PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG TiO₂ MENGGUNAKAN *CROSSLINK* C4H₆O4Zn

SKRIPSI

Oleh: HIDAYATUL MUFIDAH NIM. 16630031



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

PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG TiO₂ MENGGUNAKAN *CROSSLINK* C₄H₆O₄Zn

SKRIPSI

Oleh: HIDAYATUL MUFIDAH NIM. 16630031

Diajukan Kepada: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri 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 *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG TiO₂ MENGGUNAKAN *CROSSLINK* C4H6O4Zn

SKRIPSI

Oleh: HIDAYATUL MUFIDAH NIM. 16630031

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 22 Juni 2021

Penguji Utama	: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P	()
	NIP. 19750410 200501 2 009	\square
Ketua Penguji	: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc	()
	NIP. LB. 68004	
	- ý	N/
Sekretaris Penguji	: Eny Yulianti, M.Si	()
	NIP. 19760611 200501 2 006	1
		Ra .
Anggota Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc	(
	NIDT. 19890113 20180201 1 244	<i>,,</i>

Mengesahkan, Ketua Program Studi

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

PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG TiO₂ MENGGUNAKAN *CROSSLINK* C4H₆O4Zn

SKRIPSI

Oleh: HIDAYATUL MUFIDAH NIM. 16630031

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 21 Juni 2021

Pembimbing I

Eny Yulianti, M. Si NIP. 19760611 200501 006 **Pembimbing II**

Lulu'atul Hamidatu Ulya, M. Sc

NIDT. 19900906 20180201 2 239

Mengetahui, Ketua Program Studi

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

PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama	: Hidayatul Mufidah	
NIM	: 16630031	
Jurusan	: Kimia	
Fakultas	: Sains dan Teknologi	
Judul Penelitian	: Pembuatan Beads Selulosa Xantat sebagai M	aterial
	Pendukung TiO ₂ Crosslink C ₄ H ₆ O ₄ Zn	

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pemikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atau perbuatan tersebut.

Malang, Yang membut pernyataan 52AC7AJX268863829

Hidayatul Mufidah NIM. 16630031

ΜΟΤΤΟ

Tiga Mantra Kehidupan

"Barang siapa yang bersungguh-sungguh, maka ia dapat"

مَنْ صَبَرَ ظَفِرَ

"Barang siapa yang bersabar, maka ia beruntung"

"Barang siapa yang menanam, maka ia menuai"

HALAMAN PERSEMBAHAN

Syukur Alhamdulillah dan terima kasih kepada diri saya yang sudah berjuang dalam menyelesaikan program sarjana, dan tak luput do'a serta dukungan dari kedua orang tua dan ketiga saudara perempuan saya yang tidak berhentinya memberikan semangat yang sangat luar biasa.

Skripsi ini saya persembahkan untuk Bapak dan Mamak yang telah ikhlas membimbing saya dengan begitu banyak kebahagiaan sehingga saya bisa mengejar impian dan menjalani kehidupan yang Insyaallah kedepannya semakin dipermudah dan dilancarkan oleh Allah Swt. Terima kasih atas semua cinta dan kasih sayang yang telah Bapak dan Mamak berikan kepada saya.

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadirat Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul "Pembuatan *Beads* Selulosa Xantat sebagai Material Pendukung TiO₂ Menggunakan *Crosslink* C₄H₆O₄Zn". Selawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad saw. sosok teladan yang menjadi suri tauladan peradaban dan budaya pemikiran. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikan naskah ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

- Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Tekonologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 4. Eny Yulianti, M.Si selaku dosen pembimbing utama, yang telah banyak memberikan bimbingan, pengalaman, pengarahan, motivasi, dan nasehat kepada penulis.
- 5. Lulu'atul Hamidatu Ulya, M. Sc selaku dosen pembimbing, yang telah banyak memberikan bimbingan dan pengarahan yang baik kepada penulis.
- 6. Dr. Akyunul Jannah, M.P selaku dosen wali dan penguji utama yang telah memberikan pengarahan, bimbingan, dan nasehat kepada penulis.
- 7. Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dengan baik kepada penulis.

- 8. Segenap civitas akademik Jurusan Kimia, terutama seluruh dosen dan laboran, terimakasih atas segenap ilmu dan bimbingannya.
- 9. Bapak Muchsin dan Ibu Robi'atul Adawiyah selaku orang tua, yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu.
- 10. Niswatul Muchsinah, Nazmatul Milah, dan Durrotul Badi'ah selaku kakakkakak tercinta yang menjadi motivasi penulis untuk menyelesaikan penulisan naskah ini.
- 11. Alfi Auliyana Purnama Dhewi dan Laili Muyassaroh selaku tim *beads* yang telah memberikan motivasi, pengetahuan, dan segala bantuan kepada penulis untuk penelitian ini.
- 12. Fattika Muzammila, Niswatul Azizah, Rizqia Rahmatul Umami, dan Titis Budiningtyas selaku warga SKD yang selalu memberikan semangat, motivasi, dan dukungan kepada penulis untuk menyelesaikan penulisan naskah ini.
- 13. Seluruh mahasiswa Jurusan Kimia angkatan 2016 khususnya kelas A yang selalu mendukung dan berbagi ilmu selama proses perkuliahan berlangsung.

Penulis menyadari bahwa naskah ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga naskah ini dapat memberikan manfaat kepada para pembaca. Aamiin Ya Rabbal 'Aalamiin.

Malang, 8 April 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PERSETULIAN	
	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
مستخلص البحث	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	8
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat Penelitian	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	10
2.1 Potensi Selulosa pada Batang Jagung	10
2.2 Pembuatan Selulosa Xantat	
2.3 Potensi Sodium Alginat sebagai <i>Beads</i>	14
2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO ₂ /Alginat-Selulosa Xantat	15
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 	15 20
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> 	15 20 22
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN 	15 20 22 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 22 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 26 26
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 26 26
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 26 26 26 27 27
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis 2.6 Potensi <i>Beads</i> dalam Degradasi Zat Warna <i>Methylene Blue</i> BAB III METODE PENELITIAN	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24
 2.4 Pembuatan <i>Beads</i> TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat 2.5 TiO₂ sebagai Material Fotokatalis	15 20 22 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24 24

	3.5.5.2 Karakteris	asi Morfologi Permukaan Partikel	
	Mengguna	akan SEM-EDS	28
	3.5.5.3 Karakteris	asi Struktur Kristal Menggunakan XRD	29
	3.5.5.4 Karakteris	sasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah	L
	Pita Meng	gunakan UV-Vis DRS	29
	3.5.5.5 Pengujian	Aktivitas Fotokatalitik <i>Beads</i> TiO ₂ /Alginat	
	Selulosa X	Kantat Terhadap Larutan Metylene Blue	30
	3.5.5.5.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimur	n
		Methylene Blue	30
	3.5.5.5.2	Pembuatan Kurva Standar Methylene Blue	2 30
	3.5.5.5.3	Uji Degradasi Larutan Metylene Blue	
		Menggunakan Beads TiO2/Alginat-Selulos	sa
		Xantat	31
3.6 Analisis	S Data		31
BAB IV HASII	L DAN PEMBAH	ASAN	33
4.1 Ekstrak	si Selulosa dari Ba	itang Jagung	33
4.2 Pembua	tan Selulosa Xant	at	36
4.3 Pembua	tan <i>Beads</i> TiO ₂ /A	lginat-Selulosa xantat	37
4.4 Karakte	risasi		39
4.4.1	Karakterisasi Gug	gus Fungsi Menggunakan FTIR	39
4.4.2	Karakterisasi Mo	rfologi Permukaan Partikel Menggunakan	
	SEM-EDS		41
4.4.3	Karakterisasi Stru	ıktur Kristal Menggunakan XRD	42
4.4.4	Karakterisasi Dae	erah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita	
	Menggunakan UV	V-Vis DRS	44
4.5 Uji Akt	ivitas Fotokatalitik	<i>Beads</i> TiO ₂ /Alginat-Selulosa Xantat	
Terhada	ap Larutan <i>Methyle</i>	ene Blue	47
4.5.1	Penentuan Panjar	ng Gelombang Maksimum Methylene Blue	47
4.5.2	Uji Degradasi La	rutan Methylene Blue Menggunakan Beads	
	TiO ₂ /Alginat-Selu	ulosa Xantat	47
4.6 Hasil Pe	enelitian dalam Pe	rspektif Isslam	52
			50
BAB V KESINI	PULAN	•••••••••••••••••••••••••••••••••••••••	33 52
5.1 Kes	impulan		33 = 1
5.2 Sara	uı		54
DAFTAR PUS	ГАКА		55
LAMPIRAN	••••••		61

DAFTAR LAMPIRAN

)]
52
58
74
78
30
31
35
38
) 3

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Limbah batang jagung11
Gambar 2.2	Struktur selulosa (Granstrom, 2009)12
Gambar 2.3	Struktur selulosa xantat
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi pembuatan selulosa xantat (Wang dkk.,
	2013)14
Gambar 2.5	Struktur sodium alginat (Maiti dan Kumari, 2016)15
Gambar 2.6	(a) Reaksi <i>crosslink</i> antara alginat dengan ion zink, dan (b)
	interaksi antara selulosa xantat dan alginat yang bereaksi dengan
	ion zink (Wang dkk., 2016)
Gambar 2.7	Spektra FTIR dari batang jagung murni (RCS) dan modifikasi
	selulosa xantat (XMCS) (Zheng dan Peipei, 2015)
Gambar 2.8	Hasil analisis SEM: (a) beads TiO ₂ /Alginat; (b) cross-section
	<i>beads</i> TiO ₂ /Alginat; dan (c) spot TiO ₂ pada <i>beads</i> (Dalponte dkk.,
	2019)
Gambar 2.9	Hasil analisis XRD TiO ₂ dalam <i>beads</i> (Dalponte dkk., 2019)20
Gambar 2.10	Struktur kristal TiO ₂ anatas (Palupi, 2006)
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi proses deligniikasi (Rosdiana, dkk, telah diolah
	kembali
Gambar 4.2	(a) Serbuk batang jagung; (b) Lindi hitam setelah proses
	delignifikasi: dan (b) Pulp hasil delignifikasi
Gambar 4.3	(a) Pulp hasil proses <i>bleaching</i> ; dan (b) Ekstrak Selulosa
Gambar 4.4	Reaksi pembuatan selulosa xantat (Cowd, 1982)
Gambar 4.5	(a) Alkali selulosa; dan (b) Larutan viskosa
Gambar 4.6	(a) Pencetakan <i>beads</i> ; (b) <i>Beads</i> basah setelah didiamkan selama
	24 jam; dan (c) <i>Beads</i> kering setelah pemanasan pada suhu
	37°C
Gambar 4.7	Spektra IR: (a) Serbuk batang jagung; (b) Selulosa setelah
	demineralisasi: dan (c) Selulosa xantat
Gambar 4.8	Mikrograf <i>beads</i> 0.8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat: (a) Perbesaran
	150x (b) Perbesaran 500x; dan (c) Perbesaran 1000x
Gambar 4.9	Difraktogram XRD TiO ₂ ; CaCO ₃ ; dan <i>beads</i> TiO ₂ /Alginat-
	Selulosa xantat (TiO ₂ =0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram)
Gambar 4.10	Spektra UV-Vis DRS: Hubungan antara % reflektansi dengan
	panjang gelombang <i>beads</i> $TiO_2/Alginat$ -Selulosa xantat ($TiO_2=0$;
	0,4; 0,6; dan 0,8 gram)
Gambar 4.11	Spektra UV-Vis DRS: Energi celah pita <i>beads</i> TiO ₂ /Alginat
	Selulosa Xantat (TiO ₂ =0; 0,4; 0,6; 0,8)46
Gambar 4.12	Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat sebelum direndam methylene
	blue: (a) Beads Alginat-Selulosa xantat; (b) Beads 0,4
	TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat: (c) <i>Beads</i> 0.6 TiO ₂ /Alginat-
	Selulosa xantat; dan (d) <i>Beads</i> 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat .48
Gambar 4.13	Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat sebelum direndam methvlene
	blue: (a) Beads Alginat-Selulosa xantat; (b) Beads 0,4
	TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat; (c) <i>Beads</i> 0.6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa
	xantat; dan (d) Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat48

75
79
80
80
81
82
83
84
85
85
86
86
87

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Data karakteristik FTIR	25
Tabel 3.2	Data karakteristik SEM-EDX	25
Tabel 3.3	Data karakteristik XRD	25
Tabel 3.4	Data karakteristik UV-Vis DRS	26
Tabel 3.5	Uji Aktivitas Fotokatalitik	26
Tabel 4.1	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) spektrum IR dari serbuk batang	
	jagung; selulosa setelah demineralisasi; dan selulosa xantat	40
Tabel 4.2	Ukuran kristal <i>beads</i> TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat (TiO ₂ =0; 0,4;	
	0,6; dan 0,8 gram)	45
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita dan panjang gelombang <i>beads</i> TiO ₂ /	
	Alginat-Selulosa xantat (TiO ₂ =0; 0,4; 0,6; 0,8 gram)	46
Tabel 4.4	Presentase degradasi larutan methylene blue menggunakan beads	
	TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat pada keadaan gelap (tanpa radiasi	
	sinar UV) dan keadaan terang (diradiasi sinar UV)	49
Tabel 4.5	Nilai presentase degradasi larutan methylene blue dan energi celah	
	pita <i>beads</i> TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat pada kondisi terang	
	(diradiasi sinar UV)	51
Tabel L.4.1	Ukuran kristal <i>beads</i> TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat (TiO ₂ = 0,4;	
	0,6; 0,8 gram)	75
Tabel L.4.2	Data hasil uji fotodegradasi beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	
	dalam kondisi terang (sinar UV)	76
Tabel L.4.3	Data hasil uji fotodegradasi beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	
	dalam kondisi gelap (tanpa disinari UV)	77
Tabel L.7.1	Daftar puncak XRD beads Alginat-Selulosa xantat	81
Tabel L.7.2	Daftar puncak XRD beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	82
Tabel L.7.3	Daftar puncak XRD beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	83
Tabel L.7.4	Daftar puncak XRD beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	84
Tabel L.10.1	Ukuran diameter <i>beads</i> $TiO_2/Alginat$ -Selulosa Xantat ($TiO_2=0$;	
	0,4; 0,6; dan 0,8 gram) sebelum direndam larutan <i>methylene</i>	
	blue	93
Tabel L.10.2	Ukuran diameter <i>beads</i> TiO ₂ /Alginat-Selulosa Xantat (TiO ₂ = 0;	
	0,4; 0,6; dan 0,8 gram) sesudah direndam larutan methylene	
	blue	94

ABSTRAK

Mufidah, H. 2021. Pembuatan Beads Selulosa Xantat Sebagai Material Pendukung TiO₂ Menggunakan Crosslink C₄H₆O₄Zn. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si., Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Kata-kata Kunci: *beads*, alginat-selulosa xantat, katalis TiO₂, zink asetat $(C_4H_6O_4Zn)$

Beads merupakan partikel bulat dengan struktur berpori dan memiliki ukuran diameter mikrometer sampai milimeter. Penggunaan selulosa dari limbah batang jagung berpotensi sebagai komposisi pembuatan *beads* dengan dilakukan modifikasi menjadi selulosa xantat. Alginat dan selulosa xantat merupakan polimer yang dapat diaplikasikan dalam bentuk *beads* selulosa xantat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat berdasarkan gugus fungsi, struktur kristal, serapan sinar dan energi celah pita, uji aktivitas fotokatalitik, dan morfologi permukaan partikel pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dengan komposisi terbaik.

Pembuatan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dilakukan variasi komposisi katalis TiO₂ yaitu 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram untuk mengetahui komposisi yang terbaik dalam mendegradasi zat warna *methylene blue. Beads* TiO₂/alginatselulosa xantat dibuat menggunakan metode gelasi ionik karena dapat meningkatkan kekuatan mekanis dari *beads* melalui proses *crosslink* antara alginat dengan C₄H₆O₄Zn 5%. Setelah itu, *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *X-Ray Difraction* (XRD), UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra* (DRS), spektrofotometer UV-Vis, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa selulosa dari limbah batang jagung dapat dimodifikasi menjadi selulosa xantat yang digunakan menjadi komposit dengan alginat membentuk *beads*, berdasarkan spektra IR membuktikan keberhasilan modifikasi selulosa xantat yaitu adanya serapan pada bilangan gelombang 1024 cm⁻¹. Mikrograf SEM menujukkan bahwa *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat memiliki permukaan kasar dan berpori, sedangkan hasil EDS menunjukkan bahwa *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat terdapat unsur Ti dan Zn sebesar 1,38% dan 43,55%. Difraktogram XRD menunjukkan bahwa struktur kristal pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat terdapat puncak pada posisi sudut 2θ = 25,28°; 37,0°; 38,58°; 38,6°; 48,08°; 53,9°; 55,1°; dan 62,7° yang menyatakan bahwa TiO₂ berada pada fase anatas berdasarkan JCPDS No.71-1166. Spektra UV-Vis DRS menunjukkan bahwa *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat efektif dapat menurunkan energi celah pita serta dapat menggeser serapan ke daerah sinar tampak (429-457 nm) material TiO₂. Komposisi *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa menunjukkan % degradasi tertinggi yaitu 62,1% dengan diradiasi sinar UV.

ABSTRACT

Mufidah, H. 2021. Making of Cellulose Xanthate Beads As a Support Material for TiO₂ Using C₄H₆O₄Zn Crosslink. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology. State Islamic University Maulana Malik Ibrahim of Malang. Supervisor I: Eny Yulianti, M.Sc., Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Keywords: beads, alginate-cellulose xanthate, TiO₂, zink acetate (C₄H₆O₄Zn)

Beads are round particles with a porous structure and have micrometers in diameter up to millimeters. The use of cellulose from corn stalk waste has the potential as a composition of beads making by being modified to cellulose xantate. Alginate and cellulose xanthate are polymers that can be applied in cellulose xanthate beads. This research aims to determine the characteristics of TiO₂/Alginate-Cellulose xanthate beads based on functional groups, crystal structure, light absorption and bandgap energy, photocatalytic activity test, and particle surface morphology of TiO₂/Alginate-Cellulose xanthate beads with the best composition.

