

# UJI BANDING METODA PELINDIAN LOGAM KROM CARA *ROTARY AGITATOR* DENGAN *ULTRASONIC CLEANER* MENGGUNAKAN BAHAN ACUAN TANAH BERSERTIFIKAT

Ardeniswan

Pusat Penelitian Kimia – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia  
Jl. Sangkuriang, Bandung 40135  
Telp. 022-2503051; 022-7106427  
E-mail : ardeniswan\_r@yahoo.co.id

Diterima : 14 April 2011; Disetujui : 25 Mei 2011

## ABSTRAK

Telah dilakukan uji banding pelindian logam krom (Cr) antara Rotary Agitator dengan Ultrasonic Cleaner menggunakan bahan acuan tanah bersertifikat (Certified Reference Material) lot number 118097 APG yang mempunyai nilai benar konsentrasi krom total  $16,7 \pm 0,333$  mg/L yang digunakan sebagai bahan pembandingan.

Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi krom rata-rata dalam bahan acuan tanah bersertifikat (CRM) yang terlindi menggunakan alat Rotary Agitator adalah  $14,18 \pm 0,3407$  mg/L, dan memberikan perolehan kembali 94,92 %. Sedangkan konsentrasi krom rata-rata dalam tanah CRM yang terlindi menggunakan alat Ultrasonic Cleaner adalah  $13,64 \pm 0,118$  mg/L, dan memberikan perolehan kembali 91,68 %. Hasil uji banding antara alat Rotary Agitator dan Ultrasonic Cleaner ternyata tidak memberikan perbedaan yang nyata dengan memberikan  $t_{hitung} < t_{tabel}$  yang menunjukkan hipotesa nol ( $H_0$ ) diterima dengan derajat kepercayaan ( $\alpha$ ) 95 %.

**Kata Kunci :** Certified Reference Material, pelindian, Rotary Agitator, Ultrasonic Cleaner

## ABSTRACT

*A comparative test of leaching procedure of the metal chromium (Cr) were conducted between Rotary Agitator and Ultrasonic Cleaner by using certified soil reference materials (CRM) lot number 118 097 APG having a true value of total chromium concentration of  $16.7 \pm 0.333$  mg/L which is used as a material comparison.*

*The result shown that a average concentration result of chromium leached test using Rotary Agitator is  $14,18 \pm 0,3407$  mg/L, and gave recovery 94,92 %. A while the average concentration result of chromium leached test using Ultrasonic Cleaner is  $13,64 \pm 0,118$  mg/L, and gave recovery 91,68 %. Comparison study between Rotary Agitator and Ultrasonic Cleaner equipments didn't shows any significant difference, where  $t_{computed} < t_{tabular}$  which indicates the null hypothesis ( $H_0$ ) is accepted with value  $\alpha$  95 %.*

**Keyword :** Certified Reference Material, leached test, Rotary Agitator, Ultrasonic Cleaner

## PENDAHULUAN

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 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>(1)</sup>.

Secara kimia pengikatan ion-ion logam berat 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>(2,3)</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 tolok ukur untuk menentukan apakah suatu limbah bersifat racun dan berbahaya. Selain itu, semen merupakan suatu bahan yang dapat membatasi atau mengurangi lepasnya kontaminan yang berbahaya pada limbah<sup>(4)</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>(5)</sup>.

*Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)* adalah suatu metoda ekstraksi contoh uji tanah yang digunakan sebagai metoda analitis untuk mensimulasi pelindian yang akan terjadi pada tempat penimbunan limbah padat B3 (landfill). Hasil pelindian yang didapat kemudian dianalisis 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>(6)</sup>. Metoda ini umumnya menggunakan alat *Rotary Agitator* untuk melakukan pelindian terhadap limbah padat B3 setelah ditambahkan larutan pengestrak dengan pH tertentu.

