

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Umum

Penelitian yang dilakukan termasuk dalam penelitian eksperimen yang berada pada skala laboratorium dengan tahapan-tahapan yang sesuai literatur, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2. Secara garis besar penelitian ini meliputi kegiatan sebagai berikut :

1. Analisa karakteristik limbah fisik dan kimia *fly ash*.
2. Analisa karakteristik fisik hasil solidifikasi yaitu uji kuat tekan..
3. Analisa pelindian (*leachate*) hasil solidifikasi dengan metode *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP).

3.2. Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian dilakukan di Laboratorium lingkungan – Jurusan Teknik Lingkungan, Laboratorium Konstruksi Teknik Sipil (Laboratorium BKT), serta Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia Jogjakarta.

3.3. Waktu penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September sampai dengan bulan Desember 2006

3.4. Alat dan Bahan Penelitian

3.4.1. Bahan

Dalam membuat sampel untuk penelitian ini, bahan-bahan susun yang dipergunakan adalah :

1. Limbah *fly ash* hasil pembakaran *incinerator*
2. Bahan campuran Beton / concrete yang dipergunakan adalah :
 - a. Semen Portland [PC] merk Semen Serbaguna
 - b. Air Bersih
 - c. Agregat halus berupa pasir
 - d. Agregat kasar berupa kerikil / *Split* $\emptyset \pm 1$ Cm Air
3. Air

Air yang digunakan berasal dari air PDAM Laboratorium Lingkungan Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan Universitas Islam Indonesia.

3.4.2. Alat

Adapun alat - alat yang digunakan dalam penelitian ini, antara lain:

- a. Saringan / ayakan
- b. Timbangan
- c. Cetakan untuk Concrete ukuran tinggi 20 cm, diameter 10 cm
- d. Gelas Ukur
- e. Alat penumbuk
- f. Gelas Ukur

- g. Erlenmeyer
- h. Pengaduk Mekanik (*Magnetik stirrer*)
- i. Alat Uji Kuat Tekan (*Compression test*) merk Controls
- j. Alat putar (Uji TCLP)
- k. Bahan kimia untuk analisa Toksisitas (Uji TCLP)

3.5. Asal Bahan Susun

3.5.1 Asal Limbah *Fly Ash*

Limbah *fly ash* yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah berasal dari proses pembakaran dengan *incinerator* yang dihasilkan dari sistem pengolahan limbah cair dan limbah lumpur (Gambar 3.1). Limbah lumpur dihasilkan dari Unit Pengolahan Limbah Cair (UPLC) yang berasal dari proses produksi di *weaving 1*, *weaving 4*, *weaving 5*, laundry dan laboratorium WWT.. Tahapan-tahapan proses produksi tekstil PT. Apac Inti Corpora ialah pengkajian, proses penghilangan kanji, penggelantangan, pemasakan, merserisasi, pewarnaan, pencetakan dan proses penyempurnaan. Dari tahapan tersebut dihasilkan limbah berupa gas, cair dan uap yang diolah di unit *Waste Water Treatment* (WWT), baik diunit WWT I maupun diunit WWT II.

Selanjutnya limbah lumpur dimasukkan dalam mesin pemeras lumpur (Alfa Laval NX 4500) yang bertujuan untuk memisahkan lumpur dengan air (*dewatering*) dengan cara memberikan tekanan kepada lumpur sehingga airnya bisa



keluar/terpisahkan dengan padatnya. Lumpur yang telah kering selanjutnya dibakar dengan *rotaring dryer dan incinerator* yang beroperasi selama 24 jam dengan suhu tinggi, yaitu $> 700^{\circ}\text{C}$.

Pembakaran dengan *rotaring dryer dan incinerator* pada industri tekstil menghasilkan limbah abu padat. Abu tersebut diklasifikasikan menjadi dua jenis, yaitu abu dasar (*bottom ash*) dan abu terbang (*fly ash*). Dalam penelitian ini limbah abu padat yang digunakan sebagai sampling adalah abu terbang (*fly ash*).

Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No 18 tahun 1999 tentang Pengelolaan Limbah Berbahaya dan Beracun menyatakan bahwa limbah lumpur dari industri tekstil termasuk jenis limbah berbahaya dan beracun (limbah B3) dari sumber yang spesifik dengan kode D213. Hal ini karena dalam limbah tersebut umumnya mengandung unsur-unsur berbahaya seperti As, Cd, Cr, Pb, Cu dan Zn.