Making of TiO₂/Alginate-Cellulose xantate beads varied with the TiO₂ catalyst composition, namely 0; 0.4; 0.6; and 0.8 g to determine the best composition in degrading methylene blue dye. TiO₂/Alginate-Cellulose xanthate beads are formed using the ionic gelation method beacause it can increase the mechanical strength of the beads through the crosslink processs between the alginate and C₄H₆O₄Zn 5%. Then, TiO₂/Alginate-Cellulose xantate beads were characterized using Fourier Transform Infra Red (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), UV-Vis Diffuse Reflectance Spectra (DRS), UV-Vis spectrophotometer, and Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS).

The results showed that cellulose form corn stalk waste could be modified into cellulose xanthate which was used into composites witg alginate to form beads, based on IR spectra, it showed that the modification of cellulose xanthate was successful, namely the presence of absorption at a wave number of 1024 cm⁻¹. Micrographs SEM showed that 0.8 TiO₂/Alginate-Cellulose xanthate beads had a rough and porous surface, whilw the EDS results showed that 0.8 TiO₂/Alginate-Cellulose xanthate beads contained Ti and Zn elements of 1.38% and 43.55%. The XRD diffractogram shows that the crystal structure of the beads has a peak at an angle of $2\theta = 25.28^{\circ}$; 37.0° ; 38.58° ; 48.08° ; 53.9° ; 55.1° ; and 62.7° , which indicates that TiO₂ anatase based on the JCPDS No.71-1166 standard. DRS UV-Vis spectra show that the TiO₂/Alginate-Cellulose xanthate beads can effectively reduce the bandgap energy and can shift the absorption to the visible light area (429-457 nm) of TiO₂ material. The composition of beads 0.8 TiO₂/Alginate-Cellulose showed the highest % degradation, namely 62.1% with UV irradiation.

مستخلص البحث

مفيدة، ه. ٢٠٢١. صناعة الخرز السليلوز xantat كمادة داعمة TiO₂ باستخدام Crosslink مفيدة، ه. ٢٠٢١. صناعة الخرز السليلوز adult كمادة داعمة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية OC4H6O4Zn. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتيكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أني يوليانتي الماجستير، المشرف الثاني: لولوعة الحميدة العليا الماجستير.

الكلمة الأساسية: الخرز، الجينات −السليلوز katalis TiO₂ ،xantat، وينك الخليك (C4H₆O₄Zn)

الخرز هو ذرة كروية بتركيب مسامية ومعيارها ميكرومتر حتى مليمترات. أن استخدام السليلوز من نفايات ساق الذرة تحتمل على تكوين صناعة الخرز بعملية تعديل حتى تكون السليلوز xantat. كانت الجينات والسليلوز xantat بوليمرات التي تطبيقها على شكل الخرز السليلوز xantat. ويهدف من هذا البحث لمعرفة خصائص الخرز TiO2/الجينات-السليلوز xantat بناء على المجموعة الوظيفية، تكوين البلور، وامتصاص الضوء، وقوة فجوة شريطة، اختبار نشاط التحفيزي، وتشكيل الذرة على الخرز ZiO/الجينات-السليلوز xantat بتركيب مفضلة.

صناعة الخرز TiO₂/TiO₂ حيات –السليلوز xantat من خلال تغيير تركيب katalis TiO₂ وهي ٢٠٠٤ ٢٠٠ و ٢٠٠ جرام لمعرفة تركيب مفضلة في تحقير ذات اللون *methylene blue*. تصنع الخرز TiO₂ الجينات–السليلوز xantat باستخدام طريقة التكون الأيونية لأن لترقية قوة الآلي من الخرز من خلال TiO₂ الجينات–السليلوز Crosslink باستخدام طريقة التكون الأيونية لأن لترقية قوة الآلي من الخرز من خلال عملية Crosslink بين الجينات مع Crosslink 8. بعدها، تمييز الخرز fiO₂/الجينات– عملية xantat باستخدام Migra Ref (FTIR), X-Ray Difraction باستخدام السليلوز XRD), UV-Vis Diffuse Reflectance Spectra (DRS), spektrofotometer UV-Vis, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

ونتائج من هذا البحث تدل على أن السليلوز من نفايات ساق الذرة تستطيع أن تعدّل حتى تكون السليلوز xantat التي تستخدم لتكون مركبا بالجينات في تكوين الخرز، بناء على spektra IR صدّق على نجاح التعديل السليلوز xantat وهي الامتصاص عند رقم موجة -١٠٢٤ . صور مجهرية XEM تدل على أن الخرز ٨،٠ مي TiO/الجينات –السليلوز xantat فيه سطح حقير ومسامية، أما نتيجة EDS تدل على أن الخرز ٨،٠ مي TiO/الجينات –السليلوز xantat فيه عنصر Ti و Z على الأكثر ١٣٨، و ٣٥، ٩ الحيود XRD يدل على أن تركيب البلوري في الخرز مي الحرز مي من جمع تال الكثر ١٢٥، ١٩٤ و ٢٥ محل الزاوية ⁶ت = ٢٠,٦٥، ٢٥٦; ١٩، ٣٠,٠٥ ; ٣٠,٠٥ ; ٣٠,٠٥ إلى تسليلوز تام الذي يصرح أن تاك محل الزاوية ⁶ت = ٢٠,٢٥ ; ٣٠,٠٥ ; ٣٠,٠٥ ; ٣٠,٠٥ ; ٣٠,٠٥ إلى مع محل الزاوية و ٢٢ محل الزاوية تعدل على أن تركيب البلوري في الخرز مي الحرز مي تات السليلوز الذي يصرح أن مي TiO محل الزاوية المرحلة الأولى بناء على SUP عدد ٢١١هـ الما الطياف II كثر ١١٤ لي على أن الخرز محل الزاوية المرحلة الأولى بناء على SUP عدد ٢٥-١١١. الأطياف II كان مي مكان الذي يصرح أن II الخرز محل الزاوية المرحلة الأولى بناء على SUP عدد ٢٥-١١١. الأطياف II كان الذي يصرح أن II كان تركيب اللوري الفي الفي المرحلة الأولى بناء على SUP عدد ٢٥-١١١. الأطياف II كان الذي يصرح أن II كان الخرز معن المرحلة الأولى بناء على SUP عدد ٢١٥-١١١ الأطياف II كان الذي يصرع أن II كان الخرز Support الجينات السليلوز Xantat يمكن أن تنقص فعالية قوة فحوة شريطة وتنقل النفس إلى مكان الضوء الظاهر (TiO مالي وهي ٢٢،١٩٤) مادة II كان الخرز ٨٠٠ (TiO) الجينات السليلوز Xantat يدل على %

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Jagung (*Zeya mays* L.) merupakan salah satu makanan pokok di beberapa wilayah Indonesia. Kebutuhan jagung setiap tahunnya semakin meningkat seiring dengan banyaknya permintaan dalam skala industri. Berdasarkan data Kementrian Pertanian pada tahun 2017, menyatakan bahwa luas panen jagung di Jawa Timur mencapai 1,2 juta hektar. Selama ini, bagian dari jagung yang dapat dimanfaatkan adalah bijinya, sedangkan bagian lain seperti daun, batang, dan tongkol jagung belum dimanfaatkan secara maksimal. Sehingga, bagian tersebut yang dianggap menjadi limbah pertanian. Menurut Badan Pusat Statistik (BPS) pada tahun 2015, bahwa produktivitas tanaman jagung di Indonesia mencapai 51,78 kuintal/hektar. Dari jumlah tersebut, dapat dihasilkan limbah jenis lignoselulosik yang besar dari batang jagung.

Pemanfaatan limbah batang jagung secara maksimal dilakukan agar limbah mempunyai nilai ekonomi yang tinggi. Sebagai sumber serat, batang jagung cukup berpotensi untuk dikembangkan sebagai pakan ternak (Umiyasih dan Wina, 2008), bahan pembuatan pulp kertas (Fenny, dkk., 2016) dan pulp cetak (Aziz, dkk., 2014), sedangkan dalam bidang kimia dapat dimanfaatkan sebagai pembuatan papan komposit (Karyawan, dkk., 2017), adsorben (Latifah, dkk., 2019), dan *beads* (Azizah, dkk., 2018).

Firman Allah Swt. menegaskan bahwa manusia sebagai khalifah bertugas untuk memakmurkan bumi dan melestarikan lingkungan. Harapannya manusia dapat melestarikan lingkungan dengan cara mengolah limbah untuk mencegah kerusakan lingkungan. Memanfaatkan limbah pertanian salah satunya dari batang jagung merupakan salah satu bentuk pelestarian lingkungan, karena limbah biasa dianggap sebagai sesuatu yang berdampak negatif dan tidak berguna. Akan tetapi, dalam penelitian ini dapat membuktikan bahwa limbah batang jagung memiliki kandungan selulosa cukup tinggi yang dapat dimanfaatkan menjadi *beads*. Hal ini didasarkan pada QS. Al-A'raf ayat 56:

Artinya: "Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, setelah diciptakan dengan baik. Sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdo'alah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik." (QS. Al-A'raf [7]: 56).

Menurut Tafsir Al-Maraghi (1993), dijelaskan larangan berbuat kerusakan di muka bumi ini, maka kita sebagai makhluk yang berakal selayaknya dapat menjaga dan melestarikan lingkungan. Karena, Allah telah menciptakan hal-hal yang bermanfaat dan menunjukkan cara melestarikannya. Salah satu bentuk perbaikan yang harus dilakukan manusia adalah mengolah dan memanfaatkan limbah hasil pertanian. Hal ini disebabkan oleh kurangnya kesadaran akan manfaat limbah dan permintaan dalam industri terus meningkat digunakan sebagai bahan baku alternatif. Sehingga semakin berkurangnya cadangan bahan baku yang berasal dari sumber daya alam.

Batang menjadi bagian morfologi yang berfungsi untuk menopang tubuh tanaman jagung. Komponen yang terdapat dalam batang jagung yaitu 42,6% selulosa, 21,3% hemiselulosa, 8,2% lignin (Sarkar, dkk., 2012) dan 9-11% kadar air (Lv dan Wu, 2012). Selulosa merupakan komponen terbanyak yang terdapat di

dalam dinding sel pelindung tumbuhan terutama pada batang, sehingga berpotensi besar untuk dijadikan sumber selulosa.

Selulosa memiliki sifat biokompatibel serta ramah lingkungan, karena mudah terdegradasi, dapat diperbarui, dan tidak beracun. Selulosa termasuk polimer hidrofilik dengan tiga gugus hidroksil yang dapat dimanfaatkan untuk memodifikasi selulosa dengan memasukkan gugus fungsi tertentu pada selulosa (Mulyadi, 2019). Secara umum, kemampuan selulosa dalam pembentukan *beads* tidak terlalu tinggi, sehingga untuk meningkatkan kemampuan selulosa maka dilakukan modifikasi (Azizah, dkk., 2019). Hal ini, gugus –OH pada selulosa mengalami ikatan hidrogen antar molekulnya. Oleh karena itu, peningkatan kualitas dari selulosa perlu dilakukan, salah satunya dengan dilakukan modifikasi menjadi turunannya (Lou, dkk., 2013).

Selulosa dapat dimodifikasi untuk menghasilkan turanan-turunannya menjadi *cellulose carbamate* (CC), *cellulose acetate butyrate* (CAB), *cellulose acetate* (CA), dan *cellulose xanthate* (CXA) (Gericke, dkk., 2013). Modifikasi selulosa menjadi selulosa xantat lebih mudah karena prosesnya tanpa dilakukan isolasi terlebih dahulu. Selain itu, selulosa xantat memiliki kristanilitas dan stabilitas termal yang tinggi. Semakin tinggi stabilitas termal yang dimiliki maka semakin kristalin, karena kristanilitas yang tinggi dapat meningkatkan kemampuan dalam pembentukan *beads* (Puspitasari, dkk., 2017). Pada penelitian ini jenis prekursor yang digunakan untuk bahan pembuatan *beads* adalah selulosa xantat.

Penggunaan alginat mampu membentuk *beads*, karena memiliki sifat *biodegradable* (Sonmez, dkk., 2016), hidrofilik, biokompatibel dan relatif ekonomis (Ibrahim dan Salmawi, 2012). Selain itu, alginat memiliki sisi aktif yang

mampu berikatan dengan kation divalen karena adanya gugus karboksil (Sonmez, dkk., 2016). Menurut Ren dkk. (2016), alginat memiliki kestabilan rendah dan mudah terdegradasi secara termal. sehingga untuk meningkatkan efektifitasnya dalam pembentukan *beads*, alginat umumnya ditambahkan material lain. Penambahan ini dilakukan untuk menstabilkan gel alginat (Castro, dkk., 2009).

Beads dibuat dengan mencampurkan antara alginat dan selulosa xantat (Azizah, dkk., 2018). Menurut Gericke dkk. (2013), selulosa *beads* yaitu suatu partikel yang berbentuk bulat memiliki diameter berskala mikro sampai milimeter. Berdasarkan penelitian dari Azizah dkk. (2018), komposisi alginat-selulosa xantat terbaik adalah 1:3 dengan bentuk *beads* yang bulat dan kaku. Pada penelitian ini, upaya untuk meningkatkan penggunaan *beads* yaitu dengan dilakukan uji aktivitas fotokatalitik, sehingga perlu ditambahkan material katalis yang berperan sebagai fotokatalis.

sebagai fotokatalis Material digunakan merupakan bahan yang semikonduktor, seperti TiO₂, ZnO, CeO₂, ZnS dan CdS (Dasela, 2012). Secara umum, katalis yang memiliki kemampuan fotodegradasi yaitu TiO₂ karena termasuk salah satu material semikonduktor dengan energi celah pita yang lebar yaitu 3,20 eV (Schmidth, 2007). Selain itu, TiO₂ memiliki stabilitas kimia yang tinggi, tidak beracun, dan ramah lingkungan (Raguphaty, dkk., 2014). Fotokatalis heterogen TiO₂ telah menjadi material yang biasa digunakan, karena memiliki aktivitas yang tinggi dengan dilakukan pengembanan pada material pendukung yang menyebabkan bertambahnya luas permukaan dari fotokatalis tersebut (Sunardi, dkk., 2012). Pengembanan dilakukan pada alginat-selulosa xantat karena mempunyai luas permukaan relatif tinggi.

Pada penelitian ini, dilakukan variasi TiO₂ untuk mengetahui komposisi yang terbaik dalam pembuatan *beads* terhadap kemampuan fotodegradasi. Menurut Sarkar dkk. (2015), pembuatan *beads* dengan komposisi TiO₂-alginat dengan perbandingan 1:2 memiliki kemampuan fotodegradasi secara optimum. Hasil analisis SEM menurut Dalponte dkk. (2019), menunjukkan bahwa *beads* dengan material pendukung TiO₂ dapat mengisi pori dalam *beads*.

Pembentukan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dapat menggunakan beberapa metode, salah satunya adalah metode gelasi ionik. Metode ini dinilai yang paling mudah karena termasuk dalam metode yang sederhana. Metode gelasi ionik melibatkan proses *crosslink* antara polielektrolit dengan pasangan ion multivalennya yang dapat memperkuat kekuatan mekanis dari partikel yang terbentuk (Ghosh, 2006). Metode gelasi ionik melibatkan agen pengikat silang (*crosslinking agent*) berupa ion divalen, diantaranya adalah Ba²⁺, Ca²⁺, Zn²⁺, Fe²⁺, dan Cu²⁺ (Choi dkk., 2009). Proses *crosslink* menghasilkan *beads* yang lebih kuat (Park dan Yeo, 2007).

Agen *crosslink* yang digunakan pada penelitian ini yaitu Zn^{2+} pada senyawa zink asetat (C₆H₆O₄Zn) untuk mengikat silang antara alginat dengan Zn^{2+} . Menurut Puspitasari dkk. (2017), bahwa alginat dapat membentuk gel dengan kation divalen Zn^{2+} sehingga dapat menghasilkan *beads* yang kaku. Konsentrasi larutan *crosslink* juga dapat mempengaruhi dalam pembentukan *beads*. Berdasarkan penelitian dari Febrianisa (2012), bahwa konsentrasi zink asetat (C₆H₆O₄Zn) dalam pembuatan *beads* dengan variasi 3%, 4% dan 5% menghasilkan bentuk *beads* yang berbedabeda. Pada konsentrasi 3% dihasilkan *beads* dengan bentuk tidak bulat, pipih, dan saling menempel antar *beads*. Pada konstrasi 4% dan 5% dihasilkan *beads* dengan bentuk bulat, akan tetapi *beads* dengan konsentrasi 5% dihasilkan *beads* yang lebih bulat, kaku, dan tidak lengket. Hal ini, dikarenakan semakin banyak jumlah zink yang terikat pada polimer, maka semakin besar tautan silang yang terjadi dalam *beads*, sehingga *beads* yang dihasilkan semakin bulat. Oleh karena itu, penelitian ini menggunakan agen *crosslink* zink asetat ($C_6H_6O_4Zn$) konsentrasi 5%.

Beberapa penelitian telah dilakukan sebagai alternatif untuk pengolahan limbah zat warna yaitu fotodegradasi dengan menggunakan fotokatalis dan sinar UV (Wahi dkk., 2005). Salah satunya dengan membuat *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang digunakan untuk mendegradasi zat warna. *Beads* Alginat-TiO₂ memiliki kemampuan adsorbsi tinggi serta tidak menghambat aktivitas fotokatalitik TiO₂ (Mallakpour dkk., 2019). Aktivitas fotodegradasi *methylene blue* sangat besar menggunakan fotokatalis TiO₂, karena mampu menyerap energi matahari secara optimal (Fatimah dan Karna, 2005).