Peraturan tentang tes pelindian dikeluarkan oleh Bapedal dengan Keputusan No.03/Bapedal/09/1995. Uji TCLP ini digunakan untuk menentukan mobilitas bahan pencemar baik organik maupun anorganik

Peralatan *Ultrasonic Extraction* sudah digunakan USEPA dalam mengekstraksi senyawa-senyawa organik tidak mudah menguap (nonvolatile) dan yang semi menguap (semivolatile) dari contoh uji padat seperti tanah, sludge, dan limbah-limbah. Proses Ultrasonic dipastikan kontak langsung antara matriks contoh uji dengan pelarut ekstraksi<sup>(7)</sup>.

Ultrasonic Cleaner adalah hasil penyikatan /tindakan pengisapan di kolom vibrasi cairan yang disebut 'kavitasi'. Kavitasi "adalah pembentukan cepat dan pecahnya jutaan gelembung kecil (atau rongga) dalam cairan. Kavitasi yang dihasilkan oleh gelombang bolak-balik tekanan tinggi dan rendah dengan frekuensi suara tinggi (ultrasonik). Selama fase tekanan rendah, gelembung ini tumbuh sampai ukuran mikroskopik, selama fase tekanan tinggi, mereka dikompresi dan meledak. Kavitasi juga mempercepat tindakan pelarutan dan aktifitas kimia, dengan demikian *ultrasonic cleaner* dapat digunakan untuk uji pelindian<sup>(8)</sup>.

Penelitian ini merupakan penelitian pendahuluan yang bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai kemampuan suatu peralatan dalam melakukan uji pelindian limbah B3 dengan waktu yang lebih pendek, murah dan dapat memberikan hasil pelindian yang sebenarnya. Metoda pelindian yang dikenal selama ini adalah metoda TCLP yang menggunakan *Rotary Agitator* untuk melakukan pelindian limbah B3 (metoda Acuan EPA). Metoda ini memerlukan pengocokan selama 18 ± 2 jam dengan kecepatan 30 ± 2 rpm. Disebabkan uji TCLP menggunakan *Rotary Agitator* memerlukan waktu yang cukup lama, maka dalam penelitian ini digunakan *Ultrasonic Cleaner* sebagai pengganti alat *Rotary Agitator*, yang mempunyai kemampuan dalam mempercepat tindakan pelarutan dan aktifitas kimia. Untuk mendapatkan informasi kemampuan *Ultrasonic Cleaner* dalam uji pelindian, maka dalam penelitian ini selain digunakan bahan contoh uji padat simulasi limbah B3 yang mengandung logam krom heksavalen, juga menggunakan Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (*Certified Reference Material*) lot number 118097 APG yang mempunyai nilai benar konsentrasi krom total 16,7 ± 0,333 mg/L.

## BAHAN DAN METODA

### Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan ada yang teknis dan ada yang murni (p.a). Bahan kimia yang murni terdiri dari kalium dikromat (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), natrium bisulfit (NaHSO<sub>3</sub>), asam asetat glacial (CH<sub>3</sub>COOH), asam sulfat pekat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), aseton (CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>), kristal 1,5 diphenil carbazide, kalium permanganat (KMnO<sub>4</sub>), sodium nitrit

( $\text{NaNO}_2$ ), sodium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ). Sedangkan bahan kimia teknis yaitu kristal urea ( $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ).

### Alat-alat Yang Digunakan

Rotary Agitator merek Sigma Sain, Ultrasonic merek Bronsted, Orbital Shaker, Spektroquant SQ 118 buatan MERCK, Pemanas listrik (Hot Plate) merek Corning, Pengaduk magnet (Magnetic stirrer) merek Corning, Oven merek Lindberg/blue dan alat-alat gelas lainnya.

