

**SINTESIS KOMPOSIT  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /KITOSAN-GLUTARALDEHID/ $\text{TiO}_2$   
SEBAGAI FOTOKATALIS UNTUK DEGRADASI  
ZAT WARNA *CONGO RED***

**SKRIPSI**

**Diajukan Sebagai Syarat Untuk Memperoleh Gelar Sarjana  
Bidang Studi Kimia**



**RIZNA APRINA  
08031381924063**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SRIWIJAYA  
2023**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**SINTESIS KOMPOSIT Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/KITOSAN-GLUTARALDEHID/TiO<sub>2</sub>  
SEBAGAI FOTOKATALIS UNTUK DEGRADASI  
ZAT WARNA CONGO RED**

**SKRIPSI**

Diajukan sebagai Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains Bidang Studi Kimia

**Oleh:**

**RIZNA APRINA**

**08031381924063**

Indralaya, 06 Februari 2023

**Mengetahui,**

**Pembimbing I**



**Prof. Dr. Poedji Loekitowati H, M.Si.**

NIP. 196808271994022001

**Pembimbing II**



**Dr. Zainal Fanani, M.Si.**

NIP. 196708211995121001

**Dekan FMIPA**



**Prof. Hermansyah, S.Si., M.Si., Ph.D**

NIP. 197111191997021001

## HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi Rizna Aprina (08031381924063) dengan judul “Sintesis Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> Sebagai Fotokatalis Untuk Degradasi Zat Warna *Congo Red*” telah diseminarkan dihadapan Tim Penguji Sidang Sarjana Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 03 Februari 2023 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai masukan yang telah diberikan.

Indralaya, 06 Februari 2023

Ketua :

1. **Prof. Dr. Muharni, M.Si.**  
NIP. 196903041994122001

(  )

Sekretaris :

2. **Dr. Desnelli, M.**  
NIP.196912251997022001

(  )

Pembimbing:

1. **Prof. Dr. Poedji Loekitowati H, M.Si.**  
NIP. 196808271994022001
2. **Dr. Zainal Fanani, M.Si**  
NIP. 196708211995121001

(  )  
(  )

Penguji :

1. **Widia Purwaningrum, M.Si**  
NIP. 197304031999032001
2. **Dr. Nurlisa Hidayati, M.Si**  
NIP. 197211092000032001

(  )  
(  )

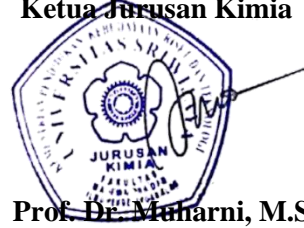
Mengetahui,

Dekan FMIPA



**Prof. Hermansyah, S.Si., M.Si., Ph.D**  
NIP. 197111191997021001

Ketua Jurusan Kimia



**Prof. Dr. Muharni, M.Si.**  
NIP. 196903041994122001

## PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama Mahasiswa : Rizna Aprina  
NIM : 08031381924063  
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain. Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, 06 Februari 2023

Yang menyatakan,



Rizna Aprina

NIM. 08031381924063

**HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK  
KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai civitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Mahasiswa : Rizna Aprina  
NIM : 08031381924063  
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia  
Jenis karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “Sintesis Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> Sebagai Fotokatalis Untuk Degradasi Zat Warna *Congo Red*” dengan hak bebas royalti non-eksklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalih, edit/memformatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/ pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, 06 Februari 2023

Yang menyatakan,



Rizna Aprina

NIM. 08031381924063

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*“Dan aku menyerahkan urusanku kepada Allah”*

*(QS. Al-Mu'min: 44)*

*“Tidak ada balasan bagi kebaikan kecuali kebaikan pula”*

*(QS. Ar-Rahman: 60)*

*“Don't compare your life to others. There's no comparison between the sun and the moon. They shine when it's their time”*

*(unknown)*

---

**Skripsi ini sebagai tanda syukurku kepada:**

- Allah SWT
- Nabi Muhammad SAW

**Skripsi ini saya persembahkan kepada:**

1. Ayah, Mami, Kakak dan Adik tercinta yang senantiasa mendoakan dan memberikan motivasi
2. Dosen pembimbing (Prof. Dr. Poedji Loekitowati, M.Si. dan Dr. Zainal Fanani, M.Si)
3. Keluarga besar, sahabat dan semua orang yang membantu hingga terselesaikannya skripsi ini
4. Kampusku (Universitas Sriwijaya)

## KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah SWT yang maha pengasih lagi maha penyayang. Saya panjatkan puji dan syukur atas kehadiran-Nya yang telah melimpahkan rahmat, hidayah dan inayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Komposit  $Fe_3O_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $TiO_2$  Sebagai Fotokatalis Untuk Degradasi Zat Warna *Congo Red*”. Skripsi ini dibuat sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Sarjana (S1) Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya.

Proses penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari berbagai rintangan yang dilalui, mulai dari pencarian judul, literatur, penelitian, pengumpulan data, pengolahan data dan penulisan. Namun dengan kesabaran dan ketekunan yang dilandasi dengan rasa tanggung jawab sebagai mahasiswa serta bantuan dari berbagai pihak lain baik berupa moril maupun materil akhirnya skripsi ini dapat terselesaikan. Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada Ibu **Prof. Dr. Poedji Loekitowati, M.Si. dan Bapak Dr. Zainal Fanani, M.Si** yang telah membimbing, membantu, memberikan nasehat dan motivasi sejak awal penelitian hingga skripsi ini selesai.

Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada:

1. Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan nikmat-Nya yang sangat luar biasa kepada penulis.
2. Keluarga saya (Ayah, Mami, Kalika dan Kide) yang sudah banyak memberikan doa, materi serta motivasi selama penulis mengerjakan penelitian dan menyusun skripsi ini.
3. Bapak Hermasyah, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Dekan FMIPA Universitas Sriwijaya.
4. Ibu Prof. Dr. Muharni, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
5. Bapak Dr. Addy Rachmat, M.Si selaku Sekretaris Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
6. Ibu Prof. Dr. Poedji Loekitowati H., M.Si. selaku pembimbing, terimakasih ibu sudah selalu peduli kepada saya, sudah banyak meluangkan waktu untuk membimbing saya, memberikan arahan dan gambaran serta memberikan

penulis ilmu yang sangat bermanfaat, motivasi dan dukungan. Semoga ibu panjang umur, selalu diberikan kesehatan, dilancarkan segala urusannya Aamiin

7. Bapak Dr. Zainal Fanani, M.Si selaku dosen PA dan pembimbing, terima kasih pak atas ilmu dan dukungannya hingga penulis bisa menyelesaikan skripsi ini. Semoga bapak selalu diberikan kesehatan, panjang umur dan dilancarkan segala urusannya Aamiin
8. Ibu Widia Purwaningrum M.Si dan Ibu Dr. Nurlisa Hidayati, M.Si selaku dosen pembahas yang sudah banyak memberikan saran dan masukan yang sangat bermanfaat. Semoga kebaikan ibu senantiasa dibalas oleh Allah SWT.
9. Seluruh Dosen FMIPA Universitas Sriwijaya yang telah memberikan ilmu, mendidik dan membimbing selama
10. Yuk Nur, Yuk Niar dan Yuk Yanti selaku analis kimia dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA yang telah membantu selama penelitian, semoga kebaikan kalian senantiasa dibalas oleh Allah SWT.
11. Kak Chosiin dan Mba Novi selaku Admin Jurusan Kimia yang selalu baik, ramah, sabar dan mau membantu penulis selama perkuliahan hingga lulus. Terimakasih banyak, semoga selalu diberikan kesehatan.
12. Lukman Zainuddin yang selalu memberikan dukungan, semangat dan motivasi. Telah berkontribusi dengan memberikan arahan, meluangkan waktu, pikiran dan materi serta senantiasa sabar menghadapi saya. Sukses selalu, semoga selalu diberikan kemudahan dan lancar terus rezekinya Aamiin
13. Amalia Khairunnisa dan Aulia Sita Rahmah selaku sahabat, teman, keluarga, perawat dan tim penelitian. Terima kasih sudah banyak membantu dan berjuang bersama selama penelitian, banyak suka dan duka yang kita lewatin dari maba hingga saat ini. Mulai dari tidur di lab, berangkat subuh pulang tengah malem, sakit bareng-bareng dan selesai penelitian juga bareng. Kita perempuan-perempuan hebat! Semoga persahabatan kita tetap terjalin dengan baik. Maaf kalau ada hal-hal yang menyinggung hati. Tetap semangat, sayang banget dengan kalian.
14. “Layo People” Siti Nur Hidayati yang paling cantik, sobat LDR ku. Kita selalu bareng dari seminar kemajuan, semoga seterusnya tetap terjalin tali silaturahmi



dengan baik. Terimakasih sudah berkenan minep di siloam hehehe. Ditunggu kabar baiknya yuk. Ertha Wulandari, sahabat ku dari maba. Jaman masih nakal ya tak, selalu bisa backup dan care. Sobat paling santuy yang aku punya. Sehat selalu tak, ajak aku keliling pagar alam lagi ya. Sayang ertha. Venanda si paling ungu, semangat meraih gelarnya. Terimakasih sudah selalu hafal dan perhatian dengan hal-hal kecil yang suka bikin aku terharu. Semoga bisa lulus sesuai target yang diinginkan Aamiin. Amso Siregar si paling ikut dan sobat PA ku, semangat RSM nya so. Bisa pasti bisa, terimakasih sudah banyak memberikan canda tawa dan hiburan. Semoga bisa terus ikut orang kemana-mana ya so, semoga sehat selalu, bisa lulus sesuai target yang diinginkan Aamiin. Jono dan Anas, terimakasih sudah mau nemenin selama penelitian di lab. Mau nungguin sampe tengah malem dan kadang ikut juga nginep di lab. Semangat penelitiannya ya! Semoga bisa lulus diwaktu yang diinginkan Aamiin

15. Ragil selaku sahabat penulis. Kita memang jarang komunikasi, tapi terimakasih atas dukungannya dari jauh. Makasih sudah mau berteman tulus dan ikhlas membantu, mendengarkan keluh kesah dan kesedihan terutama saat penulis melakukan penelitian. Semoga selalu bahagia dan sehat Aamiin
16. Ade, Abel, Cicik, Hani dan Salma selaku sahabat penulis. Ucapan beribu terimakasih karena sudah mau dijadikan tempat keluh kesah serta selalu memberikan dukungan. Semoga tali persahabatan kita bisa terus terjalin dengan baik, bisa selalu kumpul-kumpul. Semoga diberikan kelancaran disegala urusannya dan sehat selalu guys Aamiin
17. Kak Siti Chodijah selaku kakak pembimbing ter sayang dari awal penelitian hingga selesai penulisan skripsi. Kak, makasih banyak atas keikhlasan hatinya untuk berbagi ilmu dan waktu yang kakak berikan. Semoga kakak diberikan kesehatan, panjang umur dan makin cantik Aamiin
18. Kak Veronica, Kak Siti Azizah, Kak Nurhidayah, Kak Anisa terimakasih sudah mau direpotkan dengan pertanyaan tentang penelitian ini. Semoga kakak-kakak sukses selalu, sehat dan bahagia Aamiin
19. Teman – teman seperjuangan Kimia 2019 terimakasih untuk kebersamaan, keceriaan dan kegilaan kalian selama perkuliahan ini. Semangat dan sukses untuk kita semua. Aamiin.

## SUMMARY

### SYNTHESIS OF COMPOSITE Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CHITOSAN-GLUTARALDEHIDE/TiO<sub>2</sub> AS PHOTOCATALYST FOR DYES DEGRADATION CONGO RED

Rizna Aprina: Supervised by Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si and Dr. Zainal Fanani, M.Si

Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University  
xvii + 42 pages, 3 tables, 16 figures, 14 attachments.

The textile industry in Indonesia produces a lot of waste which has a negative impact on the surrounding environment. The wastewater from the textile industry contains dyes. Congo Red is a dye widely used in the textile industry which has toxic, carcinogenic, and mutagen properties that can cause environmental damage. Therefore it is necessary to treat dye waste using an effective photocatalytic method because it can decompose organic compounds to produce clear waste that is not harmful to the environment.

In this research, the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/chitosan-glutaraldehyde/TiO<sub>2</sub> composite was synthesized for the photocatalytic degradation of Congo red dyes. The composite consists of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> because it is magnetite and modified with TiO<sub>2</sub> as a catalyst. The addition of chitosan-glutaraldehyde as a barrier between Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and TiO<sub>2</sub> prevents dissolution effects which can reduce the effectiveness of degradation. Variables of photocatalytic degradation of the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/chitosan-glutaraldehyde/TiO<sub>2</sub> composite on Congo red dye include the effect of pH solution, concentration, and duration of Vis irradiation.

The composites were characterized using XRD, SEM-EDS, VSM, and UV-VIS DRS. The XRD characterization showed the highest intensity at  $2\theta = 25.3^\circ$  with a particle size of 33.49 nm. The characterization using the SEM-EDS showed an aggregate morphology with constituent elements consisting of C (11.50%), N (0.53%), O (37.44%), Na (0.42%), Fe (42.74%), and Ti (5.75%). The VSM characterization showed a saturation magnetization value of 55.26 emu/g and a band gap value of composite from the UV-VIS DRS characterization of 1.83 eV. The pH<sub>pzc</sub> value of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/chitosan-glutaraldehyde/TiO<sub>2</sub> composite was obtained at pH 6.2.

The optimum conditions for the reduced concentration of Congo Red dye by the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/chitosan-glutaraldehyde/TiO<sub>2</sub> composite were at pH 3 with a concentration of 30 mg/L and Vis irradiation for 40 minutes resulting in an effective concentration reduction of 97.56%. TOC analysis showed that the Congo Red dye before degradation contained 31.34 ppm of carbon, and after degradation, the carbon contained only 0.20 ppm indicating that the carbon content in Congo Red had been degraded by 99.36%.

**Keywords** : composite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/chitosan-glutaraldehyde/TiO<sub>2</sub>, degradation, photocatalytic, Congo Red

**Citation** : 74 (1994-2022)

**RINGKASAN**  
**SINTESIS KOMPOSIT Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/KITOSAN-GLUTARALDEHID/TiO<sub>2</sub>**  
**SEBAGAI FOTOKATALIS UNTUK DEGRADASI ZAT WARNA**  
**CONGO RED**

Rizna Aprina: Dibimbing oleh Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si dan Dr. Zainal Fanani, M.Si

Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya  
xvii + 42 halaman, 4 tabel, 16 gambar, 14 lampiran.

Industri tekstil di Indonesia banyak menghasilkan limbah yang mengakibatkan timbulnya dampak negatif bagi lingkungan sekitar. Limbah yang dihasilkan merupakan limbah cair yang mengandung zat warna. *Congo Red* merupakan salah satu zat warna yang banyak digunakan dalam industri tekstil yang memiliki sifat toksik, karsinogen dan mutagen yang dapat menyebabkan kerusakan lingkungan. Oleh sebab itu, perlu dilakukan pengolahan limbah zat warna menggunakan metode fotokatalitik yang efektif karena dapat menguraikan senyawa organik sehingga dihasilkan limbah yang jernih tidak berbahaya bagi lingkungan.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> yang digunakan untuk degradasi fotokatalitik zat warna *Congo Red*. Komposit disusun dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> karena bersifat magnetit yang dimodifikasi dengan TiO<sub>2</sub> sebagai katalis. Penambahan kitosan-glutaraldehyd sebagai penghalang antara Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan TiO<sub>2</sub> agar tidak terjadinya efek disolusi yang dapat menurunkan efektivitas degradasi. Variabel degradasi fotokatalitik komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> terhadap zat warna *Congo Red* meliputi pengaruh pH, konsentrasi dan lama penyinaran menggunakan Vis.

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan alat XRD, SEM-EDS, VSM dan UV-VIS DRS. Hasil karakterisasi menggunakan alat XRD menunjukkan intensitas tertinggi pada  $2\theta = 25,3^\circ$  dengan ukuran partikel sebesar 33,49 nm. Hasil karakterisasi menggunakan alat SEM-EDS menunjukkan morfologi yang agregat dengan unsur penyusun yang terdiri dari C (11,50%), N (0,53%), O (37,44%), Na (0,42%), Fe (42,74%) dan Ti (5,75%). Hasil karakterisasi VSM menunjukkan nilai magnetisasi saturasi sebesar 55,26 emu/g dan nilai *band gap* hasil karakterisasi alat UV-VIS DRS sebesar 1,83 eV. Nilai pH<sub>pzc</sub> yang dihasilkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> diperoleh pada pH 6,2.

Kondisi optimum penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red* oleh komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> berada pada pH 3 dengan konsentrasi 30 mg/L dan lama penyinaran Vis selama 40 menit menghasilkan efektivitas penurunan konsentrasi sebesar 97,56%. Analisis TOC menunjukkan bahwa zat warna *Congo Red* sebelum degradasi mengandung karbon sebesar 31,34 ppm dan setelah degradasi karbon yang terkandung hanya 0,20 ppm yang menunjukkan bahwa kandungan karbon pada *Congo Red* telah terdegradasi sebesar 99,36%

Kata kunci : komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>, degradasi, fotokatalitik,  
*Congo Red*

Kutipan : 74 (1994-2022)

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH.....</b>	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>vii</b>
<b>SUMMARY .....</b>	<b>viii</b>
<b>RINGKASAN .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
2.1 Limbah Industri Tekstil.....	5
2.2 Zat warna <i>Congo Red</i> .....	6
2.3 Komposit TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	7
2.4 Kitosan-glutaraldehyd.....	8
2.5 Fotokatalitik .....	9
2.6 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	9
2.7 <i>UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)</i> .....	11
2.8 <i>Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray</i> .....	12
2.9 <i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	13
2.10 Spektrofotometer UV-Vis.....	13
2.11 <i>Total Organic Carbon (TOC)</i> .....	14

<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>15</b>
3.1 Waktu dan Tempat .....	15
3.2 Alat dan Bahan .....	15
3.2.1 Alat .....	15
3.2.2 Bahan .....	15
3.3 Prosedur Penelitian .....	15
3.3.1 Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	15
3.3.2 Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd .....	16
3.3.3 Sintesis Komposit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd/TiO <sub>2</sub> .....	16
3.3.4 Karakterisasi Material .....	17
3.3.4.1 <i>X-ray Diffraction (XRD)</i> .....	17
3.3.4.2 <i>Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)</i> .....	17
3.3.4.3 <i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	17
3.3.4.4 <i>Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance (UV-VIS DRS)</i> .....	17
3.3.4.5 Penentuan pH <sub>pzc</sub> (Point Zero Charge) .....	18
3.3.5 Penentuan Konsentrasi Zat Warna .....	18
3.3.5.1 Pembuatan Larutan Induk <i>Congo Red</i> 1000 ppm .....	18
3.3.5.2 Pembuatan Larutan Standar <i>Congo Red</i> .....	18
3.3.5.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Congo Red</i> .....	18
3.3.5.4 Pembuatan Kurva Standar <i>Congo Red</i> .....	18
3.3.6 Penentuan Kondisi Optimum Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i> oleh Komposit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd/TiO <sub>2</sub> .....	19
3.3.6.1 Pengaruh Variasi pH .....	19
3.3.6.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi .....	19
3.3.6.3 Pengaruh Variasi Waktu Kontak .....	19
3.4 Analisis Data .....	20
3.4.1 <i>X-ray Diffraction (XRD)</i> .....	20
3.4.2 <i>Scanning Electron Microscope – Energy</i>	

<i>Dispersive Spectroscopy</i> (SEM-EDS) .....	20
3.4.3 <i>Vibrating Sample Magnetometer</i> (VSM) .....	20
3.4.4 <i>Total Organic Carbon</i> (TOC) .....	21
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>22</b>
4.1 Karakterisasi Material Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd, dan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd/TiO <sub>2</sub> .....	22
4.1.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan <i>Vibrating                 Sample Magnometer</i> (VSM) .....	22
4.1.2 Hasil Karakterisasi menggunakan <i>X-ray                 Diffraction</i> (XRD).....	24
4.1.3 Hasil Karakterisasi Menggunakan <i>Scanning                 Electron Microscope – Energy Dispersive                 Spectroscopy</i> (SEM-EDS).....	26
4.1.4 Hasil Karakterisasi Menggunakan <i>Ultraviolet-Visible                 Diffuse Reflectance</i> (UV-VIS DRS) .....	28
4.1.5 Nilai pH <i>Point of Zero Charge</i> (pHpzc) Komposit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd/TiO <sub>2</sub> .....	29
4.2 Penentuan Kondisi Optimum Penurunan Efektivitas Zat Warna <i>Congo Red</i> .....	30
4.2.1 Pengaruh pH .....	30
4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Zat Warna .....	31
4.2.3 Pengaruh Waktu Kontak.....	32
4.3 Penentuan Kinetika Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i> .....	33
4.4 Analisis Data .....	35
4.4.1 Hasil Karakterisasi <i>Total Organic Carbon</i> (TOC).....	35
<b>BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>37</b>
5.1 Kesimpulan .....	37
5.2 Saran .....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>38</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>43</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur <i>Congo Red</i> .....	6
Gambar 2. Pola difraksi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ .....	10
Gambar 3. Nilai band gap $\text{TiO}_2$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ .....	11
Gambar 4. Hasil SEM nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	12
Gambar 5. Kurva hysteresis dari $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ .....	22
Gambar 6. $\text{Fe}_3\text{O}_4$ diuji dengan magnet eksternal .....	22
Gambar 7. $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ diuji dengan magnet eksternal .....	23
Gambar 8. $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ diuji dengan magnet eksternal...	23
Gambar 9. Difraktogram (a) $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (b). $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ dan (c). $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ .....	24
Gambar 10. Morfologi (a). $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (b). $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ (c). $\text{Fe}_3\text{O}_4$ / $\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ dengan perbesaran 3.000x.....	26
Gambar 11. Nilai band gap (a) $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ (c). $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ .....	28
Gambar 12. Kurva pH <sub>pzc</sub> $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ .....	29
Gambar 13. Kurva persentase penurunan efektivitas pengaruh pH zat warna <i>Congo Red</i> .....	30
Gambar 14. Kurva presentase degradasi pengaruh konsentrasi zat warna <i>Congo Red</i> .....	31
Gambar 15. Kurva presentase degradasi pengaruh waktu kontak zat warna <i>Congo Red</i> .....	31
Gambar 16. Kurva Kinetika Degradasi Zat Warna <i>Congo Red</i> .....	32

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Pola XRD dari puncak difraksi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ .....	9
Tabel 2. Sudut $2\theta$ dengan JCPDS dan ukuran partikel .....	25
Tabel 3. Elemen penyusun $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$ .....	27
Tabel 4. Hasil Karakterisasi TOC <i>Congo Red</i> sebelum dan sesudah degradasi .	35



## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Diagram Alir Prosedur Penelitian .....	44
Lampiran 2. Reaksi Pembentukan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	45
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , $\text{Fe}_3\text{O}_4$ kitosan- glutaraldehyd dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ .....	46
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , $\text{Fe}_3\text{O}_4$ / kitosan-glutaraldehyd dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ ....	51
Lampiran 5. Karakterisasi Menggunakan VSM $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan- glutaraldehyd dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ .....	54
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-VIS DRS .....	55
Lampiran 7. Penentuan pH <sub>pzc</sub> komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ ..	56
Lampiran 8. Penentuan Panjang Gelombang <i>Congo Red</i> .....	57
Lampiran 9. Penentuan Kurva Kalibrasi <i>Congo Red</i> .....	58
Lampiran 10. Penentuan Kondisi Optimum Degradasi <i>Congo Red</i> Dengan Variasi pH Menggunakan Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan- glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ .....	59
Lampiran 11. Penentuan Kondisi Optimum Degradasi <i>Congo Red</i> Dengan Variasi Konsentrasi Menggunakan Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ / kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ .....	60
Lampiran 12. Penentuan Kondisi Optimum Degradasi <i>Congo Red</i> Dengan Variasi Waktu Kontak Menggunakan Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ / kitosan- glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ .....	61
Lampiran 13. Perhitungan Parameter Kinetik Fotokatalitik <i>Congo Red</i> .....	62
Lampiran 14. Hasil Karakterisasi <i>Total Organic Carbon</i> (TOC).....	63

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Industri tekstil di tanah air saat ini mengalami pertumbuhan yang nyata dengan memberikan banyak manfaat bagi kehidupan manusia. Namun dengan pesatnya perkembangan tekstil di Indonesia banyak menghasilkan limbah yang mengakibatkan timbulnya dampak negatif bagi lingkungan sekitar. Limbah yang dihasilkan salah satunya merupakan limbah cair (Widihati dkk, 2011). Adanya bahan pewarna yang bersifat karsinogenik dan mutagenik yang berasal dari berbagai jenis senyawa kimia yang terkandung dalam air limbah mengakibatkan rendahnya kualitas air limbah (Couto, 2009).

