

**KESAN PERENCAT TERHADAP KEBERKESANAN PROSES
REAGEN FENTON DALAM MENGOLAH PEWARNA
INDUSTRI TEKSTIL**

MOHD SHOFIAN BIN MOHD SHARIR

**AKADEMI TENTERA MALAYSIA
UNIVERSITI TEKNOLOGI MALAYSIA**

2005

UNIVERSITI TEKNOLOGI MALAYSIA
AKADEMI TENTERA MALAYSIA

PENGESAHAN STATUS PSM

JUDUL: KESAN PERENCAT TERHADAP KEBERKESANAN PROSES
REAGEN FENTON DALAM MENGOLAH PEWARNA INDUSTRI
TEKSTILSESI PENGAJIAN: 2004 / 2005Saya MOHD SHOFIAN BIN MOHD SHARIR
(HURUF BESAR)

mengaku membenarkan Projek Sarjana Muda ini disimpan di Perpustakaan Akademi Tentera Malaysia dan Perpustakaan Universiti Teknologi Malaysia dengan syarat-syarat berikut:

1. Hakmilik PSM adalah di bawah penulis melainkan penulisan sebagai projek bersama dan dibiayai oleh ATMA, hakmiliknya adalah kepunyaan ATMA dan UTM.
2. Naskhah salinan di dalam bentuk kertas atau mikro hanya boleh dibuat dengan kebenaran bertulis daripada penulis.
3. Perpustakaan ATMA dan Universiti Teknologi Malaysia dibenarkan membuat salinan untuk tujuan pengajian sahaja.
4. PSM hanya boleh diterbitkan dengan kebenaran penulis. Bayaran royalti adalah megikut kadar yang dipersetujui kelak.
5. *Saya membenarkan / ~~tidak membenarkan~~ Perpustakaan ATMA dan UTM membuat salinan PSM ini sebagai bahan pertukaran di antara institusi pengajian tinggi.

6. **Sila tandakan (✓)

SULIT

(Mengandungi maklumat yang berdarjah keselamatan atau kepentingan Malaysia seperti yang termaktub di dalam AKTA RAHSIA RASMI 1972).

TERHAD

(Mengandungi maklumat TERHAD yang telah ditentukan oleh organisasi/badan di mana penyelidikan dijalankan).

TIDAK TERHAD

Disahkan oleh:

(TANDATANGAN PENULIS)

Alamat Tetap:
NO 16 JLN 3E TMN JATI,
Bt. 17 48000 RAWANG,
SELANGOR DARUL EHSANTarikh: 21 MAC 2005

(TANDATANGAN PENYELIA)

EN. MUZAFFAR ZAINAL ABIDEEN

Nama Penyelia

Tarikh: 21 MAC 2005

CATATAN: * Potong yang tidak berkenaan.
** Jika PSM ini SULIT atau TERHAD, sila lampir surat pihak berkuasa/organisasi berkenaan dengan menyatakan sekali tempoh PSM ini perlu dikelaskan sebagai SULIT atau TERHAD.

“ Saya akui bahawa saya telah membaca karya ini dan pada pandangan saya karya ini adalah memadai dari skop dan kualiti untuk tujuan penganugerahan ijazah Sarjana Muda / ~~Sarjana / Doktor Falsafah~~ Kejuruteraan Awam.”

Tandatangan :

Nama Penyelia : EN. MUZAFFAR ZAINAL ABIDEEN

Tarikh : 21 MAC 2005

**KESAN PERENCAT TERHADAP KEBERKESANAN PROSES REAGEN
FENTON DALAM MENGOLAH PEWARNA INDUSTRI TEKSTIL**

MOHD SHOFIAN BIN MOHD SHARIR

**Laporan projek ini dikemukakan sebagai memenuhi sebahagian
daripada syarat penganugerahan
ijazah Sarjana Muda Kejuruteraan Awam**

**Akademi Tentera Malaysia
Universiti Teknologi Malaysia**

MAC 2005

“ Saya akui karya ini adalah hasil kerja saya sendiri kecuali nukilan dan ringkasan yang tiap-tiap satunya telah saya jelaskan sumbernya.”

Tandatangan :

Nama Penulis : MOHD SHOFIAN BIN MOHD SHARIR

No. Tentera : T 3008486

No. Matrik : AZ 000151

Tarikh : 21 MAC 2005

Teristimewa untuk emak, ayah, dan semua ahli keluarga yang disayangi.
Semoga kehidupan kita sekeluarga sentiasa bahagia dan diberkati Allah S.W.T untuk
selama-lamanya.

PENGHARGAAN

Alhamdulillah bersyukur terhadap Allah s.w.t kerana dengan izinnya dapatlah saya menyiapkan projek akhir ini dengan lancar dan sempurna. Dikesempatan ini, saya ingin mengucapkan ribuan terima kasih kepada mereka yang terlibat.

Pertama sekali kepada penyelia projek saya En. Muzaffar bin Zainal Abideen yang banyak membantu dan membimbing saya dalam menyiapkan projek ini. Segala pengorbanan beliau dalam melayan kerenah saya tidak mungkin akan saya lupakan. Saya ingin mengucapkan ribuan terima kasih kepada beliau semoga hidupnya dilimpahi kurnia dari Allah s.w.t.

Dan tidak lupa juga kepada pihak Fakulti Kejuruteraan Awam (Alam Sekitar) yang banyak memberi kerjasama sepanjang sesi pelaksanaan projek terutama pembantu-pembantu makmal yang telah bersusah payah memberi tunjuk ajar bagi menjayakan eksperimen saya.

Akhir sekali buat rakan saya Yusliza yang mana bersama-sama melaksanakan eksperimen dan perbincangan serta memberi buah fikiran bagi menyelesaikan projek ini. Kepada Mejar Nor Azman dan rakan-rakan yang membantu sama ada terlibat secara langsung atau tidak, saya mengucapkan terima kasih atas segalanya.

Sekian, terima kasih.

ABSTRAK

Kertas kerja ini membincangkan satu kaedah dalam mengolah air sisa bahan pewarna industri tekstil (Jingga G) yang dinamakan reagen Fenton [tindak balas antara hidrogen peroksida (H_2O_2) dengan ion ferus (Fe^{2+}) bagi menghasilkan radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$)]. H_2O_2 dan Fe^{2+} adalah lebih stabil pada pH kurang daripada 3.5. Ini perlu bagi memastikan tindak balas redoks antara H_2O_2 dan Fe^{2+} dapat berlaku dengan sempurna. Eksperimen bagi proses reagen Fenton ini dilakukan dalam dua keadaan yang berbeza iaitu dengan kehadiran cahaya nampak dan tanpa cahaya. Daripada keputusan yang diperolehi menunjukkan keberkesanan pengolahan sisa bahan pewarna melalui proses reagen Fenton merosot dengan kehadiran ion-ion perencat seperti CO_3^{2-} , HCO_3^- , Cl^- dan NO_3^- . Semakin tinggi kepekatan perencat maka pemerosotan terhadap penyahwarnaan Jingga G dan penyingkiran COD menjadi semakin meningkat. Proses reagen Fenton yang ideal iaitu tanpa kehadiran perencat menyumbang kepada peratus penyahwarnaan Jingga G dan penyingkiran COD yang tinggi dengan masing-masing 96% dan 62%. Kesan kehadiran cahaya nampak terhadap proses reagen Fenton menggalakkan penjana semula Fe^{2+} untuk digunakan bagi meneruskan proses olahan pewarna Jingga G. Berdasarkan faktor tersebut, olahan pewarna Jingga G melalui proses reagen Fenton dengan kehadiran cahaya nampak adalah lebih baik.

ABSTRACT

This paper will consist one method in treating dye wastewater from textile industry (Orange G) called Fenton's reagent [reaction between hydrogen peroxide (H_2O_2) and ferrous ion (Fe^{2+}) to form hydroxyl radicals ($\cdot\text{OH}$)]. H_2O_2 and Fe^{2+} are more stable when the pH value is lower than 3.5. As a result, both of them can establish a better redox system and decolourise better. This experiment handles in two ways, firstly with presence of visible light and secondly without presence of visible light. The result found that Fenton's reagent process is very effective in oxidising the dye wastewater, but the presence of scavengers like CO_3^{2-} , HCO_3^- , Cl^- and NO_3^- will retard the effectiveness of this process. When the concentration of the scavengers increased, the effectiveness of Fenton's reagent process to decolourise Orange G and COD removal were decreased. The ideal Fenton's reagent process without presence any scavengers gave the higher percentages of decolourisation and COD removal which each value reaches until 96% and 62%. The presence of visible light in Fenton's reagent process allows Fe^{2+} regeneration to treating Orange G continuously. According to this factor, the rate of decolourisation and COD removal with Fenton's reagent is accelerated by irradiation with visible light.

KANDUNGAN

BAB	PERKARA	MUKA SURAT
	HALAMAN JUDUL	i
	HALAMAN PENGAKUAN	ii
	DEDIKASI	iii
	PENGHARGAAN	iv
	ABSTRAK	v
	ABSTRACT	vi
	KANDUNGAN	vii
	SENARAI JADUAL	xi
	SENARAI RAJAH	xii
	SENARAI SIMBOL DAN UNIT	xiv
	SENARAI LAMPIRAN	xvi
1	Pengenalan	
	1.1 Pendahuluan	1
	1.2 Objektif Penyelidikan	4
	1.3 Skop Kajian	5

2	LATAR BELAKANG KAJIAN	
	2.1 Bahan Pewarna	6
	2.1.1 Kromogen	10
	2.1.2 Kumpulan Jejambat	10
	2.1.3 Kumpulan Terlarut Air	11
	2.1.4 Kumpulan Reaktif	11
	2.1.5 Pewarna Reaktif Azo	13
	2.2 Proses Pengoksidaan Lanjutan	14
	2.2.1 Sejarah Reagen Fenton	15
	2.2.2 Teori Reagen Fenton	15
	2.2.3 Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Keberkesanan Proses Reagen Fenton	17
	2.2.3.1 Kesan pH	18
	2.2.3.2 Kesan Ferus Sulfat	18
	2.2.3.3 Kesan Hidrogen Peroksida	19
	2.2.3.4 Kesan Suhu	19
	2.2.4 Proses Reagen Fenton Tanpa Kehadiran Cahaya Nampak	19
	2.3 Kesan Bahan-Bahan Perencat	20
3	METODOLOGI	
	3.1 Bahan Kimia	21
	3.2 Peralatan dan Radas	22
	3.3 Langkah-Langkah Uji Kaji	26
	3.3.1 Penyediaan Bahan Kimia	27
	3.3.1.1 Larutan Jingga G	27
	3.3.1.2 Larutan Natrium Bikarbonat	27
	3.3.1.3 Larutan Natrium Karbonat	29
	3.3.1.4 Larutan Kalium Karbonat	30
	3.3.1.5 Larutan Natrium Nitrat	32
	3.3.1.6 Larutan Natrium Klorida	33
	3.3.1.7 Asid Sulfurik 0.02 Molar	35

3.3.1.8 Larutan Hidrogen Peroksida	35
3.3.1.9 Serbuk Ferus Sulfat Terhidrat	35
3.3.2 Uji Kaji Proses Reagen Fenton	36
3.3.2.1 Proses Reagen Fenton Tanpa Kehadiran Cahaya Nampak	36
3.3.2.2 Proses Reagen Fenton Dengan Kehadiran Cahaya Nampak	38
3.3.3 Uji Kaji Penyahwarnaan Jingga G	40
3.3.4 Uji Kaji Penganalisan COD	41

4 KEPUTUSAN DAN ANALISIS

4.1 Perbandingan Kesan Kehadiran Perencat CO_3^{2-} , HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- Terhadap Proses Reagen Fenton	45
4.1.1 Penyahwarnaan Jingga G	46
4.1.2 Penyingkiran COD	49
4.2 Perbandingan Kesan Penggunaan Kation K^+ dan Na^+ Pada Perencat CO_3^{2-} Terhadap Proses Reagen Fenton	53
4.2.1 Penyahwarnaan Jingga G	54
4.2.2 Penyingkiran COD	55
4.3 Perbandingan Keberkesanan Proses Reagen Fenton Yang Dijalankan Dengan dan Tanpa Cahaya Pada Perencat CO_3^{2-}	57
4.3.1 Penyahwarnaan Jingga G	58
4.3.2 Penyingkiran COD	60

5 KESIMPULAN DAN CADANGAN

5.1 Kesimpulan	62
5.2 Cadangan	64

SENARAI RUJUKAN	66
------------------------	----

LAMPIRAN	68
-----------------	----

SENARAI JADUAL

NO.JADUAL	TAJUK	MUKA SURAT
2.1	Jenis dan contoh-contoh bahan pewarna sintetik	7
3.1	Senarai bahan kimia yang digunakan sepanjang uji kaji	22
3.2	Kepekatan Na_2CO_3 yang digunakan	38
B.1	Jenis dan ciri bahan pewarna yang sering digunakan dalam industri tekstil	71
C.1	Had-had parameter bagi effluen piawai A dan piawai B	72
C.2	Piawaian garis panduan kepada pihak industri dan perkilangan	73

SENARAI RAJAH

NO.RAJAH	TAJUK	MUKA
1.1	Perbandingan keupayaan pengoksidaan radikal hidrosil dengan bahan lain	4
2.1	Komponen-komponen bagi molekul pewarna reaktif, Kuning 4RS	8
2.2	Komponen-komponen bagi pewarna reaktif, Biru 5	9
2.3	Komponen-komponen bagi pewarna reaktif, Biru RS	9
2.4	Struktur molekul pewarna Jingga G	14
3.1	Pengambilan sampel menggunakan pam khas pada botol	37
4.1	Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran CO_3^{2-}	46
4.2	Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran HCO_3^-	47
4.3	Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran NO_3^-	47
4.4	Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran Cl^-	48
4.5	Perbandingan penyahwarnaan Jingga G bagi setiap jenis perencat	49
4.6	Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat CO_3^{2-}	50
4.7	Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat HCO_3^-	50

4.8	Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat NO_3^-	51
4.9	Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat Cl^-	51
4.10	Peratus penyingkiran COD bagi setiap jenis perencat	53
4.11	Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran kation K^+ dalam sebatian CO_3^{2-}	54
4.12	Perbandingan penyahwarnaan Jingga G bagi perencat CO_3^{2-} yang berlainan kation	55
4.13	Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat K_2CO_3	56
4.14	Peratus penyingkiran COD antara kation K^+ dan Na^+ di dalam sebatian CO_3^{2-}	56
4.15	Peratus penyahwarnaan Jingga G bagi setiap kepekatan CO_3^{2-} dalam proses reagen Fenton tanpa kehadiran cahaya	58
4.16	Peratus penyahwarnaan Jingga G bagi proses reagen Fenton dengan dan tanpa cahaya nampak pada setiap kepekatan CO_3^{2-}	59
4.17	Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat CO_3^{2-}	60
4.18	Peratus penyingkiran COD bagi proses reagen Fenton dengan dan tanpa cahaya nampak pada setiap kepekatan CO_3^{2-}	61
A.1	Proses reagen Fenton tanpa cahaya nampak	68
A.2	Alat Spektrofotometer HACH DR/4000	68
A.3	Alat pemanas uji kaji COD	69
A.4	Sampel uji kaji	69
A.5	Pengawalan pH	70

SIMBOL DAN UNIT

$\cdot\text{OH}$	-	Radikal Hidroksil
ADMI	-	<i>American Dyes Manufacturing Institute</i>
Ag_2SO_4	-	Argentum Sulfat
AOP	-	Kaedah Pengoksidaan Lanjutan (<i>Advance Oxidation Process</i>)
BOD	-	Permintaan Oksigen Biokimia (<i>Biochemical Oxygen Demand</i>)
$\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_7\text{S}_2$	-	Jingga G
Cl^-	-	Ion Klorida
CO_3^{2-}	-	Ion Karbonat
COD	-	Permintaan Oksigen Kimia (<i>Chemical Oxygen Demand</i>)
DO	-	Oksigen Terlarut (<i>Dissolved Oxygen</i>)
Fe^{2+}	-	Ion Ferum II
Fe^{3+}	-	Ion Ferum III
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	-	Ferum (II) Sulfat Terhidrat
g	-	Gram
H_2O_2	-	Hidrogen Peroksida.
H_2SO_4	-	Asid Sulfurik
HCO_3^-	-	Ion Bikarbonat
HgSO_4	-	Merkuri Sulfat
K^+	-	Ion Kalium
$\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_7$	-	Kalium Dikromat
K_2CO_3	-	Kalium Karbonat
M	-	Molar

$M^{-1}S^{-1}$	-	Per Molar Per Saat
mg/L	-	Miligram Per Liter
Na^{+}	-	Ion Natrium
Na_2CO_3	-	Natrium Karbonat
NaCl	-	Natrium Klorida
$NaHCO_3$	-	Natrium Bikarbonat
$NaNO_3$	-	Natrium Nitrat
nm	-	Nanometer
NO_3^{-}	-	Ion Nitrat
O_3	-	Ozon
pH	-	- $\log_{10} [H^{+}]$, Ukuran Kealkalian dan Keasidan
SS	-	Pepejal Terampai (<i>Suspended Solid</i>)
uv	-	Ultra Lembayung

SENARAI LAMPIRAN

LAMPIRAN	TAJUK	MUKASURAT
A	Gambar-gambar foto peralatan dan radas	68
B	Jenis dan ciri bahan pewarna yang sering digunakan dalam industri tekstil	71
C	Peraturan Kualiti Alam Sekeliling (Kumbahan dan Effluen-Effluen Kilang)	72

BAB 1

PENGENALAN

1.1 Pendahuluan

Di Malaysia pencemaran air merupakan salah satu masalah yang utama selain daripada pencemaran udara, pencemaran bunyi, pencemaran bau atau unsur-unsur pencemaran yang terdiri daripada pencemaran tanah dan sebagainya. Kualiti air di seluruh negara semakin terjejas akibat daripada kegiatan pembuangan sampah sarap atau pelepasan sisa-sisa toksik ke dalam sistem saliran sungai. Namun punca utama pencemaran adalah daripada aktiviti yang berasaskan pertanian, penternakan, sisa domestik dan industri pembuatan. Salah satu industri pembuatan yang telah dikenalpasti sebagai agen pencemaran sungai ialah industri tekstil.

Pertumbuhan bilangan penduduk di negara ketika ini membuatkan permintaan terhadap industri pakaian menjadi semakin penting. Bilangan syarikat perusahaan tekstil yang berdaftar di bawah Gabungan Pengilang-Pengilang Tekstil Malaysia (MTMA) dilihat meningkat setiap tahun. Perkembangan yang pesat ini merupakan satu perkembangan yang agak baik bagi membantu ekonomi negara. Bagaimanapun, satu fenomena baru yang membimbangkan ketika ini ialah kesan sampingan yang dihasilkan oleh industri ini. Kesan yang dimaksudkan ialah

pencemaran terhadap kualiti air yang dilepaskan dari industri ini ke dalam sungai yang berdekatan. Walaupun terdapat kilang-kilang yang memiliki sistem rawatan air sisanya sendiri, namun kegagalan untuk memenuhi spesifikasi pelepasan air sisa yang telah ditetapkan oleh Jabatan Alam Sekitar melalui Akta Kualiti Alam Sekeliling 1974 di dalam Peraturan Alam Sekeliling (Kumbahan & Effluen Perindustrian), 1979 amat membimbangkan

Sumber utama pencemaran sisa industri tekstil berpunca dari proses pewarnaan dan kemasan (Kuo, 1992). Air sisa industri tekstil sukar dirawat kerana kandungan bahan pewarnanya sukar dibiorosot. Baki-baki bahan pewarna yang tidak digunakan semasa proses pewarnaan akan dialirkan ke dalam sungai sebagai air sisa dari industri tekstil.

