

Analisis XRD dan *Leaching Out* dari Solidifikasi / Stabilisasi Ion Logam Cr(VI) Menggunakan Semen

Shinta Bella*, Jon Efendi

Department of Chemistry, Universitas Negeri Padang,
Jln. Prof. Hamka, Air Tawar Barat, Padang, Indonesia

*khalidsefendi@gmail.com

Abstract— Cr (VI) metal waste becomes one of the heavy metal wastes which is very difficult to overcome. For this reason, the Cr (VI) waste processor uses a stabilization / solidification method to reduce the concentration of Cr (VI) metal ions in the environment by using cement as a binder. The testing setting time for cement is that by increasing the Cr (VI) concentration, the longer it takes for the cement hardening process. This is in line with the results of the compressive strength test, where the results for concentrations of 0.5%, 2%, and 5% were 32, 26, and 23 MPa, respectively. whereas according to the US EPA, the minimum compressive strength test is 0.3 MPa. TCLP test for 96 hours for this method is that the higher the concentration, the higher the Cr (VI) leaching in cement.

Keywords —Stabilization/solidification, Cr(VI) ions, Cement

I. PENGANTAR

Perkembangan perindustrian di dunia semakin meningkat. Seiring meningkatnya perindustrian, maka akan meningkat pula limbah yang dihasilkan oleh setiap perindustrian. Beragam jenis limbah industri menjadi permasalahan yang sangat mengkhawatirkan bagi kehidupan makhluk hidup seperti limbah B3. Perindustrian Cat, Tekstil, *elektroplating*, menjadi contoh perindustrian yang menghasilkan limbah B3 yaitu berupa limbah logam berat Cr(VI) [1]. Limbah ion logam Cr(VI) jika tidak diolah dengan baik, bisa sangat membahayakan kehidupan makhluk hidup terutama manusia. Karena limbah logam Cr(VI) merupakan jenis limbah yang sangat beracun kedua setelah arsenik [2].

Stabilisasi/Solidifikasi (S/S) menjadi salah satu metoda dalam mengolah limbah logam Cr(VI). Metoda ini menggunakan bahan pengikat dalam pengaplikasiannya untuk mengurangi immobilitas pada limbah organik maupun anorganik [3]. Dibanding dengan metoda lain seperti *soil flusing*, *chemical treatment*, *bio-remediation*, dan *thermal deposition*, metoda S/S lebih memiliki keunggulan berupa biaya yang relatif rendah, kemudahan penggunaan, kekuatan daya tekan, dan ketahanan tinggi terhadap biodegradasi [4].

Meskipun tidak mampu menghilangkan limbah logam Cr(VI) secara menyeluruh, namun metoda ini mampu menghambat mobilitas ion logam Cr(VI) agar tidak mencemarkan lingkungan. Hal ini bisa terlihat dengan menguji toksisitas berdasarkan US EPA (United State Environmental Protection Agency) menggunakan Toxicity Characteristics Leaching Procedures (TCLP) [5].

Untuk mengolah limbah logam Cr(VI), metoda S/S dengan menggunakan semen sebagai zat pengikat sudah terbukti efektif dalam mengurangi imobilitas ion logam Cr(VI) [6]. Bahkan semen dikatakan sebagai zat pengikat terbaik dalam

mengolah limbah logam berat. Sehingga dalam penelitian akan dilihat melalui instrumen XRD tentang perubahan struktur limbah yang telah melalui proses stabilisasi/solidifikasi menggunakan semen dan melihat *leaching out* dari campuran tersebut.

II. METODE PENELITIAN

A. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah zat K_2CrO_4 dengan konsentrasi 0.5%, 2%, dan 5% dari berat semen. Perbandingan antara air dan semen ialah 1 : 2. Larutan ekstraksi yang dibuat dengan mencampurkan NaOH 1N dengan CH_3COOH glassial hingga mencapai pH 4.93 ± 5 .

B. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini ialah peralatan gelas, neraca analitik (Abs 220-4), teflon (dengan diameter 38 mm dan tinggi 80 mm), pH meter (HI2211) dan instrumen XRD.

