

BAB 3 METODOLOGI

3.1. Standar Pengujian

Prosedur pengujian yang dilakukan pada penelitian ini berdasarkan standar yang berlaku, yaitu *American Society for Testing and Materials* (ASTM). Standar pengujian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Pengujian komposisi dan sifat abu terbang, metakaolin dan geopolimer meliputi :
 - a. Uji XRF (*X - Ray Flourescent*)
 - b. Uji XRD (*X - Ray Diffraction*)
2. Pengujian perendaman air laut ASTM D1141-90
3. Pengujian kuat tekan ASTM C39
4. Pengujian atom yang larut dan dianalisis AAS
5. Karakterisasi geopolimer berupa uji Difraksi sinar X (XRD)

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: cetakan kubus dengan ukuran $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$, pengaduk beton, dan sembilan bak perendam, , gelas ukur 1 Liter, ember plastik, dan plastik film. Selain itu, juga digunakan oven, mesin uji tekan, *concrete mixer* volume 35 dm^3 , cetakan kubus ukuran $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$, Spektrofotometer serapan atom (AAS), dan X-Ray Power difraktogram (XRD).

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini antara lain abu terbang yang berasal dari PLTU Suralaya, metakaolin diolah dari kaolin belitong, semen Portland (*Ordinary Portland Cement Type 1*) dari Semen Gresik, pasir silika dan kerikil dari adimix, serta natrium hidroksida (NaOH) teknis, natrium silikat (*waterglass*) teknis, bahan air laut ASTM, dan aquades berasal dari PT Harumsari Suryaampuh Jakarta.

3.3 Prosedur Penelitian

18

3.3.1 Persiapan Abu terbang

Abu terbang berbentuk serbuk abu-abu gelap. Abu terbang yang disimpan dalam waktu yang lama pada udara yang lembab mengakibatkan butirannya tidak homogen. Oleh karena itu, serbuk abu terbang perlu diayak menggunakan saringan no 200 agar didapatkan permukaan butir yang lebih homogen. Permukaan butir yang lebih luas mempermudah reaksi geopolimerisasi sehingga kuat tekan yang dihasilkan lebih optimal. Abu terbang tidak perlu pemanasan sebelumnya.

3.3.2 Pembuatan Metakaolin

Metakaolin diolah dari kalsinasi kaolin pada suhu 750 °C selama 2 jam. Tujuan kalsinasi atau pemanasan tersebut adalah menguapkan H₂O dan pelepasan ikatan –OH pada kaolin sehingga mengubah kaolin yang kristalin menjadi lebih amorf. Oleh karena itu, proses ini disebut dehidroksilasi kaolin. Proses ini menggunakan oven kontinyu yang ada di Departemen Metalurgi Material FTUI (Gambar 3.1)



Gambar 3.1 Oven Kontinyu OSTEK RSK 2506

3.3.3 Analisis Bahan baku

Seluruh bahan baku yang digunakan harus dianalisis untuk mengetahui komposisi dan sifatnya. Analisa komposisi kimia dari metakaolin dan abu terbang dilakukan dengan metode XRF. Analisa XRF dapat dilakukan untuk sampel kering dan komposisi makro dapat dilakukan dengan lebih tepat. Analisa

XRF dilakukan di Program Studi Ilmu Material Departemen Fisika, FMIPA UI, Salemba.

Analisa sifat amorf metakaolin dan abu terbang dilakukan dengan XRD melalui teknik *Wide Angle X-Ray Scattering* (WAXS). Radiasi monokromatik yang digunakan adalah $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,54056\text{\AA}$). Benda uji XRD berupa serbuk dengan ukuran kurang dari 10 mikron. Hasil analisa yang didapatkan adalah grafik 2θ vs intensitas. Sifat amorf dapat dilihat dari kenaikan pola (*hump*) pada 2θ antara $20^\circ - 30^\circ$. Analisa XRD dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI Tangerang. Sedangkan analisa AAS dilakukan untuk mengetahui komposisi natrium silikat (*water glass*).

3.3.4 Penyiapan agregat

Tiga jenis beton yang akan dibuat, yaitu beton Portland, beton geopolimer abu terbang, dan beton geopolimer metakaolin menggunakan agregat kasar dan agregat halus agar seluruh matriks terisi. Agregat halus yang digunakan adalah pasir silika dan harus lolos saringan no 4. Agregat kasar yang digunakan adalah kerikil (Gambar 3.2). Agregat perlu diuji nilai *specific gravity*, *absorption*, dan *fine modulus* yang dibutuhkan dalam perhitungan campuran beton.