Zat warna golongan azo seperti *Congo Red* termasuk ke dalam sebuah zat pewarna yang kerap dipergunakan dalam industri tekstil. Jika tidak adanya penanganan air limbah tersebut maka limbah yang mengandung zat warna *Congo Red* akan menyebabkan tercemarnya lingkungan. Zat warna *Congo Red* memiliki sifat toksik, karsinogen dan mutagen yang bisa menyebabkan kerusakan ekosistem perairan dan mengancam kelestarian serta keselamatan makhluk hidup. Oleh sebab itu, pengolahan limbah zat warna sangat perlu dilakukan (Januariawan dkk, 2019).

Filtrasi kimia, koagulasi, elektrokoagulasi dan adsorpsi merupakan beberapa metode yang bisa dipergunakan untuk menghilangkan sisa dari zat pewarna tekstil. Kurang efektifnya berbagai metode yang telah disebutkan sebelumnya dalam menyelesaikan permasalahan efek negatif dari limbah zat pewarna justru mengakibatkan timbulnya dampak negatif yang terbaru bagi lingkungannya (Modirshahla *et al.*, 2011). Fotokatalis bekerja dengan menghasilkan energi kimia dari energi cahaya dan pada proses yang dilaksanakan akan menghasilkan radikal hidroksil dimana hal tersebut mengakibatkan timbulnya reaksi reduksi oksidasi dengan senyawa organik dan pada akhirnya akan dihasilkan air yang jernih sebab telah terpisah dari limbah cairnya yang mengandung zat warna tersebut (Miyake *et al.*, 2015). Salah satu metode yang dikembangkan ialah metode fotokatalitik sebagai alternatif yang efektif dalam pengolahan limbah yang mengandung zat warna seperti *Congo Red*. Fotokatalitik lebih efisien dipergunakan

dibandingkan metode yang lain karena limbah yang dihasilkan tidak berbahaya, tidak membutuhkan banyak bahan kimia serta energi. Selain itu metode ini tergolong optimal dipergunakan dalam proses pengolahan limbah yang mengandung senyawa organik ataupun non organik sebab memiliki keahlian untuk menjadi oksidator serta reduktor (Parent and Blake, 1996).

Fotokatalis umumnya mempergunakan bahan bersifat semikonduktor yang memiliki band gap yang berbeda untuk pengolahan limbah. *Band gap* termasuk ke dalam sebuah energi yang terdapat diantara pita konduksi dengan pita valensinya dan memberikan hasil berupa pembawa arus. Derajat energi yang terisikan oleh elektron mempunyai tingkatan energi yang rendah dan dikenal dengan sebutan pita valensi dan untuk pita konduksi termasuk ke dalam derajat energi yang tidak terisikan oleh elektronnya ataupun sebutan lainnya yakni *holes* (Scaife, 2005).

TiO<sub>2</sub> termasuk dalam bahan yang bersifat semikonduktor sehingga kerap dipergunakan sebagai fotokatalis pada proses fotokatalitik bagi limbah yang diolah. TiO<sub>2</sub> memiliki energi gap lebih besar (3,2 eV) sehingga cocok dipergunakan untuk fotokatalis, tidak beracun, kelimpahan dialam yang banyak, tidak membutuhkan biaya yang besar, hambatan yang rendah dengan ion pada air, membutuhkan keadaan reaksi yang tidak berat, stabilitas pH yang besar dan mudah untuk mendekomposisi polutan (Andari dan Wardhani 2014). TiO<sub>2</sub> menjadi kurang efisien karena sulit untuk diambil kembali sebagai fotokatalis, oleh sebab itu harus dimodifikasi dengan menggabungkan TiO<sub>2</sub> dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Winatapura dan Yusuf, 2014). Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> banyak dipergunakan sebagai adsorben logam berat karena memiliki sifat kemagnetan yang tinggi (Mahmuda dkk, 2014), ramah lingkungan (Jin *et al.*, 2017) sifat toksisitas yang rendah (Lanos *et al.*, 2014). TiO<sub>2</sub> tidak bisa langsung diinteraksikan dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> karena akan bereaksi dan membentuk efek dissolution (Wardiyati dkk, 2016) maka perlu penambahan kitosan-glutaraldehyd untuk melindungi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> agar tidak bereaksi dan melindungi efektivitas kerja TiO<sub>2</sub> sebagai katalis.

Kitosan atau dengan nama lain  $\beta$ -1,4-2-amino-2-dioksi-D-glukosa merupakan turunan dari kitin (Rabea *et al.*, 2003). Kitosan bertindak sebagai *cheating agent* dalam pengolahan air limbah yang bisa menyerap logam berat beracun dan bisa mengikat zat warna tekstil dalam air limbah (Hasri, 2010). Kitosan

dicampur dengan glutaraldehyd bisa dipergunakan sebagai absorben yang mampu menyerap air hingga 90% dari kandungannya (Rohindra *et al.*, 2004), aman untuk dipergunakan karena mudah terurai oleh mikroba melalui pembusukan (Agustina dkk, 2015). Yulita (2016) telah melakukan penelitian dengan menggabungkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan/ $\text{TiO}_2$  untuk meningkatkan efektivitas dalam mendegradasi zat warna. Hasil penelitian tersebut memperlihatkan struktur *core-shell* mampu mendegradasi limbah pewarna *Methylene blue* dengan baik.

Penelitian yang dilakukan ini mensintesis komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dengan  $\text{TiO}_2$ , sehingga membentuk *core-shell* dimana  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai *core* dengan *shell* ialah kitosan-glutaraldehyd,  $\text{TiO}_2$  terdistribusi pada *shell*. Komposit yang diperoleh dikarakterisasi mempergunakan metode XRD guna identifikasi dan penentuan struktur. UV-DRS untuk menentukan nilai celah energi. Morfologi dan komposisi nanopartikel dianalisa mempergunakan SEM-EDX. Sifat magnetik fotokatalis dianalisis dengan mempergunakan VSM. *Total Organic Carbon* (TOC) untuk menganalisis hasil degradasi zat warna. Variabel fotokatalitik yang diukur meliputi pengaruh pH, konsentrasi dan waktu kontak.

## 1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan permasalahan pada kajian ini ialah:

1. Bagaimana keberhasilan sintesis komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ ?
2. Bagaimana kemampuan fotokatalitik komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  terhadap zat warna *Congo Red* dengan variabel pengaruh pH, konsentrasi dan waktu kontak?
3. Bagaimana kadar organik karbon yang terkandung pada zat warna *Congo Red* sebelum dan setelah degradasi yang dianalisis mempergunakan *Total Organic Carbon* (TOC)?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Berkenaan dengan tujuan dari kajian ini ialah:

1. Mensintesis komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  serta melakukan karakterisasi dengan mempergunakan XRD, UV-DRS, SEM/EDX dan VSM

2. Menetapkan kemampuan fotokatalitik komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  terhadap zat warna *Congo Red* dengan variabel pengaruh pH, konsentrasi dan waktu kontak
3. Menganalisis kadar organik karbon yang terkandung pada zat warna *Congo Red* sebelum dan setelah degradasi yang dianalisis menggunakan *Total Organic Carbon* (TOC)

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Kebermanfaatan yang nantinya diperoleh dari pelaksanaan kajian ini ialah memberikan pemahaman serta penguasaan materi berkenaan dengan proses sintesis komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dimana pada akhirnya diharapkan bisa memberi kesempatan yang lebih luas lagi terkait dengan pengaplikasiannya dalam proses fotokatalitik. Hasil yang diperoleh dari kajian ini bisa dipergunakan untuk menyelesaikan permasalahan limbah zat pewarna tekstil sehingga tidak menyebabkan timbulnya berbagai hal yang membahayakan suatu lingkungan.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Limbah Industri Tekstil**

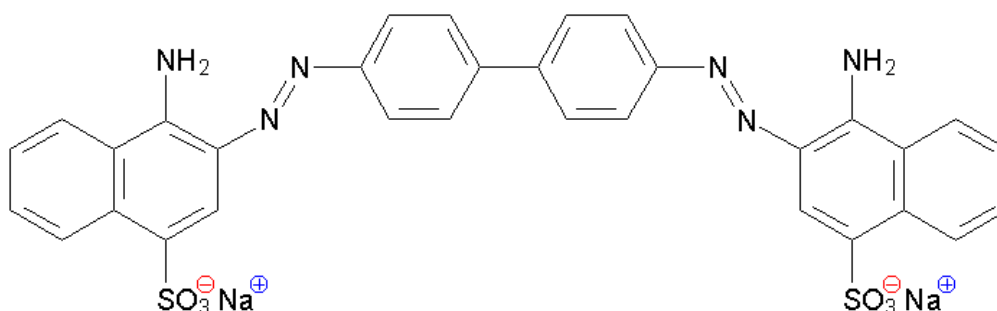
Perkembangan industri tekstil di tanah air memperlihatkan pertumbuhan yang signifikan dengan memberi beragam kegunaan bagi hidup tiap individu maupun lingkungannya. Dibalik dari dampak positifnya, industri tekstil juga memberi pengaruh yang buruk terutama berkenaan dengan pencemaran air (Tussa'adah dan Astuti, 2015). Proses pewarnaan yang ada pada industri tekstil mengandung zat warna dengan konsentrasi tinggi yang sangat sulit untuk diurai (Nugroho dan Imelda, 2017). Limbah cair yang tidak dikelola bisa menimbulkan dampak negatif bagi perairan sehingga menyebabkan kelangkaan pada sumber daya air. Hal ini bisa dicegah dengan melakukan pengolahan limbah yang berasal dari industri tekstil sebelum dibuang ke perairan.

Terdapat syarat baku mutu yang sudah ditetapkan untuk limbah yang diperbolehkan dibuang ke sungai, karena sungai sebagai salah satu sumber air bersih bagi masyarakat sekitar dan diharapkan tidak tercemar dan bisa dipergunakan sesuai dengan kebutuhan (Junaidi dan Hatmanto, 2006). Menurut Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 03 Tahun 2010 Tentang Baku Mutu Air Limbah Bagi Kawasan Industri menyatakan bahwasanya pH maksimum yang terkandung dalam limbah industri maksimum 6-9, kandungan fenol sebesar 1 mg/L, kandungan amonia sebesar 20 mg/L dan kuantitas air limbah maksimum sebesar 0,8 L perdetik per Ha lahan kawasan terpakai.

#### **2.2 Zat Warna Congo Red**

Zat pewarna yang bisa berasal dari zat kimiawi warna alami dan zat warna biasa dipergunakan dalam industri tekstil dengan tujuan untuk menambah nilai estetika. Industri tekstil biasa mempergunakan pewarna berupa zat warna kimiawi dalam jumlah yang besar (Puspo, 2009). *Congo Red* merupakan zat warna yang paling sering dipergunakan dalam industri tekstil. *Congo Red* dengan rumus molekul  $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$  termasuk salah satu zat warna azo yang memiliki struktur kimia kompleks dan berat molekul yang tinggi (Tapalad *et al.*, 2008). Berat molekulnya sebesar 696,66 g/mol (Sawhney and Kumar, 2011). *Congo Red* bisa

larut di air dan etanol, sedikit larut di aseton dan tidak bisa larut di eter dan *xylene* (Yaneva and Georgieva, 2012). Struktur *Congo Red* dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur *Congo Red* (Oda *et al.*, 2015).

Zat warna *Congo Red* berwarna merah kecoklatan tetapi jika di dalam air akan berubah warna menjadi merah kekuningan dan dalam etanol akan berubah menjadi warna orange. *Congo Red* pada keadaan asam akan berubah warna menjadi biru keunguan. *Congo Red* dalam trayek pH 3,0-6,2 (biru-merah) biasa dipergunakan sebagai indikator (Prameswari, 2013). *Congo Red* salah satu zat warna yang banyak terkandung dalam limbah industri sehingga banyak dipergunakan sebagai objek dalam metode fotokatalitik. *Congo Red* bersifat anionik yang menghasilkan warna merah yang bisa dilakukan pengamatan dengan mempergunakan spektrofotometer. Spektra *Congo Red* memperlihatkan ciri khasnya pada puncak 498 nm (Maazinejad, 2015).

### 2.3 Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan/TiO<sub>2</sub>

Sebagaimana yang dipahami bahwasanya komposit termasuk ke dalam salah satu bahan yang terbagi atas dua ataupun lebih bahan dan sifat bawaan dari bahan penyusunnya tetap melekat pada material yang diperoleh. Sintesis komposit dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan karakteristik yang baik, lebih tahan lama, ramah lingkungan dan menghasilkan kombinasi karakteristik yang baru. Komposit yang berukuran nanometer kerap dilakukan sintesis dimana hal tersebut ditujukan untuk mengoptimalkan kegiatan dari bahan yang diperoleh sebab ukuran tersebut mempunyai karakteristik kimia serta fisika yang lebih baik jika dilakukan perbandingan dengan bahan yang ukurannya lebih besar (Rilda dkk, 2010).

TiO<sub>2</sub> merupakan salah satu bahan semikonduktor dengan struktur semikonduktor yang bisa dikarakterisasi oleh pita valensi yang terisi elektron dan

pita konduksi yang kosong yang dipisahkan oleh celah disebut dengan *band gap* menyebabkan bahan tersebut bisa menyerap energi radiasi selaras dengan besaran celah pitanya dimana pada akhirnya hal tersebut mengakibatkan meningkatnya reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh pencahayaan (Kautsar, 2013).  $\text{TiO}_2$  yang umum dipergunakan dalam bentuk serbuk. Penggunaan  $\text{TiO}_2$  dalam jumlah sedikit kurang efektif karena akan sangat mudah menyebar ke dalam larutan, namun penggunaan dalam jumlah banyak bisa menyebabkan kekeruhan dan menghalangi penyerapan cahaya oleh fotokatalis sehingga menjadi kurang efektif. Oleh karena itu diperlukan modifikasi  $\text{TiO}_2$  (Andrasari dan Wardani, 2014).

Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) merupakan bijih besi yang dikenal disamping hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), limonite ( $\text{FeO}(\text{OH})$ ) dan siderite ( $\text{FeCO}_3$ ) (Cotton and Wilkinson, 1999).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan/ $\text{TiO}_2$  berhasil disintesis dan memperlihatkan bahwasanya bisa dipergunakan sebagai fotokatalis untuk degradasi *Congo Red*. Modifikasi material  $\text{TiO}_2$  dengan menambahkan sifat kemagnetan pada  $\text{TiO}_2$  bisa memudahkan proses pemisahan dengan bantuan medan magnet eksternal. (Banisharif *et al.*, 2013).  $\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah disintesis memiliki kemampuan fotokatalis dan bisa dipergunakan ulang hingga enam kali dengan penurunan aktivitas yang kecil. Namun, jika titania dipermukaan besi oksida akan menyebabkan penurunan efisiensi fotokatalitik akibat terjadinya fotodisolusi antara magnetit dan *elektron-holes*  $\text{TiO}_2$  ke partikel inti. Oleh sebab itu perlu bahan tambahan untuk membatasi interaksi antara  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Bahan yang bisa dipergunakan ialah kitosan karena mempunyai kapasitas adsorpsi yang tinggi (Dutta *et al.*, 2004).

#### 2.4 Kitosan-glutaraldehid

Kitosan tersusun oleh dua macam gula amino yakni glukosamin (2-amino-2-deoksi-D glukosa, 70-80 %) serta N-asetilglukosamin (2-asetamino-2-deoksi-D-glukosa, 20-30%). Muatan dari kitosan ini ialah positif dan mempunyai kekuatan yang besar terutama dalam proses pengikatan muatan negatif yang dimiliki oleh senyawa lainnya dan juga mudah untuk mengalami degradasi dilihat dari sisi biologisnya. Kitosan ini juga memiliki sifat yang tidak toksik. Sebagaimana yang dipahami bahwasanya kitosan termasuk ke dalam biopolimer alami yang



mempunyai banyak sumber dan bisa dipergunakan pada bidang industri terkini, contohnya yakni menjadi pengawet alami, penyerap zat warna, penghelat logam, antioksidan, dan juga bisa dipergunakan untuk memisahkan protein (Wiyarsi, 2008).

Kelarutan dari kitosan ini akan cenderung mudah pada larutan yang mempunyai sifat asam, dimana hal tersebut mengakibatkan proses pengaplikasiannya menjadi terbatas. Maka dari itulah diperlukannya upaya pemodifikasian dari kitosan ini sehingga tidak terlarut dalam media yang bersifat asam. Para peneliti banyak melaksanakan pemodifikasian dengan mempergunakan metode *crosslinked* diantara tiap rantainya ataupun melakukan perubahan terhadap bentukan garamnya. *Crosslinked* dilaksanakan dengan mempergunakan senyawa yang setidaknya terdiri atas 2 gugus fungsi yang aktif. Beragam bahan kimia yang kerap dipergunakan untuk menjadi agen *crosslink* ialah glutaraldehid (Budiatin, 2014). Glutaraldehid termasuk ke dalam agen *crosslinked* yang kerap dipergunakan sebab bisa memberikan reaksi apabila disandingkan dengan kitosan dan melewati proses reaksi dengan membentuk basa *Schiff* (imina tersubstitusi,  $-CH=NR$ ) diantara gugus aldehyd glutaraldehida dengan gugus  $-NH_2$  kitosan. Kitosan yang dimodifikasikan dengan glutaraldehid sudah dipergunakan secara meluas untuk menjadi bahan penyerap dari beragam logam berat (Pramesti dkk, 2012).

## 2.5 Fotokatalitik

Fotokatalitik termasuk ke dalam campuran dari dua proses yakni katalitik serta fotokimia yang membutuhkan pencahayaan serta katalis untuk mempercepat transformasi kimia (Linsebigier et al., 1995). Katalis yang dipergunakan dalam proses ini dikenal dengan sebutan fotokatalis yang mempunyai keterampilan untuk mengabsorpsikan foton sehingga proses fotokatalis ini bisa dimaknakan pula sebagai rangkaian proses yang terjalin didasarkan pada keahlian ganda dari fotokatalisnya untuk mengabsorpsikan foton dalam waktu yang bersamaan (Djarwanti dan Yuniati, 2008). Fotokatalis bekerja dengan menghasilkan energi kimia dari energi cahaya dan pada proses yang dilaksanakan akan menghasilkan radikal hidroksil dimana hal tersebut mengakibatkan timbulnya reaksi reduksi oksidasi dengan senyawa organik, dan pada akhirnya akan dihasilkan air yang

jernih sebab telah terpisah dari limbah cairnya yang mengandung zat warna tersebut (Miyake *et al.*, 2015).

Reaksi fotokatalitik diaktivasikan oleh absorpsi foton yang mempunyai derajat energi yang serupa ataupun di atas energi celah pita dalam katalis tersebut. Reaksi ini akan diinisiasikan oleh muatan yang memisahkan dan hasilnya diperoleh dari promosi elektron ( $e^-$ ) dari pita valensinya menuju pita konduksi dalam katalis tersebut, dimana pada akhirnya akan memperoleh hasil berupa lubang ( $h^+$ ) dalam pita valensinya. Elektron yang diperoleh tersebut mempunyai kemampuan untuk melakukan reduksi warna ataupun menjalin reaksi dengan penerima elektronnya yakni  $O_2$  yang teradsorpsikan pada bagian atas katalisnya ataupun terlarutkan pada air, sehingga terbentuklah anion radikal superoksida. Lubang yang diperoleh mempunyai kemampuan untuk melakukan pengoksidasian terhadap molekul organik ataupun menjalin reaksi dengan  $OH^-$  ataupun  $H_2O$  sehingga diproduksi  $OH^\bullet$ ,  $O_2^{\bullet-}$  dan  $HO_2^\bullet$  ialah spesies yang mempunyai kekuatan tinggi serta mempunyai kemampuan untuk melakukan degradasi terhadap segala zat pewarna azo sehingga jadi berbagai produk akhir yang berupa mineral (Sugiyana dan Soenoko, 2017).

## 2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan alat yang dipergunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Bahan yang mengandung kristal akan terlihat puncak-puncak spesifik ketika dianalisa menggunakan XRD. Difraksi sinar-X merupakan metode analisa dengan memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal. Bentuk difraksi ini dikenal dengan beragam sudut yang besar dimana hal tersebut dihasilkan dari proses difraksi berkas cahaya dan dilakukan oleh kristal yang mempunyai nilai sudut  $2\theta$ , yang mana dalam hal ini  $\theta$  termasuk ke dalam sudut datangnya pencahayaan. Dan untuk  $2\theta$  ialah besaran sudut datang dengan sudut difraksi yang terdeteksikan oleh detektornya (Setiabudi dkk, 2012).

