Pengaruh pH Awal Larutan Methyl Orange pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange dengan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>

**SKRIPSI** 

S BRAWING A

Oleh:

IKE DAYI FEBRIANA

0810920037-92



JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS BRAWIJAYA **MALANG** 2012

#### Pengaruh pH Awal Larutan *Methyl Orange* pada Degradasi Zat Warna *Methyl Orange* dengan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>

#### **SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:

IKE DAYI FEBRIANA

0810920037-92



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2012

#### Lembar Pengesahan Skripsi

Pengaruh pH Awal Larutan Methyl Orange pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange dengan Fotokatalis Bentonit-TiO2

Oleh : IKE DAYI FEBRIANA ^920037-92 Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji pada tanggal ..... dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

**Pembimbing I** 

**Pembimbing II** 

Dra. Sri Wardhani, M.Si. NIP. 19680226 199203 2 001 Zubaidah Ningsih A.S., S.Si, M.Phil NIP. 19790524 200312 2 002

Mengetahui, Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS NIP. 19630404 198701 1 001

#### LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ike Dayi Febriana NIM : 0810920037-92

Jurusan : Kimia Penulis skripsi berjudul :

Pengaruh pH Awal Larutan *Methyl Orange* pada Degradasi Zat Warna *Methyl Orange* dengan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>

Dengan ini menyatakan bahwa:

- 1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain namanama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini
- 2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 9 Februari 2012 Yang menyatakan,

> Ike Dayi Febriana NIM, 0810920037

### Pengaruh pH Awal Larutan *Methyl Orange* pada Degradasi Zat Warna *Methyl Orange* dengan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>

#### **ABSTRAK**

Pada penelitian ini dibahas tentang pengaruh pH awal larutan methyl orange pada degradasi zat warna methyl orange dengan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH awal larutan methyl orange terhadap laju fotodegradasi methyl orange. Selain itu, penelitian ini juga bertujuan mengetahui pengaruh konsentrasi awal larutan methyl orange pada pH awal optimum terhadap laju fotodegradasi methyl orange dengan fotokatalis bentonit-TiO2. Variasi pH awal dan konsentrasi awal masing-masing adalah 2,4,6,8,10 dan 10,81 ppm; 18,92 ppm; 39,19 ppm; 54,05 ppm; 56,76 ppm. Tiap larutan disinari menggunakan sinar ultraviolet selama 30, 50, 70, 90, dan 110 menit. Konsentrasi methyl orange setelah degradasi ditentukan menggunakan spektronik-20. Laju fotodegradasi methyl orange dinyatakan dalam suatu kurva penurunan konsentrasi methyl orange sebagai fungsi lama penyinaran sinar ultraviolet. Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi pH awal memberikan laju reaksi dimana laju reaksi tersebut lebih besar pada kondisi asam dibandingkan dengan kondisi basa. Perbedaan konsentrasi awal juga memberikan laju reaksi yang berbeda dimana pada konsentrasi 56,76 ppm kecepatan reaksi cenderung konstan tidak seperti pada konsentrasi kecil dimana menunjukkan peningkatan laju fotodegradasi. Laju fotdegradasi methyl orange optimum pada pH awal 4 dan konsentrasi awal 54.05 ppm.

Kata kunci : bentonit,  $TiO_2$ ,  $methyl\ orange$ , pH awal, konsentrasi awal, spektronik – 20, laju fotodegradasi

# The Effect of *Methyl Orange* Solution Initial pH on the Degradation of *Methyl Orange* Dye with Bentonite –TiO<sub>2</sub> Photocatalyst

#### **ABSTRACT**

This research has studied the effect of *methyl orange* solution initial pH on the degradation of methyl orange dve with bentonite-TiO<sub>2</sub> photocatalyst. The aim of this research is to determine the effect of *methyl orange* solution initial pH on the rate of *methyl* orange photodegradation. Furthermore, this research also aims to determine the effect of methyl orange initial concentration at the optimum initial pH on the rate of methyl orange photodegradation with bentonite-TiO<sub>2</sub> photocatalyst. The initial pH and concentration were varied at 2, 4, 6, 8, 10 and 10,81 ppm; 18,92 ppm; 39,19 ppm; 54,05 ppm and 56,76 ppm respectively. Each solution has been irradiated using UV-light for 30, 50, 70, 90, and 110 minutes. Methyl orange concentration after photodegradation was determined using spectronic -20. The rate of photodegradation is presented in a curve showing *methyl orange* concentration as a function of radiation time. The results showed that the initial pH produced various rates in which the rate in acid was higher compared to in basic environment. Similarly, different initial concentration produced different rate in which at 56,76 ppm the rate remain constant unlike at smaller concentration which showed increasing photodegradation rate. The optimum rate of methyl orange photodegradation was obtained at pH 4 and at initial concentration 54,05 ppm..

Key words: bentonite,  $TiO_2$ , *methyl orange*, initial pH, initial concentration, spectronic – 20, rate of photodegradation

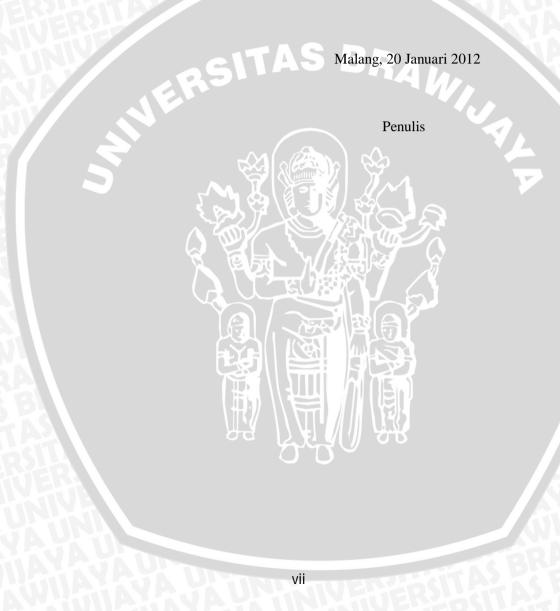
#### KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena atas segala rahmat, hidayah dan pertolongan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul "Pengaruh pH Awal Larutan Methyl Orange pada Degradasi Zat Warna Methyl Orange dengan Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>". Judul skripsi ini merupakan pengembangan dari judul skripsi sebelumnya yaitu "Uji Fotoaktivitas TiO<sub>2</sub>-Bentonit untuk Degradasi Senyawa Pewarna Methyl Orange dengan Menggunakan Sinar UV". Penyusunan naskah skripsi ini merupakan salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains bidang kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

- 1. Ibu Dra. Sri Wardhani, M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan kepada penulis selama masa penelitian maupun penyusunan naskah skripsi.
- 2. Ibu Zubaidah Ningsih A.S., S.Si, M.Phil selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan kepada penulis selama masa penelitian maupun penyusunan naskah skripsi.
- 3. Bapak Dr. H. Sasangka Prasetyawan, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya dan selaku dosen pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasihat akademik kepada penulis selama menumpuh pendidikan di Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
- 4. Dosen penguji dan dosen peninjau yang telah memberikan saran kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi.
- 5. Seluruh staf pengajar, karyawan, dan laboran di lingkungan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
- 6. Kedua orang tua dan keluarga penulis yang telah memberikan dukungan, doa, cinta dan kasih sayang kepada penulis hingga terselesaikannya naskah skripsi ini.
- 7. Seluruh rekan rekan mahasiswa di Jurusan Kimia, terutama untuk anagkatan 2008 yang telah memberikan semangat, dukungan, dan doa kepada penulis selama penyelesaian skripsi.

Penulis menyadari bahwa naskah skripsi ini belum sempurna dan memiliki banyak kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga naskah skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.



### DAFTAR ISI

		Halaman
HALAN	MAN JUDUL	i
HALAN	MAN PENGESAHAN	ii
HALAN	MAN PERNYATAAN	iii
<b>ABSTR</b>	AK	iv
ABSTR	ACT	v
KATA I	PENGANTAR	vi
	AR ISI	
DAFTA	AR GAMBAR	
DAFTA	AR TABEL	
DAFTA	AR LAMPIRAN	
BAB I	PENDAHULUAN (ACCE)	
	PENDAHULUAN 1.1 Latar Belakang	1
	1.2 Perumusan Masalah	4
	1.3 Batasan Masalah	4
	1.4 Tujuan Penelitian	5
	1.5 Manfaat Penelitian	5
<b>BAB II</b>		$\gamma$
	2.1 Bentonit	6
	2.2 TiO <sub>2</sub> sebagai Fotokatalis	7
	2.3 Degradasi Methyl Orange	11
	2.4 Laju Reaksi Fotodegradasi	14
<b>BAB III</b>	I METODE PENELITIAN	
	3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	16
	3.2 Bahan Penelifian	16
	3.3 Alat Penelitian	16
	3.4 Tahap Penelitian	16
	3.5 Prosedur Penelitian	17
	3.5.1 Preparasi dan Aktivasi Bentonit Alam	
	dengan Aktivasi Asam	
	3.5.2 Sintesis Fotokatalis Bentonit-TiO <sub>2</sub>	
	3.5.3 Uji Fotokatalisis	17
	3.5.3.1 Pengaruh pH Awal Larutan	
	Methyl Orange terhadap Laju	
	Reaksi Proses Fotodegradasi	17

3.5.3.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi	
Larutan Methyl Orange terhadap	
Laju Reaksi Proses	
Fotodegradasi	18
3.5.4 Penentuan Konsentrasi Methyl Orange	18
3.5.4.1 Penentuan Panjang Gelombang	
Maksimum Methyl Orange	
Menggunakan Spektronik-20	18
3.5.4.2 Penentuan Kurva Baku <i>Methyl</i>	
Orange Menggunakan	
Spektronik-20	18
3.5.4.3 Penentuan Konsentrasi <i>Methyl</i>	
Orange Menggunakan	
Spektronik-20	18
3.5.5 Penentuan Laju Reaksi Fotodegradasi	
Methyl Orange	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pengaruh pH Awal Larutan Methyl Orange	
terhadap Laju Reaksi Fotodegradasi	
Methyl orange	21
4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Awal Larutan	
Methyl Orange terhadap Laju Reaksi	
Fotodegradasi Methyl Orange	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	32
5.2 Saran	32
5.2 Saran  DAFTAR PUSTAKA	33
LAMPIRAN	37

### DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Mekanisme fotokatalisis	9
Gambar 2.2 Struktur TiO <sub>2</sub> , (a) anatase dan (b) rut	til 10
Gambar 2.3 Energi gap (warna biru), posisi pita	
valensi, pita konduksi, dan potensia	
redoks dari beberapa semikondukto	r 10
Gambar 2.4 Rumus struktur methyl orange	
Gambar 2.5 Rumus struktur methyl orange pada	
	12
Gambar 2.6 Rumus struktur methyl orange pada	
pH asam	12
Gambar 2.7 Tahapan reaksi degradasi senyawa a	ZO
methyl orangeGambar 2.8 Tahap degradasi benzena	13
Gambar 4.1 Kurva hubungan konsentrasi larutan	
methyl orange berbagai variasi pH	
larutan <i>methyl orange</i> terhadap lam	a
penyinaran sinar ultraviolet	<i>X</i>
$(C_o = 18,92 \text{ ppm}) \dots$	
Gambar 4.2 Kurva pengaruh perbandingan volun	
larutan methyl orange dengan mass	
fotokatalis Bentonit – TiO <sub>2</sub>	
Gambar 4.3 Kurva hubungan konsentrasi methyl	
orange setelah fotodegradasi terhad	
lama penyinaran sinar ultraviolet de	
variasi konsetrasi awal larutan <i>meth</i>	•
(pH awal larutan methyl orange = 4	
Gambar 4.4 Kemiringan kurva hubungan konsen	
methyl orange setelah fotodegradas	
terhadap lama penyinaran sinar ultr	
Gambar 4.5 Kurva hubungan ln C <sub>o</sub> /C <sub>t</sub> methyl ora	
terhadap lama penyinaran sinar ultr	
Gambar C.1 Kurva penentuan panjang gelomban	~
maksimum methyl orange	52



### DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Komposisi bentonit	7
Tabel 4.1 Nilai slope untuk variasi pH awal	
larutan methyl orange	23
<b>Tabel 4.2</b> Nilai <i>slope</i> untuk variasi konsentrasi	
awal larutan methyl orange	
Tabel A.1 Volume larutan methyl orange 200 ppm y	
dibutuhkan untuk membuat larutan methy	
<i>orange</i> konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 p	pm 41
<b>Tabel C.1</b> Absorbansi <i>methyl orange</i> pada rentang	
panjang gelombang 400 nm – 500 nm	
<b>Tabel C.2</b> Perhitungan persamaan regresi kurva bakt	
methyl orange	
Tabel C.3 Absorbansi larutan methyl orange dengan	
variasi pH awal	54
Tabel C.4 Absorbansi larutan methyl orange	
dengan variasi konsentrasi awal	55
Tabel C.5 Konsentrasi larutan methyl orange dengar	
variasi pH awal	56
<b>Tabel C.6</b> Konsentrasi larutan <i>methyl orange</i>	
dengan variasi konsentrasi awal	56
<b>Tabel C.7</b> Hasil Ln $C_0/C_t$ larutan <i>methyl orange</i>	
	57
dengan variasi konsentrasi awal <b>Tabel D.1</b> Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk	
pH awal 2	58
Tabel D.2 Hasil Uji Beda Nyata terkecil untuk	70
pH awal 4	59
Tabel D.3 Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk	
pH awal 6	59
Tabel D.4 Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk	
pH awal 8	60
Tabel D.5 Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk	1.0
pH awal 10	61

### DAFTAR LAMPIRAN

A BRANCE	Halaman
Lampiran A Perhitungan dan Pembuatan Laruta	an 37
Lampiran B Skema Kerja	42
Lampiran C Data Hasil Penelitian	51
Lampiran D Uji Statistika	58

#### BAB I PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Industri tekstil di Indonesia merupakan salah satu penyumbang devisa penting selain pariwisata dan industri pengolahan minyak bumi. Selain itu, industri tekstil merupakan industri pemakai zat warna terbanyak di Indonesia. Hal tersebut mengakibatkan industri tekstil juga memberikan kontribusi cukup besar dalam pencemaran lingkungan air karena limbah yang dihasilkan masih mengandung zat – zat berbahaya baik senyawa organik maupun zat pewarna kain [1]. *Methyl orange* merupakan salah satu zat pewarna pakaian yang cukup banyak ditemukan dalam limbah cair tekstil.