Gambar 3.2 Agregat berupa pasir silika dan kerikil

3.3.5 Pembuatan Beton Portland

Beton semen Portland dibuat sebagai pembanding. Bahan pembuatannya adalah semen Portland (*Ordinary Portland Cement Type 1*), agregat halus, dan agregat kasar diaduk dengan pengaduk beton (*concrete mixer*) selama 3 menit. Setelah tercampur, tambahkan air dan diaduk kembali selama 4 menit. Komposisi seluruh

bahan didesain mempunyai kuat tekan 40 Mpa (Lampiran 1). Masing-masing beton dicetak dengan bekisting kubus dengan ukuran $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ yang telah diolesi oli. Saat penuangan bahan ke dalam cetakan, cetakan diisi tiap sepertiga bagian dan digetarkan menggunakan mesin penggetar. Permukaan yang sudah terisi dibuat rata. Beton dibiarkan pada suhu ruang dan cetakan dilepaskan 24 jam kemudian. Pemeliharaan (*curing*) beton Portland selama 28 hari di air. Perendaman dalam air laut buatan dan aquades dilakukan setelah 28 hari pembuatan beton Portland. Uji perendaman menggunakan aquades dan air laut ASTM untuk beton Portland (Chalee dan Jaturapitakkul, 2009).

3.3.6 Pembuatan Beton Geopolimer

Beton geopolimer dibuat dari prekursor dan larutan alkalin. Prekursor yang digunakan adalah metakaolin dan abu terbang. Larutan alkalin disiapkan terlebih dahulu dan dibuat dari campuran NaOH dan Na-silikat (*water glass*). NaOH yang berbentuk pelet dilarutkan dalam air dan didiamkan sampai reaksi eksotermis selesai atau larutan mulai mendingin. Larutan NaOH ditambahkan ke larutan Na-silikat dan diaduk sampai merata. Proses pelarutan menggunakan wadah plastik (Walah & Rangan, 2006).

Beton dibuat dari prekursor metakaolin atau abu terbang. Beton merupakan campuran pasta, agregat halus, agregat kasar, dan air. Seluruh bahan ditimbang dan disiapkan terlebih dahulu. Pembuatan beton geopolimer adalah; prekursor (metakaolin atau abu terbang) dalam jumlah tertentu diaduk bersama kerikil dan pasir dalam mesin pengaduk beton (*concrete mixer*) selama sekitar 3 menit. (Gambar 3.3). Bahan kering tersebut diberi larutan alkalin secara bertahap. Pengadukan dilanjutkan selama 4 menit sampai homogen. Masing-masing beton dicetak dengan bekisting kubus dengan ukuran $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$, yang telah bersih dan dilapisi plastik agar memudahkan pelepasan dan air tidak menguap secara drastis. Saat penuangan bahan ke dalam cetakan, cetakan diisi tiap sepertiga bagian dan digetar agar gelembung udara dapat keluar (Gambar 3.4). Permukaan yang sudah terisi dibuat rata. Beton dibiarkan pada suhu ruang dan cetakan dilepaskan satu hari kemudian. Geopolimer dicuring pada temperatur ruang dan kondisi kering selama 2 minggu dan 1 minggu, masing-masing geopolimer abu

terbang dan geopolimer metakaolin. Uji perendaman dilakukan setelah beton geopolimer setelah geopolimer selesai curing. Perendaman menggunakan aquades dan air laut ASTM untuk masing-masing geopolimer berbahan abu terbang dan berbahan metakaolin. Selain itu, ada geopolimer yang disimpan kering (tanpa perendaman) sebagai pembandingan.



Gambar 3.3 Campuran Bahan Kering Sebelum Diberi Larutan Alkalin Untuk Geopolimer Abu Terbang (kiri) dan Geopolimer Metakaolin (kanan)



Gambar 3.4 Beton basah yang dimasukkan dalam cetakan dan digetarkan

3.3.7 Uji Perendaman Air Laut ASTM

Lingkungan air laut disimulasikan dengan air laut buatan sesuai standar ASTM D 1141-90. Komposisi bahan penyusun air laut buatan dapat dilihat pada Tabel 3.1 dan beberapa bahan kimia tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.5. Air laut yang diperlukan untuk merendam 12 kubus geopolimer abu terbang, 12 kubus geopolimer metakaolin, dan 12 kubus beton portland. Total kebutuhan air laut ASTM adalah 60 liter.

Prosedur pembuatan 60 liter air laut ASTM adalah sebagai berikut; Bahan kering NaCl dan Na₂SO₄ dalam jumlah tertentu dilarutkan dalam air sebanyak 8-9 L. Setelah itu, tambahkan larutan stok no 1 sebanyak 1,2 L dan diaduk. Kemudian tambahkan larutan stok no 2 sebanyak 600 mL. Pastikan volume larutan yang dihasilkan adalah 60 L dan diaduk kembali. Ukur pH larutan dan atur pH sampai 8,2 dengan menambah beberapa mililiter NaOH 0,1 N. air laut ASTM digunakan untuk merendam beton dan menutup seluruh permukaan beton dengan tinggi minimal 1 cm diatas permukaan beton (Gambar 3.6).

