

Konversi Karat Besi Menjadi Besi (III) Sulfat dan Pemanfaatannya Sebagai Adsorpsi Pewarna Tekstil

[Iron Rust to Iron (III) Sulphate Conversion and the Utilization as Textile Dye Adsorption]

Agustinus Ngatin, Fatimah, Widya Fitria Nur Fauziah, Rony Pasonang Sihombing*

Department of Chemical Engineering, Politeknik Negeri Bandung

**Corresponding author: rony.pasonang.sihombing @polban.ac.id*

ABSTRACT. Iron rust was an iron oxide compound that was less attractive, dirty, brown in color, and could pollute the environment, causing water to turn brown. To minimize iron contamination, conversion was carried out into iron (III) sulfate which was useful as an adsorbent for textile dyes. The purpose of this study was to determine the effect of sulfuric acid concentration and volume of H₂O₂ 10% used to convert iron rust into optimal iron (III) sulfate compounds. The method used was a laboratory experiment on a batch scale and the hydrate content in iron (III) sulfate was carried out by the gravimetric method and its ability as an adsorbent was carried out based on the adsorption of dyes using the spectrophotometric method. The results showed that a reactor filled with 3 grams of iron rust powder and 100 mL of sulfuric acid was stirred at 425 rpm at 80 °C for 30 minutes, added 15 mL 10% H₂O₂ followed by stirring and heating until the solution was saturated, cooled to form crystals. The crystalline yield in these conditions was the increase in sulfuric acid concentration which resulted in low process efficiency, namely 30.34% at 50% sulfuric acid concentration and 15 mL 10% H₂O₂. The addition of 10% H₂O₂ solution to 50 mL of 20% sulfuric acid solution and 3.0 grams of a carat as much as 5 mL-10 mL 10% H₂O₂ produced iron (III) sulfate with 26.53% process efficiency. Iron (III) sulfate is a white, light gray crystal with the chemical formula Fe₂(SO₄)₃.5 H₂O which was a rhombic shaped crystal. and able to absorb the dye which showed that 1.0 g of iron (III) sulfate was able to absorb the highest amount of red dye in a volume of 100 mL of textile dye solution.

Keywords: *Iron rust, synthesis, iron (III), sulfuric acid, textile dyes*

ABSTRAK. Karat besi merupakan senyawa besi oksida yang kurang menarik, kotor, berwarna coklat dan dapat mencemari lingkungan, serta menyebabkan air berwarna coklat. Untuk meminimalis pencemaran besi dilakukan perubahan menjadi senyawa besi (III) sulfat yang bermanfaat sebagai pengadsorpsi zat warna tekstil. Tujuan penelitian ini adalah menentukan pengaruh konsentrasi asam sulfat dan volume H₂O₂ 10% yang digunakan untuk mengubah karat besi menjadi senyawa besi (III) sulfat yang optimal. Metode yang digunakan adalah eksperimen di laboratorium dalam skala batch dan kandungan hidrat dalam besi (III) sulfat dilakukan dengan metode gravimetri serta kemampuannya sebagai adsorben dilakukan berdasarkan adsorbansi pewarna dengan metode spektrofotometri. Hasilnya menunjukkan bahwa suatu reaktor dengan 3 gram serbuk karat besi dan 100 mL asam sulfat dilakukan pengadukan 425 rpm pada suhu 80 °C selama 30 menit, ditambahkan 15 mL H₂O₂ 10% dilanjutkan pengadukan dan pemanasan sampai larutan jenuh, didinginkan sampai membentuk kristal. Hasil kristal pada kondisi tersebut adalah pada peningkatan konsentrasi asam sulfat menghasilkan efisiensi proses yang masih rendah yaitu 30,34% pada konsentrasi asam sulfat 50% dan 15 mL H₂O₂ 10%. Penambahan larutan H₂O₂ 10% ke dalam 50 mL larutan asam sulfat 20% dan 3,0 gram karat sebanyak 5 mL-10 mL H₂O₂ 10% menghasilkan besi (III) sulfat dengan efisiensi proses 26,53%. Besi (III) sulfat merupakan kristal berwarna putih abu-abu terang, dengan rumus kimia Fe₂(SO₄)₃.5 H₂O yang merupakan kristal berbentuk rombus. dan mampu menyerap pewarna yang ditunjukkan bahwa 1,0 g besi (III) sulfat mampu menyerap pewarna merah dengan jumlah terbanyak dalam volume 100 mL larutan pewarna tekstil.