Limbah tekstil mengandung 60-70% senyawa dengan gugus azo yang dapat menjadi sumber penyakit bila berada di lingkungan [2]. Berdasarkan hal tersebut maka perlu dilakukan upaya pengolahan limbah zat warna agar sesuai dengan baku mutu yang ditetapkan oleh Menteri Negara Kementerian Lingkungan Hidup dalam Keputusan Nomor: KEP-51/MENLH/10/1995.

pengolahan limbah zat Upaya warna telah banyak dikembangkan dengan berbagai metode antara lain metode koagulasi dan adsorbsi menggunakan karbon aktif. Namun, metode pengolahan limbah zat warna tekstil dengan menggunakan koagulan masih menghasilkan lumpur atau sludge dalam jumlah besar. Menurut Peraturan Pemerintah No. 19 tahun 1994, lumpur yang dihasilkan industri tekstil digolongkan dalam limbah B3 sehingga diperlukan proses pengolahan limbah lebih lanjut terhadap lumpur yang terbentuk [3]. Adanya penanganan lanjutan ini akan menaikkan biaya operasional unit pengolahan limbah. Penggunaan karbon aktif hanya mampu mengeliminasi pencemar organik non polar yang memiliki massa molekul kecil, sedangkan untuk pencemar organik non polar dengan massa molekul besar tidak dapat tereliminasi [3]. Untuk mengatasi masalah di atas diperlukan altematif baru untuk mengolah limbah cair indutri tekstil yang efektif dan efisien dalam menurunkan polutan organik dan zat warna.

Metode yang saat ini sedang dikembangkan dalam kurun waktu sekitar 10 tahun terakhir adalah metode fotodegradasi karena

metode ini dinilai mudah diterapkan dan biaya operasionalnya cukup murah dengan hasil yang baik [1]. Pada metode ini digunakan radiasi sinar ultraviolet dan bahan semikonduktor yang bermanfaat untuk mengkatalisis proses fotokimia yang berlangsung. Semikonduktor merupakan material yang memiliki dua pita energi yaitu pita valensi dan pita konduksi, dengan jarak antara (*band gap*, E<sub>g</sub>) sebesar 0,7-3,5 eV [4]. Bahan semikonduktor bila dikenai radiasi ultraviolet, maka elektron pada pita valensi terlepas dan masuk pada pita konduksi menyebabkan pita konduksi bersifat negatif dan terbentuk hole (h<sup>+</sup>) pada pita valensi. Hole (h<sup>+</sup>) tersebut dapat berinteraksi dengan molekul air atau ion peroksida menghasilkan OH-radikal yang dapat mendekomposisi zat warna. Bahan semikonduktor tersebut antara lain TiO<sub>2</sub>, CdS, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, dan lain-lain.

Di antara bahan-bahan semikonduktor tersebut, TiO<sub>2</sub> memiliki beberapa keuntungan yaitu mudah diperoleh di pasaran, memiliki aktivitas katalis yang cukup besar dan efektif, stabil, bekerja pada temperatur ruangan, ekonomis, tidak beracun dan ramah lingkungan [5]. Sebelum digunakan bahan semikonduktor TiO<sub>2</sub> perlu dimodifikasi terlebih dahulu dengan mendispersikannya dalam suatu matriks [1]. Salah satu contoh, fotokatalis dibuat dengan teknik dispersi TiO<sub>2</sub> dalam pori-pori dan permukaan bentonit yang diikuti dengan kalsinasi pada temperatur tinggi.

Bentonit merupakan istilah dari lempung monmorilonit yang dikenal dalam dunia perdagangan dan termasuk kelompok dioktahedral. Monmorilonit memiliki kemampuan mengembang (swelling) bila berada dalam air atau larutan organik serta memiliki kapasitas penukar ion yang tinggi sehingga mampu mengakomodasi kation dalam antar lapisnya dalam jumlah besar [6]. Berdasarkan sifat-sifat tersebut, bentonit memiliki potensi yang baik sebagai bahan pendukung katalis dalam bentuk bentonit -TiO<sub>2</sub>.

Bentonit-TiO<sub>2</sub> disintesis dari bentonit alam dengan pemilar TiO<sub>2</sub> dapat menghasilkan gabungan yang sinergis proses adsorpsifotokatalitik. Metode adsorpsi-fotokatalitik didasarkan pada proses adsorpsi senyawa organik oleh permukaan padatan yang sekaligus mampu mendegradasi senyawa organik tersebut. Proses degradasi yang sempurna menghasilkan CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O yang aman bagi lingkungan. Berdasarkan penelitian I Kadek Sumerta [7] diperoleh hasil pengukuran luas permukaan spesifik dari bentonit terpilar

menggunakan metode BET yang menunjukkan peningkatan sebesar 143,543 m²/g dari keadaan tidak terpilar. Bentonit terpilar TiO<sub>2</sub> memiliki kemampuan sebagai katalis reaksi fotodegradasi lebih baik jika dibandingkan dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>. Hal tersebut ditunjukkan pada penelitian yang dilakukan oleh Khoirun Nisa Afifah [8] pada tahun 2010 bahwa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> mampu mendegradasi *methyl orange* hingga 50%, sedangkan fotokatalis TiO<sub>2</sub> mampu mendegradasi *methyl orange* hanya sebesar 27,3 %.

Pada proses fotodegradasi, pH memiliki peran penting untuk menghasilkan radikal hidroksi (OH\*) yang keberadaannya sangat berperan dalam reaksi fotodegradasi *methyl orange*. Radikal hidroksi ini memiliki kereaktifan yang tinggi dalam mengoksidasi reagen sehingga dengan meningkatnya jumlah radikal hidroksi maka semakin banyak zat warna *methyl orange* yang akan terdegradasi. Oleh karena itu, pengaruh pH dalam proses fotodegradasi limbah tekstil perlu dipelajari [9].

Konsentrasi substrat *methyl orange* berkaitan dengan penentuan efektivitas dari proses fotodegradasi. Semakin besar konsentrasi awal *methyl orange* maka efektivitas fotodegradasi akan mengalami penurunan karena sinar ultraviolet sulit mencapai permukaan fotokatalis sehingga pembentukan radikal hidroksi yang berperan dalam proses degradasi menjadi terhambat. Selain itu, konsentrasi awal *methyl orange* juga berpengaruh terhadap kemampuan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> dalam mengadsorbsi dimana semakin besar konsentrasi awal maka semakin banyak molekul yang teradsorbsi. Berdasarkan kurva penurunan konsentrasi *methyl orange* terhadap waktu dapat diketahui nilai *slope* kurva yang menyatakan laju reaksi dan efektivitas fotodegradasi.

Pada reaksi fotodegradasi, radikal hidroksi bertindak sebagai reaktan yang akan mendegradasi zat warna *methyl orange*. Pembentukan radikal hidroksi dipengaruhi oleh pH dan penyinaran sinar ultraviolet (UV). Perubahan pH akan mempengaruhi sisi aktif dari semikonduktor, sehingga akan mempengaruhi jumlah radikal hidroksi yang terbentuk. Intensitas sinar UV memberikan kontribusi terhadap terbentuknya radikal hidroksi, dimana sinar UV akan memberikan sejumlah energi yang akan mengakibatkan perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Terbentuknya radikal

hidoksi dapat digunakan untuk menentukan laju reaksi dari proses fotodegradasi dan kaitannya dengan efektivitas fotodegradasi.

Pada penelitian ini akan dikaji mengenai pengaruh pH awal larutan sampel dalam proses degradasi dan pengaruh variasi konsentrasi larutan *methyl orange* untuk mengetahui kecepatan reaksi dalam proses fotodegradasi *methyl orange* menggunakan radiasi sinar ultraviolet.

#### 1.2 Perumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain:

- 1. Bagaimana pengaruh pH awal larutan *methyl orange* terhadap laju fotodegradasi *methyl orange* menggunakan radiasi sinar ultraviolet?
- 2. Bagaimana pengaruh pH awal optimum dan konsentrasi awal larutan *methyl orange* optimum terhadap laju fotodegradasi *methyl orange* menggunakan radiasi sinar ultraviolet ?

#### 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini meliput:

- 1. Bentonit yang digunakan adalah *Swelling Bentonite* atau Natriumbentonit (Barataco) dan dilakukan aktivasi asam.
- 2. Bahan yang digunakan untuk sintesis bentonit-TiO<sub>2</sub> adalah TiO<sub>2</sub> p.a (Merck).
- 3. Zat warna model yang digunakan adalah methyl orange (Merck).
- 4. Variasi pH yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pH 2, 4, 6, 8, dan 10.
- 5. Variasi konsentrasi *methyl orange* dalam penelitian ini yaitu 10,81 ppm; 18,92 ppm; 39,19 ppm; 54,05 ppm; dan 56,76 ppm.
- 6. Penentuan konsentrasi *methyl orange* hasil degradasi menggunakan Spektronik-20.

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

- 1. Mengetahui pengaruh pH awal larutan *methyl orange* terhadap laju fotodegradasi *methyl orange* menggunakan radiasi sinar ultraviolet.
- 2. Mengetahui pengaruh pH awal optimum dan konsentrasi awal larutan *methyl orange* optimum terhadap laju fotodegradasi *methyl orange* menggunakan radiasi sinar ultraviolet

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu dapat memberikan informasi tentang kemampuan bentonit- $TiO_2$  sebagai fotokatalis dalam proses fotodegradasi *methyl orange* dengan radiasi sinar ultraviolet.



#### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Bentonit

Bentonit termasuk mineral clay golongan smektit dioktahedral yang mengandung sekitar 85% monmorilonit dan sisanya antara lain kaolit, illit, feldspar, gipsum, abu vulkanik, kalsium karbonat, pasir kuarsa, dan mineral lainnya. Bentonit kering mempunyai sifat fisik yaitu berupa partikel butiran halus yang berwarna kuning muda, putih dan abu-abu dengan massa jenis 2,4 – 2,8 g/mL dan massa molekul relatif 549,07 g/mol.Bentonit memiliki kapasitas penukar kation yang cukup baik. Kapasitas penukar kation menentukan jumlah air yang dapat terserap oleh bentonit. Kation Na<sup>+</sup> pada bentonit mempunyai daya serap air yang baik [6].

Di alam terdapat dua jenis bentonit, yaitu *swelling* bentonit dan *non – swelling* bentonit. *Swelling* bentonit disebut juga tipe Wyoming, memiliki kandungan Na<sup>+</sup> yang lebih tinggi dibandingkan kandungan kation logam penyusun bentonit yang lain. *Swelling* bentonit sangat mudah mengembang di dalam air serta membentuk sistem koloid. Pada *swelling* bentonit kation Na<sup>+</sup> akan berperan sebagai gugus aktif pertukaran ion. Non – swelling bentonit memiliki kandungan ion Ca<sup>2+</sup> yang lebih tinggi dibandingkan kandungan kation logam penyusun bentonit yang lain. Non – swelling bentonit bersifat kurang mengembang dalam air. Pada bentonit jenis non-swelling ini posisi pertukaran ion diduduki oleh kation Ca<sup>2+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> [6].