Tabel 3.1. Bahan air laut ASTM D 1141-90

No	Bahan	Jumlah	satuan
1	Volum Hasil	10	Liter
	NaCl	245.34	gram
	Na ₂ SO ₄ anhidrat	40.94	gram
	Air	10	Liter
	stok no 1	0.2	Liter
	stok no 2	0.1	Liter
2	Volume Stok no 1:	7	Liter
	MgCl ₂ .6H ₂ O	3889	gram
	CaCl ₂ anhidrat	405.6	gram
	SrCl ₂ .6H ₂ O	14.8	gram
	Air	7	Liter
3	Volume Stok no 2	7	Liter
	KCl	486.2	gram
	NaHCO ₃	140.7	gram
	KBr	70.4	gram
	H ₃ BO ₃	19	gram
	NaF	2.1	gram
	Air	7	Liter



Gambar 3.5 Beberapa Bahan Kimia p.a Untuk Air Laut ASTM



Gambar 3.6 Wadah Penyimpanan Perendam

3.3.8 Pengukuran Kuat Tekan

Pengukuran kuat tekan beton semen Portland, geopolimer berbahan metakaolin dan geopolimer berbahan abu terbang dilakukan dengan menggunakan mesin uji tekan seperti dapat dilihat pada Gambar 3.7. Pengukuran kuat tekan dilakukan di laboratorium struktur dan material Departemen Teknik Sipil FTUI, Depok. Sampel yang digunakan adalah beton berukuran $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$. Pemastian ulang ukuran sampel dilakukan dengan jangka sorong. Setiap uji kuat tekan menggunakan 3 benda uji agar didapatkan kuat tekan rata-rata. Pengukuran kuat tekan dilakukan setelah 7, 28, 56 dan 90 hari perendaman di air destilasi, air laut buatan, dan kering (tanpa perendaman) pada masing-masing geopolimer metakaolin, geopolimer abu terbang, dan beton Portland.

Data yang didapatkan dari pengujian ini adalah beban maksimum yang mampu diterima benda uji sebelum mengalami kerusakan. Beban maksimum (kg) tersebut dikalkulasikan dengan luas permukaan sampel (cm^2) menjadi kuat tekan (MPa).



Gambar 3.7 Mesin Penguji Kuat Tekan

3.3.9 Analisis atom yang Larut

Pengujian Pelarutan dilakukan untuk mengetahui fasa padat geopolimer yang terlarut pada air perendam (aquades dan air laut). Analisis ini merupakan parameter kerusakan yang mungkin terjadi pada beton geopolimer. Analisis dilakukan pada hasil rendaman geopolimer metakaolin dan geopolimer abu terbang yang berumur 90 hari pada masing-masing air laut dan aquades. Total analisis pada 4 sampel. Larutan yang digunakan untuk merendam tersebut dianalisis AAS untuk mengetahui komposisi dan atom apa sajakah yang terlarut (Xu dkk, 2006; Astutiningsih & Liu, 2006). Bentuk alat AAS diperlihatkan pada gambar 3.8



Gambar 3.8 Visual Alat Spektroskopi Serapan Atom (AAS)