### Pembuatan Pereaksi

- Larutan  $\text{NaHSO}_3$  1 N dibuat dengan melarutkan 12,7 gram  $\text{NaHSO}_3$  dalam 100 mL akuades.
- Larutan 1,5 Diphenilcarbazona 0,5 % dibuat dengan melarutkan 0,5 gram 1,5-diphenilcarbazona (DPC) dalam 50 mL aseton dan tambahkan akuades sebanyak 50 mL.
- Larutan  $\text{KMnO}_4$  1 N dibuat dengan melarutkan 3,16 gram  $\text{KMnO}_4$  dalam 100 mL akuades.
- Larutan  $\text{NaNO}_2$  2 % dibuat dengan melarutkan 2 gram  $\text{NaNO}_2$  dalam 100 mL akuades.
- Larutan Urea 20 % dibuat dengan cara melarutkan 20 gram dalam 100 mL akuades.
- Larutan  $\text{NaOH}$  1 N dibuat dengan cara melarutkan 4 gr  $\text{NaOH}$  dalam 100 mL akuades.
- Pembuatan Larutan Pengekstrak I (LP-1) pH  $4,93 \pm 0,05$  dibuat dengan cara memipet 2,85 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial ditambahkan ke dalam labu ukur 500 mL yang berisi 250 mL akuades. Tambahkan 32,15 mL  $\text{NaOH}$  1 N dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan ini mempunyai pH  $4,93 \pm 0,05$ .
- Pembuatan Larutan Pengekstrak 2 (LP-2) pH  $2,85 \pm 0,05$  dibuat dengan cara memipet 2,85 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 500 mL. Larutan ini mempunyai pH  $2,85 \pm 0,05$ .

### Pembuatan Larutan Baku krom heksavalen

Larutan Baku  $\text{Cr}^{+6}$  1000 mg/L dibuat dengan cara melarutkan 1,40 gram  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dengan

akuades. Tambahkan asam sulfat pekat secara perlahan-lahan sampai pH  $< 2$ , kemudian encerkan sampai tanda batas dalam labu ukur 500 mL. Pindahkan larutan ini ke dalam botol warna gelap dan simpan dalam lemari pendingin dengan suhu  $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ .

Larutan kerja  $\text{Cr}^{+6}$  100 mg/L dibuat dengan cara memipet 10 mL larutan Baku  $\text{Cr}^{+6}$  1000 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### Pembuatan kurva kalibrasi krom heksavalen

Buat larutan  $\text{Cr}^{+6}$  dengan konsentrasi 0,1 mg/L – 1,0 mg/L dari larutan kerja  $\text{Cr}^{+6}$  10 mg/L dalam suasana asam. Masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Tambahkan masing-masing larutan tersebut sebanyak 2 mL dengan 1,5-diphenilcarbazona. Kocok dan homogenkan. Sebagian larutan dimasukkan ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Ukur serapan yang dihasilkan oleh Spektrofotometer pada panjang gelombang 525 nm.

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

Timbang masing-masing semen Portland sebanyak 5 gram dalam 7 buah botol plastik berkapasitas 200 mL. Tambahkan 4 mL larutan 50 mg  $\text{Cr}^{+6}$ /L ke dalam botol plastik tersebut dan aduk dengan pengaduk gelas. Selanjutnya sambil di aduk tambahkan akuades sampai terbentuk bubur semen yang homogen. Keringkan dalam oven listrik pada suhu  $50^\circ\text{C}$ .

### Penentuan pemakaian Larutan Pengekstraksi pada Uji TCLP

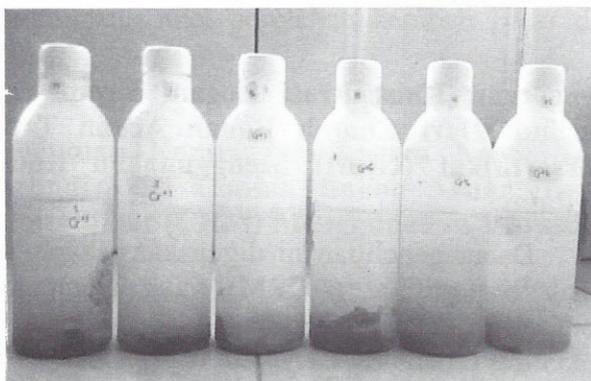
Timbang masing-masing butiran semen yang mengandung  $\text{Cr}^{+6}$  sebanyak 5 gram dimasukkan ke dalam gelas piala 500 mL. Tambahkan masing-masing dengan 100 mL akuades, kemudian ditutup dan diaduk dengan *magnetik stirrer* selama  $\pm 5$  menit. Tentukan pH larutan contoh uji. Bila pH  $< 5$  gunakan Larutan Pengekstrak 1 (LP-1). Tetapi bila larutan pH  $> 5$  ditambahkan 3.5 mL  $\text{HCl}$  1 N dan gunakan Larutan Pengekstrak 2 (LP-2).