Prinsip kerja XRD antara lain setiap senyawa yang terdiri dari atom-atom yang membentuk bidang tertentu maka partikel cahaya yang datang dengan sudut tertentu hanya akan menghasilkan pola pantulan maupun pembiasan yang khas. Pola difraksi akan menghasilkan bentuk yang berbeda dari setiap difraksi cahaya,

maka XRD bisa dipergunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang berbeda (Setiabudi dkk, 2012).

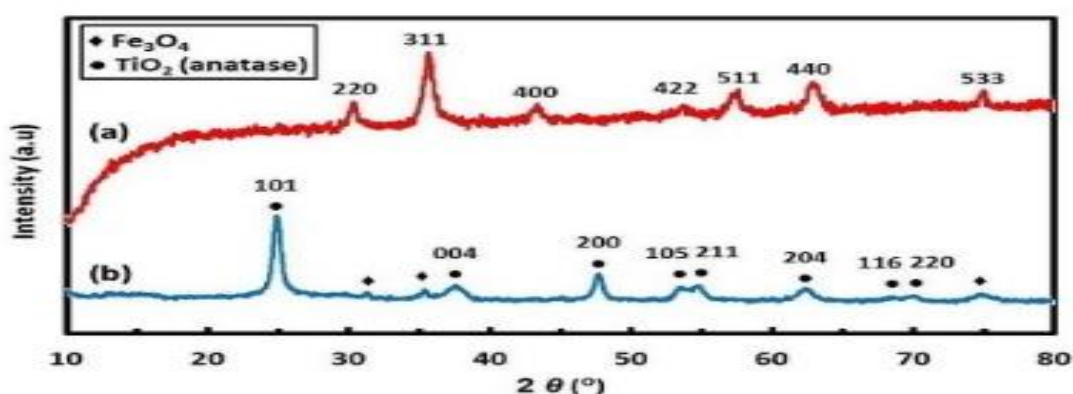
Tabel 1. Pola XRD dari puncak difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub>

JCPDS	Material		Sumber
	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	TiO <sub>2</sub>	
No. 00-019-0629	30.05°, 35.42°, 43.05°, 53.40°, 56.94° dan 62.52°	-	(Villegas <i>et al.</i> , 2019)
No. 00-021-1272	-	24.8°, 37.3°, 47.6°, 53.5°, 55.1° dan 62.2°	(Pietrzyk <i>et al.</i> , 2022)
No. 00-084-1285	-	25.3°, 37.8°, 48.1° dan 53.7°	(Boxi and Paria, 2014)

Hukum Bragg ( $\lambda = 2d \sin\theta$ ) sebagai perumusan mengenai proses difraksi yang terjadi sebagai hasil interaksi antara sinar-X yang dipantulkan oleh material. Mencari ukuran kristal bisa mempergunakan rumusan X-Ray *Debye Scherrer*,

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

Yang mana nilai D merupakan diameter kristalnya,  $\lambda$  merupakan panjang gelombang radiasi dengan tetapan ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ),  $\beta$  merupakan nilai *Full Width Half Maximum* (FWHM) dan  $\theta$  merupakan sudut puncak difraksinya (Setiabudi dkk, 2012). Pola difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> dapat dilihat pada Gambar 2



Gambar 2. Pola difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> (Saud *et al.*, 2017).

## 2.7 UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Suatu bahan semikonduktor misalnya fotokatalis ini mempunyai ciri khas yakni energi celah pitanya ataupun *band gap* memiliki energi yang khas. Secara

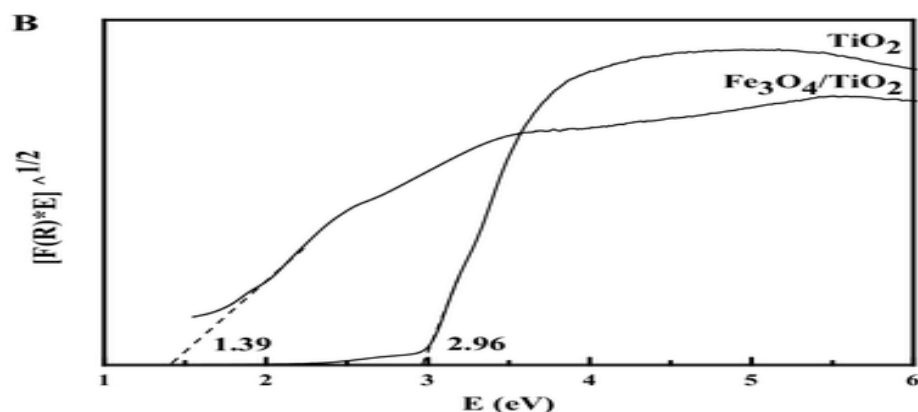
gampangnya, energi celah pita ialah sebuah celah yang memberikan pernyataan terhadap besaran jarak diantara pita valensi dengan pita konduksinya, dimana hal tersebut sama perbandingannya dengan energi yang dipergunakan dalam proses eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksinya (Pongkesu dkk, 2006).

UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* atau UV-Vis DR mempergunakan metode DRS didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Jika material disinari dengan gelombang elektromagnetik maka foton akan diserap oleh elektron dalam material. ketika cahaya mengenai suatu bahan maka sebagian akan diserap, dipantulkan dan ditransmisikan (Widyandari dan Budiman, 2004). Energi celah pita bisa diperoleh melalui proses pengubahan %R ke dalam rumusan Kubelka Munk (F(R)) di bawah ini:

$$F(R)hv = \frac{k/s}{h/v}$$

Dimana nilai F(R) merupakan faktor *Kubelka Munk*, Nilai k ialah koefisien absorptansi, S ialah koefisien scatterinfnya serta R ialah nilai reflektansinya (Abdullah dan Khairurrijal, 2009).

Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub> terdapat pada rentang 3,0 – 4,0 eV yang pada umumnya sebesar 3,2 eV (Listanti dkk, 2018). Berdasarkan penelitian yang dilakukan Chang et al., 2018) band gap hasil sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> sebesar 2,7 eV. Nilai band gap Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> cenderung lebih rendah dibandingkan band gap TiO<sub>2</sub> sebab terdapat penambahan logam besi pada TiO<sub>2</sub> dimana hal tersebut mengakibatkan timbulnya pita energi terbaru diantara pita valensi dengan pita konduksinya, dan pada akhirnya mengakibatkan nilai band gapnya jadi lebih rendah. Energi yang diperlukan dalam proses eksitasi elektronnya juga menjadi lebih kecil lagi.

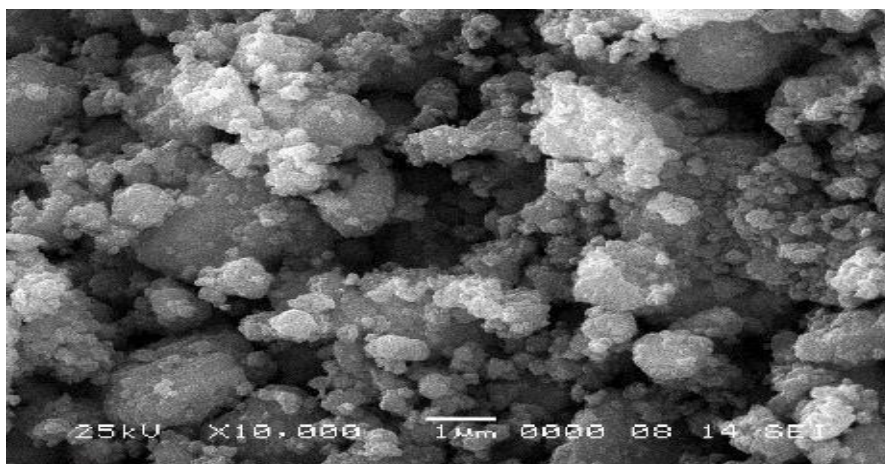


Gambar 3. Nilai band gap TiO<sub>2</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> (Chang et al., 2018)

## 2.8 Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

*Scanning Electron Microscope* (SEM) ialah suatu jenis mikroskop elektron yang mampu memperoleh hasil berupa gambaran sampel melalui proses pemindaian bagian permukaannya dengan sinaran elektron yang mempunyai fokus tinggi dan perbesarannya sampai pada skala yang ditentukan. *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) dipergunakan dalam proses penganalisisan elemental kimia dari suatu bahan. Kemampuan karakterisasi sebagian besar didasarkan prinsip dasar bahwasanya setiap elemen memiliki struktur atom yang unik yang memungkinkan serangkaian puncak unik pada spektrum emisi elektromagnetiknya. Bahan yang bisa dilakukan penganalisisan dengan mempergunakan SEM ini bisa berbentuk konduktif ataupun non-konduktif, misalnya serbuk, bulk ataupun serat. Sebab cara kerja dari SEM ini bahannya harus dalam kondisi yang vakum sehingga bahan yang hendak dilakukan penganalisisan harus dalam kondisi yang kering ataupun mempunyai derajat humiditi yang kecil (*Elingham et al.*, 2017)

*Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) ialah sebuah peralatan yang tersusunkan bersamaan dengan SEM dan memiliki fungsi dalam proses penganalisisan komposisi suatu komponen beserta persentase beratnya. 4 komponen utama EDS antara lain sumber sinaran, detector sinar X, prosesor pulsa serta analisanya. Sinar X akan diteruskan dengan berbentuk sinyal oleh detectornya yang akan memasuki prosesor untuk dilakukan pengukuran terhadap sinyal yang ada. Sinyal tersebut akan memasuki analyzer serta akan timbul data yang diperolehkan (*Sari dkk*, 2014).



Gambar 4. Hasil SEM nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (*Ma et al.*, 2012)

Didasarkan pada kajian yang dilaksanakan oleh (Ma *et al.*, 2012) yang mengkarakterisasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mempergunakan SEM didapatkan bahwasanya permukaan pada magnetit yang tidak beraturan berbentuk sperulus. Bentuk tersebut memberikan pertanda bahwasanya partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil dibentuk.

## 2.9 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

*Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) ialah sebuah peralatan dalam proses pengukuran yang dipergunakan untuk menetapkan ciri magnetik dari sebuah sampel. Prinsip kerja dari VSM ini ialah bahan magnetiknya diposisikan pada sampel holder yang mana selanjutnya diberikan getaran dengan mempergunakan vibrator yang frekuensinya telah ditentukan. Sampel diposisikan pada kedudukan diantara pick-up coil serta elektromagnetnya. Berikutnya gerakan osilasi dari bahan magnetik tersebut bisa memberikan hasil berupa tegangan induksi yang sama perbandingannya dengan besaran magnetisasi dari sampelnya. Kemudian elektromagnet akan memperoleh hasil berupa nilai dari medan magnet luarnya dan selanjutnya akan dilakukan perubahan sehingga diperoleh kurva histerisisnya (Atmono dkk, 2015). Magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) merupakan kemampuan ukuran partikel untuk melakukan pertahanan terhadap kesesuaian magnetiknya ketika diberikan pengaruh medan magnet eksternalnya. Magnetisasi remanent ( $M_r$ ) merupakan jumlah dari besaran medan magnet yang ada pada bahannya ketika tidak tersedia lagi pengaruh dari medan magnet eksternalnya.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki nilai magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) sebesar 92 emu/g (Hariani dkk, 2018). Berdasarkan data maka  $M_s$  yang dihasilkan memiliki nilai magnetik yang sangat besar. Semakin besar nilai magnetisasi saturasi maka semakin kuat magnetisnya.

## 2.10 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-VIS merupakan alat yang dipergunakan dalam proses pengidentifikasian melalui proses pengukuran absorbansi sampelnya. Spektrofotometer uv-vis melakukan penguasaan terhadap wilayah serapan panjang gelombang yang berada pada kisaran 200 hingga 700 nm. Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-VIS ini ialah melalui kehadiran pencahayaan putih ataupun radiasi yang melalui sebuah larutan, dimana pencahayaan putih tersebut

mempunyai panjang gelombang yang telah ditentukan sebelumnya dan akan dilakukan absorpsi serta transmisi. Absorbansi ialah hasil yang diperoleh dari membandingkan intensitas serapan dengan intensitas pencahayaan yang timbul. Tingginya kadar konsentrasi dari sebuah zat sampel ataupun media mengakibatkan banyaknya molekul yang hendak menyerap pencahayaan pada wilayah serapan tersebut, dimana pada akhirnya mengakibatkan perolehan nilai absorbansinya jadi lebih tinggi (Neldawati et al., 2013).

Hukum Lambert Beer yang memberikan pernyataan bahwasanya ditemukan hubungan yang lurus diantara absorbansi dengan zat yang bisa terlarutkan pada sebuah larutan, dimana hal tersebut bisa diperlihatkan dalam persamaan berikut:

$$a = \epsilon \cdot b \cdot C$$

Dimana  $a$  merupakan absorbansi,  $b$  merupakan tebal kuvet (cm) dan  $C$  merupakan konsentrasi (mol/L) dan  $\epsilon$  merupakan absorptivitas molarnya (Irawan, 2019).

### **2.11 Total Organic Carbon (TOC)**

Analisa TOC dipergunakan dalam proses penentuan banyaknya jumlah karbon yang terdapat pada senyawa organiknya. Prinsip kerja TOC Analyzer dengan melakukan pengubahan terhadap karbon sehingga jadi karbondioksida  $\text{CO}_2$  serta dilakukan pengukuran terhadap konsentrasi  $\text{CO}_2$  untuk menghitung karbon yang masih tersedia. Sebagai perbandingan mempergunakan zat warna sebelum degradasi dan zat warna setelah degradasi untuk mengetahui kandungan karbon pada zat warna. TOC bisa dihitung mempergunakan rumus:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{W_o - W_t}{W_t} \times 100\%$$

Dimana  $W_o$  merupakan konsentrasi sebelum degradasi dan  $W_t$  konsentrasi setelah degradasi (Mulyatno *et al.*, 2018).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat**

Penelitian dilaksanakan bulan Agustus 2022 sampai Oktober 2022 di Laboratorium Kimia Analisa Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya. Pengukuran XRD dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang. SEM-EDS dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro. Karakterisasi VSM dilakukan di Laboratorium Fisika Badan Tenaga Nuklir Nasional. UV-Vis DRS di Laboratorium Uji Kimia Universitas Indonesia. Karakterisasi TOC dilakukan di UPTD. Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Pertahanan.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi seperangkat alat-alat kaca, *hotplate*, kotak radiasi, lampu UV 14 watt (Philips), *magnetic stirrer*, magnet neodmium, neraca analitik, oven, plastik, pH indikator, sonikator, spatula, *shaker*, karakteristik *UV-Vis Diffraction* merk Shimadzu UV-2450, *X-ray Diffraction type X'Pert PRO*, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectrometer type JEOL JSM-6510LA*, *Vibrating Sample Magnetometer type 1.2H* dan *Total Organic Carbon type Teledyme Tekmar*.

##### **3.2.2 Bahan**

Besi(III) klorida ( $\text{FeCl}_3$ ), Besi(II) Klorida Tetrahidrat ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ), akuades, kitosan ( $\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_3$ ), natrium klorida ( $\text{NaCl}$ ), asam klorida ( $\text{HCl}$ ), asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), glutaraldehid ( $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ ), titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ).

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

##### **3.3.1 Sintesis $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disintesis menggunakan metode kopresipitasi.  $\text{FeCl}_3$  sebanyak 2,27 g dan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 1,39 g dilarutkan masing-masing dalam akuades sebanyak 50 mL. Kedua larutan dicampurkan dalam Erlenmeyer 250 mL



lalu dipanaskan pada suhu 40°C selama 50 menit. Larutan NaOH 2M dimasukkan ke dalam campuran tersebut sedikit demi sedikit sambil diaduk pada 400 rpm menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 40°C hingga tercapai pH  $\pm$  10 dan membentuk endapan berwarna hitam. Endapan dicuci dengan akuades sampai pH netral lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama  $\pm$ 1 jam (Oktaviani, 2020)

### 3.3.2 Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehid

Sebanyak 0,2 g kitosan ditambahkan dalam 30 mL CH<sub>3</sub>COOH 5% dan diaduk pada 550 rpm menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu 25°C. Sebanyak 2,27 g FeCl<sub>3</sub> dan 1,39 g FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O ditambahkan ke dalam larutan kitosan sambil diaduk menggunakan *shaker bath* 150 rpm selama 1 jam. Larutan NaOH 2M dimasukkan ke dalam campuran tersebut sedikit demi sedikit sambil diaduk selama 50 menit pada 400 rpm menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu 40°C hingga tercapai pH  $\pm$  10, lalu ditambahkan 50 mL glutaraldehid 2% dan dilanjutkan pengadukan menggunakan *shaker bath* 150 rpm selama 1 jam. Endapan yang didapat dicuci dengan akuades sampai pH netral lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 60 °C selama  $\pm$ 1 jam untuk mendapatkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan-glutaraldehid (Reghioua *et al.*, 2021).

### 3.3.3 Sintesis Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehid/TiO<sub>2</sub>

Sebanyak 0,5 g TiO<sub>2</sub> dan 0,2 g kitosan dituangkan dalam 30 mL CH<sub>3</sub>COOH 5% dan diaduk pada 250 rpm menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu 25°C. Larutan kitosan/TiO<sub>2</sub> disonikator selama 3 jam. Sebanyak 2,27 g FeCl<sub>3</sub> dan 1,39 g FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O ditambahkan ke dalam larutan kitosan/TiO<sub>2</sub> sambil diaduk menggunakan *shaker bath* 150 rpm selama 1 jam. Larutan NaOH 2M dimasukkan ke dalam campuran tersebut sedikit demi sedikit sambil diaduk selama 50 menit pada 400 rpm menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu 40°C hingga tercapai pH  $\pm$  10, lalu ditambahkan 50 mL glutaraldehid 2% dan dilanjutkan pengadukan menggunakan *shaker bath* 150 rpm selama 1 jam. Endapan yang didapat dicuci dengan akuades sampai pH netral lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 60 °C selama  $\pm$ 1 jam untuk mendapatkan komposit akhir Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan-glutaraldehyde/TiO<sub>2</sub> (Reghioua *et al.*, 2021).

### 3.3.4 Karakterisasi Material

#### 3.3.4.1 X-ray Diffraction (XRD)

Sebanyak 0,01 g  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /Kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  masing-masing diletakkan dalam plat aluminium pada alat difraktor sinar-X. Kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan XRD pada panjang gelombang 1,54060 Å. Selanjutnya dilakukan pengambilan data difraksi pada rentang  $2\theta = 20^\circ$  hingga  $2\theta = 90^\circ$  dengan mengatur kecepatan baca 0,700 per detik. Hasil karakterisasi XRD akan menghasilkan sudut  $\theta$  dan intensitas yang dapat dibandingkan dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) (Raval, 2013).

#### 3.3.4.2 Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

Sebanyak 0,01 g  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  masing-masing diletakkan pada specimen holder dengan menggunakan pita perekat, kemudian disemprot dengan hand blower yang berguna untuk mengeluarkan pengotor, lalu dilapisi dengan lapisan tipis emas menggunakan alat coating fine coat ion sputter JFC-1100 dengan arus sebesar 35 mA selama 2 menit. Pengoperasian alat dilakukan pada tegangan sebesar 20 kV dan perbesaran 3.000, 10.000, 20.000 dan 30.000 kali dan menghasilkan morfologi dan % massa dari elemen penyusun C, N, O, Na, Fe dan Ti (Luntungan dkk, 2019).

#### 3.3.4.3 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Sebanyak 0,5 g  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  masing-masing diletakkan pada wadah sampel, kemudian diberikan pengaruh medan magnet eksternal. Partikel yang bergerak dengan adanya pengaruh medan magnet eksternal akan diukur magnet saturasi ( $M_s$ ), magnet permanen ( $M_r$ ) dan koersivitas ( $H_c$ ). Hasil karakterisasi didapatkan nilai  $M_s$ ,  $M_r$  dan  $H_c$  yang dapat dilihat pada kurva histeresis.

#### 3.3.4.4 Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance (UV-VIS DRS)

Sebanyak 0,5 gram  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  masing-masing diletakkan dalam wadah sampel. Dipancarkan

sinar UV dan Visibel pada panjang gelombang 200-800 nm ke sampel. Lapisan sampel yang terkena sinar tersebut akan menyebarkan kembali foton yang akan ditangkap oleh detector. Energi celah fotokatalisis dapat dihitung dengan mengolah data hasil dari spektra UV-Vis DRS menggunakan persamaan Kubelka-Munk. Hasil karakterisasi didapatkan celah pita valensi dan pita konduksi (Wulandari dkk, 2014).

#### **3.3.4.5 Penentuan pHpzc (*Point Zero Charge*)**

Sebanyak 25 mL larutan NaCl 0,01 M dimasukkan ke beberapa Erlenmeyer. Kemudian dilakukan pengaturan pH dari rentang pH 2 hingga pH 12 dengan cara menambahkan 0,1 M NaOH atau 0,1 M HCl. Kemudian ditambahkan 0,1 g nanopartikel magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> kedalam setiap erlenmeyer dan diaduk selama 2 jam dengan menggunakan shaker. Kemudian didiamkan selama 2 hari dan dihitung pH akhir dari setiap larutan (Dewi dan Ridwan, 2012).

#### **3.3.5 Penentuan Konsentrasi Zat Warna (Muslimah dkk, 2019)**

##### **3.3.5.1 Pembuatan Larutan Induk *Congo Red* 1000 ppm**

Sebanyak 0,5 g *Congo red* padat dilarutkan dengan akuades secara perlahan dalam gelas beker, kemudian dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

##### **3.3.5.2 Pembuatan Larutan Standar *Congo Red***

Sebanyak 5 mL *Congo red* 1000 ppm dimasukkan ke dalam labu 100 mL untuk mendapatkan larutan dengan konsentrasi 500 ppm. dalam labu 500 mL untuk mendapatkan larutan dengan konsentrasi 500 ppm. Sebanyak 2 mL diambil dari larutan 500 ppm ke dalam labu 100 mL untuk mendapatkan larutan dengan konsentrasi 100 ppm. Kemudian larutan dengan konsentrasi 100 ppm diencerkan kembali dengan mengambil 5, 10, 15, 20 dan 25 mL dari larutan 100 ppm ke dalam labu 100 mL, lalu masing-masing ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas. akan didapatkan larutan standar *Congo red* dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm.

### 3.3.5.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Congo Red*

Larutan standar *Congo red* dengan kadar 15 ppm diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-vis untuk menentukan panjang gelombang maksimum dengan menggunakan blanko berupa akuades.