3.6. Tahapan Penelitian

3.6.1. Analisa Karakteristik Bahan

Dalam menganalisa limbah *Fly Ash* dilakukan pemeriksaan fisik dan kimia meliputi :

1. Pengujian konsentrasi Cr, Zn, dan Pb di dalam *Fly Ash*
2. Uji fisik (berat jenis)

3.6.2. Variabel yang diteliti

1. Variabel terikat , yaitu analisis terhadap kuat tekan untuk beton dan Modulus halus, Volume, berat jenis (untuk *Fly Ash*) kemudian uji TCLP untuk perlindungan.
2. Variabel bebas yaitu analisa logam berat berupa Cr, Zn, dan Pb total

3.6.3. Penentuan Komposisi Sampel

Pada penelitian ini, masing-masing Formula percobaan dibuat sepuluh sampel beton berbentuk silinder dengan komposisi limbah *Fly Ash* dan bahan-bahan pembuat beton berbeda, yaitu variasi komposisi antara pasir dan *Fly Ash* yang diformulasikan dari 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4. Secara lengkap komposisi bahan pembuat beton dengan penambahan limbah *Fly Ash* dapat dilihat pada table dan keterangan berikut.

Tabel 3.1. Jenis, Ukuran dan Jumlah Benda Uji

Pengujian Benda Uji	Ukuran (cm)	Jumlah Sampel Uji					Cetakan
		Formula 1 (0 %)	Formula 2 (10 %)	Formula 3 (20 %)	Formula 4 (30 %)	Formula 5 (40 %)	
Kuat Tekan	20 x10	10	10	10	10	10	Persegi
TCLP	Lolos ayakan 9.5 mm	100 gram	100 gram	100 gram	100 gram	100 gram	-

Keterangan :

1. Penambahan limbah *fly ash* dibuat dalam 4 formula, yaitu 10%, 20%, 30% dan 40% terhadap bahan penyusun beton, yakni agregat halus(pasir). Dimana masing-masing formula 10 benda uji.
2. Pengujian kuat tekan beton untuk masing-masing formula 10 benda uji.

Pengujian pelindian (*leachate*) beton dengan metode *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) untuk masing-masing formula 100 gram dari 3 beton yang telah diuji kuat tekannya dan dihancurkan (lolos ayakan 50 mesh). Kemudian dilakukan 3 analisa untuk masing-masing formula

3.7. Pelaksanaan Penelitian

3.7.1. Uji Berat Jenis Agregat Halus

Berat jenis agregat adalah rasio antara massa padat agregat dengan massa air pada volume yang sama dan bersuhu sama.

Pada pelaksanaan uji berat jenis pasir dilaksanakan dengan urutan langkah sebagai berikut :

1. Menyiapkan agregat halus dan timbangan dengan ketelitian 0,1 gr.
2. Timbang agregat dengan berat = A gram
3. Gelas ukur didisi sebesar = B ml
4. Gelas ukur diisi air dan agregat sebesar = C ml
5. Dihitung volume agregat = $C - B = D$ ml
6. Dihitung berat jenis agregat = A/B

3.7.2. Cara Mencari Modulus HalusButir / Agregat Halus

Untuk mencari modulus halus (pasir) dilaksanakan pengukuran sebagai berikut :

1. Ambil contoh dalam kondisi kering dengan cara di oven selama 24 jam suhu \pm 100-150 °
2. Timbang contoh secukupnya untuk mengetahui berat total dan dicatat
3. Siapkan saringan yang sudah dibersihkan dan disusun dari atas ke bawah dari saringan yang terbesar sampai terkecil, ukuran saringan 10, 4.75, 2.36, 1.18, 0.60, 0.30, 0.15, pan.
4. Masukkan contoh ke dalam saringan yang tersusun dan ditutup serta di set ke mesin penggetar.
5. Hidupkan selama \pm 15 menit
6. Timbang contoh di masing-masing saringan dan catat
7. Hitung berat tinggal atau yang lolos dalam prosen dan komulatifnya.