## Uji Pelindian Logam Cr<sup>6+</sup> yang Telah Disolidifikasi Dengan Semen Portland menggunakan berbagai macam alat agitasi

Masukkan masing-masing 5 gram contoh uji simulasi pelindian yang telah disolidifikasi dengan semen dan lolos ayakan 9 mm ke dalam 21 botol plastik berukuran 200 mL. Tambahkan sebanyak 100 mL larutan pengestrak-2 (berdasarkan pengukuran pH contoh uji dengan 100 mL akuades) ke dalam botol plastik tersebut di atas dikocok pada masing-masing alat agitasi :

- Terhadap 6 buah botol yang telah berisikan contoh uji simulasi dikocok dengan alat *Rotary Agitator* dengan kecepatan putaran  $30 \pm 2$  rpm dan diputar selama  $\pm 18 \pm 2$  jam pada suhu kamar.
- Terhadap 6 buah botol yang telah berisikan contoh uji simulasi yang lain dikocok dengan alat *Orbital Shaker* dengan kecepatan  $30 \pm 2$  rpm dan diputar selama  $\pm 18$  jam pada suhu kamar.
- Terhadap 6 buah botol lainnya yang telah berisikan contoh uji simulasi dikocok dengan alat *Ultrasonic Cleaner* selama  $\pm 1$  jam.

Pisahkan residu dan filtratnya dengan kertas saring ke dalam gelas piala 100 mL. Sebanyak 50 mL filtrat ditambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat secara perlahan-lahan sampai mencapai pH < 2. Masing-masing larutan di atas dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Tambahkan 2 mL larutan 1,5-dipenilcarbazida (DPC) 1% ke dalam larutan uji dan encerkan dengan akuades sampai tanda batas. Ukur nilai serapan larutan uji pelindian dengan Spektrofotometer Visible pada panjang gelombang 525 nm dan tentukan konsentrasi Cr<sup>6+</sup> yang terlindi serta bandingkan hasil yang diperoleh dari ketiga alat agitasi.



**Gambar 1.** Contoh uji simulasi pelindian dalam Larutan Pengestrak-2

## Melakukan uji Banding Pelindian Krom Dari Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Menggunakan Rotary Agitator dan Ultrasonic Cleaner

Uji banding pelindian logam krom dari bahan acuan tanah bersertifikat antara Rotary Agitator dan Ultrasonic Cleaner harus dianalisis secara statistika untuk mengetahui apakah pelindian dengan alat Ultrasonic Cleaner tersebut tidak berbeda nyata dengan metoda acuan yaitu Rotary Agitator. Uji statistika yang digunakan yaitu untuk membandingkan dua varians yang berbeda, agar terlihat keunggulan/perbedaan dari masing-masing varians.

$$t_{hitung} = \frac{(x_1 - x_2) - d_0}{s_p \sqrt{1/n_1 + 1/n_2}} \quad \text{dan}$$

$$S_p = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

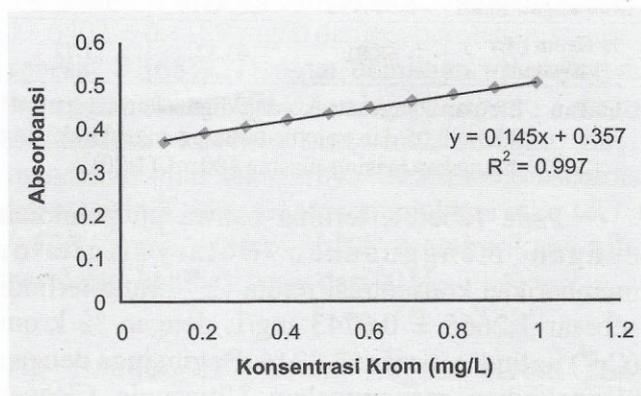
Daerah Kritis :  $t_{hitung} < -t_{tabel}$  dan  $t_{hitung} > t_{tabel}$

Kriteria Uji Tolak H<sub>0</sub> : Uji 2 pihak

$$t_{hitung} > t_{/2(n-1)}$$

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Kurva kalibrasi logam krom heksavalen yang diperoleh mempunyai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9984 dan garis potong sumbu Y mendekati nol, menunjukkan bahwa kurva kalibrasi memenuhi untuk analisis kuantitatif.