Kata kunci: *Karat besi, sintesis, besi (III), asam sulfat, pewarna tekstil*

Riwayat artikel: Diterima 17 Oktober 2020, Disetujui 26 November 2020

Cara sitasi: Ngatin, A., Fatimah., Fauziah WFN., & Sihombing, RP. (2020). Konversi Karat Besi Menjadi Besi (III) Sulfat dan Pemanfaatannya Sebagai Adsorpsi Pewarna Tekstil. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 6(3): 177-183.

DOI: <https://doi.org/10.22487/kovalen.2020.v6.i3.15308>

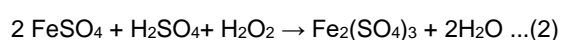
LATAR BELAKANG

Besi (III) sulfat [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$] merupakan kristal berwarna putih abu-abu bersifat hidratt dan meleleh pada suhu 175°C . Besi (III) sulfat merupakan hasil oksidasi dari besi (II) sulfat mempunyai daya koagulasi yang lebih besar (Vogel, 1985), mempunyai efek koagulan 11x lebih besar dibandingkan besi (II) (Undang. Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001). Untuk itu besi (II) sulfat diubah menjadi besi (III) sulfat agar dapat meningkatkan manfaat dari limbah besi. Besi (III) sulfat dapat digunakan sebagai bahan koagulan pada penjernihan air dan penghilangan zat warna pada limbah tekstil. Limbah zat warna dapat diatasi dengan metode kimia dan fisika seperti adsorpsi, penukaran ion, koagulasi-flokulasi, oksidasi dan metode elektrokimia (Ennil, 2017; Köse & Çalışkan, 2016). Penghilangan zat warna limbah tekstil ini dapat dilakukan menggunakan besi (III) sulfat dengan pengadukan 60 – 100 rpm selama 1 – 3 menit hingga pada rentang pH 5 (Risdianto, 2007).

Besi (III) sulfat dapat dihasilkan dari reaksi oksidasi besi(II) sulfat, yang dihasilkan dari reaksi besi dengan asam sulfat encer sesuai reaksi:

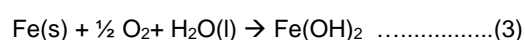


Reaksi ini terjadi akibat besi berkarat masih mengandung besi. Besi (II) sulfat [FeSO_4] direaksikan dengan hidrogen peroksida (H_2O_2) menjadi besi (III) sulfat, sesuai reaksi ;

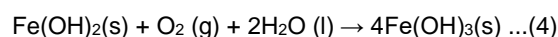


Hidrogen peroksida (H_2O_2) merupakan oksidator yang mengoksidasi besi (II) menjadi

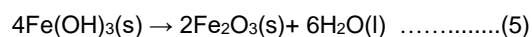
besi (III). Produk besi (III) sulfat dapat dimanfaatkan sebagai adsorpsi pewarna. sehingga penelitian ini memiliki nilai tinggi yang dapat mengembangkan ilmu serta mengurangi limbah atau pencemaran lingkungan. Karat besi merupakan hasil oksida besi dengan udara yang mengandung uap air membentuk senyawa oksida sesuai reaksi.