3.7.3. Pemeriksaan Berat Isi Padat (Volume Agregat)

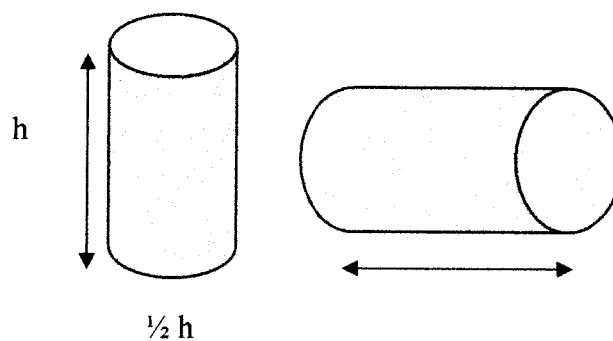
Pemeriksaan ini bertujuan untuk menentukan hubungan antara kadar air dan kepadatan tanah dengan memadatkan di dalam cetakan silinder berukuran tertentu dengan menggunakan alat penumbuk 2,5 kg, berat isi padat (volume agregat) dilaksanakan pengukuran sebagai berikut:

1. Ambil contoh dalam keadaan kering
2. Timbang tabung silinder dan beri simbol W^1 (gram)
3. Masukkan agregat ke dalam tabung dan ditumbuk dengan menggunakan tongkat tumbuk \varnothing 16 mm dan panjang 60 cm setiap sepertiga bagian tabung sampai penuh.
4. Timbang tabung yang berisi agregat tersebut dan dicatat W^1 (gram)

5. Hitung berat isi padat dengan cara membagi berat agregat bersih dengan volume tabung.

3.7.4. Pembuatan dan Perawatan Benda Uji

1. Limbah *Spent* katalis dan bahan-bahan pembuat beton ditimbang beratnya sesuai dengan variasi komposisinya
2. Mencampurkan bahan-bahan pembuat beton ke dalam talam baja, aduk dalam kondisi kering dengan cetok sampai adukan homogen
3. Kemudian ditambahkan air dan diaduk kembali sampai rata
4. Kemudian masukkan adukan sedikit demi sedikit ke dalam cetakan beton yang berbentuk silinder sampai cetakan penuh.
5. Adukan yang telah dicetak didiamkan selama $\pm 4-8$ jam dan diletakkan pada tempat yang agak terlindungi dari sinar matahari.
6. Benda uji dilepas dari cetakan
7. Kemudian dilakukan perawatan



Gambar 3.1. Model sampel Silinder Beton *Fly Ash*

Khusus mengenai jumlah benda uji, sampel minimum adalah 30 buah, namun karena faktor keterbatasan bahan baku/tambah (*fly ash*) maka hanya dibuat 10 buah sampel untuk tiap variasi, dengan pertimbangan jumlah sampel tersebut masih memenuhi batas toleransi (SNI 03-2492-1991)

3.7.5. Perawatan Silinder Beton (Benda Uji)

Setelah adukan beton berbentuk silinder dilepaskan dari cetakan, kemudian dilakukan perawatan. Perawatan silinder beton merupakan suatu upaya untuk menjaga agar benda uji berupa beton permukaannya selalu lembab (sampai usia 28 hari).

Pada penelitian ini dilakukan perawatan Beton dengan cara sebagai berikut :

1. Setelah pencetakan beton, dan adukannya sudah menyatu (keras) beton dikeluarkan dari cetakan silinder dan diletakkan ditempat yang terlindung dari matahari
2. Setelah berumur 3 hari, beton silinder direndam ke dalam bak perendaman
3. Beton direndam selama 28 hari di dalam air

3.7.6. Pelaksanaan Pengujian Silinder Beton

Nilai kuat tekan beton diperoleh melalui pangujian yang menggunakan mesin uji dengan cara memberi beban tingakat dengan kecepatan peningkatan pada beban tertentu di atas benda uji sampai hancur. Sebagai standar kekuatan beton dipakai kuat tekan beton pada umur 28 hari.

3.7.7. Metode Uji Kuat Tekan

Tahapan pengujian kuat tekan Beton adalah sebagai berikut :

1. Benda uji yang telah memenuhi umur pengujian, kemudian diambil dan diletakkan pada mesin tekan secara otomatis
2. Mesin dihidupkan dengan penambahan beban yang konstan sebesar 2–4 Kg/cm².
3. Pembebanan dilakukan sampai benda uji hancur dan dilakukan pencatatan beban maksimum yang terjadi.