Komposisi bentonit terdiri dari senyawa Silikon Dioksida, Aluminium Oksida, Besi (II) Oksida, Kalsium Oksida, Magnesium Oksida, Kalium Oksida, Natrium Oksida, dan air. Persentase kandungan dalam bentonit tersaji dalam Tabel 2.1 [10].

Tahap aktivasi perlu dilakukan untuk meningkatkan daya adsorpsi dan memperoleh sifat bentonit yang diinginkan. Bentonit memiliki struktur bertingkat serta kapasitas pertukaran ion yang aktif di bagian dasar. Penambahan asam atau aktivasi asam dilakukan agar terjadi penggantian ion-ion K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup> dan Ca<sup>2+</sup> dengan H<sup>+</sup> dalam ruang interlamelar, dan akan melepaskan ion-ion Al<sup>3+</sup>, Fe<sup>3+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> dari kisi strukturnya sehingga lempung lebih aktif. Aktivasi bentonit

sangat dipengaruhi oleh konsentrasi asam, asam yang biasa digunakan adalah asam sulfat. Faktor lain yang perlu diperhatikan adalah sifat dasar, distribusi ukuran pori, keasaman, dan kadar  $SiO_2$  atau  $Al_2O_3$  dari endapan bentonit. Faktor-faktor tersebut tergantung juga pada komposisi mineral lempung bentonit dan cara aktivasi [11].

**Tabel 2.1**: Komposisi bentonit

SENYAWA	PERSENTASE
KIMIA	(%)
$SiO_2$	61 – 68
$Al_2O_3$	21 - 24
$Fe_2O_3$	1 – 2
CaO	2 – 3
MgO	3 – 4
$K_2O \leftarrow \bigcirc$	< 0,05
Na <sub>2</sub> O	0-1
$H_2O$	10 – 11

#### 2.2 TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis

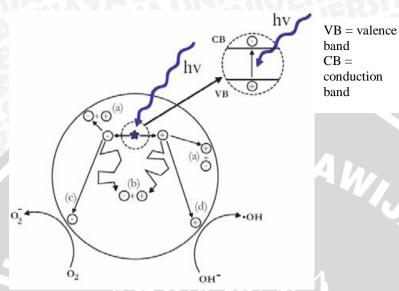
Pada prinsipnya fotokatalisis terjadi ketika suatu energi foton mengenai permukaan bahan semikonduktor sebagai fotokatalis yang menyebabkan terjadi perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Perpindahan elektron ini mengakibatkan terbentuk *hole* pada pita valensi yang bermuatan positif (h<sup>+</sup>), sedangkan pada pita konduksi bermuatan negatif akibat kelebihan elektron (e<sup>-</sup>). Pasangan elektron – *hole* selanjutnya akan berperan dalam tahapan fotokatalisis. Pasangan elektron – *hole* dapat mengalami rekombinasi dimana elektron akan kembali ke keadaan awal dengan melepaskan energi. Keadaan rekombinasi ini perlu dihindari pada proses fotokatalisis. Pasangan elektron – *hole* juga dapat bergerak ke permukaan fotokatalis dan akan bereaksi dengan senyawa yang teradsorbsi [12].

Berdasarkan Gambar 2.1, pasangan elektron – hole yang terbentuk akan menuju ke arah permukaan fotokatalis. Pada tahap ini elektron akan mereduksi oksigen menjadi anion superoksida. Oksigen berfungsi sebagai akseptor elektron *irreversible* untuk mencegah terjadinya rekombinasi antara elektron – *hole*. Ion

hidroksida maupun air akan teradsorbsi pada fotokatalis kemudian akan bereaksi dengan *hole*. *Hole* akan mengoksidasi ion hidroksida dan air sehingga terbentuk radikal hidroksi [12].

Semikonduktor merupakan material yang memiliki dua pita energi yang disebut pita valensi dan pita konduksi, dengan jarak antar keduanya sebesar 0,7- 3,5 eV. TiO<sub>2</sub> merupakan salah satu semikonduktor yang umum digunakan sebagai fotokatalis karena memiliki aktivitas fotokatalis yang efektif, relatif stabil, bekerja pada temperatur ruangan, ekonomis dan tidak beracun. Titanium dioksida memilik 3 jenis struktur kristal yaitu rutil, anatase dan brukit. Anatase dan rutil merupakan struktur yang cukup stabil diantara tiga jenis struktur tersebut [13]. Pada jenis struktur anatase dan rutil yang terlihat pada Gambar 2.2, menujukkan perbedaan akibat adanya distorsi oktahedron dan pola susunan rantai oktahedron. Pada rutil terjadi distorsi orthorombik, sedangkan anatase menunjukkan distorsi yang cukup besar sehingga relatif asimetris [12]. Perbedaan struktur tersebut berpengaruh pada perbedaan masa jenis (3,9 g/mL untuk anatase dan 4,2 g/mL untuk rutil), sehingga dapat mempengaruhi luas permukaan dan sisi aktif dari TiO<sub>2</sub> tersebut [13].

fotokatalis Karakter suatu yang berkaitan dengan kemampuannya mengoksidasi dan mereduksi bergantung pada besar energi gap, posisi pita konduksi,dan posisi pita valensi. Berdasarkan Gambar 2.3, TiO<sub>2</sub> anatase memiliki energi gap sebesar 3,2 eV, posisi tingkat energi pita konduksi memiliki potensial reduksi kira-kira -1.0 Volt dan posisi tingkat energi pita valensi mempunyai potensial oksidasi kurang dari +3,0 Volt. Hal tersebut menunjukkan bahwa hole yang terdapat pada permukaan TiO<sub>2</sub> merupakan spesis oksidator kuat, sehingga akan mengoksidasi spesies kimia lain yang memiliki potensial redoks yang lebih kecil, termasuk molekul air atau gugus hidroksil yang akan menghasilkan radikal hidroksi [12].

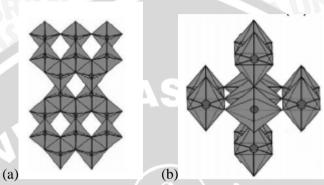


**Gambar 2.1** Mekanisme fotokatalisis. Foton (panah biru) akan mengenai permukaan semikonduktor sehingga terbentuk pasangan elektron – *hole*. Reaksi a menunjukkan rekombinasi pasangan elektron – *hole* pada permukaan semikonduktor. Reaksi b menunjukkan rekombinasi pasangan elektron – *hole* pada fasa ruah. Reaksi c menunjukkan elektron mereduksi oksigen menjadi anion superoksida. Reaksi d menunjukkan *hole* dapat mengoksidasi OH atau air sehingga terbentuk radikal hidroksi. Reaksi c dan d terjadi pada permukaan semikonduktor.

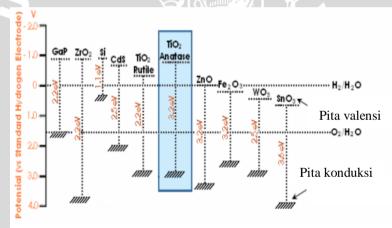
Pengaruh pH larutan akan menentukan jenis muatan permukaan TiO<sub>2</sub>, kekuatan ionik, sifat pewarna, dan absorpsi pewarna pada partikel fotokatalis [12]. Permukaan semikonduktor TiO<sub>2</sub> bersifat amfoter sehingga pengaruh pH akan menentukan muatan permukaan sebagai sisi aktif dari fotokatalis [14].

Titanium Oksida ( $TiO_2$ ) memiliki nilai pH zero point charge ( $pH_{zpc}$ ) sekitar 6,3 [15]. Adanya nilai  $pH_{zpc}$  mengakibatkan bila  $TiO_2$  berada dalam larutan dengan pH lebih dari 6,3 (pH basa) maka  $TiO_2$  tersebut akan memiliki muatan permukaan negatif. Sebaliknya bila  $TiO_2$  berada dalam larutan dengan pH di bawah 6,3 (pH asam), maka akan memiliki muatan permukaan positif. Nilai  $pH_{zpc}$  merupakan kondisi ketika permukaan suatu oksida tidak bermuatan [12].

(larutan asam) pH < pH<sub>zpc</sub>: Ti-OH + H<sup>+</sup> 
$$\rightarrow$$
 TiOH<sup>2+</sup> (2.1) (larutan basa) pH > pH<sub>zpc</sub>: Ti-OH + OH  $\rightarrow$  TiO<sup>-</sup> + H<sub>2</sub>O (2.2)



Gambar 2.2 Struktur TiO2, (a) anatase dan (b) rutil



Gambar 2.3 Energi gap (warna biru), posisi pita valensi, pita konduksi, dan potensial redoks dari beberapa semikonduktor

#### 2.3 Degradasi Methyl Orange

Methyl orange adalah garam natrium dari asam 4-dimetilaminoazobenzen-4'-sulfonat dengan rumus molekul C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S dan berat molekul 327,36 g/mol. Methyl orange merupakan senyawa yang memiliki gugus fungsi R-N=N-R'. Pada Gambar 2.4, methyl orange memiliki ligan berupa gugus fenil yang mengikat sulfonat dan gugus fenil dengan nitrogen yang mengikat dua metil [2]. Pada kondisi basa, methyl orange akan terionisasi tersaji pada Gambar 2.5, dimana strukturnya akan kehilangan H<sup>+</sup> dari sulfonat sehingga akan menghasilkan spesies bermuatan negatif. Pada kondisi asam ditunjukkan Gambar 2.6, ion hidrogen akan menyerang nitrogen pada ikatan rangkap nitrogen sehingga akan terbentuk muatan positif pada nitrogen yang mengikat dua metil [15].

Pada Gambar 2.7 radikal hidroksi adalah radikal utama yang melakukan inisiasi degradasi pada gugus utama senyawa azo dan menghasilkan radikal fenil dan fenoksi. Adanya oksigen terlarut akan mengakibatkan terjadi abstraksi ion benzena dan radikalnya, selanjutnya akan dihasilkan gas nitrogen yang diikuti dengan proses reduksi pada radikal cincin benzena menjadi senyawa benzena sederhana. Gugus radikal fenoksi akan teroksidasi oleh radikal hidroksi menjadi gugus benzena yang selanjutnya akan mengalami degradasi cincin aromatik menghasilkan karbon dioksida [2].

Benzena dari radikal fenil akan terdegradasi menjadi radikal hidroksisikloheksadienil yang akan bereaksi dengan oksigen terlarut menghasilkan hidroksi hidroperoksida yang tidak stabil. Reaksi selanjutnya adalah terjadinya pelepasan satu molekul air dan pembentukan cincin aromatis dari hidroksi hidroperoksida menjadi mukondialdehid. Mukodialdehid kemudian teroksidasi mejadi asam mukanot. Pada proses oksidasi selanjutnya akan terbentuk glioksial yang kemudian teroksidasi menjadi asam karboksilat. Seperti Gambar 2.8 [2].

$$H_3C$$
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 

Gambar 2.4 Rumus struktur methyl orange

Gambar 2.5 Rumus struktur methyl orange pada pH basa

Gambar 2.6 Rumus struktur methyl orange pada pH asam

Warna kuning dari *methyl orange* mempunyai serapan sekitar 440 nm. Panjang gelombang dari serapan ini berada di daerah biru dari benzena, dan warna komplementer biru adalah kuning [2].

Penentuan konsentrasi *methyl orange* hasil degradasi dapat ditentukan dengan Spektronik-20. Pada tahap analisis berlaku hukum Lambert-Beer untuk spektroskopi molekular yang didasari oleh pengukuran transmitant (T) atau absorbansi (A) suatu larutan yang terdapat dalam wadah transparan dengan lebar dinyatakan sebagai *b* sentimeter. Persamaan yang menunjukkan hubungan ini adalah [16]:

$$A = -Log T = Log Po/P = \epsilon bC$$
 (2.3)

Dimana:

A adalah absorbansi,

T adalah transmitansi,

Po adalah kekuatan radiasi setelah melewati blangko,

P adalah kekuatan radiasi setelah melewati sampel,

ε adalah absorptivitas molar,

C adalah konsentrasi sampel.