Dalam suatu tempoh waktu yang lama bahan pewarna yang masuk ke dalam sungai akan terkumpul dan kepekatan bahan-bahan pewarna akan meningkat lalu kejernihan air sungai akan berkurangan. Cahaya matahari juga tidak akan sampai kepada tumbuhan di dalam sungai kerana bahan pewarna ini akan menyerap cahaya matahari.

Kesan daripada fenomena ini, tumbuh-tumbuhan dalam air seperti lumut dan alga sukar menjalankan proses fotosintesis untuk menghasilkan makanan. Rantainya makanan serta kitaran semulajadi yang wujud di dalam sebuah ekosistem boleh terjejas akibat pendedahan kepada sisa ini dan akhirnya boleh menyebabkan kemusnahan kepada ekosistem tersebut, secara tidak langsung mengancam kehidupan manusia.

Secara amnya, terdapat empat kaedah utama dalam mengolah air sisa industri iaitu secara fizikal, kimia, biologi atau gabungan antara semua proses tersebut. Namun masih terdapat kelemahan pada semua sistem olahan tersebut. Sebagai contoh proses olahan secara biologi seperti enapcemar teraktif merupakan olahan

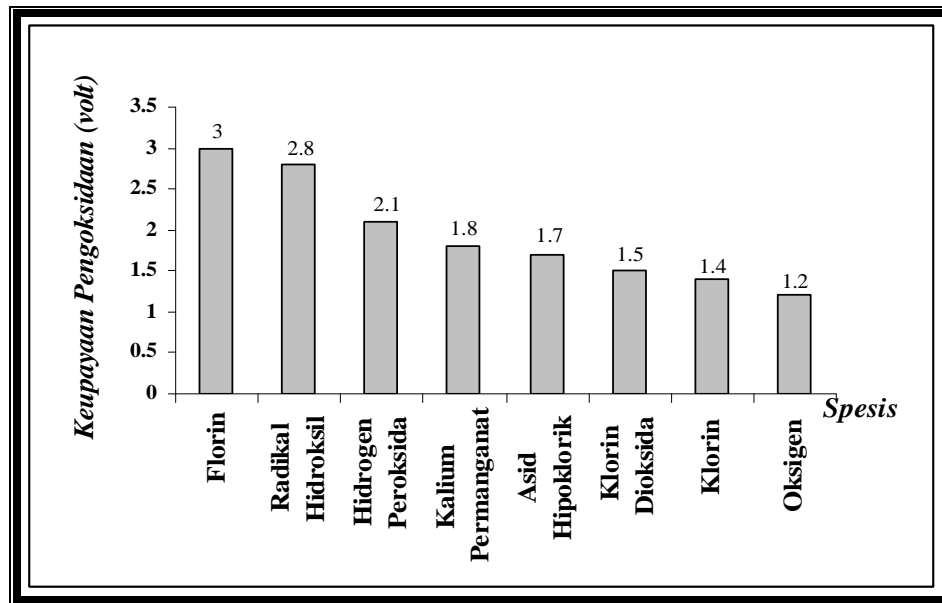
yang paling rendah kosnya dan mudah dijalankan. Namun didapati proses ini tidak efektif kerana bahan pewarna bersifat lengai dan toksik (Indra, 1999).

Kaedah-kaedah lain seperti pengentalan, penjerapan karbon dan penapisan membran boleh digunakan untuk mengolah air sisa daripada industri tekstil. Namun kaedah-kaedah ini memerlukan tenaga kerja yang berkepakaran tinggi dan kos yang besar. Lanjutan dari permasalahan tersebut maka satu alternatif baru diperkenalkan dan dikenali sebagai proses pengoksidaan lanjutan (AOP).

AOP adalah satu kaedah alternatif yang paling sesuai digunakan dalam mengolah air sisa industri tekstil. Antara kaedah-kaedah yang dikenal pasti di dalam sistem AOP ini ialah proses reagen Fenton, perozon ($O_3 + H_2O_2$) dan pemangkian foto (Kiwi *et al*, 2000). Kaedah ini memberikan penyelesaian kepada masalah bahan cemar yang lengai, toksik dan sukar dibiorosot.

AOP melibatkan penghasilan radikal hidroksil ($\cdot OH$) yang sangat reaktif. Radikal ini akan bertindakbalas dengan molekul organik bahan pewarna dalam sisa industri tekstil. Rajah 1.1 menunjukkan keupayaan pengoksidaan beberapa spesis bahan kimia yang biasa digunakan dalam proses pengolahan air sisa. Apa yang dapat dilihat dari rajah tersebut, walaupun florin mempunyai keupayaan pengoksidaan yang paling kuat, ia tidak digunakan secara komersil berikutan kos penghasilan yang terlalu mahal. Lantaran itu, $\cdot OH$ menjadi pilihan terbaik bagi pengolahan sisa industri tekstil.

Keberkesanan AOP didapati menurun dengan kehadiran agen-agen perencat (*scavengers*) (Bhattacharjee dan Shah, 1998). Bahan-bahan perencat seperti ion karbonat (CO_3^{2-}), ion nitrat (NO_3^-), ion klorida (Cl^-) dan ion bikarbonat (HCO_3^-) mempengaruhi tindak balas AOP kerana bahan-bahan perencat ini akan bersaing dengan bahan pewarna untuk bertindak balas dengan $\cdot OH$. Tindak balas ini akan merencatkan perjalanan $\cdot OH$ dan seterusnya mempengaruhi tindak balas AOP.



Rajah 1.1 : Perbandingan keupayaan pengoksidaan radikal hidroksil dengan beberapa bahan lain yang biasa digunakan dalam rawatan air sisa. (Plant dan Jeff, 1994)

Sehubungan dengan itu, satu kajian untuk menilai keberkesanan proses reagen Fenton dan kesan bahan-bahan perencat dijalankan. Pemerhatian dilakukan dengan menjalankan proses reagen Fenton dalam dua keadaan yang berbeza iaitu kehadiran cahaya nampak (cahaya makmal) dan tanpa cahaya (gelap).

1.2 Objektif Penyelidikan

Dalam kajian ini, kaedah reagen Fenton digunakan bagi proses olahan sisa industri tekstil dengan dua keadaan yang berbeza iaitu dengan kehadiran cahaya nampak dan berkeadaan gelap sepenuhnya. Objektif kajian ini adalah:

- i) Membuat perbandingan kesan kehadiran perencat CO_3^{2-} , HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- terhadap proses reagen Fenton dalam mengolah bahan pewarna Jingga G.
- ii) Membuat perbandingan kesan penggunaan kation K^+ dan Na^+ di dalam sebatian CO_3^{2-} terhadap proses reagen Fenton dalam mengolah bahan pewarna Jingga G.
- iii) Membuat perbandingan keberkesanan proses reagen Fenton yang dijalankan dengan kehadiran cahaya nampak dan tanpa cahaya dengan kehadiran perencat CO_3^{2-} dalam mengolah bahan pewarna Jingga G.

1.3 Skop Kajian

Bahan pencemar yang dipilih terdiri daripada bahan pewarna Azo, Jingga G [1-fenilazo-2-naftol-6-garam atau 8-asid natrium disulfonik] berkepekatan 10^{-4} M kerana ia adalah bahan pewarna Azo yang sering digunakan dalam industri tekstil. CO_3^{2-} , HCO_3^- , Cl^- dan NO_3^- yang berbeza kepekatan dari Na_2CO_3 , NaHCO_3 , NaCl dan NaNO_3 masing-masing digunakan sebagai agen perencat. Kesan kehadiran bahan-bahan perencat terhadap proses reagen Fenton dalam mengolah Jingga G dinilai berdasarkan kepada dua parameter iaitu penyahwarnaan dan keperluan oksigen kimia (COD). Kajian ini dijalankan dengan menggunakan reaktor kelompok berskala makmal.

BAB 2

LATAR BELAKANG KAJIAN

Dalam bab ini empat perkara utama akan diterangkan. Pertamanya ialah berkenaan dengan latar belakang bahan pewarna yang digunakan dalam industri tekstil. Seterusnya disusuli dengan kaedah reagen Fenton dalam mengolah air sisa industri tekstil dan diikuti dengan kesan kehadiran bahan-bahan perencat terhadap proses reagen Fenton.

2.1 Bahan Pewarna

Pada masa kini, kebanyakan bahan pewarna yang digunakan dalam industri tekstil terdiri daripada jenis sintetik. Bahan pewarna yang dimaksudkan terdiri daripada bahan pewarna asid, bahan pewarna bes, bahan pewarna reaktif, bahan pewarna serakan dan bahan pewarna langsung (Abrahart, 1977). Contoh-contoh bahan pewarna sintetik yang sering digunakan dalam industri tekstil ditunjukkan dalam Jadual 2.1.

Jadual 2.1: Jenis dan contoh bahan-bahan pewarna sintetik (Kuo, 1992)

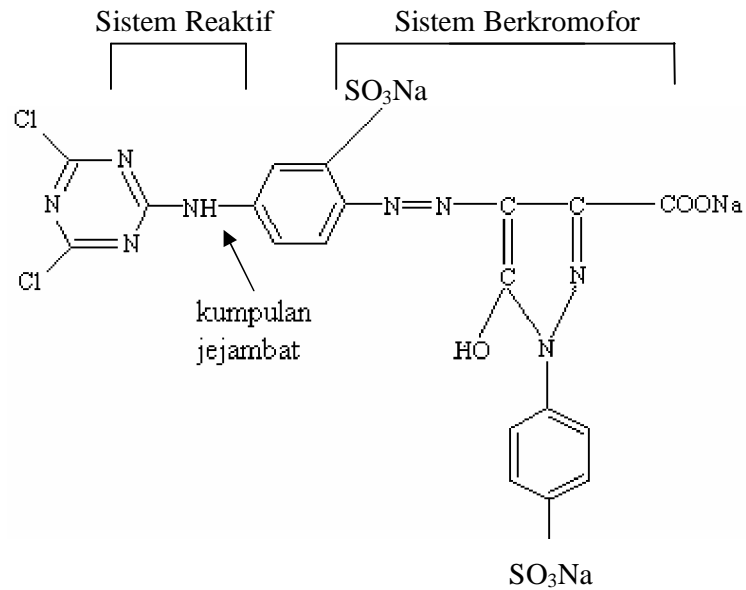
Jenis Bahan Pewarna	Contoh Bahan Pewarna
Reaktif	Merah 141, Biru 71, Biru 172
Serakan	Merah 60, Biru 139
Langsung	Biru 86, Ungu 47, Hitam 112
Bes	Biru 3, Ungu 7, Merah 181
Asid	Biru 264, Merah 337, Kuning 222

Namun dalam peringkat pewarnaan, bahan pewarna reaktif digunakan dengan lebih meluas berbanding bahan pewarna lain (Burkinshaw, 1995). Menurut Rys dan Zollinger (1975), bahan pewarna reaktif adalah sebatian bahan pewarna yang mengandungi satu atau dua kumpulan yang berkebolehan untuk membentuk ikatan kovalen antara atom atau molekul karbon dalam ion pencelup dengan oksigen (kumpulan hidroksil), atom nitrogen (kumpulan amino) atau sulfur kumpulan merkapto substratum. Ini menunjukkan bahawa pewarna reaktif merupakan pewarna anion terlarut air yang bertindak balas dengan kumpulan hidroksil selulosa bagi membentuk ikatan kovalen dengannya.

Penggunaan bahan pewarna reaktif dalam industri tekstil dimulakan seawal tahun 1950 an. Terdapat lebih dari 1000 jenis bahan pewarna reaktif dipasarkan namun dalam kumpulan bahan pewarna reaktif lebih kurang 30 daripadanya digunakan secara komersial. Terdapat beberapa kelebihan yang ada pada bahan pewarna reaktif. Diantaranya ialah ia tidak mudah dilunturkan oleh pencucian atau cahaya dan mudah larut di dalam air (Rys dan Zollinger, 1975).

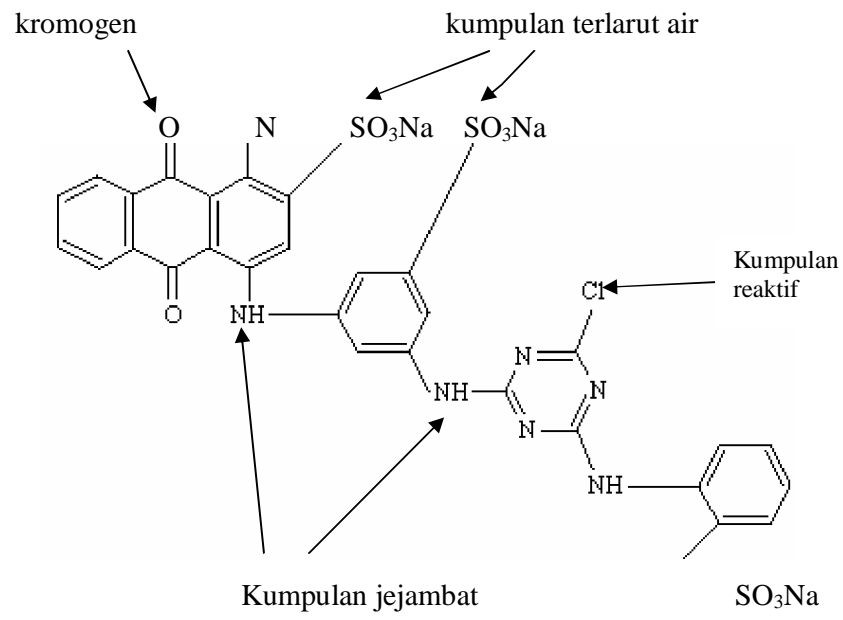
Menurut Ivanov (1987), struktur molekul bahan pewarna reaktif terbahagi kepada dua bahagian utama yang berlainan iaitu bahagian sistem reaktif dan bahagian sistem berkromofor dimana kedua-duanya dihubungkan oleh satu kumpulan jejambat kebiasaannya amino (NH), kadangkala (NH-SO₂) atau (NHCO).

Salah satu jenis struktur molekul bahan pewarna reaktif adalah Pewarna Kuning 4RS (Rajah 2.1).

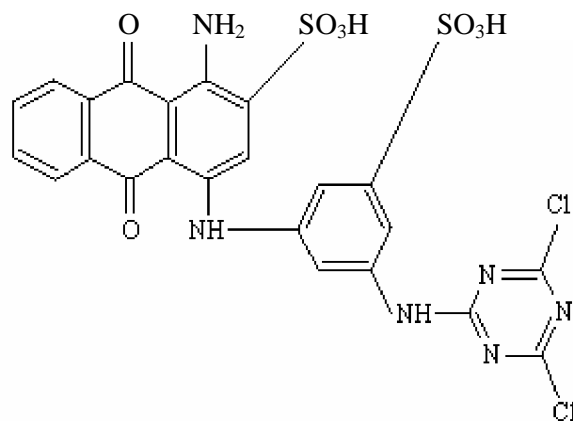


Rajah 2.1: Komponen-komponen bagi molekul pewarna reaktif, Kuning 4RS

Kedua-dua bahagian tersebut merupakan sumber am bahan pewarna reaktif. Bagi memberi penjelasan yang lebih mendalam, secara lazimnya terdapat empat komponen penting dalam molekul pewarna reaktif iaitu kromogen, kumpulan jejambat yang menghubungkan kedua-dua bahagian sistem, kumpulan terlarut air dan kumpulan reaktif. Pewarna Biru RS merupakan satu contoh bagi pewarna reaktif (Rajah 2.2). Contoh lain bagi struktur pewarna reaktif ditunjukkan dalam Rajah 2.3 berikutnya.



Rajah 2.2 : Komponen-komponen bagi pewarna reaktif, Biru 5



Rajah 2.3 : Komponen-komponen bagi pewarna reaktif, Biru RS

2.1.1 Kromogen

Kromogen adalah bahagian yang memberikan warna kepada pewarna. Ia terdiri daripada kromofor dan auksokrom yang bertindak melalui sistem ikatan ganda dua dan konjugat. Kromofor merupakan kumpulan yang berfungsi untuk menyerap cahaya nampak. Pewarna azo dan antrakuinon adalah antara pewarna yang menggunakan kromofor (Ivanov, 1987). Contoh kromofor adalah seperti yang ditunjukkan di bawah (Hii, 1999).

-NO	kumpulan nitroso
-C=O	kumpulan karbonil
-NO ₂	kumpulan nitro
-N=N-	kumpulan azo

Auksokrom pula merupakan kumpulan berfungsi tepu dengan elektron bukan pengikatan dalam sistem konjugat tersebut dan bertindak sebagai penderma elektron. Di bawah adalah contoh auksokrom.

-OR	kumpulan eter
-OH	kumpulan hidroksil
-NHR	kumpulan mono alkil amino
-NR ₂	kumpulan dialkil amino
-NH ₂	kumpulan amino

2.1.2 Kumpulan Jejambat

Berdasarkan Rajah 2.1 dan 2.2, kumpulan jejambat adalah kumpulan yang menghubungkan kromogen dengan kumpulan reaktif. Kebiasaannya menggunakan jejambat amino -NH-. Tugas kumpulan ini termasuklah mempengaruhi kereaktifan

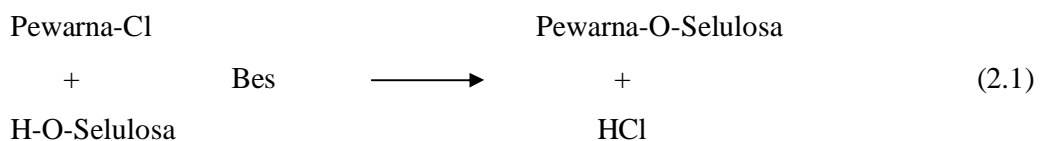
kumpulan reaktif, derajat pengikatan pewarna terhadap substrat dan kestabilan pewarna (Hii, 1999).

2.1.3 Kumpulan Terlarut Air

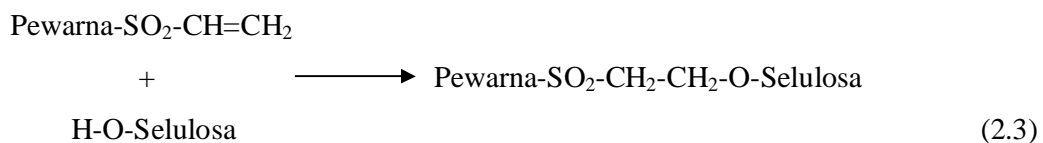
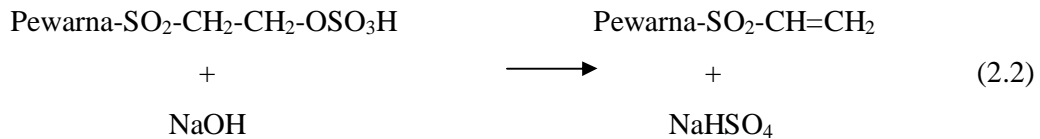
Kebanyakan pewarna reaktif adalah larut dalam air selagi wujudnya garam natrium atau kalium di dalam asid sulfonik. Sifat keterlarutan pewarna reaktif dalam air pula diberikan oleh kumpulan terlarut air. Contohnya, pewarna reaktif untuk selulosa dan gentian protein mempunyai satu atau lebih kumpulan sulfonik bagi tujuan keterlarutan dalam air. Contoh kumpulan sulfonik adalah $-\text{SO}_3\text{Na}^-$. Sebanyak tiga kumpulan sulfonik wujud dalam pewarna reaktif seperti dalam Rajah 2.2 sebelum ini.