3.7.8. Pengujian Kuat Tekan

1. Siapkan benda uji yang telah berumur 28 hari
2. Dibersihkan dan dioven dengan suhu 60°C selama 2 x 24 jam
3. Didinginkan
4. Diletakkan pada mesin uji kuat tekan / tekan dengan jarak tumpuan 26 cm
5. Kuat tekan dihitung berdasarkan beban yang bekerja

3.8. Analisis Toksisitas

Dilakukan uji TCLP dan dilihat dari masing–masing perbandingan samapai seberapa besar penurunan kadar logam beratnya. Logam berat yang akan dianalisa adalah : Cr, Zn, dan Pb.

3.8.1. Prosedur Uji Lindi untuk limbah Non Volatil

Pengujian perlindungan untuk limbah non volatil dilakukan dengan metode TCLP. Langkah pengujian adalah sebagai berikut:

1. Menimbang sampel 100 gram, kemudian sampel dihaluskan apabila diameternya lebih dari 9,5 mm (tidak lolos standar 9,5mm).
2. Pengujian pH (Preliminary evaluation)
 - a) - Menimbang sub sampel 5 gram
 - Masukkan ke dalam *beaker glass*
 - Menambahkan 96,5 ml air destilasi
 - Menutup dengan kaca arloji dan diaduk dengan *magnetic stirer* (pengaduk mekanik) selama 5 menit
 - Mengukur pH (pH awal)
 - b) – Apabila pH langkah (a) lebih dari 5,0 maka ditambahkan 3,5 ml Hcl 1,0 N
 - Menutup dengan kaca arloji dan dipanaskan sampai 50° C selama 10 menit
 - Membiarkan sampai larutan dingin
 - Mengukur pH (pH akhir)

3.8.2. Uji TCLP

Uji TCLP dilakukan pada pecahan benda uji yang telah dan dilihat dari masing–masing perbandingan sampai seberapa besar penurunan kadar logam beratnya. Langkah–langkahnya:

1. Timbang sampel 100 gram, haluskan sampel apabila mempunyai diameter lebih dari 9,5 mm (tidak lolos saringan standar 9,5 mm)
2. Lakukan pengujian pH
 - a) – Timbang sub sampel 5 gram (berasal dari sampel 100 gram)