Menurut Mallakpour dkk. (2019), bahwa alginat-TiO₂ memiliki kemampuan menguraikan zat warna *methylene blue*, yang menunjukkan bahwa adanya fotokatalis TiO₂ yang terimobilisasi pada alginat sehingga dapat mendegradasi zat warna *methylene blue*. Hasil uji fotodegradasi menyatakan bahwa degradasi maksimum menggunakan pewarna *methylene blue* 10 ppm oleh fotokatalis TiO₂ sekitar 40% dengan menggunakan sinar UV, sedangkan pada kondisi gelap mampu mendegradasi sekitar 28%. Pada penelitian ini, uji fotodegradasi dengan pewarna *methylene blue* dilakukan pada kondisi terang (disinar lampu UV) dan kondisi gelap (tanpa disinari lampu UV).

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, dalam meningkatkan efektifitas beads diperlukan adanya material pendukung berupa TiO₂, sehingga pada penelitian ini dilakukan variasi TiO₂ untuk mendapatkan komposisi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi. Pembuatan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dilakukan dengan penambahan agen *crosslink* berupa C₆H₆O₄Zn 5%. Selanjutnya dikarakterisasi berdasarkan gugus fungsi serbuk batang jagung, selulosa setelah hidrolisis, dan selulosa xantat menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), mengetahui morfologi permukaan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi menggunakan *Scannig Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS), mengetahui struktur dan ukuran kristal TiO₂ menggunakan *X-Ray Difraction* (XRD), mengukur serapan sinar serta energi celah pita TiO₂ menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), dan uji fotodegrdasi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan permasalahan yaitu:

- Bagaimana karakteristik gugus fungsi, struktur kristal, serapan sinar serta energi celah pita, dan uji aktivitas fotokatalitik pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat ?
- 2. Bagaimana uji fotokatalitik
- 3. Bagaimana morfologi permukaan partikel pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dengan komposisi yang terbaik ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas, tujuan dari penelitian ini yaitu:

- Untuk mengetahui karakteristik gugus fungsi, struktur kristal, serapan sinar serta energi celah pita, dan uji aktivitas fotokatalitik pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat.
- Untuk mengetahui morfologi permukaan partikel pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dengan komposisi yang terbaik.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

- Limbah batang jagung yang digunakan berasal dari Desa Ngajum, Kabupaten Malang.
- 2. Komposisi TiO₂:Alginat:Selulosa xantat menggunakan perbandingan 1:1:3.
- 3. Fotokatalis yang digunakan adalah TiO₂ anatas.
- 4. Porogen CaCO₃ yang digunakan adalah 2 gram.
- 5. Agen *crosslink* yang digunakan adalah zink asetat ($C_4H_6O_4Zn$) 5%.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

- 1. Meminimalisir dampak pembuangan limbah batang jagung.
- 2. Meningkatkan nilai ekonomis limbah pertanian berupa batang jagung.
- Dapat dijadikan sebagai sumber kajian literasi tentang material penyusun *beads* berbasis selulosa yang ramah lingkungan sebagai adsorben.

4. Menambah wawasan dalam mengembangkan aplikasi *beads* selulosa sesuai dengan karakteristiknya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Potensi Selulosa pada Batang Jagung

Artinya: "Yang telah menjadikan bagimu bumi sebagai hamparan dan Yang telah menjadikan bagimu di bumi jalan-jalan, dan menurunkan dari langit air hujan. Maka Kami tumbuhkan dengan air hujan itu berjenis-jenis dari tumbuh-tumbuhan yang bermacam-macam." (QS. Thaha ayat 53).

Firman Allah dalam QS. Thaha ayat 53 di atas menjelaskan bahwa, Allah telah menganugerahkan nikmat kehidupan yang telah menjadikan bumi sebagai tempat berpijak dengan menumbuhkan berbagai jenis tumbuh-tumbuhan yang bermanfaat bagi kelangsungan hidup serta lingkungan.

Menurut Tafsir Jalalain dijelaskan bahwa lafadz *Syatta* berarti warna dan rasa, sedangkan menurut Tafsir Al-Maraghi, *Syatta* yang berarti bentuk jama' dari *syatit* yakni bermacam-macam manfaat, rasa, warna dan bentuk (Al-Maraghi, 1993; Al-Mahalli dan As-Suyuti, 2009). Allah menurunkan hujan dari langit, lalu mengeluarkan berbagai jenis tumbuh-tumbuhan, seperti biji-bijian dan buah-buahan. Juga mengeluarkannya dengan berbagai manfaat, warna, aroma, dan bentuk. Salah satu tumbuhan yang dapat dimanfaatkan biji serta limbah seperti batang yaitu jagung. Biji jagung dapat digunakan sebagai sumber makanan pokok pengganti nasi. Sedangkan limbah jagung dari batangnya dapat dijadikan *beads* selulosa.

Sementara itu, Allah juga menyebutkan anugerah yang sedemikian itu dalam firman-Nya (Al-Jasiyah, 45: 13):

Artinya: "Dan Dia menundukkan untukmu apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi semuanya, (sebagai rahmat) dari pada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda kekuasaan Allah bagi kaum yang berpikir." (Al-Jasiyah [45]: 13).

Menurut Tafsir Jalalain dijelaskan bahwa, apa yang ada di langit berupa matahari, bulan, bintang-bintang, air hujan dan lain-lainnya, serta apa yang ada di bumi berupa binatang-binatang, pohon-pohonan, tumbuh-tumbuhan, sungai-sungai dan lain-lainnya. Maksudnya, Allah menciptakan kesemuanya itu untuk dimanfaatkan oleh manusia (Al-Mahalli dan As-Suyuti, 2009).

Pemanfaatan limbah lignoselulosik termasuk bentuk pelestarian lingkungan, salah satunya adalah limbah dari batang jagung karena didalamnya mengandung 42,6% selulosa, 21,3% hemiselulosa, 8,2% lignin dan 9-11% kadar air (Lv dan Wu, 2012). Limbah batang jagung memiliki manfaat yang berlimpah karena kandungan selulosa yang cukup tinggi. Selain mampu sebagai adsorben, selulosa batang jagung dapat dimodifikasi sehinggga dapat digunakan sebagai material pembuatan *beads*.



Gambar 2.1 Limbah batang jagung

Selulosa merupakan senyawa organik yang tidak larut dalam air dengan rumus molekul ($C_6H_{10}O_5$)_n yang berfungsi sebagai komponen struktur tumbuhan dan merupakan kandungan utama dalam serat tumbuhan (Saleh, dkk., 2009). Selulosa merupakan polimer glukosa yang membentuk rantai linier dan dihubungkan oleh ikatan β -1,4 glikosidik untuk membentuk dimer yang disebut unit dasar selulosa (Demirbas, 2008). Struktur selulosa terdapat pada gambar berikut:



Gambar 2.2 Struktur selulosa (Granstrom, 2009)

Selulosa batang jagung memiliki kereaktifan pada gugus hidroksil (–OH) yang dapat mempengaruhi kapasitas adsorpsi yang terkandung (Zheng, dkk., 2010). Kapasitas adsorpsi selulosa batang jagung murni lebih rendah daripada selulosa yang termodifikasi. Untuk dilakukan modifikasi selulosa yaitu dengan perusakan gugus –OH pada C-6, C-3 dan C-2 (Lou, dkk., 2013). Pada penelitian ini, turunan selulosa yang digunakan sebagai prekursor adalah selulosa xantat.

2.2 Pembuatan Selulosa Xantat

Selulosa dapat dimodifikasi berdasarkan turunannya. Salah satunya adalah selulosa xantat yang dapat digunakan sebagai *beads* (Zugeinmer, 2008), adsorben

dan filamen rayon (Gericke, dkk., 2013). Modifikasi xantat sebagai adsorben memiliki kestabilan yang tinggi dalam menyerap logam, karena kapasitas dan afinitas adsorpsinya yang tinggi, sehingga selulosa xantat berpotensi sebagai adsorben.

Pembuatan selulosa xantat lebih mudah, karena prosesnya tanpa diisolasi dari campuran terlebih dahulu (Gericke, dkk., 2013). Selulosa xantat dibuat dengan mereaksikan selulosa alami dan karbon disulfida (CS₂) menggunakan larutan NaOH (Swatloski, dkk., 2002). Menurut Lee dan Mooney (2012), reaksi ini terjadi perubahan warna alkali selulosa dari yang berwarna putih menjadi jingga karena terbentuknya disodium tritiokarbonat (Na₂CS₃). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh (Azizah, dkk., 2018) konsentrasi pelarut terbaik adalah NaOH 6% dengan nilai viskositas 0,024 Pa.s yang diekstraksi dari batang jagung.



Gambar 2.3 Struktur selulosa xantat

Reaksi antar monomer selulosa dengan NaOH adalah sebagai berikut (Homagai, dkk., 2011):

$$C_6H_9O_4OH + NaOH \rightarrow C_6H_9O_4O^-Na^+ + H_2O....(2.1)$$

Mekanisme reaksi pembentukan selulosa xantat sebagaimana Gambar 2.4 menyatakan bahwa selulosa dilarutkan dalam NaOH untuk membentuk alkali selulosa. Kemudian gugus alkali selulosa $[C_6H_9O_4-Na]_n$ direaksikan dengan NaOH dan karbon disulfida (CS₂) menghasilkan selulosa xantat dalam bentuk viskosa yang ditandai dengan berubahnya warna alkali selulosa yang semula berwarna putih menjadi jingga karena terbentuknya disodium tritiokarbonat (Na₂CS₂) (Rodgers dan Waddel. 2013).



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembuatan selulosa xantat (Wang dkk., 2013)

2.3 Potensi Sodium Alginat sebagai Beads

Sodium alginat adalah biopolimer alami berasal dari rumput laut coklat (Ibrahim dkk, 2012), memiliki sifat *biodegradable* dan terdapat sisi aktif pada gugus fungsi karboksilat (Sonmez, dkk., 2016). Sodium alginat mampu membentuk gel dengan cara induksi gugus karboksil karena adanya kation bivalen seperti Ca²⁺, Fe²⁺, Zn²⁺, Cu²⁺ dan Ba²⁺ (Kuo dan Ma, 2008). Berikut struktur dari sodium alginat:



Gambar 2.5 Struktur sodium alginat (Maiti dan Kumari, 2016)

Sodium alginat memiliki kestabilan yang rendah dan mudah terdegradasi secara termal (Ren, dkk., 2016), sehingga pemanfaatan sodium alginat dengan mengkombinasi bahan pendukung lainnya, seperti selulosa dan karbon aktif (Choi, dkk., 2009). Menurut Azizah dkk. (2018), sodium alginat dikombinasikan dengan selulosa xantat untuk pembuatan *beads* dengan komposisi alginat-selulosa xantat yang terbaik adalah 1:3 menghasilkan *beads* yang bulat dan kaku.

2.4 Pembuatan Beads TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

Beads merupakan mikrokapsul berbentuk bulat dimana senyawa dilapisi dan dienkapsulasi, mempunyai diameter mulai dari 50 μ m hingga 2 mm. *Beads* memiliki bentuk tiga dimensi dan bersifat hidrofobik (Khazaeli, dkk., 2008; Patil, dkk., 2010). *Beads* memiliki struktur berpori, luas permukaan tinggi, reaktivitas dan kekuatan mekanik yang tinggi (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013).

TiO₂/Alginat-Selulosa xantat berpotensi dalam pembentukan *beads*. Menurut Dastan dan Chaure (2014), TiO₂ merupakan material semikonduktor yang umumnya digunakan sebagai fotokatalis, karena TiO₂ memiliki energi celah pita yang lebar yaitu 3,20 eV. Selain itu, TiO₂ memiliki stabilitas tinggi, tidak beracun, dan dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Yu, dkk., 2006; Smith, dkk., 2010; Chen, dkk., 2012). Aktivitas fotokatalis dapat ditingkatkan dengan pengembanan fotokatalis pada material pendukung yang menyebabkan bertambahnya luas permukaan dari fotokatalis tersebut (Sunardi, dkk., 2012). Pengembanan dilakukan pada Aginat-Selulosa xantat karena mempunyai luas permukaan yang relatif tinggi.

Penambahan porogen dalam pembuatan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat sebagai agen pembentuk gas (pengembang) sehingga dapat membentuk pori. Menurut Choi dkk. (2002), penambahan porogen CaCO₃ pada pembuatan *beads* menghasilkan *beads* yang lebih halus dan memiliki kekuatan mekanik yang tinggi. Pembentukan pori oleh CaCO₃ yang tersebar di matriks alginat dan direaksikan dengan HCl untuk membentuk gas CO₂.

Reaksi yang terjadi adalah :

$$CaCO_3 + 2HCl \rightarrow H_2O + CO_2 + CaCl_2$$
(2.2)

Metode gelasi ionik merupakan salah satu metode pembuatan *beads* dengan penggabungan ikatan silang rantai-rantai polimer dengan adanya ikatan ion yang berlawanan membentuk jaringan tiga dimensi yang kaku (hidrogel) (Patil, dkk., 2010). Menurut Latifah dkk. (2019), metode gelasi ionik merupakan metode yang paling sederhana dan tidak membutuhkan perancangan alat.

Agen *crosslink* yang biasa digunakan dalam metode gelasi ionik adalah, CaCl₂, MgCl₂, BaCl₂, dan zink asetat (C₄H₆O₄Zn) (Racovita, dkk., 2009). Ikatan silang (*crosslink*) terjadi melalui ikatan kovalen dan ikatan ionik. Secara fisik, ikatan silang terjadi perubahan disebabkan termal, yaitu ikatan yang putus oleh pemanasan dan mengikat kembali setelah pendinginan (Latifah, dkk., 2019). Agen *crosslink* zink asetat (C₄H₆O₄Zn) dihasilkan *beads* yang bulat dan kaku (Puspitasari, dkk., 2017). Menurut Lin dkk. (2012), *crosslink* zink asetat (C₄H₆O₄Zn) terbentuk gugus –COO– alginat dan –CO– selulosa yang bermuatan negatif dengan ion positif Zn^{2+} membentuk model "*egg box*" sebagaimana Gambar 2.7 (a). Selulosa xantat akan berinteraksi dengan alginat dan Zn^{2+} , ikatan hidrogem terbentuk antara rantai selulosa xantat, sebagaimana Gambar 2.7 (b):



Gambar 2.6 (a) Reaksi *crosslink* antara alginat dengan ion zink, dan (b) Interaksi antara selulosa xantat dan alginat yang bereaksi dengan ion zink (Wang, dkk., 2016)

Konsentrasi larutan *crosslink* dapat mempengaruhi dalam pembentukan *beads*. Menurut Latifah dkk. (2019), larutan *crosslink* dalam pembuatan *beads* konsentrasi zink asetat (C₄H₆O₄Zn) 5% menunjukkan hasil *beads* bulat, lebih kaku, dan permukaan yang lebih teratur. Hal ini, semakin banyak jumlah zink yang terikat pada polimer, maka semakin besar ikatan silang yang terjadi dan bentuk *beads* yang dihasilkan bulat. Sedangkan menurut penelitian Mayori dkk. (2018), pembuatan *beads* menggunakan agen *crosslink* CaCl₂ dihasilkan *beads* yang bulat dengan struktur yang kurang halus. Pada penelitian ini menggunakan agen *crosslink* zink asetat (C₄H₆O₄Zn) 5%.

Berdasarkan penelitian dari Zheng dan Peipei (2015), hasil analisis gugus fungsi menggunakan *Forier Transform Infra-Red* (FTIR) didapatkan serapan bilangan gelombang 3345, 2900, 1700 1640, 1380, 1210 dan 1065 cm⁻¹ menunjukkan selulosa murni. Serapan H *stretching* pada gugus OH (3345 cm⁻¹), pada gugus C-H (2900 cm⁻¹), *stretching* asimetris dari ester gugus C-O (1700 cm⁻¹), mode *bending* dari penyerapan air (1640 cm⁻¹), gugus C-H (1380 cm⁻¹), asimetris *bridge stretching* gugus C-O (1210 cm⁻¹), gugus C-O-C dari hidroksi primer *stretching* (1065 cm⁻¹). Ketika diekstraksi menggunakan pelarut NaOH, serapan bilangan gelombang yang didapatkan mengalami pengurangan transmitan secara signifikan yaitu 3345, 1700, 1640,1380, dan 1065 cm⁻¹. Hal ini, bertambahnya kandungan selulosa akibat hilangnya senyawa lignin pada batang jagung. Setelah penambahan CS₂ menunjukkan bilangan gelombang 1210, 1115, dan 1065 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus –O-C(=S)-S. Spektra khas dari gugus –O-C(=S)-S pada bilangan gelombang 1115 cm⁻¹. Sedangkan pada gugus –OH dalam struktur selulosa C2, C3, dan C6 pada bilangan gelombang 880 cm⁻¹.



Gambar 2.7 Spektra FTIR dari batang jagung murni (RCS) dan modifikasi selulosa xantat (XMCS) (Zheng dan Peipei, 2015)
Hasil analisis berdasarkan morfologi permukaan *beads* TiO₂/Alginat menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), ditunjukkan pada Gambar 2.7(a) adanya TiO₂ dalam *beads* TiO₂/Alginat dengan permukaan yang tidak teratur. Sedangkan pada Gambar 2.7(b) *cross-section beads* TiO₂/Alginat terlihat adanya rongga kosong dalam partikel katalis yang terbentuk, dapat disimpulkan bahwa fotokatalis TiO₂ yang diembankan telah mengisi pori-pori *beads*. Pada Gambar 2.7(c) adanya bintik-bintik putih (spot) pada *beads* yang ditandai dengan (titik 1, 2 dan 3) merupakan spot TiO₂ yang memiliki rasio atom Ti masing-masing 23,2; 23,8; dan 21,8%, sedangkan pada titik 4 memiliki rasio atom Ti 17,2% (Dalponte, dkk., 2019).