Gambar 2.7 Tahapan reaksi degradasi senyawa azo methyl orange

Gambar 2.8 Tahap degradasi benzena

#### 2.4 Laju Reaksi Fotodegradasi

Penentuan laju reaksi dari reaksi fotokimia, dalam hal ini berlaku juga utuk reaksi fotodegradasi, dinyatakan dari radiasi yang terjadi. Pada reaksi fotokimia terdapat dua tahap penentuan laju reaksi yaitu tahap pertama pembentukan spesies tereksitasi dan dekomposisi menjadi atom dan radikal bebas sedangkan tahap kedua mendeskripsikan semua reaksi yang mengikutsertakan radikal bebas. Sesuai dengan "law of photochemical equivalence" yang menyatakan bahwa satu molekul akan menyerap satu quantum energi, maka perhitungan laju pembentukan radikal dapat ditentukan dari intensitas radiasi yang diserap [17].

Menurut Herrman (1999) dalam Slamet [18] menyatakan bahwa kinetika fotokatalisis mengikuti persamaan Langmuir-Hinselwood:

$$-r = -\frac{dC}{dt} = k_r K_c C / 1 + K_c C$$
 (2.4)

Dimana r adalah laju reaksi, C adalah konsentrasi reaktan,  $k_r$  adalah konstanta laju reaksi, dan  $K_c$  adalah konstanta kesetimbangan adsorbsi. Syarat untuk menggunakan persamaan Langmuir-Hinselwood yaitu terjadinya adsorpsi salah satu reaktan oleh

fotokatalis, reaksi terjadi dalam fase adsorpsi, dan terjadi desorpsi terhadap hasil reaksi [18].

Berdasarkan penelitian Nikazar [19] menyatakan bahwa laju fotodegradasi zat warna mengikuti orde reaksi *pseudo* – orde satu. Pada penentuan orde reaksi digunakan persamaan [20]:

$$v = k [A][B]$$
 (2.5)

Namun, apabila konsentrasi salah satu reaktan, misalnya B, sangat berlimpah maka tidak dapat mengikuti persamaan (2.5). Oleh karena itu, konsentrasi reaktan B dianggap konstan. Kondisi ini disebut hukum laju *pseudo* – orde satu dengan persamaan [20]:

$$v = k'[A] \tag{2.6}$$



#### BAB III METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dan perancangan alat dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang selama tiga bulan mulai bulan September sampai dengan bulan November 2011.

#### 3.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit jenis Na-bentonit (Barataco), TiO<sub>2</sub> p.a (Merck), akuades, *methyl orange* (Merck), etanol absolute 95% (Merck), asam sulfat 96%, BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O, aquades laboratorium kimia anorganik Universitas Brawijaya.

#### 3.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas, penggerus porselin, ayakan 100 mesh , oven, tanur, pengaduk magnetik, penyaring vakum, pemanas, kertas saring, timbangan analitik, peralatan instrumentasi spektronik-20,dan Lampu UV.

#### 3.4 Tahap Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah:

- 1. Preparasi dan aktivasi bentonit alam
- 2. Sintesis Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>
- 3. Uji Fotodegradasi
- 4. Analisa Data

#### 3.5 Presedur Penelitian

### 3.5.1 Preparasi dan Aktivasi Bentonit Alam dengan Aktivasi Asam

Bentonit sebanyak 35 gram didispersi dalam 150 mL larutan asam sulfat 0,5 M sambil diaduk dengan shaker selama 6 jam. Aktivasi dilakukan selama 24 jam, kemudian bentonit disaring dan dicuci dengan aquades panas hingga bebas ion sulfat diuji menggunakan larutan BaCl<sub>2</sub>. Bentonit teraktivasi dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C hingga massa konstan. Kemudian bentonit kering digerus sampai halus dan diayak ukuran 100 mesh [21].

#### 3.5.2 Sintesis Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>

Bentonit teraktivasi sebanyak 5 gram ditambah 4 gram TiO<sub>2</sub> dan 15 mL etanol absolut diaduk selama 5 jam menggunakan shaker. Selanjutnya padatan disaring dengan kertas saring dan dikeringkan dalam oven 120 °C selama 5 jam. Setelah kering, padatan digerus dan diayak ukuran 100 mesh. Selanjutnya, bentonit-TiO<sub>2</sub> dikalsinasi pada temperatur 400-500 °C selama 5 jam [1].

#### 3.5.3 Uji Fotokatalisis

# 3.5.3.1 Pengaruh pH Awal Larutan *Methyl Orange* terhadap Laju Reaksi Proses Fotodegradasi

Lima buah beakerglass diisi dengan larutan *methyl orange* pH awal 2 dengan konsentrasi 18,92 ppm sebanyak 25 mL dan ditambah fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> sebanyak 25 mg. Selanjutnya, dilakukan penyinaran menggunakan sinar ultraviolet (UV) dengan lama penyinaran yaitu 30, 50, 70, 90, dan 110 menit. Perlakuan diulang sebanyak dua kali. Prosedur tersebut dilakukan juga untuk variasi pH awal 4, 6, 8, dan 10.

# 3.5.3.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan *Methyl Orange* terhadap Laju Reaksi Proses Fotodegradasi

Lima buah beakerglass diisi dengan larutan *methyl orange* pH awal optimum dengan konsentrasi 10,81 ppm sebanyak 50 mL dan

ditambah fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> sebanyak 100 mg. Selanjutnya, dilakukan penyinaran selama 30, 50, 70, 90, dan 110 menit. Perlakuan diulang sebanyak dua kali. Prosedur tersebut dilakukan untuk variasi konsentrasi 18,92; 39,19; 54,05; dan 56,76 ppm.

#### 3.5.4 Penentuan Konsentrasi Methyl Orange

# 3.5.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methyl orange Menggunakan Spektronik-20

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan cara membuat larutan *methyl orange* konsentrasi 2 ppm yang dikondisikan pada pH 6 kemudian diukur absorbansinya pada range panjang gelombang 400 – 500 nm menggunakan spektronik-20.

### 3.5.4.2 Penentuan Kurva Baku *Methyl Orange* Menggunakan Spektronik-20

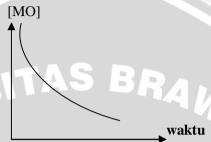
Penentuan kurva baku dilakukan dengan cara pembuatan larutan *methyl orange* pH 6 dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 ppm. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektronik-20. Hasil pengukuran dapat dibuat suatu kurva baku hubungan absorbansi terhadap konsentrasi sehingga diperoleh persamaan Y= ax.

# 3.5.4.3 Penentuan Konsentrasi *Methyl Orange* Menggunakan Spektronik-20

Setelah proses pengujian fotokatalisis, sisa sampel larutan *methyl orange* hasil degradasi didekantasi untuk memisahkan padatan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> dari supernatannya. Supernatan diambil 1 mL ditambah 3 mL aquades dikondisikan pH 6, dituang dalam labu takar 10 mL dan ditandabataskan dengan larutan pH 6. Selanjutnya, diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektronik-20. Absorbansi yang diperoleh diplotkan pada persamaan kurva baku sehingga diperoleh konsentrasi larutan *methyl orange* sisa. Konsentrasi larutan *methyl orange* sebelum fotodegradasi diukur absorbansinya dengan prosedur yang sama. Blangko dibuat dari aquades yang dikondisikan pada pH 6.

#### 3.5.5 Penentuan Laju Reaksi Fotodegradasi Methyl Orange

Penentuan laju reaksi fotodegradasi dilakukan dengan membuat kurva hubungan konsentrasi *methyl orange* terhadap waktu seperti ilustrasi berikut ini:



Gradien kurva menunjukkan laju reaksi dimana semakin besar gradien maka semakin besar laju reaksi. Untuk mengetahui pengaruh pH dan konsentrasi *methyl orange* terhadap laju reaksi maka perlu dilakukan komparasi gradien kurva dari tiap-tiap perlakuan.



19

#### BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan aplikasi pembuatan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> untuk proses fotodegradasi zat warna *methyl orange*. Bentonit sebagai pengemban TiO<sub>2</sub> perlu dipreparasi terlebih dahulu yaitu dengan melakukan aktivasi. Aktivasi bentonit bertujuan agar terjadi penggantian ion-ion K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup> dan Ca<sup>2+</sup> dengan H<sup>+</sup> dalam ruang interlamelar, dan akan melepaskan ion-ion Al<sup>3+</sup>, Fe<sup>3+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> dari kisi strukturnya sehingga lempung lebih aktif. Aktivasi bentonit dilakukan dengan menambahkan asam sulfat 0,5 M. Melalui tahap aktivasi ini diharapkan ukuran permukaan dan pori – pori bentonit berubah sehingga lebih efisien untuk mengemban TiO<sub>2</sub>. Setelah aktivasi, bentonit disaring dan dicuci menggunakan aquades panas hingga bebas ion sulfat. Pembuktian bebas ion sulfat dilakukan dengan cara menambahkan beberapa tetes larutan BaCl<sub>2</sub> ke dalam filtrat hasil pencucian, bila tidak terbentuk endapan putih maka bentonit telah bebas dari ion sulfat [21].

Padatan TiO<sub>2</sub> diembankan dalam pada bentonit yang telah diaktivasi bertujuan untuk mendapatkan fotokatalis yang lebih efektif dalam fotodegradasi zat warna methyl orange karena luas permukaannya bertambah. Selain itu, dengan pengembanan TiO<sub>2</sub> pada bentonit pemisahan fotokatalis dari larutan menjadi lebih mudah. Pengembanan TiO<sub>2</sub> pada bentonit aktivasi dilakukan dengan cara menambahkan etanol sebagai pelarut kemudian dilakukan pengocokan. Selanjutnya, bentonit-TiO2 disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 120 °C untuk membersihkan pori-pori dari TiO<sub>2</sub> yang tidak terikat dengan baik pada permukaan bentonit [1]. Tahap berikutnya, bentonit-TiO<sub>2</sub> yang telah kering digerus dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Bentonit-TiO<sub>2</sub> dikalsinasi pada temperatur sekitar 400 – 500 °C. Kalsinasi bertujuan agar TiO<sub>2</sub> lebih terikat kuat pada bentonit. Pada temperatur tersebut bentonit satu molekul air sehingga mengakibatkan melepas penggabungan partikel-partikel pada permukaan eksternal maupun internal. Kalsinasi juga dapat membersihkan permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> dari pengotor sehingga luas permukaan bertambah [8]. Berdasarkan penelitian I Kadek Sumerta [7], bentonit-TiO<sub>2</sub> menunjukkan bahwa luas permukaan bentonit- $TiO_2$  meningkat sebesar 143,543 m²/g dari keadaan bentonit saja. Setelah dilakukan impregnasi diharapkan terbentuk  $TiO_2$  yang terembankan pada bentonit dengan kinerja fotokatalis yang efektif.

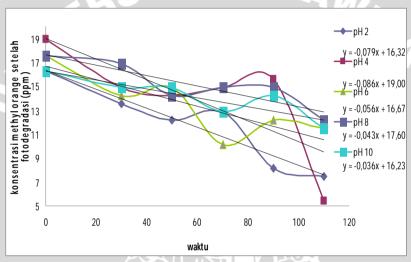
#### 4.1 Pengaruh pH Awal Larutan *Methyl Orange* terhadap Laju Reaksi Fotodegradasi *Methyl Orange*

Pada penelitian ini dipelajari tentang pengaruh pH awal larutan *methyl orange* terhadap laju reaksi fotodegradasi zat warna *methyl orange* dengan melakukan beberapa variasi terhadap pH awal larutan *methyl orange*. Variasi pH yang digunakan pada penelitian ini yaitu meliputi pH 2, 4, 6, 8, dan 10. Pengamatan pengaruh pH awal larutan *methyl orange* terhadap laju reaksi fotodegradasi dilakukan pada variasi waktu 30, 50, 70, 90, dan 110 menit untuk tiap variasi pH awal. Pengaruh pH awal larutan *methyl orange* terhadap laju reaksi fotodegradasi zat warna *methyl orange* dinyatakan dalam suatu kurva hubungan konsentrasi *methyl orange* setelah degradasi terhadap lama penyinaran sinar ultraviolet.

Pada penelitian ini digunakan perbandingan 1:1 untuk volume larutan *methyl orange* dan massa bentonit-TiO<sub>2</sub>. Volume larutan *methyl orange* sebanyak 25 mL dengan konsentrasi 18,92 ppm, sedangkan massa bentonit-TiO<sub>2</sub> sebanyak 25 mg. Perbandingan ini digunakan untuk semua variasi pH awal larutan *methyl orange*.

