3329	0.16	205
39.381	2.2861	0.196	837
43.142	2.0952	0.21	762
47.479	1.9134	0.32	809
48.021	1.89308	0.103	1378
48.490	1.8758	0.29	768
53.877	1.7003	0.167	698
55.026	1.66749	0.167	728
56.53	1.6266	0.30	121
57.39	1.6042	0.19	372
60.67	1.5251	0.44	225
62.105	1.4933	0.13	124
62.700	1.4806	0.210	436
64.71	1.4394	0.44	166
65.64	1.4211	0.24	129
68.76	1.3641	0.28	161
70.239	1.33899	0.22	271
75.03	1.2649	0.20	339
82.73	1.1657	0.6	94
83.87	1.1527	0.32	115
84.813	1.1422	0.15	87

L.6.3 Data XRD Alginat Selulosa Xantat *Beads*-TiO₂ 0,5

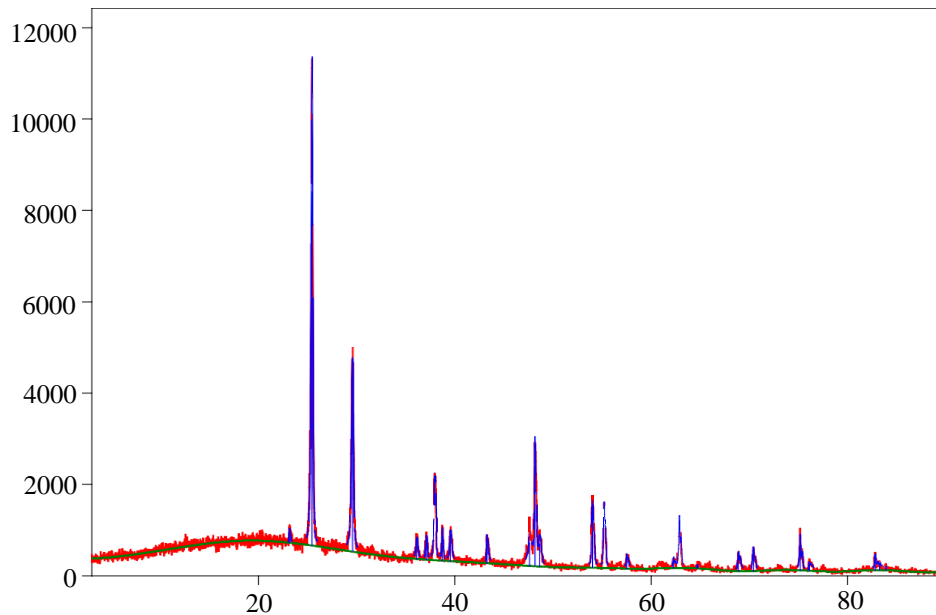


Gambar L.6.3 Difraktogram alginat selulosa xantat *beads*-TiO₂ 0,5

Tabel L.6.3 Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat *beads*-TiO₂ 0,5

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height(cts)
23.07	3.852	0.31	245
25.333	3.5129	0.165	5524
29.408	3.0348	0.141	4678
35.956	2.4957	0.25	369
36.945	2.4311	0.16	304
37.826	2.3765	0.139	1228
38.552	2.3334	0.17	331
39.44	2.2827	0.23	609
43.18	2.0936	0.21	578
47.454	1.9144	0.39	563
48.033	1.89263	0.111	2012
48.494	1.8757	0.26	627
53.928	1.6988	0.176	956
55.086	1.6658	0.177	933
56.66	1.6233	0.29	97
57.48	1.6021	0.31	202
60.71	1.5243	0.49	134
62.139	1.4926	0.12	178
62.693	1.4807	0.162	726
64.67	1.4401	0.38	151
65.63	1.4215	0.22	139
68.74	1.3645	0.21	279
70.307	1.3379	0.16	436
75.060	1.2645	0.184	492
76.048	1.25050	0.14	166
82.693	1.16603	0.08	231
83.18	1.1605	1.1	70
84.79	1.1425	0.18	46