Besi (II) hidroksida [Fe(OH)_2] mengalami oksidasi secara alami oleh air dan udara menjadi besi (III) hidroksida [Fe(OH)_3], sesuai reaksi:



Besi (III) hidroksida berubah menjadi senyawa besi (III) oksida (Fe_2O_3) atau karat yang berwarna merah kecoklatan (Megawati, 2004; Rönholm *et al.*, 1999), yang reaksinya:



Karat besi merupakan senyawa besi (III) oksida yang sering disebut “karat”. Karat adalah produk reaksi logam besi dengan udara lembab yang mempunyai rumus kimia $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (Aladin *et al.*, 2010; Walker, 1993). Penelitian sebelumnya menggunakan besi klorida untuk digunakan sebagai solusi limbah warna (Zahrin *et al.*, 2011). Namun dalam penelitian ini, sintesis yang digunakan adalah sintesis besi (III) sulfat.

Karat besi yang terbentuk berwarna coklat kehitaman merupakan limbah logam yang dapat mencemari lingkungan. Untuk mengurangi limbah besi, dilakukan upaya untuk mengubah menjadi senyawa yang bermanfaat yaitu dengan mensintesisnya

menjadi besi (III) sulfat atau senyawa besi yang lain. Ada beberapa referensi yang dapat dilakukan sebagai tujuan akhir dari sintesis ini. Senyawa besi antara lain adalah besi (II) sulfat sebagai bahan pengikat zat warna dan sumber ion Fe^{2+} untuk keperluan analisis volumetrik, besi (III) sulfat atau besi (III) ammonium sulfat sebagai bahan koagulan pengolahan limbah industri dan air jernih serta pengikat zat warna, dan besi (III) klorida sebagai pelarut lapisan tembaga di permukaan PCB (Pass *et al.*, 1974; Vogel, 1985).

Besi yang sudah mengalami proses korosi atau berkarat merupakan material logam yang sudah tidak dimanfaatkan, karena kotor dan umumnya dibuang sebagai limbah atau barang bekas yang dijual dengan harga yang murah berkisar Rp4000/kg. Namun, jika besi yang sudah berubah menjadi karat diolah menjadi senyawa besi (III) sulfat yang dapat digunakan untuk bahan koagulan dengan harga sekitar Rp15.000 /kg, akan dapat meningkatkan nilai ekonomi dan mengurangi pencemaran lingkungan. Penelitian lain menyimpulkan bahwa limbah besi dapat digunakan untuk industri kreatif (Indrasari, 2020).

Berdasarkan uraian tersebut, maka permasalahan yang timbul adalah bagaimana konsentrasi H_2SO_4 dan volume H_2O_2 10% diperlukan untuk setiap 3,0 gram serbuk besi yang sudah mengalami pengkaratan untuk menghasilkan persen yield besi(III) sulfat yang maksimal, dan bagaimana karakteristik kristal besi (III) sulfat yang dihasilkan? Untuk itu, yang menjadi tujuan penelitian adalah menentukan pengaruh konsentrasi larutan asam sulfat (H_2SO_4) yang diperlukan untuk 3,0 gram serbuk karat besi, menentukan volume H_2O_2 10% untuk menghasilkan persen yield maksimum,

dan menentukan karakteristik besi (III) sulfat yang dihasilkan.

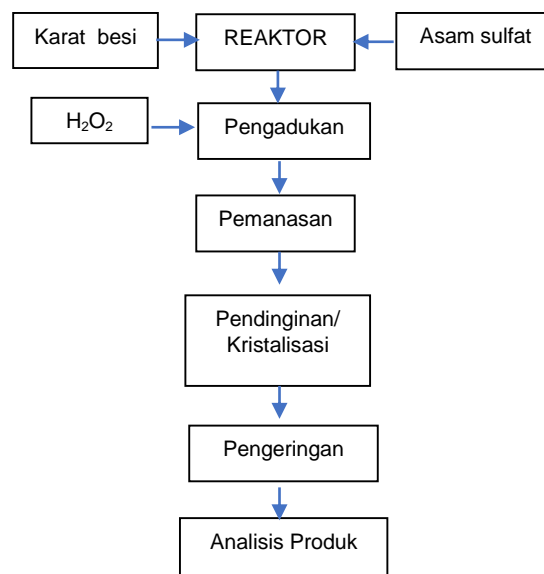
METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan kimia yang diperlukan meliputi karat besi, larutan asam sulfat pekat, hidrogen peroksida 10%. Instrumen pada sintesis senyawa besi (III) sulfat menggunakan neraca analitik, alat gelas seperti gelas kimia, gelas ukur, pemanas yang dilengkapi dengan pengaduk magnet.