Berdasarkan Gambar 4.1 diketahui bahwa secara umum terjadi pola penurunan konsentrasi larutan *methyl orange* seiring dengan semakin lama waktu penyinaran sinar ultraviolet yang menunjukkan degradasi *methyl orange*. Namun pola tersebut tidak selamanya mengalami penurunan, ada pola yang menunjukkan peningkatan konsentrasi. Berdasarkan pengujian statistik yang dilakukan yaitu uji beda nyata terkecil dengan selang kepercayaan 5% (Lampiran D.1) menunjukkan bahwa pola yang terbentuk hanya pola kenaikan dan pola konstan. Hal tersebut berarti bahwa kenaikan yang terjadi sebenarnya menunjukkan konsentrasi *methyl orange* yang konstan karena hasil uji statistik menunjukkan bahwa kenaikan konsentrasi tersebut tidak berbeda nyata dengan konsentrasi sebelumnya. Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa nilai *slope* meningkat pada kondisi asam dan mengalami penurunan pada kondisi basa.

Nilai *slope* dapat menggambarkan laju fotodegradasi, bila nilai *slope* besar maka laju fotodegradasi semakin cepat. Apabila ditinjau dari nilai *slope* kurva maka kondisi laju fotodegradasi optimum terjadi pada pH awal 4. Nilai *slope* untuk pH awal 4 yaitu sebesar 0,086 seperti tertera pada Tabel 4.1. Pada kondisi yang lebih basa yaitu pH 6, pH 8, dan pH 10, nilai *slope* akan mengalami penurunan. Hal tersebut disebabkan oleh terjadinya perubahan muatan permukaan pada fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> mengakibatkan perubahan aktivitas fotokatalis.



**Gambar 4.1** Kurva hubungan konsentrasi larutan *methyl orange* berbagai variasi pH awal larutan *methyl orange* terhadap lama penyinaran sinar ultraviolet ( $C_o = 18,92$  ppm)

Tabel 4.1 Nilai slope untuk variasi pH awal larutan methyl orange

pH Awal Larutan Methyl Orange	Nilai Slope
2	0,079
4	0,086
6	0,056
8	0,043
10	0,036

Pada kondisi asam terjadi peningkatan laju fotodegradasi dibandingkan pada kondisi basa. Hal ini disebabkan permukaan TiO<sub>2</sub> yang diembankan pada bentonit cenderung bermuatan positif akibat berada pada kondisi di bawah pH<sub>zpc</sub> (pH<sub>zpc</sub> TiO<sub>2</sub> = 6,3), sedangkan *methyl orange* pada kondisi asam akan memiliki muatan negatif yang berasal dari SO<sub>3</sub>, akibatnya zat warna *methyl orange* akan bergerak menuju ke arah permukaan fotokatalis sehingga memudahkan proses fotodegradasi. Berdasarkan Gambar 2.6 selain memiliki sisi muatan negatif, *methyl orange* pada kondisi asam juga memiliki sisi yang bermuatan positif, namun karakteristik *methyl orange* merupakan zat warna yang anionik sehingga keberadaan muatan positif memberikan pengaruh yang kecil terhadap interaksi elektrostatik antara permukaan fotokatalis dengan *methyl orange*.

Pada kondisi pH awal 2 nilai *slope* adalah 0,079. Nilai slope tersebut lebih kecil dibandingkan nilai slope untuk pH awal 4. Hal ini disebabkan oleh perbedaan kekuatan muatan positif pada larutan *methyl orange*, dimana pada kondisi pH awal 2 kekuatan muatan positif pada *methyl orange* lebih besar dibandingkan pada pH awal 4. Dengan semakin meningkatnya muatan positif maka akan timbul gaya tolak menolak antara molekul *methyl orange* dengan permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> yang bermuatan positif.

Jumlah radikal hidoksil dipengaruhi oleh kondisi pH dari suatu larutan. Pada kondisi yang sangat asam, pembentukan pasangan elektron – hole terhambat sehingga jumlah radikal hidroksi yang terbentuk mengalami penurunan. Pada kondisi sangat basa, radikal hidroksi yang berlebih akan bereaksi dengan ion hidroksida membentuk H<sub>2</sub>O dan anion superoksida. Kekuatan anion superoksida dalam mendegradasi zat warna lebih rendah daripada radikal hidroksi [22] sehingga laju fotodegradasi methyl orange juga lebih rendah. Kondisi optimum fotokatalisis dapat dicapai pada kondisi yang tidak terlalu asam dan tidak terlalu basa yaitu suatu kondisi dimana jumlah radikal hidroksi yang terbentuk cukup melimpah. Pada penelitian ini, kondisi optimum lebih disukai terjadi pada kondisi asam dibandingkan pada kondisi basa akibat adanya interaksi elektrostatik antara permukaan fotokatalis yang bermuatan positif dengan zat warna yang bermuatan negatif.

Pada kondisi basa proses fotodegradasi tidak berjalan cukup baik. Hal ini dapat dilihat dari nilai *slope* kurva hubungan

konsentrasi *methyl orange* setelah degradasi terhadap waktu. Bila dibandingkan dengan kondisi asam, kurva degradasi pada kondisi basa memiliki nilai *slope* lebih kecil. Pada pH 6 nilai *slope* kurva sebesar 0,056 dan semakin menurun dengan bertambahnya nilai pH. Pada pH 8 nilai *slope* kurva sebesar 0,043 sedangkan pada pH 10 memiliki nilai *slope* sebesar 0,036. Pada kondisi pH basa mengakibatkan permukaan fotokatalis bermuatan negatif karena berada di atas nilai pH<sub>zpc</sub>, selain itu pada kondisi pH basa *methyl orange* bermuatan negatif sehingga mengakibatkan sulit terjadi interaksi elektrostatik dengan permukaan fotokatalis. Akibat tidak adanya interaksi elektrostatik tersebut maka proses adsorbsi *methyl orange* ke permukaan fotokatalis menjadi sulit karena terjadi gaya tolak menolak akibat muatan yang sama [13].

Selain itu, ketidakteraturan pola yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 diprediksi karena terbentuknya produk *intermediate* yang menyerap sinar pada panjang gelombang yang mirip dengan panjang gelombang senyawa *methyl orange* sehingga mengakibatkan pembacaan absorbansi yang kurang tepat. *Intermediate* yang mungkin terbentuk adalah fenildiazina dimana pada struktur senyawa tersebut mengandung ikatan rangkap antara atom nitrogen (N=N) yang memiliki serapan pada panjang gelombang sekitar 350 – 370 nm. Ketidakteraturan pola yang ditunjukkan pada kurva juga diprediksi dapat disebabkan oleh adanya rekombinasi elektron – *hole* yang mengakibatkan berkurangnya pembentukan radikal hidroksi. Berkurangnya jumlah radikal hidroksi menyebabkan penurunan efektivitas fotokatalis pada proses fotodegradasi *methyl orange*.

# 4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Awal Larutan *Methyl Orange* terhadap Laju Reaksi Fotodegradasi *Methyl orange*

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh variasi konsentrasi larutan *methyl orange* terhadap laju reaksi fotodegradasi zat warna *methyl orange*. Reaksi fotodegradasi senyawa *methyl orange* dipengaruhi oleh konsentrasi *methyl orange*, dimana konsentrasi *methyl orange* yang semakin besar akan mengakibatkan semakin banyak molekul *methyl orange* yang teradsorbsi pada permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub>. Proses adsorbsi ini menimbulkan efek

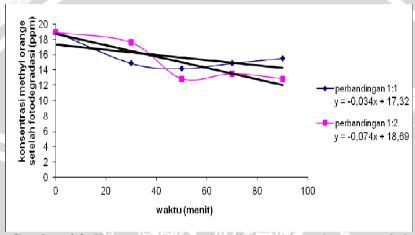
penghalang terjadinya reaksi antara molekul *methyl orange* dengan \*OH. Selain itu, semakin besar konsentrasi awal larutan *methyl orange* akan menghalangi foton mencapai fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> karena molekul *methyl orange* tersebut juga akan menyerap energi foton [19]. Berdasarkan hal tersebut maka perlu dilakukan variasi terhadap konsentrasi awal *methyl orange*.

Variasi konsentrasi awal larutan *methyl orange* yang digunakan pada penelitian ini yaitu 10,81 ppm; 18,92 ppm; 39,19 ppm; 54,05 ppm; dan 56,76 ppm. Seluruh variasi konsentrasi tersebut dikondisikan pada pH 4 sesuai hasil penelitian sub bab 4.1, dimana pH awal 4 menunjukkan penurunan konsentrasi *methyl orange* yang cukup signifikan terhadap waktu penyinaran. Setiap variasi konsentrasi larutan *methyl orange* tersebut disinari selama 30, 50, 70, 90, dan 110 menit. Pengaruh konsentrasi larutan *methyl orange* terhadap laju reaksi fotodegradasi zat warna *methyl orange* dinyatakan dalam suatu kurva hubungan konsentrasi *methyl orange* setelah fotodegradasi terhadap waktu.

Sebelum melakukan penelitian untuk variasi konsentrasi awal methyl orange, terlebih dulu dilakukan suatu percobaan pendahuluan untuk menentukan perbandingan antara volume larutan methyl dengan massa fotokatalis bentonit-TiO2. Penentuan perbandingan ini bertujuan untuk mengetahui efektivitas reaksi fotokatalisis dimana efektivitas reaksi bergantung pada ketersedian luas permukaan atau sisi aktif fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> terhadap jumlah molekul *methyl orange*. Perbandingan antara volume larutan methyl orange dengan massa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> yang digunakan adalah 1: 2, dimana volume larutan methyl orange yang digunakan sebanyak 50 mL sedangkan massa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> yang digunakan sebanyak 100 mg. Massa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> ditingkatkan dengan tujuan untuk memperbanyak sisi aktif fotokatalis sehingga kompetisi antara adsorbsi pelarut air dengan molekul methyl orange dapat diantisipasi. Pada penelitian ini konsentrasi *methyl orange* yang digunakan yaitu sebesar 18,92 ppm.

Pengaruh perbandingan volume larutan *methyl orange* dengan massa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> dapat dilihat pada Gambar 4.2, nilai *slope* untuk perbandingan volume larutan *methyl orange* dengan massa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> sebesar 1:1 lebih kecil dibandingkan nilai *slope* untuk perbandingan 1:2 yaitu berturut – turut 0,034 dan

0,074. Perbedaan nilai *slope* ini menyatakan bahwa perbandingan antara volume larutan *methyl orange* dengan massa fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> sebesar 1:2 dapat meningkatkan efektifitas proses fotodegradasi *methyl orange*. Perbandingan 1:2 ini selanjutnya digunakan untuk penelitian pengaruh variasi konsentrasi awal larutan *methyl orange*.



Gambar 4.2 Kurva pengaruh perbandingan volume larutan methyl orange dengan massa fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat diketahui bahwa konsentrasi *methyl orange* mengalami perubahan seiring dengan bertambahnya waktu penyinaran sinar ultraviolet. Adanya perubahan konsentrasi *methyl orange* tersebut menandakan bahwa telah terjadi proses transformasi senyawa *methyl orange* menjadi senyawa lain yang lebih sederhana. Namun, laju perubahan atau transformasi pada senyawa *methyl orange* yang terjadi tiap waktu tidak sama. Hal ini dapat dilihat dari kurva dimana terjadi pola penurunan, konstan dan peningkatan konsentrasi.

Secara umum terjadi penurunan konsentrasi *methyl orange*, mulai dari sebelum penyinaran sinar ultraviolet hingga waktu penyinaran sinar ultraviolet selama 90 menit. Namun, pada waktu penyinaran selama 110 menit terjadi perubahan pola yaitu terjadi peningkatan konsentrasi *methyl orange*. Peningkatan konsentrasi *methyl orange* tersebut diprediksi karena terbentuknya produk

intermediate dapat menghalangi radiasi sinar ultraviolet mencapai permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> sehingga mengakibatkan aktivitas fotokatalis mengalami penurunan [23]. Terbentuknya produk intermediate dalam jumlah besar dapat menghalangi pengukuran konsentrasi methyl orange yang sesungguhnya, dimana produk intermediate tersebut akan menyerap sinar pada panjang gelombang yang mirip dengan panjang gelombang senyawa methyl orange sehingga menghasilkan pembacaan absorbansi yang tidak tepat. Intermediate yang mungkin terbentuk adalah fenildiazina dimana pada struktur senyawa tersebut mengandung ikatan rangkap antara atom nitrogen (N=N) yang memiliki serapan pada panjang gelombang sekitar 350 – 370 nm.

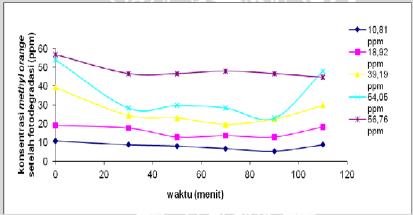
Selain itu, peningkatan konsentrasi diprediksi dapat disebabkan oleh adanya rekombinasi elektron — *hole* yang mengakibatkan berkurangnya pembentukan radikal hidroksi. Berkurangnya jumlah radikal hidroksi menyebabkan penurunan efektivitas fotokatalis pada proses fotodegradasi *methyl orange*.