L.6.4 Data XRD Alginat Selulosa Xantat *Beads*-TiO₂ 0,75



Gambar L.6.4 Difraktogram alginat selulosa xantat *beads*-TiO₂ 0,5

Tabel L.6.4 Puncak-puncak XRD alginat selulosa xantat *beads*-TiO₂ 0,5

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height(cts)
23.144	3.840	0.17	218
25.452	3.4967	0.163	7749
29.553	3.0202	0.179	3612
36.11	2.4854	0.22	358
37.09	2.4217	0.18	400
37.930	2.3702	0.143	1618
38.692	2.3253	0.109	620
39.525	2.2781	0.20	565
43.265	2.0895	0.129	572
47.601	1.9088	0.34	511
48.156	1.8881	0.127	2453
48.623	1.8710	0.28	503
54.030	1.6958	0.155	1340
55.186	1.6630	0.152	1352
57.50	1.6016	0.14	294
62.25	1.4903	0.11	221
62.797	1.47852	0.132	1096
64.73	1.4390	0.24	95
68.867	1.36227	0.152	403
70.406	1.3362	0.186	487
75.152	1.26316	0.137	751
76.107	1.24968	0.19	196
82.767	1.16518	0.163	346
83.25	1.1596	0.19	138
83.89	1.1524	0.21	87

Lampiran 7. Contoh Perhitungan *Crystallite Size*

Perhitungan *crystallite size* alginat selulosa xantat *beads-TiO₂* (0,25; 0,5 dan 0,75) menggunakan persamaan 3.1. Data-data untuk perhitungan *crystallite size* alginat selulosa xantat *beads* tanpa katalis TiO₂ sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 K &= 0,9 \\
 \lambda (K\alpha) &= 1,54060 \\
 \beta (FWHM) &= 0,2 \\
 2\theta &= 25,34 \rightarrow \theta = \frac{25,34}{2} = 12,67
 \end{aligned}$$

Sehingga *crystallite size* yang diperoleh adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,2 \cos 12,67} = 40,71 \text{ nm}$$

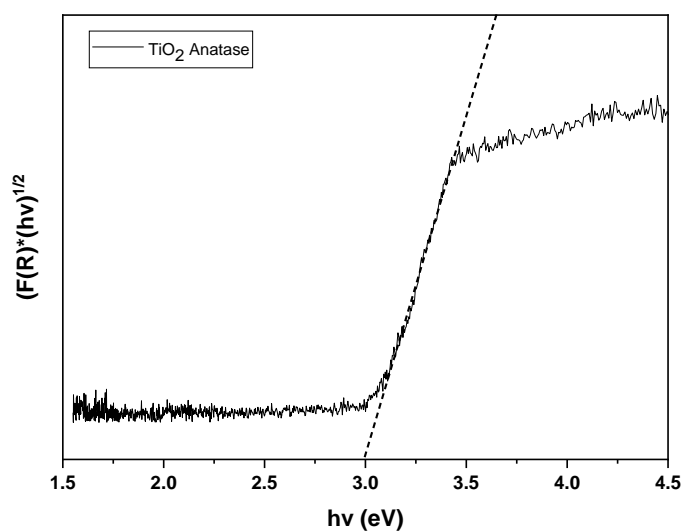
Perhitungan *crystallite size* senyawa alginat selulosa xantat *beads-TiO₂* (0,25; 0,5 dan 0,75) dengan cara yang sama. Hasil pengukuran *crystallite size* dirangkum pada tabel L.7.1

Tabel L.7.1 Perhitungan *crystallite size* senyawa alginat selulosa xantat *beads-TiO₂* (0,25; 0,5 dan 0,75)

Material	2θ	FWHM (radians)	<i>Crystallite Size (nm)</i>
Alginat selulosa xantat <i>beads</i>	25,340	0,220	40,71
Alginat selulosa xantat <i>beads-0,25 TiO₂</i>	25,298	0,177	46,00
Alginat selulosa xantat <i>beads-0,5 TiO₂</i>	25,333	0,165	49,35
Alginat selulosa xantat <i>beads-0,75 TiO₂</i>	25,452	0,163	49,97