### 3.3.5.4 Pembuatan Kurva Standar *Congo Red*

Konsentrasi *Congo red* dibuat bervariasi 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm. Absorbansi masing-masing larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Setelah didapatkan data, lalu dapat dibuatkan kurva yang kemudian ditentukan persamaan garis regresi liniernya. Persamaan garis linier secara umum:  $y = a + bx$ , dimana sumbu y sebagai absorbansinya dan sumbu x sebagai konsentrasi *Congo red* (ppm).

## 3.3.6 Penentuan Kondisi Optimum Degradasi Zat Warna *Congo Red* oleh Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>

### 3.3.6.1 Pengaruh Variasi pH

Lima buah gelas beker 100 mL yang berisi 0,05 g Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> ditambahkan 15 mL larutan *Congo red* 25 ppm. Kelima larutan tersebut diatur pHnya dari 3, 4, 5, 6, dan 7 menggunakan NaOH 0,1 M atau 0,1 M HCl. Sebagai perbandingan, 60 menit gelas beker berisi komposit dan zat warna *Congo Red* 25 ppm diradiasi dengan sinar Visibel. Setelah itu, larutan di pisahkan dari komposit dan disentrifugasi 400 rpm selama 10 menit, lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 499 nm. Sebagai perbandingan, dilakukan prosedur yang sama namun tanpa penambahan komposit.

### 3.3.6.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Sebanyak 15 mL *Congo red* dari kondisi pH optimum dengan variasi konsentrasi berturut-turut 25, 30, 35, 40, 45 dan 50 ppm dimasukkan ke dalam enam buah gelas beker 100 mL dan ditambahkan komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> sebanyak 0,05 g. Sebagai perbandingan, 60 menit gelas beker berisi komposit dan zat warna *Congo Red* diradiasi dengan sinar Visibel. Setelah itu, larutan di pisahkan dari komposit dan disentrifugasi 400 rpm selama 10 menit,

lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 499 nm. Sebagai perbandingan, dilakukan prosedur yang sama namun tanpa penambahan komposit.

### **3.3.6.3 Pengaruh Variasi Waktu Kontak**

Larutan *Congo red* sebanyak 15 mL dari kondisi pH dan konsentrasi optimum dimasukkan ke dalam lima gelas beker 100 mL dan masing-masing ditambahkan 0,05 g komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ . Sebagai perbandingan, 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit gelas beker berisi komposit dan zat warna *Congo Red* diradiasi dengan sinar Visibel. Setelah itu, larutan di pisahkan dari komposit dan disentrifugasi 400 rpm selama 10 menit, lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 499 nm. Sebagai perbandingan, dilakukan prosedur yang sama namun tanpa penambahan komposit.

## **3.4 Analisis Data**

### **3.4.1 X-ray Diffraction (XRD)**

$\text{Fe}_3\text{O}_4$ , kitosan-glutaraldehyd/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  diuji menggunakan XRD untuk mengetahui material, struktur kristal, dan ukuran kristal (Prasetyowati dkk, 2021)

### **3.4.2 Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)**

$\text{Fe}_3\text{O}_4$ , kitosan-glutaraldehyd/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi kimia adsorpsi (Reghioua *et al.*, 2021).

### **3.4.3 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)**

$\text{Fe}_3\text{O}_4$ , kitosan-glutaraldehyd/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dikarakterisasi menggunakan VSM untuk mengetahui sifat kemagnetan komposit (Simamora dan Krisna, 2015).

#### **3.4.4 Total Organic Carbon (TOC)**

Zat warna *Congo Red* diukur untuk mengetahui perubahan konsentrasi karbon organik yang terkandung. Sebagai perbandingan dengan mengukur perubahan nilai konsentrasi dari zat warna sebelum di degradasi dan setelah di degradasi. (Dewanti dan Prihatiningsih, 2016).

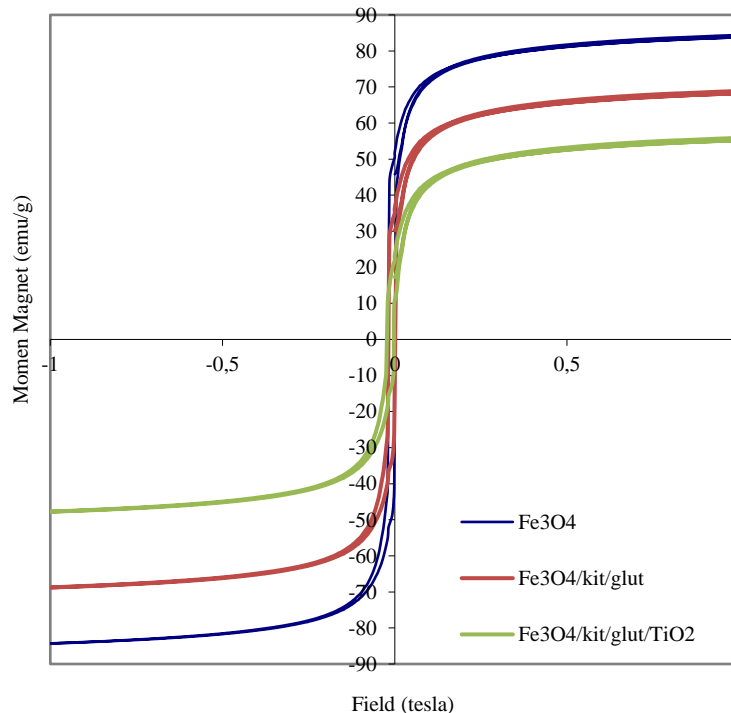
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Karakterisasi Material $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd, dan $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

##### 4.1.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM)

Karakterisasi dengan VSM ditujukan untuk melakukan penganalisisan terhadap besarnya sifat kemagnetikan dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  yang terdapat pada kurva histeresis yang memperlihatkan terdapat hubungan diantara medan magnet luar dengan sifat magnetnya. Besaran-besaran yang terdapat pada kurva hysteresis ialah magnetisasi remanent ( $M_r$ ), magnetisasi saturasi ( $M_s$ ), serta medan koersivitas ( $H_c$ ) (Taib dan Suharyadi, 2015). Hasil yang diperoleh dari proses karakterisasi mempergunakan VSM ditunjukkan pada Gambar 5.

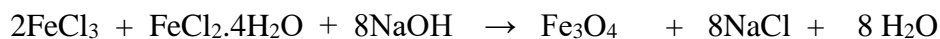


**Gambar 5. Kurva hysteresis dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$**

- **$\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan dengan metode kopresipitasi menggunakan  $\text{FeCl}_3$  menjadi penyumbang ion  $\text{Fe}^{3+}$  serta  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  menjadi penyumbang ion  $\text{Fe}^{2+}$

yang mana perbandingan molnya yakni 2:1. Berikutnya diberikan tambahan NaOH 2M yang berguna untuk menjadi agen pengendap dan pemberi suasana basa hingga tercapai pH 10 dalam pembentukan endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Reaksi yang terjadi pada sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adalah :



Berdasarkan gambar 5 hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan nilai magnetisasi saturasi paling tinggi yaitu 83,80 emu/g menandakan bahwasanya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bersifat supermagnetik. Hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang didapatkan berbentuk serbuk dengan warna hitam dan diuji sifat magnetnya dengan magnet eksternal pada gambar 6.



Gambar 6.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diuji dengan magnet eksternal

- **$\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd**

Sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dilakukan dengan melarutkan kitosan dengan asam asetat, lalu dicampurkan larutan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan glutaraldehyd. Berdasarkan gambar 5 hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dengan nilai magnetisasi saturasi sebesar 68,27 emu/g karena adanya penambahan kitosan dan glutaraldehyd yang tidak bersifat magnetik sehingga menurunkan sifat kemagnetikan. Hasil sintesis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd yang didapatkan berbentuk serbuk yang mempunyai warna hitam serta dilakukan pengujian terhadap sifat magnetiknya melalui penggunaan magnet eksternal pada Gambar 7.



Gambar 7.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  /kitosan-glutaraldehyd diuji dengan magnet eksternal



- **Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>**

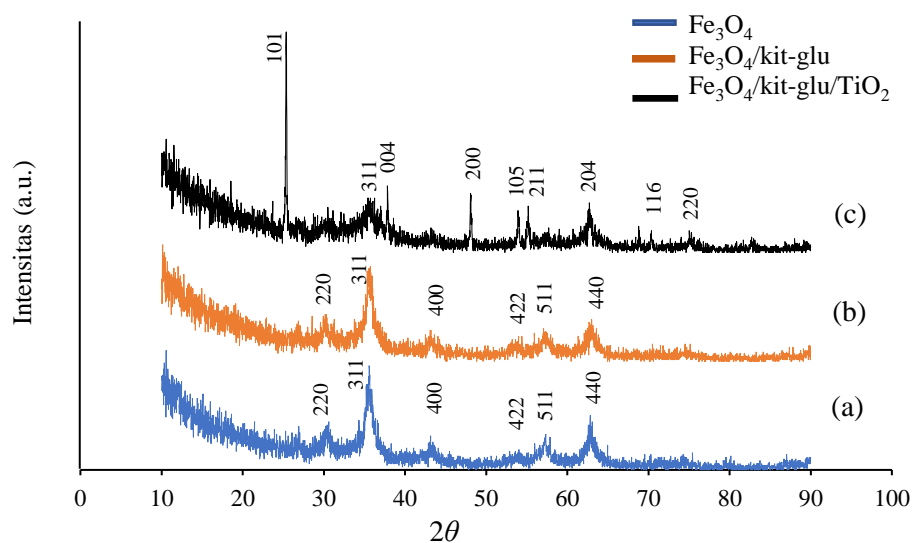
Sintesis komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> dilakukan dengan mencampurkan kitosan dan TiO<sub>2</sub> dengan perbandingan 2,5 : 1 yang dilarutkan dengan asam asetat. Larutan diultrasonik guna mempercepat pelarutan kitosan/TiO<sub>2</sub> dengan memecah senyawa menjadi ukuran nano, lalu dicampurkan dengan larutan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan glutaraldehyd. Berdasarkan hasil sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> pada gambar 5 menunjukkan nilai magnetisasi saturasi yang paling rendah yaitu 55,26 emu/g karena adanya penambahan kitosan, glutaraldehyd dan TiO<sub>2</sub> yang bersifat nonmagnetik sehingga menyebabkan penurunan pada sifat kemagnetikan. Hasil sintesis komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> didapatkan berbentuk serbuk mempunyai warna hitam kecoklatan serta dilakukan pengujian terhadap sifat magnetiknya melalui penggunaan magnet eksternal pada Gambar 8.



Gambar 8. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> diuji dengan magnet eksternal

#### 4.1.2 Hasil Karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD ditujukan untuk memperoleh posisi sudut  $2\theta$ , intensitas puncak serta fasa kristal yang diperoleh dari hasil sintesisnya. Memperlihatkan difraktogram dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd, serta Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>



Gambar 9. Difraktogram (a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (b).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan (c).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

Tabel 2. Sudut  $2\theta$  dengan JCPDS dan ukuran partikel

JCPDS	Material	Sudut	Ukuran Partikel
No. 00-019-0629	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	$30.05^\circ$ , $35.42^\circ$ , $43.05^\circ$ , $53.40^\circ$ , $56.94^\circ$ dan $62.52^\circ$	
	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	$30.33^\circ$ , $35.53^\circ$ , $43.32^\circ$ , $57.26^\circ$ dan $62.81^\circ$	Rata-rata = 6,73 nm
	$\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd	$35.57^\circ$ , $37.31^\circ$ , $43.37^\circ$ , $62.94^\circ$ , $75.55^\circ$ , dan $79.46^\circ$	Rata-rata = 6,79 nm
No. 00-021-1272	$\text{TiO}_2$	$24.8^\circ$ , $37.3^\circ$ , $47.6^\circ$ , $53.5^\circ$ , $55.1^\circ$ dan $62.2^\circ$	
No. 00-084-1285	$\text{TiO}_2$	$25.3^\circ$ , $37.8^\circ$ , $48.1^\circ$ dan $53.7^\circ$	
	Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$	$25.3^\circ$ , $48.0^\circ$ , $53.9^\circ$ , $55.1^\circ$ , $62.7^\circ$ dan $70.3^\circ$	Rata-rata = 24,82 nm

Berdasarkan data standar JCPDS untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada No. 00-019-0629 memiliki sudut  $2\theta$  dengan 6 karakteristik puncak yaitu  $30.05^\circ$ ,  $35.42^\circ$ ,  $43.05^\circ$ ,  $53.40^\circ$ ,  $56.94^\circ$  dan  $62.52^\circ$  (Villegas *et al.*, 2019). Hasil difraktogram pada gambar 9(a) menunjukkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil disintesis yang dapat dibuktikan dengan hasil yang hampir sama dengan data standar JCPDS No. 00-019-0629 dimana

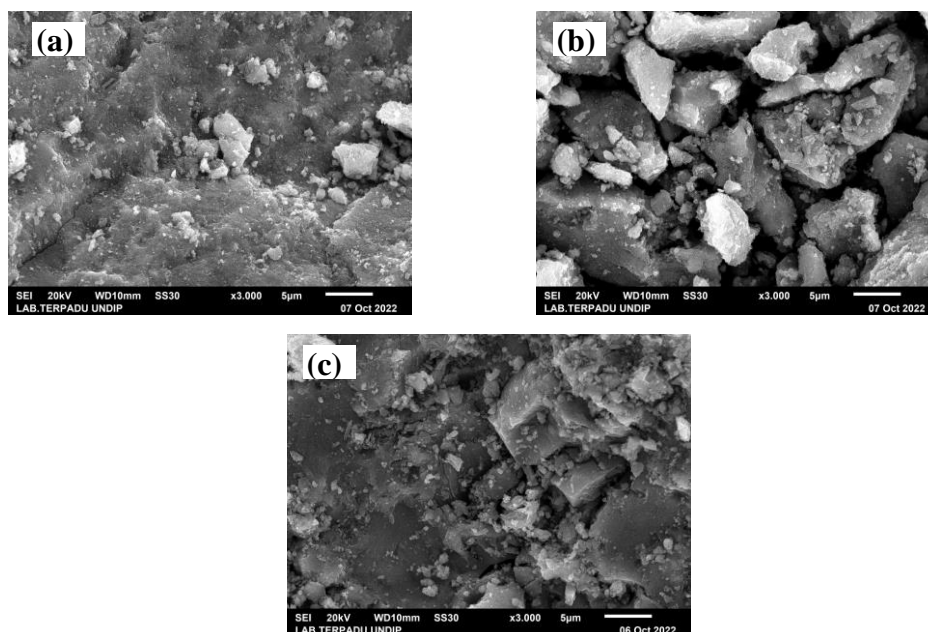
puncak-puncak yang dihasilkan yaitu  $30.33^\circ$ ,  $35.53^\circ$ ,  $43.32^\circ$ ,  $57.26^\circ$  dan  $62.81^\circ$  yang menunjukkan bidang kristal (220), (311), (400), (422), (511) dan (440) (Hariani *et al.*, 2013). Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dihitung menggunakan rumus *Scherer* pada puncak sudut  $2\theta$  yang tertinggi. Dari hasil perhitungan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adalah 5,75 nm. Data hasil XRD dan perhitungan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada lampiran 3.

Berdasarkan gambar 9(b)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd memiliki intensitas puncak yang lebih rendah dibandingkan puncak  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  karena adanya penambahan kitosan-glutaraldehyd yang bersifat amorf (Dompeipen dkk, 2016). Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ dihitung menggunakan rumus *Scherer* pada puncak sudut  $2\theta$  yang tertinggi. Dari hasil perhitungan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd adalah 7,19 nm. Data hasil XRD dan perhitungan ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dapat dilihat pada lampiran 3.

Berdasarkan data standar JCPDS untuk  $\text{TiO}_2$  No. 00-021-1272 memiliki sudut  $2\theta$  dengan 6 karakteristik puncak yaitu  $24.8^\circ$ ,  $37.3^\circ$ ,  $47.6^\circ$ ,  $53.5^\circ$ ,  $55.1^\circ$  dan  $62.2^\circ$  (Pietrzyk *et al.*, 2022). Hasil difraktogram pada puncak 9(c) menunjukkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  telah berhasil disintesis yang dapat dibuktikan dengan hasil yang hampir sama dengan data standar JCPDS No. 00-021-1272 dimana puncak-puncak yang dihasilkan yaitu  $25.3^\circ$ ,  $48.0^\circ$ ,  $53.9^\circ$ ,  $55.1^\circ$ ,  $62.7^\circ$  dan  $70.3^\circ$  yang menunjukkan bidang kristal (101), (004), (200), (105), (211), (204), (116) dan (220) (Misrha *et al.*, 2019). Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dihitung menggunakan rumus *Scherer* pada puncak sudut  $2\theta$  yang tertinggi. Dari hasil perhitungan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  adalah 33,49 nm. Data hasil XRD dan perhitungan ukuran partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dapat dilihat pada lampiran 3.

#### **4.1.3 Hasil Karakterisasi Menggunakan *Scanning Electron Microscope* – *Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS)**

Karakterisasi mempergunakan SEM-EDS ditujukan untuk melihat morfologi serta elemen yang menyusun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ . Karakterisasi mempergunakan SEM-EDS dilaksanakn dengan mempergunakan 4 jenis perbesaran yaitu perbesaran 3000x, 10.000x, 20.000x dan 30.000x yang dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Morfologi (a).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (b).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd (c).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dengan perbesaran 3.000x

Berdasarkan gambar 10 (a) menunjukkan hasil morfologi permukaan pada magnetit yang tidak rata dengan bentuk sperulus atau butiran-butiran kecil (Ramli dkk, 2018). Gambar 10 (b) menunjukkan hasil morfologi dengan bentuk butiran yang lebih besar dibandingkan gambar 10 (a). Hal ini menandakan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah tercoating oleh kitosan-glutaraldehyd. Gambar 10 (c) menunjukkan morfologi yang lebih agregat ialah bentuk butiran (bulat-bulat) atau bongkahan yang tidak merata dibandingkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd.

Tabel 3. Elemen penyusun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

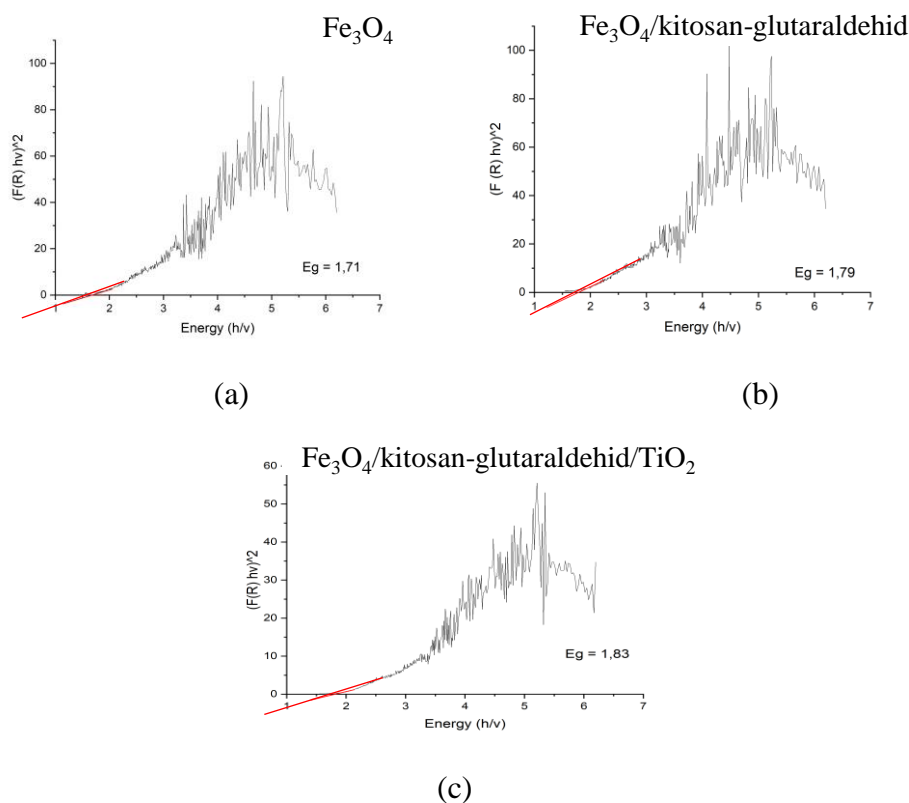
Material	C	N	O	Na	Fe	Ti
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	9,42	0,18	46,12	0,19	43,66	-
$\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd	12,03	-	35,41	0,44	50,39	-
$\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$	11,50	0,53	37,44	0,42	42,74	5,75

Unsur-unsur penyusun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dianalisa menggunakan EDS. Tabel 3 menjelaskan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd memiliki % massa Fe paling besar dibandingkan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ . Pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd terdapat kenaikan % massa pada unsur C sebesar

12,03% dan Fe 50,39% dibandingkan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menandakan bahwa menandakan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd berhasil disintesis. Begitupun dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  memiliki tambahan unsur Ti dengan % massa sebesar 5,75% menandakan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  berhasil disintesis. Hasil EDS disajikan pada lampiran 4.

#### 4.1.4 Hasil Karakterisasi Menggunakan *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance (UV-VIS DRS)*

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS ditujukan untuk memperoleh nilai *band gap* dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ . Hasil perhitungan *band gap* pada Gambar 11.