3.3.10 Analisis Sifat Kimia

3.3.10.1 Analisis bahan penyusun geopolimer.

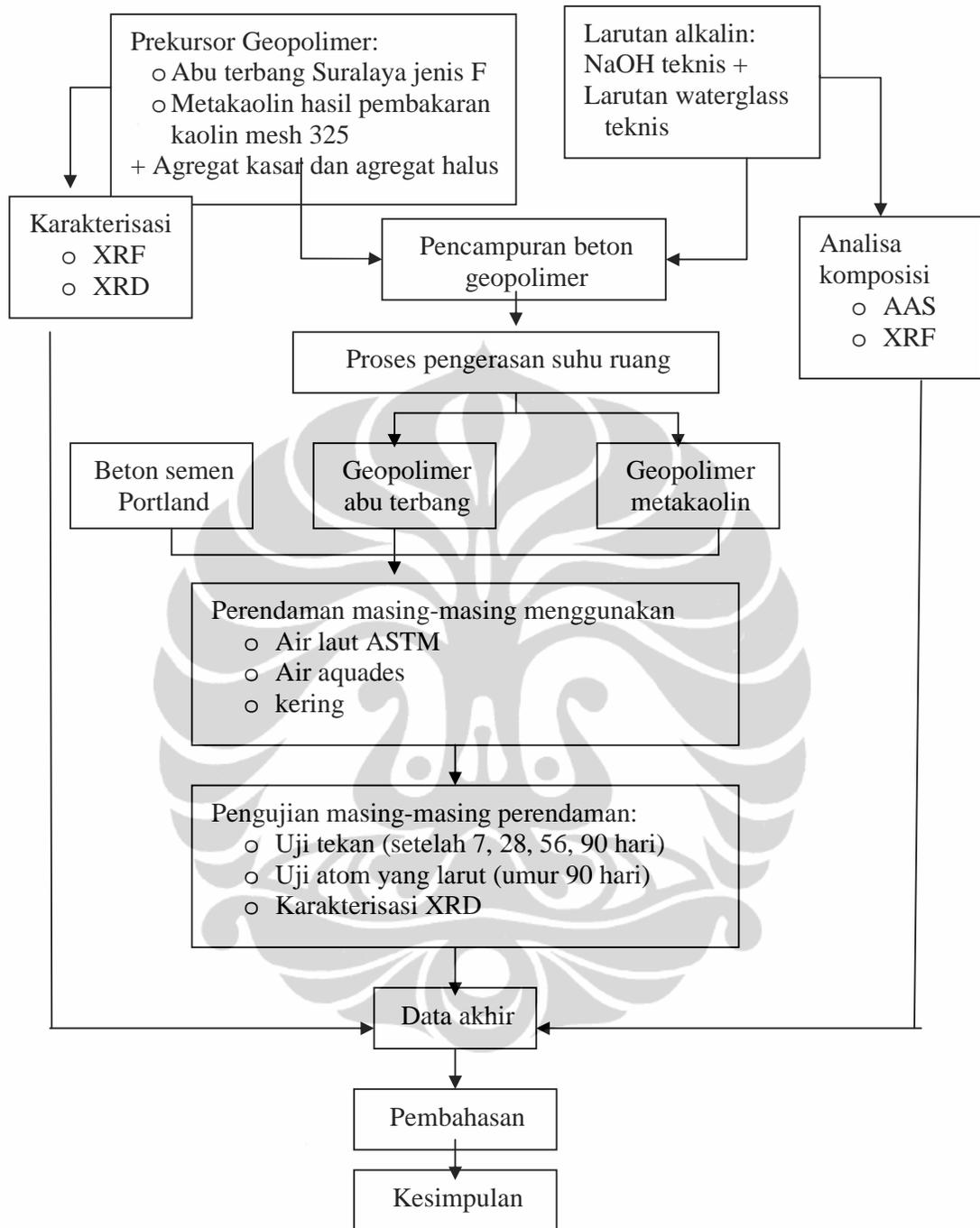
Bahan penyusun geopolimer yang perlu diketahui sifat dan komposisinya adalah serbuk abu terbang, serbuk kaolin dan metakaolin, serta natrium silikat. Sifat amorf abu terbang diselidiki dengan analisis XRD. Perubahan sifat yang terjadi pada kaolin menjadi metakaolin menggunakan uji XRD. Komposisi kimia Na-Silikat menggunakan AAS.

3.3.10.2 Difraksi Sinar X

Analisis difraksi sinar X (*X-Ray Diffractometer*, XRD) dilakukan untuk mengetahui sifat amorf pada abu terbang dan metakaolin. Selain itu, XRD juga digunakan untuk mengetahui senyawa/fasa yang terbentuk dalam geopolimer yang terpapar air laut. Pecahan binder dihaluskan kemudian diletakkan dalam cetakan yang tersedia. Sampel bisa juga sudah berbentuk serbuk seperti abu terbang dan kaolin. Radiasi monokromatis $\text{CuK}\alpha$ pada 2θ antara 10° – 90° . Analisis difraksi sinar X dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi LIPI Tangerang. Analisis dilakukan pada binder yang berumur minimal 90 hari perendaman di air laut buatan dan kondisi kering pada masing-masing geopolimer abu terbang dan geopolimer metakaolin.

3.3.11 Diagram alir penelitian

Geopolimer dibuat dari dua jenis prekursor, yaitu abu terbang dan metakaolin. Larutan alkalin dibuat dari NaOH dan Na-silikat yang diaduk dan dituang ke dalam prekursor dan dicampur sampai homogen dan ditambahkan agregat serta diaduk kembali. Pasta dicetak dan dikeringkan sehari sebelum direndam. Benda uji yang terdiri dari beton Portland, geopolimer abu terbang, dan geopolimer metakaolin yang sudah disiapkan direndam dalam air laut ASTM, aquadest, dan kering (tanpa direndam). Seluruh benda uji dianalisa kuat tekan, atom yang larut, sifat amorf dan senyawa yang terbentuk (XRD). Diagram alir penelitian ini dijelaskan pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9. Diagram Alir Penelitian