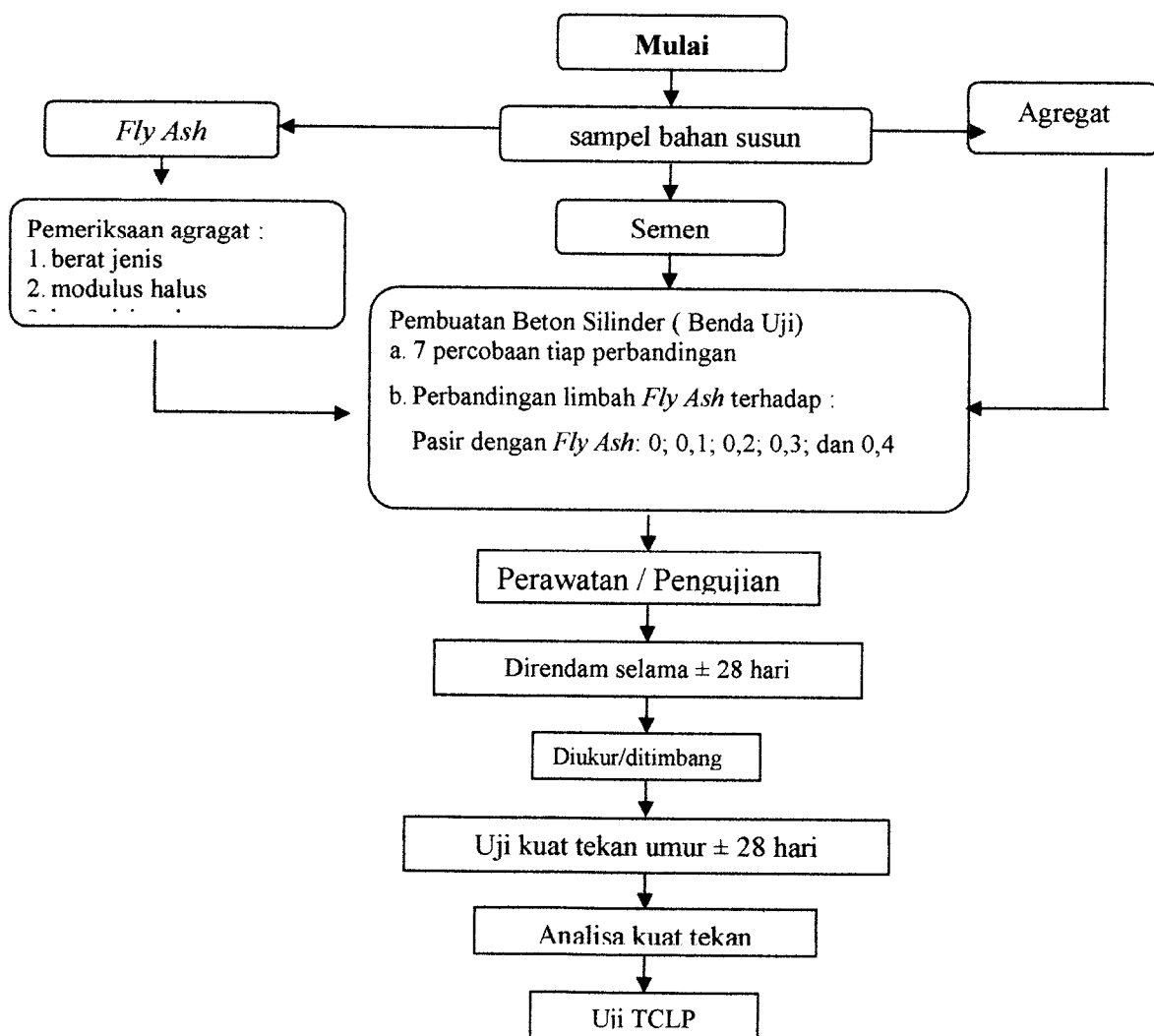
- Tambahkan 96,5 ml air destilasi
 - Tutup dengan kaca arloji dan aduk dengan magnetic stirer (pengaduk mekanik) selama 5 menit
 - Ukur pH
- b) – Bila angka pH lebih dari 5,0 (pada langkah a) tambahkan 3,5 ml Hcl 1,0 N
- Tutup dengan kaca arloji dan panaskan sampai 50°C selama 50 menit
 - Biarkan larutan dingin
 - Ukur pH
3. Bila hasil 2 (a) dan 2 (b) pH-nya < 5 gunakan larutan ekstraksi 1 , dan bila hasil 2 (b) memiliki pH > 5 gunakan larutan ekstraksi 2
- a) Larutan Ekstraksi 1:
- Larutan HoAc (asam Asetat) sebanyak 5,7 ml dimasukkan ke dalam 500 ml H₂O tipe 1 (aquadest) ditambahkan 64,3 ml NaOH 1,0 N. Kemudian diencerkan sampai volume 1 liter sehingga pH $4,93 \pm 0,05$
- b) Larutan Ekstraksi 2 :
- Larutan sebanyak 5,7 ml HoAc dilarutkan ke dalam H₂O tipe 2 (Bidest) sampai volume 1 liter (pH $2,88 \pm 0,05$)
4. Ekstraksi sampel dalam larutan ekstraksi yang sesuai selama 18 jam pada suhu (19 – 25)°C dengan kecepatan putaran 30 ± 2 rpm
5. Lakukan pencucian filter / kertas dengan asam lalu kemudian saring hasil ekstraksi (di atas)