Prosedur Penelitian

Proses sintesis besi (III) sulfat dilakukan dengan mereaksikan karat dengan larutan asam sulfat bervariasi konsentrasi pada suhu 80°C diaduk selama 45 menit, ditambah 15 mL larutan hidrogen peroksida 10% sampai terbentuk larutan jernih, dipanaskan, didinginkan sampai terbentuk kristal putih jernih. Kristal dikeringkan, ditimbang, diamati dan dicatat. Untuk sintesis besi (III) sulfat secara skematis dapat disajikan dalam bentuk diagram seperti pada Gambar 1.

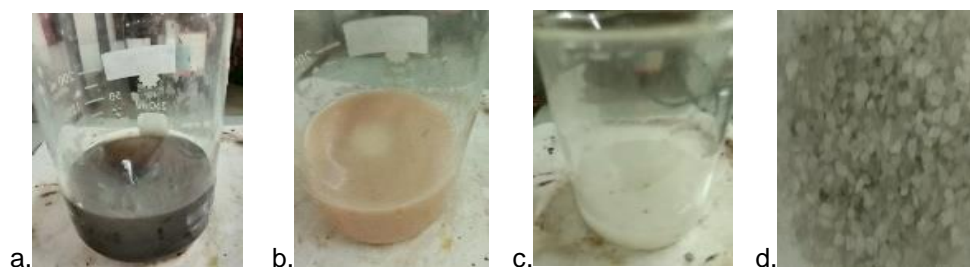


Gambar 1. Sintesis besi (III) sulfat

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis besi (III) sulfat menggunakan bahan baku karat besi berbentuk serbuk yang berwarna coklat, direaksikan dengan larutan asam sulfat 20% menghasilkan larutan yang berwarna hijau dan coklat. Dengan penambahan larutan hidrogen peroksida (H_2O_2), larutan tersebut berubah menjadi

larutan yang berwarna coklat dimana seiring waktu akan menghasilkan endapan berupa kristal berwarna putih abu-abu terang dengan pH larutan mencapai 1-2. Secara visual hasil sintesis besi (III) sulfat dapat ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. a) penambahan H_2SO_4 , b) awal+ H_2O_2 , c) larutan jenuh, d) Kristal

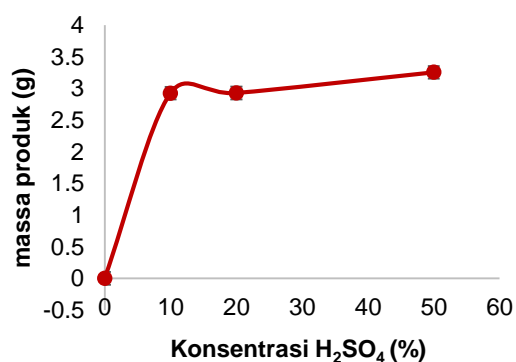
Berdasarkan Gambar 2a, warna hijau coklat akibat terjadi reaksi besi berkarat (FeO dan Fe_2O_3) dengan asam sulfat akan menghasilkan senyawa besi (II) sulfat dan besi (III) sulfat seperti ditunjukkan pada Reaksi 1. Pada Gambar 2b, larutan berubah menjadi coklat muda saat penambahan hidrogen peroksida akibat terjadi reaksi oksidasi yang akhirnya berubah menjadi keruh saat semua ion Fe^{2+} berubah menjadi Fe^{3+} seperti ditunjukkan pada Reaksi 2.

Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat

Konsentrasi asam sulfat adalah 10%, 20%, dan 50% dengan volume 100 mL. Setelah itu, terdapat penambahan 15 mL hidrogen peroksida (H_2O_2) 10% dan menghasilkan massa produk.

Gambar 3 menunjukkan bahwa konsentrasi larutan asam sulfat sedikit mempengaruhi produk yaitu semakin meningkatnya konsentrasi asam sulfat dari 10% hingga 50%, massa produk yang dihasilkan mengalami sedikit kenaikan yaitu 2,924 g untuk 10% sampai 3,254 g untuk asam

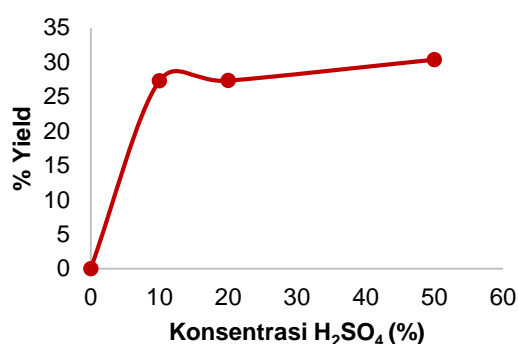
sulfat 50%. Hal ini menunjukkan bahwa pengaruh konsentrasi asam sulfat tidak signifikan. Hal ini kemungkinan disebabkan karena konsentrasi asam sulfat 10% hingga 50% mempunyai sifat sebagai pereaksi atau pelarut karat besi dan bersifat korosif (Walker, 1993).



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap massa produk

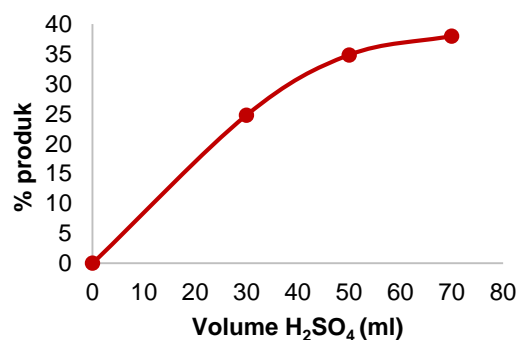
Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap % produk atau efisiensi proses seperti ditunjukkan pada Gambar 4. Konsentrasi larutan asam sulfat 10% sampai 50% belum menunjukkan pengaruhnya pada penambahan asam sulfat dengan konsentrasi 20% sampai 50% dengan volume 100 mL yang ditambahkan

ke dalam 3,0 gram serbuk karat besi (Gambar 4). Penambahan ini menghasilkan % produk yang masih rendah yaitu 27,25% hingga 30,34%. Hal ini kemungkinan disebabkan karena jumlah volumenya terlalu besar, sehingga jumlah karat besi yang larut meningkat dan endapan besi (III) sulfat ikut larut di dalamnya. Perbandingan mol serbuk karat besi dengan asam sulfat cukup jauh yaitu mulai 1:3 sampai 1:18. Hal tersebut yang menyebabkan % produknya masih relatif rendah yaitu masih di bawah 35%.



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap % yield

Untuk melihat hal tersebut, variasi volume asam sulfat dengan konsentrasi 20% yaitu 30mL, 50 mL dan 70 mL dengan penambahan 15 mL hidrogen peroksida (H₂O₂) 10% dihasilkan hubungan volume terhadap %produk sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 5.