Lampiran 8. Hasil Analisis DRS

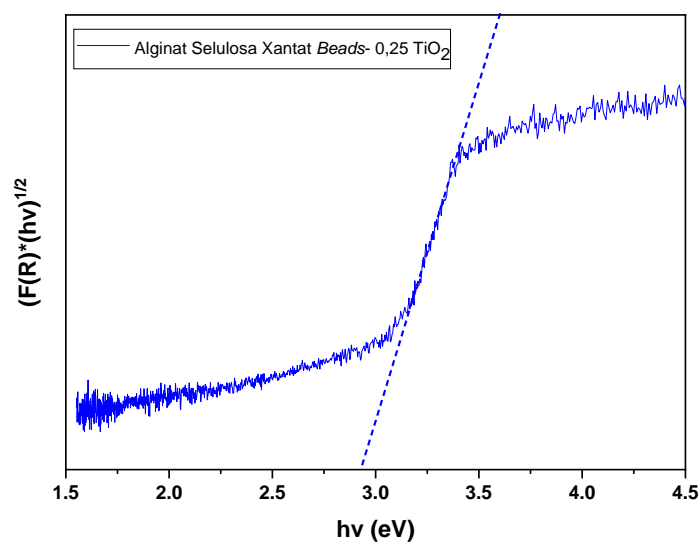
L.8.1 Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang TiO₂



Gambar L.8.1 Spektra DRS energi celah pita TiO₂

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,01} = 412 \text{ nm}$$

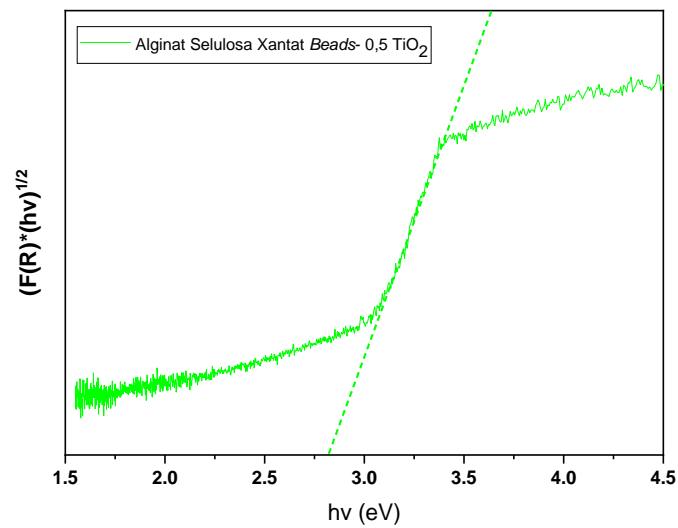
L.8.2 Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang Alginat Selulosa Xantat *Beads-0,25* TiO₂



Gambar L.8.3 Spektra DRS energi celah pita alginat selulosa xantat *beads-0,25* TiO₂

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,96} = 419 \text{ nm}$$

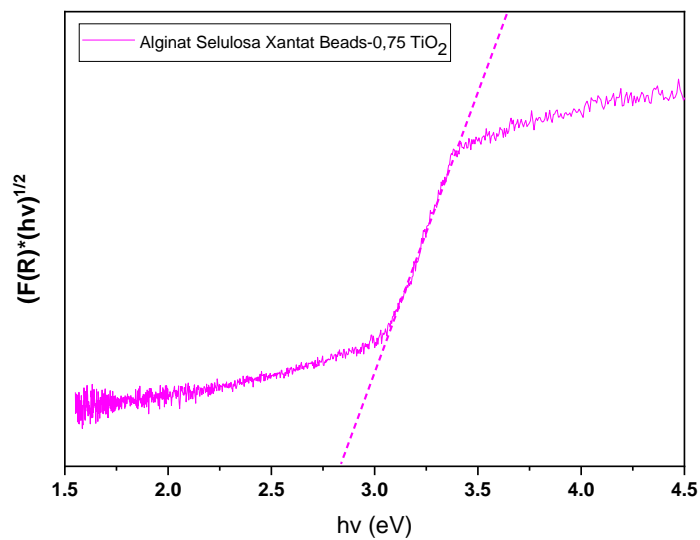
L.8.3 Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang Alginat Selulosa Xantat *Beads-0,5 TiO₂*