C. Prosedur Kerja

Mencampurkan semen dan air dengan perbandingan 2 : 1. Kemudian mencampurkan K_2CrO_4 dengan konsentrasi 0.5%, 2%, dan 5% dari berat semen. Mengaduk campuran hingga membentuk pasta. Pada penelitian ini digunakan juga semen hidrat tanpa penambahan ion logam untuk digunakan sebagai pembanding. Hasil campuran masing-masing variasi akan dikeringkan pada suhu $72^{\circ}F$ selama 28 hari. Pada penelitian ini akan diuji:

(a) *Setting time*

setting time akan dilakukan untuk melihat *initial setting and final setting* dari campuran semen dengan ion logam.

(b) *Compressive strength*

Campuran sampel akan diuji kekuatan daya tekannya, untuk melihat apakah memenuhi standar atau tidak.

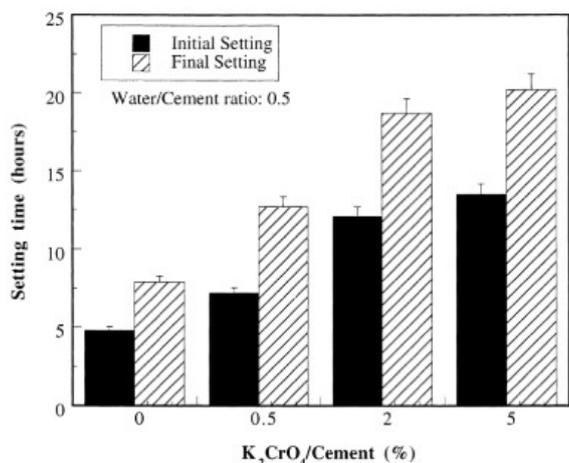
(c) *leaching out* dari Cr(VI)

Menggunakan metoda TCLP berdasarkan US EPA. Uji Leaching out akan dilakukan dengan merendam campuran kedalam larutan ekstraksi lalu setelah 18 jam campuran tersebut akan disentrifuse untuk memisahkan pellet dan supernatan. Supernatan yang dihasilkan digunakan untuk diuji agar diketahui banyaknya Cr(VI) yang terlepas kedalam pelarut.

pada lingkungan setelah 28 hari. Menurut EPA, kuat tekan untuk proses solidifikasi/stabilisasi limbah ialah minimum 0.3 Mpa [7]. Dari penelitian yang dilakukan diperoleh perbedaan kekuatan daya tekan masing-masing campuran semen dengan K₂CrO₄ ialah sebesar 32 Mpa untuk konsentrasi 0.5%, 26 Mpa untuk konsentrasi 2%, dan 23 Mpa untuk konsentrasi 5% [8]. Data yang diperoleh melebihi nilai minimum untuk uji kekuatan daya tekan menggunakan metode s/s.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. *Setting Time*

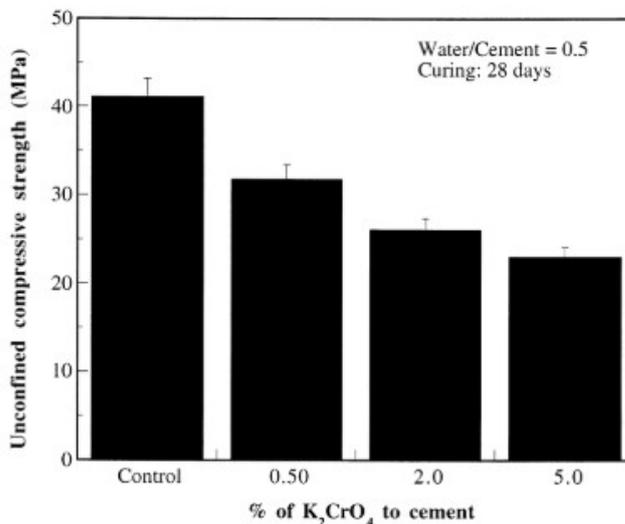


Gambar 1. Setting time semen terhadap efek penambahan cr(vi)