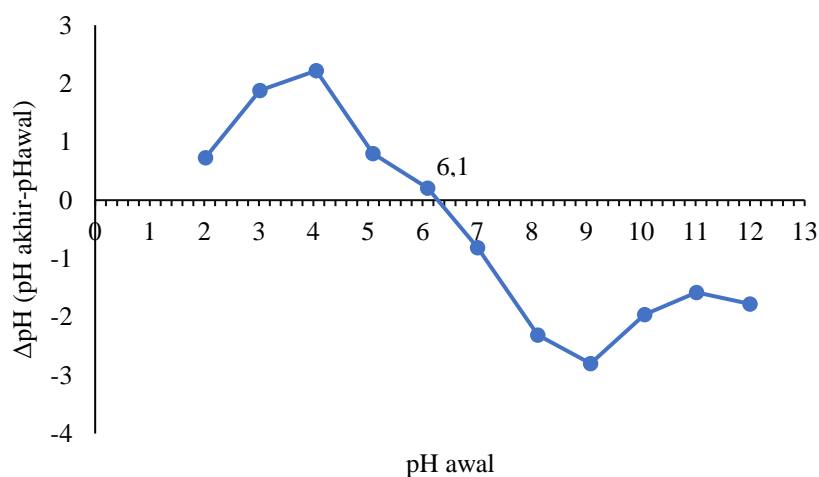
Gambar 11. Nilai band gap (a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (b)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd (c).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

Nilai *band gap* dapat dilihat dari perpotongan garis dengan sumbu horizontal. Berdasarkan gambar 11 (a) dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adalah sebesar 1,71 eV. Gambar 11 (b) menunjukkan nilai *band gap*  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd sebesar 1,79 eV yang menandakan lebih besar dari *band gap*  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Gambar 11 (c) memiliki energi *band gap* dari komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  sebesar 1,83 eV

sedangkan energi *band gap* murni dari  $\text{TiO}_2$  adalah sekitar 3,2 – 3,35 eV (Andari dan Wardani, 2014). Doping Fe dengan  $\text{TiO}_2$  menyebabkan penurunan energi *band gap*  $\text{TiO}_2$ . Penurunan *band gap* disebabkan pada orbital *3d* pada Fe dan Ti saling berpasangan menyebabkan keadaan elektronik dan menghasilkan pita energi baru. Akibat dari penurunan tersebut, maka daerah fotokatalisis  $\text{TiO}_2$  dalam mengolah limbah dapat digunakan pada daerah UV-Vis (Afrozi dan Sudaryatno, 2016). Nilai *band gap* yang kecil hanya akan memerlukan energi untuk eksitasi electron yang kecil juga sehingga fotokatalisis bisa dipergunakan dalam proses serapan sinar yang tampak (Setyawati dan Haris, 2015). Hasil perhitungan *band gap* disajikan pada lampiran 6.

#### 4.1.5 Nilai pH *Point of Zero Charge* (pHpzc) Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

pHpzc ialah pH ketika komposit dalam keadaan netral atau memiliki muatan netral yang bisa diperlihatkan dari perpotongan diantara pH awal pada sumbu x dengan  $\Delta\text{pH}$  (pH akhir larutan – pH awal larutan) pada sumbu y. pHpzc dipergunakan dalam proses penentuan pH optimum saat berlangsungnya fotodegradasi. Didasarkan pada hasil penelitiannya, nilai pHpzc dari komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  ialah 6,1 dapat dilihat pada Gambar 12



Gambar 12. Kurva pHpzc  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

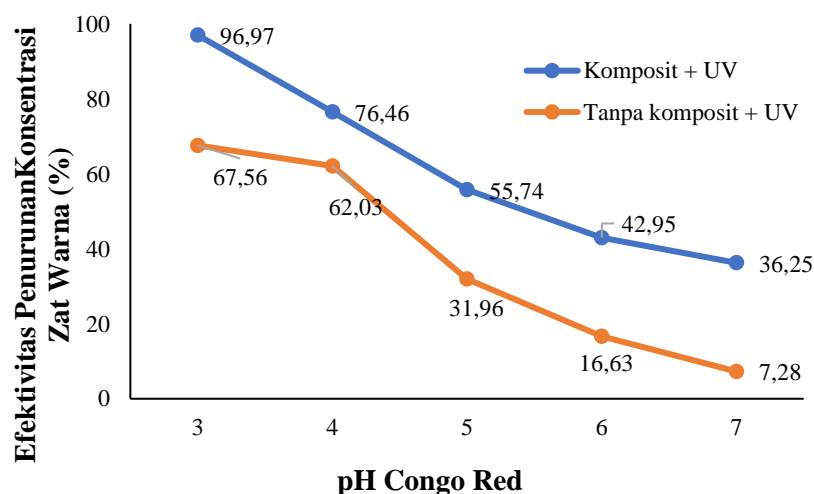
Bisa diperhatikan pada gambar 12 bahwasanya titik perpotongan diantara pH awal dengan  $\Delta\text{pH}$  ada pada pH 6,1 yang memperlihatkan bahwasanya pada pH tersebut komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  bermuatan netral. Nilai pH

berada dibawah pH<sub>pzc</sub> menandakan bahwasanya permukaan komposit bermuatan positif dan permukaan komposit akan mengadsorpsi anion dari logam secara elektrostatis. Sedangkan nilai pH berada diatas pH<sub>pzc</sub> menandakan bahwasanya permukaan komposit bermuatan negative dan permukaan komposit akan mengadsorpsi kation (Mahmuda dkk, 2014). Zat warna *Congo Red* termasuk ke dalam zat pewarna anionik, sehingga pH larutannya diaturkan berada di bawah pH<sub>pzc</sub> dan pada akhirnya mengakibatkan terjadinya interaksi muatan diantara zat pewarna dengan komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>, grafik disajikan pada lampiran 7.

## 4.2 Penentuan Kondisi Optimum Penurunan Efektivitas Zat Warna *Congo Red*

### 4.2.1 Pengaruh pH

Penetapan keadaan optimum pengaruh pH zat warna *Congo Red* ditetapkan dengan mempergunakan variasi pH zat warna *Congo Red* dari pH 3 sampai dengan pH 7 dan konsentrasi *Congo Red* yang dipergunakan 25 ppm sejumlah 15 mL dalam jangka waktu 60 menit. Hal yang didapatkan dapat dilihat pada gambar 13 dan perhitungan pada lampiran 10.



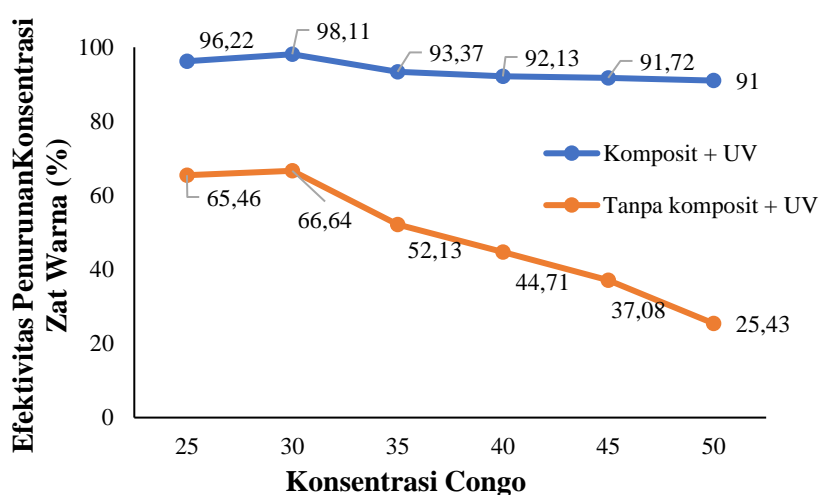
Gambar 13. Kurva persentase penurunan efektivitas pengaruh pH zat warna *Congo Red*

Berdasarkan gambar 13 diperoleh pH optimum dari zat warna *Congo Red* oleh komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub> ialah pH 3 yakni besaran nilainya 96,97%. Semakin asam, maka semakin banyak ion H<sup>+</sup> yang bereaksi

dengan radikal oksida membentuk  $H_2O_2$ , sehingga semakin banyak radikal hidroksil yang dihasilkan untuk mengoksidasi zat warna *Congo Red* yang dapat meningkatkan efektivitas penurunan konsentrasi dari zat warna *Congo Red* dan pada akhirnya laju degradasi dari zat pewarna tersebut akan cenderung membesar. Hal ini dikarenakan katalis  $Fe_3O_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $TiO_2$  memiliki pH berkisar 6,1 pada pH<sub>pzc</sub> yang menandakan bahwasanya  $Fe_3O_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $TiO_2$  pada kondisi asam, permukaannya akan bermuatan positif dan sebaliknya pada kondisi basa akan bermuatan negatif. Zat warna *Congo Red* bersifat anionik ataupun mempunyai muatan yang negatif sehingga pH-nya bernilai di bawah pH<sub>pzc</sub> dan mengakibatkan efektivitas fotodegradasinya cenderung lebih tinggi (Andari dan Wardhani, 2014). Pada pH 7 tidak terjadi degradasi karena sudah melebihi pH<sub>pzc</sub> dan pH optimum dari *Congo Red*. Oleh sebab itulah pH yang dipergunakan untuk penetapan berikutnya ialah pH 3.

#### 4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Zat Warna

Penetapan keadaan optimum dari pengaruh konsentrasi zat pewarna *Congo Red* ditetapkan dengan mempergunakan variasi konsentrasi 25 ppm, 30 ppm, 35 ppm, 40 ppm, 45 ppm dan 50 ppm sejumlah 15 mL dengan jangka waktu 60 menit serta pH yang dipergunakan dilakukan pengaturan jadi pH 3 selaras dengan keadaan yang paling baik dari tahapan sebelumnya. Hasil penetapan keadaan optimal pengaruh konsentrasi dapat dilihat pada gambar 14 dan perhitungan lampiran 11.



Gambar 14. Kurva presentase degradasi pengaruh konsentrasi zat warna *Congo Red*

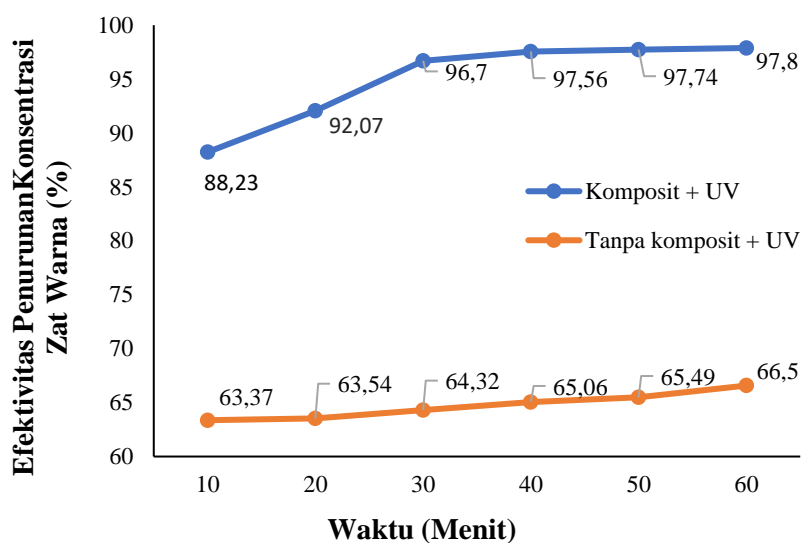


Gambar 14 memperlihatkan kurva hubungan diantara konsentrasi zat warna *Congo Red* dengan efektivitas penurunan konsentrasi zat pewarna *Congo Red*. Diperolehkan bahwasanya konsentrasi yang paling baik dari zat pewarna *Congo Red* oleh komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  ialah konsentrasi 30 ppm dengan persentase efektivitas penurunan konsentrasi sebesar 98,11 %. Besarnya konsentrasi dari *Congo Red* yang dipergunakan maka akan menyebabkan banyaknya jumlah molekul yang tersedia dimana hal tersebut akan mengakibatkan terjadinya persaingan diantara molekul *Congo Red* untuk teradsorpsikan oleh komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dan pada akhirnya akan mengakibatkan terjadinya penurunan dari proses pengadsorpsian yang berlangsung (Muslimah dkk, 2019). Lebih lanjut, besarnya konsentrasi *Congo Red* akan memberikan pengaruh pada sinar Vis yang tiba pada komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ . Apabila sinaran Vis yang tiba pada fotokatalisnya mengalami pengurangan maka hal tersebut akan menyebabkan kemampuan elektron untuk melakukan interkasi juga akan mengalami penurunan. Sehingga hasil OH radikal yang diperoleh juga tergolong sedikit serta kemampuan mengoksidasi *Congo Red* mengalami penurunan (Andari dan Wardhani, 2014).

Penetapan keadaan terbaik pengaruh konsentrasi zat warna *Congo Red* juga dilaksanakan dengan tidak mempergunakan komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ . Hasil yang didapatkan ialah 59,96 % pada konsentrasi zat pewarna *Congo Red* 30 ppm. Pada saat proses penyinarannya telah dilaksanakan maka diketahui bahwasanya tidak ditemukan warna yang berubah dari *Congo Red*. Hal tersebut memberikan pembuktian bahwasanya foton saja tidak memiliki kemampuan untuk memecahkan ikatan kromofor pada zat warnanya (Andari dan Wardhani, 2014).

#### **4.2.3 Pengaruh Waktu Kontak**

Penetapan keadaan yang paling baik dari pengaruh waktu penyinaran zat warna *Congo Red* ditetapkan dengan variasi waktu yakni 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Volume *Congo Red* yang dipergunakan sejumlah 15 mL dengan keadaan pH 3 serta konsentrasi *Congo Red* yang dipergunakan ialah 30 ppm. Hal yang didapatkan dapat dilihat pada gambar 15 dan perhitungan pada lampiran 12.



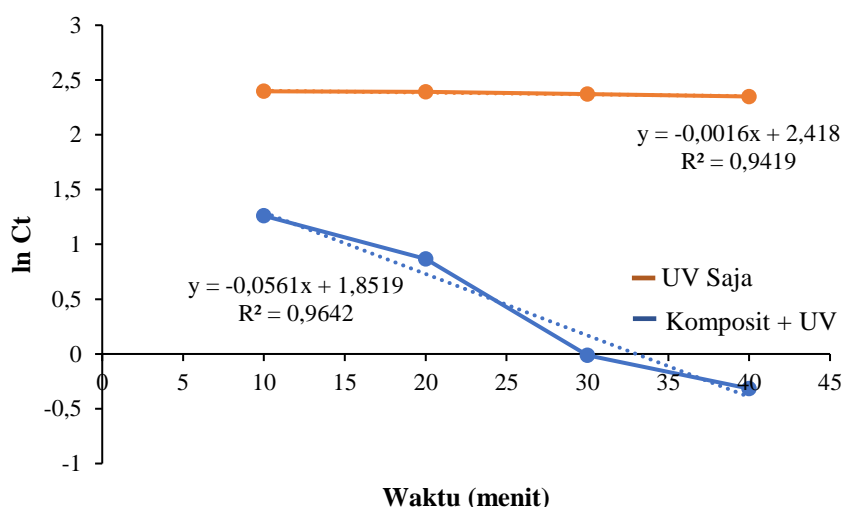
Gambar 15. Kurva presentase degradasi pengaruh waktu kontak zat warna *Congo Red*

Gambar 15 menunjukkan kurva hubungan diantara lama waktu penyinaran dengan efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red*. Waktu penyinaran yang semakin lama akan mempengaruhi konsentrasi zat warna *Congo Red*. Semakin lama penyinaran maka akan semakin besar efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red*. Berdasarkan gambar tersebut bisa disimpulkan bahwasanya kenaikan signifikan efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red* oleh komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  ialah 40 menit dengan efektivitas sebesar 97,56 %. Dari menit ke 50 hingga 60 menit banyaknya *Congo Red* yang terdegradasi cenderung tetap atau konstan dikarenakan kemampuan fotokatalis untuk mendorong eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi tidak bertambah sehingga  $\text{OH} \cdot$  (OH radikal) tetap (Muslimah dkk, 2019).

Perbandingan penetapan waktu optimum dilaksanakan dengan tidak diberikannya tambahan komposit. Penurunan yang paling besar dialami pada waktu 60 menit yang mana persentasenya 66,58 % saja. Hal tersebut tentunya mempunyai perbedaan yang signifikan dengan persentase efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red* yang ditambahkan komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dimana besaran efektivitas penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red* yakni 97,56 %.

### 4.3 Penentuan Kinetika Degradasi Zat Warna *Congo Red*

Data pengaruh waktu yang didapatkan dapat digunakan untuk menghitung laju degradasi dengan menggunakan orde satu. Laju degradasi merupakan daya degradasi pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  yang mampu melakukan degradasi zat warna *Congo Red* pada konsentrasi dan waktu tertentu. Data perhitungan laju degradasi pada komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  dapat dilihat pada lampiran 13. Data perhitungan model kinetika pada Gambar 16.



Gambar 16. Kurva Kinetika Degradasi Zat Warna *Congo Red*

Gambar 16 memperlihatkan bahwasanya penambahan komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  menghasilkan nilai konstanta laju reaksi yang besar yaitu 0,056/menit dibandingkan penyinaran tanpa penambahan katalis yaitu 0,0016/menit. Hal ini bisa membuktikan bahwasanya penambahan komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  bisa mempercepat laju reaksi. Semakin besar nilai konstanta laju reaksi maka reaksi akan berjalan semakin cepat. Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  berperan sebagai katalis dalam reaksi namun bukan sebagai pereaksi ataupun produk yang bekerja dengan cara menurunkan energi aktivasi yang diperlukan untuk terjadinya suatu reaksi. Ketika energi aktivasi yang diperlukan rendah, maka reaksi akan berjalan lebih cepat. Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  ikut terlibat dalam reaksi namun tidak mengalami perubahan kimia maka katalis ini akan dijumpai kembali dalam bentuk dan jumlah yang sama seperti sebelum reaksi (Chang, 2004).

#### 4.4 Analisis Data

##### 4.4.1 Hasil Karakterisasi *Total Organik Carbon* (TOC)

Zat warna *Congo Red* sebelum degradasi dan setelah degradasi yang diperoleh dari setiap kondisi optimum selanjutnya diuji dengan alat TOC guna untuk mengetahui jumlah karbon yang terkandung di dalam zat warna *Congo Red* sebelum dan setelah degradasi. Volume *Congo Red* yang dipergunakan sejumlah 15 mL dengan kondisi pH 3 pada konsentrasi 30 ppm selama 40 menit. Hasil karakterisasi TOC dapat dilihat pada tabel 5 dan hasil perhitungan persentase degradasi disajikan pada lampiran 14.

Tabel 4. Hasil Karakterisasi TOC *Congo Red* sebelum dan sesudah degradasi

Keterangan	Ppm (konsentrasi)
Sebelum Degradasi	31,34
Setelah Degradasi	0,20
% Degradasi	99,36 %

Berdasarkan tabel 4 dapat dilihat bahwasanya terdapat penurunan jumlah karbon yang terkandung pada zat warna *Congo Red* setelah degradasi. Maka bisa dikatakan bahwasanya zat warna *Congo Red* terdegradasi oleh komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  dengan persen degradasi 99,36 %.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

1. Sintesis komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  telah berhasil disintesis dengan mendapatkan hasil berupa serbuk yang warnanya hitam kecoklatan. Keberhasilan sintesis bisa dibuktikan dengan hasil karakterisasi. Hasil karakterisasi XRD berdasarkan JCPDS No. 00-021-1272 memperlihatkan puncak yang sama pada sudut  $48.0^\circ$ ,  $53.9^\circ$ ,  $55.1^\circ$  dan  $62.7^\circ$  dengan intensitas tertinggi puncak pada sudut  $25.3^\circ$  dengan ukuran kristal sebesar 33,49 nm. SEM-EDS memperlihatkan struktur morfologi yang agregat dan memiliki unsur penyusun terdiri dari C (11,50%), N (0,53%), O (37,44%), Fe (42,74%) dan Ti (5,75%). Nilai magnetisasi saturasi dari komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  sebesar 55,26 emu/g dan nilai *band gap* sebesar 1,83 eV. Hasil pH<sub>pzc</sub> dari komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  ialah 6,1
2. Kondisi terbaik penurunan konsentrasi zat warna *Congo Red* oleh komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  berada pada pH 3 dengan konsentrasi 30 ppm dan waktu penyinaran selama 40 menit dengan efektivitas penurunan konsentrasi sebesar 97,56 %.
3. Hasil TOC memperlihatkan bahwasanya zat warna *Congo Red* sebelum degradasi mengandung karbon sebesar 31,34 ppm dan setelah degradasi sebesar 0,20 ppm yang memperlihatkan bahwasanya kandungan karbon pada *Congo Red* telah terdegradasi 99,36%

#### 5.2 Saran

Perlu dilakukannya kajian lanjutan dengan mempergunakan zat warna lainnya untuk mengetahui efektivitas kerja pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M dan Khairurrijal. 2009. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1): 1-9.
- Afrozi, A dan Sudaryanto. 2016. *Penambahan N Pada TiO<sub>2</sub> dan Pengaruhnya Pada Energi Band Gap TiO<sub>2</sub> Sebagai Bahan Pengolahan Limbah*. Prosiding Nasional Teknologi dan Aplikasi Reaktor Nuklir ISBN 976-602-6432-00-9
- Agustina., Swantara,I.M.D dan Suartha, I.N. 2015. Isolasi kitin, karakterisasi, dan sintesis kitosan dari kulit udang. *Jurnal Kimia*, 9(2): 271-278.
- Alegret, N. , Criado, A. , and Prato, M. 2017. Recent Advances of Graphene-based Hybrids with Nanoparticles for Biomedical Applications. *Current Medicinal Chemistry*, 24(5) : 529 – 536
- Andari, N.D. dan Wardani, S. 2014. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit untuk degradasi metilen biru. *Chem Prog* 7 (1) : 9 – 14
- Atmono, T. M., Prasetyowati, R., dan Kartika, A. M. R. 2015. Pembuatan Prototipe Vibrating Sample Magnetometer Untuk Pengamatan Sifat Magnetik Lapisan Tipis. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah*, 57- 66
- Banisharif, A., Elahi, S.H., Firooz, A.A., Khodadadi, A. A., & Mortazavi, Y. 2013. TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocomposite Photocatalysts for Enhanced Photo-Decolorization of *Congo Red* Dye, *Int. J. Nanosci. Nanotechnol.*, 9, 193-202.
- Boxi, D.S and Paria, S. 2014. Effect of Silver Doping on TiO<sub>2</sub> CdS, and ZnS Nanoparticles for the Photocatalytic Degradation of Metronidazole Under Visible Light. *Journal Society of Chemistry*, 4 :37752-37760
- Budiatin, A. S. 2014. *Pengaruh Glutaraldehid sebagai Cross-link Agent gentamisin dengan Gelatin terhadap peningkatan efektivitas Bovine Hydroxyapatite-Gelatin sebagai Sistem Penghantaran Obat dan Pengisi Tulang*. Surabaya : Universitas Airlangga
- Chang, J., Zhang, Q., Liu, Y., Shi, Y., and Qin, Z. 2018. Preparation of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> magnetic photocatalyst for photocatalytic degradation of phenol. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*.
- Chang, R. 2004. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Christina M., Mu'nisatun S, Rany Saptajaji, dan Djoko Marjanto. 2007. Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo ( Metil Orange ) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 keV/10 mA. *JFN. Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir-BATAN*,11 (1) : 31–44.

