

## UJI PENDAHULUAN PEMANFAATAN GAS KARBONDIOKSIDA UNTUK SIMULASI PENGOLAHAN LIMBAH CAIR YANG MENGANDUNG LOGAM BERAT TIMAH HITAM

*Ardeniswan*

Pusat Penelitian Kimia – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia,  
Jl. Sangkuriang, Bandung 40135  
Email : ardeniswan\_r@yahoo.co.id

*Diterima : 20 April 2012; Disetujui : 17 Mei 2012*

### ABSTRAK

Dalam penelitian ini digunakan air limbah buatan yang mengandung timah hitam (II). Ion timah hitam ini diendapkan terlebih dahulu dengan NaOH 0,1 M pada pH 9 sebagai senyawa hidroksida  $Pb(OH)_2$ . Setelah terbentuknya endapan  $Pb(OH)_2$  di dalam larutan, dialirkan gas  $CO_2$  dengan konsentrasi 16 % sebanyak 120 mL dengan kecepatan alir 120 mL/menit, dimana ion timah hitam (II) yang tersisa akan mengendap membentuk endapan timah hitam karbonat ( $PbCO_3$ ). Endapan ini sebagian langsung diuji pelindiannya tanpa proses solidifikasi dan sebagian lagi dilakukan proses stabilisasi/solidifikasi menggunakan semen Portland sebelum pelindian. Selanjutnya endapan tersebut di atas ditambahkan larutan pengestraksi pH  $2,85 \pm 0,05$  dengan perbandingan 1 : 20, kemudian dilakukan uji pelindian atau uji TCLP (*Toxicity Characteristic Leachate Procedure*) menggunakan alat *Rotary Agitator* dengan kecepatan putaran rotasi  $30 \pm 2$  rpm selama  $18 \pm 2$  jam.

Dari hasil uji TCLP menunjukkan bahwa masing-masing senyawa  $PbCO_3$  dan  $Pb(OH)_2$  dengan berat 1,5 g, tanpa dilakukan proses solidifikasi dengan semen Portland, mengalami pelindian sebesar  $91,34 \pm 8,74$  mg/L dan  $45,6 \pm 0,14$  mg/L yang berarti melebihi baku mutu TCLP. Sedangkan masing-masing senyawa  $PbCO_3$  dan  $Pb(OH)_2$  dengan berat 1,5 g yang dilakukan proses stabilisasi/solidifikasi dengan semen Portland pada perbandingan 1:1:1 (semen : pasir : limbah padat), dapat dikatakan tidak terjadi pelindian ion Pb.

**Kata Kunci :** Karbondioksida, limbah cair,  $Pb^{+2}$ , stabilisasi/solidifikasi, TCLP.

### ABSTRACT

*Wastewater used in this experiment is an artificial wastewater containing lead. First, lead was precipitated with 0.1 M NaOH at pH 9 as hydroxide compound [ $Pb(OH)_2$ ]. After  $Pb(OH)_2$  precipitated,  $CO_2$  gas with a concentration of 16% is flowed as much as 120 mL with a flow rate of 120 mL/min, where the lead remaining will settle to form lead carbonate ( $PbCO_3$ ). A part of the precipitate was directly leached without any process of stabilization/ solidification and another part was leached after stabilization/solidification using Portland cement. Subsequent of precipitation that above were added of extraction solution with pH is  $2.85 \pm 0.05$  in the ratio 1: 20. Leaching or TCLP test (*Toxicity Characteristic leachate procedure*) was conducted using a *Rotary Agitator* with a rotation speed of  $30 \pm 2$  rpm for  $18 \pm 2$  hours.*

*The TCLP test results showed that each compound  $PbCO_3$  and  $Pb(OH)_2$  by weighing 1.5 g without any solidification process were  $91.34 \pm 8.74$  mg/L and  $45.6 \pm 0.14$  mg/L respectively. These values were exceeds the required quality standard for TCLP. While the compounds of  $PbCO_3$  and  $Pb(OH)_2$  respectively with a weight of 1.5 g were carried out the stabilization / solidification with Portland cement in the ratio of 1:1:1 (cement: sand: solid waste), apparently both of lead ions from  $PbCO_3$  and  $Pb(OH)_2$  were not leached.*

**Keyword :** *Carbondioxide, wastewater,  $Pb^{+2}$ , stabilisation/solidification, TCLP Test.*

## PENDAHULUAN

Penggunaan bahan bakar fosil oleh industri termasuk perusahaan pembangkit tenaga listrik ataupun oleh kendaraan bermotor selain akan menghasilkan debu terbang (fly ash) juga gas rumah kaca berupa gas-gas karbondioksida ( $\text{CO}_2$ ), metana ( $\text{CH}_4$ ) dan nitrous oksida ( $\text{N}_2\text{O}$ ) yang dapat menyebabkan pemanasan global. Diantara ketiga jenis gas ini yang mempunyai potensial pemanasan global paling tinggi berturut turut adalah gas  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$  dan  $\text{CO}_2$  dengan masing-masing nilai 296; 23 dan 1. Artinya setiap 1 kilogram gas  $\text{N}_2\text{O}$  setara dengan 296 kg gas  $\text{CO}_2$ . Begitu juga dengan 1 kilogram gas  $\text{CH}_4$  setara dengan 23 kg  $\text{CO}_2$ . Dengan demikian makin tinggi kandungan gas buang berupa gas  $\text{N}_2\text{O}$ , maka kemungkinan terjadinya pemanasan global semakin bertambah besar.<sup>(1)</sup>