Pengamatan terhadap laju fotodegradsi *methyl orange* dilakukan hingga waktu penyinaran sinar ultaviolet selama 90 menit. Berdasarkan Gambar 4.4 diketahui bahwa laju fotodegradasi dapat dinyatakan dengan besarnya nilai *slope* dari kurva hubungan penurunan konsentrasi *methyl orange* terhadap waktu. Apabila nilai *slope* besar maka laju fotodegradasi berjalan cepat, sedangkan bila nilai *slope* kecil maka laju fotodegradasi berjalan lambat. Berdasarkan nilai *slope* terjadi peningkatan dari konsentrasi awal *methyl orange* 10,81 ppm hingga 54,05 ppm, namun selanjutnya pada konsentrasi awal *methyl orange* 56,76 ppm nilai *slope* mengalami penurunan (Tabel 4.2). Nilai *slope* yang paling besar ditunjukkan oleh kurva pada konsentrasi awal *methyl orange* sebesar 54,05 ppm. Hal ini menyatakan bahwa laju reaksi optimum terjadi pada konsentrasi awal 54,05 ppm.

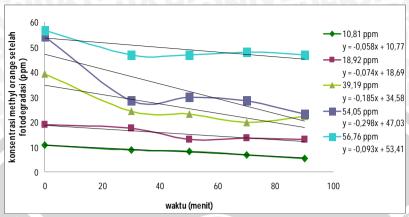
Peningkatan nilai *slope* terjadi mulai dari konsentrasi awal methyl orange sebesar 10,81 ppm hingga konsentrasi awal *methyl orange* sebesar 54,05 ppm. Hal ini terjadi karena semakin besar konsentrasi *methyl orange* maka semakin banyak molekul methyl orange yang berinteraksi dengan sisi aktif pada permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub>. Interaksi tersebut akan terus meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi *methyl orange* hingga mencapai

kondisi jenuh. Kondisi jenuh terjadi apabila seluruh sisi aktif yang tersedia pada permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub> telah digunakan untuk berinteraksi dengan molekul *methyl orange*. Setelah melewati kondisi jenuh kemampuan adsorbsi permukaan fotokatalis akan menurun, sehingga kemampuan fotodegradasi akan menurun. Hasil ini sesuai dengan teori adsorbsi Langmuir yang menyatakan bahwa permukaan adsorben mempunyai beberapa sisi aktif yang jumlahnya sebanding dengan luas permukaan. Apabila adsorbsi belum mencapai keadaan jenuh, maka peningkatan konsentrasi adsorbat dapat meningkatkan jumlah zat yang teradsorbsi. Namun, apabila adsorben telah jenuh maka kenaikan konsentrasi adsorbat tidak akan menaikan jumlah zat yang teradsorbsi [24].

Penurunan nilai *slope* pada konsentrasi awal *methyl orange* 56,76 ppm menunjukkan bahwa pada kondisi ini jumlah molekul *methyl orange* semakin banyak sehingga larutan menjadi lebih pekat. Konsentrasi *methyl orange* yang pekat akan menghambat energi foton mencapai permukaan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub>.



**Gambar 4.3** Kurva hubungan konsentrasi *methyl orange* setelah fotodegradasi terhadap lama penyinaran sinar ultraviolet dengan variasi konsetrasi awal larutan *methyl orange* (pH awal larutan *methyl orange* = 4)



**Gambar 4.4** Kemiringan kurva hubungan konsentrasi *methyl orange* setelah fotodegradasi terhadap lama penyinaran sinar ultraviolet

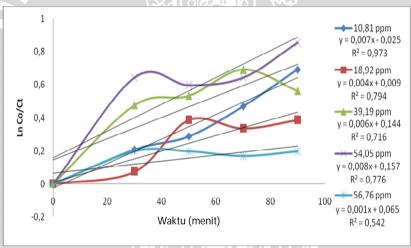
**Tabel 4.2** Nilai *slope* untuk variasi konsentrasi awal larutan *methyl* orange

Konsentrasi Awal Methyl orange	Nilai Slope
(ppm)	
10,81	0,058
18,92	0,074
39,19	0,185
54,05	0,298
56,76	0,093

Laju reaksi fotodegradasi *methyl orange* diprediksi mengikuti orde reaksi *pseudo* – orde satu, maka dilakukan pengujian data terhadap model persamaan *pseudo* – orde satu. Berdasarkan Gambar 4.5 pada konsentrasi 10,81 ppm diperoleh kurva dengan R² sebesar 0,973 yang menyatakan bahwa kurva tersebut mengikuti model kurva untuk orde reaksi *pseudo* – orde satu. Pada konsentrasi awal *methyl orange* yang semakin meningkat dapat diketahui bahwa terjadi pola penurunan nilai R². Penurunan nilai R² menyatakan bahwa semakin besar konsentrasi awal *methyl orange*, kurva yang terbentuk semakin menjauhi model orde reaksi *pseudo* – orde satu.

Hal ini diprediksi dapat terjadi akibat terbentuk beberapa jenis produk intermediate selama proses degradasi. Tahap penguraian produk intermediate ini tidak dapat ditentukan kecepatannya sehingga diprediksi ketika konsentrasi awal *methyl orange* besar maka laju fotodegradasi tidak hanya dipengaruhi oleh konsentrasi reaktan saja tetapi juga dapat dipengaruhi oleh jumlah produk intermediate yang terbetuk.

Pada penelitian ini teramati bahwa model orde reaksi *pseudo* – orde satu hanya terpenuhi hingga waktu penyinaran 90 menit, sedangkan untuk waktu penyinaran 110 menit terjadi penyimpanagan yaitu terjadi peningkatan konsentrasi *methyl orange* setelah fotodegradasi. Adanya penyimpangan ini memberikan informasi bahwa orde reaksi *pseudo* – orde satu tidak terjadi ketika waktu penyinaran lebih dari 90 menit.



**Gambar 4.5** Kurva hubungan ln C<sub>o</sub>/C<sub>t</sub> *methyl orange* terhadap lama penyinaran sinar ultraviolet

#### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik kesimpulan bahwa :

- 1. pH awal larutan methyl orange dan konsentrasi awal larutan methyl orange berpengaruh pada laju fotodegradasi menggunakan fotokatalis bentonit-TiO<sub>2</sub>. Apabila pada kondisi pH asam laju fotodegradasi akan mengalami peningkatan, tetapi pada pH basa laju fotodegradasi akan menurun.
- 2. Konsentrasi awal larutan methyl orange optimum pada 54,05 ppm dean pH awal larutan methyl orange optimum pada pH 4 dengan laju fotodegradasi pada kondisi optimum diamati pada kurva hubungan penurunan konsentrasi terhadap lama penyinaran sinar ultraviolet yang memberikan nilai *slope* sebesar 0,298.

#### 5.2 Saran

Pada proses fotodegradasi *methyl orange* perlu dipertimbangkan penggunaan akseptor elektron *irreversible* yang berfungsi untuk mencegah terjadinya rekombinasi pasangan elektron – *hole*. Keberadaan akseptor elektron *irreversible* ini diharapkan dapat lebih mengoptimalkan pembentukan radikal hidroksi sehingga proses fotodegradasi *methyl orange* dapat berjalan lebih optimal. Akseptor elektron irreversible dapat diperoleh dengan menambahkan oksigen atau hidrogen peroksida.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fatimah, I., E. Sugiharto, K. Wijaya, I. Tahrir dan Kamalia, 2006, **Titanium Oxide Dispersed On Natural Zeolite** (**TiO**<sub>2</sub>/**Zeolite**) **And Its Application For Congo Red Photodegradation,** Indo.J.Chem tahun 2006 Volume 6 No.1, 38-42
- [2] Christina, M., S. Mu'nisatun, S. Rany, dan M. Djoko, 2007, Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) Dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350kV/10mA, JFN. Vol. 1, No.1.
- [3] Manurung, R., 2004, **Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob Aerob**, Fakultas Teknik Jurusan Teknik
  Kimia Universitas Sumatera Utara.
- [4] Sobczyński, A., A. Dobosz, 2001, Water Purification by Photocatalysis on Semiconductors, Polish Jurnal of Environmental Studie, 10(4):195-205.
- [5] Kim, T. Y., Y. H. Lee, K. H. Park, dan S. J. Cho. 2005. A Study of Photocatalysis of Titanium Dioxide Coated onto chitosan Beads and Activated carbon. Res. Chem. Intermed. 31(4-6): 343.
- [6] Larosa, Y.N., 2008, Studi Pengetsaan Bentonit Terpilar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara, USU reprository.
- [7] Sumerta, I.K., 2002, Fotodegradasi Metilen Biru MenggunakanKatalis TiO<sub>2</sub>-Montmorilonit dan Sinar UV, Makalah pada Seminar Nasional Pendidikan Kimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta.

- [8] Afifah, K.N., 2010, Uji Fotoaktivitas TiO<sub>2</sub>-Bentonit untuk Degradasi Senyawa Pewarna Methyl orange dengan Menggunakan Sinar UV, Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya.
- [9] Widihati, I.A.G., N.P Diantariani, dan Y.F Nikmah, 2011, Fotodegradasi Metilen Biru Dengan Sinar UV Dan Katalis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ISSN 1907-9850, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana.
- [10] Nadapdap, R., 2011, **Pembuatan dan Karakterisasi Keramik Konstruksi dengan Memanfaatkan Limbah Padat Pulp**,

  <a href="http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:g6mqwhyTTr8">http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:g6mqwhyTTr8</a>
  <a href="https://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:g6mqwhyTTr8">J:repository.usu.ac.id</a>. Diakses 27 September 2011.
- [11] Winani, M.D. Pebrian, 2006, Aktivasi Bentonit Untuk Peningkatan Daya Adsorpsi Melalui Proses Leaching, Politeknik Negeri Bandung.
- [12] Palupi, E., 2006, **Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis Dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>**, Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- [13] Arutanti, O., 2009, **Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO2)**, Jurnal Nanosains & Nanoteknologi ISSN
  1979-0880 Edisi Khusus, Agustus 2009.
- [14] Piscopo, A., 2001, Influence Of Ph And Chloride Anion On The Photocatalytic Degradation Of Organic Compounds
  Part I. Effect On The Benzamide And
  Parahydroxybenzoic Acid In Tio2 Aqueous Solution,
  Applied Catalysis B: Environmental 35 (2001) 117–124.

- [15] Clark, J., 2007, **Indikator Asam-Basa**, <a href="http://www.chem-istry.org/materi\_kimia/kimia\_fisika1/">http://www.chem-istry.org/materi\_kimia/kimia\_fisika1/</a>, Diakses 27 September 2011.
- [16] Skoog, D.A., F. J. Holler, dan S.R. Crouch, 2007, **Principles of Instrumental Analysis**, Thomson Brooks, Canada.
- [17] Wright, M.R., 2004, **An Introduction to Chemical Kinetics**, John Wiley & Sons, Ltd, Sussex.
- [18] Slamet, M. Ellyana., dan S. Bismo., 2008, Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO2 Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [19] Nikazar, M., K. Gholivand, dan K. Mahanpoor, 2007, Using TiO<sub>2</sub> Supported on Clinoptilolite as a Catalyst for Photocatalytic Degradation of Azo Dye Disperse Yellow 23 in Water, ISSN 0023-1584, Kinetics and Catalysis, 2007, Vol. 48, No. 2, pp. 214–220.
- [20] Atkins, P., J. De Paula, 2006, **Physical Chemistry**, Oxford University Press, Oxford
- [21] Supeno, M., 2007, Pengetsaan SiO<sub>2</sub> Bentonit Alam terpilar Sebagai katalis Gas Hidrogen dari Air, Jurnal Sains Kimia Volume 11 No.1 tahun 2007, 31-36.
- [22] Prabaningrum, N., A. Muharini., 2008, Pengaruh Radiasi Mesin Berkas Elektron Pada Pengurangan Konsentrasi Zat Warna Limbah Batik, Media Teknik No.3 Tahun XXX Edisi Agustus 2008 ISSN 0216-3012.
- [23] Netto, Gercino C., Ticiane S., Humberto Jorge J.,Regina de Fa'tima P.M.M., dan Eduardo H., 2004, **Evaluation of Relative Photonic Efficiency in Heterogeneous**

**Photocatalytic Reactors**, ISSN 1047-3289 J. Air & Waste Manage. Assoc. 54:77–82.

[24] Mahdian, P. Saadi, 2008, Pengaruh Konsentrasi dan pH Larutan terhadap Adsorpsi Timbal(II) dan Kadmium(II) pada Adsorben Biomassa Apu – Apu dengan Metode Statis, Kalimantan Scientiae No.71 Tahun XXVI Vol. April 2008.