**Gambar 2.** Kurva kalibrasi larutan baku Cr<sup>6+</sup>

## Uji Pelindian Logam Cr<sup>+6</sup> yang Telah Disolidifikasi Dengan Semen Portland menggunakan alat Ultrasonic Cleaner, Rotary Agitator dan Orbital Shaker

Untuk melihat kemampuan alat pengocok dalam melakukan pelindian, maka dalam penelitian digunakan logam krom dalam bentuk Cr<sup>+6</sup> dimana logam krom dalam ini lebih mudah bereaksi (mobile) dan toksik dibandingkan krom trivalen.

Pada penelitian ini lamanya waktu pelindian logam krom yang telah disolidifikasi dengan semen pada alat Ultrasonic Cleaner adalah selama 60 menit (1 jam). Sedangkan lamanya pelindian logam krom yang telah disolidifikasi dengan semen Portland menggunakan alat Rotary Agitator (metoda acuan dari EPA) dan Orbital Shaker berlangsung selama 18 ± 2 jam dengan kecepatan putaran sebesar 30 ± 2 rpm.

**Tabel 1.** Contoh Uji Simulasi Yang Telah Disolidifikasi Dengan Semen Portland Mengandung Krom Heksavalen 2 mg/L dalam Larutan Pengekstrak 100 mL

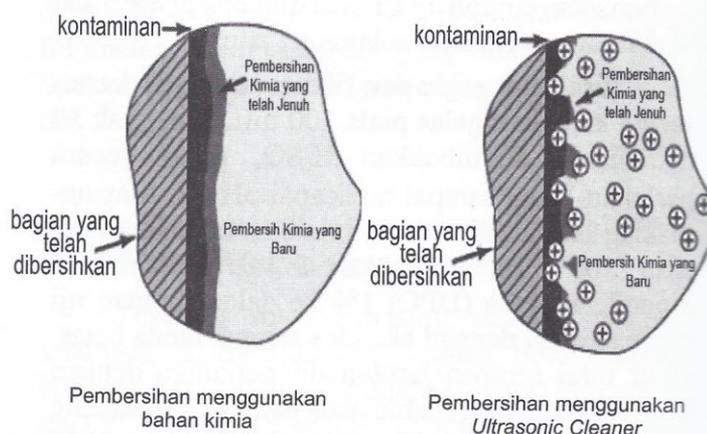
No.	Contoh Uji Ditimbang (gram)	Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> (mg/L) Terlindi Dengan Alat Pengocok Contoh Uji Simulasi		
		Ultrasonic Cleaner (mg/L)	Rotary Agiator (mg/L)	Orbital Shaker (mg/L)
1	5	1.1631	1.3276	0.0174
2	5	1.1873	1.3394	0.0337
3	5	1.2054	1.3335	0.0383
4	5	1.2356	1.1797	0.0453
5	5	1.0906	1.2093	0.0337
6	5	1.1752	1.2093	0.0383
<b>Rerata Cr<sup>+6</sup> Terlindi</b>		<b>1.1762</b>	<b>1.2665</b>	<b>0.0344</b>
<b>Simpangan Baku</b>		<b>0.048998</b>	<b>0.074316</b>	<b>0.009372</b>
<b>% Krom (Cr<sup>+6</sup>) Terlindi</b>		<b>58.81</b>	<b>63.32</b>	<b>1.72</b>

Catatan : Larutan Pengekstrak yang digunakan larutan pH 2,85 ± 0,05 dan volume larutan pengekstrak yang digunakan masing-masing 100 mL (1:20).