Pemakaian bahan bakar fosil seperti batu bara, minyak bumi, gas alam cenderung meningkat dari tahun ke tahun sejalan dengan pertumbuhan ekonomi sehingga terjadi peningkatan gas buang berupa gas  $\text{CO}_2$  seperti di Amerika Serikat, gas  $\text{CO}_2$  yang dibuang ke udara pada tahun 2009 sebesar 7.352 metrik ton dan naik sekitar 3 % pada tahun 2010 menjadi 7.645 metrik ton.<sup>(2)</sup> Begitu juga dengan di Indonesia, dari tahun 2004 s/d. 2010 terjadi kenaikan konsentrasi gas  $\text{CO}_2$  dari 373 ppm menjadi 383 ppm. Diantara daerah yang paling banyak mengeluarkan gas emisi  $\text{CO}_2$  di Indonesia adalah propinsi Jawa Barat dan Banten yaitu sebesar 95 juta ton total gas  $\text{CO}_2$  pada tahun 2004.<sup>(3)</sup>

Tingginya konsentrasi gas  $\text{CO}_2$  di Propinsi Jawa Barat dan Banten selain disebabkan bertambahnya jumlah kendaraan bermotor juga dapat disebabkan oleh banyaknya industri-industri yang beralih menggunakan batu bara yang sebelumnya menggunakan minyak bumi sebagai bahan bakar untuk boiler maupun untuk pembangkit tenaga listrik. Akibat pemakaian batu bara ini selain menghasilkan gas  $\text{CO}_2$  juga menghasilkan debu terbang (fly ash).

Industri dalam kegiatannya, selain dapat meningkatkan perekonomian juga menimbulkan pencemaran baik berupa gas emisi maupun berupa limbah cair yang berbahaya. Limbah cair berbahaya ini dapat mengandung logam-logam berat seperti limbah cair dari industri pelapisan logam, cat, papan sirkuit cetak (PCB), perakitan

elektronik, baterai, finishing logam dan industri kimia.<sup>(4,5)</sup> Limbah cair industri-industri tersebut biasanya mengandung timah hitam (Pb) yang dapat membahayakan kesehatan manusia jika limbah cair industri tersebut tidak diolah terlebih dahulu.

Secara kimia pengikatan ion-ion logam berat dari limbah cair dapat dilakukan melalui proses absorpsi, detoksifikasi, adsorpsi dan proses pengendapan seperti menggunakan senyawa hidroksida, senyawa sulfida ataupun senyawa karbonat. Selanjutnya dilakukan proses stabilisasi/solidifikasi yaitu proses perubahan menjadi bahan padat, umumnya dilakukan penyemenan (cement based), dan mempunyai karakteristik lebih baik dikaitkan dengan kemungkinan terjadinya pelindian.<sup>(6,7)</sup>

Biasanya biaya pengolahan limbah cair berbahaya (limbah B3) ini cukup mahal, tetapi dengan dikembangkannya proses pengendapan menggunakan gas karbondioksida ( $\text{CO}_2$ ) dan debu terbang yang berasal dari cerobong asap pabrik dapat dimanfaatkan untuk pengendapan logam-logam berat menjadi senyawa logam karbonat dengan biaya yang relatif lebih murah. Perlakuan dengan debu terbang-karbonasi dapat meningkatkan ukuran partikel endapan dan meningkatkan sedimentasi secara signifikan dari lumpur dan juga meningkatkan efisiensi penghilangan logam berat. Metode ini memungkinkan penyerapan ex-situ  $\text{CO}_2$ , terutama gas  $\text{CO}_2$  yang berasal dari cerobong di dekat fasilitas pengolahan air limbah yang mengandung logam berat timah hitam (II).<sup>(8)</sup>

Teknologi stabilisasi/solidifikasi berbasis semen sangat luas digunakan untuk limbah B3 yang mengandung logam-logam berat, biasanya memberikan hasil-hasil immobilisasi yang sangat memuaskan untuk jangka waktu lama. Teknologi tersebut melibatkan campuran limbah padat dengan bahan pengikat untuk mengurangi mobilitas oleh kedua mekanisme fisika-kimia dan merubah limbah B3 menjadi limbah yang dapat diterima lingkungan, aman di *landfill* atau dapat digunakan sebagai unsur-unsur bangunan.<sup>(9)</sup>

Semen merupakan suatu bahan yang dapat membatasi atau mengurangi lepasnya kontaminan yang berbahaya pada limbah<sup>(10)</sup>. Semen yang biasa digunakan untuk stabilisasi/solidifikasi pada limbah B3 yang mengandung logam berat adalah semen Portland dengan komposisi : kalsium oksida