Setting time adalah lama waktu yang dibutuhkan oleh semen untuk menjadi padat. Pada penelitian ini dilihat waktu mula-mula dan waktu akhir untuk semen dengan penambahan Cr(VI) maupun semen tanpa penambahan Cr(VI). *Setting time* diperlukan untuk melihat pengaruh tinggi konsentrasi Cr(VI) terhadap lama pematangan semen. Hasil setting time masing-masing konsentrasi Cr(VI) dapat dilihat pada gambar 1. Kenaikan konsentrasi K₂CrO₄ yang ditambahkan pada semen, membuat waktu yang diperlukan untuk semen memadat semakin meningkat dari konsentrasi 0%-5%.

B. *Compressive Strength*

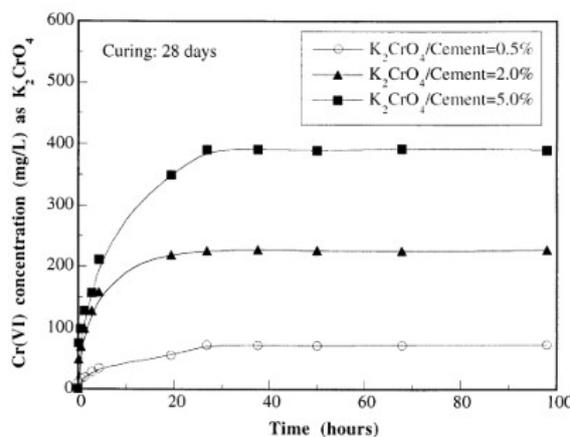
Pengujian kekuatan daya tekan dilakukan untuk mengetahui seberapa kuat sampel bertahan jika diaplikasikan



Gambar2. Efek penambahan Cr(VI) terhadap hasil uji daya tekan

C. *Leaching Out* dari Cr(VI)

Leaching Out untuk Cr(VI) dievaluasi pada sampel yang diawetkan selama 28 hari menggunakan uji TCLP. Meskipun uji TCLP menurut US EPA hanya selama 18 jam [9] namun dilakukan penambahan waktu perendaman ialah selama 96 jam untuk melihat pengaruh lama perendaman terhadap *leaching out* dari limbah.



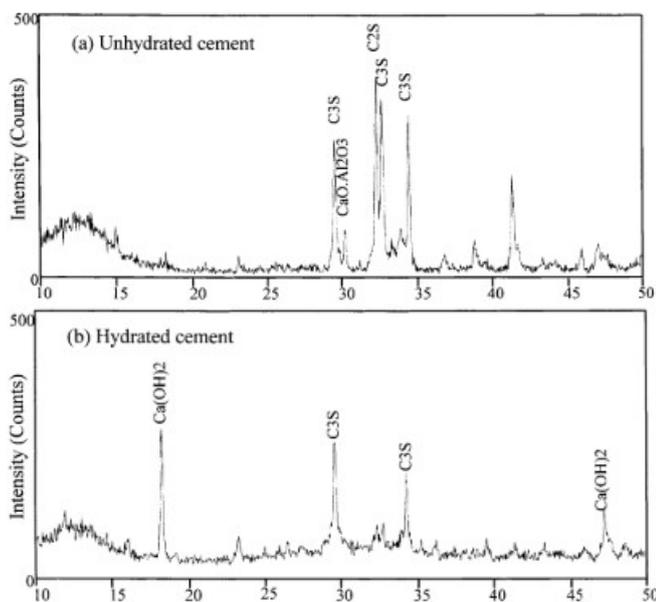
Gambar3. Leaching dari Cr(VI) menggunakan uji TCLP

Pengujian TCLP untuk masing-masing konsentrasi dilihat dalam 18 jam pertama. Karena terjadi peningkatan yang cukup

tinggi dalam 18 jam, maka dilakukanlah pengujian TCLP hingga 96 jam. Dalam 96 jam, berdasarkan Gambar. 3 bisa dilihat bahwa leaching out dari Cr(VI) mengalami hasil leaching yang konstan^[10].