2.1.4 Kumpulan Reaktif

Kumpulan yang mengikat pewarna secara kovalen kepada kumpulan reaktif tekstil dinamakan kumpulan reaktif. Hampir semua pewarna reaktif boleh dikelaskan kepada dua kumpulan utama menurut mekanisma tindak balas kumpulan reaktifnya. Kumpulan yang pertama adalah dari kategori mekanisma yang memberi peningkatan terhadap tindak balas penukargantian nukleofilik. Perkara ini dapat dilihat di dalam persamaan (2.1) di bawah.



Manakala kumpulan yang kedua adalah dari kategori mekanisma yang mengalami tindak balas penambahan nukleofilik (Ivanov, 1987). Ini ditunjukkan seperti dalam persamaan (2.2) dan (2.3) di bawah.



Ikatan hidrogen yang terbentuk antara pewarna langsung dengan selulosa tidak mempunyai sifat tidak mudah luntur oleh pencucian seperti yang terdapat pada ikatan kovalen. Biarpun begitu, pewarna reaktif juga bertindak balas melalui cara yang sama dengan kumpulan hidroksil air. Kumpulan reaktif pewarna dikatakan telah terhidrolisis dan pewarna telah hilang kebolehan untuk bertindak balas dengan kumpulan hidroksil kapas.

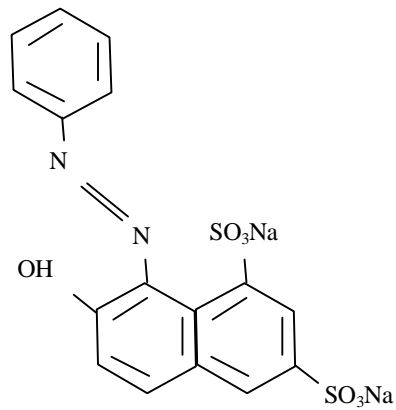
Tindak balas pewarna reaktif yang lebih utama adalah terhadap selulosa walaupun ia boleh bertindak balas secara serentak dengan selulosa dan air. Ini terjadi kerana disebabkan kadar tindak balas antara pewarna reaktif dengan selulosa adalah seratus kali lebih cepat daripada tindak balas pewarna reaktif dengan air. Selain itu, kebarangkalian molekul pewarna bertindak balas dengan kumpulan hidroksil pada selulosa adalah lebih tinggi daripada kebarangkalian bertindak balas dengan kumpulan hidroksil daripada air. Walaupun begitu, jumlah pewarna yang disingkirkan iaitu pewarna yang terhidrolisis dan tidak bertindak balas adalah sebanyak 20-30% daripada jumlah yang digunakan (Hii, 1999).

2.1.5 Pewarna Reaktif Azo

Kebanyakan bahan pewarna adalah tidak toksik kecuali bagi bahan pewarna reaktif azo yang mengandung peratus bahan sintetik yang tinggi (Chung dan Steven, 1993). Dalam industri tekstil, lebih 50% daripada pewarna yang digunakan adalah pewarna azo dan merupakan pewarna komersial yang terbesar dan terpenting. Pewarna azo dan pigmen bahan pewarna mencakupi kumpulan terbesar dalam pewarna sintetik dan memainkan peranan yang penting dalam setiap aplikasi. Ia merupakan sebatian yang mengandung kumpulan azo, $-N=N-$ yang berikat kepada atom karbon hibrid sp^2 (Abrahart, 1977).

Dalam molekul pewarna, kumpulan azo yang hadir mungkin lebih dari satu sama ada kumpulan monoazo, diazo, triazo, tetraazo dan poliazo berdasarkan kepada satu atau lebih kumpulan azo di dalam pewarna. Selain itu, kumpulan azo biasanya terikat kepada gelang benzena atau naftalena. Kumpulan azo juga boleh terikat kepada kumpulan heterosiklik aromatik atau alifatik enol dalam keadaan tertentu.

Dalam kajian yang dijalankan, bahan pewarna Jingga G telah digunakan sebagai bahan pencemar. Jingga G merupakan bahan pewarna reaktif azo yang mempunyai dua kumpulan terlarut air yang sama jenis iaitu SO_3Na , kumpulan azo dan kumpulan hidroksil di dalam struktur molekulnya seperti yang dapat dilihat dalam Rajah 2.4.



Rajah 2.4 : Struktur molekul pewarna Jingga G

2.2 Proses Pengoksidaan Lanjutan (AOP)

Kaedah olahan reagen Fenton merupakan salah satu kaedah dalam AOP selain daripada kaedah perozon dan pemangkinan foto.

AOP merupakan satu proses yang lebih baik jika dibandingkan dengan kaedah fizikal-kimia yang lazim digunakan untuk mengolah air sisa sebagai contoh kaedah pengentalan dan penyerapan karbon teraktif. Proses olahan air sisa melalui AOP menjana penghasilan radikal hidroksil $\cdot\text{OH}$ iaitu satu agen pengoksidaan yang sangat kuat di mana ia dapat digunakan untuk mengolah sisa pewarna dengan berkesan. Ini berdasarkan keupayaan mengubah sisa organik kepada sebatian yang lebih ringkas dengan menghasilkan $\cdot\text{OH}$ yang sangat reaktif (Kuo, 1992).

Bab ini seterusnya akan meneroka tentang proses yang terlibat dalam kajian iaitu proses reagen Fenton dengan kehadiran cahaya nampak dan tanpa cahaya.

2.2.1 Pengenalan Reagen Fenton

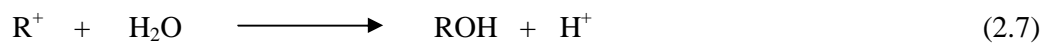
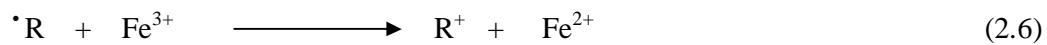
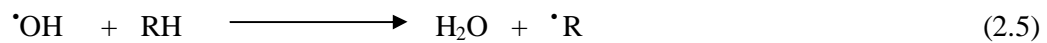
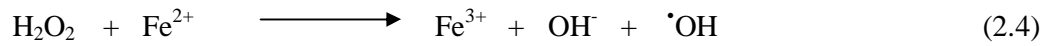
Kebanyakan logam mempunyai sifat atau ciri-ciri perpindahan oksigen yang memberikan peningkatan terhadap penggunaan H_2O_2 . Hasil tindak balas H_2O_2 dengan logam ferum menghasilkan $\cdot\text{OH}$ yang sangat reaktif. Satu kajian berkenaan kereaktifan sistem ini telah diberi perhatian pada tahun 1894 oleh Fenton (Bishop *et al*, 1968). Beliau cuba untuk mengoksidakan asid karboksilik dengan H_2O_2 apabila beliau mendapati bahawa tindak balas tersebut telah dipercepatkan dengan kehadiran ion ferus atau ferum (II) (Fe^{2+}). Empat puluh tahun kemudian, Habes dan Weiss mencadangkan yang $\cdot\text{OH}$ telah terbentuk oleh tindak balas H_2O_2 dengan Fe^{2+} yang mana menjadi agen pengoksidaan bagi tindak balas pengoksidaan asid karboksilik tersebut (Bishop *et al*, 1968).

Dalam industri pemprosesan makanan, Burbank (1974) telah mendapati pengurangan bagi nilai permintaan oksigen kimia (COD) dan permintaan oksigen biokimia (BOD) berlaku apabila kaedah reagen Fenton diaplikasikan ke atas air sisa daripada kilang pengeluaran kacang soya. Pencampuran di antara H_2O_2 dan FeSO_4 menghasilkan $\cdot\text{OH}$ yang mana ia membantu proses penguraian air sisa. Kajian yang terperinci berhubung keupayaan reagen Fenton di dalam mengolah air sisa industri tekstil telah dijalankan oleh Kuo (1992). Dalam kajiannya beliau telah mengkaji kesan pH, kuantiti H_2O_2 dan FeSO_4 serta suhu terhadap keberkesanan kaedah ini berdasarkan parameter COD dan ketelusan cahaya.

2.2.2 Teori Reagen Fenton

Terdapat beberapa kaedah untuk menghasilkan $\cdot\text{OH}$ dan salah satu cara yang paling mudah untuk membentuk $\cdot\text{OH}$ ialah melalui kaedah yang dikenali sebagai reagen Fenton. Melalui kaedah ini $\cdot\text{OH}$ terbentuk menerusi proses pengoksidaan

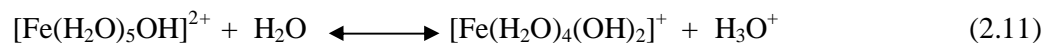
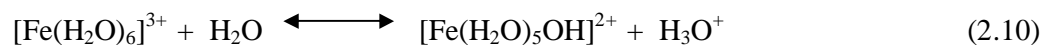
bermungkinan hidrogen peroksida (H_2O_2) dengan ferus sulfat (FeSO_4). Tindak balas redoks akan berlaku seperti berikut:



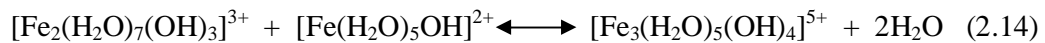
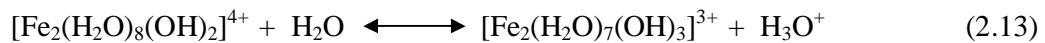
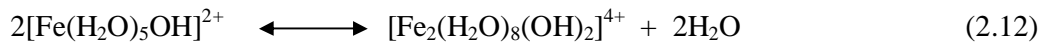
$\cdot\text{OH}$ yang terjana dari tindak balas di atas akan bertindak balas pula terhadap bahan organik RH seperti molekul pewarna tidak larut dengan memusnahkan kromofor dan kromogen molekul pewarna tersebut yang akibatnya menghilangkan warna air sisa yang diolah. Persamaan (2.8) dan (2.9) di bawah menunjukkan tindakbalas sampingan yang mana boleh membantu menyingkirkan molekul pewarna.



Bergantung kepada nilai pH, ion ferik yang terhasil akan membentuk ion ferik hidrokso kompleks bersama-sama ion hidroksida seperti yang ditunjukkan di dalam persamaan (2.10) dan (2.11).



Kompleks yang terbentuk berfungsi sebagai polimer di antara pH 3.5 dan pH 7.0 seperti yang ditunjukkan dalam persamaan tindak balas (2.12) hingga (2.14).



Dengan kehadiran kompleks polimer ini, proses koagulasi akan berlaku. Molekul warna yang masih tidak dioksidakan di dalam air sisa akan terkoagulasi dan seterusnya termendak bila diberi masa penganapan yang mencukupi.

Berdasarkan faktor tersebut, dua proses akan berlaku iaitu pengoksidaan kimia dan koagulasi atau penganapan. Selain daripada itu, ion ferik hidroksida kompleks juga boleh dikitar semula melalui proses pelarasan pH.

Kajian yang terperinci berhubung keupayaan reagen Fenton di dalam mengolah air sisa tekstil telah dijalankan oleh Kuo (1992). Beliau telah mengkaji kesan pH, kuantiti hidrogen peroksida dan ferus sulfat dan kesan suhu terhadap keberkesanan kaedah ini berdasarkan parameter COD dan ketelusan cahaya.

2.2.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi keberkesanan kaedah reagen Fenton

Menurut kajian yang telah dijalankan oleh Kuo(1992), terdapat beberapa faktor yang boleh mempengaruhi keberkesanan reagen Fenton dalam mengurangkan

warna air sisa. Faktor-faktor tersebut ialah kesan pH, kuantiti ferus sulfat, kuantiti hidrogen peroksida dan kesan suhu.

2.2.3.1 Kesan pH

Pada nilai pH 3.5 dan ke bawah, kedua-dua H_2O_2 dan $FeSO_4$ adalah lebih stabil. Oleh itu tindak balas redoks dapat berlaku untuk menghasilkan $\cdot OH$ dengan baik. Manakala pada nilai pH melebihi 4.0 ke atas tindak balas didapati tidak stabil kerana ia cenderung untuk membentuk ion ferik seterusnya membentuk ion kompleks. Pembebasan oksigen serta air juga berlaku menyebabkan hilang daya pengoksidaan. Nilai COD juga didapati meningkat dengan pertambahan hidrogen peroksida dalam air sisa.

2.2.3.2 Kesan Ferus Sulfat

Semakin banyak kuantiti $FeSO_4$ digunakan maka penyahwarnaan menjadi semakin meningkat. Ini kerana apabila kuantiti $FeSO_4$ yang digunakan meningkat, ia bukan sahaja menghasilkan tindak balas redoks yang sempurna, malah menyebabkan berlakunya proses koagulasi di mana baki pewarna yang tidak dioksidakan akan termendak ketika masa pengenapan lalu meningkatkan penyahwarnaan. Namun ianya bergantung kepada jenis jenis bahan pewarna air sisa yang diolah.

2.2.3.3 Kesan Hidrogen Peroksida

Sekiranya kuantiti H_2O_2 yang digunakan kurang daripada kuantiti berkesan yang sepatutnya, maka proses penyahwarnaan menjadi kurang berkesan. Kuantiti H_2O_2 yang banyak menyumbang kepada penyahwarnaan yang tinggi, namun sekiranya terdapat banyak lebihan H_2O_2 yang belum bertindak balas maka nilai COD akan cenderung untuk meningkat (Bishop, 1968).

2.2.3.4 Kesan Suhu

Penyahwarnaan pada suhu yang tinggi adalah lebih baik kerana masa yang diambil untuk menyahwarnakan bahan pewarna pada suhu yang rendah adalah lebih lama jika dibandingkan dengan suhu tinggi. Suhu memainkan peranan yang penting bagi mempengaruhi peningkatan ketelusan air sisa dan penyingkiran warna.

2.2.4 Proses reagen Fenton Tanpa Kehadiran Cahaya

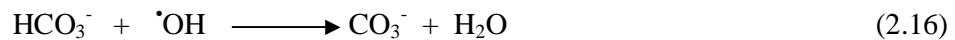
Proses reagen Fenton yang ideal dijalankan dengan kehadiran cahaya nampak. Penjanaan semula ion Fe^{2+} daripada fotolisis ion Fe^{3+} kompleks hanya boleh berlaku dalam keadaan bercahaya seperti yang ditunjukkan melalui persamaan (2.15) di bawah:



Ion Fe^{2+} yang terhasil akan digunakan semula untuk bertindak balas dengan H_2O_2 menyebabkan proses olahan dapat berlaku secara berterusan. Penjanaaan semula ion Fe^{2+} tidak akan berlaku sekiranya proses reagen Fenton dilakukan dalam keadaan tanpa cahaya, seterusnya ia akan mempengaruhi keberkesanan pengolahan Jingga G.

2.3 Kesan Bahan-Bahan Perencat (*Scavengers*)

Bahan-bahan seperti CO_3^{2-} hadir dalam soda pembersih. Soda pembersih seperti natrium karbonat terhidrat ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) diperlukan semasa proses pembilasan di dalam proses anyaman kapas. Kehadiran CO_3^{2-} dan HCO_3^- di dalam air sisa yang diolah melalui AOP boleh menurunkan keberkesanan penguraian bahan-bahan cemar. Ini kerana kedua-dua ion merupakan pemerangkap $\cdot\text{OH}$ dalam air tulen. Persamaan tindakbalas (2.16) dan (2.17) ditunjukkan seperti di bawah.



Seperkara yang perlu diambil perhatian ialah kehadiran HCO_3^- dan CO_3^{2-} boleh menyumbang ke atas kealkalian air. Kealkalian yang disumbangkan $\cdot\text{OH}$, HCO_3^- dan CO_3^{2-} memberikan kesan yang penting kepada air berbanding dengan kealkalian yang disebabkan oleh bahan-bahan lain (Sawyer, *et. al*, 1994). Umpamanya, kadar tindak balas penguraian pewarna reaktif Azo, Hitam 5, meningkat di dalam keadaan beralkali (Reutergardh dan Iangphasuk, 1997). Selain itu beberapa agen perencat sampingan yang hadir dalam aktiviti masakan seperti NaCl dan aktiviti pembajaan NaNO_3 yang masuk ke dalam aliran sungai yang mengandungi sisa bahan pewarna industri tekstil turut dikaji.

BAB 3

METODOLOGI

Di dalam bab ini, segala bahan kimia, peralatan dan radas yang digunakan sepanjang makmal disenaraikan. Langkah-langkah uji kaji yang melibatkan kaedah penyediaan larutan dan teknik bagi menjalankan proses reagen Fenton dengan bantuan cahaya dan tanpa cahaya turut diterangkan. Perbandingan terhadap keberkesanan kedua-dua proses reagen Fenton dinilai berdasarkan keupayaan penyahwarnaan Jingga G dan keperluan oksigen kimia (COD).

3.1 Bahan Kimia

Terdapat beberapa jenis bahan kimia yang digunakan bagi melaksanakan uji kaji di makmal sepanjang penyelidikan dijalankan. Bahan-bahan kimia tersebut yang digunakan dalam dua proses reagen Fenton disenaraikan di dalam Jadual 3.1.

Jadual 3.1: Senarai bahan kimia yang digunakan sepanjang uji kaji

Bahan Kimia	Formula Kimia	Keluaran
Azo, Jingga G	$C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$	Fluka
Ferus Sulfat Terhidrat	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	Goodrich Chemical Ent.
Asid Sulfurik	H_2SO_4	Merck
Hidrogen Peroksida (30% w/w)	H_2O_2	Fluka
Natrium Bikarbonat	$NaHCO_3$	Merck
Natrium Karbonat	Na_2CO_3	Hanns
Natrium Nitrat	$NaNO_3$	Goodrich Chemical Ent.
Kalium Karbonat	K_2CO_3	B.D.H. Limited
Natrium Klorida	$NaCl$	Riedel-de-Haen
Merkuri Sulfat	$HgSO_4$	J.T. Baker
Argentum Sulfat	Ag_2SO_4	Merck
Kalium Dikromat	$K_2Cr_2O_7$	Merck

Bagi menjalankan uji kaji keperluan oksigen kimia (COD) terhadap sampel, bahan kimia merkuri sulfat ($HgSO_4$), argentum sulfat (Ag_2SO_4), kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) dan larutan H_2SO_4 berkepekatan 2 M digunakan.