## PENDAHULUAN

Penggunaan bahan bakar fosil oleh industri termasuk perusahaan pembangkit tenaga listrik ataupun oleh kendaraan bermotor selain akan menghasilkan debu terbang (fly ash) juga gas rumah kaca berupa gas-gas karbondioksida ( $\text{CO}_2$ ), metana ( $\text{CH}_4$ ) dan nitrous oksida ( $\text{N}_2\text{O}$ ) yang dapat menyebabkan pemanasan global. Diantara ketiga jenis gas ini yang mempunyai potensial pemanasan global paling tinggi berturut turut adalah gas  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$  dan  $\text{CO}_2$  dengan masing-masing nilai 296; 23 dan 1. Artinya setiap 1 kilogram gas  $\text{N}_2\text{O}$  setara dengan 296 kg gas  $\text{CO}_2$ . Begitu juga dengan 1 kilogram gas  $\text{CH}_4$  setara dengan 23 kg  $\text{CO}_2$ . Dengan demikian makin tinggi kandungan gas buang berupa gas  $\text{N}_2\text{O}$ , maka kemungkinan terjadinya pemanasan global semakin bertambah besar.<sup>(1)</sup>

Pemakaian bahan bakar fosil seperti batu bara, minyak bumi, gas alam cenderung meningkat dari tahun ke tahun sejalan dengan pertumbuhan ekonomi sehingga terjadi peningkatan gas buang berupa gas  $\text{CO}_2$  seperti di Amerika Serikat, gas  $\text{CO}_2$  yang dibuang ke udara pada tahun 2009 sebesar 7.352 metrik ton dan naik sekitar 3 % pada tahun 2010 menjadi 7.645 metrik ton.<sup>(2)</sup> Begitu juga dengan di Indonesia, dari tahun 2004 s/d. 2010 terjadi kenaikan konsentrasi gas  $\text{CO}_2$  dari 373 ppm menjadi 383 ppm. Diantara daerah yang paling banyak mengeluarkan gas emisi  $\text{CO}_2$  di Indonesia adalah propinsi Jawa Barat dan Banten yaitu sebesar 95 juta ton total gas  $\text{CO}_2$  pada tahun 2004.<sup>(3)</sup>

Tingginya konsentrasi gas  $\text{CO}_2$  di Propinsi Jawa Barat dan Banten selain disebabkan bertambahnya jumlah kendaraan bermotor juga dapat disebabkan oleh banyaknya industri-industri yang beralih menggunakan batu bara yang sebelumnya menggunakan minyak bumi sebagai bahan bakar untuk boiler maupun untuk pembangkit tenaga listrik. Akibat pemakaian batu bara ini selain menghasilkan gas  $\text{CO}_2$  juga menghasilkan debu terbang (fly ash).

Industri dalam kegiatannya, selain dapat meningkatkan perekonomian juga menimbulkan pencemaran baik berupa gas emisi maupun berupa limbah cair yang berbahaya. Limbah cair berbahaya ini dapat mengandung logam-logam berat seperti limbah cair dari industri pelapisan logam, cat, papan sirkuit cetak (PCB), perakitan

elektronik, baterai, finishing logam dan industri kimia.<sup>(4,5)</sup> Limbah cair industri-industri tersebut biasanya mengandung timah hitam (Pb) yang dapat membahayakan kesehatan manusia jika limbah cair industri tersebut tidak diolah terlebih dahulu.

Secara kimia pengikatan ion-ion logam berat dari limbah cair dapat dilakukan melalui proses absorpsi, detoksifikasi, adsorpsi dan proses pengendapan seperti menggunakan senyawa hidroksida, senyawa sulfida ataupun senyawa karbonat. Selanjutnya dilakukan proses stabilisasi/solidifikasi yaitu proses perubahan menjadi bahan padat, umumnya dilakukan penyemenan (cement based), dan mempunyai karakteristik lebih baik dikaitkan dengan kemungkinan terjadinya pelindian.<sup>(6,7)</sup>

Biasanya biaya pengolahan limbah cair berbahaya (limbah B3) ini cukup mahal, tetapi dengan dikembangkannya proses pengendapan menggunakan gas karbondioksida ( $\text{CO}_2$ ) dan debu terbang yang berasal dari cerobong asap pabrik dapat dimanfaatkan untuk pengendapan logam-logam berat menjadi senyawa logam karbonat dengan biaya yang relatif lebih murah. Perlakuan dengan debu terbang-karbonasi dapat meningkatkan ukuran partikel endapan dan meningkatkan sedimentasi secara signifikan dari lumpur dan juga meningkatkan efisiensi penghilangan logam berat. Metode ini memungkinkan penyerapan ex-situ  $\text{CO}_2$ , terutama gas  $\text{CO}_2$  yang berasal dari cerobong di dekat fasilitas pengolahan air limbah yang mengandung logam berat timah hitam (II).<sup>(8)</sup>