6. Analisa larutan Ekstraksi

3.9. Tahapan Kerja

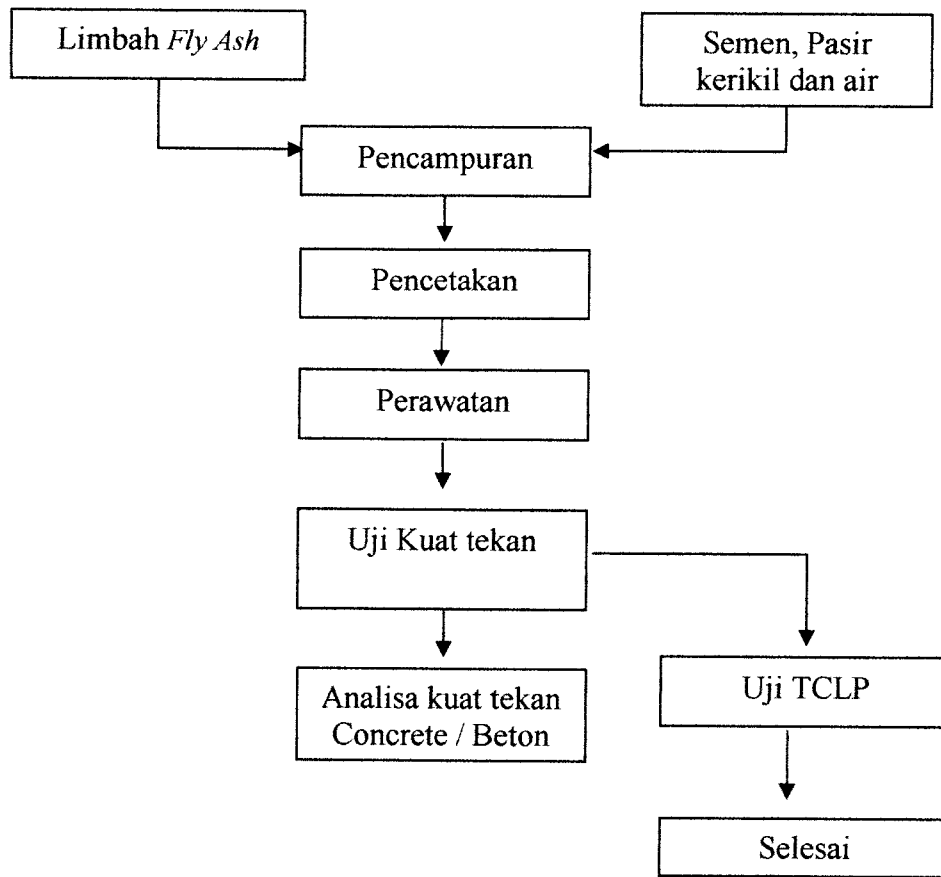
Untuk sistematika tahapan penelitian untuk pembuatan benda uji, pengujian sampel berupa beton dengan uji kuat tekan dan perlindungan dengan uji TCLP sampai analisa data, disajikan pada diagram alir berikut ini :