Gambar L.8.4 Spektra DRS energi celah pita alginat selulosa xantat *beads-0,5 TiO₂*

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,88} = 431 \text{ nm}$$

L.8.4 Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang Alginat Selulosa Xantat *Beads-0,75 TiO₂*

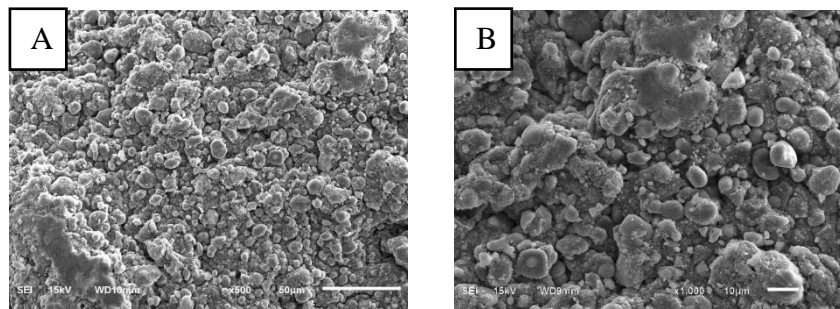


Gambar L.8.5 Spektra DRS energi celah pita alginat selulosa xantat *beads-0,75 TiO₂*

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,86} = 434 \text{ nm}$$

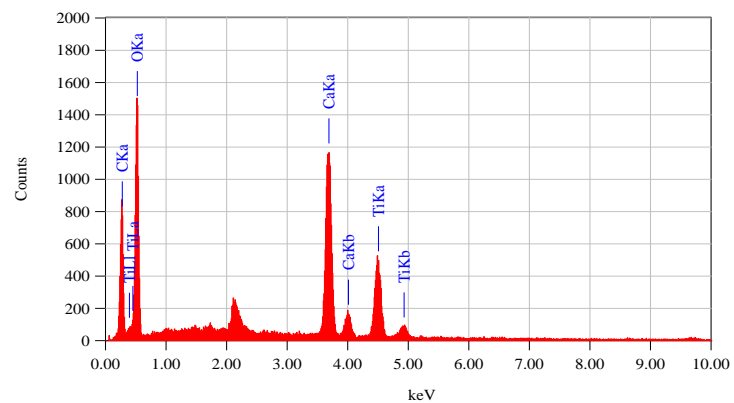
Lampiran 9. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX

L.9.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM



Gambar L.9.1 Hasil mikrograf SEM alginat selulosa xantat *beads-0,75 TiO₂* (a) pembesaran 500X (b) pembesaran 1000X