Teknologi stabilisasi/solidifikasi berbasis semen sangat luas digunakan untuk limbah B3 yang mengandung logam-logam berat, biasanya memberikan hasil-hasil immobilisasi yang sangat memuaskan untuk jangka waktu lama. Teknologi tersebut melibatkan campuran limbah padat dengan bahan pengikat untuk mengurangi mobilitas oleh kedua mekanisme fisika-kimia dan merubah limbah B3 menjadi limbah yang dapat diterima lingkungan, aman di *landfill* atau dapat digunakan sebagai unsur-unsur bangunan.<sup>(9)</sup>

Semen merupakan suatu bahan yang dapat membatasi atau mengurangi lepasnya kontaminan yang berbahaya pada limbah<sup>(10)</sup>. Semen yang biasa digunakan untuk stabilisasi/solidifikasi pada limbah B3 yang mengandung logam berat adalah semen Portland dengan komposisi : kalsium oksida

(CaO) 67 %; Silikat (SiO<sub>2</sub>) 22 %; aluminium oksida (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 5 %; ferrit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 3 % dan komponen lainnya sebesar 3 %.<sup>(11)</sup> Kelayakan semen sebagai penstabil dapat diketahui berdasarkan uji pelindian limbah logam berat dalam matriks semen-limbah dengan metoda TCLP (*Toxicity Characteristic Leaching Procedure*) yang merupakan salah satu tolak ukur untuk menentukan apakah suatu limbah bersifat racun dan berbahaya.

*Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)* adalah suatu metoda ekstraksi contoh uji yang digunakan sebagai metoda analitis untuk mensimulasi pelindian yang akan terjadi pada tempat penimbunan limbah padat B3 (landfill). Hasil pelindian yang didapat kemudian dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) sesuai dengan parameter baku mutu TCLP yang dipersyaratkan. Prosedur TCLP dirancang untuk penentuan mobilitas baik analit organik dan anorganik yang terdapat pada contoh uji dalam fasa cair, padat, ataupun limbah multi-fasa.<sup>(12,13)</sup> Metoda ini umumnya menggunakan alat *Rotary Agitator* untuk melakukan pelindian terhadap limbah padat B3 setelah ditambahkan larutan pengekstrak dengan pH tertentu.

Penelitian ini merupakan penelitian pendahuluan yang bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai kondisi-kondisi pengendapan timah hitam (II) dari simulasi limbah cair industri menggunakan gas CO<sub>2</sub>. Diharapkan penelitian ini dapat digunakan untuk pengolahan limbah cair berbahaya yang ada di industri dengan memanfaatkan debu terbang sebagai pengatur keasaman limbah cair sebelum dialirkan gas CO<sub>2</sub> untuk mengendapkan logam-logam berat dalam bentuk logam karbonat (PbCO<sub>3</sub>).

## BAHAN DAN METODA

### Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan adalah timah hitam nitrat Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, asam asetat glasial (CH<sub>3</sub>COOH), asam sulfat pekat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), sodium hidroksida (NaOH) dan gas karbondioksida (CO<sub>2</sub>) dengan konsentrasi 16 %, air bebas mineral, semen Portland. Semua bahan yang digunakan dalam tingkat kemurnian pro analisis Merck kecuali semen Portland dan gas karbondioksida.

### Peralatan

Peralatan yang digunakan diantaranya Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Model Z-5000 buatan Hitachi, pH- meter, neraca analitis, *Rotary Agitator* Model SQ-192 buatan Sigma Sain, pemanas listrik (Hot Plate) merek Corning seperangkat alat gelas, corong Buchner, dan botol plastik.

### Metoda

#### Pembuatan Pereaksi<sup>(14)</sup>

#### Pembuatan larutan pengekstraksi pH 4,93 ± 0,05

Pembuatan larutan pengekstrak 1 (LP-1) pH 2,85 ± 0,05. Tambahkan 5,7 mL asam asetat pekat ke dalam 500 mL air bebas mineral, kemudian tambahkan 64,3 mL larutan NaOH 1 N dan diencerkan sampai 1 liter dengan air bebas mineral. Atur pH larutan sampai 4,93 ± 0,05.

#### Pembuatan larutan pengekstraksi pH 2,85 ± 0,05

Pembuatan Larutan Pengekstrak 2 (LP-2) pH 2,85 ± 0,05 dibuat dengan cara memipet 2,85 mL CH<sub>3</sub>COOH glasial kemudian diencerkan dengan air bebas mineral dalam labu ukur 500 mL. Larutan ini mempunyai pH 2,85 ± 0,05.

#### Pembuatan larutan baku timah hitam (II) 1000 mg/L

Larutan Baku timah hitam (II) 1000 mg/L dibuat dengan cara melarutkan 1,5986 gram Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan air bebas mineral dan 0,5 mL asam nitrat pekat serta encerkan dengan air bebas mineral dalam labu ukur 1000 mL sampai tanda batas. Pindahkan larutan ini ke dalam botol warna gelap dan simpan dalam lemari pendingin dengan suhu 4°C ± 2°C.