Gambar 2.8 Hasil analisis SEM: (a) *beads* TiO₂/Alginat; (b) *cross-section beads* TiO₂/Alginat; dan (c) spot TiO₂ pada *beads* (Dalponte, dkk., 2019)

Karakterisasi X-Ray *Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dari TiO₂. Pada gambar di bawah ini, menunjukkan puncak difraksi muncul pada posisi sudut 2 θ pada 25,42; 27,81; 36,28; 37,97; 41,42; 48,21; 53,97, dan 55,35. Hal ini menegaskan bentuk TiO₂ anatase sesuai *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No.83.2243 (Dalponte, dkk., 2019).



Gambar 2.9 Hasil analisis XRD TiO₂ dalam *beads* (Dalponte, dkk., 2019)

2.5 TiO₂ Sebagai Material Fotokatalis

Titanium dioksida (TiO₂) adalah senyawa oksida berwarna putih, tidak beracun, dan tahan karat (Fatimah dan Wijaya, 2005), selain memiliki bentuk tetragonal yaitu memiliki luas permukaan lebih besar dan lebih reaktif dalam menyerap energi foton (Choi, 2006), memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV yang aktif di bawah sinar UV (Palupi, 2006), sebagaimana Gambar 2.10. Hal ini, TiO₂ dapat berperan sebagai katalis, karena mempunyai kemampuan untuk berinteraksi dengan reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih efektif dan mempercepat laju reaksinya (Fatimah dan Karna, 2005). Secara umum, TiO₂ digunakan sebagai material semikonduktor dengan aktivitas fotokatalis yang tinggi (Fatimah dan Wijaya, 2005).



Gambar 2.10 Struktur kristal TiO₂ anatas (Palupi, 2006)

Fotokatalis adalah reaksi kimia yang berjalan dengan bantuan katalis yang aktif ketika disinari cahaya (Tussa'adah dan Astuti, 2015). Fotokatalis mampu mempercepat laju reaksi oksidasi maupun reduksi melalui reaksi fotokimia (Wulandari, dkk., 2014). Material fotokatalis yang banyak digunakan adalah TiO₂, maka untuk mengaktifkan katalis TiO₂ membutuhkan energi foton (Tussa'adah dan Astuti, 2015). Fotokatalis semikonduktor yaitu fotoaktif, mampu memanfaatkan cahaya tampak atau mendekati UV dan tidak beracun. Menurut Khan dkk. (2017), material semikonduktor digunakan sebagai fotokatalis karena adanya daerah energi yang kosong (daerah celah pita) terdapat diantara batas pita konduksi dan pita valensi yang disebut dengan energi celah pita.

Proses fotokatalisis mempunyai beberapa keunggulan dibanding dengan proses biologi atau oksida kimia lainnya. Pertama reaksi fotokatalitik tidak spesifik, sehingga mampu digunakan untuk mendekstruksi senyawa-senyawa organik dalam lingkup yang luas. Kedua, daya oksida proses ini sangat kuat sehingga seringkali mampu mendegradasi senyawa organik. Ketiga, proses ini, mampu mendegradasi senyawa-senyawa beracun yang tidak dapat didegradasi dengan proses biologi. Keempat, proses ini bisa digunakan untuk fase cair, misalnya untuk pengolahan air limbah dan pemurnian air. Kelima proses ini dapat memanfaatkan sinar matahari sebagai sumber sinar ultraviolet sehingga dapat mengurangi biaya operasioanl (Chang, 2000; Hoffman, 1995).

2.6 Potensi Beads dalam Degradasi Zat Warna Methylene Blue

Fotodegradasi merupakan proses penguraian suatu senyawa organik dengan bantuan energi foton, membutuhkan fotokatalis sebagai material semikonduktor, dan berdasarkan pada prinsip fotokatalitik (Alinsafi, dkk., 2007). Prinsip fotokatalitik yaitu perpindahan elektron dengan adanya energi foton pada logam semikonduktor dari pita valensi ke pita konduksi. Perpindahan elekron ini mengakibatkan lubang elektron (*hole*) yang mampu berinteraksi dengan pelarut air sehingga membentuk radikal ·OH yang bersifat aktif dan dapat menguraikan target senyawa organik (Rahmayani dan Z, 2013).

Fotodegradasi merupakan metode alternatif yang mudah diterapkan dengan fotokatalis TiO₂. Sehingga, fotokatalis TiO₂ mampu menguraikan limbah zat warna menjadi komponen-komponen sederhana melalui oksidasi fotokatalitik (Lestari, dkk., 2015). Proses degradasi *methylene blue* oleh fotokatalis dapat menghasilkan senyawa-senyawa organik yang aman bagi lingkungan karena toksisitasnya rendah (Wardhani, dkk., 2016). *Methylene blue* merupakan salah satu zat warna yang digunakan karena mudah diperoleh dengan harga terjangkau. Zat warna ini berperan penting sebagai warna dasar dalam proses pewarna di industri kulit dan kain katun. Penggunaan *methylene blue* dapat menimbulkan beberapa efek seperti iritasi jika tersentuh kulit, iritasi saluran pencernaan jika tertelan, dan menimbulkan sianosis jika terhirup (Hamdaoui dan Chiha, 2007). Uji fotodegradasi menggunakan fotokatalis TiO₂ mampu menyerap energi matahari secara optimal. Semakin banyak radikal hidroksil (·OH) yang dihasilkan maka *methylene blue* yang didegradasi akan lebih besar (Riyani, dkk., 2012). Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Mallakpour, dkk., 2019), menyatakan bahwa degradasi maksimum menggunakan pewarna *methylene blue* 10 ppm oleh fotokatalis TiO₂ dengan menggunakan sinar lampu UV dihasilkan % degradasi sebesar 40%, sedangkan pada kondisi gelap mendegradasi sekitar 28%. Sehingga, semakin kecil konsentrasi *methylene blue* maka semakin besar kemampuan degradasinya. Pada penelitian ini uji fotodegradasi menggunakan pewarna *methylene blue* dengan konsentrasi 10 ppm.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juli-Desember 2020 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Jurusan Kimia 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 meliputi seperangkat alat gelas, seperangkat alat refluks, desikator, oven, mortar dan alu, kertas pH, *hot plate*, timbangan analitik, kertas saring, termometer, *alumunium foil, magnetic stirer*, *syringe*, fotoreaktor, seperangkat instrumen: FTIR; SEM-EDS; XRD; UV-Vis DRS; dan UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi limbah batang jagung, Natrium hidroksida (NaOH) p.a, Asam klorida (HCl) 37% p.a, Karbon disulfida (CS₂), Kalsium karbonat (CaCO₃) p.a, Natrium klorit (NaClO₂) p.a, Asam asetat (CH₃COOH) p.a, Zink asetat (C₄H₆O₄Zn) 5%, Sodium alginat (C₆H₇O₆Na)_n, Titanium dioksida (TiO₂), *Methylene blue*, Aquademin, dan Aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan bersifat eksperimental laboratorium dengan menggunakan limbah batang jagung yang diekstraksi menggunakan NaOH berfungsi untuk menghilangkan senyawa non-selulosa berdasarkan gugus fungsinya. Kemudian modifikasi selulosa menjadi selulosa xantat menggunakan CS₂ dan NaOH 6%. Setelah itu, pembuatan *beads* ditambahkan katalis TiO₂ dengan variasi 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram, selanjutnya ditambahkan alginat:selulosa xantat dengan perbandingan 1:3. Penambahan porogen CaCO₃ 2 gram untuk membentuk pori dalam *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat. Pembentukan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat menggunakan metode gelasi ionik yang dilakukan dalam larutan *crosslink* C₄H₆O₄Zn supaya didapatkan *beads* yang kaku. Setelah itu, dikarakterisasi berdasarkan:

Tabel 3.1 Data karakteristik FTIR

Spektra IR

Serbuk batang jagung (a) Ekstrak selulosa (b) Selulosa xantat (c)

Tabel 3.2 Data karakteristik SEM-EDS

Mikrograf SEM-EDS
Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat perbesaran 150x
Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat perbesaran 500x
Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat perbesaran 1000x

Tabel 3.3 Data karakteristik XRD

Difraktogram XRD
Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
<i>Beads</i> 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat

Tabel 3.4 Data karakteristik UV-Vis DRS

Spektra UV-Vis DRS
TiO ₂
Beads TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat

Tabel 3.5 Uji Aktivitas Fotokatalitik

% Degradasi
Kondisi Gelap
Beads Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Kondisi Terang
Beads Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1. Preparasi sampel
- 2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung
- 3. Pembuatan selulosa xantat
- 4. Pembuatan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat
- 5. Uji aktivitas fotokatalitik
- 6. Karakterisasi
- 7. Analisis data

3.5 Pelaksanaan Penelitian3.5.1 Preparasi Sampel

Limbah batang jagung dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari. Sampel kering dihaluskan dengan digiling dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Kemudian di oven selama 24 jam pada suhu 90°C. Serbuk yang diperoleh merupakan sampel penelitian dan dikarakterisasi menggunakan FTIR (Latifah, dkk., 2019).

3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Serbuk batang jagung sebanyak 50 gram direndam menggunakan NaOH 10% sebanyak 1000 mL pada suhu 80°C selama 90 menit. Ekstrak yang diperoleh kemudian dicuci beberapa kali dengan aquades sampai pH netral dan diperas. Setelah itu, ditambahkan 200 mL NaClO₂ 1% dan ditambahkan CH₃COOH 10% sampai pH 5 pada suhu 75°C selama 1 jam. Selanjutnya dicuci beberapa kali menggunakan aquades sampai pH netral dan diperas. Ekstrak selulosa yang didapatkan dihidrolisis menggunakan refluks dengan ditambahkan HCl 5% (1:20) pada suhu 90°C selama 1 jam sehingga didapatkan *microfiber*-terdispersi. *Micro* selulosa yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR (Azizah, dkk., 2018).

3.5.3 Pembuatan Selulosa Xantat

Ekstrak selulosa 5 gram direndam dalam NaOH 20% sebanyak 40 mL selama 3 jam. Kemudian diperas dan didiamkan selama 60 jam pada suhu kamar untuk *aging*. Selulosa alkali yang diperoleh direaksikan dengan 2,5 mL CS₂ 37%, kemudian ditambahkan NaOH 6% sebanyak 10 mL. Selanjutnya di*shaker* dengan kecepatan 150 rpm pada suhu 25°C selama 3 jam. (Wang, dkk., 2013) Sampel dikarakterisasi menggunakan FTIR.

3.5.4 Pembuatan *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

TiO₂ ditimbang dengan variasi penambahan 0; 0,4; 0,6; 0,8 gram, kemudian dilarutkan ke dalam 200 mL aquademin, diaduk mengggunakan *stirrer* selama 30 menit. Ditambahkan Alginat-Selulosa xantat dengan perbandingan 1:3. Alginat ditambahkan 4 gram, kemudian diaduk mengggunakan *stirrer* hingga homogen. Setelah itu, ditambahkan 12 gram selulosa xantat. Ditambahkan 2 gram CaCO₃ sebagai porogen dan diaduk mengggunakan *stirrer* hingga homogen (Sarkar, dkk., 2015). Kemudian diteteskan menggunakan *syringe* ke dalam 100 mL $C_4H_6O_4Zn$ 5% sebagai agen *crosslink* dan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang dihasilkan didiamkan selama 24 jam (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013).

Beads TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang dihasilkan, kemudian disaring dan dicuci menggunakan aquademin. Setelah itu, ditambahkan HCl 1 mmol/L dengan perbandingan 1:8. Di*shaker* pada kecepatan 150 rpm, kemudian *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat disaring dan dicuci menggunakan aquademin hingga netral. Setelah itu, *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dioven pada suhu 37°C selama 5 jam (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013). *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dikarakterisasi dengan FTIR, SEM-EDS, XRD, UV-Vis DRS dan uji fotodegradasi.

3.5.5 Karakterisasi 3.5.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Karaktrisasi gugus fungsi dianalisis menggunakan FTIR, sampel yang dikarakterisasi diantaranya serbuk batang jagung, selulosa setelah hidrolisis, dan selulosa xantat. Selanjutnya, padatan KBr digerus hingga menjadi serbuk menggunakan mortar *agate*. Kemudian, ditempatkan pada preparat dan di pres agar terbentuk pelet. Setelah itu, sampel ditempatkan pada sampel *holder* dan dilanjutkan pengukuran pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.5.5.2 Karakterisasi Morfologi Permukaan Partikel Menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi morfologi permukaan partikel *beads* alginat-selulosa xantat dengan komposisis terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi menggunakan SEM-EDS Sampel ditempatkan pada *carbon tape* dan *fine gold sputtering*. Kemudian, divakumkan ruang sampel hingga 10⁻⁶ torr. Setelah itu dilakukan pengoprasian alat (Sujatno, dkk., 2015). Tegangan akselerasi diatur selama pemindaian berjalan supaya mendapatkan hasil yang diinginkan. Setelah itu gambar diambil pada perbesaran yang optimal hingga diperoleh morfologi permukaan.

3.5.5.3 Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan XRD

Karakterisasi ini menggunakan X-Ray *Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal material TiO₂. Pengukuran XRD pada rentang $2\theta(^{\circ}) = 10-90$ dengan sumber radiasi monokromator Cu-K α (λ =1,54056 Å) pada 40 kV dan arus 30 mA. Sampel dihaluskan menjadi serbuk halus, kemudian ditempatkan pada preparat. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X. Hasil karakterisasi berupa difraktogram berupa grafik hubungan antara sudut difraksi 2θ dan intensitas. Selanjutnya dibandingkan dengan standar *Joint Commite on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No. 71-1166. Selanjutnya untuk mengetahui ukuran kristal TiO₂ menggunakan persamaan Debye-Scherrer, sebagai berikut:

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta\cos\theta}.$$
(3.1)

dengan: D = ukuran kristal (nm) K = konstanta (0,9) λ = panjang gelombang β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM)

3.5.5.4 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi ini menggunakan UV-Vis *Diffuse Relectance Spectroscopy* (DRS) untuk menentukan energi celah pita dan panjang gelombang *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xanta berdasarkan data yang diperoleh. Sampel ditempatkan pada *sample holder* dalam bentuk serbuk halus kemudian diukur presentase reflektansinya. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Selanjutnya dianalisis menggunakan *software* origin dan dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk sebagai berikut:

 $F(R) = \left(\frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{K}{s}\right)....(3.2)$

dengan: F(R) = faktor Kubleka-Munk R = nilai reflektan yang diukur

K = koefisien absorbsi molar

s = koefisien *scattering*

3.5.5.5 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat Terhadap Larutan *Metylene Blue*

3.5.5.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methylene Blue

Larutan *methylene blue* 10 ppm diatur pada pH 6 dengan ditambahkan HCl 0,1 N dan NaOH 0,1 N. Kemudian diukur panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400-700 nm. Nilai absorbansi terbesar merupakan panjang gelombang maksimum.

3.5.5.5.2 Pembuatan Kurva Standar Methylene Blue

Larutan baku *methylene blue* dibuat dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm. Larutan diukur absorbansinya masing-masing pada panjang gelombang 665 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Setelah itu, dibuat kurva standar dengan sumbu-x adalah konsentrasi dan sumbu-y adalah absorbansi. Kemudian diperoleh persamaan garis y = ax + b.

3.5.5.3 Uji Degradasi Larutan *Methylene Blue* Menggunakan *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

Uji degradasi pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dengan zat warna *methylene blue* ditentukan dengan dimasukkan 0,1 gram *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) ke dalam 25 mL *methylene blue* 10 ppm pada *beaker glass* 50 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam fotoreaktor pada keadaan gelap, dimana *beaker glass* dibungkus menggunakan alumunium foil selama 60 menit. Selanjutnya diberikan sinar UV dengan jarak lampu terhadap larutan 10 cm selama 180 menit (Dalponte, dkk., 2019). Setelah itu, diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis dengan λ 665 nm. Hasil karakterisasi uji fotodegradasi pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa didapatkan data absorbansi dari analisis spektroskopi UV, kemudian dihitung untuk mengetahui %degradasi menggunakan persamaan berikut:

% Degradasi =
$$\left(\frac{X_0 - X_t}{X_t}\right) \times 100$$
 %.....(3.3)

dengan: X_0 = konsentrasi awal X_t = konsentrasi setelah kondisi gelap/terang

3.6 Analisis Data

- Hasil karakterisasi FTIR berupa spektra dari serbuk batang jagung, selulosa setelah hidrolisis, dan selulosa xantat. Selanjutnya spektra yang diperoleh dianalisis menggunakan *software* origin kemudian dibandingkan dengan literatur yang diidentifikasi munculnya senyawa baru atau senyawa yang hilang.
- 2. Hasil karakterisasi SEM-EDS berupa morfologi dari *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi. Selanjutnya

morfologi yang diperoleh dianalisis menggunakan *software image-J* untuk mengetahui morfologi permukaan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat.

- Hasil karakterisasi XRD untuk mengetahui struktur TiO₂ yang dianalisis menggunakan *software* origin, kemudian dibandingkan dengan data standar *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS). Selanjutnya untuk mengetahui ukuran kristal TiO₂ menggunakan persamaan Debye-Scherrer.
- 4. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS untuk mengetahui energi serapan sinar dan celah pita dari *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat. Selanjutnya dianalisis menggunakan *software* origin dan dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk dibandingkan dengan literatur.
- Hasil karakterisasi uji aktivitas fotokatalitik pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa didapatkan data absorbansi dari analisis spektroskopi UV, kemudian dihitung untuk mengetahui % degradasi.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan dengan: (a) Ekstraksi selulosa dari limbah batang jagung; (b) Modifikasi selulosa menjadi selulosa xantat; (c) Pembentukan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dengan variasi (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) menggunakan metode gelasi ionik dengan *crosslink* zink asetat (C₆H₆O₄Zn). *Beads* yang diperoleh dilakukan karakterisasi menggunakan: (a) FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari serbuk batang jagung, selulosa setelah hidrolisis, dan selulosa xantat; (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi permukaan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat; (c) XRD untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal TiO₂; (d) UV-Vis DRS untuk mengetahui nilai energi celah pita TiO₂; dan (e) Uji fotodegradasi untuk mengetahui kemampuan fotodegradasi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dalam mengurai limbah zat warna *methylene blue*.