L.9.2 Hasil Karakterisasi Menggunakan EDX



Gambar L.9.2 Hasil EDX alginat selulosa xantat *beads-0,75 TiO₂*

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

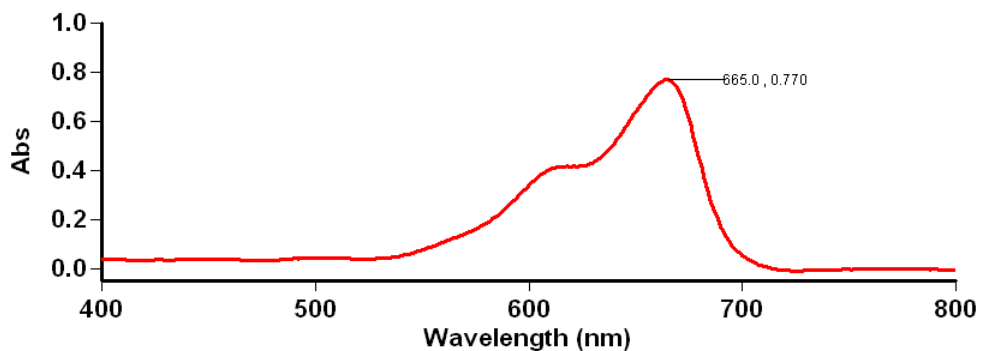
Fitting Coefficient : 0.3471

Element (keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	21.07	0.06	31.25				17.3731
O K	51.49	0.27	57.35				39.8131
Ca K	16.39	0.19	7.29				27.9839
Ti K	11.05	0.27	4.11				14.8299
Total	100.00		100.00				

Lampiran 10. Hasil Karakterisasi UV-Vis

L.10.1 Panjang Gelombang Maksimum *Methylene Blue*

Tanggal Analisa : 28 Agustus 2020



Scan Analysis Report

Report Time : Fri 28 Aug 03:57:12 PM 2020

Method:

Batch: D:\Laili Muyassaroh\Lamdha Maks Methylene Blue (28-08-2020).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: 6 ppm

Collection Time 8/28/2020 3:57:42 PM

Peak Table

Peak Style Peaks

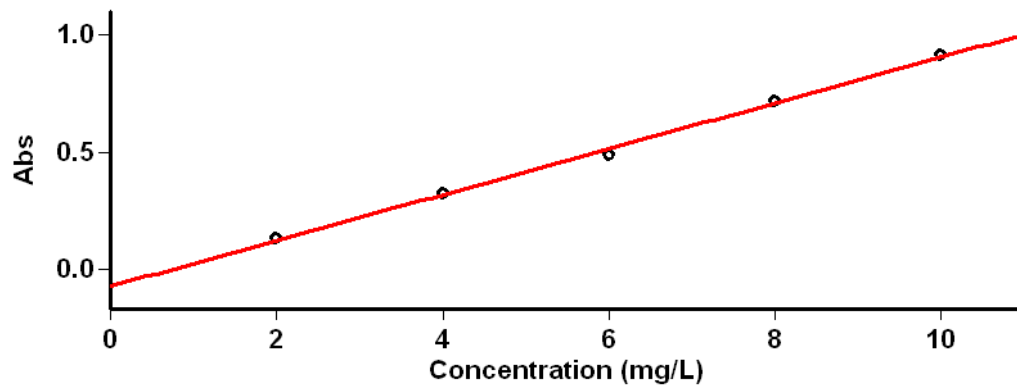
Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 400.0nm

Wavelength (nm)	Abs
665.0	0.770

L.10.2 Kurva Standar *Methylene Blue*

Tanggal Analisa : 16 November 2020



Concentration Analysis Report

Report time 11/16/2020 2:44:47 PM
Method
Batch name D:\Alfi\Kurva Standar Methylene Blue
(16-11-2020).BCN
Application Concentration 3.00 (339)
Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
Instrument version no. 3.00
Wavelength (nm) 665.0
Ordinate Mode Abs
Ave Time (sec) 0.1000
Replicates 3
Standard/Sample averaging OFF
Weight and volume corrections OFF
Fit type Linear
Min R² 0.95000
Concentration units mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1211)	665.0

Calibration

Collection time 11/16/2020 2:45:07 PM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.1303
						0.1305
	2.0		0.1304	0.0001	0.10	0.1303
Std 2						0.3232
						0.3226
	4.0		0.3226	0.0006	0.20	0.3219
Std 3						0.4871
						0.4864
	6.0		0.4866	0.0004	0.08	0.4863
Std 4						0.7193
						0.7192
	8.0		0.7192	0.0002	0.02	0.7190
Std 5						0.9133
						0.9114
	10.0		0.9124	0.0010	0.11	0.9123

Calibration eqn Abs = 0.09803*Conc -0.07393

Correlation Coefficient 0.99749

Calibration time 11/16/2020 2:46:09 PM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated

O = Overrange

N = Not used in calibration

R = Repeat reading

L.10.3 Absorbansi Kontrol *Methylene Blue*

Tanggal Analisa : 17 November 2020

Advanced Reads Report

Report time 11/17/2020 10:26:50 AM
 Method
 Batch name D:\Alfi\Absorbansi Kontrol Methylene Blue
 (17-11-2020).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 665.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1248)	665.0

Analysis

Collection time 11/17/2020 10:26:50 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Kontrol					0.9187 0.9182 0.9194
		0.9188	0.0006	0.06	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

L.10.4 Absorbansi TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* kondisi terang dan gelap

Tanggal Analisa : 17 November 2020

Advanced Reads Report

Report time 11/17/2020 2:14:21 PM
 Method
 Batch name D:\Alfi\Absorbansi Methylene Blue Sampel TiO2 (17-11-2020).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 665.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1209)	665.0

Analysis

Collection time 11/17/2020 2:14:21 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
TiO2 0 a					0.6800 0.6798 0.6793
	0.6797	0.0004	0.05		
TiO2 0 b					0.6630 0.6611 0.6618
	0.6620	0.0010	0.15		
TiO2 0,25 a					0.6609 0.6598 0.6627
	0.6611	0.0015	0.22		
TiO2 0,25 b					0.5661 0.5654 0.5642
	0.5653	0.0010	0.17		
TiO2 0,5 a					0.6388 0.6393 0.6370
	0.6384	0.0012	0.19		
TiO2 0,5 b					0.5828 0.5826 0.5807
	0.5820	0.0012	0.20		
TiO2 0,75 a					0.4180 0.4149 0.4132
	0.4154	0.0024	0.57		
TiO2 0,75 b					0.5495 0.5493 0.5489
	0.5492	0.0003	0.05		
Gelap 0 a					0.6487 0.6483 0.6479
	0.6483	0.0004	0.06		

Gelap 0 b				0.6525 0.6531 0.6537
	0.6531	0.0006	0.09	
Gelap 0,25 a				0.6399 0.6385 0.6377
	0.6387	0.0011	0.18	
Gelap 0,25 b				0.6725 0.6725 0.6709
	0.6720	0.0009	0.14	
Gelap 0,5 a				0.6774 0.6743 0.6748
	0.6755	0.0017	0.25	
Gelap 0,5 b				0.6575 0.6604 0.6564
	0.6581	0.0021	0.31	
Gelap 0,75 a				0.7678 0.7669 0.7683
	0.7677	0.0007	0.10	
Gelap 0,75 b				0.6859 0.6861 0.6843
	0.6854	0.0010	0.15	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Lampiran 11. Perhitungan TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* terhadap *Methylene Blue*

L.11.1 Uji Aktivitas TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* dengan Penyinaran UV

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

Keterangan : X₀ = konsentrasi sebelum didegradasi

X_t = konsentrasi sesudah didegradasi

Tabel L.11.1 Hasil konsentrasi kontrol *methylene blue*, absorbansi, konsentrasi fotokatalis dan % degradasi dengan penyinaran lampu UV.

Fotokatalis	X ₀ (ppm)	Absorbansi			X _t (ppm)	% Degradasi
		I	II	Rata-rata		
<i>Beads</i> tanpa TiO ₂	10,1268	0,6797	0,6620	0,6709	7,5975	24,98
<i>Beads</i> - TiO ₂ 0,25	10,1268	0,6611	0,5663	0,6137	7,0145	30,73
<i>Beads</i> -TiO ₂ 0,5	10,1268	0,6384	0,5820	0,6102	6,9788	31,09
<i>Beads</i> -TiO ₂ 0,75	10,1268	0,4154	0,5492	0,4823	5,6741	43,97