Larutan kerja Pb<sup>2+</sup> 100 mg/L dibuat dengan cara memipet 10 mL larutan Baku Pb<sup>2+</sup> 1000 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan dengan air bebas mineral sampai tanda batas.

#### Pembuatan kurva kalibrasi timah hitam (II)

Buat larutan Pb<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 1 mg/L – 5,0 mg/L dari larutan kerja Pb<sup>2+</sup> 100 mg/L dalam suasana asam. Masing-masing larutan dimasukkan

ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan air bebas mineral sampai tanda batas. Ukur serapan yang dihasilkan menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) pada panjang gelombang 217 nm.

#### **Penentuan kondisi optimum pengendapan timah hitam (II)**

Pipet masing-masing larutan standar  $Pb^{2+}$  25 mg/L sebanyak 100 mL ke dalam 10 buah gelas piala 150 mL. Atur masing-masing larutan standar tersebut dari pH 4 sampai dengan pH 13 dengan menggunakan NaOH 1 N. Saring endapan yang terbentuk pada masing-masing gelas piala tersebut dan ambil filtratnya serta masukkan ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL dan encerkan sampai tanda batas dengan air bebas mineral. Ukur konsentrasi  $Pb^{2+}$  menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS). Buat kurva pengaruh pH terhadap konsentrasi timah hitam terlarut.

#### **Penentuan jumlah gas karbondioksida yang diberikan terhadap pembentukan timah hitam karbonat optimum.**

Pipet masing-masing larutan standar  $Pb^{2+}$  25 mg/L sebanyak 100 mL ke dalam 7 buah *gas washing bottles* berkapasitas 200 mL. Atur semua larutan standar tersebut pada pH 9 dengan menggunakan NaOH 1 N. Alirkan gas  $CO_2$  ke dalam masing-masing *gas washing bottles* dengan kecepatan 120 mL/menit dengan variasi waktu dari 30 detik – 5 menit. Endapan yang terbentuk pada masing-masing *gas washing bottles* disaring dengan kertas saring *whatmann 42*. Tampung filtratnya serta masukkan ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL. Encerkan sampai tanda batas dengan air bebas mineral. Ukur konsentrasi timah hitam (II) menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS). Buat kurva hubungan pengaruh lamanya pengaliran gas  $CO_2$  terhadap konsentrasi timah hitam terlarut.

#### **Penentuan pemakaian Larutan Pengekstraksi pada Uji TCLP**

Timbang endapan timah hitam karbonat sebanyak 1,5 gram yang tidak disolidifikasi dan timbal karbonat yang telah disolidifikasi dengan semen Portland sebanyak 4,5 gram dan masing-masing dimasukkan ke dalam gelas piala 250 mL. Tambahkan masing-masing 30 mL dan 90 mL dengan air bebas mineral, kemudian ditutup dan

diaduk dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 5$  menit. Tentukan pH larutan contoh uji. Bila pH < 5 gunakan Larutan Pengekstrak 1 (LP-1). Tetapi bila larutan pH > 5 ditambahkan 3.5 mL HCl 1 N dan gunakan Larutan Pengekstrak 2 (LP-2).

#### **Pembuatan Endapan Timah Hitam Karbonat**

##### **Pembuatan contoh uji simulasi yang telah disolidifikasi dengan semen portland**

Timbang semen Portland dan pasir masing-masing sebanyak 1,5 gram dalam 6 buah botol plastik berkapasitas 200 mL. Tambahkan 1,5 gram timah hitam karbonat (berupa serbuk) ke dalam masing-masing botol plastik tersebut. Selanjutnya sambil di aduk tambahkan air bebas mineral sampai terbentuk bubur semen yang homogen. Keringkan dalam oven listrik pada suhu 50 °C selama dua (2) hari. Pecahkan campuran semen tersebut dengan palu kayu/batang pengaduk kaca dan ayak dengan ayakan yang lolos 0,90 cm. Bahan ini dapat digunakan untuk uji pelindian.

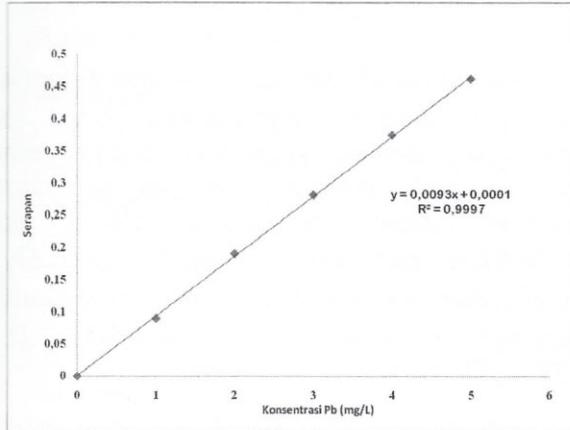
##### **Uji Pelindian timah hitam (II) yang tidak dan telah disolidifikasi dengan semen Portland menggunakan Rotary Agitator**

Masukkan masing-masing 1,5 gram contoh uji simulasi pelindian yang tidak disolidifikasi (endapan timah hitam karbonat saja) dan 4,5 gram contoh simulasi yang telah disolidifikasi (endapan timah hitam karbonat) dengan semen Portland 1 : 1 : 1 (semen : pasir : endapan) dan lolos ayakan 9 mm ke dalam 9 botol plastik berukuran 200 mL. Tambahkan sebanyak 30 mL dan 90 mL larutan pengekstrak-2 (berdasarkan pengukuran pH contoh uji dengan 30 mL dan 90 mL air bebas mineral) ke dalam botol plastik tersebut di atas dengan alat *Rotary Agitator* dengan kecepatan putaran  $30 \pm 2$  rpm dan diputar selama  $\pm 18 \pm 2$  jam pada suhu kamar.