3.2 Peralatan Dan Radas

Untuk menjalankan penyelidikan ini, pelbagai peralatan dan radas digunakan sepanjang uji kaji merangkumi penyediaan larutan, semasa tindak balas proses reagen Fenton dijalankan dan penganalisaan terhadap sampel. Bagi proses yang melibatkan pemanasan, radas kaca yang bersesuaian digunakan. Senarai peralatan dan radas yang digunakan dihuraikan seperti di bawah:

a) Mesin pengaduk magnetik dan pemanas

Mesin ini mempunyai dua fungsi iaitu digunakan untuk mengaduk larutan sampel supaya sekata sejurus selepas pencampuran semua bahan kimia dan untuk memanaskan larutan bagi mempercepatkan proses melarut. Mesin yang digunakan ini adalah dari jenama Erla.

b) Meter pH

Alat ini digunakan untuk menentukan nilai pH larutan di dalam reaktor semasa uji kaji dijalankan. Alat yang digunakan ini adalah dari jenama Orion.

c) Penimbang elektronik

Alat ini digunakan untuk menyukat jisim bahan kimia yang akan digunakan dalam uji kaji dengan tepat. Ia adalah dari jenama Mettler AE 200.

d) Jam randik

Jam ini digunakan untuk menyukat sela masa bagi mengambil bacaan tiap-tiap sampel semasa uji kaji. Ia adalah jam digital berjenama Casio.

e) Spektrofotometer-HACH DR/4000

Alat ini digunakan untuk menganalisa sampel berwarna bagi menentukan tahap penyahwarnaan sesuatu sampel dan nilai COD. Ia adalah dari jenama HACH.

f) Alat pemanas COD

Alat ini digunakan untuk memanaskan sampel bagi uji kaji COD. Tempoh pemanasan yang dilakukan adalah selama 120 minit pada suhu 150°C. Alat ini adalah dari jenama HACH.

g) Bikar

Bikar yang digunakan dalam uji kaji ini adalah bikar berisipadu 1000 ml, 800 ml, 500 ml dan 250 ml. Bikar ini digunakan untuk mengisi bahan-bahan larutan dan bertindak sebagai reaktor untuk bikar 500ml.

h) Kelalang isipadu

Kelalang isipadu yang digunakan dalam uji kaji adalah berisipadu 1000 ml, 500 ml, 250 ml, 100 ml dan 50 ml. Radas ini digunakan untuk mengisi larutan stok dan larutan yang dicairkan kepekatannya.

i) Pipet

Radas ini digunakan untuk menyedut sampel dari reaktor dan mengalih larutan dari kelalang isipadu ke dalam reaktor. Pipet yang digunakan adalah berisipadu 25 ml, 10 ml dan 5 ml.

j) Picagari

Picagari yang digunakan adalah berisipadu 1 ml. Radas ini digunakan untuk menyukat atau mengambil larutan H_2O_2 yang berisipadu kecil.

k) Botol kaca sampel

Botol sampel yang digunakan adalah berisipadu 10 ml. Radas ini digunakan untuk menyimpan larutan sampel sebelum diuji.

l) Silinder penyukat

Radas ini digunakan untuk menyukat larutan di dalam jumlah isipadu yang besar.

m) Buret dan kaki retort

Buret digunakan untuk menitiskan H_2SO_4 secara pentitratan ke dalam reaktor yang mengandungi sampel Jingga G sebelum ujikaji dijalankan. Manakala kaki retort pula digunakan sebagai pemegang buret untuk memastikan buret berada dalam keadaan stabil dan tegak.

n) Botol Gelap

Satu botol dari larutan alum diambil dan digunakan buat sementara waktu. Botol ini dililit dengan *black tape* bagi tujuan menjalankan uji kaji proses reagen Fenton dalam keadaan gelap.

3.3 Langkah-Langkah Uji Kaji

Di dalam penyelidikan ini, beberapa langkah kerja telah dilakukan. Langkah yang pertama ialah penyediaan larutan stok bahan kimia yang digunakan sepanjang uji kaji. Larutan ini terdiri daripada larutan stok Jingga G berkepekatan 10^{-3}M , larutan stok NaHCO_3 (1 M, 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M), larutan stok Na_2CO_3 (1 M, 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M), larutan stok K_2CO_3 (1 M, 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M), larutan stok NaNO_3 (1 M, 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M), larutan stok NaCl (1 M, 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M) larutan stok H_2O_2 (10^{-2}M) dan larutan stok H_2SO_4 (0.02 M). Untuk $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ pula, kepekatan yang di perlukan di dalam reaktor adalah 10^{-3}M . Bagi ujikaji COD, larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dan larutan H_2SO_4 (2 M) disediakan.

Langkah berikutnya disusuli dengan ujikaji proses reagen Fenton dalam dua keadaan iaitu dengan kehadiran cahaya nampak dan tanpa cahaya. Ini termasuklah proses menganalisa penyahwarnaan Jingga G dan COD bagi sampel yang diambil dari reaktor bagi kedua-dua proses reagen Fenton.

3.3.1 Penyediaan Bahan Kimia

3.3.1.1 Larutan Jingga G

Larutan stok Jingga G yang perlu disediakan adalah berkepekatan 10^{-3}M . Sebanyak 0.4523g serbuk Jingga G ditimbang dan dilarutkan dengan air suling ke dalam kelalang isipadu 1000 ml. Kepekatan larutan yang diperlukan di dalam reaktor ialah 10^{-4}M . Oleh itu, pencairan dari 10^{-3}M ke 10^{-4}M perlu dilakukan. Untuk itu sebanyak 50 ml Jingga G 10^{-3}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 500 ml lalu dipenuhi dengan air suling.

3.3.1.2 Larutan Natrium Bikarbonat (NaHCO_3)

Larutan stok NaHCO_3 yang perlu disediakan adalah berkepekatan 1 M. Sebanyak 21g serbuk NaHCO_3 ditimbang dan dilarutkan dengan air suling ke dalam kelalang isipadu 250 ml. Sedikit pemanasan dilakukan bagi membantu melarutkan kesemua garam. Kepekatan larutan yang diperlukan bagi setiap sampel dalam ujikaji adalah berbeza iaitu 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M dan 10^{-6}M . Untuk mendapatkan kepekatan tersebut di dalam reaktor, beberapa susulan pencairan larutan perlu disediakan yang berkemolaran seperti berikut:

- i) 1 M

Larutan ini akan digunakan terus untuk menghasilkan 10^{-1}M HCO_3^- di dalam reaktor.

ii) 10^{-1}M

Sebanyak 10 ml larutan NaHCO_3 1 M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-2}M HCO_3^- di dalam reaktor.

iii) 10^{-2}M

Sebanyak 10 ml larutan NaHCO_3 10^{-1}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-3}M HCO_3^- di dalam reaktor.

iv) 10^{-3}M

Sebanyak 10 ml larutan NaHCO_3 10^{-2}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-4}M HCO_3^- di dalam reaktor.

v) 10^{-4}M

Sebanyak 10 ml larutan NaHCO_3 10^{-3}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-5}M HCO_3^- di dalam reaktor.

vi) 10^{-5}M

Sebanyak 10 ml larutan NaHCO_3 10^{-4}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-6}M HCO_3^- di dalam reaktor.

3.3.1.3 Larutan Natrium Karbonat (Na_2CO_3)

Larutan stok Na_2CO_3 yang perlu disediakan adalah berkepekatan 1 M. Sebanyak 26.5g serbuk Na_2CO_3 ditimbang dan dilarutkan dengan air suling ke dalam kelalang isipadu 250 ml. Sedikit pemanasan dilakukan bagi membantu melarutkan kesemua garam. Kepekatan larutan yang diperlukan bagi setiap sampel dalam ujikaji adalah berbeza iaitu 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M dan 10^{-6}M . Untuk mendapatkan kepekatan tersebut di dalam reaktor, beberapa susulan pencairan larutan perlu disediakan yang berkemolaran seperti berikut:

i) 1 M

Larutan ini akan digunakan terus untuk menghasilkan $10^{-1}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

ii) 10^{-1}M

Sebanyak 10 ml larutan Na_2CO_3 1 M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhkan dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-2}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

iii) 10^{-2}M

Sebanyak 10 ml larutan Na_2CO_3 10^{-1}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhkan dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-3}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

iv) 10^{-3}M

Sebanyak 10 ml larutan Na_2CO_3 10^{-2}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhkan dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-4}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

v) 10^{-4}M

Sebanyak 10 ml larutan Na_2CO_3 10^{-3}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-5}M CO_3^{2-} di dalam reaktor.

vi) 10^{-5}M

Sebanyak 10 ml larutan Na_2CO_3 10^{-4}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-6}M CO_3^{2-} di dalam reaktor.

3.3.1.4 Larutan Kalium Karbonat (K_2CO_3)

Larutan stok K_2CO_3 yang perlu disediakan adalah berkepekatan 1 M. Sebanyak 34.5g serbuk K_2CO_3 ditimbang dan dilarutkan dengan air suling ke dalam kelalang isipadu 250 ml. Sedikit pemanasan dilakukan bagi membantu melarutkan kesemua garam. Kepekatan larutan yang diperlukan bagi setiap sampel dalam ujikaji adalah berbeza iaitu 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M dan 10^{-6}M . Untuk mendapatkan kepekatan tersebut di dalam reaktor, beberapa susulan pencairan larutan perlu disediakan yang berkemolaran seperti berikut:

i) 1 M

Larutan ini akan digunakan terus untuk menghasilkan 10^{-1}M CO_3^{2-} di dalam reaktor.

ii) 10^{-1}M

Sebanyak 10 ml larutan K_2CO_3 1 M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-2}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

iii) 10^{-2}M

Sebanyak 10 ml larutan K_2CO_3 10^{-1} M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-3}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

iv) 10^{-3}M

Sebanyak 10 ml larutan K_2CO_3 10^{-2} M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-4}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

v) 10^{-4}M

Sebanyak 10 ml larutan K_2CO_3 10^{-3} M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-5}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

vi) 10^{-5}M

Sebanyak 10 ml larutan K_2CO_3 10^{-4} M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan $10^{-6}\text{M CO}_3^{2-}$ di dalam reaktor.

3.3.1.5 Larutan Natrium Nitrat (NaNO_3)

Larutan stok NaNO_3 yang perlu disediakan adalah berkepekatan 1 M. Sebanyak 21.2g serbuk NaNO_3 ditimbang dan dilarutkan dengan air suling ke dalam kelalang isipadu 250 ml. Sedikit pemanasan dilakukan bagi membantu melarutkan kesemua garam. Kepekatan larutan yang diperlukan bagi setiap sampel dalam ujikaji adalah berbeza iaitu 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M dan 10^{-6}M . Untuk mendapatkan kepekatan tersebut di dalam reaktor, beberapa susulan pencairan larutan perlu disediakan yang berkemolaran seperti berikut:

i) 1 M

Larutan ini akan digunakan terus untuk menghasilkan 10^{-1}M NO_3^- di dalam reaktor.

ii) 10^{-1}M

Sebanyak 10 ml larutan NaNO_3 1 M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhkan dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-2}M NO_3^- di dalam reaktor.

iii) 10^{-2}M

Sebanyak 10 ml larutan NaNO_3 10^{-1}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhkan dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-3}M NO_3^- di dalam reaktor.

iv) 10^{-3}M

Sebanyak 10 ml larutan NaNO_3 10^{-2}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhkan dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-4}M NO_3^- di dalam reaktor.

v) 10^{-4}M

Sebanyak 10 ml larutan NaNO_3 10^{-3}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-5}M NO_3^- di dalam reaktor.

vi) 10^{-5}M

Sebanyak 10 ml larutan NaNO_3 10^{-4}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-6}M NO_3^- di dalam reaktor.

3.3.1.6 Larutan Natrium Klorida (NaCl)

Larutan stok NaCl yang perlu disediakan adalah berkepekatan 1 M. Sebanyak 14.6g serbuk NaCl ditimbang dan dilarutkan dengan air suling ke dalam kelalang isipadu 250 ml. Sedikit pemanasan dilakukan bagi membantu melarutkan kesemua garam. Kepekatan larutan yang diperlukan bagi setiap sampel dalam ujikaji adalah berbeza iaitu 10^{-1}M , 10^{-2}M , 10^{-3}M , 10^{-4}M , 10^{-5}M dan 10^{-6}M . Untuk mendapatkan kepekatan tersebut di dalam reaktor, beberapa susulan pencairan larutan perlu disediakan yang berkemolaran seperti berikut:

i) 1 M

Larutan ini akan digunakan terus untuk menghasilkan 10^{-1}M Cl^- di dalam reaktor.

ii) 10^{-1}M

Sebanyak 10 ml larutan NaCl 1 M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-2}M Cl^- di dalam reaktor.

iii) 10^{-2}M

Sebanyak 10 ml larutan NaCl 10^{-1}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-3}M Cl^- di dalam reaktor.

iv) 10^{-3}M

Sebanyak 10 ml larutan NaCl 10^{-2}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-4}M Cl^- di dalam reaktor.

v) 10^{-4}M

Sebanyak 10 ml larutan NaCl 10^{-3}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-5}M Cl^- di dalam reaktor.

vi) 10^{-5}M

Sebanyak 10 ml larutan NaCl 10^{-4}M dipipetkan ke dalam kelalang isipadu 100 ml dan dipenuhi dengan air suling. Larutan ini digunakan untuk menghasilkan 10^{-6}M Cl^- di dalam reaktor.

3.3.1.7 Asid Sulfurik (H_2SO_4)

Larutan H_2SO_4 yang diperlukan dalam uji kaji ini adalah berkepekatan 0.02 M. Sebanyak 0.52 ml H_2SO_4 pekat yang mempunyai nilai w/w 98% dipipetkan dari botol dan dimasukkan ke dalam kelalang isipadu 500 ml lalu dipenuhi dengan air suling.

3.3.1.8 Larutan Hidrogen Peroksida (H_2O_2)

Larutan stok yang disediakan dalam uji kaji ini adalah berkepekatan 10^{-2}M . Untuk itu sebanyak 1.02 ml H_2O_2 dipipetkan dari botol yang mempunyai nilai w/w 30% dan dimasukkan ke dalam kelalang isipadu 1000 ml lalu dipenuhi dengan air suling.

3.3.1.9 Serbuk Ferus Sulfat Terhidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

Bahan kimia $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ adalah bahan kimia yang sangat reaktif apabila bertindak balas dengan air. Oleh sebab yang demikian bahan ini perlu dimasukkan terus ke dalam reaktor serentak dengan bahan kimia yang lain. Kepekatan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang diperlukan dalam uji kaji ini adalah 10^{-3}M . Oleh itu sebanyak 0.139g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ akan dimasukkan terus ke dalam reaktor semasa uji kaji dijalankan.

3.3.2 Ujikaji Proses Reagen Fenton

Uji kaji dijalankan di dalam dua keadaan. Uji kaji pertama yang dilakukan ialah proses reagen Fenton tanpa bantuan cahaya. dengan mengambil kira kesan kehadiran ion CO_3^{2-} . Selepas pada itu disusuli pula proses reagen Fenton dengan kehadiran cahaya nampak di mana perencat yang digunakan terdiri daripada ion CO_3^{2-} , HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- .

3.3.2.1 Proses reagen Fenton Tanpa Kehadiran Cahaya

a) Kesan kehadiran CO_3^{2-}

Uji kaji yang dijalankan adalah mengikut langkah-langkah di bawah:

- i) Sebanyak 500 ml larutan Jingga G berkepekatan 10^{-4}M dimasukkan ke dalam botol yang telah dililit dengan black tape dan diaduk sepanjang ujikaji dijalankan. Ini bertujuan untuk memastikan supaya percampuran larutan berada dalam keadaan yang sekata.
- ii) Kemudian meter pH dimasukkan ke dalam campuran ini untuk mengetahui nilai pH di dalam reaktor. Sedikit H_2SO_4 berkepekatan 0.02 M dititiskan ke dalam reaktor menggunakan buret bagi mengawal pH campuran supaya bacaan menunjukkan nilai pH 3.5.

- iii) Kemudian sebanyak 10 ml larutan di dalam reaktor itu dipipet dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Sampel ini dianggap sebagai sampel pada sela masa 0 saat.
- iv) Untuk uji kaji set 1, sebanyak 0.139g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 50 ml larutan H_2O_2 berkepekatan 10^{-2}M dan 50 ml bahan perencat Na_2CO_3 berkepekatan 1 M dimasukkan secara serentak ke dalam reaktor dan pada masa yang sama jam randik dihidupkan. Sebanyak 10 ml sampel diambil dengan menggunakan pam khas pada botol pada sela masa 0.25 minit, 0.5 minit, 1 minit, 5 minit, 10 minit dan 15 minit lalu dimasukkan ke dalam setiap botol sampel yang telah dilabelkan seperti yang ditunjukkan di dalam Rajah 3.1
- v) Langkah i hingga iv diulangi kecuali, larutan Na_2CO_3 yang berbeza isipadu dan kepekatan digunakan bagi setiap set uji kaji seperti yang ditunjukkan di dalam Jadual 3.2.



Rajah 3.1 : Sampel diambil dengan menggunakan pam khas pada botol

Jadual 3.2: Kepekatan Na_2CO_3 yang digunakan

Set	Isipadu Na_2CO_3 , (ml)	Kepekatan CO_3^{2-} , (M) dalam reaktor
2	50 ml berkepekatan 10^{-1}M	10^{-2}M
3	50 ml berkepekatan 10^{-2}M	10^{-3}M
4	50 ml berkepekatan 10^{-3}M	10^{-4}M
5	50 ml berkepekatan 10^{-4}M	10^{-5}M
6	50 ml berkepekatan 10^{-5}M	10^{-6}M
7	50 ml air suling	0M

Sebanyak 50 ml air suling digunakan bagi mewakili larutan Na_2CO_3 0 M. Sampel bagi setiap set ujikaji digunakan untuk ujian penyahwarnaan dan COD.

3.3.2.2 Proses reagen Fenton Dengan Kehadiran Cahaya Nampak

Langkah-langkah bagi melaksanakan uji kaji ini adalah sama seperti kaedah reagen Fenton sebelum ini. Cuma yang membezakan diantara kedua-dua kaedah ialah proses ini dilakukan dengan kehadiran cahaya nampak iaitu cahaya dari lampu makmal. Di samping itu, proses ini dijalankan dengan menggunakan kepekatan perencat yang pelbagai terdiri daripada sebatian Na_2CO_3 , NaHCO_3 , K_2CO_3 , NaNO_3 dan NaCl . Langkah-langkah uji kaji diterangkan dalam helaian berikutnya.

- a) Kesan kehadiran CO_3^{2-}
- i) Sebanyak 500 ml larutan Jingga G berkepekatan 10^{-4}M dimasukkan ke dalam bikar berisipadu 800 ml dan diaduk sepanjang uji kaji dijalankan. Ini bertujuan untuk memastikan supaya percampuran larutan berada dalam keadaan yang sekata.
 - ii) Kemudian meter pH dimasukkan ke dalam campuran ini untuk mengetahui nilai pH di dalam reaktor. Sedikit H_2SO_4 berkepekatan 0.02 M dititiskan ke dalam reaktor menggunakan buret bagi mengawal pH campuran supaya bacaan menunjukkan nilai pH 3.5.
 - iii) Kemudian sebanyak 10 ml larutan di dalam reaktor itu dipipet dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Sampel ini dianggap sebagai sampel pada sela masa 0 saat.
 - iv) Untuk uji kaji set 1, sebanyak 0.139g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 50 ml larutan H_2O_2 berkepekatan 10^{-2}M dan 50 ml bahan perencat Na_2CO_3 berkepekatan 1 M dimasukkan secara serentak ke dalam reaktor dan pada masa yang sama jam randik dihidupkan. Sebanyak 10 ml sampel diambil dengan menggunakan pipet pada sela masa 0.25 minit, 0.5 minit, 1 minit, 5 minit, 10 minit dan 15 minit lalu dimasukkan ke dalam setiap botol sampel yang telah dilabelkan.
 - v) Langkah i hingga iv diulangi. Kepekatan CO_3^{2-} yang pelbagai digunakan seperti di dalam Jadual 3.2.
 - vi) Untuk K_2CO_3 , turutan uji kaji adalah sama.

b) Kesan kehadiran HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- .