Pada Tabel 1, terlihat bahwa uji pelindian dengan menggunakan Rotary Agitator memberikan konsentrasi rerata Cr<sup>+6</sup> yang terlindi sebesar 1,2665 ± 0,0743 mg/L dengan % krom (Cr<sup>+6</sup>) terlindi sebesar 63,32 %. Begitu juga dengan uji pelindian menggunakan Ultrasonic Cleaner ternyata dapat memberikan konsentrasi rerata Cr<sup>+6</sup> yang terlindi sebesar 1,1762 ± 0,0489 mg/L dan % krom (Cr<sup>+6</sup>) terlindi sebesar 58,81 %. Berbeda

dengan alat uji pelindian menggunakan Orbital Shaker, ternyata konsentrasi rerata Cr<sup>+6</sup> yang terlindi sebesar 0,0344 ± 0,0094 mg/L dengan % krom (Cr<sup>+6</sup>) terlindi sebesar 1,72 %.

Dari penelitian ini terlihat bahwa pelindian Cr<sup>+6</sup> dengan alat *Ultrasonic Cleaner* memberikan hasil yang hampir sama dengan *Rotary Agitator*. *Ultrasonic cleaner* adalah hasil penyikatan /tindakan pengisapan di kolom vibrasi cairan yang disebut 'kavitasi'. Kavitasi adalah terbentuknya dan pecahnya jutaan gelembung mikroskopik di seluruh cairan. Ketika objek yang terendam di dalam cairan, cairan kavitasi mengalir ke semua celah-celah lubang & menghisap keluar kontaminan yang menempel dengan sangat cepat. Kavitasi juga mempercepat tindakan pelarutan dan aktifitas kimia, dengan demikian *ultrasonic cleaner* dapat digunakan untuk uji pelindian<sup>(9)</sup>. Untuk melihat perbandingan cara kerja pembersihan secara kimia dan Ultrasonic Cleaner dapat di lihat pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Proses pembersihan bahan dari kontaminan secara kimia dan secara Ultrasonic Cleaner<sup>(9)</sup>

## Penentuan Konsentrasi Logam Krom Yang Terlindi Dari Contoh Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Menggunakan Rotary Agitator

Dalam penelitian ini, digunakan bahan acuan tanah bersertifikat (CRM) yang mempunyai konsentrasi krom total dengan nilai benar 16,7 ± 0,333 mg/L menurut *Certified Reference Material* (CRM) dengan lot number 118097 APG. Larutan pengekstraksi yang digunakan adalah larutan asam asetat pH 2,8 ± 0,5 sebanyak 50 mL.

**Tabel 2.** Hasil Uji Pelindian Logam Krom Dari Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Dalam Larutan Pengektrak 50 mL Menggunakan Rotary Agitator

Tanah Standar	Absorban	Konsentrasi (mg/L)	Pengenceran	Total Korm (mg/L)
2.5 gram	0.606	3.6205	} 4x	14.4823
2.5 gram	0.569	3.4442		13.7769
2.5 gram	0.581	3.5014		14.0057
2.5 gram	0.609	3.6348		14.5395
2.5 gram	0.507	3.4632		13.8531
2.5 gram	0.603	3.6062		14.4251
<b>Rerata Logam Krom Terlindi</b>				<b>14.1804</b>
<b>Simpangan Baku</b>				<b>0.3407</b>
<b>% Recovery</b>				<b>94.92%</b>

Catatan : Persamaan kurva kalibrasinya :  $Y = 0,0542x + 0,1536$ . Lamanya pelindian  $18 \pm 2$  jam dengan kecepatan putaran  $30 \pm 2$  rpm

Metoda TCLP (*Toxicity Characteristic Leaching Prosedure*) merupakan salah satu tolok ukur uji pelindian terhadap limbah B3 yang telah distabilisasi dan solidifikasi serta untuk menentukan apakah suatu limbah bersifat racun dan berbahaya. Alat yang dipergunakan untuk melakukan uji TCLP ini adalah Rotary Agitator yang berputar secara *end over end* sehingga analit dalam contoh uji limbah padat terlindi secara sempurna.

Dari Tabel 2 terlihat konsentrasi krom dari bahan CRM tanah bersertifikat yang terlindi menggunakan alat Rotary Agitator sebesar  $14.1804 \pm 0.3407$  mg/L dengan perolehan kembali sebesar 94,92 %. Ini menginformasikan bahwa uji pelindian menggunakan *Rotary Agitator* dapat memberikan hasil mendekati nilai sebenarnya sekalipun konsentrasi krom terlindi tidak tepat menunjukkan nilai  $16,7 \pm 0,333$  mg/L, tetapi bisa memberikan nilai perolehan kembali besar dari 90%.