Pisahkan residu dan filtratnya menggunakan saringan Buchner dengan kertas saring TCLP (porositas 0,7  $\mu m$ ). Filtrat tersebut dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL. Kemudian 50 mL filtrat tersebut ditambahkan  $HNO_3$  pekat secara perlahan-lahan sampai mencapai pH < 2. Masing-masing larutan di atas dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan sampai tanda batas dengan air bebas mineral. Ukur nilai serapan larutan uji pelindian dengan spektrofotometer serapan atom (AAS) pada panjang gelombang 217 nm dan tentukan konsentrasi  $Pb^{2+}$  yang terlindi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Kurva kalibrasi logam timah hitam (II) yang diperoleh dari alat spektrofotometer serapan atom mempunyai koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9998 dan garis potong sumbu Y mendekati nol, menunjukkan bahwa kurva kalibrasi memenuhi untuk analisis kuantitatif. Kurva ini digunakan untuk menentukan konsentrasi timah hitam (II) yang terlindi di dalam larutan pengekstrak.

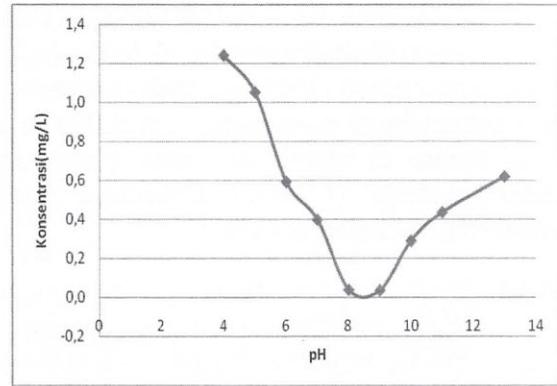


Gambar 1. Kurva kalibrasi ion Pb<sup>2+</sup>

Dari kurva kalibrasi tersebut di atas, didapatkan batas terkecil (method detection limit) yang dapat diukur oleh alat spektrofotometer serapan atom (SSA) ini untuk logam Pb adalah 0,0061 mg/L. Hal ini menandakan bahwa metode pengukuran konsentrasi logam timah hitam dengan alat SSA ini cukup sensitif.

### Mencari pH Optimum Pengendapan Pb<sup>2+</sup> Menggunakan Larutan NaOH 0,1 N

Dalam percobaan ini digunakan limbah cair buatan yang mengandung Pb<sup>2+</sup> sebesar 25 mg/L. Terhadap limbah cair ini ditambahkan larutan NaOH 0,1 N untuk mengatur pH larutan dari pH 4 sampai pH 13. Dari Gambar 2 dapat di lihat bahwa pada pH 4 sampai dengan pH 9 terjadi peningkatan pengendapan Pb<sup>2+</sup> menjadi Pb(OH)<sub>2</sub> ditandai dengan menurunnya konsentrasi Pb<sup>2+</sup> menjadi 0,0355 mg/L, tetapi pada pH 10 sampai dengan pH 13, Pb(OH)<sub>2</sub> yang terbentuk akan larut kembali. Hal ini disebabkan Pb(OH)<sub>2</sub> mempunyai sifat hidroksida amfoter, yaitu dapat bereaksi dengan asam-basa.<sup>(15)</sup>



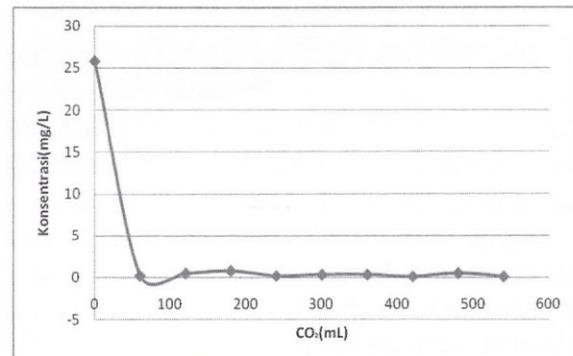
Gambar 2. Grafik Hubungan Konsentrasi Ion Pb terhadap pH

Reaksi pembentukan pengendapan yang optimum di dapat pada pH 9 dengan konsentrasi Pb<sup>2+</sup> yang tersisa dalam larutan sebesar 0,0035 mg/L. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



### Pengendapan Timah Hitam (II) Dengan Gas CO<sub>2</sub> Dalam Suasana Alkalis (pH 9)

Pada percobaan ini dilakukan pengendapan kembali larutan hasil pengendapan Pb<sup>2+</sup> pada pH 9. Dalam percobaan ini gas CO<sub>2</sub> yang dialirkan sebanyak 60 mL - 600 mL terhadap larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> yang mengandung Pb<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 25 ppm. Ternyata dari hasil percobaan ini, timah hitam (II) yang terlindi cukup kecil yaitu berkisar 0,2135 mg/L - 0,8764 mg/L.