D. Analisa X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD digunakan untuk melihat perubahan fasa kristal yang terjadi pada semen dengan penambahan Cr(VI) maupun tanpa penambahan Cr(VI) setelah 28 hari^[11].

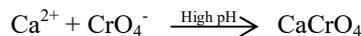


Gambar4. Difraktogram Semen sebelum dan setelah hidrasi

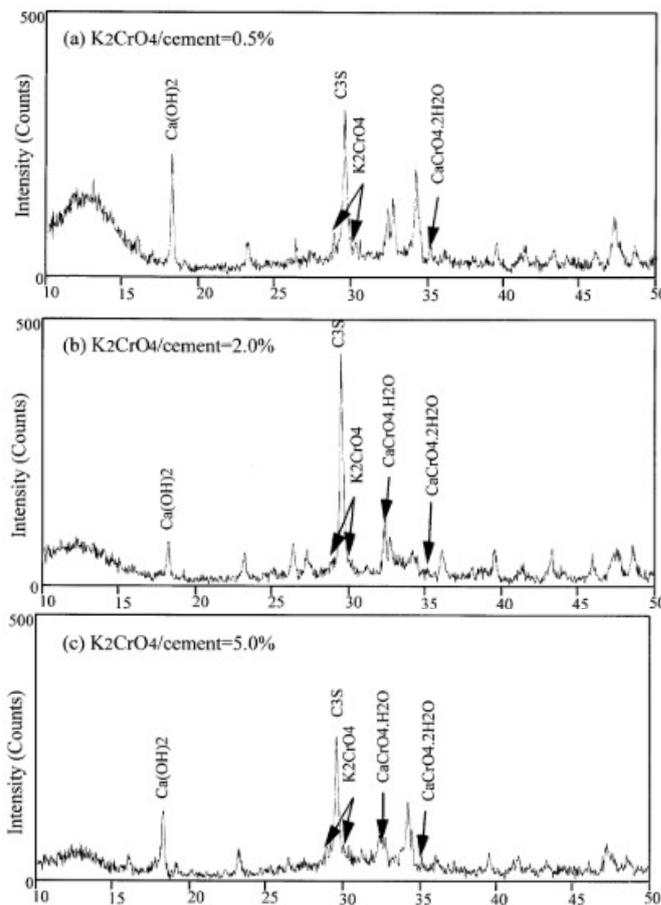
Semen yang akan diuji terlebih dahulu ialah semen sebelum dan setelah hidrasi. Hasil dari jenis semen ini akan digunakan sebagai kontrol untuk semen dengan penambahan Cr(VI). Pada difraktogram untuk semen anhidrat diperoleh puncak pada $2\theta = 29.5^\circ, 32.2^\circ,$ dan 34.5° yang ditandai sebagai tricalcium silikat (C_3S). Selain itu, puncak dicalcium silikat (C_2S) juga terdeteksi pada puncak $2\theta = 32.5^\circ$. Calsium Aluminium Oxide dan pengotor dalam semen terdeteksi pada puncak $2\theta = 32^\circ$. Sedangkan untuk semen hidrat, puncak dari C_3S (32.6°) dan C_2S mengalami penurunan puncak. Calsium Hidroksida, $Ca(OH)_2$, mulai terlihat pada puncak $2\theta = 18^\circ$ dan 47.3° .

Hasil pengujian XRD untuk semen yang telah ditambahkan dengan Cr(VI) akan diperlihatkan pada gambar 5. Puncak $Ca(OH)_2$ menurun dengan naiknya konsentrasi Cr(VI) pada penambahan Cr(VI) ke dalam semen. Calsium Kromat, $CaCrO_4$, teridentifikasi pada $2\theta = 32.3^\circ$ dan 35.2° untuk pematangan sampel Cr(VI) dalam semen. Produk ini terbentuk karena K_2CrO_4 tidak terperangkap dengan baik di dalam semen. Sehingga Cr(VI) akan berinteraksi dengan

Calsium (Ca^{2+}) pada semen^[11] sehingga membentuk reaksi sebagai berikut :



Reaksi antara Ca^{2+} dengan Cr(VI) inilah yang memperlambat pengerasan semen^[12].