#### Penentuan Konsentrasi Logam Krom Yang Terlindi Dari Contoh Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Menggunakan Ultrasonic Cleaner.

Dalam penelitian ini, digunakan tanah CRM yang mempunyai konsentrasi krom total dengan nilai benar  $16,7 \pm 0,333$  mg/L menurut *Certified Reference Material* (CRM) dengan *lot number* 118097 APG. Pada percobaan ini, digunakan larutan pengestraksi asam asetat pH  $2,8 \pm 0,5$

sebanyak 50 mL.

**Tabel 3.** Hasil Uji Pelindian Logam Krom Dari Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Dalam Larutan Pengektrak 50 mL Menggunakan Ultrasonic Cleaner

Tanah Standar	Absorban	Konsentrasi (mg/L)	Pengenceran	Total Korm (mg/L)
2.5 gram	0.561	3.4061	} 4x	13.6244
2.5 gram	0.567	3.4346		13.7387
2.5 gram	0.569	3.4442		13.7769
2.5 gram	0.552	3.3632		13.4528
2.5 gram	0.558	3.3918		13.5672
2.5 gram	0.564	3.4204		13.6816
<b>Rerata Logam Krom Terlindi</b>				<b>13.6402</b>
<b>Simpangan Baku</b>				<b>0.1189</b>
<b>% Recovery</b>				<b>91.68%</b>

Catatan : Persamaan kurva kalibrasinya :  $Y = 0,0542x + 0,1536$ . Lamanya pelindian  $18 \pm 2$  jam dengan kecepatan putaran  $30 \pm 2$  rpm

Berbeda dengan uji TCLP yang menggunakan Rotary Agitator, pada Ultrasonic Cleaner proses pelindian tidak berdasarkan kepada kecepatan dan lamanya pengocokan tetapi berdasarkan kepada pembentukan cepat dan pecahnya jutaan gelembung kecil (atau rongga) dalam cairan yang dihasilkan oleh gelombang bolak-balik tekanan tinggi dan rendah dengan frekuensi suara tinggi (ultrasonik). Selama fase tekanan rendah, gelembung ini tumbuh sampai ukuran mikroskopik, selama fase tekanan tinggi, mereka dikompresi dan meledak. Proses ini juga mempercepat tindakan pelarutan dan aktifitas kimia.

Dari Tabel 3 terlihat konsentrasi krom dari bahan CRM tanah bersertifikat yang terlindi menggunakan alat *Ultrasonic Cleaner* sebesar  $13.6402 \pm 0.1189$  mg/L dengan perolehan kembali sebesar 91.68%. Dengan demikian uji pelindian menggunakan *Ultrasonic Cleaner* dapat digunakan karena bias memberikan hasil mendekati nilai sebenarnya sekalipun konsentrasi krom terlindi tidak tepat menunjukkan nilai  $16,7 \pm 0,333$  mg/L, tetapi bisa memberikan nilai perolehan kembali besar dari 90%.

#### Uji Banding Pelindian Logam Krom Dari Contoh Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Menggunakan Alat Rotary Agitator dan Ultrasonic Cleaner.

Membandingkan konsentrasi krom total

tanah standar CRM yang mempunyai konsentrasi krom total  $16,7 \pm 0,333$  mg/L 3,75 menurut *Certified Reference Material (CRM)* dengan *Lot Number 118097 APG*. Pada percobaan ini, digunakan larutan pengekstraksi asam asetat pH 2,8 sebanyak 50 mL.