- Cotton, F., & Wilkinson, G. 1999. *Advanced Inorganic Chemistry (6th ed.)*. New York: Jhon Wiley and Sons.
- Couto, S.R. 2009. Dye Removal by Immobilised Fungi. *Journal of Biotechnology Advances*, 27 : 227-235.
- Dewi, S.H dan Ridwan. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel  $Fe_3O_4$  Magnetik Untuk Adsorpsi Kromium Heksavalen. *Jurnal Sains Materi Indonesia*,13(2) : 136-140
- Djarwanti, Cholid, S., Yuniati, A. 2008. Degradasi Fotokatalitik Polutan Organik dalam Air Limbah Menggunakan  $TiO_2$  Nanopartikel Sistem Lapisan Tipis-Alir. *Jurnal Lingkungan*, 3(9) : 109-117.
- Dompeipen, E. J., Kaimudin, M., Dewa Balai Riset dan Standarisasi Industri Ambon, R. P., Cengkeh, J., & Merah Ambon, B. (2016). Isolasi Kitin dan Kitosan dari Limbah Kulit Udang. *Majalah BIAM*, 12(1), 32– 38.
- Dutta, P. K., Dutta. J., and Tripathi, V.S. 2004. Chitin and Chitosan: Chemistry, Properties and Application. *Journal of Scientific and Industrial Research*, 63: 20-31
- Elingham *et al.*. 2017. *Guano di Gua Bau-Bau Kalimantan Timur Menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM)*. *Pillar of Physics*, 1, 97-104.
- Hariani, P, L., Muhammad, F., Ridwan., Marsi., dan Dedi, S. 2018. Synthetis and Properties of  $Fe_3Al_4$  Nanoparticles by Coprecipitation Method for Removing Procion Dyes. *International Journal of Environmental and Development Sciences*, 4(3): 366-340.
- Hariani, P. L., Muhammad, F., & Dedi S. 2013. Synthesis and Properties of  $Fe_3O_4$  Nanoparticles by Co-Precipitation Method to Removal Procion Dye. *International Journal of Environmental Science and Development*, 4(3), 336–340.
- Hasri. 2010. Prospek Kitosan dan Kitosan Termodifikasi Sebagai Biopolimer Alami yang Menjanjikan. *Jurnal Chemical*,11(1) : 1-10.
- Husain, S., Surjaya, Haryanti, N. H. Manik, T. N., Sudarningsih., Radiansono., Hutasoit, S. M., dan Riyanto, A. 2019. Potensi Nanokomposit  $Fe_3O_4$  dari Bijih Besi sebagai Pendeteksi Kadar Glukosa. *Positron*, 9(2) : 44-52
- Husain, S., Suryajaya., Ninis, H, H., Tetti, N,M., Surdaningsing., Radiansono., Sepfina, M.. H dan Agus, R. 2019. Potensi Nanokomposit  $Fe_3O_4$  dari Bijih Besi sebagai pendeteksi Kadar Glukosa. *Jurnal Positron*, 9(2) : 44-45
- Irawan, A. 2019. Kalibrasi Spektrofotometer Sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran Dalam Kegiatan Penelitian dan Pengujian. *Indonesia Journal Of Laboratory*, 1(2): 1-2

- Januariawan, I. W., Suyasa, I. W. B., dan Gunawan, I. W.G. 2019. Biodegradasi Congo red Menggunakan Biofilm Yang Ditumbuhkan Dengan Inokulum Suspensi Aktif Pada Permukaan Batu Vulkanik. *Jurnal of Applied Science*, 7(1) : 36-45.
- Jin, Z. Dong, Y., Dong, N., Yang, Z., Wang, Q., Lei, Z and Su, B. 2017. One-step synthesis of magnetic nanocomposite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/C based on the waste chicken feathers by a green solvothermal method. *Mathetials Letter*
- Kautsar, A., Ramadhana, K., Wardhani, S., & Purwonugroho, D. 2013. Fotodegradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Zeolit Dengan Penambahan Ion Persulfat. *Jurnal Kimia*, 1(2), 168–174.
- Lanos, R., Pacurariu, C., and Mihoc, G. 2014. Magnetite/carbon nanocomposite prepared by an innovative combustion synthesis technique- Excellent Adsorbent materials. *Ceramics International*, 40 (8) : 13649-13657
- Linsebigler, A.L., Guangquan, L., Yates, J.T. 1995. Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> surface: principles, mechanism and selected result. *Chem Rev*, 95 : 735-758
- Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A dan Sunaryono. 2018. Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *Journal of Physical Science and Engineering*, 3(1) : 8-15
- Luntungan, C. L., Aritonang, H. F., dan Kamu, V. S. 2019. Sintesis Nanopartikel Kobalt Ferrit (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Menggunakan Ekstrak Daun Binahong (*Anredera cordifolia* (Ten) Steenis) dan Aplikasinya Sebagai Antibakteri. *Chem.Prog*, 12(1), 33-38.
- Ma, P., Luo, Q., Chen, J. 2012. Intraperitoneal injection of magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-nanoparticle induces hepatic and renal tissue injury via oxidative stress in mice. *International journal of nanomedicine*, 2(7) : 4809
- Maazinejad, Behnam. 2015. Enhanced removal of toxic Congo red dye using multi walled carbon nanotubes: Kinetic, equilibrium studies and its comparison with other adsorbents. *Journal of Molecular Liquids*, 212 : 266-271
- Mahmuda, D., Sakinah, N., dan Suharyadi, E. 2014. Adsorpsi Logam Tembaga (Cu), Mangan (Mn) dan Nikel (Ni) dalam Artifical Limbah Cair dengan Menggunakan Nanopartikel Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). *Journal of Applied Physics*, 4(2) : 126-133
- Menteri Negara Lingkungan Hidup. 2010. *Baku Mutu Air Limbah Bagi Kawasan Industri*. Jakarta
- Mima, S., Miya, M., Iwamoto, R. and Yoshikawa, S. 1983. *Jurnal Appl Polym Sci*, 28(6) : 1909 – 1917.



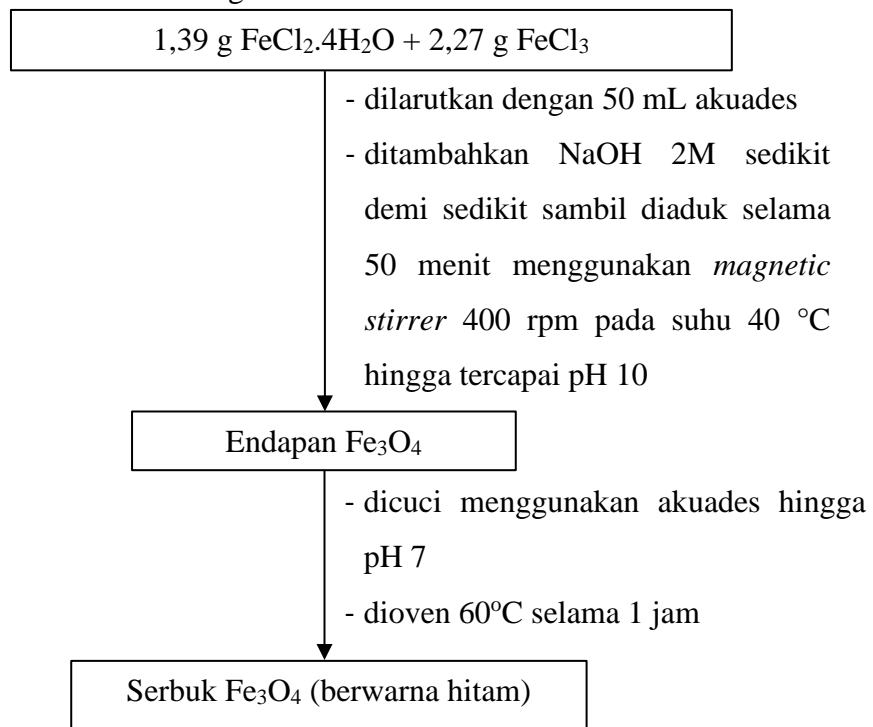
- Misrha, V., Warshi, M and Rajesh, P. 2019. Investigation of temperature-dependent optical properties of TiO<sub>2</sub> using diffuse reflectance spectroscopy. *SN Applied Sciences*, 1(2) :10
- Miyake, M., Takayuki, M., Shunsuke, N., and Yoshikazu. K. 2015. Water Treatment Efficacy of Various Metal Oxide Semiconductors for Photocatalytic Ozonation Under UV and Visible Light Irradiation. *Chemical Engineering Journal*, 264 : 221–229.
- Modhirshahla, N. Aydin, H., Mohammad, A. B., and Rajab, R. 2011. Effect of Operational Parameters on Decolorization of Acid Yellow 23 from Wastewater by UV Irradiation using ZnO and ZnO/SnO<sub>2</sub> Photocatalysts. *Journal Desalination*. 271: 187-192
- Mulyatno, B. S., Dewanto, O., & Rizky, S. 2018. Determining Layer Oil Shale as New Alternative Energy Sources Using Core Analysis and Well Log Method. *International Journal of Engineering & Technology*, 7 (ISSN: 2227524X), 941 –949.
- Muslimah, Fitri & Mustikasari, Kamilia & Yunus, Rahmat. 2019. Pengaruh Aerasi Terhadap Degradasi *Congo Red* Secara Fotokimia dengan TiO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 13(1) : 29-38
- Neldawati, R., dan Gusnedi. 2013. Analisis Nilai Absorbansi dalam Penentuan Kadar Flavonoid untuk Berbagai Jenis Daun Tanaman Obat. *Pillar of Physics*, 2 : 76-83
- Nugroho, R. T. dan Imelda, F. 2017. Efektivitas Fotodegradasi Zat Warna Alizarine Red-S Menggunakan Oksidator Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>. *Analytical and Environmental Chemistry*, 2(2): 26-37.
- Oktaviani, E., Nasri, M.Z dan Deswardani, F. 2020. *Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetite) Dari Pasir Besi Sungai Batanghari Jambi Yang Dienkapsulasi Dengan Polyethylene Glycol (Peg-4000)*. *Jurnal Pendidikan Fisika Tadulako*, 8 (3) : 97-103
- Parent, Y., D. Blake. 1996. Solar Photocatalytic Process for the Purification of Water: State of Development and Barriers to Commercialization. *Solar Energy*, 56: 429-437
- Peters, K.E. and Cassa, M.R. 1994. Applied Source-Rock Geochemistry. In: Magoon, L.B. and Dow, W.G., Eds., The Petroleum System. *Journal of Petroleum Geologists*, 93-120
- Pietrzyk, Paulina & Thu Phuong, Nguyen & J. Olusegun, Sunday & Nguyen, Hong & hong nam, Nguyen & Thanh, Thi & Giersig, Michael & Krysiński, Paweł & Osial, Magdalena. 2022. Titan Yellow and *Congo Red* Removal with Superparamagnetic Iron-Oxide-Based Nanoparticles Doped with Zinc. *Magnetochemistry*. *Journal Magnetochemistry*, 8 : 1-24.

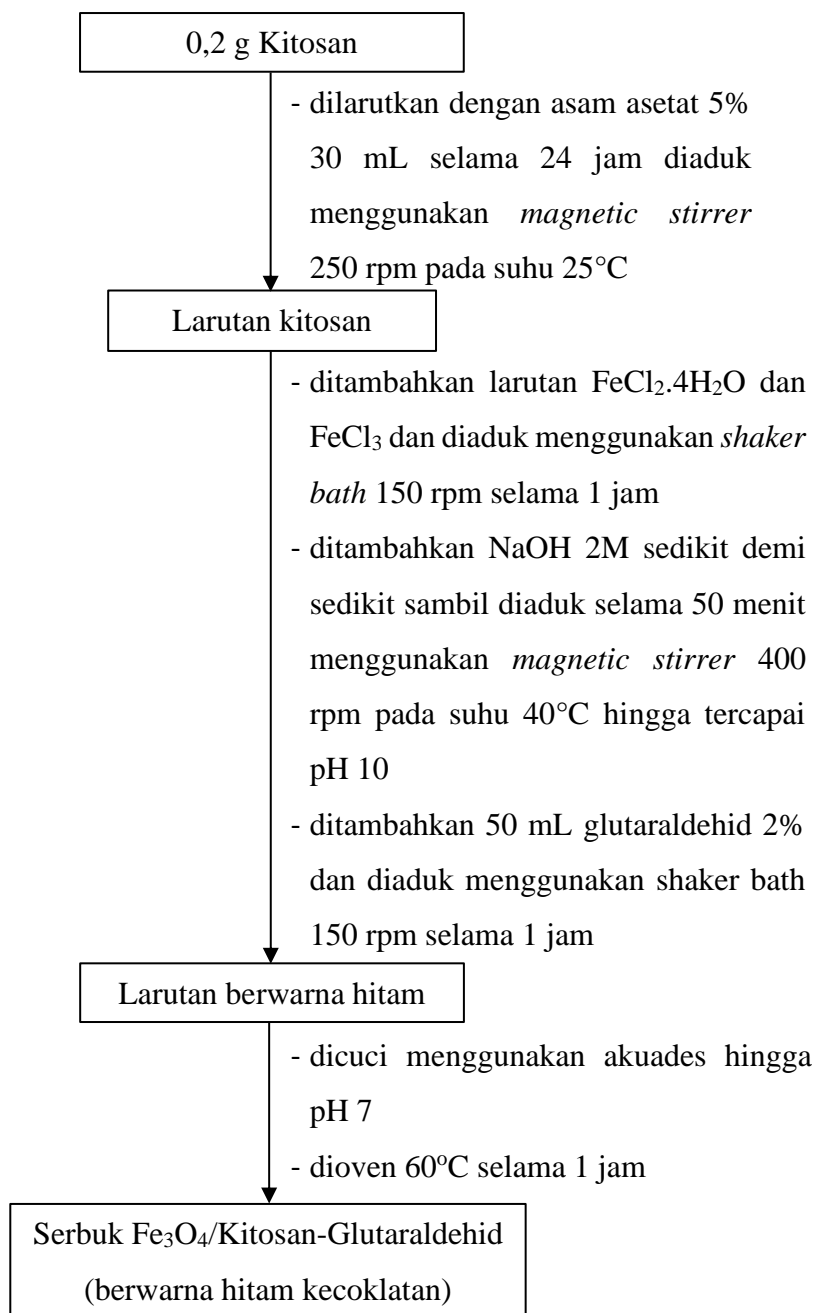
- Pongkesu, A. 2006. *Metal Semikonduktor & Insulator*. Yogyakarta : Lingua Kata.
- Pramesti, S., Khabibi, K dan Prasetya, N. 2012. Pemanfaatan Kitosan Termodifikasi Asam Askorbat sebagai Adsorben Ion Logam Besi(III) dan Kromium(III). *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 15 : 70
- Prasetyowati, R., Widiawati, D., Swastika, P. E., dan Warsono, A. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Berbasis Pasir Besi Pantai Glagah Kulon Progo Dengan Metode Kopresipitasi Pada Berbagai Variasi Konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$ . *Jurnal Sains Dasar*, 10(2) 57-61
- Puspo, Goet. 2009. *Pemilihan Bahan Tekstil*. Kanisius. Yogyakarta
- Rabea, E. E., Badawy, M .E .T., Stevens, C. V., Smagghe, G., and Steurbout, W., 2003. *Chitosan as Antimicrobial Agent: Application and Mode of Action*, *Biomacromolecules*, 4 : 1457-1465.
- Raval, A., Panchal, N. dan Jotania, R. 2013. Structure Properties and Microstructure of Cobalt ferric Particles Synthesized by A Sol-Gel Auto Combustion Method. *International Journal of Modern Physics*, 22(1) , 319-324
- Reghioua, A., Barkat, D., Jawad, A.H., Abdulhameed, A.d., Rangabhashisyam, S., Khan, M.R., and Alothman, Z. A. 2021. Synthesis of Schiff's base magnetic crosslinked chitosan-glyoxal/ $\text{ZnO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles for enhanced adsorption of organic dye: Modeling and mechanism study. *Sustainable Chemistry and Pharmacy* 20 100379
- Rilda, Y., S. Arief, A. Dharma, dan A. Alif. 2010. Modifikasi dan Karakterisasi Titania ( $\text{M-TiO}_2$ ) Dengan Doping Ion Logam Transisi Feni dan Cuni. *Jurnal Natur Indonesia*, 12(2) : 178 – 185.
- Rohindra, D.R., Ashveen V. Nand., Jagjit R. Khurma. 2004. Swelling Properties of Chitosan Hydrogel. *The South Pacific Journal of Natural Science*, 22(1) 32-35.
- Sartika, D. 2016. Sifat Magnetik Adsorben Nanopartikan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terhadap Adsorpsi Logam Berat (Co dan Fe) dalam Larutan. *Jurnal Pembelajaran Fisika*, 4(5) : 631-641.
- Saud, K., Sawsan., Nacir, T., Anas, A and Ihab, O. 2017. Novel Method for Synthesis of  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{TiO}_2$  Core/Shell Nanoparticles. *Surface and Coating Technology*, 322 : 92-98.
- Sawhney, R., dan Kumar, A. 2011. Congo Red (Azo dye) Decolourization by Local Isolate VT-II Inhabiting Dye Effluent Exposed Soil. *International Journal of Environmental Science*, 1
- Scaife, D. E. 2005. Oxide Semiconductor in Photoelectrochemical Conversion of Solar Energy. *Solar Energy*, 25 : 41-54

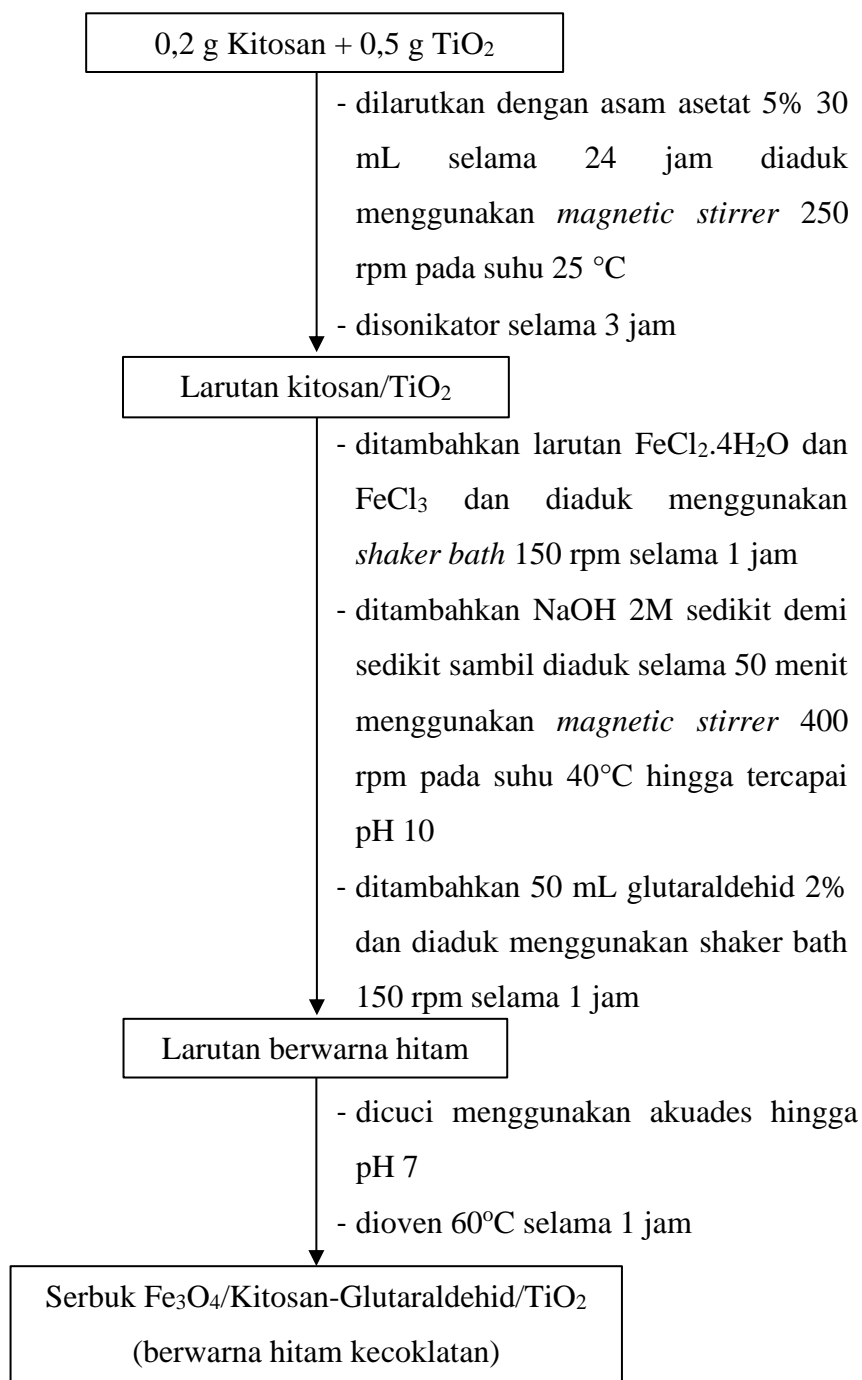
- Setiabudi, A., Hardian, R dan Muzakir, A. 2012. *Karakterisasi Material : Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung : UPI Press
- Simamora, P., & Krisna, K. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Sifat Magnetik Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Montmorilonit Berdasarkan Variasi Suhu. *Prosiding Seminar Nasional Fisika (e-journal)*, 4 : 3-5
- Sofiana, N. D. 2011. Pembuatan Membran Fotokatalitik dari Selulosa Diasetat Serat Daun Nanas (Ananas comocus) dan TiO<sub>2</sub> untuk Mendegradasi Congo Red. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Sugiyana , D dan Soenoko, B. 2017. Identifikasi Mekanisme Fotokatalitik Pada Degradasi Zat Warna Azo Reactive Black 5 Menggunakan Katalis Mikropartikel TiO<sub>2</sub>. *Jurnal Arena Tekstil*, 31(2) : 115-124
- Tapalad, T., Neramittagapong, A., Neramittagapong, S and Boonmee, M. 2008. Degradation of Congo Red dye by ozonation., *Chiang Mai Journal of Science*, 35(1), 63–68.
- Tussa'adah, R. dan Astuti. 2015. Sintesis Material Fotokatalis TiO<sub>2</sub> untuk Penjernihan Limbah Tekstil. *Jurnal Fisika Unand*. 4(1): 91-96.
- Villegas, Victor & de Leon Ramirez, Jesus & Hernández-Guevara, Esteban & Sicairos, Sergio & Hurtado, Lilia & Sánchez, Bertha. 2019. Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles for photocatalysis of nitrobenzene. *Journal of Saudi Chemical Society*, 24 : 10
- Widihati, I. A. G., Ni, P. D., dan Yuliana, F. N. 2011. Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Jurnal Kimia*, 5(1): 31-42.
- Widyandari, H dan Budiman, M. 2004. *Jurnal Berkala Fisika*, 7(1): 28-34.
- Winatapura, D. S dan Yusuf, S. 2014. Sintesis Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> dan Aplikasinya untuk mendegradasi Limbah Zat Warna Methylene Blue. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 15(3) : 147-152
- Wiyarsi, A. dan Erfan P. 2008. Pengaruh Konsentrasi Kitosan dari Cangkang Udang Terhadap Efisiensi Penjerapan Logam Berat. *Jurnal UNY*, Hal. 1-27.
- Wulandari, I. O., Wardhani, S dan Purwonugroho, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Zno pada Zeolit. *Kimia Student Journal*, 1(2), 243- 247.
- Yaneva, Z. L., dan Georgieva, N. V. 2012. Insight Into Congo Red Adsorption on Agro-Industrial Materials-Spectral, Equilibrium, Kinetic, Thermodynamic, Dynamic and Desorption Studies. A Review. *International Review of Chemical Engineering*, 4(2).