Gambar5. Difraktogram Cr(VI) dalam semen

Selain itu, $CaCrO_4$ akan terdisosiasi dan bereaksi dengan ion hidrogen seperti berikut :



Reaksi inilah yang memerangkap Cr(VI) selama proses uji TCLP.

IV. KESIMPULAN

1. Setting time dipengaruhi oleh konsentrasi Cr(VI) yang terdapat di dalam semen. Semakin tinggi konsentrasi Cr(VI) dalam semen, maka akan semakin lama setting time yang dibutuhkan untuk pengerasan pada semen.
2. Uji kuat tekan untuk limbah Cr(VI) dalam semen dipengaruhi oleh konsentrasi Cr(VI). Semakin tinggi

konsentrasi Cr(VI) maka kuat tekannya akan semakin menurun.

3. *Leaching Out* untuk Cr(VI) meningkat dengan naiknya konsentrasi Cr(VI) yang ditambahkan ke dalam semen.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak dosen pembimbing dan kepada rekan-rekan yang membantu dalam menyelesaikan penulisan artikel ini. Ucapan terimakasih kepada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang atas sarana dan dukungannya

REFERENSI

- [1] I. B. Singh, K. Chaturvedi, R. K. Morchhale, and A. H. Yegneswaran, "Thermal treatment of toxic metals of industrial hazardous wastes with fly ash and clay," vol. 141, pp. 215–222, 2007.
- [2] B. Verbinnen, P. Billen, M. Van Coninckxloo, and C. Vandecasteele, "Heating Temperature Dependence of Cr(III) Oxidation in the Presence of Alkali and Alkaline Earth Salts and Subsequent Cr(VI) Leaching Behavior," no. Iii, pp. 1–6, 2013.
- [3] N. Bougharraf, D. Louati, M. Mosbahi, M. J. Rouis, and H. Rigane, "Comparison of the effectiveness of different binders in solidification / stabilization of a contaminated soil," 2018.
- [4] Y. Du, S. Liu, Z. Liu, L. Chen, F. Zhang, and F. Jin, "AN OVERVIEW OF STABILIZATION / SOLIDIFICATION TECHNIQUE FOR HEAVY METALS CONTAMINATED SOILS," pp. 760–766, 2009.
- [5] S. Wang and C. Vipulanandan, "Solidification / stabilization of Cr (VI) with cement Leachability and XRD analyses," vol. 30, pp. 385–389, 2000.
- [6] S. Paria and P. K. Yuet, "Solidification – stabilization of organic and inorganic contaminants using portland cement: a literature review," vol. 255, pp. 217–255, 2006.
- [7] R. Malviya and R. Chaudhary, "Factors affecting hazardous waste solidification / stabilization: A review," vol. 137, no. April 2005, pp. 267–276, 2006.
- [8] J. Peyne, J. Gautron, J. Doudeau, E. Joussein, and S. Rossignol, "Influence of calcium addition on calcined brick clay based geopolymers: A thermal and FTIR spectroscopy study," *Constr. Build. Mater.*, vol. 152, pp. 794–803, 2017.
- [9] Jethro, M.A, Shehu, S.A and Kayode, T.S. , "Effect of Fragmentation on Loading at Obajana Cement Company Plc, Nigeria," *International Journal of Scientific & Engineering Research*, vol. 7, no. 4, p. 608, 2016.
- [10] Anand J. Rao, "Stabilization and Solidification of Metalladen Wastes by Compaction and Magnesium Phosphate-Based Binder," *Journal of the Air & Waste Management Association*, vol. 20, pp. 1623-1631, 2001.
- [11] T. Vengris, "Nickel, copper and zinc removal from waste water by a modified clay sorbent," *Applied Clay Science* , vol. 18, pp. 183-190, 2001.
- [12] Y. Z. Ying Sua, "Effects of municipal solid waste incineration," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 4, pp. 259-265, 2016.