#### LAMPIRAN

### Lampiran A

### Perhitungan dan Pembuatan Larutan

### A.1 Pembuatan Larutan Stok Methyl Orange 200 ppm

Larutan stok *methyl orange* yang akan digunakan dalam penelitian dibuat pada konsentrasi 200 ppm sebanyak 500 mL. Pertama, padatan *methyl orange* ditimbang sebanyak 100 mg dan dilarutkan dengan aquades secukupnya dalam beakerglass. Setelah larut, Larutan *methyl orange* dipindahkan ke dalam labu takar 500 mL dan ditandabataskan dengan aquades lalu dikocok hingga homogen. Massa padatan *methyl orange* diketahui dengan melakukan perhitungan sebagai berikut:

Massa *methyl orange* = Konsentrasi (mg/L) x Volume (mL)

$$= \frac{200 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 500 \text{ mL}$$
$$= 100 \text{ mg}$$

### A.2 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M sebanyak 150 mL

Larutan  $H_2SO_4$  konsentrasi 0,5 M dibuat dengan mengencerkan larutan  $H_2SO_4$  pekat 96% dalam labu takar 100 mL dan labu takar 50 mL. Perhitungan untuk pengenceran larutan  $H_2SO_4$  adalah sebagai berikut :

Kadar 
$$= 96\%$$

Massa jenis = 
$$1.84 \text{ kg/L} = 1.84 \text{ g/mL}$$

$$Mr H2SO4 = 98,08 g/mol$$

Kadar(b/v) = 
$$\frac{96 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$
 x 1,84 g/mL =  $\frac{176,64 \text{ g}}{100 \text{ mL}}$ 

Konsentrasi (M) = 
$$\frac{176,64 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1}{98,08 \text{ g/mol}} = 18 \text{ M}$$

### Pengenceran larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 18 M menjadi larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M

• Pengenceran pertama

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$
  
 $18 \text{ M x V}_1 = 0.5 \text{ M x } 100 \text{ mL}$   
 $V_1 = 2.78 \text{ mL}$ 

Pengenceran kedua

$$\begin{array}{rcl}
C_1 \times V_1 & = & C_2 \times V_2 \\
18 \text{ M x } V_1 & = & 0.5 \text{ M x } 50 \text{ mL} \\
V_1 & = & 1.39 \text{ mL}
\end{array}$$

### A.3 Pembuatan Larutan BaCl<sub>2</sub> 0,1 M sebanyak 100 mL

Pembuatan larutan  $BaCl_2$  dibuat dari padatan  $BaCl_2.2H_2O$  (Mr = 244,28 g/mol) yang dilarutkan dalam labu takar 100 mL. Perhitungan massa  $BaCl_2.2H_2O$  yang dibutuhkan yaitu :

Konsentrasi (M) = 
$$\frac{\text{mmol}}{\text{volume (mL)}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{mmol}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{mmol BaCl}_2 = 10 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol BaCl}_2 = \frac{\text{Massa BaCl}_2.2\text{H}_2\text{O (mg)}}{\text{Mr BaCl}_2.2\text{H}_2\text{O (mg)}}$$

$$10 \text{ mmol} = \frac{\text{Massa BaCl}_2.2\text{H}_2\text{O (mg)}}{244,28 \text{ mg/mmol}}$$

Massa BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O = 24,428 mg = 0,024 g

Padatan  $BaCl_2.2H_2O$  ditimbang sebanyak 0,024 g kemudian dilarutkan dalam beakerglass dengan menambahkan aquades sekitar 20 mL. Setelah larut, larutan  $BaCl_2.2H_2O$  dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditandabataskan dengan aquades lalu dikocok hingga homogen.

### A.4 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M sebanyak 100 mL

Pembuatan larutan NaOH 0,1 M dilakukan dengan cara melarutkan padatan NaOH dalam labu takar 100 mL. Massa padatan NaOH yang dibutuhkan diketahui melalui perhitungan berikut ini:

Konsentrasi (M) = 
$$\frac{\text{mmol}}{\text{volume (mL)}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{mmol}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{mmol NaOH} = 10 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = \frac{\text{Massa NaOH (mg)}}{\text{Mr NaOH}}$$

$$10 \text{ mmol} = \frac{\text{Massa NaOH (mg)}}{40 \text{ mg/mmol}}$$

$$\text{Massa NaOH} = 400 \text{ mg} = 0.4 \text{ g}$$

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,4 g kemudian dilarutkan dalam beakerglass dengan menambahkan aquades sekitar 20 mL. Setelah larut, larutan NaOH dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditandabataskan dengan aquades lalu dikocok hingga homogen.

### A.5 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M sebanyak 100 mL

Pembuatan larutan HCl 0,1 M dilakukan dengan mengencerkan larutan HCl pekat (37%) dalam labu takar 100 mL. Perhitungan pengenceran yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

Kadar HCl = 37%  
Massa jenis = 1,1900 g/mL  
Mr HCl = 36,461 g/mol  
Kadar (b/v) = 
$$\frac{37 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$
 x 1,1900 g/mL =  $\frac{44,03 \text{ g}}{100 \text{ mL}}$ 

Konsentrasi (M) = 
$$\frac{100 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times \frac{36,461 \text{ g/mol}}{36,461 \text{ g/mol}} = 12 \text{ M}$$

Pengenceran larutan HCl 0,12 M menjadi larutan HCl 0,1 M yaitu:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$
  
 $12 \text{ M x } V_1 = 0.1 \text{ M x } 100 \text{ mL}$   
 $V_1 = 0.83 \text{ mL}$ 

# A.6 Pembuatan Larutan *Methyl Orange* konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 ppm

Pembuatan larutan *methyl orange* konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 ppm dilakukan dengan pengenceran larutan stok *methyl orange* 200 ppm (A.1). Perhitungan pengenceran yaitu :

$$\begin{array}{rcl} C_1 \ x \ V_1 &= C_2 \ x \ V_2 \\ 200 \ ppm \ x \ V_1 &= 1 \ ppm \ x \ 50 \ mL \\ V_1 &= 0.25 \ mL \end{array}$$

Volume pengenceran yang dibutuhkan untuk pembuatan larutan *methyl orange* 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 ppm tersaji pada tabel berikut :

**Tabel A.1** Volume larutan *methyl orange* 200 ppm yang dibutuhkan untuk membuat larutan *methyl orange* konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan

/ ppiii										
C <sub>1</sub> (ppm)	$V_1$ (mL)	C <sub>2</sub> (ppm)	$V_2$ (mL)							
200	0,25	114	50							
200	0,5	2	50							
200	0,75	3	50							
200		4	50							
200	1,25	5 (	50							
200	1,5	6	50							
200	01,75	<b>東1 U711 で</b>	50							

Sebelum diencerkan dalam labu takar 50 ml, volume larutan *methyl orange* yang telah diambil sesuai Tabel A.1 dikondisikan pada pH 6 dengan menggunakan pH – meter. Pengondisian pH dilakukan dengan menambahkan larutan NaOH 0,1 M atau larutan HCl 0,1 M.

### Lampiran B

### Skema Kerja

### **B.1** Tahapan Penelitian

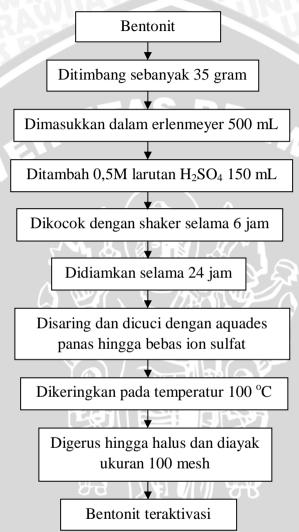
Aktivasi bentonit dan sintesis Bentonit-TIO<sub>2</sub>

Pengujian pengaruh variasi pH awal *methyl orange* terhadap laju reaksi

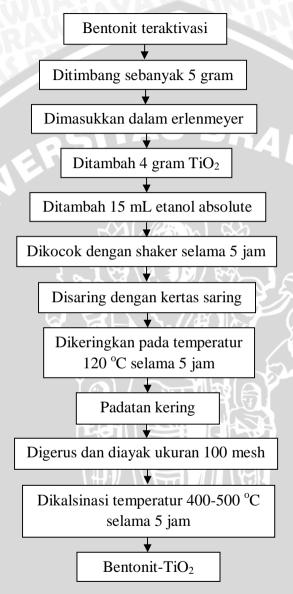
Pengujian pengaruh variasi konsentrasi *methyl orange* terhadap laju reaksi

Penentuan laju reaksi fotodegradasi methyl orange

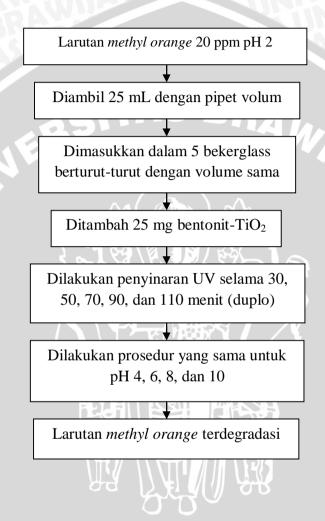
### B.2 Preparasi dan Aktivasi Bentonit Alam dengan Aktivasi Asam



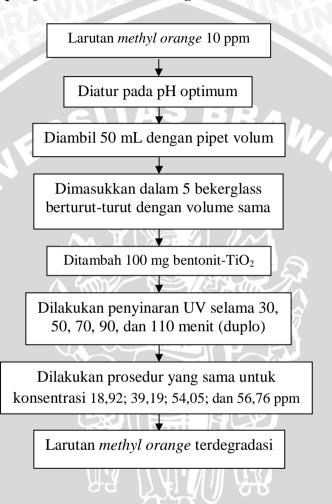
### B.3 Sintesis Fotokatalis Bentonit-TiO<sub>2</sub>



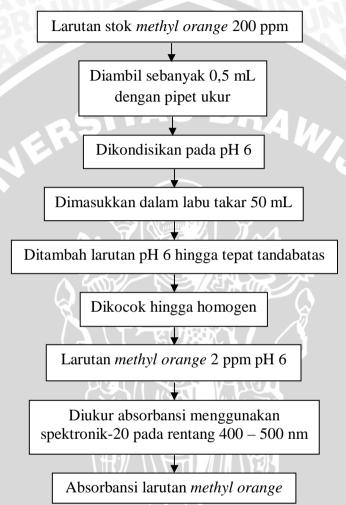
### B.4 Pengaruh pH Awal Larutan *Methyl orange* terhadap Laju Reaksi Proses Fotodegradasi



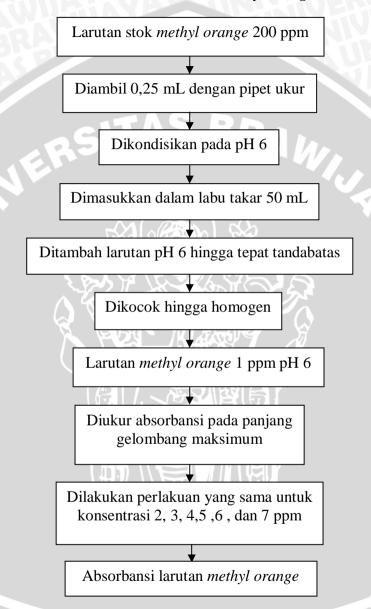
# B.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan *Methyl orange* terhadap Laju Reaksi Proses Fotodegradasi



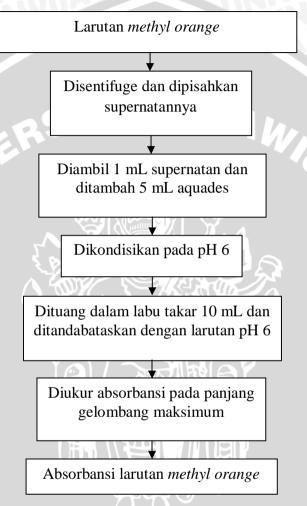
# **B.6** Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan *Methyl orange*



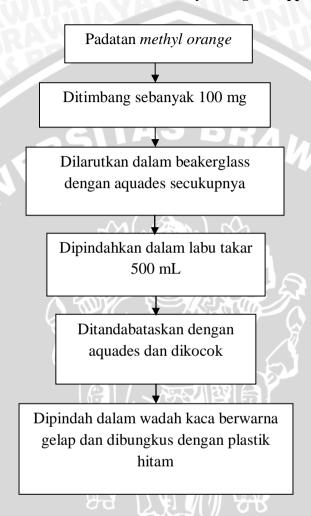
### B.7 Pembuatan Kurva Baku Larutan Methyl Orange