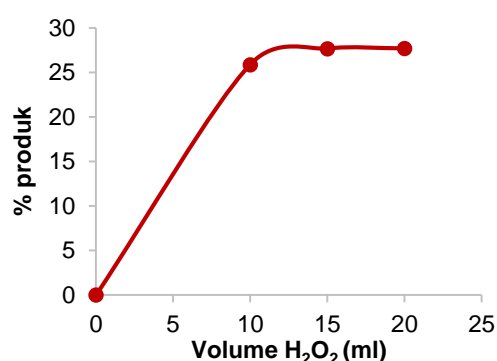


Gambar 5. Pengaruh volume H₂SO₄ terhadap %produk

Gambar 5 menjelaskan pengaruh volume larutan asam sulfat terhadap % produk yaitu dengan meningkatnya volume H₂SO₄, % produk yang dihasilkan juga akan meningkat. Dimulai dengan penambahan 30 mL asam sulfat 20% (nilai %produk adalah 24,73), hingga penambahan 70 mL asam sulfat 20% yang menghasilkan % produk 37,95. Jika dibandingkan dengan pengaruh konsentrasi dimana volume yang lebih kecil digunakan, % produk yang dihasilkan relatif lebih tinggi meskipun masih di bawah 50%. Hal ini disebabkan perbandingan mol serbuk karat besi dengan asam sulfat hampir berdekatan yaitu 1:3,5.

Pengaruh Volume H₂O₂

Hidrogen peroksida (H₂O₂) berfungsi untuk mengoksidasi ion Fe²⁺ menjadi Fe³⁺, sehingga dengan semakin meningkatnya jumlah hidrogen peroksida berarti semakin meningkat pula jumlah ion Fe³⁺ dan diharapkan menghasilkan senyawa besi (III) sulfat yang semakin meningkat. Persen produk dengan variasi volume hidrogen peroksida ditunjukkan pada Gambar 6

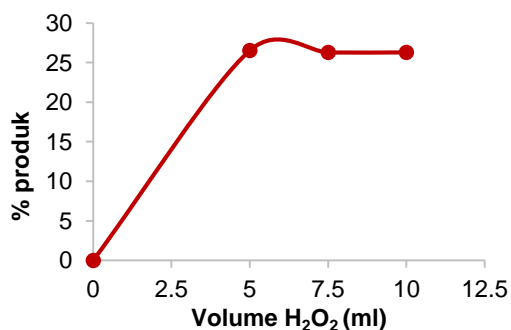


Gambar 6. Pengaruh H₂O₂ terhadap %produk

Gambar 6 menunjukkan bahwa penambahan 10 ml, 15mL, dan 20 mL hidrogen peroksida menghasilkan % produk yang hampir sama. Dimana hasilnya adalah 25,87%, 27,67%, dan 27,68 %. Ini berarti dengan

penambahan 10 mL H₂O₂ 10% sudah mampu mengoksidasi Fe²⁺ menjadi Fe³⁺, sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis senyawa besi (III) sulfat dengan penambahan 15 mL dan 20 mL H₂O₂ 10% tidak menunjukkan peningkatan yang signifikan. Untuk itu, dengan bahan karat besi yang sama, penelitian dilakukan dengan penambahan H₂O₂ 10% sebanyak 5 mL, 7,5 mL, dan 10 mL ke dalam 3,0 gram besi berkarat dan 50 mL asam sulfat 20%.

Persen produk yang dihasilkan antara lain mencapai 26,53 %, untuk penambahan 5 mL, 26,29% untuk 7,5 mL dan 26,31% untuk 10 mL sehingga pada penambahan sebanyak 5,0 mL larutan H₂O₂ didapatkan kondisi maksimum yang mencapai 26,53% (Gambar 7). Sehingga dapat disimpulkan bahwa volume hidrogen peroksida yang diperlukan untuk mengoksidasi Fe²⁺ menjadi Fe³⁺ cukup 5 mL untuk menghasilkan produk sebesar 26,53% dengan rendemen 94%.