4.1 Ekstraksi Selulosa dari Limbah Batang Jagung

Ekstraksi selulosa bertujuan untuk memisahkan molekul selulosa dari senyawa non-selulosa, seperti lignin, hemiselulosa, dan senyawa lainnya. Ekstraksi selulosa dilakukan beberapa proses, yaitu diawali dengan proses delignifikasi bertujuan untuk menghilangkan lignin maupun senyawa non-selulosa dengan penambahan NaOH 10% pada serbuk batang jagung untuk melarutkan lignin sekaligus hemiselulosa dengan memutus ikatan hidrogen dan oksigen pada gugus OH fenolik dari lignin, sehingga ikatan antara lignin dan selulosa akan terputus. Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses delignifikasi sebagaimana Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi proses delignifikasi (Rosdiana, dkk., 2013, telah diolah kembali)

Mekanisme reaksi proses delignifikasi adalah NaOH akan terdisosiasi menjadi ion Na⁺ dan OH⁻, ion OH⁻ akan menyerang atom H yang terikat pada gugus OH fenolik lignin dan mengalami resonansi, sehingga ikatan lignin dan selulosa terputus, sedangkan pada ion Na⁺ akan berikatan dengan nukleofil lignin dan membentuk garam fenolat yang mudah larut. Hasil larutan garam fenolat ditandai dengan warna larutan menjadi hitam yang disebut lindi hitam pada Gambar 4.2 (b).



Gambar 4.2 (a) Serbuk batang jagung; (b) Lindi hitam setelah proses delignifikasi; dan (b) Pulp hasil proses delignifikasi

Ekstraksi selulosa pada proses delignifikasi dihasilkan pulp berwarna kecoklatan yang dimungkinkan masih terdapat adanya senyawa lignin sebagaimana Gambar 4.2 (c). Oleh karena itu, tahap ekstraksi dilanjutkan dengan proses pemutihan (*bleaching*) menggunakan sodium klorit (NaClO₂) 1% bertujuan untuk menghilangkan dan mendegradasi warna dari lignin. Pada proses ini NaClO₂ dikondisikan dalam suasana asam dengan penambahan CH₃COOH 10%. Menurut Rahmadiar dkk. (2018), NaClO₂ optimum pada suasana asam sehingga lignin dapat larut dalam air. Hasil proses *bleaching* didapatkan pulp berwarna putih kekuningan, sebagaimana Gambar 4.3 (a). Ekstrak selulosa dari hasil proses *bleaching* dilanjutkan dengan proses demineralisasi menggunakan asam encer berupa HCl 5% bertujuan untuk menghilangkan residu lignin dan hemiselulosa yang masih tersisa sehingga menghasilkan produk berupa mikrokristalin. Hasil proses demineralisasi yaitu ekstrak selulosa yang ditandai warna putih, sebagaimana Gambar 4.3 (b).



Gambar 4.3 (a) Pulp hasil proses *bleaching*; dan (b) Ekstrak selulosa

Ekstrak selulosa yang dihasilkan berasal dari serbuk batang jagung sebesar 50 gram, kemudian setelah dilakukan proses ekstraksi selulosa diperoleh sebesar 32 gram. Hal ini terjadi penurunan berat serbuk batang jagung yang menunjukkan bahwa senyawa non-selulosa berupa lignin dan hemiselulosa telah berhasil dipisahkan, sehingga randemen selulosa yang diperoleh sebesar 36%.

4.2 Pembuatan Selulosa Xantat

Modifikasi selulosa menjadi selulosa xantat bertujuan untuk meningkatkan kemampuan selulosa dalam pembentukan *beads*. Menurut Puspitasari (2007), selulosa xantat memiliki kristanilitas dan stabilitas termal yang tinggi. Semakin tinggi stablitas termal yang dimiliki maka semakin kristalin, sehingga dapat meningkatkan daya ikat pada *beads*. Selulosa xantat dibuat dengan mereaksikan alkali selulosa dengan karbon disulfida (CS₂) yang dilarutkan menggunakan NaOH.

Pembuatan selulosa xantat dilakukan dengan mereaksikan alkali selulosa dengan ditambahkan CS₂ 37% untuk memodifikasi selulosa yaitu dengan perusakan gugus –OH pada C-2, C-3, dan C-6. Kemudian dilarutkan menggunakan NaOH berfungsi untuk memecah ikatan antara hidrogen dengan oksigen, sehingga CS₂ akan melepas dan digantikan oleh ion hidroksil yang menghasilkan regenerasi selulosa atau disebut dengan viskosa. Sebagaimana mekanisme reaksi pembentukan selulosa xantat pada Gambar 4.4. Bentuk fisik dari alkali selulosa berwarna putih, sedangkan larutan viskosa berwarna kekuningan sebagaimana Gambar 4.5. Hal ini sesuai dengan penelitian Mulyawan, dkk. (2015), selulosa xantat ditandai dengan warna larutan kekuningan (*yellow crumb*).



Gambar 4.4 Reaksi pembuatan selulosa xantat (Cowd, 1982)



Gambar 4.5 (a) Alkali selulosa; dan (b) Larutan viskosa

4.3 Pembuatan Beads TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

Pembuatan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dilakukan dengan menggunakan teknik *dropping* yaitu campuran larutan dimasukkan ke dalam *syringe* yang diteteskan ke dalam larutan *crosslink*, sebagaimana Gambar 4.6 (a). Komposisi *beads* terdiri dari alginat sebagai agen pembentuk gel, selulosa xantat sebagai komposit, TiO₂ sebagai fotokatalis, dan porogen CaCO₃ sebagai pembentuk pori dalam *beads*, dan C₄H₆O₄Zn (zink asetat) sebagai *crosslink*. Pada pembuatan *beads* ini diberi penambahan katalis TiO₂ dengan variasi 0,4; 0,6; dan 0,8 gram. Variasi TiO₂ tersebut diharapkan dapat mengetahui komposisi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi.

Penambahan TiO₂ sebagai material pendukung karena pada penempatan komponen aktif TiO₂ pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat berfungsi untuk memperbanyak situs aktif, sehingga interaksi antara reaktan dengan katalis semakin besar. Oleh karena itu, reaksi pembentukan produk akan berjalan dengan cepat. Pembuatan *beads* yang berbentuk bola manik dapat mempermudah proses fotodegradasi sehingga tidak bercampur dengan zat warna yang menyebabkan terjadinya kekeruhan pada saat proses fotodegradasi.

Pencetakan *beads* menggunakan metode gelasi ionik dengan melibatkan proses *crosslink*. Agen *crosslink* yang digunakan adalah C₄H₆O₄Zn berfungsi sebagai agen pengikat silang antara zink dengan alginat sehingga dihasilkan *beads* yang kaku. Perendaman *beads* selama 24 jam dalam larutan C₄H₆O₄Zn berfungsi untuk meningkatkan proses tautan silang antara alginat-selulosa dengan C₄H₆O₄Zn. Selanjutnya *beads* dilakukan pencucian menggunakan HCl berfungsi untuk menghilangkan porogen CaCO₃. Reaksi yang terjadi adalah:

$$CaCO_3 + 2HCl \rightarrow H_2O + CO_2 + CaCl_2 \dots (4.1)$$

Reaksi tersebut menyatakan bahwa interaksi antara porogen CaCO₃ dengan HCl akan terdapat gelembung CO₂ yang menandakan bahwa di dalam *beads* terbentuk pori-pori. *Beads* yang dihasilkan sebagaimana Gambar 4.6 (b), selanjutnya *beads* dilakukan pengeringan pada suhu 37°C untuk menghilangkan kadar air didalamnya sehingga *beads* mengalami penyusutan diameter. Hal ini karena terpisahnya kadar air didalam *beads* sebagaimana Gambar 4.6 (c).



Gambar 4.6 (a) Pencetakan *beads*; (b) *Beads* basah setelah didiamkan selama 24 jam; dan (c) *Beads* kering setelah pemanasan pada suhu 37°C

4.4 Karakterisasi 4.4.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Karakterisasi ini dilakukan menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, adapun sampel yang dikarakterisasi yaitu serbuk batang jagung, selulosa setelah hidrolisis, dan selulosa xantat. Berikut hasil karakterisasi FTIR ditampilkan pada Gambar 4.7 dan dirangkum pada Tabel 4.1.



Gambar 4.7 Spektra IR: (a) Serbuk batang jagung; (b) Selulosa setelah demineralisasi; dan (c) selulosa xantat

Daerah Serapan (cm ⁻¹)		Ikatan dan Jenis Gugus	
Serbuk Batang	Selulosa Setelah	Selulosa	Fungsi
Jagung	Demineralisasi	Xantat	
3420	3405	3463	O-H (streaching)
2924	2902	-	C-H (streaching)
1732	-	-	C=O
1648	1642	1646	COO ⁻ (<i>streaching</i>)
1511	-	-	C=C aromatis
1382	1378	1397	C-H
1107	1108	1109	C-O (streaching)
1051	1061	1066	C-O-C (streaching)
-	-	1024	O-C(=S)-S
894	896	880	$oldsymbol{eta}$ -glikosida

Tabel 4.1 Bilangan gelombang (cm⁻¹) spektrum IR dari serbuk batang jagung; selulosa setelah demineralisasi; dan selulosa xantat

Spektra IR yang dihasilkan pada Gambar 4.7 (a) menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 3420; 2924; 1648; 1382; 1107 dan 894 cm⁻¹ merupakan selulosa murni. Hal ini sesuai dengan Zheng dan Meng (2015) bahwa serapan tersebut menunjukkan selulosa murni. Kemudian pada bilangan gelombang 1511 cm⁻¹ menunjukkan gugus C=C aromatis yang mengandung lignin. Sedangkan pada bilangan gelombang 1732 cm⁻¹ menunjukkan gugus C=O yang mengandung hemiselulosa. Hal ini sesuai dengan Rehman, dkk. (2013), bahwa serapan pada bilangan gelombang 1600-1500 cm⁻¹ menyatakan lignin dan bilangan gelombang 1730 cm⁻¹ menyatakan hemiselulosa.

Spektra selulosa setelah demineralisasi pada Gambar 4.7 (b) menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 1600-1500 cm⁻¹ yang ditandai gugus C=C aromatis bahwa lignin telah hilang. Berdasarkan hasil spektra pada Gambar 4.7 (c) bilangan gelombang 1024 cm⁻¹ menandakan gugus -O-C(=S)-S yaitu selulosa xantat. Hal ini dinyatakan bahwa adanya gugus -O-C(=S)-S menunjukkan sintesis selulosa xantat telah berhasil dilakukan.

4.4.2 Karakterisasi Morfologi Permukaan Partikel Menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi ini dilakukan menggunakan instrument SEM-EDS yang bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi. Berikut hasil karakterisasi SEM-EDS ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Mikrograf SEM *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat: (a) Perbesaran 150x; (b) Perbesaran 500x; dan (c) Perbesaran 1000x

Morfolgi permukaan partikel didapatkan dari *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dengan komposisi terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi. Hasil analisis SEM dapat dilihat pada Gambar 4.8 yang menunjukkan bahwa *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat memiliki permukaan kasar dan berpori. Menurut Rohmatullah, dkk (2020), *beads* dengan permukaan yang kasar membentuk lipatan karena adanya pembentukan pori-pori. Penambahan porogen CaCl₂ menghasilkan permukaan *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat terbentuk pori, karena terjadi proses *crosslink* antara alginat dengan kation divalen Zn²⁺ dengan Ca²⁺.

Mikrograf *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang dihasilkan terlihat adanya rongga kosong pada permukaan *beads*, sehingga pada permukaan *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat menujukkan bahwa TiO₂ sebagai material

pendukung telah mengisi pori-pori *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat. Hasil EDS sebagaimana Lampiran 6 didapatkan unsur Ti dan Zn pada *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang menandakan adanya material pendukung TiO₂ sebesar 1,38% dan adanya unsur Zn sebesar 43,55% menyatakan bahwa telah terjadi proses *crosslink* antara alginat dengan Zn^{2+} .

4.4.3 Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan XRD

Karakterisasi ini dilakukan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂: 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram). Berikut hasil karakterisasi XRD ditampilkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Difraktogram XRD TiO₂; CaCO₃; dan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram)

Difraktogram XRD menunjukkan adanya puncak pada posisi sudut 2θ = 25,28°; 37,0°; 38,58°; 38,6°; 48,08°; 53,9°; 55,1°; dan 62,7°. Hal ini menegaskan bahwa karakteristik TiO₂ berada pada fase anatas berdasarkan *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No. 71-1166. Begitu juga pada difraktogram standar CaCO₃ menunjukkan adanya puncak yang dihasilkan sesuai dengan *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No. 85-1108 yaitu pada posisi sudut 2θ = 23,24°; 36,18°; 39,56°; 43,42°; 47,58°; 48,7°; dan 57,68°.

Rasio *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) menunjukkan pada puncak difraksi TiO₂ mengalami peningkatan seiring penambahan komposisi, karena semakin banyak penambahan TiO₂ maka rasio semakin meningkat. Jadi, secara puncak difraksi TiO₂ lebih tinggi adanya perubahan. Sedangkan pada puncak difraksi CaCO₃ menunjukkan bahwa tidak ada perubahan rasio yang dihasilkan, karena komposisi yang digunakan sama. Menurut Azizah (2019) menyatakan bahwa pada saat pencucian menggunakan HCl diharapkan porogen CaCO₃ hilang. Akan tetapi, pada hasil penelitian ini, karena kurang maksimalnya pada saat pencucian *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat menggunakan HCl, sehingga masih terdapat gelembung didalamnya.

Ukuran kristal TiO₂ didapatkan menggunakan persamaan Debye Scherrer berdasarkan data puncak difraksi $2\theta = 25,3^{\circ}$ sebagaimana Lampiran 4.2. Hasil perhitungan sebagaimana Tabel 4.2 menunjukkan bahwa semakin tinggi massa TiO₂, maka semakin kecil ukuran kristalnya. Hal ini menyatakan bahwa semakin kecil ukuran kristal maka dapat memperbesar luas permukaannya, sehingga kemampuan fotodegradasi semakin meningkat.

Material	Ukuran kristal (nm)
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	58,58
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	58,17
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	41,13

Tabel 4.2 Ukuran kristal *beads* $TiO_2/Alginat$ -Selulosa xantat ($TiO_2=0,4$; 0,6; dan 0,8 gram)

4.4.4 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi ini dilakukan menggunakan instrumen UV-Vis DRS untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi celah pita pada *beads* $TiO_2/Alginat-Selulosa xantat (TiO_2= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram). Berikut hasil$ karakterisasi ditampilkan pada Gambar 4.10 dan Gambar 4.11.



Gambar 4.10 Spektra UV-Vis DRS: Hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂=0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram)

Spektra UV-Vis DRS menunjukkan bahwa dengan bertambahnya komposisi TiO₂ maka terjadi pergeseran panjang gelombang ke arah yang lebih tinggi, sebagaimana pada Gambar 4.10. Pergeseran serapan yang dihasilkan berpengaruh terhadap besarnya nilai energi celah pita. Kemudian, untuk mengetahui nilai energi celah pita *beads* $TiO_2/Alginat$ -Selulosa xantat ($TiO_2=0$; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk, sebagaimana ditampilkan pada Tabel 4.3.

Solutiosa Autitat (1102– 0, 0, 1, 0,0, dair 0,0 Statil)			
Material	Energi Celah	Panjang	
	Pita (eV)	Gelombang (nm)	
TiO ₂	3,04	405	
beads Alginat-Selulosa xantat	2,89	429	
<i>beads</i> 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	2,76	449	
<i>beads</i> 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	2,86	433	
<i>beads</i> 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	2,71	457	

Tabel 4.3 Nilai energi celah pita dan panjang gelombang *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram)

Berdasarkan pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa semakin tinggi komposisi TiO₂ maka energi celah pita yang dihasilkan semakin kecil, sehingga penambahan TiO₂ dapat menggeser serapan ke daerah sinar tampak (429-457 nm). Hal ini, TiO₂ sebagai material fotokatalis memiliki lebih banyak elektron yang tereksitasi pada daerah sinar tampak. Sehingga pada *beads* Alginat-Selulosa xantat tanpa adanya penambahan TiO₂ memiliki energi celah pita tertinggi yaitu 2,89 eV.



Gambar 4.11 Spektra UV-Vis DRS: Energi celah pita *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram)

Penurunan energi celah pita disebabkan karena terjadinya pergeseran panjang gelombang dari pita valensi ke pita konduksi, sehingga meninggalkan *hole* pada pita valensi (Ningsih, 2012), sebagaimana Gambar 4.10 menunjukkan bahwa *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat akan memberikan tingkat energi yang baru, sehingga memudahkan elektron mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Berdasarkan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa penggunaan fotokatalis TiO₂ dalam *beads* Alginat-Selulosa xantat terjadi penurunan energi celah pita sebesar 0,15 eV, sehingga pada proses fotokatalitik dapat menggunakan aktivitas cahaya tampak.

4.5 Uji Aktivitas Fotokatalitik *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat Terhadap Larutan *Methylene Blue*

4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methylene Blue

Penentuan panjang gelombang maksimum pada larutan zat warna *methylene blue* dilakukan dari panjang gelombang 400-800 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis, sebagaimana ditampilkan pada Lampiran 9.1. Hasil pengukuran yang diperoleh bahwa absorbansi maksimal terjadi pada panjang gelombang 665 nm. Hal ini serupa dengan penelitian-penelitian sebelumnya (Qazim, 2019).