Langkah-langkah uji kaji adalah sama dari i hingga v, cuma larutan bahan perencat ditukarkan kepada larutan NaHCO_3 , NaNO_3 dan NaCl

3.3.3 Uji Kaji Penganalisaan Penyahwarnaan Jingga G

Uji kaji ini dijalankan terhadap kesemua sampel bagi setiap set untuk kedua-dua proses reagen Fenton yang terlibat. Tujuan utama uji kaji ini dijalankan adalah untuk mengetahui tahap penyahwarnaan sampel pada sela masa yang telah ditetapkan. Alat spektrofotometer HACH DR/4000 digunakan bagi penentuan nilai tersebut.

Untuk menjalankan ujian ini, suis utama pada alat hendaklah dihidupkan terlebih dahulu. Pada skrin akan terpampang beberapa program dan program HACH dipilih. Untuk pengujian warna sampel, program bernombor 1660 (Color ADMI) dimasukkan. Salah satu dari dua botol khas diisi dengan air suling sebanyak 25 ml dan dimasukkan ke dalam alat itu kemudian butang ZERO yang tertera pada skrin dipilih. Pada ketika ini air suling tersebut akan diimbis dari 700 nm sehingga 400 nm. Setelah tamat, skrin akan memaparkan nilai 0 ADMI.

Selepas itu, sebanyak 1 ml daripada setiap sampel dicairkan dengan menambahkan 24 ml air suling (pencairan 1/25) ke dalam botol khas yang kedua. Pencairan ini perlu dilakukan kerana nilai ADMI yang dapat diimbis oleh program ini berada dalam julat 0 hingga 260. Kemudian botol tersebut dimasukkan ke dalam alat itu dan butang RUN ditekan. Nilai ADMI yang relatif kepada air suling akan dipaparkan selepas proses pengimbasan selesai.

Semua bacaan hendaklah didarab semula dengan nilai faktor pencairan yang telah dilakukan bagi mendapatkan nilai bacaan yang sebenar untuk warna.

3.3.4 Uji Kaji Penganalisaan COD

Uji kaji ini dijalankan terhadap kesemua sampel bagi setiap set untuk kedua-dua proses reagen Fenton yang terlibat. Tujuan utama uji kaji ini dijalankan adalah untuk mengetahui nilai COD bagi sampel pada sela masa yang telah ditetapkan. Alat spektrofotometer HACH DR/4000 digunakan bagi penentuan nilai tersebut.

Sebelum alat ini digunakan, beberapa persediaan awal perlu dilakukan terlebih dahulu. Sebanyak 2.45g serbuk $K_2Cr_2O_7$ dilarutkan dengan 50 ml air suling dan dimasukkan ke dalam bikar 500 ml. Kemudian sebanyak 250 ml larutan H_2SO_4 pekat dicampurkan secara perlahan-lahan ke dalam bikar yang mengandungi larutan $K_2Cr_2O_7$ tadi. Semasa tindak balas ini berlaku, bikar akan menjadi panas dan langkah berjaga-jaga perlu diambil kira.

Sebanyak 0.05g serbuk $HgSO_4$ dan 0.04g serbuk Ag_2SO_4 dimasukkan ke dalam botol sampel bagi setiap set ujikaji. Kemudian sebanyak 2 ml dari setiap sampel dan 3 ml larutan $K_2Cr_2O_7$ dipipetkan dan dimasukkan ke dalam botol sampel yang mengandungi serbuk $HgSO_4$ dan Ag_2SO_4 tadi. Satu sampel kosong (*blank sample*) perlu disediakan dengan menggantikan 2 ml sampel dengan 2 ml air suling. Selepas itu, semua sampel untuk ujian COD dipanaskan dengan menggunakan alat pemanas COD pada suhu $150^\circ C$ dalam masa 120 minit.

Sampel dibiarkan sejuk pada suhu bilik sejeurus selepas pemanasan selesai. Bacaan COD diambil dengan menggunakan alat spektrofotometer. Program HACH

dipilih dan program bernombor 2720 (COD, HR, HR +) dimasukkan. Sampel kosong dimasukkan pada alat dan butang ZERO yang tertera pada skrin dipilih. Setelah imbasan terhadap sampel dilakukan, skrin akan memaparkan nilai COD 0 mg/L. Bacaan untuk sampel-sampel COD yang lain diambil dan nilai COD yang relatif kepada sampel kosong akan dipaparkan selepas proses pengimbasan selesai.

BAB 4

KEPUTUSAN DAN ANALISIS

Hasil keputusan yang diperoleh sepanjang eksperimen akan dianalisis dan dibentangkan di dalam bab ini. Penganalisaan merangkumi kajian kesan kehadiran bahan perencat yang berbeza iaitu CO_3^{2-} , HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- yang berbeza kepekatan terhadap keberkesanan proses reagen Fenton di dalam menguraikan bahan pewarna Azo.

Ini disusuli dengan perbandingan kesan penggunaan kation yang berlainan dalam sebatian CO_3^{2-} yang berbeza kepekatan iaitu K^+ dan Na^+ . Seterusnya penilaian dilakukan terhadap keberkesanan situasi proses reagen Fenton yang dijalankan dengan dan tanpa cahaya nampak dengan kehadiran bahan perencat CO_3^{2-} yang berbeza kepekatan.

Seperti yang telah dimaklumkan sebelum ini bahawa bahan pewarna Azo yang dipilih ialah pewarna Jingga G (10^{-4}M). Setiap sampel yang diambil akan diuji berdasarkan kepada dua parameter iaitu keupayaan penyahwarnaan Jingga G dan keperluan oksigen kimia (COD).

Ujian bagi parameter COD dilakukan ke atas air sampel mengikut masa tindak balas yang telah ditetapkan. Untuk uji kaji ini, penetapan masa bagi menentukan parameter COD adalah pada setiap 1 minit, 5 minit dan 15 minit. Uji kaji bagi sampel yang belum diolah iaitu ketika 0 saat hanya dilakukan sekali sahaja dan nilai ini akan digunakan untuk kesemua tindak balas di mana kepekatan bahan perencat ialah 0 M. Nilai COD bagi sampel yang belum diolah adalah 100 mg/L.

Bagi pengujian warna, alat spektrofotometer HACH DR/4000 digunakan untuk sampel diimbis pada keamatan cahaya antara 700 nm hingga 400 nm. Warna dibaca dalam nilai ADMI. Peratus penyahwarnaan Jingga G dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$\text{Penyahwarnaan}(\%) = (Warna_o - Warna_t)/Warna_o \times 100\% \quad (4.1)$$

Di mana;

$Warna_o$ = nilai warna pada masa $t = 0$ saat, (ADMI)

$Warna_t$ = nilai warna pada masa tertentu, (ADMI)

Bagi ujikaji COD pula, nilai sampel ditentukan dengan menggunakan alat spektrofotometer HACH DR/4000. Nilai adalah di dalam unit mg/l. Peratus penguraian COD dihitung dengan menggunakan rumus di bawah:

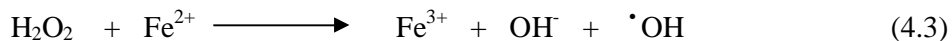
$$\text{Penguraian COD}(\%) = (COD_b - COD_a)/COD_b \times 100\% \quad (4.2)$$

Di mana;

COD_b = COD air pewarna yang belum diolah, (mg/l)

COD_a = COD air pewarna yang sudah diolah, (mg/l)

Melalui pemerhatian yang telah dilakukan, kehadiran perencat CO_3^{2-} dan HCO_3^- yang berkepekatan 10^{-1} , 10^{-2} dan 10^{-3} dalam larutan Jingga G menjadi punca nilai pH melampaui 3.5 sehingga mencapai bacaan pH yang terlalu tinggi iaitu 11.1. Kuo (1992), menyatakan bahawa nilai pH yang paling efektif untuk mengolah air sisa ialah 3.5 ke bawah kerana H_2O_2 dan Fe^{2+} lebih stabil dalam larutan berasid. Apabila nilai pH melampaui 4, tindak balas redoks antara H_2O_2 dan Fe^{2+} tidak dapat berlaku dengan sempurna bagi menjana penghasilan $\cdot\text{OH}$ menurut persamaan (4.3). Apabila $\cdot\text{OH}$ kurang dihasilkan dalam tindak balas tersebut dan ditambah pula dengan kehadiran perencat, menyebabkan penyahwarnaan Jingga G menjadi semakin rumit.



Pada kepekatan 10^{-1}M , 10^{-2}M dan 10^{-3}M CO_3^{2-} dan HCO_3^- , larutan menjadi terlalu beralkali sedangkan untuk menjalankan proses reagen Fenton, larutan perlu berada dalam keadaan berasid pada nilai pH 3.5. Oleh yang demikian, bagi setiap perencat CO_3^{2-} , HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- , bacaan larutan berkepekatan 10^{-1}M , 10^{-2}M dan 10^{-3}M tidak diambil kira dalam membuat penganalisan kerana tiada perbandingan yang munasabah dapat dilakukan.

4.1 Perbandingan Kesan Kehadiran Perencat CO_3^{2-} , HCO_3^- , NO_3^- dan Cl^- Terhadap Proses Reagen Fenton

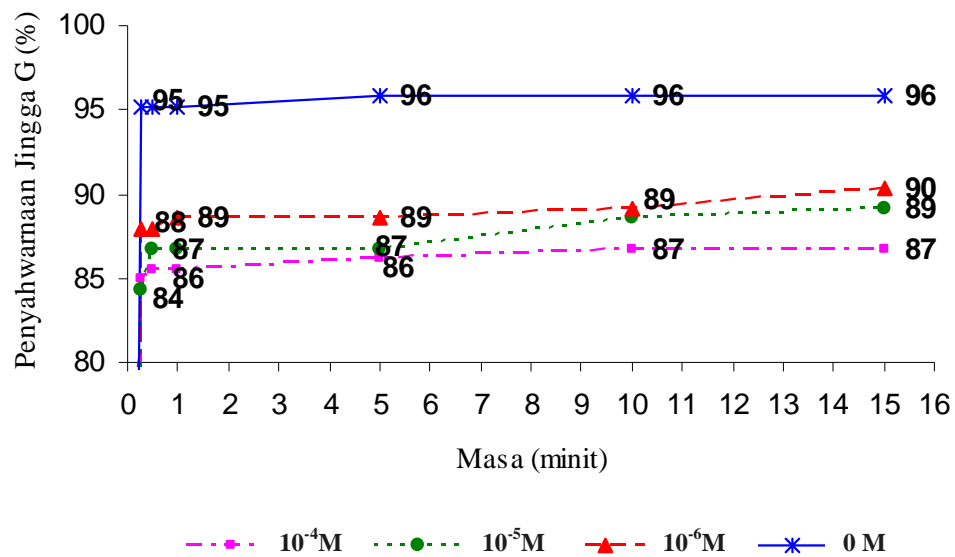
Perbandingan dibuat berdasarkan kepada penggunaan bahan perencat yang berbeza terdiri daripada garam karbonat (Na_2CO_3), garam bikarbonat (NaHCO_3), garam nitrat (NaNO_3) dan garam biasa yang digunakan untuk memasak iaitu garam klorida (NaCl). Untuk mengelakkan kesan perbezaan kation terhadap olahan larutan Jingga G, pengekalan kation yang sama iaitu Na^+ dilakukan. Kepekatan yang

digunakan untuk setiap anion adalah sama agar satu perbandingan yang sekata dapat dilakukan.

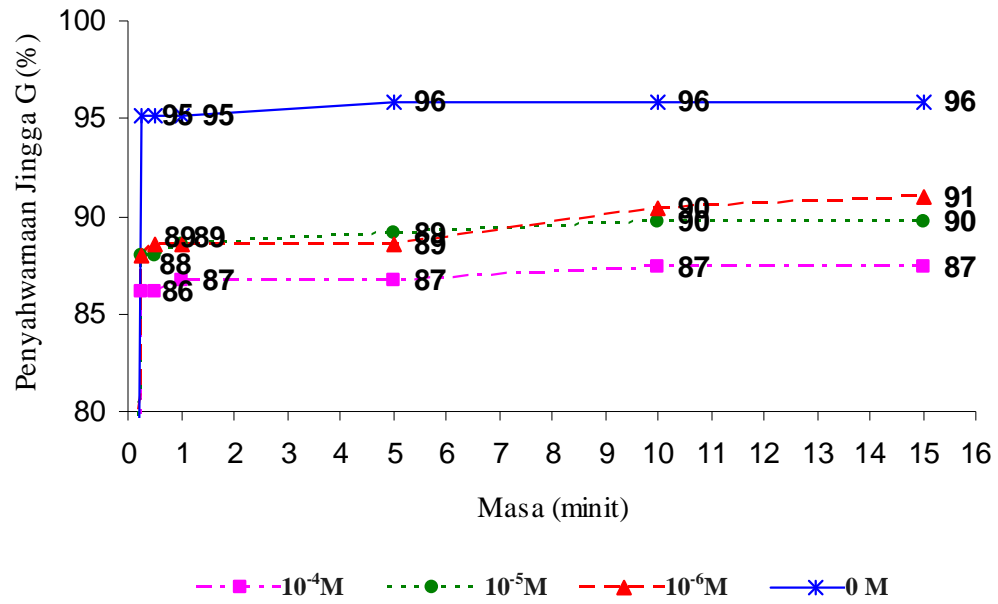
Setiap sampel yang diambil akan diuji berdasarkan kepada dua parameter iaitu keupayaan penyahwarnaan Jingga G dan keperluan oksigen kimia (COD).

4.1.1 Penyahwarnaan Jingga G

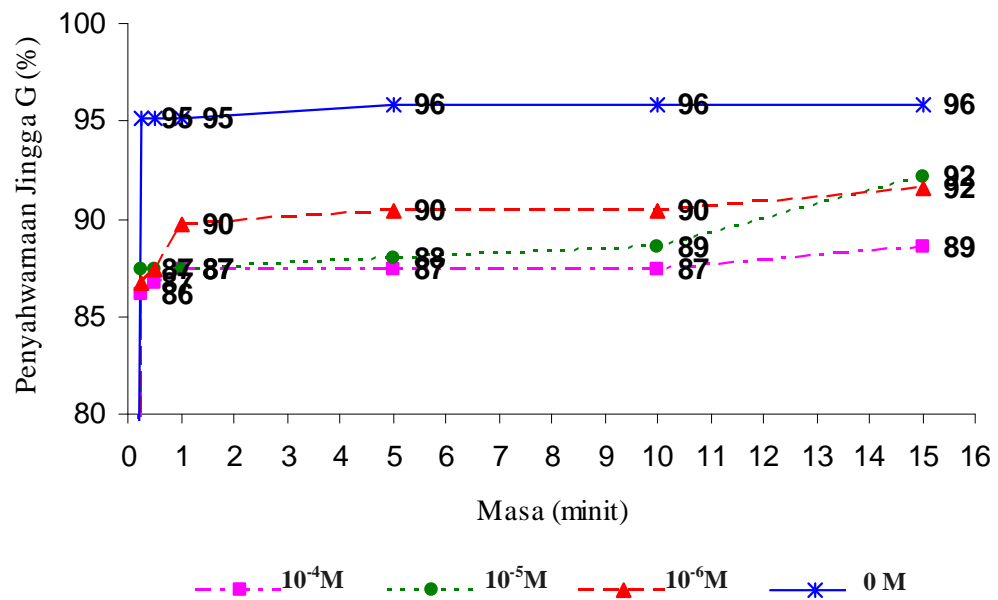
Bacaan warna bagi sampel yang belum diolah adalah 4150 ADMI. Rajah 4.1 hingga Rajah 4.4 di bawah menunjukkan peratus penyahwarnaan Jingga G. Peratus penyahwarnaan Jingga G dihitung menggunakan rumus di dalam persamaan (4.1).



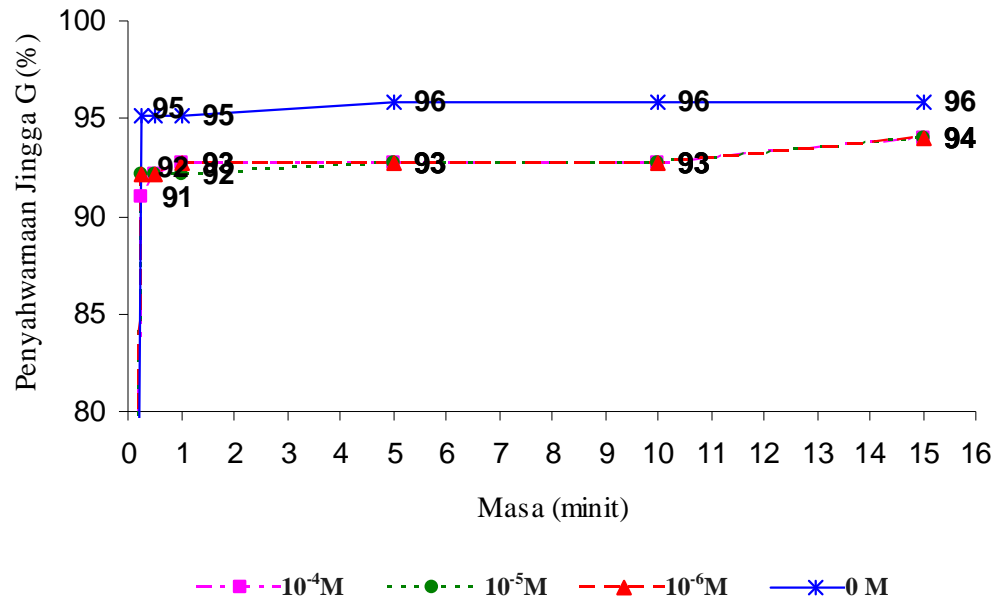
Rajah 4.1: Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran CO_3^{2-}



Rajah 4.2: Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran HCO_3^-



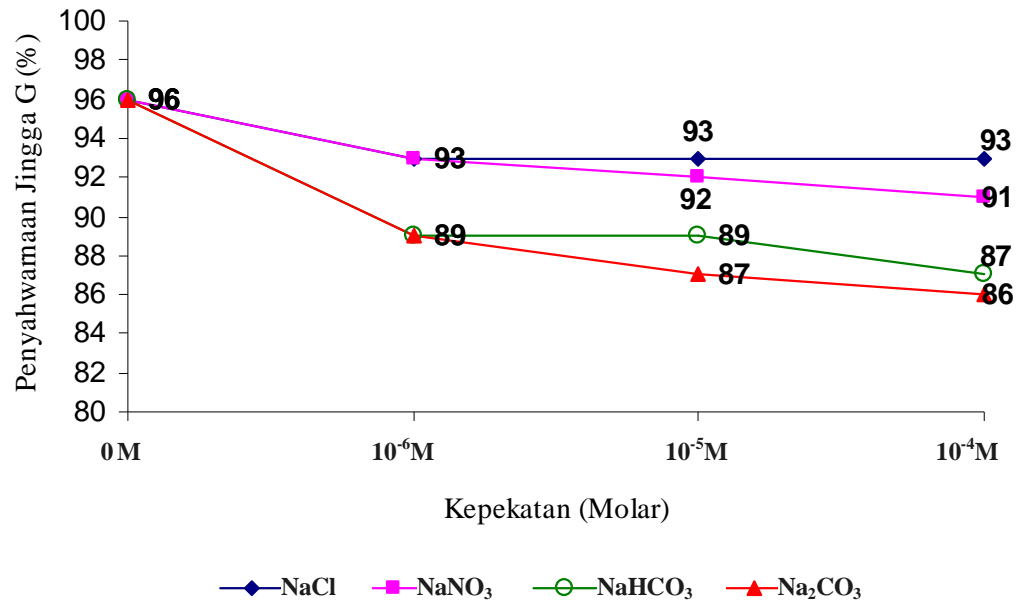
Rajah 4.3: Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran NO_3^-



Rajah 4.4: Peratus penyahwarna Jingga G dengan kehadiran Cl⁻

Berdasarkan Rajah 4.1 hingga Rajah 4.4 di atas, peratus penyahwarna Jingga G tanpa kehadiran perencat iaitu pada larutan perencat berkepekatan 0 M mencapai 96%. Apabila kepekatan perencat yang digunakan semakin meningkat, peratus penyahwarna Jingga G dilihat semakin menurun. Melalui pendekatan faktor masa pula, apabila proses olahan dilanjutkan sehingga ke minit 15, peratus penyahwarna Jingga G dilihat semakin meningkat.