Gambar 3. Grafik Hubungan Konsentrasi Pb pH 9, terhadap penambahan CO<sub>2</sub>.

### Hasil pelindian timah hitam (II) antara PbCO<sub>3</sub> dan Pb(OH)<sub>2</sub> yang telah dan belum di solidifikasi/stabilisasi dengan semen Portland

Hasil uji TCLP untuk senyawa timah hitam karbonat (PbCO<sub>3</sub>) dan timah hitam hidroksida [Pb(OH)<sub>2</sub>] yang telah dilakukan proses

stabilisasi/solidifikasi menggunakan semen Portland : pasir : limbah padat timah hitam (1:1:1), ternyata konsentrasi logam timah hitam yang terlindi sangat kecil yaitu kecil dari 0,006 mg/L. Nilai ini berada di bawah nilai batas pengukuran terendah metoda (Method Detection Limit) spektrofotometer serapan atom.

**Tabel 4.1.** Hasil pelindian  $PbCO_3$  dan  $Pb(OH)_2$  yang telah disolidifikasi dengan semen dan  $PbCO_3$  serta  $Pb(OH)_2$  yang belum di solidifikasi dengan semen. Volume larutan peng ekstrak yang digunakan adalah 90 mL

No.	Senyawa	Konsentrasi Logam Pb Terlindi	
		(mg/L)	(%)
1.	Endapan gabungan $\{PbCO_3 - Pb(OH)_2\}$ dengan berat 1,5 g kemudian disolidifikasi dengan semen	<0,006	tl
2.	Endapan $Pb(OH)_2$ dengan berat 1,5 g kemudian disolidifikasi dengan semen	<0,006	tl
3.	Endapan $PbCO_3$ dengan berat 1,5 g tanpa di solidifikasi dengan semen	$91,34 \pm 8,74$	9,61
4.	Endapan $Pb(OH)_2$ dengan berat 1,5 g tanpa di solidifikasi dengan semen	$45,6 \pm 0,14$	4,56

**Catatan :**

- Setiap percobaan ini dilakukan sebanyak 6 kali ulangan, kecuali untuk  $Pb(OH)_2$  dan  $PbCO_3$  tanpa solidifikasi dengan semen dilakukan 3 kali ulangan.
- Untuk 1,5g endapan  $PbCO_3$  mengandung Pb sebesar 949,9mg/L dan 1,5g endapan  $Pb(OH)_2$  mengandung Pb 1000mg/L (analisis Pb menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer)
- tl adalah tidak terlindi
- Larutan Pengekstrak pH  $2,8 \pm 0,5$ . Perbandingan limbah padat dengan larutan pengekstrak (1:20).
- pengocokan dilakukan selama  $18 \pm 2$  jam dengan kecepatan putaran  $30 \pm 2$  rpm.
- Baku Mutu TCLP untuk Ion Pb = 5 mg/L berdasarkan 03/BAPEDAL/09/95.

Dari hasil uji TCLP ini terlihat bahwa proses solidifikasi dengan semen Portland pada senyawa logam timah hitam karbonat ( $PbCO_3$ ) dan timah hitam hidroksida  $\{Pb(OH)_2\}$  sangat membantu dalam memperkecil kelarutan atau terlindinya ion-ion logam ke dalam larutan pengekstrak. Perubahan secara kimia dari proses solidifikasi ini menyebabkan terbentuknya ikatan logam-karbonat-hidroksida  $\{(PbCO_3 - Pb(OH)_2)\}$  disebabkan semen mempunyai nilai pH cukup tinggi dan struktur kristal yang keras.<sup>(16)</sup>

Mekanisme lain yang dapat menyebabkan berkurangnya konsentrasi logam yang terlindi adalah adanya proses sorpsi. Proses ini merupakan proses dimana komponen berubah dari satu fase ke fase lain dalam ikatan yang sama. Komponen yang tersorpsi tersebut perlahan-lahan berubah menjadi bentuk yang semakin sukar larut.<sup>(12)</sup>

Berbeda dengan hasil uji TCLP untuk senyawa timah hitam karbonat ( $PbCO_3$ ) dan timah hitam hidroksida  $\{Pb(OH)_2\}$  tanpa dilakukan proses stabilisasi/solidifikasi, ternyata  $PbCO_3$  mengalami pelindian sebesar 91,34 mg/L (Pb terlindi 9,61 %) dan  $Pb(OH)_2$  mengalami pelindian sebesar 45,6 mg/L (Pb<sup>2+</sup> terlindi 4,56 %) yang melebihi Baku Mutu TCLP (03/Bapedal/09/95) untuk logam timah hitam.