**Tabel 4.** Hasil Uji Banding Pelindian Logam Krom Dari Bahan Acuan Tanah Bersertifikat (CRM) Menggunakan Alat Agitasi

Parameter Pengukuran	Satuan	Rotary Agitator	Ultrasonic Cleaner
Konsentrasi Rata-rata	mg/L	14.1804	13,6402
Simpangan Baku	mg/L	0,3407	0,1189
% RSD	%	2,40%	0,87%
% Recovery	%	94,92%	91,68%
Koefisien Korelasi (r)	-	0,998	0,998
Uji Statistika	$t_{hitung} < t_{table}$ dan $t_{hitung} > t_{table}$ $0,6113 < 2,228$ dan $0,6113 > -2,228$ Ho diterima, artinya tidak memiliki perbedaan yang nyata		

Nilai perolehan kembali (% *recovery*) dari dua metoda pelindian contoh uji tersebut di atas menunjukkan menunjukkan derajat ketelitian/kedekatan hasil analisis yang didapat dengan analit yang sebenarnya dari suatu metoda<sup>(10)</sup>. Nilai % *recovery* dari CRM tanah bersertifikat yang didapatkan menggunakan alat *Rotary Agitator* mempunyai nilai yang lebih besar dibandingkan dengan menggunakan alat *Ultrasonic Cleaner*. Hal ini disebabkan karena pengaruh pengocokan/ kecepatan pada alat *Rotary Agitator* berputar secara sempurna dan membutuhkan waktu yang cukup lama yaitu  $18 \pm 2$  jam cukup besar, sedangkan pada alat *Ultrasonic Cleaner* tidak memiliki kecepatan putaran (rpm) tetapi hanya berupa getaran/gelombang elektromagnetik. Meskipun demikian, nilai % *recovery* yang didapat dari kedua alat tersebut memenuhi nilai standar yaitu antara 80 – 110 %. Artinya, kedua alat *Rotary Agitator* dan *Ultrasonic Cleaner* memiliki nilai akurasi atau ketepatan yang cukup tinggi.

Berdasarkan Tabel 4. terlihat hasil uji banding antara alat *Rotary Agitator* dan *Ultrasonic Cleaner* ternyata tidak memberikan perbedaan yang nyata dengan memberikan  $t_{hitung} < t_{tabel}$  yang menunjukkan hipotesa nol ( $H_0$ ) diterima dengan derajat kepercayaan ( $\alpha$ ) 95 %.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap metoda pelindian menggunakan berbagai macam alat pengocok (agitasi) dapat disimpulkan bahwa :

1. Konsentrasi rata-rata yang diperoleh dari hasil pelindian logam dalam tanah CRM menggunakan *Rotary Agitator* adalah  $14,18 \pm 0,3407$  mg/L, sedangkan *Ultrasonic Cleaner* adalah  $13,64 \pm 0,118$  mg/L.
2. Nilai % *recovery* yang didapat dengan menggunakan alat *Rotary Agitator* dan *Ultrasonic Cleaner* masing-masing sebesar 94,92 % dan 91,68 % menunjukkan bahwa kedua alat tersebut memiliki nilai akurasi atau ketepatan yang cukup tinggi.
3. Berdasarkan uji statistik, alat *Rotary Agitator* dan *Ultrasonic Cleaner* tidak memiliki perbedaan yang nyata, sedangkan alat *Orbital Shaker* tidak dapat digunakan untuk uji pelindian limbah B3.

## DAFTAR PUSTAKA

1. 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.
2. Freeman, Harry M. *Standard Handbooks of Hazardous Waste Treatment and Disposal*, McGraw-Hill, Inc. New York, 1996
3. R. Malviya and R. Chaudhary., "Factors affecting hazardous waste solidification/stabilization", *Journal of Hazardous Materials A review*, Volume 137, Indore-India, 2006.
4. Connor. R.J, *Chemical Fixation and Solidification of Hazardous Waste*, Mc. Graw-Hill Inc, United States. 1990.
5. S . P a r i a a and P a k 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.

6. USEPA., "*Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)*", Method 1311 SW-846, 3rd. Environmental Protection Agency, Washington, DC, USA. July 1992.
7. USEPA., "*Ultrasonic Extraction*", Method 3550C. Environmental Protection Agency, Washington, DC, USA. February 2007.
8. 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.
9. Fuchs. John F, *Ultrasonic Cleaning : Fundamental Theory and Application, Blackstone-Ney Ultrasonic*, N. Main St. Jamestown, May 2002.
10. Sudjana, *Metoda Statistika*, TARSITO, 2005, Bandung