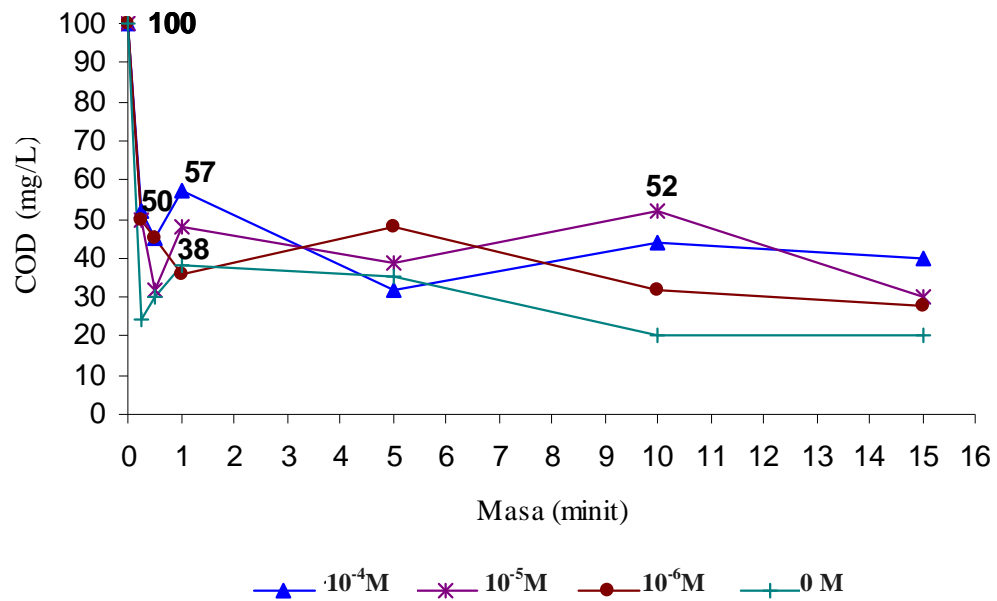
Satu perbandingan penyahwarna Jingga G bagi setiap jenis perencat yang berbeza dalam pelbagai kepekatan dapat ditunjukkan seperti di dalam Rajah 4.5 di bawah. Daripada pemerhatian ke atas graf tersebut, kehadiran perencat Cl⁻ menyumbang kepada peratus penyahwarna tertinggi jika dibandingkan dengan perencat yang lain. Ini berlaku kerana pemalar kadar tindak balas bagi ion CO₃²⁻ dengan [•]OH adalah tinggi berbanding ion-ion perencat yang lain. Apabila pemalar kadar tindak balas tersebut meningkat, keupayaan [•]OH untuk bertindak balas dengan molekul bahan pewarna semakin merosot. Maka peratus penyahwarna Jingga G turut merosot.



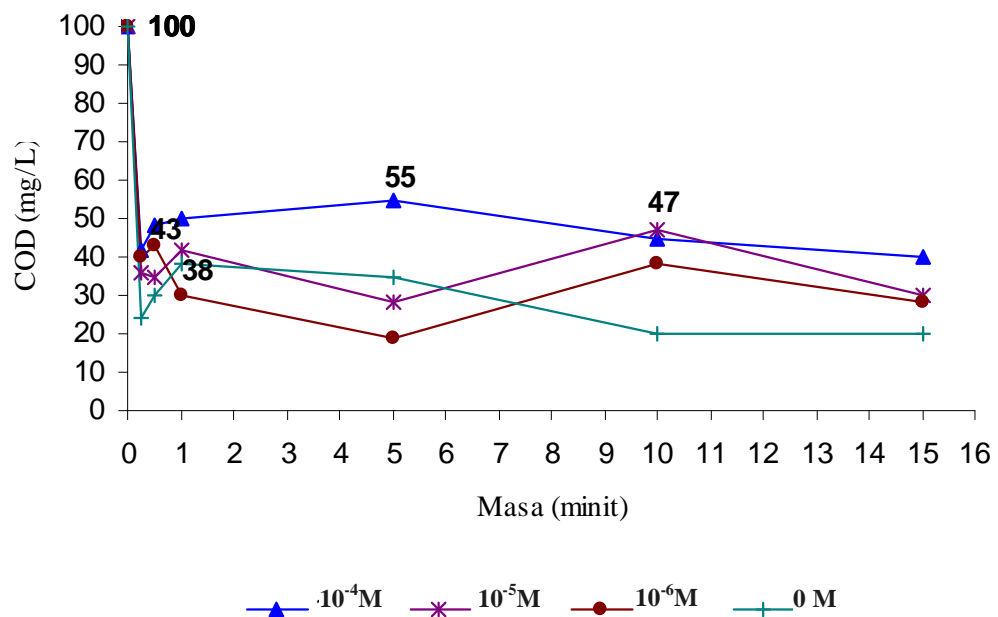
Rajah 4.5: Perbandingan penyahwamaan Jingga G bagi setiap jenis perencat

4.1.2 Penyingkiran COD

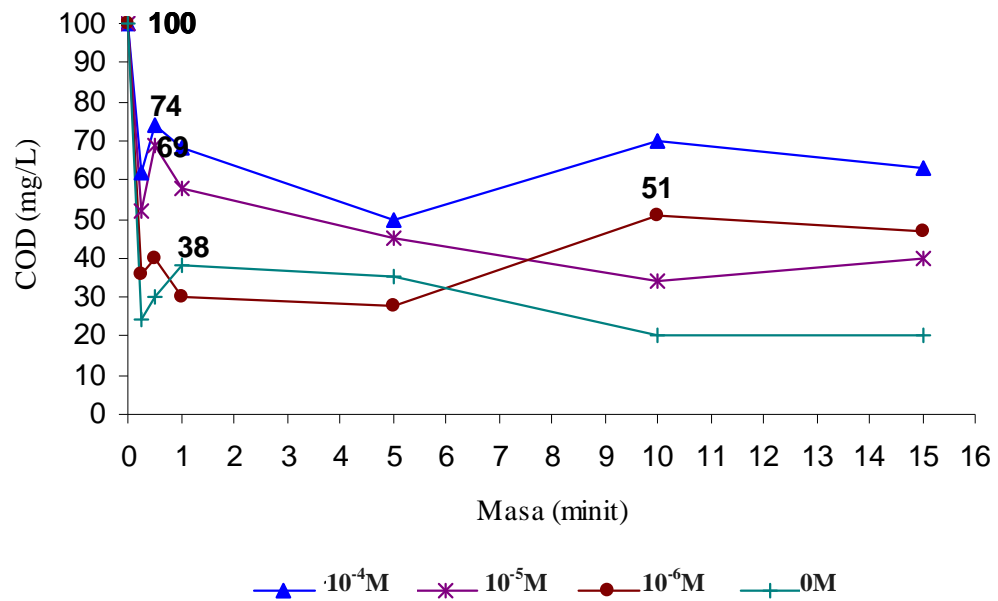
Rajah 4.6 hingga Rajah 4.9 di bawah menunjukkan nilai maksimum COD bagi setiap jenis perencat yang hadir dalam larutan Jingga G. Nilai maksimum ini diambil berikutan bacaan COD yang diperolehi pada setiap kepekatan perencat adalah tidak konsisten.



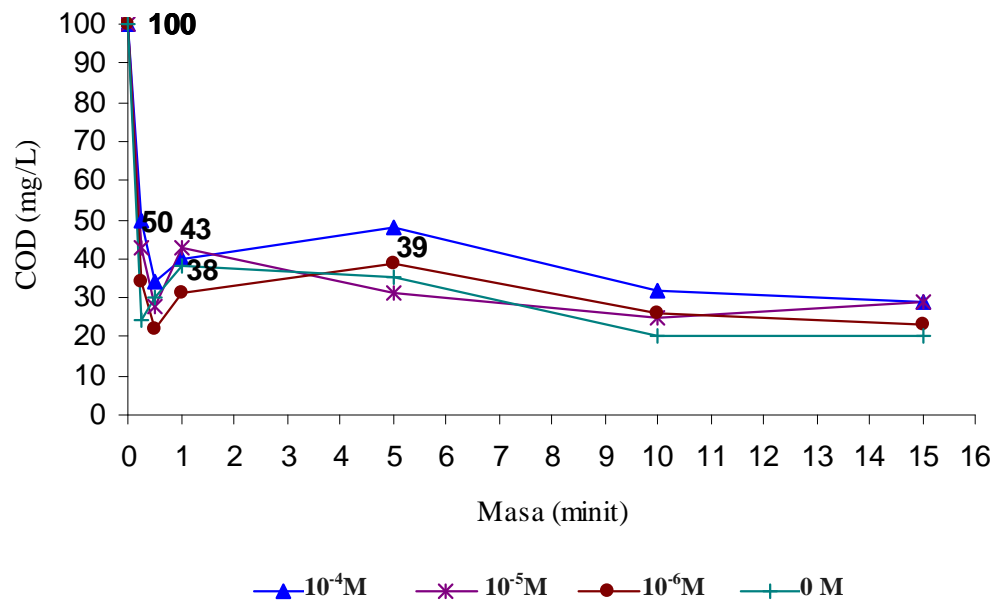
Rajah 4.6: Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat CO_3^{2-}



Rajah 4.7: Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat HCO_3^-



Rajah 4.8: Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat NO_3^-



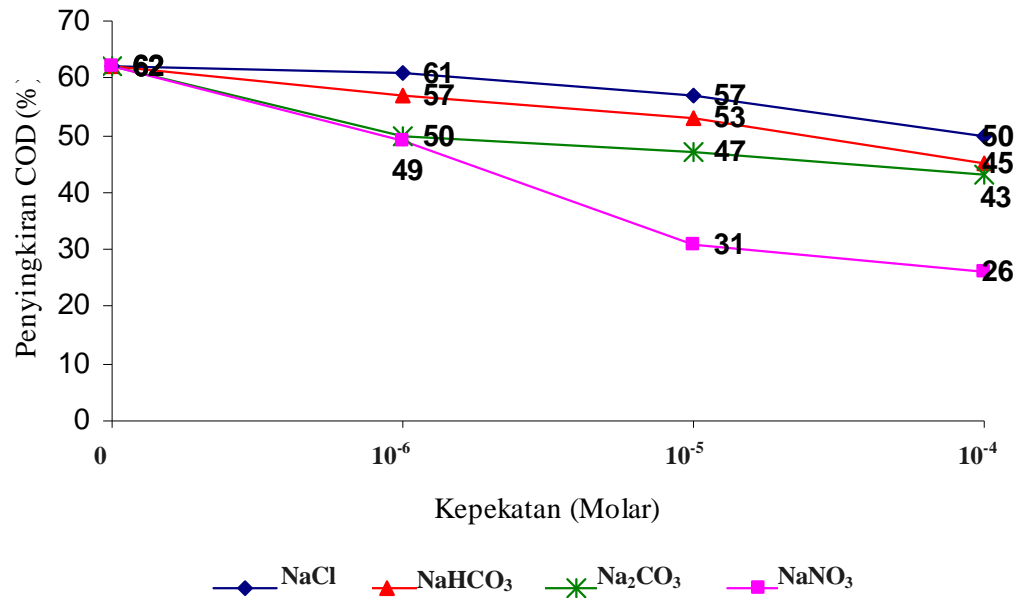
Rajah 4.9: Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat Cl^-

Berdasarkan Rajah 4.6 hingga Rajah 4.9 di atas, nilai COD tertinggi tanpa kehadiran perencat iaitu pada larutan perencat berkepekatan 0 M adalah 38 mg/L. Pada kepekatan perencat 10^{-4} M, nilai COD tertinggi adalah 74 mg/L iaitu pada sebatian larutan yang mengandungi ion NO_3^- . Manakala nilai COD terendah pula adalah 50 mg/L iaitu pada sebatian larutan yang mengandungi ion Cl^- . Bagi kepekatan perencat 10^{-5} M pula, nilai COD tertinggi dan terendah masing-masing adalah 69 mg/L dan 43 mg/L masih lagi pada sebatian larutan yang mengandungi ion NO_3^- dan ion Cl^- .

Rajah 4.10 di bawah pula menunjukkan peratus penyingkiran COD bagi setiap jenis perencat. Nilai peratus penyingkiran COD dihitung menggunakan rumus dalam persamaan (4.2).

Peratus penyingkiran COD tanpa kehadiran perencat iaitu pada kepekatan perencat 0 M adalah 62%. Jika dilihat pada keputusan di dalam graf tersebut, kehadiran ion NO_3^- menyumbang kepada peratus penyingkiran COD terendah sedangkan bagi penyahwarnaannya hingga G seperti yang telah dilihat sebelum ini, peratus penyahwarnaannya mencapai 90%. Ini menunjukkan bahawa dengan kehadiran ion NO_3^- , bahan organik di dalam sampel, semakin sukar untuk dioksidakan. Apabila kesukaran untuk mengoksidakan bahan organik berlaku, lebih banyak kromat yang akan digunakan, dengan itu lebih tinggi nilai COD.

Pada kepekatan 10^{-6} M, peratus penyingkiran COD tertinggi adalah sebanyak 61% manakala peratus penyingkiran terendah adalah 49%. Apabila kepekatan perencat yang digunakan semakin tinggi, peratus penyingkiran dilihat semakin menurun. Pada kepekatan perencat 10^{-5} M, peratus penyingkiran tertinggi dan terendah adalah sebanyak 57% dan 31% masing-masing. Bagi perencat berkepekatan 10^{-4} M pula, peratus penyingkiran tertinggi adalah sebanyak 50% dan terendah pula adalah sebanyak 26% sahaja.



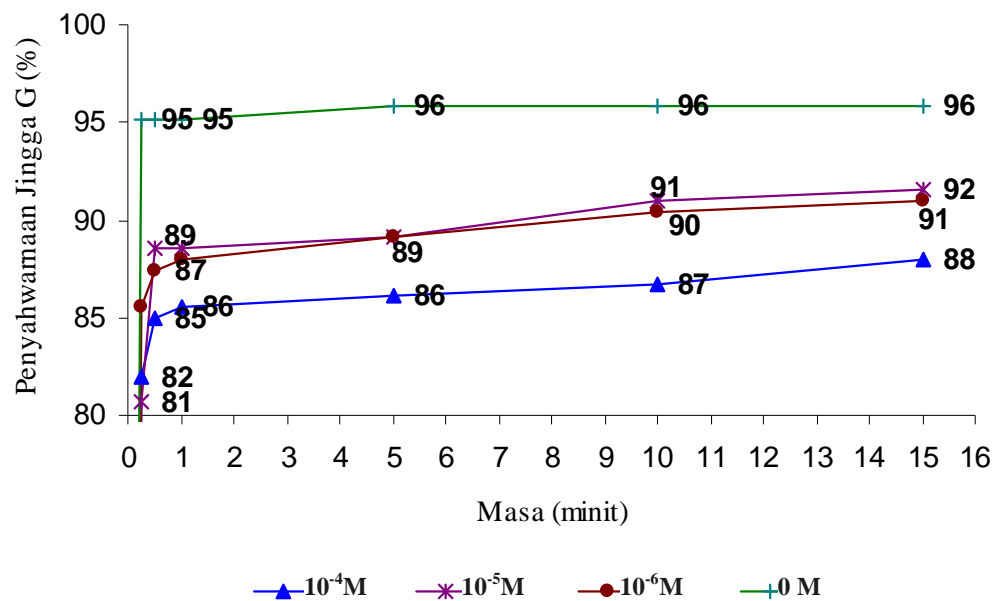
Rajah 4.10: Peratus penyingkiran COD bagi setiap jenis perencat

4.2 Perbandingan Kesan Penggunaan Kation K⁺ dan Na⁺ Pada Perencat CO₃²⁻ Terhadap Proses Reagen Fenton

Satu lagi perbandingan yang mengambil kira faktor kehadiran kation yang berlainan dalam pelbagai kepekatan garam karbonat ditentukan. Kation yang dimaksudkan terdiri daripada kation K⁺ dan Na⁺. Perbandingan adalah berdasarkan kepada dua parameter yang telah ditentukan iaitu penyahwarnaan Jingga G dan COD.

4.2.1 Penyahwarnaan Jingga G

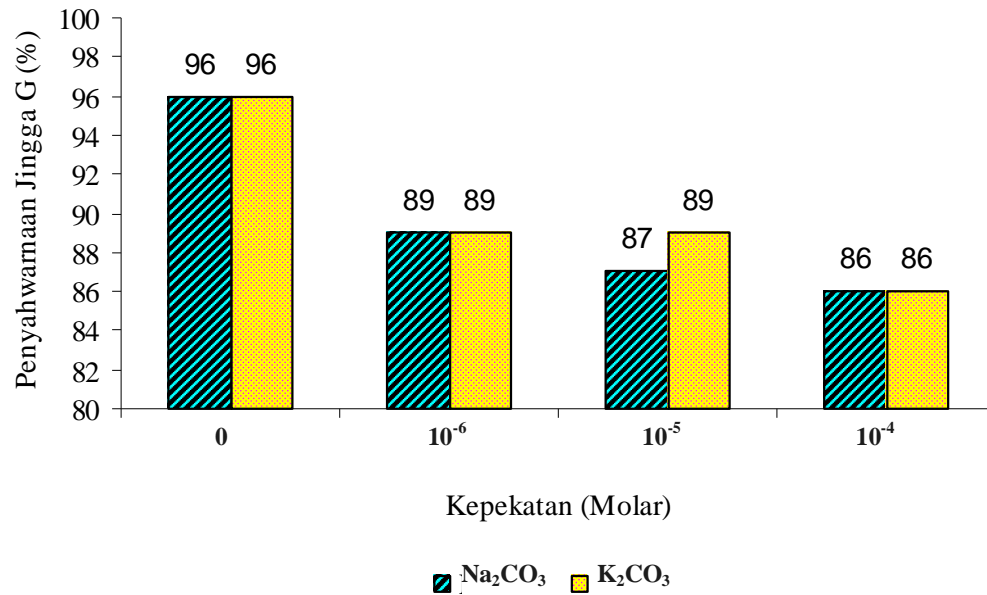
Peratus penyahwarnaan Jingga G dihitung menggunakan rumus dalam persamaan (4.1) dan daripada nilai tersebut, satu graf penyahwarnaan Jingga G bagi setiap kepekatan CO_3^{2-} diplot seperti yang ditunjukkan di dalam Rajah 4.11 di bawah.