# LAMPIRAN

## Lampiran 1. Diagram Alir Prosedur Penelitian

Lampiran 1.1 Sintesis Nanomagnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 

Lampiran 1.2 Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan-Glutaraldehyd

Lampiran 1.3 Sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan-Glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>

Lampiran 2. Reaksi Pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Dengan perbandingan 2:1 mol = 0,014 : 0,007

$$\text{Mr FeCl}_3 = 162,5 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 198,81 \text{ g/mol}$$

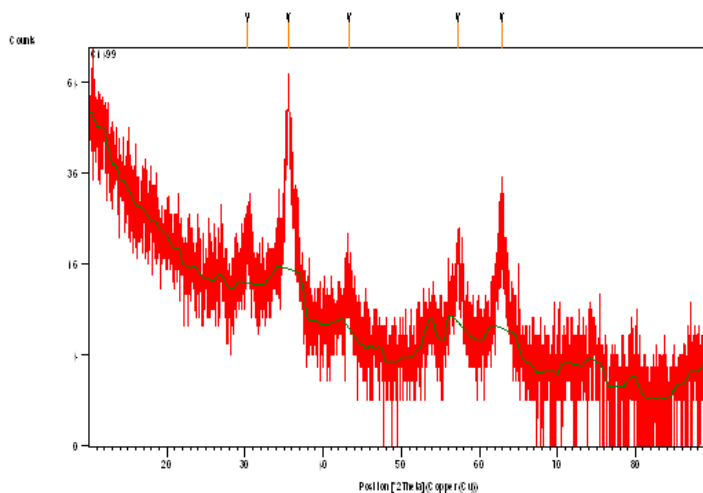
$$\text{Mr Fe}_3\text{O}_4 = 242 \text{ g/mol}$$

- g FeCl<sub>3</sub> = mol x Mr  
= 0,014 mol x 162,5  
= 2,27 g
- g FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O = mol x Mr  
= 0,007 mol x 198,81  
= 1,39 g
- g Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> = mol x Mr  
= 0,007 mol x 242  
= 1,69 g



Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehid}$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehid}/\text{TiO}_2$

- $\text{Fe}_3\text{O}_4$



Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel.Int. [%]
30.3332	10.87	0.6298	2.94670	26.27
35.5395	41.38	0.7872	2.52606	100.00
43.3257	5.43	0.9446	2.08844	13.12
57.2620	10.90	0.6298	1.60891	26.34
62.8189	16.44	0.7680	1.47807	39.72

Perhitungan penentuan ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* :

Diketahui :

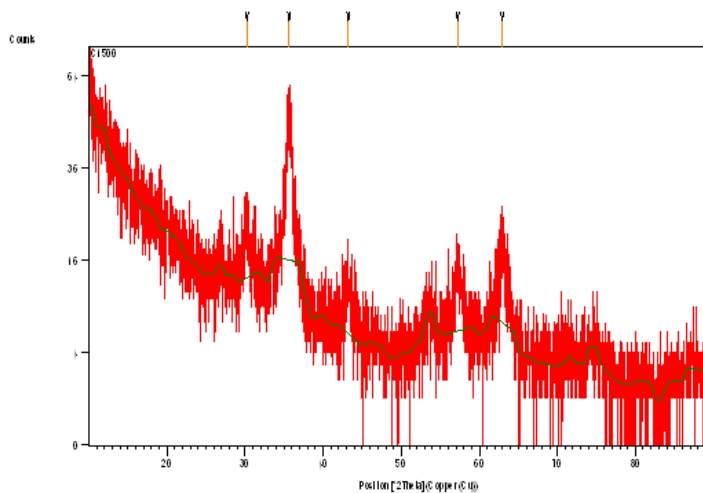
- $2\theta = 35,5395$   
 $\theta = 17,76975 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,30208575 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,7872 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0133824 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0133824 \cos (0,30208575)} = 5,75 \text{ nm}$
- $2\theta = 62,8189$   
 $\theta = 31,4094 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,53396065 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,7680 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,013056 \text{ rad}$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,013056 \cos(0,53396065)} = 7,43 \text{ nm}$$

- $2\theta = 57,2629$
- $\theta = 28,63145 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$
- $= 0,48673465 \text{ rad}$
- $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$
- $K = 0,5 \text{ nm}$
- $\beta = 0,6298 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$
- $= 0,0109865 \text{ rad}$
- $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0109865 \cos(0,48673465)} = 7,01 \text{ nm}$

Didapatkan nilai rata-rata sebesar  $\frac{5,75 \text{ nm} + 7,43 \text{ nm} + 7,01 \text{ nm}}{3} = 6,73 \text{ nm}$

- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehid}$



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.2565	8.98	0.9446	2.95400	23.78
35.6313	37.76	0.6298	2.51977	100.00
43.2618	6.21	0.9446	2.09138	16.45
57.2372	9.01	0.7872	1.60955	23.87
62.9144	12.63	0.9600	1.47606	33.44

- Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (berdasarkan JCPDS no. (00-019-0629):

$$2\theta = 62,9144$$

$$\theta = 31,4572 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$$

$$= 0,5347724 \text{ rad}$$

$$\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$$

$$K = 0,5 \text{ nm}$$

$$\beta = 0,9600 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$$

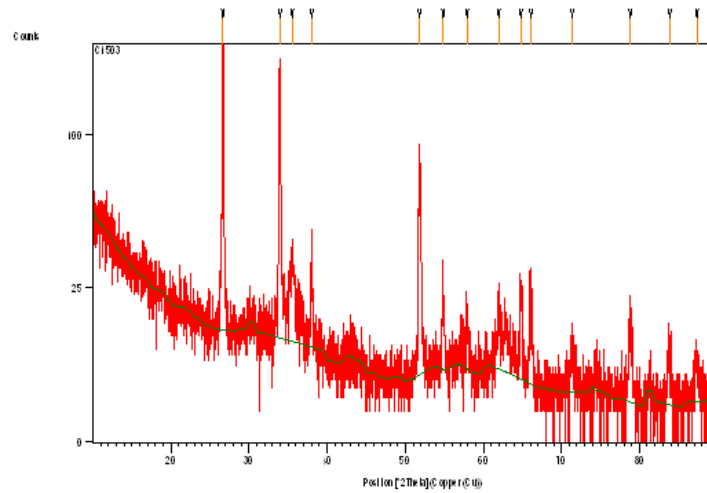
$$\begin{aligned}
 &= 0,01632 \text{ rad} \\
 D &= \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,01632 \cos(0,5347724)} = 4,72 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

- Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd :

- $2\theta = 35,6313$   
 $\theta = 17,81565 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,30286605 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,6298 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0107066 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0107066 \cos(0,30286605)} = 7,19 \text{ nm}$
- $2\theta = 62,8189$   
 $\theta = 31,4094 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,53396065 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,7680 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,013056 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,013056 \cos(0,53396065)} = 7,43 \text{ nm}$
- $2\theta = 57,2372$   
 $\theta = 28,6186 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,4865162 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,7872 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0133824 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0133824 \cos(0,4865162)} = 5,75 \text{ nm}$

Didapatkan nilai rata-rata sebesar  $\frac{7,19 \text{ nm} + 7,43 \text{ nm} + 5,75 \text{ nm}}{3} = 6,79 \text{ nm}$

- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehid}/\text{TiO}_2$



Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
25.3567	126.94	0.1378	3.51260	100.00
48.0950	30.17	0.1968	1.89190	23.77
53.9611	19.89	0.2362	1.69927	15.67
55.1472	16.47	0.3149	1.66549	12.97
62.7471	16.52	0.3936	1.48082	13.02
70.3877	5.57	0.5760	1.33652	4.39

- Ukuran kristal  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (berdasarkan JCPDS no. (00-019-0629):

- $2\theta = 62,7471$
- $\theta = 31,37355 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,53335035 \text{ rad}$
- $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$
- $K = 0,5 \text{ nm}$
- $\beta = 0,3936 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0066912 \text{ rad}$
- $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0066912 \cos(0,53335035)} = 11,14 \text{ nm}$

- Ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  (berdasarkan JCPDS No. 00-021-1272):

- $2\theta = 53,9611$
- $\theta = 26,998055 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,4709660 \text{ rad}$
- $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$
- $K = 0,5 \text{ nm}$
- $\beta = 0,2362 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0041203 \text{ rad}$
- $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0041203 \cos(0,4709660)} = 18,69 \text{ nm}$

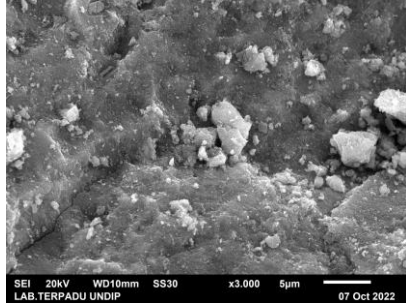
- Ukuran partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>

- $2\theta = 25,3567$   
 $\theta = 17,81565 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,2155 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,1378 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0023 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0023 \cos(0,2155)} = 33,49 \text{ nm}$
  
- $2\theta = 48,0950$   
 $\theta = 24,0475 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,4088075 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,1968 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0033456 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0033456 \cos(0,4088075)} = 22,29 \text{ nm}$
  
- $2\theta = 53,9611$   
 $\theta = 26,998055 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,4709660 \text{ rad}$   
 $\lambda = 1,54060 \text{ \AA} = 0,154060 \text{ nm}$   
 $K = 0,5 \text{ nm}$   
 $\beta = 0,2362 \text{ deg} \times \frac{\pi}{180}$   
 $= 0,0041203 \text{ rad}$   
 $D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,5 \times 0,154060}{0,0041203 \cos(0,4709660)} = 18,69 \text{ nm}$

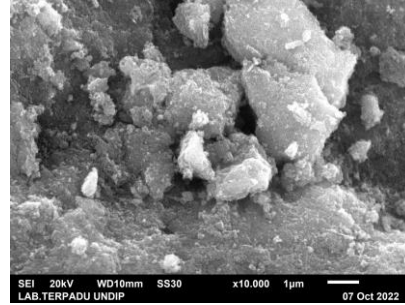
Didapatkan nilai rata-rata sebesar  $\frac{33,49 \text{ nm} + 22,29 \text{ nm} + 18,69 \text{ nm}}{3} = 24,82 \text{ nm}$

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$

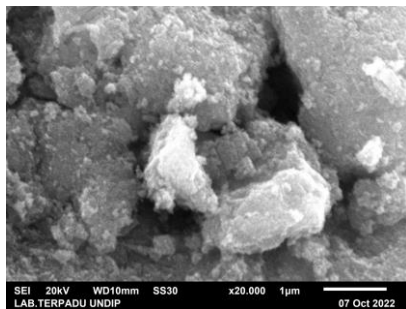
- $\text{Fe}_3\text{O}_4$



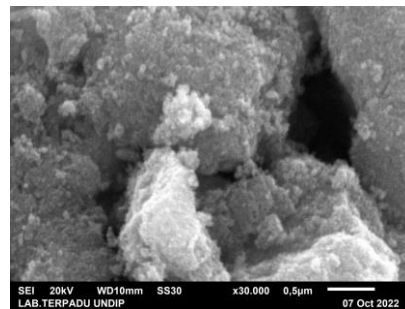
(a). Perbesaran 3.000x



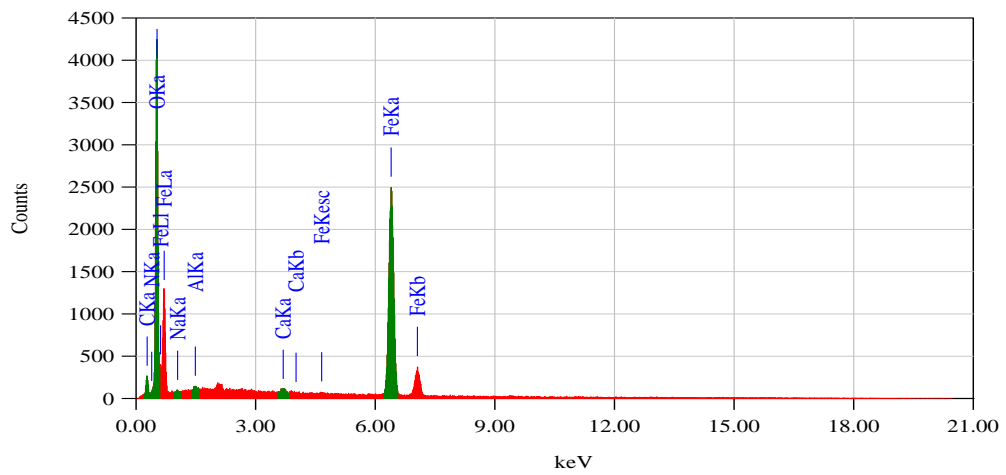
(b). Perbesaran 10.000x



(c). Perbesaran 20.000x

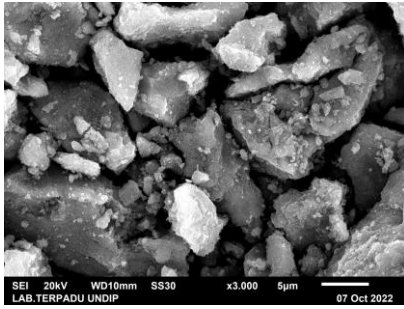


(d). Perbesaran 30.000x

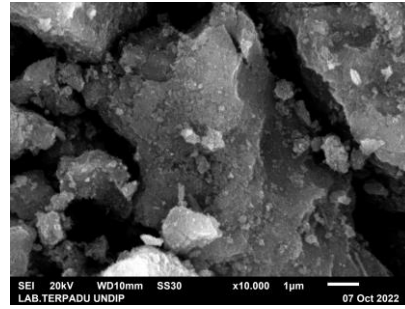


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis							
Fitting Coefficient : 0.0278							
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
K							
H							
C K	0.277	9.42	0.16	17.49			2.2970
N K	0.392	0.18	0.07	0.28			0.2538
O K	0.525	46.12	0.32	64.31			59.8519
Na K	1.041	0.19	0.04	0.19			0.0640
Al K	1.486	0.17	0.03	0.14			0.0749
Ca K	3.690	0.26	0.02	0.14			0.2415
Fe K	6.398	43.66	0.33	17.44			37.2169
Total		100.00		100.00			

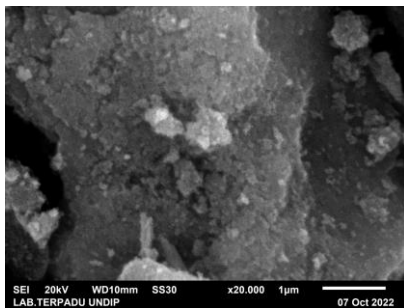
- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehid



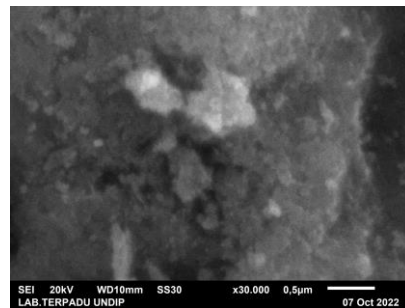
(a). Perbesaran 3.000x



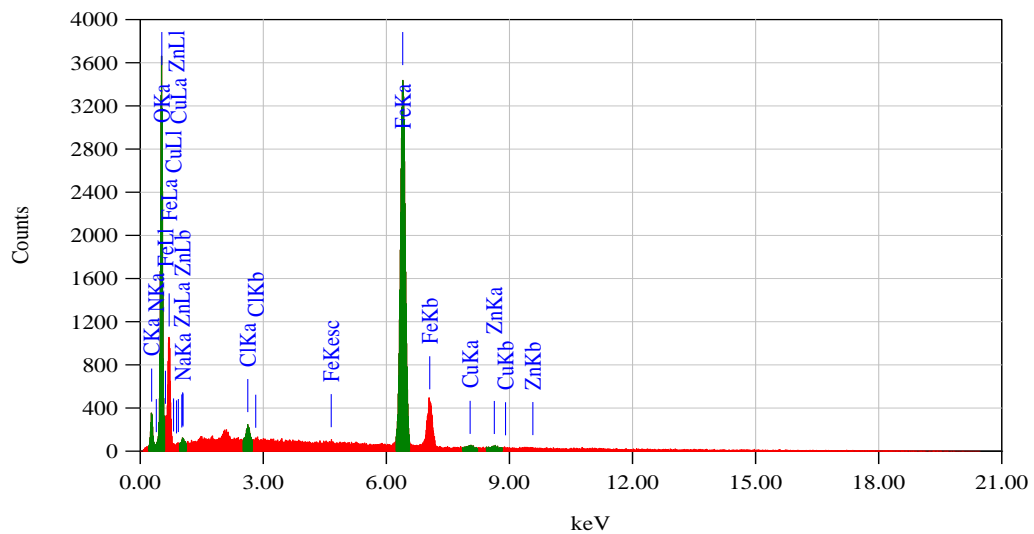
(b). Perbesaran 10.000x



(c). Perbesaran 20.000x

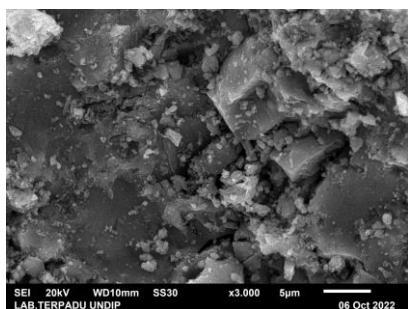


(d). Perbesaran 30.000x

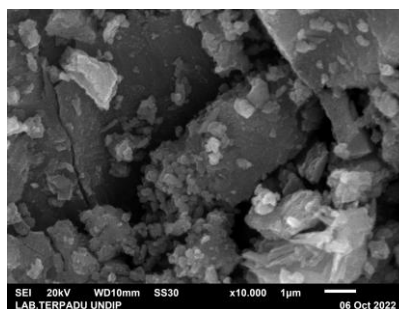


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis							
Fitting Coefficient : 0.0204							
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
K							
H							
C K	0.277	12.03	0.17	24.03			3.0211
N K							
O K	0.525	35.41	0.27	53.07			46.5569
Na K	1.041	0.44	0.04	0.46			0.1610
Cl K	2.621	0.54	0.02	0.36			0.5468
Fe K	6.398	50.39	0.32	21.64			48.6802
Cu K	8.040	0.67	0.06	0.25			0.5874
Zn K	8.630	0.51	0.07	0.19			0.4465
Total		100.00		100.00			

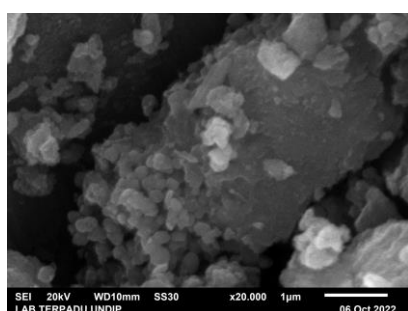
- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$



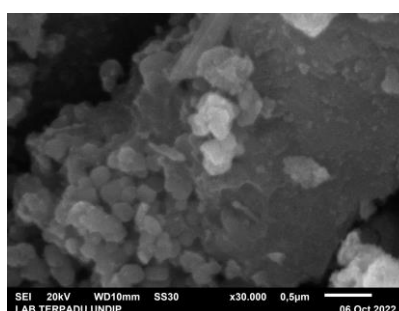
(a). Perbesaran 3.000x



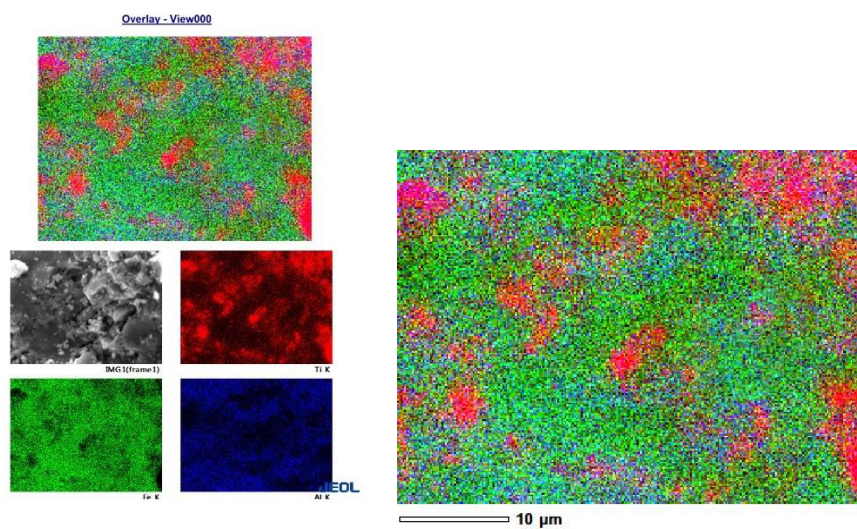
(b). Perbesaran 10.000x



(c). Perbesaran 20.000x



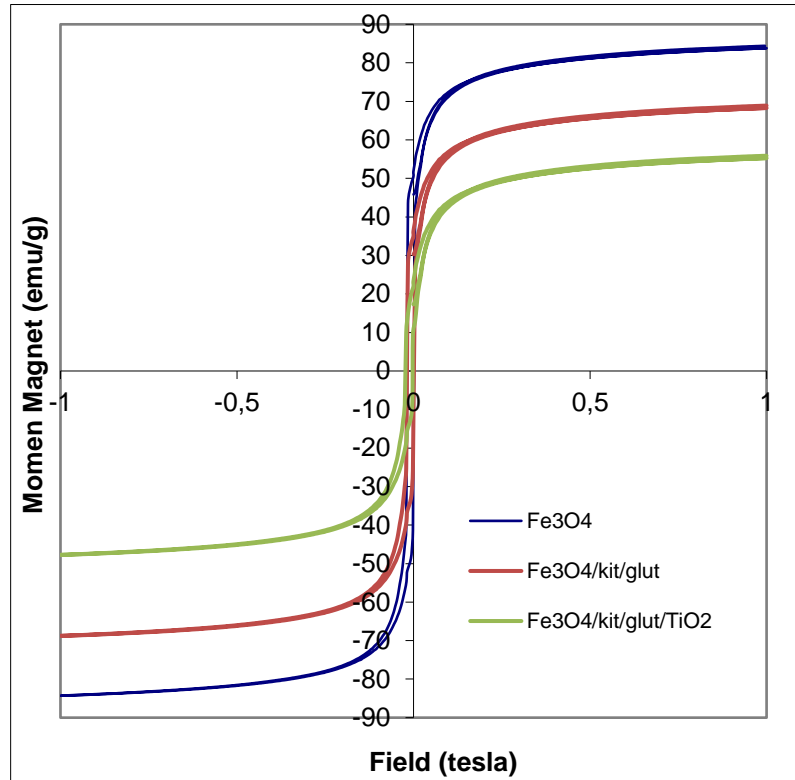
(d). Perbesaran 30.000x



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis							
Fitting Coefficient : 0.0193							
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
K							
H							
C K	0.277	11.50	0.17	22.42			3.3956
N K	0.392	0.53	0.07	0.88			0.8520
O K	0.525	37.44	0.32	54.81			42.4399
Na K	1.041	0.42	0.04	0.42			0.1782
Al K	1.486	0.39	0.03	0.34			0.2193
Cl K	2.621	0.18	0.02	0.12			0.2088
Ti K	4.508	5.75	0.09	2.81			6.4035
Fe K	6.398	42.74	0.30	17.92			45.4492
Zr L	2.042	1.05	0.06	0.27			0.8537
Total		100.00		100.00			