Diagram alir Tahapan penelitian dan analisa data



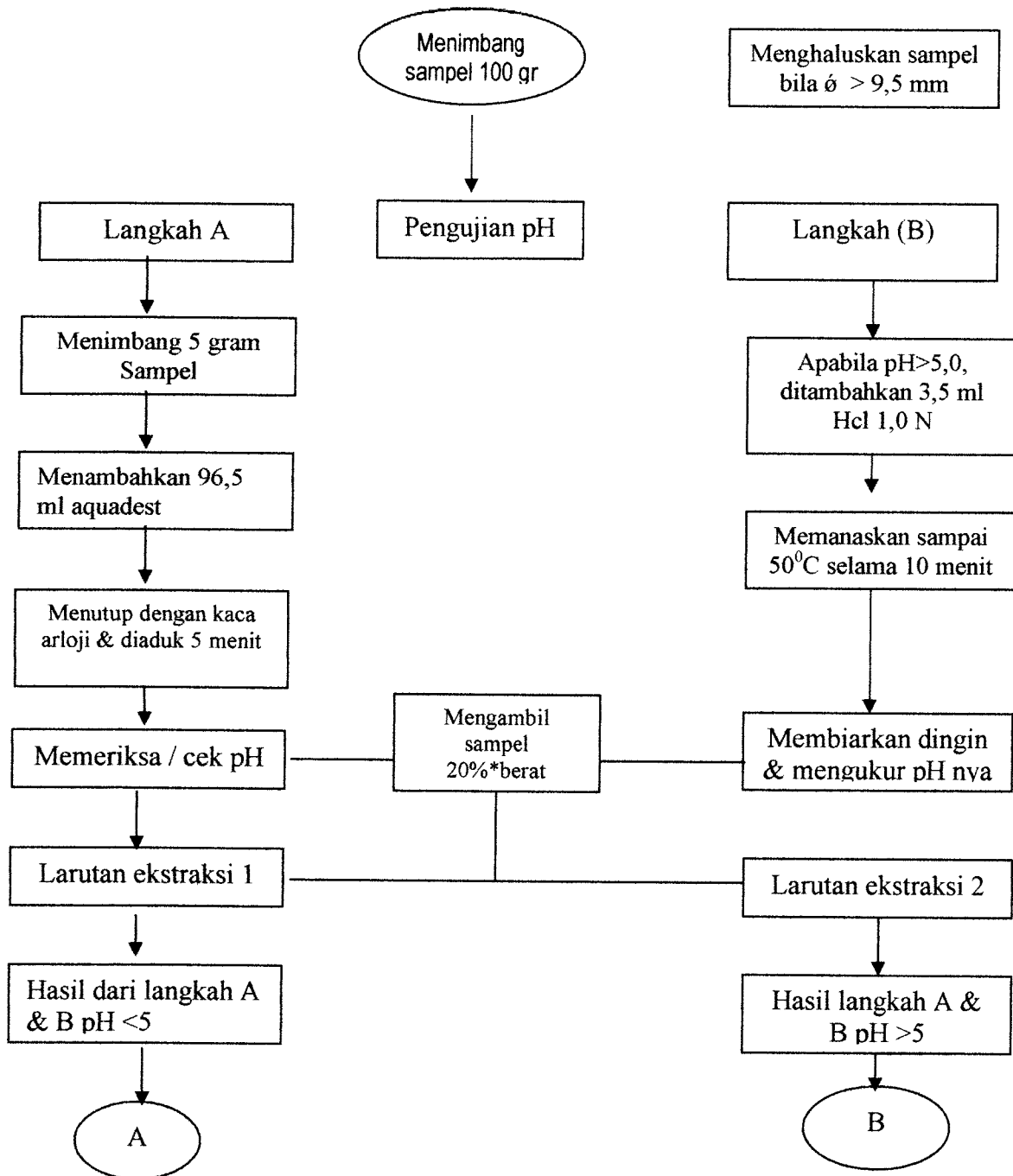
Gambar 3.2. Tahapan penelitian dan analisa data

Diagram Alir Pembuatan Benda Uji



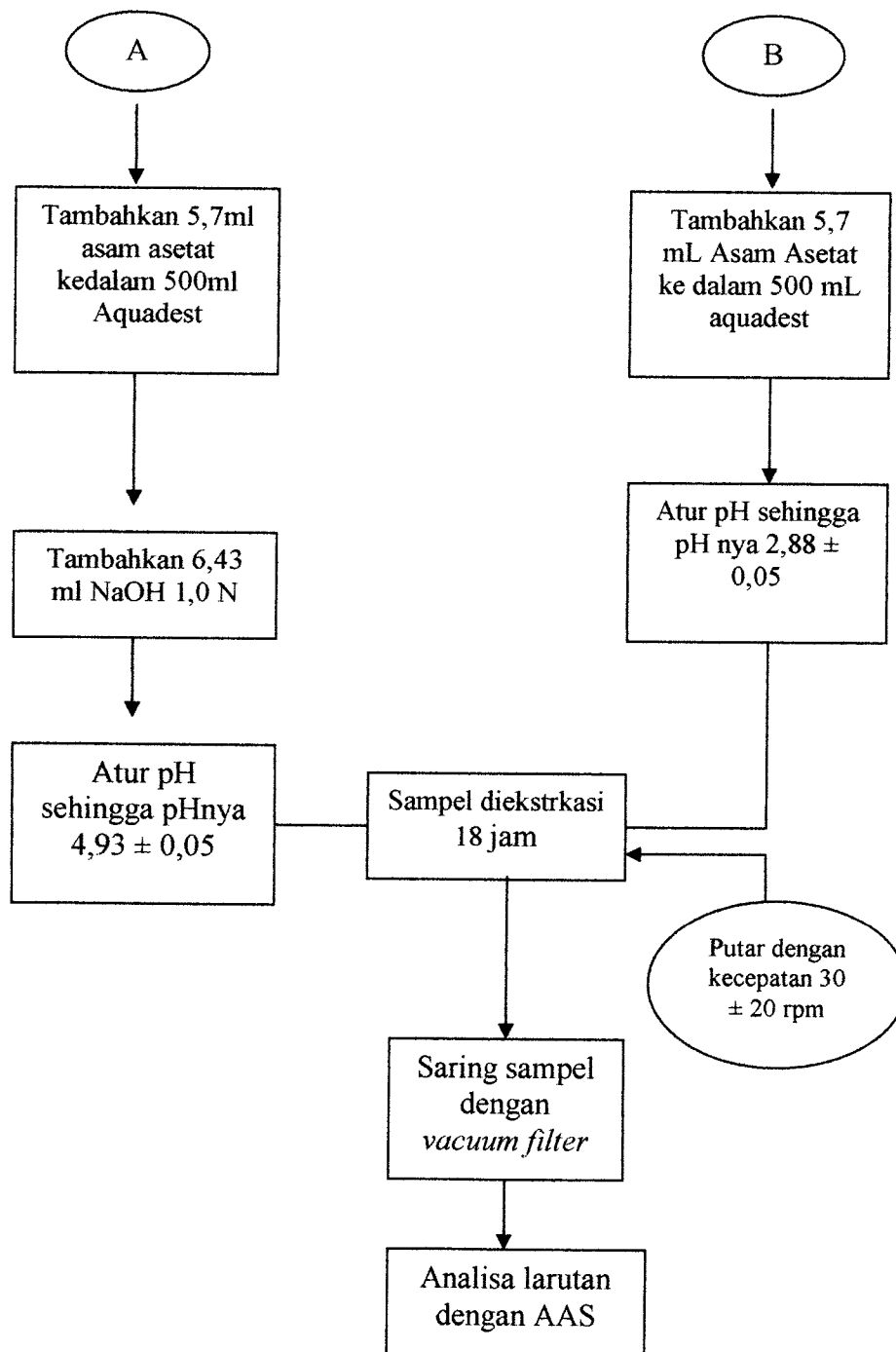
Gambar 3.3. Diagram Alir Pembuatan Benda Uji