Rajah 4.11: Peratus penyahwarnaan Jingga G dengan kehadiran kation K^+ dalam sebatian CO_3^{2-}

Rajah 4.12 di bawah pula menunjukkan perbandingan peratus penyahwarnaan Jingga G di antara kation K^+ dan Na^+ dalam sebatian CO_3^{2-} . Berdasarkan graf tersebut, kehadiran salah satu kation didapati tidak menyumbang kepada pertambahan atau pengurangan kesan rencatan $\cdot\text{OH}$ yang begitu ketara. Pada kepekatan $\text{CO}_3^{2-} 10^{-6}\text{M}$, peratus penyahwarnaan Jingga G bagi kation Na^+ dan kation K^+ adalah sebanyak 89%. Sebaliknya, pada kepekatan $\text{CO}_3^{2-} 10^{-5}\text{M}$, peratus penyahwarnaan larutan sampel yang mengandungi kation Na^+ menurun kepada 87%

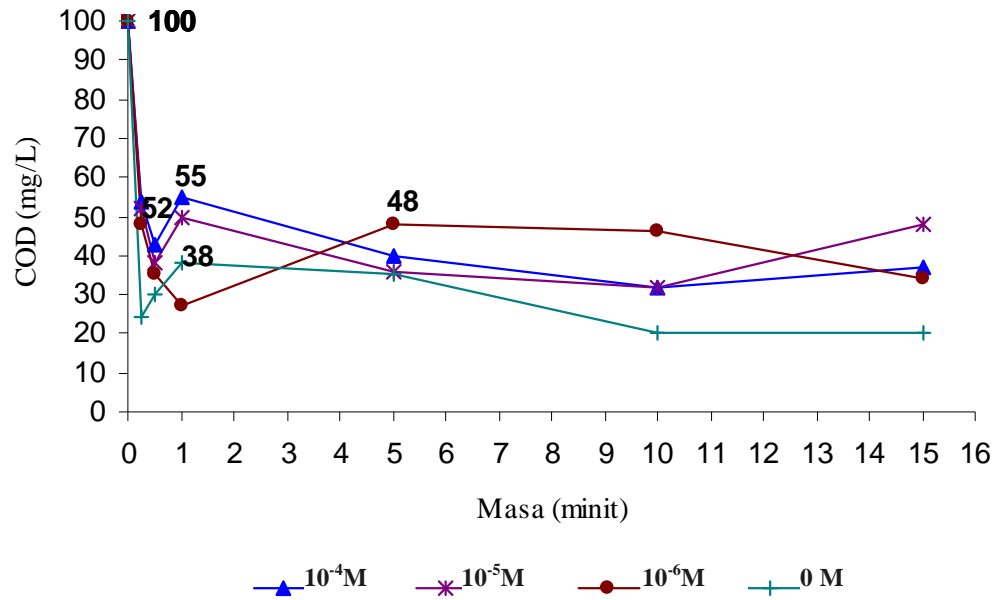
berbanding kation K^+ masih 89% penyahwarna. Bagi kepekatan CO_3^{2-} $10^{-4}M$, peratus penyahwarna bagi kation Na^+ dan K^+ masing-masing adalah sebanyak 86%.



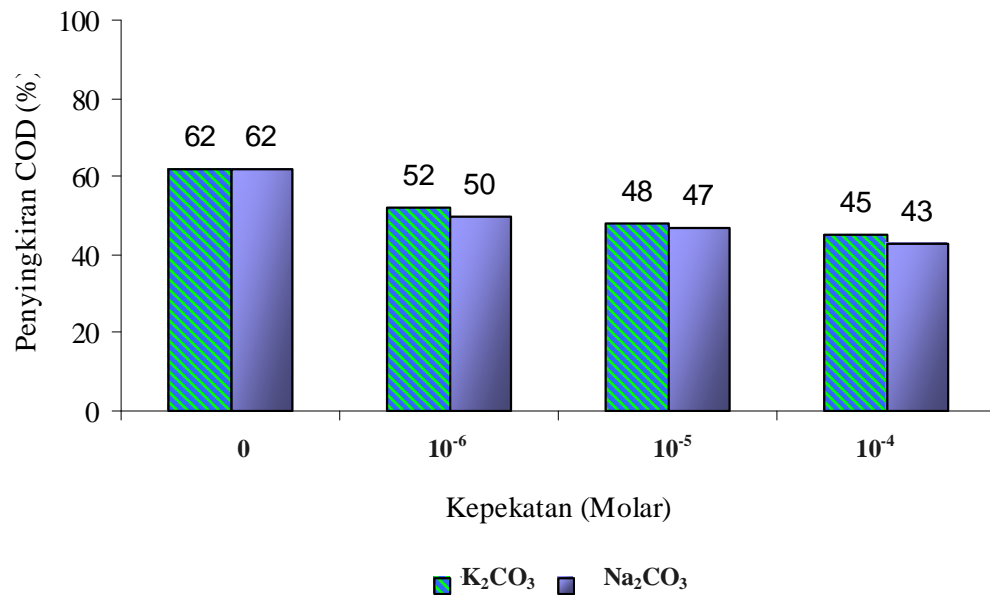
Rajah 4.12 : Perbandingan penyahwarna Jingga G bagi perencat CO_3^{2-} yang berlainan kation

4.2.2 Penyingkiran COD

Rajah 4.13 di bawah menunjukkan graf untuk nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan karbonat dengan kehadiran K^+ . Ini disusuli dengan graf peratus penyingkiran COD seperti yang ditunjukkan pada Rajah 4.14 berikutnya.



Rajah 4.13 : Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat K_2CO_3



Rajah 4.14 : Peratus penyingkiran COD antara kation K^+ dan Na^+ di dalam sebatian CO_3^{2-}

Berdasarkan graf di dalam Rajah 4.14, kehadiran kation K^+ menyumbang kepada peratus penyingkiran COD lebih tinggi berbanding kation Na^+ . Ini dapat dihubungkan melalui siri kereaktifan logam alkali itu sendiri untuk mendermakan elektron di mana kation K^+ adalah lebih reaktif berbanding kation Na^+ . Apabila ion CO_3^{2-} dilepaskan dari kation K^+ , pengoksidaan bahan organik karbonat menjadi semakin mudah. Oleh kerana faktor tersebut, K_2CO_3 kurang merencat berbanding Na_2CO_3 terhadap penyingkiran COD.

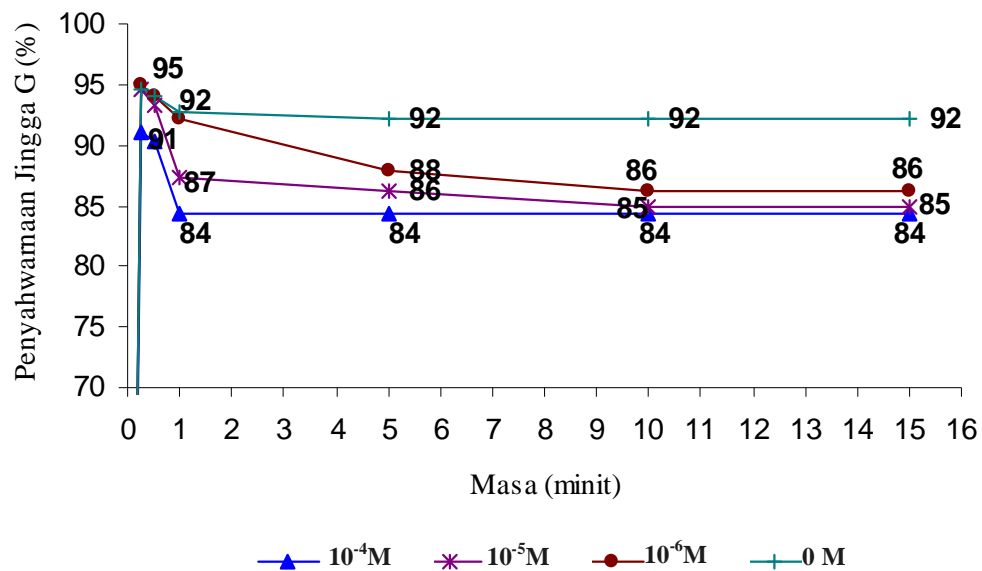
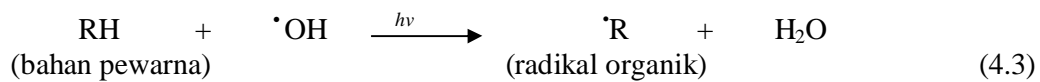
Tanpa kehadiran perencat, peratus penyingkiran COD mencapai 62%. Bagi kepekatan $CO_3^{2-} 10^{-6}M$, perbezaan bagi peratusan penyingkiran COD adalah sebanyak 2% iaitu dengan nilai K^+ dan Na^+ masing-masing 52% dan 50%. Begitu juga dengan kepekatan $CO_3^{2-} 10^{-5}M$, perbezaan peratus penyingkiran antara K^+ dan Na^+ adalah sebanyak 1% di mana K^+ di dalam sebatian CO_3^{2-} memberi bacaan lebih tinggi berbanding Na^+ dengan masing-masing 48% dan 47%. Peratus penyingkiran COD ini turut dipengaruhi oleh kepekatan perencat tersebut di mana semakin tinggi kepekatan perencat maka semakin sukar bahan organik dalam sampel untuk dioksidakan menyebabkan kuantiti kromat yang digunakan untuk mengoksidakan bahan organik turut meningkat.

4.3 Perbandingan Keberkesanan Proses Reagen Fenton Yang Dijalankan Dengan dan Tanpa Cahaya Pada Perencat CO_3^{2-} .

Satu lagi perbandingan dibuat berdasarkan kepada kehadiran cahaya nampak dan tanpa cahaya dalam pelaksanaan proses reagen Fenton untuk pelbagai kepekatan garam karbonat.

4.3.1 Penyahwarnaan Jingga G

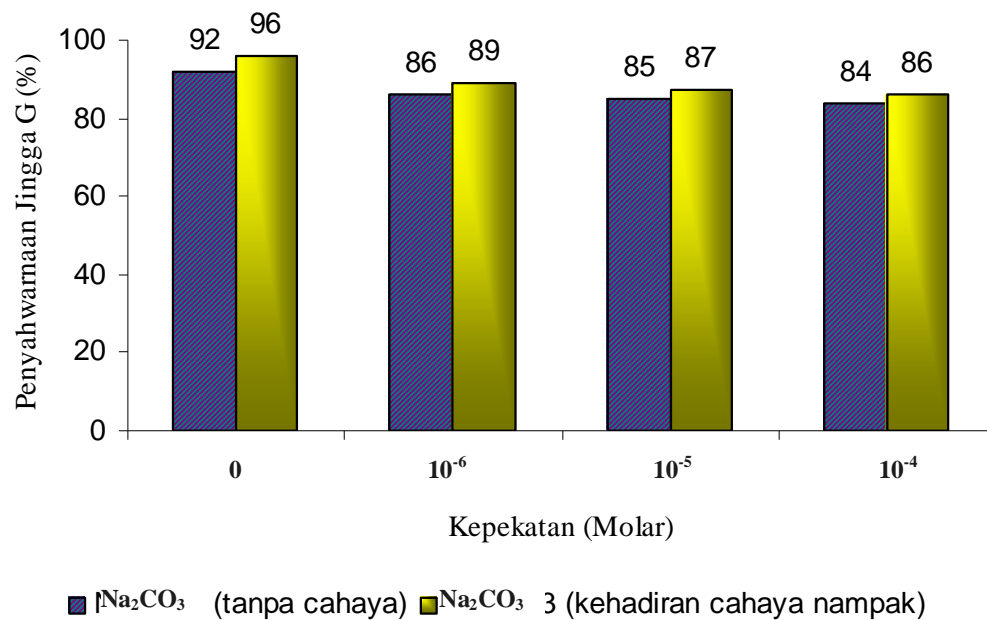
Keputusan di dalam Rajah 4.15 di bawah menunjukkan peratus penyahwarnaan Jingga G bagi proses reagen Fenton tanpa kehadiran cahaya nampak. Penurunan peratus penyahwarnaan jingga G dalam masa 10 minit terawal berlaku kerana tiada penjana semula ion Fe^{2+} daripada ion kompleks Fe^{3+} berdasarkan persamaan 2.15 sebelum ini. Sekiranya tindak balas antara Fe^{2+} dengan H_2O_2 tidak dapat berlaku secara berterusan, maka kuantiti penghasilan $\cdot\text{OH}$ akan menjadi semakin merosot. Maka, tindak balas di antara $\cdot\text{OH}$ dengan bahan pewarna tidak dapat berlaku secara berterusan berdasarkan persamaan (4.3) di bawah.



Rajah 4.15: Peratus penyahwarnaan Jingga G bagi setiap kepekatan CO_3^{2-} dalam proses reagen Fenton tanpa kehadiran cahaya

Beberapa andaian boleh dibuat berdasarkan kepada Rajah 4.15 di atas. Pada kepekatan perencat 10^{-6}M , peratus penyahwarnaana Jingga G di dapati berada dalam keadaan statik selepas minit ke 10. Ini berlaku kerana Fe^{2+} telah habis digunakan untuk bertindak balas dengan molekul bahan pewarna. Faktor ini juga menjadi punca kepada peratus penyahwarnaana yang statik bagi kepekatan perencat yang lain.

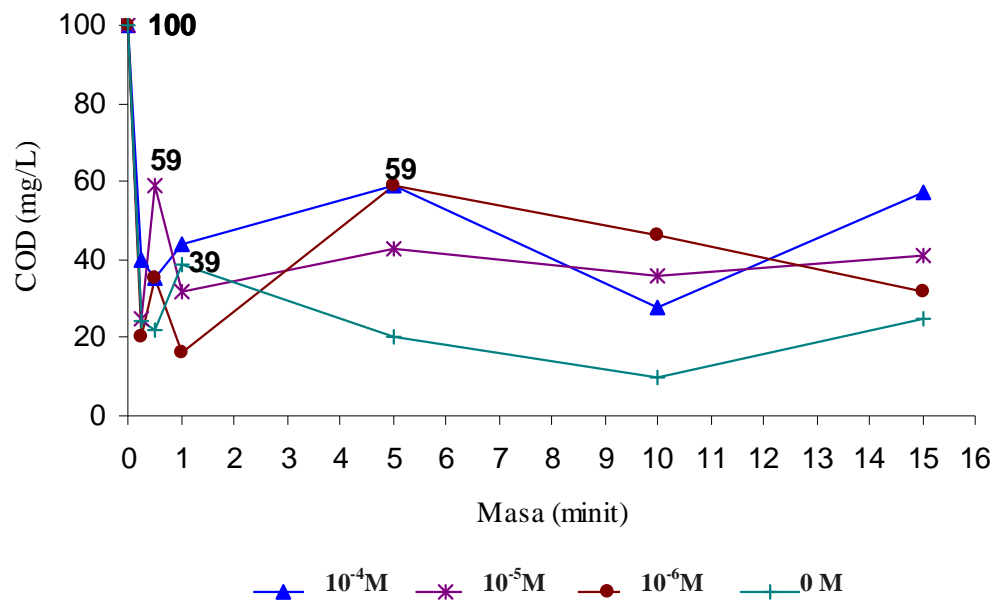
Rajah 4.16 di bawah menunjukkan peratus penyahwarnaana Jingga G di dalam dua situasi yang berbeza iaitu dengan kehadiran cahaya nampak dan tanpa cahaya. Berdasarkan penelitian terhadap nilai peratusan dalam rajah tersebut dapat dinyatakan di sini bahawa, proses reagen Fenton lebih berkesan dilakukan dalam keadaan cahaya nampak kerana peratus penyahwarnaana Jingga G adalah lebih tinggi. Bagi kepekatan $\text{CO}_3^{2-} 10^{-6}\text{M}$, peratus penyahwarnaana Jingga G dengan dan tanpa cahaya nampak masing-masing adalah 89% dan 86%. Seterusnya untuk kepekatan $\text{CO}_3^{2-} 10^{-5}\text{M}$, peratus penyahwarnaana masing-masing menurun kepada 87% dan 85% masing-masing. Bagi kepekatan 10^{-4}M pula, peratus penyahwarnaana tertinggi dan terendah masing-masing adalah sebanyak 86% dan 84%.



Rajah 4.16 : Peratus penyahwarnaana Jingga G bagi proses reagen Fenton dengan dan tanpa cahaya nampak pada setiap kepekatan CO_3^{2-} .

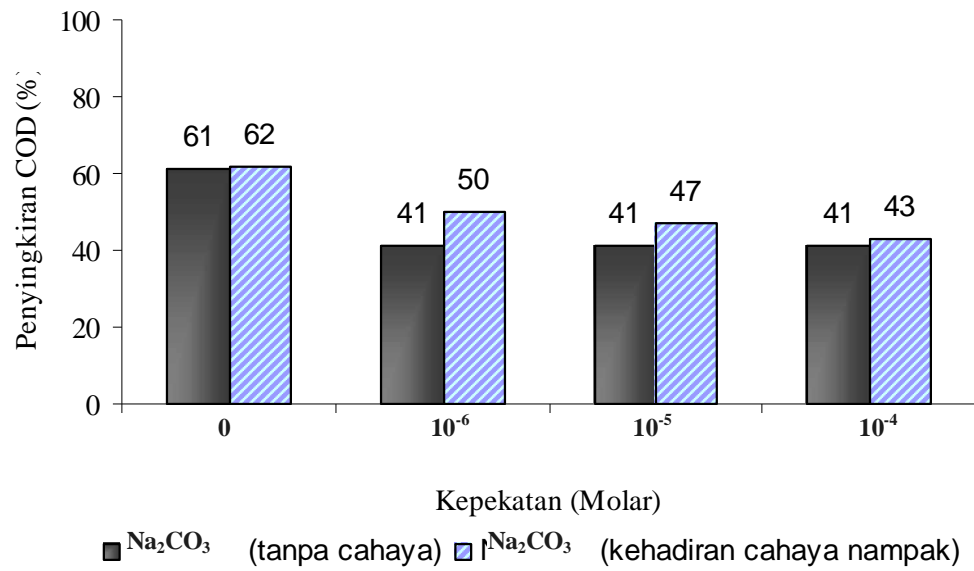
4.3.2 Penyingkiran COD

Graf di dalam Rajah 4.17 di bawah menunjukkan nilai COD maksimum yang dipilih bagi setiap kepekatan CO_3^{2-} di dalam proses reagen Fenton tanpa kehadiran cahaya.