4.5.2 Uji Degradasi Larutan *Methylene Blue* Menggunakan *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

Uji aktivitas fotokatalitik bertujuan untuk mengetahui kemampuan degradasi material terhadap larutan *methylene blue*. Uji degradasi larutan *methylene blue* dilakukan dengan konsentrasi 10 ppm menggunakan material *beads* $TiO_2/Alginat-Selulosa xantat (TiO_2=0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) yang dilakukan pada kondisi gelap (tanpa radiasi sinar UV) dan kondisi terang (diradiasi sinar UV). Hasil uji degradasi ditampilkan pada Tabel 4.4.$

Tabel 4.4 Presentase degradasi larutan *methylene blue* menggunakan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat pada kondisi gelap (tanpa radiasi sinar UV) dan kondisi terang (diradiasi sinar UV)

Material	% Degradasi	
	Kondisi Gelap	Kondisi Terang
Beads Alginat-Selulosa xantat	32,2	40,7
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	44,7	57,1
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	40,3	48,5
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	48,3	61,1

Berdasarkan hasil uji degradasi menunjukkan bahwa persentase degradasi

pada kondisi gelap lebih rendah daripada kondisi terang. Hal ini menyatakan bahwa

penyinaran fotokatalis dapat mempengaruhi presentase degradasi. Menurut Wardhani, dkk. (2016), adanya radiasi sinar ultraviolet (UV) mampu menyerap energi foton pada daerah UV (200-380 nm) untuk mengeksitasi elektron sehingga dihasilkan *hole* yang lebih besar daripada fotokatalis dalam kondisi gelap. Sedangkan pada kondisi gelap degradasi larutan *methylene blue* rendah karena fotokatalis tidak menyerap foton untuk mengeksitasi elektron ke pita konduksi maka tidak dihasilkan *hole* dalam sistem fotokatalis, sehingga pada fotokatalis hanya berperan sebagai absorben.



Gambar 4.12 Beads TiO₂/Alginat-Selulosa xantat sebelum direndam larutan methylene blue: (a) Beads Alginat-Selulosa xantat; (b) Beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat; (c) Beads 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat; dan (d) Beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat



Gambar 4.13 Beads TiO₂/Alginat-Selulosa xantat setelah direndam larutan methylene blue: (a) Beads Alginat-Selulosa xantat; (b) Beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat; (c) Beads 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat; dan (d) Beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

Beads TiO₂/Alginat-Selulosa xantat pada kondisi gelap berperan sebagai absorben menunjukkan adanya perubahan ukuran diameter sebelum dan setelah perendaman dalam larutan *methylene blue* sebagaimana Gambar 4.12 dan Gambar 4.13. Diameter *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat diketahui menggunakan mikroskop optik kemudian diolah dengan *softwere* Image-J. Hasil yang diperoleh sebagaimana Tabel L.10 dan Tabel L.11 menunjukkan bahwa diameter *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) sebelum direndam dengan larutan *methylene blue* yaitu 1,400-1,983 mm, sedangakan diameter *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) setelah direndam dengan larutan *methylene blue* yaitu sebesar 1,609-2,075 mm. Hal ini *beads beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) mengalami perubahan diameter menjadi lebih besar setelah direndam dalam larutan *methylene blue*.

Tabel 4.5 Nilai presentase degradasi larutan *methylene blue* dan energi celah pita *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat pada kondisi terang (diradiasi sinar UV)

Material	% Degradasi	Energi Celah Pita
		(eV)
Beads Alginat-Selulosa xantat	40,7	2,89
<i>Beads</i> 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	57,1	2,76
<i>Beads</i> 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	48,5	2,86
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	61,1	2,71

Hasil uji degradasi larutan *methylene blue* menggunakan *beads* $TiO_2/Alginat-Selulosa xantat (TiO_2=0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) pada kondisi terang sebagaimana Tabel 4.5 menunjukkan bahwa$ *beads* $Alginat-Selulosa xantat tanpa adanya katalis <math>TiO_2$ memiliki presentase degradasi terendah yaitu 40,7%, karena interaksi antara energi foton pada *beads* Alginat-Selulosa xantat semakin kecil,

dimana dengan adanya penambahan katalis TiO₂ dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi. Sedangkan energi celah pita yang dihasilkan sebesar 2,89 eV, menunjukkan bahwa semakin tinggi energi celah pita maka % degradasi semakin kecil.

Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan bahwa penambahan massa fotokatalis TiO₂ sebesar 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram masing-masing menghasilkan persen degradasi 40,7; 57,1; 48,5; dan 61,1%. Aktivitas fotokatalitik semakin meningkat seiring bertambahnya massa TiO₂, karena fotokatalis mampu menyerap energi foton dari sinar UV untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga menghasilkan *hole* (lubang elektron). *Hole* ketika berinteraksi dengan H₂O menghasilkan radikal hidroksil (·OH) yang dapat meningkatkan efektivitas dalam mendegradasi *methylene blue*. Semakin banyak ·OH yang dihasilkan maka larutan *methylene blue* yang didegradasi juga semakin besar.

Hasil degradasi *methylene blue* terbaik diperoleh pada saat penambahan massa fotokatalis sebesar 0,8 gram dimana memiliki persen degradasi sebesar 61,1%. Sedangkan pada penambahan fotokatalis sebesar 0,6 gram presentase degradasi mengalami penurunan. Menurut Kavitha dan Palanisamy (2010), penurunan presentase degradasi disebabkan karena terbentuknya agregat pada fotokatalis dalam senyawa target, sehingga katalis mengalami aglomerasi (penggumpalan) yang akan menutupi sisi aktif pada permukaan fotokatalis dalam mengadsorpsi sinar UV.

Pada penelitian ini, degradasi terbaik *methylene blue* menggunakan *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat memiliki presentase fotodegradasi sebesar 61,1%. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa presentase degradasi *methylene blue* yang

didapatkan cukup tinggi. Faktor yang mempengaruhi tingkat adsorpsi zat warna antara lain massa fotokatalis, lama waktu penyinaran, konsentrasi awal zat warna, luas permukaan fotokatalis, pH larutan, dan sifat zat warna (Aziztyana, dkk., 2019).

4.6 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Tumbuhan jagung termasuk salah satu penghasil limbah lignoselulosik terbanyak, selain bijinya yang biasa dikonsumsi sebagai sumber makanan pokok, batang dari tumbuhan jagung juga bisa dimanfaatkan dengan menerapkan ilmu kimia dalam segi pengolahan limbah untuk diambil kandungan selulosa yang banyak terdapat di dalamnya, sehingga dapat digunakan sebagai *beads* selulosa. Pertimbangan mendasar dari upaya pemanfaatan tumbuhan, sebagaimana disebutkan dalam dalam QS. Luqman (31): 20, sebagai berikut:

Artinya: "Tidakkah kamu memperhatikan bahwa Allah telah menundukkan apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi untuk (kepentingan)mu dan menyempurnakan nikmat-Nya untukmu lahir dan batin. Tetapi di antara manusia ada yang membantah tentang (keeasaan) Allah tanpa ilmu atau petunjuk dan tanpa Kitab yang memberi penerangan." (QS. Luqman (31): 20).

Menurut Hamka (2005) dalam *Tafsir Al-Azhar*, ayat tersebut menyatakan bahwa Allah Swt. menundukkan semua yang ada di langit dan di bumi untuk manusia. Maksud dari kata "*sakhkhara*" yaitu Allah Swt. menganugerahkan akal sebagai bentuk penundukkan. Seiring berjalannya waktu dan kemajuan ilmu pengetahuan yang sekarang ini, apa yang ada di bumi telah dapat diambil manfaatnya sehingga manusia dapat menggunakan sesuai dengan yang dibutuhkan. Hal ini Allah Swt. Berfirman dalam QS. Yunus (10): 101 yang berbunyi:

Artinya: "Katakanlah, "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi!" Tidaklah bermanfaat tanda-tanda (kebesaran Allah) dan rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang yang tidak beriman." (QS. Yunus (10): 101).

Menurut Shihab (2003) dalam *Tafsir Al-Mishbah*, ayat di atas mendorong umat manusia untuk mengembangkan ilmu pengetahuan melalui eksperimen dan pengamatan. Ayat di atas juga mengajak untuk menggali pengetahuan yang berhubungan dengan alam raya yang diciptakan untuk kepentingan manusia. Oleh karena itu, bagi orang yang yakin akan kekuasaan Allah sehingga mau berpikir terhadap segala ciptaan-Nya akan menemukan cara dan solusi, bahwa dengan kebijaksanaan dan kekuasaan Allah, kandungan selulosa dalam batang jagung dapat dibuat menjadi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang dapat dimanfaatkan sebagai material fotodegradasi zat warna *methylene blue*, dalam hal ini memiliki peran dalam menjaga lingkungan.

Salah satu upaya penanggulangan atas kerusakan-kerusakan lingkungan pada pencemaran limbah zat warna, yaitu dengan melakukan uji fotodegradasi menggunakan katalis semikonduktor berupa TiO₂ anatas dengan *supporting beads* Alginat-Selulosa xantat. Katalis tersebut efisien dalam proses degradasi, dalam hal ini mendegradasi senyawa organik dalam fase cair untuk menjadi senyawa sederhana, misalkan limbah tekstil yang mengandung hidrogen, karbon, nitrogen, halogen dan sulfur yang akan terdegradasi menjadi H₂O, CO₂, anion NO₃⁻, halida dan SO₄⁻.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Berdasarkan analisis FTIR serapan pada bilangan gelombang 3400; 2900; 1600; 1300; 1000 dan 800 cm⁻¹ merupakan selulosa murni, pada bilangan gelombang 1511 cm⁻¹ menunjukkan gugus C=C aromatis yang mengandung lignin, pada bilangan gelombang 1732 cm⁻¹ menunjukkan gugus C=O yang mengandung hemiselulosa, dan pada bilangan gelombang 1024 cm⁻¹ menandakan gugus -O-C(=S)-S yaitu selulosa xantat. Berdasarkan analisis XRD pada difraktogram menunjukkan puncak difraksi TiO₂ pada *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat bahwa rasio mengalami peningkatan seiring penambahan komposisi, karena semakin banyak penambahan TiO₂ maka rasio semakin meningkat. Berdasarkan analisis UV-Vis DRS menunjukkan bahwa semakin besar komposisi TiO₂ maka energi celah pita yang dihasilkan semakin kecil, sehingga penambahan TiO₂ dapat menggeser serapan ke daerah sinar tampak (429-457 nm).
- Berdasarkan komposisi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat yang terbaik terhadap kemampuan fotodegradasi zat warna *methylen blue* yaitu *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat menunjukkan morfologi permukaan yang kasar dan berpori.

5.2 Saran

- 1. Perlu diperhatikan pada jarak *dropping* ketika pencetakan *beads* supaya didapatkan *beads* yang bulat, adapun jarak antara *syringe* yaitu \pm 3 cm dari larutan *crosslink*.
- Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk pencucian porogen pada proses pembentukan *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat.
DAFTAR PUSTAKA

- Alinsafi, A. dkk. 2007. Treatment of Industry Wastewater by Supported Phoyocatalyst. *Dyes and Pigments*. (74): 439-445.
- Al-Maraghi, A. M. 1993. *Tafsir Al-Maraghi*. Semarang: Toha Putra.
- Al-Mahalli, J. A. dan As-Suyuti, I.J. 2009. *Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzul Jilid* 2. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Al-Mahalli, A.J.M.B.A.B.M.A. dan As-Suyuti, A.J.A.B.A.B. 2009. *Tafsir Jalalain*. Surabaya: Pustaka Elba.
- Akgedik, R.I., Aytekin., B, K.A., dan Dagli, E. 2015. Reccurent Pneumenia Due to Olive Aspiration In a Healthy Adult: a Case Report. *The Clinical Respiratory Journal*. 10 (6): 809-810.
- Awati, P.S., Awate, S.V., Shah, P.P., dan Ramaswamy, V. 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue Using Nanocrystaline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique. *Catalyst Communication*. 4: 393-400.
- Aziz, M.S.A., Zulfansyah., Fatra, W., dan Hari, R. 2014. Pembuatan Pulp Cetak Tanpa Perekat dari Pulp Batang Jagung.
- Azizah, N.W., Hidayah, C.N., Latifah, A.F., Yulianti, E., dan Khoiroh, L.K. 2018. Synthesis and Characterization of Alginate-Cellulose Xanthate Beads from Corn Stalk with Porogen Variation. Makalah disajikan dalam *the 9th International Conference on Green Technology*. Malang: Greentech Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Tanggal 17 Oktober.
- Azizah, N.W. 2019. Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dari Batang Jagung dengan Variasi Porogen CaCO₃. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Aziztyana, A.P., Wardhani, S., Prananto, Y. P., Purwonugroho, D., dan Darjito. 2019. Optimisation of Methyl Orange Photodegradation using TiO₂-Zeolite Photocatalyst and H₂O₂ in Acid Condition. *Materials Science and Enginering*. 546: 2-8.
- 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 CO₂ Gas-Forming Agents. *International Journal of Pharmaceutics*. (239): 81-91.
- Choi, J.W., Yang, K.S., Kim, D.J., dan Lee, C.E. 2009. Adsorption of Zinc and Toluene by Alginate Complex Impregnated wih Zeolite and Activated Carbon. *Current Applied Physics*. (9): 694-697.

- Dalponte, I., Sousa, B.C.D., Mathias, A.L., dan Jorge, R.M.M. 2019. Formulation and Optimization of a Novel TiO₂/Calcium Alginate Floating Photocatalyst. *International Journal of Bioligical Macromolecules*. (137): 992-1001.
- Demirbas. A. 2008. Heavy Metal Adsorption Onto Agro-based Waste Materials: A Review. *Journal of Hazardous Materials*. (157): 220-229.
- Fatimah, I dan Wijaya, K. 2005. Sintesis TiO₂/Zeolite sebagai Fototkatalis pada Pengolaha Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *TEKNOIN*. 10 (4): 257-267.
- Fenny, F.O., Farma, W dan., Fitriyano, G. 2016. Pengaruh Rasio Berat Kulit Pisang dengan Kertas Koran dan Batang Jagung dengan Kertas Koran Terhadap Indeks Tarik dan Indeks Sobek Kertas. Makalah disajikan dalam Seminar Nasional Sains dan Teknologi. Jakarta: Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta. Tanggal 8 November.
- Gericke, M., Trygg, J., dan Fardim, P. 2013. Functional Cellulose Beads: Preparation, Characterization, and Applications. *Chemical Reviews*.
- Granstrom, M. 2009. *Cellulose Derivaties: Synthesis, Properties and Applications.* Finland: University of Helsinki.
- Hamka. 2005. Tafsir Al-Azhar Jilid 7 (Juz 21, 22, 23): Diperkaya dengan Pendekatan Sejarah, Sosiologi, Tasawuf, Ilmu Kalam, Sastra, dan Psikologi. Jakarta: Gema Insani.
- Hamdaoui, O dan Chiha, M. 2007. Removal of Methylene Blue from Aqueous Solutions by Wheat Bran. *Acta Chimica Slovenica*. (54): 407-418.
- Hoffman, M.R., Martin, S.T., Choi, W., dan Bahnemann, D.W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalyst. *Chemical Reviews*. 95 (1): 69-96.
- Homagai, P. L., Ghimire, K.N., dan Inoue K. 2011. Preparation and Characterization of Charred Xanthated Sugarcane Bagasse for the Separation of Heavy Metals From Aqueous Solutions. *Separation Science* and Technology. (46):330-339.
- Kavitha, S. K., dan Subagiyoo, A. 2010. Solar Photocatalitic Degradation of Vat Yellow 4 Dye in Aqueous Suspension of TiO₂-Optimization of Operational Parameters. Advance in Environmental Sciences International Journal of The Bioflux Society. 2 (2): 189-202.
- Karyawan, I.K.E., Karyasa, I.W., dan Wiratma, I.G.L. 2017. Pembuatan Papan Komposit dari Limbah Plastik *Polyvinyl Chloride* (Pvc) dan Limbah Batang Jagung. *Jurnal Matematika, Sains, dan Pembelajarnya*. 11 (2): 94-106.

- Kuo, C. K. dan Ma, P.X. 2008. Maintaining Dimensions and Mechanical Properties of Ionically Crosslinked Alginate Hydrogel Scaffolds In Vitro. *Journal of Biomedical Materials Research*. 84 (4):899-907.
- Latifah, dkk. 2019. Synthesis and Characterization Of Alginate-Carboxymethil Cellulose Beads From Corn Stalk (*Zea Mays*) With Crosslink Variation C₄H₆O₄Zn. Journal Islamic Pharmacy. 4 (1): 1-8.
- Lee, K.Y. dan Mooney, D.J. 2012. Alginate: Properties and Biomedical applications. *Progress in Polymer Science*.(37): 106-126.
- Lestari, Y.D., Wardhani, S., dan Khunur, M.M. 2015. Degradasi Methylene Blue Menggunakan Fotokatalis TiO₂-N/Zeolit dengan Sinar Matahari. *Kimia Student Journal*. 1 (1): 592-598.
- Lin, N., Bruzzase, C., dan Alain, D. 2012. TEMPO-Oxidized Nanocellulose Participating as Crosslinking Aid for Alginate-Based Sponges. *Applied Materials Interfaces*. 4: 4948–4959.
- Lou, Z. dkk. 2013. Contribution of Tertiary Amino Groups To Re(VII) Biosorption On Modified Corn Stalk: Competitiveness And Regularity. *Bioresource Technology*. (133): 546-554.
- Lv, G. dan Wu, S. 2012. Analytical Pyrolysis Studies of Corn Stalk and its Three Main Components by TG-MS and Py-GC/MS. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 97: 11–18.
- Maiti, S. dan Kumari, L. 2016. Smart Nanopolysaccharides for the Delivery of Bioactives. *Elsevier*. 67-94.
- Mallakpour, S., Behranvand, V., dan Mallakpour, F. 2019. Synthesis of Alginate/Carbon Nanotube/ Carbon dot/ Fluoroapatite/TiO₂ Beads for Dye Photocatalytic Degradation Under Ultraviolet Light. Carbohydrate Polymers. 224: 1-11
- Mayori, E., Faramitha, G.N., dan Sunardi. 2018. Karakterisasi Biokomposit Alginat-Pati-Kaolin Sebagai Kandidat *Slow-Release* Pupuk Urea. *Prosiding Seminar Nasional Lingkungan Lahan Basah*. 3 (1): 191-195.
- Mulyadi, I. 2019. Isolasi dan Karakterisasi Selulosa: *Review. Jurnal Saintika* Unpam. 1 (2): 177-182.
- Palupi, E. 2006. Degradasi *Methylene Blue* dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Bogor: Iinstitut Pertanian Bogor.
- Patil, J.S., Kamalapur, M., Marapur, S.C., dan Kadam, D.V. 2010. Ionotropic Gelation and Polyelectrolyte Complexation: The Novel Techniques to Design Hydrogel Particulate Sustained Modulated Drug Delivery System: A Review. *Journal of Nanomaterials and Biostructures*. 5 (1): 241-248.