Diagram Alir Tahapan pengujian TCLP



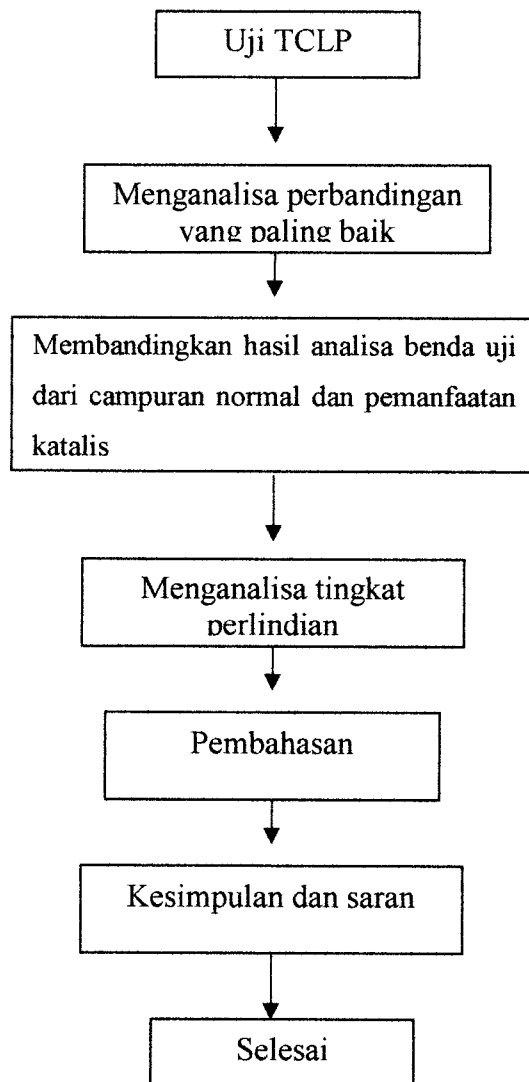
Gambar 3.4. Tahapan pengujian TCLP

Diagram Alir Tahapan pengujian TCLP (lanjutan)



Gambar 3.5. Tahapan pengujian TCLP (lanjutan)

Diagram alir tahapan analisa data dan penyusunan laporan



Gambar 3.6. Diagram tahapan analisa data dan penyusunan laporan