Rajah 4.17 : Nilai COD maksimum bagi setiap kepekatan perencat CO_3^{2-} .

Perbandingan keberkesanan peratus penyingkiran COD bagi dua situasi proses reagen Fenton yang berbeza ditunjukkan di dalam Rajah 4.18 di bawah. Peratus penyingkiran COD dihitung menggunakan persamaan (4.2). Peratus penyingkiran COD lebih tinggi dalam keadaan cahaya nampak berbanding tanpa cahaya. Sebanyak 50% penyingkiran COD berlaku dalam keadaan terang berbanding 41% dalam keadaan gelap untuk kepekatan CO_3^{2-} 10^{-6}M . Bagi CO_3^{2-} berkepekatan 10^{-5}M pula, peratus penyingkiran COD dalam situasi terang dan gelap masing-masing adalah 47% dan 41%. Manakala untuk kepekatan CO_3^{2-} 10^{-4}M , peratus penyingkiran COD dengan dan tanpa cahaya masing-masing adalah 43% dan 41%.



Rajah 4.18 : Peratus penyingkiran COD bagi proses reagen Fenton dengan dan tanpa cahaya nampak pada setiap kepekatan CO_3^{2-} .

Daripada uji kaji yang telah dijalankan, dapat disimpulkan bahawa olahan bahan pewarna Jingga G melalui proses reagen Fenton lebih berkesan sekiranya ia dilakukan dengan kehadiran cahaya nampak kerana proses olahan boleh berlaku secara berterusan. Tetapi sekiranya proses ini dilanjutkan dengan memberi keamatan cahaya pada jarak gelombang tertentu (*photo assisted Fenton*), maka keberkesanan proses reagen Fenton akan meningkat.

BAB 5

KESIMPULAN DAN CADANGAN

5.1 Kesimpulan

Secara keseluruhannya, beberapa kesimpulan boleh dibuat berdasarkan kepada keputusan dan analisis bagi uji kaji yang telah dijalankan. Antaranya ialah :

- i. Proses reagen Fenton adalah salah satu sistem AOP yang amat berkesan dalam mengolah bahan pewarna Azo, Jingga G. Tanpa kehadiran perencat, peratus penyahwarnaan Jingga G mencapai nilai 96% manakala untuk COD pula, peratus penyingkiran COD mencapai 62%.
- ii. Tindak balas proses reagen Fenton dalam mengolah bahan pewarna Jingga G berlaku dengan amat pantas. Ini dapat dilihat melalui peratus penyahwarnaan dan penyingkiran COD yang tinggi hanya dalam masa 15 minit.

- iii. Kehadiran perencat seperti CO_3^{2-} dan HCO_3^- di dalam sampel larutan boleh menurunkan keberkesanan pengolahan Jingga G melalui proses reagen Fenton.
- iv. Pada kepekatan 10^{-1}M hingga 10^{-3}M bagi sebatian Na_2CO_3 , NaHCO_3 , dan K_2CO_3 , sebatian-sebatian tersebut menyumbang kepada kealkalian yang tinggi apabila dimasukkan ke dalam larutan sampel. Proses reagen Fenton tidak dapat dijalankan apabila nilai pH melebihi 3.5.
- v. Bahan kimia berbeza yang digunakan sebagai agen perencat menyumbang kepada pemalar kadar tindak balas terhadap $\cdot\text{OH}$ yang berlainan bagi merencatkan penyahwarnaan Jingga G.
- vi. Bagi sebatian NaNO_3 yang digunakan sebagai agen perencat, kuasa rencatan ion NO_3^- dalam penyahwarnaan Jingga G tidak begitu kuat tetapi bagi penyingkiran COD dapat dilihat bahawa ion NO_3^- lebih merencat berbanding ion-ion perencat yang lain.
- vii. Kehadiran sebatian NaCl sebagai agen perencat tidak menyumbang kepada rencatan yang tinggi dalam penyahwarnaan Jingga G dan penyingkiran COD dalam proses reagen Fenton.
- viii. Penggunaan kation yang berbeza iaitu K^+ dan Na^+ dalam sebatian karbonat tidak menunjukkan perbezaan yang ketara dalam penyahwarnaan Jingga G, tetapi untuk COD kehadiran K^+

menyumbang kepada peratus penyingkiran lebih tinggi berbanding Na^+ berdasarkan siri kereaktifan pelepasan elektron.

- ix. Bagi penyahwarnaan Jingga G semakin lama tempoh tindak balas semakin meningkat peratus penyahwarnaan. Kepekatan ion perencat yang terlalu tinggi akan menyebabkan tindak balas $\cdot\text{OH}$ dengan ion perencat lebih kerap berlaku daripada tindak balas $\cdot\text{OH}$ dengan molekul pewarna.
- x. Peratus penyingkiran COD bergantung kepada kuantiti oksigen terlarut yang digunakan untuk bertindak balas secara kimia dengan bahan organik. Semakin tinggi kepekatan perencat yang digunakan semakin kuat ikatan di antara nukleus dengan elektron valensi menyebabkan bahan organik semakin sukar untuk diuraikan. Maka lebih banyak oksigen terlarut diperlukan untuk menguraikan ikatan tersebut menyebabkan nilai COD meningkat.
- xi. Tanpa kehadiran cahaya nampak dalam proses reagen Fenton, penjanaan semula ion Fe^{2+} tidak akan berlaku menyebabkan penghasilan $\cdot\text{OH}$ terbantut maka proses olahan tidak dapat berlangsung secara berterusan

5.2 Cadangan

Antara beberapa cadangan yang boleh diusulkan bagi memperbaiki penyelidikan dan keputusan di masa akan datang adalah :

- i. Menggunakan asid sulfurik yang lebih pekat bagi mengawal pH larutan kepada 3.5 di dalam proses reagen Fenton.
- ii. Pengawalan nilai pH perlu dilakukan selepas bahan perencat dimasukkan ke dalam larutan sampel yang mengandungi bahan pewarna Jingga G.
- iii. Mewujudkan ion Fe^{2+} yang lebih pekat di dalam reaktor dengan menggunakan kepekatan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang lebih tinggi supaya tindak balas reagen Fenton dapat berlaku dengan lebih efektif.
- iv. Menilai uji kaji reagen Fenton dengan pelbagai parameter seperti BOD, nisbah BOD/COD, SS, serapan uv dan sebagainya dalam pelaksanaan proses reagen Fenton.
- v. Mengkaji kesan-kesan pH terhadap proses reagen Fenton
- vi. Menjalankan proses reagen Fenton dengan bantuan keamatan cahaya yang lebih spesifik (*photo-assisted Fenton*) dalam mengolah bahan pewarna reaktif.

SENARAI RUJUKAN

- Abrahart, E. N. (1977). *Dyes And Their Intermediates*. 2nd ed. Hill Street, London: Edward Arnold. 27-30
- Bhattacharjee.S dan Shah.Y.T. (1998). Mechanism for Advanced Photooxidation of Aqueous Organic Waste Compounds. *Rev. Chem. Eng.* **14(1): 1**
- Bishop, D. F. et al. (1968). Hydrogen Peroxide Catalytic Oxidation of Refractory Organics in Municipal Waste Waters. *Ind. Eng. Chem., Process Design & Development.* **7(1): 1110 - 1170**
- Burkinshaw. S. M. (1995). *Chemical Principals of Synthetic Fiber Dyeing*. 1st ed. Wester Cleddens Road, Glasgow: Blackie Academic & Professional. 133-134
- Chung, K. T dan Steven Jr. (1993). Decolorization of Azo Dyes By Environmental Microorganisms And Helminthes. *Environ. Toxicol. Chem.* 12: 2121-2132
- Hii. T. M. (1999). *Kesan Penambahan Titanium Dioksida & Hidrogen Peroksida Terhadap Fotodegradasi Pewarna Azo Dalam Larutan Berair*. Universiti Teknologi Malaysia: Tesis Sarjana Muda.

Ivanov, V. B. (1987). *Reactive Dyes in Biology*. 7th ed. Poststrasse 22, Switzerland: Harwood Academic Publishers. 2-5

Kiwi, J, Lopez, A dan Nadtochenko, V. (2000). Mechanism and Kinetics of the OH-Radical Intervention during Fenton Oxidation in the Presence of a Significant Amount of Radical Scavenger. *Environmental Science and Technology*. **34(11): 2162**

Kuo, W.G. (1992). *Decolorizing dye wastewater with Fenton's reagent*. Chinese Culture University: Pergamon Press Ltd. 881-886

Muzaffar Zainal Abideen (2000). *Olahan Air Sisa Industri Tekstil Melalui Proses Pengoksidaan Lanjutan*. Universiti Teknologi Malaysia.; Tesis Sarjana.

Reutergardh, L.B. dan Iangphasuk, M. (1997). *Photocatalytic decolourisation of reactive azo dyes: a comparison between TiO₂ and Cds photocatalysis*. *Chemosphere*. **35(3)**. 585-596

Rys, P. dan Zollinger.H. (1975). *The Theory of Coloration of Textile*. Dlm. Abraham. E. N. *Dyes & Their Intermediates*. Hill Street, London: Edward Arnold Ltd. 185.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L. dan Parkin, G.F. (1994). *Chemistry for Environmental Engineering*. 4th ed. Singapore: McGraw-Hill International.471.

LAMPIRAN A

Gambar –gambar foto peralatan dan radas yang digunakan



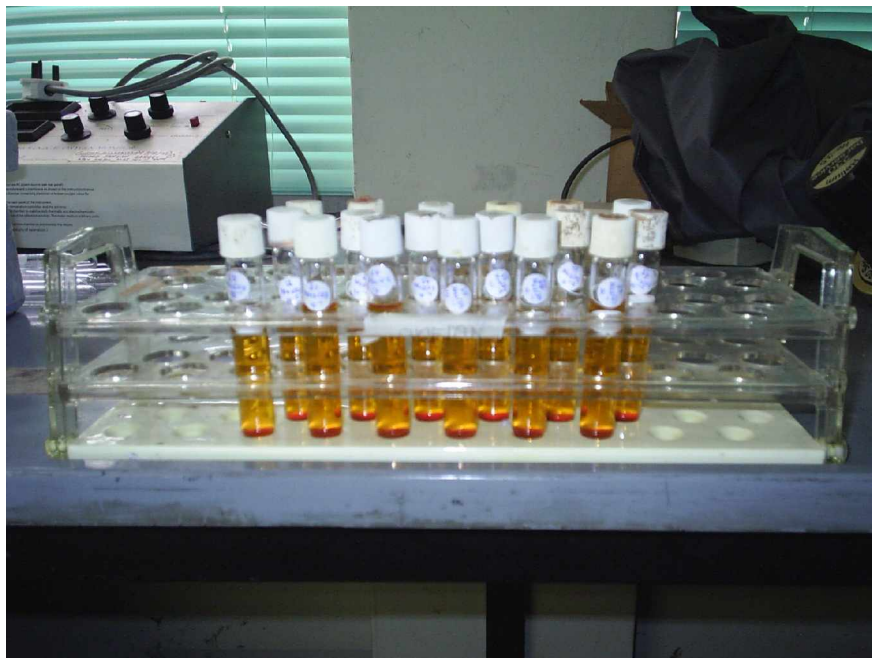
Rajah A.1 : Gambar menunjukkan proses reagen Fenton yang dijalankan tanpa kehadiran cahaya nampak. (pandangan hadapan dan sisi)



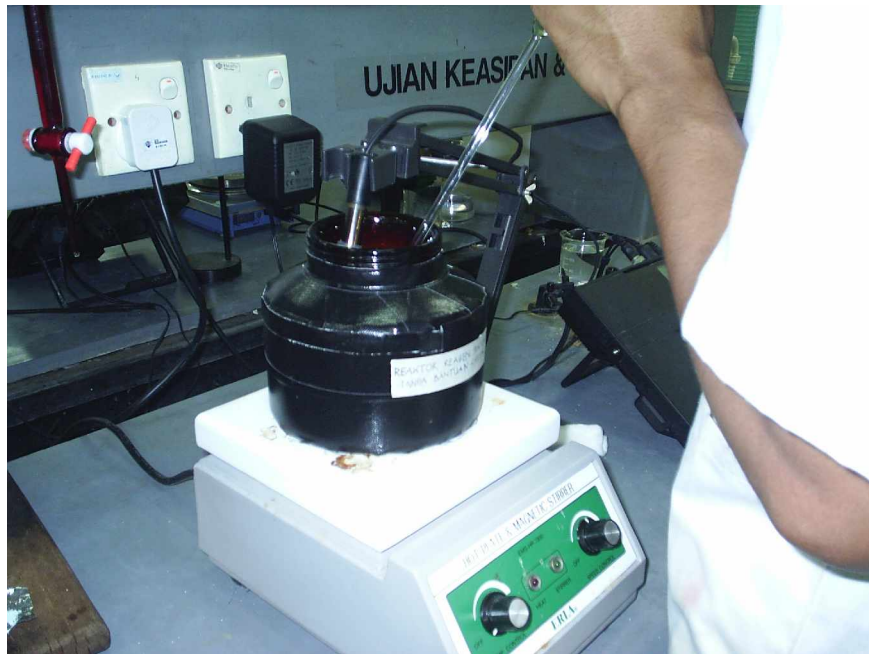
Rajah A.2 : Alat Spektrofotometer HACH DR/4000 yang digunakan untuk mengambil bacaan warna dan nilai COD bagi sampel.



Rajah A.3 : Alat pemanasan sampel uji kaji COD



Rajah A.4 : Sampel larutan Jingga G bagi setiap sela masa dan kepekatan



Rajah A.5 : Gambar menunjukkan pengawalan pH kepada 3.5 dengan mentitratkan asid sulfurik 0.02 M ke dalam sampel. Meter pH digunakan bagi merekod bacaan.

LAMPIRAN B

Jenis dan ciri bahan pewarna yang sering digunakan di dalam industri tekstil

Jadual B.1: Jenis dan ciri bahan pewarna yang sering digunakan di dalam industri tekstil beserta dengan pelbagai kriteria lain (Buckley, C. A).

Jenis Pewarna	Ciri-ciri	Tipikal Gentian yang Berkaitan	Mekanisma Gabungan Pewarna Gentian	Kaedah Aplikasi
Asid	Anionik, larut dalam air, lemah dalam kecepatan basah	Nilon, bulu biri-biri	Ikatan ionik	Gentian bercas positif. Suhu ditambah dari 50°C hingga 110°C
Azonik	Koloid selepas tindak balas dalam gentian. Tidak larut dalam air. Cepat basah. Cepat bertukar warna	Kapas, viskosa	Pemendakan insitu bahan pewarna dalam gentian	Pewarna dilarutkan dalam sulfat sodium alkali. Pewarna digantikan kepada elektrolit. Pemendakan pewarna (insitu) dengan udara atau peroksida.
Reaktif	Anionik. Sangat larut dalam air. Baik dalam kecepatan basah. Cepat bertukar warna.	Kapas, viskosa, bulu biri-biri	Ikatan kovalen	Gentian ditempatkan dalam akues pewarna. Garam ditambah untuk ubah pewarna kepada gentian. Alkali ditambah untuk tindakbalas pewarna gentian
Terus	Anionik. Sangat larut dalam air. Lemah dalam kecepatan basah.	Kapas, viskosa	Ikatan ionik	Gentian diletak dalam bekas beralkali. Elektrolit pewarna (NaCl, Na ² SO _a) ditambah untuk gentian kepada gentian. Suhu sehingga 98°C
Penyerak	Penyerak koloid. Tidak mudah larut dalam air. Baik dalam kecepatan basah	Poliester, nilon, akrilik, asitat, selulosa	Penggabungan koloid, penjerapan	Gentian ditempatkan dalam pewarna berasid. Tambahan pewarna. Suhu sehingga 130°C mempengaruhi pewarna

LAMPIRAN C

Peraturan Kualiti Alam Sekeliling (Kumbahan dan Effluen-Effluen Kilang)

Jadual C.1: Had-had parameter bagi effluen piawai A dan piawai B

AKTA KUALITI ALAM SEKELILING, 1974			
PERATURAN-PERATURAN KUALITI ALAM SEKELILING—			
(KUMBAHAN DAN EFFLUEN-EFFLUEN PERINDUSTRIAN) 1979			
[Peraturan 8 (1), 8 (2), 8 (3)]			
HAD-HAD PARAMETER BAGI EFFLUEN PIAWAI A DAN PIAWAI B			
Parameter	Unit	Piawai	
		A	B
(1)	(2)	(3)	(4)
1. Suhu	°C	40	40
2. Nilai pH	---	6.0-9.0	5.5-9.0
3. BOD ₅ pada 20°C	mg/l	20	50
4. COD	mg/l	50	100
5. Pepejal terampai	mg/l	50	100
6. Raksa	mg/l	0.005	0.05
7. Kadmium	mg/l	0.01	0.02
8. Kromium Heksavalensi	mg/l	0.05	0.05
9. Arsenium	mg/l	0.05	0.10
10. Sianid	mg/l	0.05	0.10
11. Pelamban	mg/l	0.10	0.5
12. Kromium Trivalensi	mg/l	0.2	1.0
13. Tembaga	mg/l	0.2	1.0
14. Manganam	mg/l	0.2	1.0
15. Nikel	mg/l	0.2	1.0
16. Timah	mg/l	0.2	1.0
17. Zing	mg/l	1.0	1.0
18. Boron	mg/l	1.0	4.0
19. Besi(Fe)	mg/l	1.0	5.0
20. Fenol	mg/l	0.001	1.0
21. Klorin bebas	mg/l	1.0	2.0
22. Sulfid	mg/l	0.50	0.50
23. Minyak dan gris	mg/l	tak boleh dikesan	10.0

Sumber: Jabatan Alam Sekitar, Malaysia

Jadual C.2: Piawaian yang dikeluarkan oleh Jabatan Alam Sekitar bagi memberikan satu garis panduan kepada pihak industri dan perkilangan.

AKTA KUALITI ALAM SEKELILING 1974
PERATURAN-PERATURAN KUALITI ALAM SEKELILING
(KUMBAHAN DAN EFLUEN-EFLUEN PERINDUSTRIAN) 1974
PERATURAN [11(5)(b)]

Parameter	Unit	Had
(i) Suhu	$^{\circ}\text{C}$	45
(ii) Nilai pH		5.0-9.0
(iii) BOD ₅ pada suhu 20 $^{\circ}\text{C}$	mg/l	400
(iv) COD	mg/l	1000
(v) Pepejal terampai	mg/l	400
(vi) Merkuri	mg/l	0.01
(vii) Kadmium	mg/l	1.00
(viii) Kromium, Heksavalen	mg/l	2.00
(ix) Arsenik	mg/l	2.00
(x) Sianida	mg/l	2.00
(xi) Tembaga	mg/l	2.00
(xii) Kromium Trivalen	mg/l	10.00
(xiii) Kuprum	mg/l	10.00
(xiv) Mangan	mg/l	10.00
(xv) Nikel	mg/l	10.00
(xvi) Timah	mg/l	10.00
(xvii) Zink	mg/l	10.00
(xix) Besi (Ferum)	mg/l	10.00
(xx) Fenol	mg/l	5.00
(xxii) Sulfida	mg/l	2.00
(xxiii) Minyak dan Gris	mg/l	100.00

Sumber :- Department of Statistic, 1974