- Puspitasari, S., Yulianti, E., dan Khoiroh, L.M. 2017. Preparasi dan Karakterisasi *Beads* Alginat: Selulosa Xantat dari Ampas Tebu melalui Metode Gelasi Ionik dengan CaCO₃ sebagai Porogen. *Journal of Chemistry*.
- Ragupathy, S., Raghu, K., dan Prabu, P. 2014. Synthesis and Characterization of TiO₂ Loaded Cashew Nut Shell Activeted Carbon and Phoytocatalyst Activity on BG and MB Dyes Under Sunlight Radiation. Spectrochimica Acta.
- Rahmayani, F. dan Z, S.M. 2013. Pemanfaatan Limbah Batang Jagung sebagai Adsorben Alternatif pada Pengurangan Kadar Klorin dalam Air Olahan (*Treated Water*). Jurnal Teknik Kimia USU. 2 (2): 1-5.
- Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Dwiasih, D.W. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO₂-Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari. Jurnal Kimia Valensi. 2 (5): 581-587.
- Racovita, S., Vasiliu, S., Popa, M., dan Luca, C. 2009. Polysaccharides Based On Micro- And Nanoparticles Obtained By Ionic Gelation And Their Applications As Drug Delivery Systems. *Review Roumaine de Chimie*. 54 (9): 709-718.
- Rehman, N., Miranda, A.I.G.D., Rosa, S.M.L., Pimentel, D.M., Nachtigall, S.M.B., dan Bica, C.I.D. 2013. Cellulose and Nanocellulose from Maiza Straw: An Insight on the Crystal Properties. *Jornal Polym Environ*.
- Ren, H., Gao, Z., Wu, D., Jiang, J., Sun, Y., dan Luo, C. 2016. Efficient Pb (II) Removal Using Sodium Alginate-Carboxymethyl Cellulose Gel Beads: Preparation, Characterization, and Adsorption Mechanism. *Carbohydrate Polymers*.
- Saleh, A., Pakpahan, M.M.D., dan Nowra, A. 2009. Pengaruh Konsentrasi Pelarut, Temperatur, dan Waktu Pemasakan pada Pembuatan Pulp dari Sabut Kelapa Muda. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 16. No. 3.
- Sarkar, N., Ghosh, S.K. Bannerjee, S. dan Aikat, K. 2012. Bioethanol Production from Agricultural Wastes: An Overview. *Renewable Energy*. (37): 19-27.
- Sarkar, S., Chakraborty, S., dan Bhattacharjee. 2015. Photocatalytic Degradation of Pharmaceutical Wastes by Alginate supported TiO₂ Nanoparticles in Packed Bed Photo Reactor (PBPR). *Ecotoxicology and Environmental Safety*. (121): 263–270.
- Sinclair, R. 2015. *Textiles and Fashion Material Design and Technology*. Cambridge: Woodhead Publishing
- Shihab M.Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an Volume 5.* Jakarta: Lentera Hati.

- Smith, W. dkk. 2010. The Effect of Ag Nanoparticle Loading on The Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanorod Arrays. *Chemical Physics Letters*. (485): 171– 175.
- Sonmez, M., Ficai, A., Ficai, D., Trusca, R., dan Andronescu, E. 2016. Alginate/Cellulose Composite Beads for Environmental Applications. 78 (2): 165-176.
- Sunardi, Irawati, U. dan Sybiamti, N.R. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Kaolin-TiO₂ Sebagai Fotokatalis untuk Degradasi Zat Warna *Rhodamine* B. *Sains dan Terapan Kimia*. 6 (2): 118-129.
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana, dan Dimyati, A. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oxidasi Paduan Zirkonium. Jurnal Forum Nuklir. 9 (2): 44-50.
- Suvacittanont, S. dan Pookingdao, W. 2013. Development of Porous Spherical Cellulose Bead Production from Corn Cob as an Exfoliating Agent for Cosmetic Industries. *Journal Chemistry Engginering*. 7: 1156-1163.
- Swatloski, R.P., Spear, S.K., Holbrey, J.D., dan Rogers, R.D. 2002. Dissolution of Cellulose with Ionic Liquid. *Journal of the American Chemical Socciety*. 124 (18): 4974-4975.
- Tussa'adah, R. dan Astuti. 2015. Sintesis Material Fotokatalis TiO₂ Untuk Penjernihan Limbah Tekstil. *Jurnal Fisika Unand*. 4 (1): 91-96.
- Umiyasih, U. dan Wina, E. 2008. Pengolahan dan Nilai Nutrisi Limbah Tanaman Jagung Sebagai Pakan Ternak Ruminansia. *Wartazoa*. 18 (3): 127-136.
- Wahi, R.K; Yu, W.W; Liu, Y; Meija, M.L; Falkner, J.C; Nolte, W. dan Colvin, V.L. 2005. Photodegradation of Congo Red Catalyzed by Nanosized TiO₂. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 242: 48-56.
- Wang, K., Nune, K.C., dan Misra, R.D.K. 2016. The functional response of alginate-gelatin-nanocrystalline cellulose injectable hydrogels toward delivery of cells and bioactive molecules. *Acta Biomaterialia*. (36): 143-151.
- Wang, T., Li, B., dan Si, H. 2013. Preparation of Regenerated Cellulose Bead and Its Coating With Cyclodextrins. *Cellulose Chemistry and Technology*. 47(2): 37-47.
- Wardhani, S., Bahari, A., dan Khunur, M.M. 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO₂-N/Zeolit-Kitosan Pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembanan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). Journal of Enviromental Enggineering and Sustainable Technology. 3 (2): 78-84.

- Wulandari, I.O., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis ZnO pada Zeolit. *Kimia Student Journal*. 1 (2): 241-247.
- Zheng, L. dkk. 2010. Removal of Cadmium(II) from Aqueous Solution by Corn Stalk Graft Copolymers. *Bioresource Technology*. (101): 5820-5826.
- Zheng, L. dan Peipei, M. 2015. Preparation, Characterization of Corn Stalk Xanthates and its Feasibility for Cd(II) Removal from Aqueous Solution. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 1 (10).

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 Beads TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

L.2.5 Karakterisasi L.2.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR



L.2.5.2 Karakterisasi Morfologi Permukaan Partikel Menggunakan SEM-EDS



L.2.5.3 Karakterisasi Struktur Kristal Menggunakan XRD



L.2.5.4 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita Menggunakan UV-Vis DRS



L.2.5.5 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat Terhadap Larutan *Metylene Blue*

L.2.5.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum Methylene Blue



L.2.5.5.2 Pembuatan Kurva Standar Methylene Blue



L.2.5.5.3 Uji Degradasi Larutan *Methylene Blue* Menggunakan *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

Beads

- Ditambahkan 25 mL larutan *methylene blue* 10 ppm ke dalam *beaker glass*
- Ditambahkan 0,1 gram beads pada beaker glass
- Dimasukkan ke dalam fotoreaktor pada kondisi gelap selama 60 menit
- Disinari menggunakan lampu UV dengan jarak lampu terhadap larutan 10 cm selama 180 menit
- Diukur ansorbansi *methylene blue* dengan spektrofotometer UV-Vis pada λ 665 nm

Hasil

Lampiran 3 Preparasi Larutan L.3.1 Ekstraksi Selulosa a. NaOH 10% dalam 1000 mL

Diketahui: % $\frac{b}{v} = 10\%$ v = 1000 mL Ditanya: m Jawab: % $\frac{b}{v} = \frac{m}{v}$(3.1(a)) 10% = $\frac{m}{100 \text{ mL}}$ m = 100 gram

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

b. NaClO₂1% dalam 250 mL

Diketahui: $M_1 = 1\%$ $M_2 = 25\%$ $V_2 = 100 \text{ mL}$ Ditanya: V_1 Jawab: $1\% \times V_1 = 2\% \times V_2......(3.1 (b))$ $25\% \times V_1 = 1\% \times 100 \text{ mL}$ $V_1 = 4 \text{ mL}$

Jadi, larutan NaClO₂ 1% dibuat dari larutan NaClO₂ 25% dengan mengencarkan 4 mL NaClO₂ dalam 100 mL aquades.

c. CH₃COOH 10% dalam 100 mL

Diketahui:

 $M_1 = 99,85\%$ $M_2 = 10\%$ $V_2 = 250 \text{ mL}$ Ditanya: V₁

Jawab:

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

$$V_{1} = \frac{10\% \times 100 \text{ mL}}{99,35\%}$$
$$V_{1} = 10,02 \text{ mL}$$

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

d. HCl 5% dalam 1000 mL

Diketahui: $M_1 = 37\%$ $M_2 = 5\%$ $V_2 = 1000 \text{ mL}$ Ditanya: V_1

Jawab:

 $37\%\times V_1=5\%\times 1000\ mL$

 $V_1 = \frac{5\% \times 1000 \text{ mL}}{37\%}$ $V_1 = 135.1 \text{ mL}$

Jadi, larutan HCl 5% dibuat dari larutan HCl 37% dengan mengencerkan 135,1 mL CH₃COOH dalam 1000 mL aquades.

L.3.2 Preparasi Beads TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat

a. NaOH 20% dalam 100 mL

Diketahui:

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

v = 100 mL

Ditanya: m

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$
$$20\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$
$$m = 20 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 20% dibuat dengan 20 gram NaOH yang diencerkan dalam 100 mL aquades.

b. NaOH 6% dalam 100 mL

Diketahui:

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

v = 100 mL
Ditanya: m
Jawab:
$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$6\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$
$$m = 6 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 6% dibuat dengan 6 gram NaOH yang diencerkan dalam 100 mL aquades.

c. C₄H₆O₄Zn 5% dalam 100 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 5\%$$

$$v = 100 \text{ mL}$$
Ditanya: m
Jawab:
$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$5\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

Jadi, larutan C₄H₆O₄Zn 5% dibuat dengan 5 gram C₄H₆O₄Zn yang diencerkan dalam 100 mL aquades.

d. HCl 1 mmol/L

Diketahui:

$$BJ = 1,19 \frac{gr}{mL}$$

$$Mr = 36,5 \frac{gr}{mol}$$

$$M_1 = 37\%$$

$$M_2 = 0,001$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$
Ditanya: V₁
Jawab:

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

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

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

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

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

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

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

$$V_1 = 0,1$$

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

L.3.3 Uji Aktivitas Fotokatalitik a. Larutan *Methylene Blue* 10 ppm 100 mL

 $\frac{10 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{x}{100 \text{ mL}}$ $x = \frac{10 \text{ mg x 100 mL}}{1000 \text{ mL}}$ x = 1 mg

Jadi, larutan methylene blue 10 ppm dibuat dengan melarutkan 1 mg methylene

blue dalam 100 mL aquades.

b. Pembuatan Kurva Standar Methylene Blue

1. Larutan stok 50 ppm

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

x = 2,5 mg

Jadi, larutan stok *methylene blue* dibuat dengan melarutkan 2,5 mg *methylene blue* dalam 50 mL aquades.

2. Larutan methylene blue 2 ppm

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

 $50 \; ppm \times V_1 = 2 \; ppm \times 50 \; mL$

 $V_1 = 2 mL$

Jadi, larutan *methylene blue* 1 ppm dibuat dengan melarutkan 2 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 mL aquades.

3. Larutan stok 4 ppm

 $\mathbf{M}_1 \times \mathbf{V}_1 \qquad = \mathbf{M}_2 \times \mathbf{V}_2$

 $50 \; ppm \times V_1 = 4 \; ppm \times 50 \; mL$

 $V_1 = 4 mL$

Jadi, larutan *methylene blue* 3 ppm dibuat dengan melarutkan 4 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 mL aquades.

4. Larutan stok 6 ppm

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

Jadi, larutan *methylene blue* 5 ppm dibuat dengan melarutkan 6 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 mL aquades.

5. Larutan stok 8 ppm

 $\mathbf{M}_1 \times \mathbf{V}_1 \qquad = \mathbf{M}_2 \times \mathbf{V}_2$

 $50 \; ppm \times V_1 = 8 \; ppm \times 50 \; mL$

 $V_1 = 8 mL$

Jadi, larutan *methylene blue* 7 ppm dibuat dengan melarutkan 8 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 mL aquades.

6. Larutan stok 10 ppm

 $\mathbf{M}_1 \times \mathbf{V}_1 \qquad = \mathbf{M}_2 \times \mathbf{V}_2$

 $50 \; ppm \times V_1 = 10 \; ppm \times 50 \; mL$

 $V_1 = 10 \text{ mL}$

Jadi, larutan *methylene blue* 10 ppm dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 mL aquades.

Lampiran 4 Perhitungan L.4.1 Randemen Selulosa

Randemen = $\frac{massa \ awal - massa \ akhir}{massa \ awal} \times 100\% \dots (L.4.1)$ $= \frac{50,0 \ gram - 32,0 \ gram}{50,0 \ gram} \times 100\%$ $= 36 \ \%$

L.4.2 Ukuran Kristal TiO₂

Ukuran kristal *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) menggunakan (persamaan 3.1).

 $\mathbf{D} = \frac{\kappa\lambda}{\beta \cos\theta}$

Dengan : D = ukuran kristal (nm)

K =konstanta (0,9)

 λ = panjang gelombang

 β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM)

Tabel L.4.1 Ukuran kristal *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat (TiO₂= 0,4; 0,6; dan 0.8 gram)

Material	20	FWHM (radians)	Ukuran kristal (nm)
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	25,387	0,138	58,58
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	25,465	0,14	58,17
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	25,434	0,198	41,13

1. Beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.139 \cos 12,6935} = 58,58 \text{ nm}$$

2. Beads 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.14 \cos 12,7325} = 58,17 \text{ nm}$$

3. Beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.198 \cos 12,717} = 41,13 \text{ nm}$$

L.4.3 Kurva Standar Methylene blue

Kurva standar *methylene blue* 10 ppm untuk mengetahui nilai absorbansi dari larutan *methylene blue*



Gambar L.4.1 Kurva standar methylene blue 10 ppm

Nilai absorbansi *methylene blue* : Absorbansi = 0.09803x - 0.07393

Menghitung nilai konsentrasi methylene blue kontrol:

 $X_0 = \left(\frac{0,7393 + 0,9188}{0,0980}\right) = 10,1148 \text{ ppm}$

L.4.4 Uji Aktivitas Fotokatalitik

Uji aktivitas fotokatalitik dari *beads* $TiO_2/Alginat-Selulosa xantat (TiO_2= 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) pada kondisi gelap dan terang menggunakan (persamaan 4.3):$

% Degradasi = $\left(\frac{X_0 - X_t}{X_t}\right) \times 100$ %

Keterangan : $X_0 =$ konsentrasi *methylene blue* sebelum didegradasi $X_t =$ konsentrasi *methylene blue* sesudah didegradasi

A. Kondisi Terang

Tabel L.4.2 Data hasil uji fotodegradasi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dalam kondisi terang (sinar UV)

Material	Absorbansi		Rata-		X_t	% D
	I	II	rata	(ppm)	(ppm)	
Beads Alginat- Selulosa xantat	0,5018	0,5279	0,5148	10,1148	5,9907	40,7
<i>Beads</i> 0,4 TiO ₂ /Alginat-	0,3433	0,3620	0,3526	10,1148	4,3361	57,1
Selulosa xantat Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-	0,4221	0,4328	0,4374	10,1148	5,2011	48,5
Selulosa xantat Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-	0,3655	0,2593	0,3124	10,1148	3,9260	61,1
Selulosa xantat						

Menghitung nilai % degradasi :

%

%

1. Beads Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0.7393 + 0.5148}{0.0980}\right) = 5,9907 \text{ ppm}$$

% Degradasi = $\left(\frac{10.1148 - 5,9907}{10,1148}\right) \times 100 \% = 40,7\%$

2. Beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0.7393 + 0.3256}{0.0980}\right) = 4,3361 \text{ ppm}$$

Degradasi = $\left(\frac{10,1148 - 4,3361}{10,1148}\right) \times 100 \% = 57,1 \%$

3. Beads 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0,7393+0,4374}{0,0980}\right) = 5,9907 \text{ ppm}$$

Degradasi = $\left(\frac{10,1148-5,2011}{10,1148}\right) \times 100 \% = 48,5 \%$

4. Beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0.7393 + 0.3124}{0.0980}\right) = 5,9907 \text{ ppm}$$

% Degradasi = $\left(\frac{10.1148 - 3.9260}{10.1148}\right) \times 100 \% = 61,1 \%$

B. Kondisi Gelap

Tabel L.4.3 Data hasil uji fotodegradasi *beads* TiO₂/Alginat-Selulosa xantat dalam kondisi gelap (tanpa disinari UV)