Menghitung nilai konsentrasi *methylene blue* kontrol :

$$x = \frac{0,7393 + 0,9188}{0,09803}$$

$$= 10,1268 \text{ ppm}$$

Menghitung nilai % degradasi dengan penyinaran UV

1. Alginat Selulosa Xantat *Beads* tanpa TiO₂

$$x = \frac{0,7393 + 0,6709}{0,09803}$$

$$= 7,5975 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

$$= \frac{10,1268 - 7,5975}{10,1268} \times 100\%$$

$$= 24,98\%$$

2. Alginat Selulosa Xantat *Beads*-0,25 TiO₂

$$x = \frac{0,7393 + 0,6137}{0,09803}$$

$$\begin{aligned}
 &= 7,0145 \text{ ppm} \\
 \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\
 &= \frac{10,1268 - 7,0145}{10,1268} \times 100\% \\
 &= 30,73\%
 \end{aligned}$$

3. Alginat Selulosa Xantat *Beads*-0,5 TiO₂

$$\begin{aligned}
 x &= \frac{0,7393 + 0,6102}{0,09803} \\
 &= 6,9788 \text{ ppm} \\
 \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\
 &= \frac{10,1268 - 6,9788}{10,1268} \times 100\% \\
 &= 31,09\%
 \end{aligned}$$

4. Alginat Selulosa Xantat *Beads*-0,75 TiO₂

$$\begin{aligned}
 x &= \frac{0,7393 + 0,4823}{0,09803} \\
 &= 5,6741 \text{ ppm} \\
 \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\
 &= \frac{10,1268 - 5,6741}{10,1268} \times 100\% \\
 &= 43,97\%
 \end{aligned}$$

L.11.2 Uji Aktivitas TiO₂/Alginat Selulosa Xantat *Beads* Tanpa Penyinaran UV

Tabel L.11.2 Hasil konsentrasi kontrol *methylene blue*, absorbansi, konsentrasi fotokatalis dan % degradasi tanpa penyinaran lampu UV.

Fotokatalis	X ₀ (ppm)	Absorbansi			X _t (ppm)	% Degradasi
		I	II	Rata-rata		
<i>Beads</i> tanpa TiO ₂	10,1268	0,6483	0,6531	0,7246	7,3919	27,01
<i>Beads</i> -TiO ₂ 0,25	10,1268	0,6387	0,6720	0,7293	7,4394	26,54
<i>Beads</i> -TiO ₂ 0,5	10,1268	0,6755	0,6581	0,7407	7,5562	25,39
<i>Beads</i> -TiO ₂ 0,75	12,1268	0,7677	0,6854	0,8005	8,1657	19,37

Menghitung nilai % degradasi tanpa penyinaran UV

1. Alginat Selulosa Xantat *Beads* tanpa TiO₂

$$x = \frac{0,7393 + 0,7246}{0,09803}$$

$$= 7,3919 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

$$= \frac{10,1268 - 7,3919}{10,1268} \times 100\%$$

$$= 27,01\%$$

2. Alginat Selulosa Xantat *Beads*-0,25 TiO₂

$$x = \frac{0,7393 + 0,7293}{0,09803}$$

$$= 7,4394 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\%$$

$$= \frac{10,1268 - 7,4394}{10,1268} \times 100\%$$

$$= 26,54\%$$

3. Alginat Selulosa Xantat *Beads*-0,5 TiO₂

$$x = \frac{0,7393 + 0,7407}{0,09803}$$

$$\begin{aligned}
 &= 7,5562 \text{ ppm} \\
 \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\
 &= \frac{10,1268 - 7,5562}{10,1268} \times 100\% \\
 &= 25,39\%
 \end{aligned}$$

4. Alginat Selulosa Xantat *Beads-0,75 TiO₂*

$$\begin{aligned}
 x &= \frac{0,7393 + 0,8005}{0,09803} \\
 &= 8,1657 \text{ ppm} \\
 \% \text{ degradasi} &= \frac{X_0 - X_t}{X_0} \times 100\% \\
 &= \frac{10,1268 - 8,1657}{10,1268} \times 100\% \\
 &= 19,37\%
 \end{aligned}$$