# B.8 Penentuan Konsentrasi *Methyl Orange* Menggunakan Spektronik – 20



### B.9 Pembuatan Larutan Stok Methyl Orange 200 ppm



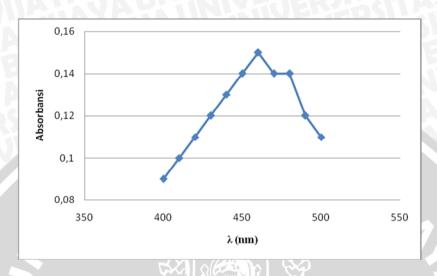
### Lampiran C

### **Data Hasil Penelitian**

### C.1 Kurva Baku *Methyl Orange* pada pH 6 C.1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methyl Orange* pada pH 6

**Tabel C.1** Absorbansi *methyl orange* pada rentang panjang gelombang 400 nm – 500 nm

Panjang Gelombang	
(nm)	Absorbansi
400	0,09
410	0,1
420	0,11
430	0,12
440	0,13
450	0,14
460	0,15
470	0,14
480	0,14
490	0,12
500	0,11



**Gambar C.1** Kurva penentuan panjang gelombang maksimum *methyl orange* 

### C.1.2 Pembuatan Kurva Baku Methyl Orange

Tabel C.2 Perhitungan persamaan regresi kurva baku methyl orange

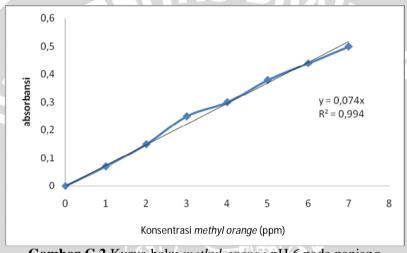
Konsentrasi Methyl Orange (ppm) (X)	Absorbansi (Y)	$X^2$	XY	$\mathbf{Y}^2$
0	مرد 0	1 20 6	0	0
1	0,07	1	0,07	0,0049
2	0,15	4	0,3	0,0225
3	0,25	9	0,75	0,0625
4	0,3	16	1,2	0,09
5	0,38	25	1,9	0,1444
6	0,44	36	2,64	0,1936
7	0,5	49	3,5	0,25
Jumlah		140	10,36	0,7679

Berdasarkan Tabel C.2 maka dapat dihitung persamaan kurva baku:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} = \frac{10,36}{140} = 0,074$$

Persamaan kurva baku yaitu y = 0,074x Koefisien korelasi dapat dihitung dengan rumus berikut :

$$R^{2} = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^{2}y^{2}}} = \frac{10,36}{\sqrt{140x0,7679}} = 0,994$$



**Gambar C.2** Kurva baku *methyl orange* pH 6 pada panjang gelombang 460 nm

### C.2 Penentuan Konsentrasi Larutan *Methyl Orange* Menggunakan Spektronik – 20

Penentuan konsentrasi larutan *methyl orange* dilakukan dengan cara melakukan perhitungan terhadap persamaan kurva baku y = 0,074x. Nilai y menyatakan absorbansi larutan methyl orange yang dilakukan secara duplo seperti pada Tabel C.3 maupun Tabel C.4. Perhitungan yang dilakukan yaitu:

Konsentrasi (ppm) = 
$$\frac{y}{a} \times fp$$

$$= \frac{0.12}{0.074} \times \frac{10 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$
$$= 16.22 \text{ ppm}$$

Setelah konsentrasi methyl orange diketahui,maka dapat dihitung nilai Ln  $C_o/C_t$ .  $C_o$  menyatakan konsentrasi awal larutan *methyl orange* sebelum fotodegradasi dan  $C_t$  menyatakan rata – rata konsentrasi larutan *methyl orange* setelah fotodegradasi.

Tabel C.3 Absorbansi larutan methyl orange dengan variasi pH awal

Data	Data Absorbansi Larutan Methyl Orange											
t (menit)	0 ~	30	50	70	90	110						
2	0,12	0,10	0,09	0,10	0,05	0,06						
7	0,12	0,10	0,09	-0,09	0,07	0,05						
4	0,14	0,11	0,10	0,11	0,11	0,04						
$\wedge$	0,14	0,11	0,11	0,11	0,12	0,04						
6	0,13	0,11	0,11	0,07	0,10	0,08						
	0,13	0,10	0,11	0,08	0,08	0,09						
8	0,13	0,13	0,10	0,11	0,12	0,09						
	0,13	0,12	0,11	0,11	0,10	0,09						
10	0,12	0,12	0,11	0,10	0,11	0,08						
	0,12	0,10	0,11	0,09	0,10	0,09						

**Tabel C.4** Absorbansi larutan *methyl orange* dengan variasi konsentrasi awal

Data Absorbansi Larutan Methyl Orange										
t (menit)	0	30	50	70	90	110				
[MO]										
10,81 ppm	0,08	0,06	0,06	0,05	0,04	0,07				
7	0,08	0,07	0,06	0,05	0,04	0,06				
18,92 ppm	0,14	0,13	0,07	0,10	0,10	0,13				
	0,14	0,13	0,12	0,10	0,09	0,14				
39,19 ppm	0,29	0,18	0,16	0,12	0,16	0,22				
	0,29	0,18	0,18	0,17	0,17	0,22				
54,05 ppm	0,40	0,21	0,23	0,21	0,17	0,36				
	0,40	0,21	0,21	0,21	0,17	0,35				
56,76 ppm	0,42	0,34	0,37	0,35	0,34	0,33				
	0,42	0,35	0,32	0,36	0,35	0,33				

Hasil perhitungan konsentrasi larutan *methyl orange* disajikan pada Tabel C.5 dan Tabel C.6.

**Tabel C.5** Konsentrasi larutan *methyl orange* dengan variasi pH awal

Konsentrasi Larutan Methyl Orange											
pH (menit)	0	30	50	70	90	110					
2	16,22	13,51	12,16	13,51	6,76	8,11					
	16,22	13,51	12,16	12,16	9,46	6,76					
4	18,92	14,86	13,51	14,86	14,86	5,41					
	18,92	14,86	14,86	14,86	16,22	5,41					
6	17,57	14,86	14,86	9,46	13,51	10,81					
	17,57	13,51	15,86	10,81	10,81	12,61					
8	17,57	17,57	13,51	14,86	16,21	12,16					
	17,57	16,22	14,86	14,86	13,51	12,16					
10	16,22	16,22	14,86	13,51	14,86	10,81					
	16,22	13,51	14,86	12,16	13,51	12,16					

**Tabel C.6** Konsentrasi larutan *methyl orange* dengan variasi konsentrasi awal

Konsentrasi Larutan Methyl Orange										
t (menit)	0	30	50	70	90	110				
[MO]										
10,81 ppm	10,81	8,11	8,11	6,76	5,41	9,46				
	10,81	9,46	8,11	6,76	5,41	8,11				
18,92 ppm	18,92	17,57	9,46	13,51	13,51	17,57				
	18,92	17,57	9,46	13,51	12,16	18,92				
39,19 ppm	39,19	24,32	21,62	16,22	21,62	29,73				
	39,19	24,32	24,32	22,97	22,97	29,73				
54,05 ppm	54,05	28,38	31,08	28,38	22,97	48,65				
	54,05	28,38	28,38	28,38	22,97	47,30				
56,76 ppm	56,76	45,95	50	47,30	45,95	44,60				
	56,76	47,30	43,24	48,65	47,30	44,60				

Hasil perhitungan Ln  $C_0/C_t$  untuk variasi konsentrasi awal larutan *methyl orange* disajikan pada Tabel C.7.

**Tabel C.7** Hasil Ln C<sub>o</sub>/C<sub>t</sub> larutan *methyl orange* dengan variasi konsentrasi awal

Konsentrasi Larutan Methyl Orange											
t (menit)		30	50	70	90	110					
10,81 ppm	0	0,21	0,29	0,47	0,69	0,21					
18,92 ppm	077	0,07	0,39	0,34	0,39	0,04					
39,19 ppm	0	0,48	0,53	0,69	0,56	0,28					
54,05 ppm	0	0,64	0,60	0,64	0,86	0,85					
56,76 ppm	0	0,20	0,20	0,17	0,20	0,24					

### Lampiran D

### Uji Statistika

### D.1 Uji Beda Nyata Terkecil Pengaruh Variasi pH Awal Larutan *Methyl Orange* terhadap Laju Fotodegradasi

Uji beda nyata terkecil (BNT) dilakukan dengan cara perhitungan sesuai rumus berikut :

BNT 5% = 
$$t^{\alpha/2}$$
 (db galat)  $\sqrt{\frac{2kTg}{n}}$ 

Perhitungan BNT dilakukan untuk variasi pH awal larutan *methyl* orange tiap variasi lama penyinaran.

• BNT pH awal 2

BNT 5% = 
$$t^{\alpha/2}$$
 (db galat)  $\sqrt{\frac{2kTg}{n}}$   
= 2.447  $\sqrt{\frac{2 \times 0.918}{2}}$   
= 2.34

Tabel D.1 Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk pH awal 2

pH 2											
	110 90 50 70 30 0										
С	waktu	7,43	8,11	12,16	12,84	13,51	16,22				
7,43	110	0			X	V					
8,11	90	0,68	0			J					
12,16	50	4,73*	4,05*	0	1148						
12,84	70	5,41*	4,73*	0,68	0						
13,51	30	6,08*	5,41*	1,35	0,68	0					
16,22	0	8,78*	8,11*	4,05*	3,38*	2,70*	0				

• BNT pH awal 4

BNT <sub>5%</sub> = 
$$t^{\alpha/2}$$
 (db galat)  $\sqrt{\frac{2RTg}{n}} = 2.447 \sqrt{\frac{2 \times 0.304}{2}} = 1,35$ 

Tabel D.2 Hasil Uji Beda Nyata terkecil untuk pH awal 4

111							
		110	50	30	70	90	0
C	Waktu	5,41	14,19	14,86	14,86	15,54	18,92
5,41	110	0				7 1/1	
14,19	50	8,78*	0				
14,86	30	9,46*	0,68	0			
14,86	70	9,46*	0,68	_ 0	0		
15,54	90	10,13*	1,35	0,68	0,68	0	
18,92	0	13,51*	4,73*	4,05*	4,05*	3,38*	0

• BNT pH awal 6

BNT 5% = 
$$t^{\alpha/2}$$
 (db galat)  $\sqrt{\frac{2kTg}{n}}$   
= 2.447  $\sqrt{\frac{2 \times 1.07}{2}}$   
= 2.53

Tabel D.3 Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk pH awal 6

pH 6											
	70 110 90 30 50 0										
С	Waktu	10,13	11,49	12,16	14,19	14,86	17,57				
10,13	70	0			1 1 1 1 1 1						
11,49	110	1,35	0 2	<b>\$1</b>	JOH	5					
12,16	90	2,03	0,68	0							
14,19	30	4,05*	2,70*	2,03	0						
14,86	50	4,73*	3,38*	2,70*	0,68	0					
17,57	0	7,43*	6,08*	5,41*	3,39*	2,70*	0				

BNT pH awal 8

BNT 5% = 
$$t_{\alpha/2}$$
 (db galat)  $\sqrt{\frac{2KTg}{n}}$   
= 2.447  $\sqrt{\frac{2 \times 0.918}{2}}$  = 2.34

Tabel D.4 Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk pH awal 8

pH 8											
		110	50	70	90	30	0				
C	waktu	12,16	14,19	14,86	14,86	16,89	17,57				
12,16	110	0									
14,19	50	2,03	100		3						
14,86	70	2,70*	0,67	0		Α					
14,86	90	2,70*	0,67	0	(0/	4					
16,89	30	4,73*	2,70*	2,03	2,03	0					
17,57	0 /	5,41*	3,38*	2,70*	2,70*	0,68	0				

• BNT pH awal 10

BNT 5% = 
$$t^{\alpha/2}$$
 (db galat)  $\sqrt{\frac{2kTg}{n}}$   
= 2.447  $\sqrt{\frac{2 \times 1.07}{2}}$   
= 2.53

**Tabel D.5** Hasil Uji Beda Nyata Terkecil untuk pH awal 10

pH 10											
	o All	110	70	90	30	50	0				
C	waktu	11,49	12,84	14,19	14,86	14,86	16,22				
11,49	110	0					7				
12,84	70	1,35	0								
14,19	90	2,70*	1,35	0							
14,86	30	3,37*	2,02	0,67	0						
14,86	50	3,37*	2,02	0,67	0	0					
16,22	0	4,73*	3,38*	2,03	1,35	1,35	0				