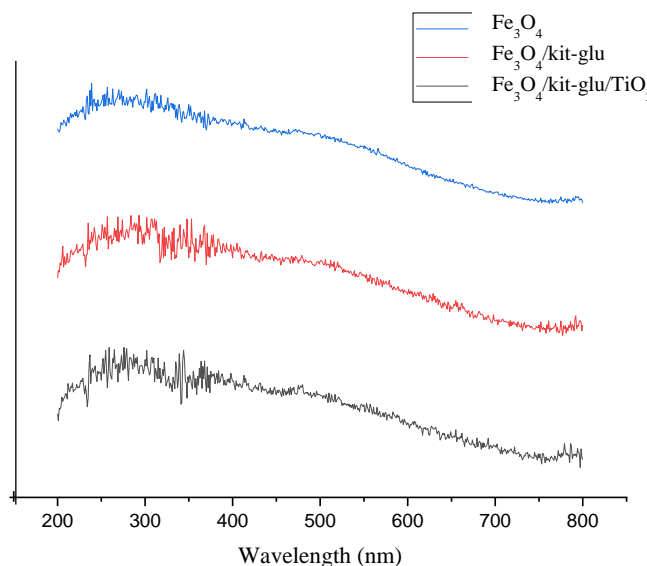


Lampiran 5. Karakterisasi Menggunakan VSM  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$



### Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-VIS DRS

- Panjang gelombang UV-VIS DRS dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$



- Data UV-Vis DRS  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Wavelength (nm)	Absolute %R	Abs	R%	K	S	K/s	Energy (h/v)	F(R) hv	(F(R) hv) <sup>2</sup>
800,00	48,25	0,60	0,48	0,51	0,96	0,53	1,549	0,83	0,69
798,99	53,52	0,62	0,53	0,46	1,07	0,43	1,551	0,67	0,45
797,98	45,17	0,68	0,45	0,54	0,90	0,60	1,553	0,94	0,88
797,00	50,41	0,55	0,50	0,49	1,00	0,49	1,555	0,76	0,58
795,99	46,09	0,65	0,46	0,53	0,92	0,58	1,557	0,91	0,82

Contoh perhitungan menentukan energi band gap  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ :

- Rumus mencari Energy :

$$\text{Energy} = \frac{h}{v}$$

Diketahui :

$$h = 1.240$$

$$v = 800,00 \text{ nm}$$

Sehingga :

$$\text{Energy} = \frac{h}{v} = \frac{1.240}{800,00 \text{ nm}} = 1,55 \text{ eV}$$

- Rumus mencari F(R) hv

$$F(R)hv = \frac{k/s}{h/v}$$

Diketahui :

$$k/s = 0,53$$

$$h/\nu = 1,55 \text{ eV}$$

Sehingga :

$$F(R)h\nu = \frac{k/s}{h/\nu} = \frac{0,53}{1,55} = 0,83$$

$$\text{Maka, } (F(R) h\nu)^2 = 0,69$$

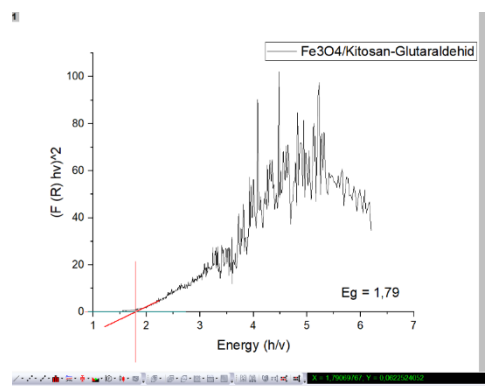
Untuk mendapatkan nilai *band gap*, masukkan data Energy pada sumbu X dan  $(F(R) h\nu)^2$  pada sumbu y. Maka akan didapatkan :

$$X = 1,71545828$$

$$Y = 0,186757216$$

Didapatkan nilai *band gap* ( $E_g$ )  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 1,71 eV

- Nilai *band gap*  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd dari data yang didapatkan

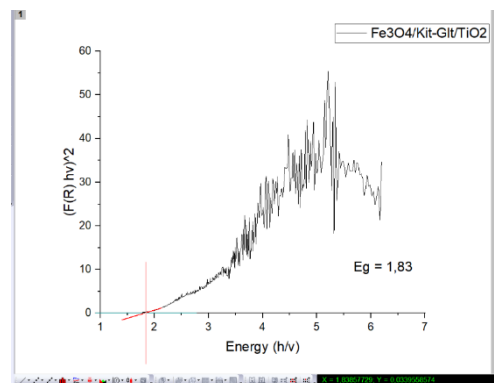


Dari gambar diatas didapatkan nilai :

$$X = 1,79069787 \text{ dan } Y = 0,08225240$$

Didapatkan nilai *band gap* ( $E_g$ )  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd sebesar 1,79 eV

- Nilai *band gap*  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  dari data yang didapatkan



Dari gambar diatas didapatkan nilai :

$$X = 1,83857729 ; Y = 0,033955875$$

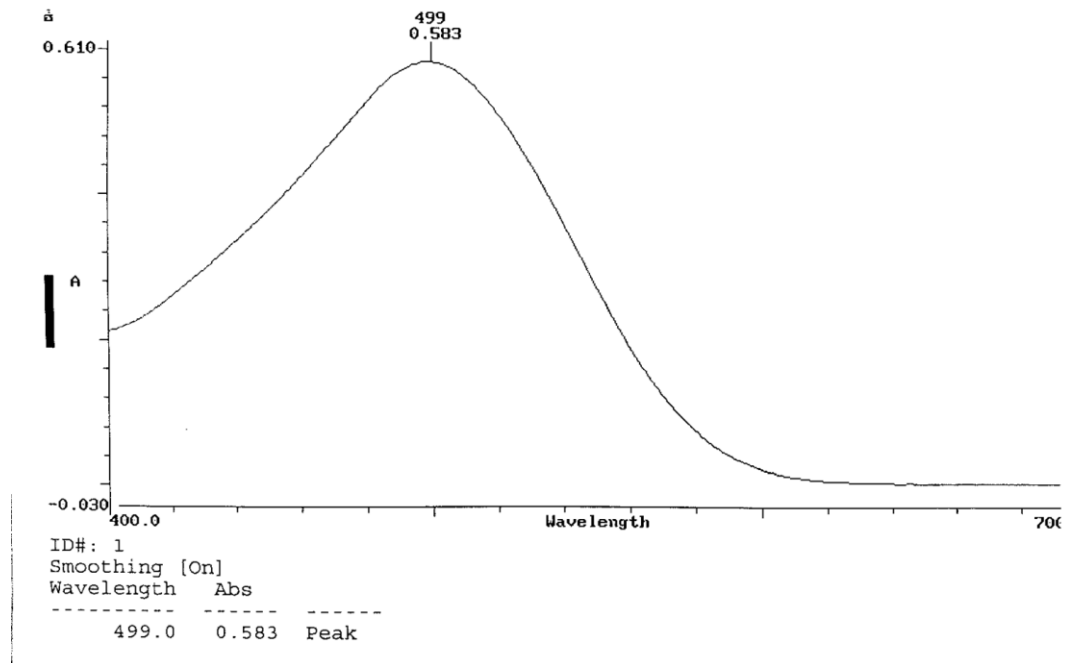
Didapatkan nilai *band gap* ( $E_g$ )  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd sebesar 1,83 eV

Lampiran 7. Penentuan pHPzc komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>

No	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /kitosan-glutaraldehyd/TiO <sub>2</sub>		
	pH Awal	pH Akhir	ΔpH
1	2,02	2,75	0,73
2	3,02	4,9	1,88
3	4,05	6,27	2,22
4	5,09	5,89	0,8
5	6,09	6,3	0,21
6	7,01	6,2	-0,81
7	8,11	5,8	-2,31
8	9,08	6,28	-2,8
9	10,07	8,11	-1,96
10	11,02	9,44	-1,58
11	12	10,22	-1,78

### Lampiran 8. Penentuan Panjang Gelombang *Congo Red*

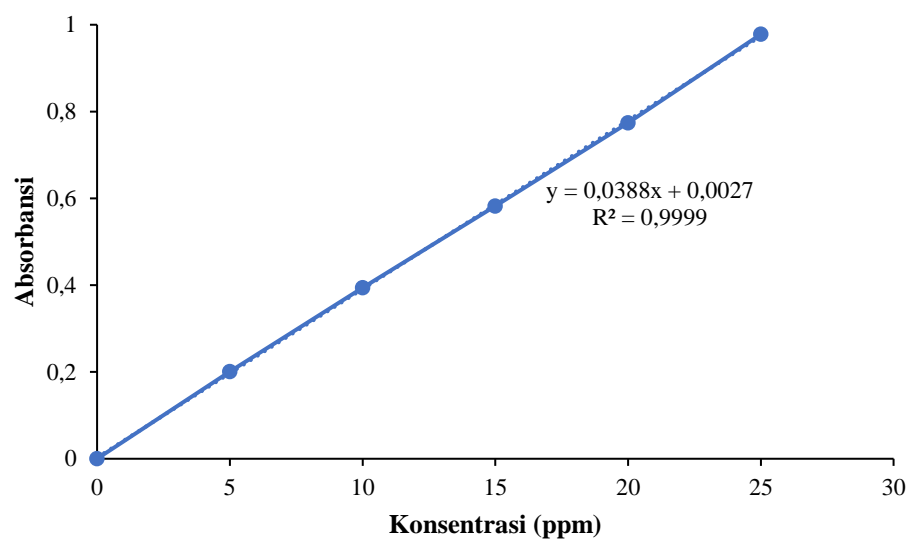
Penentuan panjang gelombang *Congo Red* dilakukan dengan larutan standar *Congo Red* 15 mg/L lalu diukur serapan pada panjang gelombang 400 – 700 nm. Didapatkan serapan pada panjang gelombang 499,0 nm dengan serapan sebesar 0,583.



Lampiran 9. Penentuan Kurva Kalibrasi *Congo Red*

Penentuan kurva kalibrasi *Congo Red* dibuat dengan menggunakan larutan standar *Congo Red* dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L pada panjang gelombang 499,0 nm.

Konsentrasi awal (ppm)	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Absorbansi rata-rata
0	0	0	0	0
5	0,201	0,201	0,201	0,201
10	0,394	0,394	0,394	0,394
15	0,583	0,582	0,582	0,582
20	0,775	0,774	0,774	0,774
25	0,978	0,977	0,977	0,978



Lampiran 10. Penentuan Kondisi Optimum Degradasi *Congo Red* Dengan Variasi pH Menggunakan Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>

- Tanpa Penambahan Komposit

pH	A1	A2	A3	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	%degradasi
3	0,318	0,317	0,317	0,31	8,10	67,56
4	0,372	0,371	0,372	0,37	9,49	62,03
5	0,66	0,665	0,663	0,66	17,00	31,96
6	0,812	0,811	0,811	0,81	20,84	16,63
7	0,901	0,903	0,902	0,90	23,17	7,28

- Dengan Penambahan Komposit

pH	A1	A2	A3	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	%degradasi
3	0,032	0,033	0,033	0,032	0,75	96,97
4	0,234	0,229	0,230	0,231	5,88	76,46
5	0,432	0,433	0,433	0,432	11,06	55,74
6	0,556	0,556	0,555	0,556	14,26	42,95
7	0,621	0,624	0,620	0,621	15,93	36,25

Lampiran 11. Penentuan Kondisi Optimum Degradasi *Congo Red* Dengan Variasi Konsentrasi Menggunakan Komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/kitosan-glutaraldehyd/TiO<sub>2</sub>

- Tanpa Penambahan Komposit

Konsentrasi	A1	A2	A3	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	%degradasi
25	0,337	0,339	0,337	0,337	8,633	65,46
30	0,391	0,391	0,391	0,391	10,007	66,64
35	0,467	0,467	0,467	0,467	11,966	52,13
40	0,539	0,539	0,539	0,539	13,822	44,71
45	0,613	0,613	0,613	0,613	15,729	37,08
50	0,727	0,726	0,725	0,726	18,641	25,43

- Dengan Penambahan Komposit

Konsentrasi	A1	A2	A3	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	%degradasi
25	0,04	0,039	0,039	0,039	0,944	96,22
30	0,021	0,021	0,021	0,021	0,471	98,11
35	0,067	0,067	0,067	0,067	1,657	93,37
40	0,079	0,079	0,079	0,079	1,966	92,13
45	0,083	0,083	0,083	0,083	2,069	91,72
50	0,092	0,091	0,088	0,09	2,25	91



Lampiran 12. Penentuan Kondisi Optimum Degradasi *Congo Red* Dengan Variasi Waktu Kontak Menggunakan Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{kitosan-glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$

• Tanpa Penambahan Komposit

Menit	A1	A2	A3	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	%degradasi
10	0,43	0,429	0,428	0,429	10,987	63,37
20	0,426	0,427	0,43	0,427	10,935	63,54
30	0,419	0,418	0,417	0,418	10,703	64,32
40	0,41	0,409	0,409	0,409	10,479	65,06
50	0,403	0,404	0,406	0,404	10,350	65,49
60	0,393	0,39	0,392	0,391	10,024	66,58

• Dengan Penambahan Komposit

Menit	A1	A2	A3	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	%degradasi
10	0,141	0,139	0,139	0,139	3,528	88,23
20	0,099	0,096	0,092	0,095	2,378	92,07
30	0,041	0,041	0,041	0,041	0,987	96,70
40	0,032	0,031	0,032	0,031	0,729	97,56
50	0,031	0,03	0,027	0,029	0,677	97,74
60	0,028	0,028	0,026	0,027	0,634	97,88

Lampiran 13. Perhitungan Parameter Kinetik Fotokatalitik *Congo Red*

- Oleh komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan-Glutaraldehid}/\text{TiO}_2$  dengan penyinaran lampu UV

Menit	$\bar{A}$	$C_t$ (mg/L)	$\ln C_o$	$\ln C_t$	%degradasi
0	0	30	3,40	3,40	0
10	0,09	3,52	3,40	1,26	88,23
20	0,06	2,37	3,40	0,86	92,07
30	0,02	0,98	3,40	-0,01	96,70
40	0,02	0,72	3,40	-0,31	97,56

$$\% \text{ efektifitas fotodegradasi} = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100\%$$

Untuk mencari  $\ln C_t = -k.t + \ln C_o$

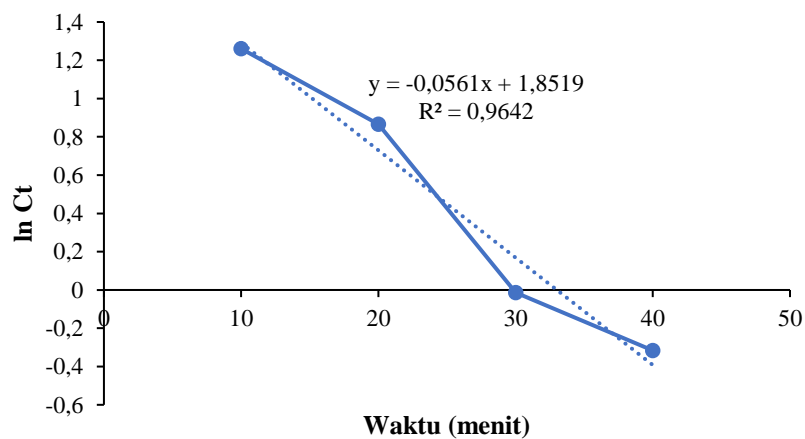
$C_o$  = Konsentrasi awal *Congo Red* (mg/L)

$C_t$  = Konsentrasi sisa *Congo Red* (mg/L)

$K$  = Tetapan/konstansta laju reaksi

- Pseudo Orde Satu**

Grafik persamaan orde satu



$$\text{Slope} = -k$$

$$-0,0561 = -k$$

$$k = 0,0561$$

Jadi, didapatkan nilai  $k$  sebesar 0,0561/menit

- Tanpa komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Kitosan-Glutaraldehyd}/\text{TiO}_2$  dengan penyinaran lampu UV

Menit	$\bar{A}$	Ct (mg/L)	Ln Co	Ln Ct	%degradasi
0	0	30	3,40	3,40	0
10	3,33	10,98	3,40	2,39	63,37
20	6,66	10,93	3,40	2,39	63,54
30	10	10,70	3,40	2,37	64,32
40	13,33	10,47	3,40	2,34	65,06

$$\% \text{ efektifitas fotodegradasi} = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100\%$$

Untuk mencari  $\ln Ct = -k.t + \ln Co$

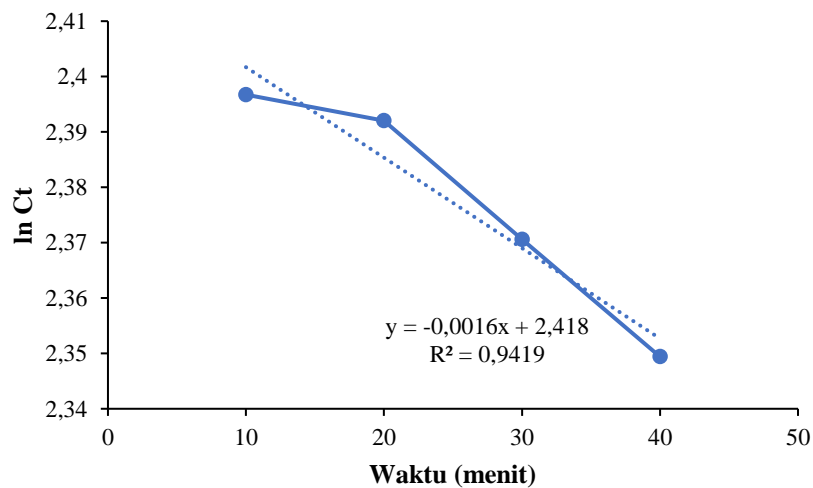
$C_0$  = Konsentrasi awal *Congo Red* (mg/L)

$C_t$  = Konsentrasi sisa *Congo Red* (mg/L)

$K$  = Tetapan/konstansta laju reaksi

#### • Pseudo Orde Satu

Grafik persamaan orde satu



$$\text{Slope} = -k$$

$$-0,0016 = -k$$

$$k = 0,0016$$

Jadi, didapatkan nilai  $k$  sebesar 0,0016/menit

Lampiran 14. Hasil Karakterisasi *Total Organic Carbon* (TOC)

Pos	Sample Type	ID	ppm	ABS	Std Dev	%RSD	Start-Time	Blank Contrib
11	Sample (TOC)	726 (Congo Red Sebelum Degradasi)	31,341	2147,587	0,000	0,000	09:39	71,809
Rep#	Analysis Type	ppm	NDIR (ABS)	Baseline (ABS)	Run Time (mm:ss)			
1	TOC	31,341	2147,587	7,404	02:48			
Pos	Sample Type	ID	ppm	ABS	Std Dev	%RSD	Start-Time	Blank Contrib
12	Sample (TOC)	727 (Congo Red Setelah Degradasi)	0,202	48,316	0,000	0,000	09:47	71,809
Rep#	Analysis Type	ppm	NDIR (ABS)	Baseline (ABS)	Run Time (mm:ss)			
1	TOC	0,202	48,316	7,523	02:31			

Perhitungan % degradasi :

$$\% \text{ degradasi} = \frac{\text{ppm C zat warna awal} - \text{ppm C zat warna akhir}}{\text{ppm C zat warna awal}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{31,341 - 0,202}{31,341} \times 100 \%$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{31,139}{31,341} \times 100 \%$$

$$\% \text{ degradasi} = 99,35 \%$$

## DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Nama	: Rizna Aprina	
NIM	: 08031381924063	
Tempat/Tanggal Lahir	: Metro, 07 April 2001	
Universitas	: Universitas Sriwijaya	
Fakultas	: MIPA	
Jurusan	: Kimia	
Bidang ilmu skripsi	: Kimia Analisa	
Alamat rumah	: Perumahan Prashanti Garden Blok C1 no 5, Metro Pusat, Lampung.	

### Riwayat Pendidikan :

- |                         |                     |
|-------------------------|---------------------|
| - SD Pertiwi Teladan    | Tahun 2007 s.d 2013 |
| - SMP Negeri 1 Metro    | Tahun 2013 s.d 2016 |
| - SMA Negeri 1 Metro    | Tahun 2016 s.d 2019 |
| - Universitas Sriwijaya | Tahun 2019 s.d 2023 |

### Pengalaman Organisasi :

- Sekretaris Departemen SosMasLing HIMAKI 2020 - 2021
- Staff SRE UNSRI 2020 – 2021
- Sekretaris Departemen SCD UNSRI Mengajar 2021 – 2022

### Karya Ilmiah Hasil Studi :

- Skripsi S1 (2023)  
Sintesis Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan-glutaraldehyd/ $\text{TiO}_2$  Sebagai Fotokatalis Untuk Degradasi Zat Warna *Congo Red*