Material	Absorbansi		Rata-	Xo	X_t	% D
			rata	(ppm)	(ppm)	
	Ι	II				
Beads Alginat-	0,5943	0,5992	0,5967	10,1148	6,8535	32,2
Selulosa xantat						
Beads 0,4	0,5316	0,4754	0,5035	10,1148	5,5903	44,7
TiO ₂ /Alginat-						
Selulosa xantat						
Beads 0,6	0,3958	0,5185	0,4571	10,1148	6,0301	40,3
TiO ₂ /Alginat-						
Selulosa xantat						
Beads 0,8	0,4396	0,4220	0,4308	10,1148	5,2250	48,3
TiO ₂ /Alginat-						
Selulosa xantat						

Menghitung nilai % degradasi :

1. Beads Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0,7393+0,5992}{0,0980}\right) = 6,8535 \text{ ppm}$$

% Degradasi = $\left(\frac{10,1148-6,8535}{10,1148}\right) \times 100 \% = 32,2\%$

2. Beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0,7393+0,4754}{0,0980}\right) = 5,5903 \text{ ppm}$$

% Degradasi = $\left(\frac{10,1148-5,5903}{10,1148}\right) \times 100 \% = 44,7 \%$

3. Beads 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$X_t = \left(\frac{0.7393 + 0.5185}{0.0980}\right) = 6,0301 \text{ ppm}$$

% Degradasi = $\left(\frac{10,1148 - 6,0301}{10,1148}\right) \times 100 \% = 40,3 \%$

4. Beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

%

$$X_t = (\frac{0,7393+0,4396}{0,0980}) = 5,2250 \text{ ppm}$$

Degradasi = $(\frac{10,1148-5,2250}{10,1148}) \times 100 \% = 48,3 \%$





Gambar L.5.1 Spektra IR: (a) serbuk batang jagung; (b) selulosa setelah demineralisasi; dan (c) selulosa xantat

Lampiran 6 Hasil Karakterisasi SEM-EDS



Gambar L.6.1 Mikrograf SEM-EDS *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat perbesaran 1000x



Gambar L.6.2 Hasil EDS beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

ZAF Meth	od Standardles	ss Quant	itative	Analysis				
Fitting	Coefficient :	0.2167						
Element	(keV)	Mass [%]	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
СК	0.277	13.02	0.09	27.34				3.7648
ΟK	0.525	33.14	0.09	52.26				38.5758
Si K	1.739	2.24	0.07	2.01				1.9492
Ti K	4.508	1.38	0.16	0.73				1.6190
Zn K	8.630	43.55	1.24	16.81				48.9006
Au M	2.121	6.67	0.28	0.85				5.1906
Total	1(00.00	1(00.00				

Lampiran 7 Hasil Karakterisasi XRD L.7.1 Data XRD *Beads* Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.7.1 Difraktogram beads Alginat-Selulosa xantat

2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I
(deg)		(cps)	(deg)	(cps deg)
23.140(9)	3.8407(14)	448(61)	0.26(4)	155(15)
29.442(6)	3.0313(6)	5974(223)	0.202(5)	1700(17)
31.555(4)	2.8330(3)	310(51)	0.05(3)	32(6)
35.982(7)	2.4940(5)	634(73)	0.22(2)	167(13)
39.46(2)	2.2819(14)	853(84)	0.25(2)	292(11)
43.225(12)	2.0913(6)	903(87)	0.18(2)	258(8)
47.530(9)	1.9115(3)	1029(93)	0.309(18)	540(13)
48.588(10)	1.8723(4)	1114(96)	0.220(18)	381(12)
56.60(6)	1.6249(16)	162(37)	0.21(8)	47(10)
57.407(15)	1.6039(4)	354(54)	0.31(8)	201(12)
60.73(3)	1.5239(8)	232(44)	0.43(5)	192(12)
63.08(3)	1.4726(5)	94(28)	0.17(7)	24(6)
64.74(6)	1.4389(11)	194(40)	0.31(5)	71(8)
65.65(3)	1.4209(6)	164(37)	0.25(5)	60(7)
72.960(15)	1.2956(2)	155(36)	0.21(5)	43(7)
77.23(9)	1.2343(12)	87(27)	0.37(19)	56(8)
81.67(3)	1.1780(4)	87(27)	0.33(6)	37(5)
83.77(13)	1.1538(14)	102(29)	0.46(18)	66(10)

Tabel L.7.1 Daftar puncak XRD beads Alginat-Selulosa xantat

L.7.2 Data XRD Beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.7.2 Defraktogram beads 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

Tabel L.7.2 Daftar	nuncak XRD /	beads 0 4 '	TiO ₂ /Alginat.	Selulosa xantat
	puncun mic c	Jeans 0,1	1102/1 ingiliat	Solutobu Mulliut

2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I
(deg)	-	(cps)	(deg)	(cps deg)
23.228(13)	3.826(2)	275(48)	0.22(4)	71(12)
25.387(3)	3.5056(4)	2739(151)	0.139(8)	564(14)
29.522(8)	3.0233(8)	5231(209)	0.160(8)	1249(17)
36.07(4)	2.488(3)	382(56)	0.28(3)	121(13)
37.894(6)	2.3724(4)	695(76)	0.11(2)	129(9)
39.531(12)	2.2778(7)	869(85)	0.14(2)	223(11)
43.27(2)	2.0891(10)	698(76)	0.18(3)	182(10)
47.606(14)	1.9086(5)	873(85)	0.26(3)	420(21)
48.137(7)	1.8888(3)	759(80)	0.116(18)	160(14)
48.632(11)	1.8707(4)	849(84)	0.21(3)	320(21)
53.99(2)	1.6971(6)	434(60)	0.18(3)	103(7)
55.17(3)	1.6635(8)	357(55)	0.22(3)	83(8)
56.71(3)	1.6218(9)	153(36)	0.17(4)	27(6)
57.49(2)	1.6018(6)	274(48)	0.18(4)	88(7)
60.73(3)	1.5239(6)	191(40)	0.36(6)	117(8)
62.79(2)	1.4787(5)	334(53)	0.13(4)	84(7)
64.73(4)	1.4389(9)	169(37)	0.23(6)	47(7)
65.762(14)	1.4189(3)	190(40)	0.19(4)	60(6)
68.834(15)	1.3628(3)	152(36)	0.21(4)	55(6)
70.402(9)	1.33628(14)	292(49)	0.13(2)	80(5)
73.045(14)	1.2943(2)	119(32)	0.15(4)	24(5)
75.192(9)	1.26259(12)	194(40)	0.19(3)	43(5)
83.94(10)	1.1519(12)	66(23)	0.8(2)	92(12)
86.83(4)	1.1208(4)	31(16)	0.12(11)	4(4)



Gambar L.7.3 Defraktogram beads 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I
(deg)	-(8-)	(cps)	(deg)	(cps deg)
23.1685	3.83597	320.973	0.164979	87.1228
25.465(6)	3.4950(8)	3355(167)	0.140(9)	723(15)
29.575(8)	3.0180(8)	3799(178)	0.165(8)	944(14)
36.119(8)	2.4848(5)	399(58)	0.10(3)	84(8)
37.97(2)	2.3677(15)	657(74)	0.16(2)	127(11)
38.740(8)	2.3225(5)	327(52)	0.07(3)	40(7)
39.598(16)	2.2741(9)	599(71)	0.17(3)	158(9)
43.351(19)	2.0856(9)	519(66)	0.21(3)	150(9)
47.670(17)	1.9062(6)	653(74)	0.29(3)	316(21)
48.194(7)	1.8867(3)	1025(92)	0.117(12)	200(13)
48.679(17)	1.8690(6)	614(72)	0.27(4)	277(24)
54.030(6)	1.69585(16)	527(66)	0.192(17)	122(8)
54.413(11)	1.6848(3)	80(26)	0.05(3)	5(3)
55.223(18)	1.6620(5)	525(66)	0.19(2)	112(8)
57.57(2)	1.5997(6)	217(43)	0.19(6)	73(8)
60.88(5)	1.5205(12)	153(36)	0.25(10)	64(9)
61.537(10)	1.5058(2)	120(32)	0.09(3)	11(4)
62.87(2)	1.4770(5)	374(56)	0.19(3)	106(7)
64.753(17)	1.4385(3)	136(34)	0.21(5)	34(6)
65.885(15)	1.4165(3)	115(31)	0.26(5)	32(7)
68.94(7)	1.3610(12)	137(34)	0.34(8)	58(7)
70.414(9)	1.33608(15)	295(50)	0.14(2)	70(5)
73.10(6)	1.2935(10)	93(28)	0.21(8)	31(5)
75.153(9)	1.26316(13)	311(51)	0.15(3)	81(6)
77.35(2)	1.2327(3)	92(28)	0.15(9)	20(6)
82.88(2)	1.1638(2)	149(35)	0.19(5)	56(6)
86 66(13)	1 1226(14)	35(17)	0.15(11)	6(5)

Tabel L.7.3 Daftar puncak XRD *beads* 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.7.4 Defraktogram beads 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

T-1-11 7 4 D-6-	-1 VDD	1 100	T(O) / A = 1	4 C - 1 - 1	
Tapel L. / 4 Dattar	рипсак хкр	peaas 0.6	11U ₂ /Algina	t-Seimosa	xantat
I WO VI DITTI D WITH		000000,0			

2-theta	d(ang.)	Height	FWHM	Int. I
(deg)		(cps)	(deg)	(cps deg)
23.151(15)	3.839(2)	275(48)	0.14(4)	48(11)
25.434(7)	3.4992(10)	3150(162)	0.198(5)	736(15)
29.534(8)	3.0221(8)	3894(180)	0.186(6)	997(14)
36.12(3)	2.485(2)	380(56)	0.23(2)	95(10)
37.06(3)	2.4240(18)	234(44)	0.12(4)	39(7)
37.909(14)	2.3715(9)	794(81)	0.143(19)	159(8)
38.69(5)	2.325(3)	241(45)	0.17(4)	48(8)
39.513(6)	2.2788(3)	721(78)	0.17(2)	169(9)
43.309(12)	2.0875(6)	679(75)	0.149(16)	135(7)
47.641(14)	1.9073(5)	666(75)	0.27(3)	296(16)
48.160(7)	1.8879(2)	1187(99)	0.137(12)	270(12)
48.648(8)	1.8701(3)	864(85)	0.162(18)	232(12)
54.031(16)	1.6958(5)	626(72)	0.189(18)	159(8)
55.172(17)	1.6634(5)	582(70)	0.200(17)	127(8)
56.768(11)	1.6204(3)	136(34)	0.15(4)	22(6)
57.558(9)	1.6000(2)	326(52)	0.158(17)	68(4)
62.80(2)	1.4785(4)	417(59)	0.20(3)	113(7)
64.82(3)	1.4372(6)	195(40)	0.19(3)	44(6)
65.68(2)	1.4204(4)	124(32)	0.21(6)	36(6)
68.85(4)	1.3627(6)	187(40)	0.30(6)	92(8)
70.394(18)	1.3364(3)	333(53)	0.15(2)	76(6)
75.149(8)	1.26321(12)	318(52)	0.211(14)	76(4)
76.09(3)	1.2499(5)	142(34)	0.14(6)	42(6)

Lampiran 8 Hasil Analisis UV-Vis DRS L.8.1 Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang TiO₂



Gambar L.8.1 Spektra UV-Vis DRS energi celah pita TiO2

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,06 \text{ eV}} = 405 \text{ nm}$$

L.8.2 Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang *beads* Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.8.2 Spektra UV-Vis DRS energi celah pita beads Alginat-Selulosa xantat

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,06 \text{ eV}} = 429 \text{ nm}$$

L.8.3 Energi Celah pita dan Panjang Gelombang *beads* 0,4 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.8.3 Spektra UV-Vis DRS energi celah pita *beads* 0,4 TiO₂/Alginat Selulosa xantat

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,06 \text{ eV}} = 449 \text{ nm}$$

L.8.4 Energi Celah pita dan Panjang Gelombang *beads* 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.8.4 Spektra UV-Vis DRS energi celah pita *beads* 0,6 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,06 \text{ eV}} = 433 \text{ nm}$$

L.8.5 Energi Celah pita dan Panjang Gelombang *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat



Gambar L.8.5 Spektra UV-Vis DRS energi celah pita *beads* 0,8 TiO₂/Alginat-Selulosa xantat

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,06 \text{ eV}} = 457 \text{ nm}$$

Lampiran 9 Hasil Analisis UV-Vis L.9.1 Panjang Gelombang Maksimal *Methylene Blue*



Scan Analysis Report

Report Time : Fri 28 Aug 03:57:12 PM 2020 Method: Batch: D:\Hidayatul Mufidah\Lamdha Maks Methylene Blue (28-08-2020).DSW Software version: 3.00(339) Operator: Rika

Sample Name: 6 ppm

Collection Time8/28/2020 3:57:42 PMPeak Table
Peak StylePeaks
Peaks
0.0100
RangePeaks
0.0100
800.0nm to 400.0nmWavelength (nm)Abs665.00.770

88

L.9.2 Kurva Standar Methylene Blue



Concentration Analysis Report

Report time Method	11/16/203	20 2:44:4	7 PM			
Batch name	D:\Hidaya (16-11-2)	atul Mufi 020).BCN	dah\Kurv	a Sta	andar Methylen	e Blue
Application Operator Instrument Settings Instrument Instrument version no. Wavelength (nm) Ordinate Mode Ave Time (sec) Replicates Standard/Sample averaging Weight and volume correcti Fit type Min R ² Concentration units Comments: Zero Report	Concentra Rika Cary 50 3.00 665.0 Abs 0.1000 3 OFF ons OFF Linear 0.95000 mg/L	ation 3.0	0 (339)			
Read Abs	nı	n				
Zero (0.	1211)	665.0				
Calibration Collection time	11/16/20:	20 2:45:0	7 PM			
Standard Conce	ntration F mg/L	Mean	SD	%RSD	Readings	
Std 1	2.0	0.1304	0.0001	0.10	0.1303 0.1305 0.1303	
Std 2	4.0	0.3226	0.0006	0.20	0.3232 0.3226 0.3219	
Std 3	6.0	0.4866	0.0004	0.08	0.4871 0.4864 0.4863	
Std 4	8.0	0.7192	0.0002	0.02	0.7193 0.7192 0.7190	

Std 5	10.0	0.9124	0.0010	0.11	0.9133 0.9114 0.9123
Calibration eqn Correlation Coefficient Calibration time	Abs = 0.09 0.99749 11/16/2020	2:46:09	-0.073 PM	93	
Results Flags Legend U = Uncalibrated N = Not used in calibration	O = Overra R = Repeat	nge reading	ſ		
L.9.2 Absorbansi Methylene Blue Kondisi Gelap dan Terang

(0.1217)

Mean

0.9442

0.5943

0.5992

0.5316

0.4754

0.3958

0.5185

0.4396 0.0007

0.4220 0.0001

F

Advanced Reads Report

Zero

Collection time

Sample

Analysis

Blangko

Gelap 0 a

Gelap 0 b

Gelap 0,4 a

Gelap 0,4 b

Gelap 0,6 a

Gelap 0,6 b

Gelap 0,8 a

Gelap 0,8 b

Terang 0 a

11/13/2020 3:20:45 PM		
D:\Hidayatul Mufidah\Absorbansi Methylene Blue		
Advanced Reads 3.00(339) Rika		
Cary 50		
3.00		
665.0		
Abs		
0.1000		
3		
OFF		
nm		

665.0

%RSD Readings

0.22

0.23

0.11

0.18

0.13

0.17

0.03

0.16

0.04

0.9440 0.9442

0.9444

0.5947

0.5953

0.5996 0.5995

0.5984

0.5325 0.5318

0.5306

0.4751 0.4749

0.4761

0.3959 0.3964

0.3951

0.5187 0.5183 0.5186

> 0.4404 0.4394

0.4391

0.4222 0.4219

0.4219 0.5278

11/13/2020 3:20:45 PM

SD

0.0012

0.0013

0.0007

0.0010

0.0006

0.0007

0.0002

\sim	-
•••	
_	
-	

	0.5279	0.0001	0.03	0.5280 0.5279
Terang 0 b	0.5018	0.0002	0.05	0.5016 0.5020 0.5018
Terang 0,4 a	0.3433	0.0003	0.08	0.3430 0.3436 0.3433
Terang 0,4 b	0.3620	0.0007	0.19	0.3612 0.3622 0.3626
Terang 0,6 a	0.4421	0.0007	0.16	0.4423 0.4426 0.4413
Terang 0,6 b	0.4328	0.0007	0.16	0.4332 0.4331 0.4319
Terang 0,8 a	0.3655	0.0005	0.15	0.3658 0.3658 0.3648
Terang 0,8 b	0.2593	0.0002	0.07	0.2592 0.2592 0.2595

Material	Diameter (mm)
Beads Alginat-Selulosa xantat	1.623
6	1.724
	1,646
	1,569
	1,646
	1,628
	1,520
	1,520
	1,563
	1,617
<i>Beads</i> 0.4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	1 482
	1,102
	1,608
	1,000
	1,700
	1,570
	1,024
	1,700
	1,471
<i>Beads</i> 0.6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	1,100
	1.775
	1.735
	1.733
	1.808
	1.000
	1 499
	1.688
	1.983
	1.932
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	1.663
,	1,640
	1.657
	1,640
	1.657
	1,674
	1.829
	1.734
	1,576
	1,679

Lampiran 10 Hasil Karakterisasi Mikroskop Optik L.10.1 Ukuran Diameter *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0.6: dan 0.8 gram) Sebelum direndam Larutan *Methylene Blue*

Material	Diameter (mm)
Beads Alginat-Selulosa xantat	1.758
	1.873
	1.801
	1.692
	1.753
Beads 0,4 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	1.791
	1.740
	1.989
	1.905
	1.609
Beads 0,6 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	1.869
	2.002
	2.075
	1.962
	2.060
Beads 0,8 TiO ₂ /Alginat-Selulosa xantat	1,815
	1,842
	1,873
	1,716
	1,750

L.10.2 Hasil Pengukuran Diameter *Beads* TiO₂/Alginat-Selulosa Xantat (TiO₂= 0; 0,4; 0,6; dan 0,8 gram) Sesudah direndam Larutan *Methylene Blue*