**KESIMPULAN**

Gas karbondioksida ( $CO_2$ ) dapat digunakan dalam pengendapan logam-logam berat dari limbah cair simulasi yang mengandung timah hitam 25 mg/L setelah dilakukan pengaturan keasaman limbah cair sekitar pH 9, akan membentuk endapan gabungan  $\{PbCO_3 - Pb(OH)_2\}$  dan menyebabkan  $Pb^{2+}$  yang tersisa dalam larutan sangat kecil yaitu berkisar 0,2135 mg/L–0,8764 mg/L.

Bilamana 1,500 g endapan masing-masing  $PbCO_3$  dan  $Pb(OH)_2$  tanpa stabilisasi/ solidifikasi dilakukan uji pelindian langsung menggunakan alat rotary agitator ternyata  $PbCO_3$  mengalami pelindian sebesar 91,34 mg/L (Pb terlindi 9,61 %) dan  $Pb(OH)_2$  mengalami pelindian sebesar 45,6 mg/L (Pb<sup>2+</sup> terlindi 4,56 %). Sedangkan bilamana sebanyak 1,500 g endapan gabungan  $\{PbCO_3 - Pb(OH)_2\}$  tersebut distabilisasi /disolidifikasi dengan campuran semen : pasir : limbah padat (1 : 1 : 1), kemudian dilakukan uji pelindian dengan 90 mL larutan pengekstrak-2 (pH  $2,85 \pm 0,05$ ) menggunakan alat rotary agitator ternyata tidak mengalami pelindian.

Dari hasil penelitian pendahuluan ini bisa disimpulkan bahwa gas  $CO_2$  dapat digunakan untuk pengolahan limbah cair yang mengandung logam-logam berat seperti timah hitam dengan biaya yang relatif lebih murah.

**DAFTAR PUSTAKA**

1. L.J.P. Snip, "Thesis project Systems and Control : Quantifying the greenhouse gas emissions of waste water treatment plants", Wageningen the Netherlands, April 2010.

2. <http://www.epa.gov/cleanenergy/energy-resources/refs.html>, November 2011.
3. Toni Samiaji, "Gas CO<sub>2</sub> Di Wilayah Indonesia", *Berita Dirgantara*, Vol. 12, No. 2, pp. 68-75, Bandung, Juni 2011.
4. Paphungkorn Teekayuttasakul and Ajit P. Annachhatre, "Lead Removal and Toxicity Reduction From Industrial Wastewater Through Biological Sulfate Reduction Process", *Journal of Environmental Sciences and Health Part A*. No. 43, pp. 1424 – 1430, Phatumthani, Thailand 2008.
5. Malairajan Singanan, Alemayehu Abebawi and Singanan Vinodhini, "Short Communication : Removal of Lead Ions from Industrial Wastewater by Using Biomaterials – a Novel Method" *Bulletin Chemistry Society*, Vol. 19, No. 2, pp. 289-294, Ethiopia 2005.
6. Freeman, M. Harry., *Standard Handbooks of Hazardous Waste Treatment and Disposal.*, McGraw-Hill, Inc. New York, 1996.
7. R. Malviya and R. Chaudhary., "Factors affecting hazardous waste solidification/stabilization", *Journal of Hazardous Materials A review*, Volume 137, Indore-India, 2006.
8. Chen Q, Luo Z, Hills C, Xue G, Tyrer M., "Precipitation of heavy metals from wastewater using simulated flue gas : sequent additions of fly ash, lime and cabon dioxide", *Journal of Water Resources*, Vol. 10, No. 43, Shanghai – PR China, June 2009.
9. Constantin BOBIRICA, Lilian BOBIRICA, Rodica STANESCU, Ionel CONSTANTINESCU, Leaching Behavior of Cement-Based Solidified Wastes Containing Hexavalent Chromium, *U.P.B. Si. Bull., Series B*, Vol. 72, 1, Buchares-Romania, 2010.
10. Connor. R.J, *Chemical Fixation and Solidification of Hazardous Waste*, Mc. Graw-Hill Inc, United States. 1990.
11. S.Pariaa and Pak K.Y. "Solidification/ Stabilization of Organic and Inorganic Contaminants using Portland Cement": *A Literature Review, Department of Process Engineering and Applied Science*, Dalhousie University Halifax, NS, Canada, 2006.
12. La Grega., Michael D., Philip L. Buckingham., Jeffrey C. Evans., *Hazardous Waste Management*, McGraw-Hill, Inc. New York, 1994.
13. Newcomer , L.R., Blackburn, W.B., Kimmel, T.A. " *Performance of the Toxicity Characteristic Leaching Procedure.*" Wilson Laboratories, S-cubed, U.S. EPA, December 1986.
14. USEPA., "Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)", Method 1311 SW-846, 3rd. *Environmental Protection Agency*, Washington, DC, USA. (1992).
15. Masters G.M, "*Introduction To Environmental Engineering And Science*" Prentice-Hall International Editions, pp. 256–258. London 1991.
16. Wentz, Charles A. *Hazardous Waste Management*, McGraw-Hill, Inc. New York, 1989.