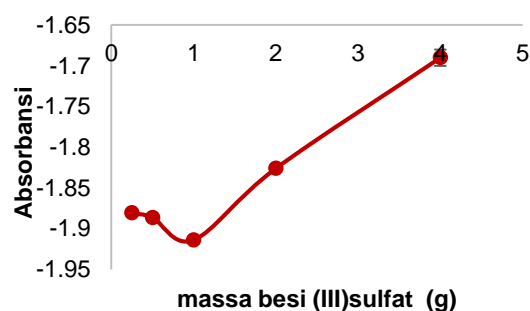
Gambar 7. Pengaruh H₂O₂ terhadap %produk

Karakteristik Senyawa Besi (III) Sulfat

Karakteristik besi (III) sulfat yang dihasilkan berwarna putih abu-abu terang, dengan titik leleh 175°C dan mengikat 5 molekul air (H₂O). Sehingga mempunyai rumus kimia Fe₂(SO₄)₃.5H₂O dengan nama besi (III) sulfat penta hidrat. Senyawa ini mempunyai bentuk kristal struktur rombis (Pass *et al.*, 1974; Vogel, 1985) serta dapat mengadsorpsi pewarna merah dengan jumlah penambahan

besi (III) sulfat ke dalam 100 mL larutan pewarna terhadap absorbance dengan menggunakan spektrofotometer.

Gambar 8 menunjukkan bahwa pada penambahan 1,0 g besi (III) sulfat ke dalam 100 mL larutan pewarna menghasilkan Absorbansi terendah. Menurut hukum Beer bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi pewarna (Olsen, 1986) . Sehingga penambahan 1,0 g besi (III) sulfat menunjukkan kondisi optimal untuk mengadsorpsi pewarna dalam volume 100 mL larutan setelah kontak selama 1 jam dengan pengadukan 425 rpm. Pada aplikasinya besi(III) sulfat mampu mengadsorpsi pewarna tekstil pada pH 7 dengan penambahan 1,0 g /L dengan efisiensi sekitar 80% (Köse *et al.*, 2016).



Gambar 8. Pengaruh massa besi (III) sulfat terhadap absorbansi

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa peningkatan konsentrasi asam sulfat menghasilkan peningkatan % produk. Penambahan 100 mL larutan asam sulfat 50% ke dalam 3,0gram karat besi menghasilkan % produk dengan efisiensi mencapai 30,34%. Pengaruh volume H₂O₂ 10% kurang signifikan karena pada penambahan 5mL, 10mL, dan 15 mL H₂O₂ 10% ke dalam larutan 50 mL asam sulfat 20% terhadap 3,0 gram karat besi menunjukkan hasil yang samir sama yaitu 26,53% produk.

Karakteristik besi (III) sulfat mempunyai kristal berwarna putih abu-abu terang dengan rumus kimia $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Besi (III) Sulfat berbentuk kristal rombis dan bersifat higroskopis serta dapat digunakan untuk mengadsorpsi pewarna tekstil. Kondisi operasi maupun bahan baku dapat dijadikan pertimbangan untuk dapat menghasilkan % produk yang lebih baik lagi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai oleh Politeknik Negeri Bandung melalui Penelitian Pemula menggunakan dana PNBP dengan Surat Perjanjian No: 140.8/PL1.R7/PG.00.03/2020.

DAFTAR PUSTAKA

- Aladin, A., Syarif, T., & Wiyani, L. (2010). Pengolahan Serbuk Limbah Besi Menjadi Besi (III): Tinjauan Kinetika Model Quasi Steady State. *Reaktor*, 13(2): 74–80.
- Ennil Bektaş, T. (2017). Reduction dye in paint and construction chemicals wastewater by improved coagulation-flocculation process. *Water Science and Technology*, 76(10): 2816–2820.
- Indrasari, L. D. (2020). Pemberdayaan Masyarakat melalui Pemanfaatan Limbah Besi dalam pembuatan Produk “CIRCLE HANGER” sebagai Peningkatan Kesejahteraan Masyarakat dan Industri Kreatif yang Berdaya Saing. *In Society*, 1(1): 1–6.
- Köse, T. E., & Çalışkan Büroğul, N. (2016). Real textile wastewater reclamation using a combined coagulation/ flocculation/ membrane filtration system and the evaluation of several natural materials as flocculant aids. *Gazi University Journal of Science*, 29(3): 565–572.
- Megawati. (2004). Kinetika reaksi oksidasi fero sulfat menjadi feri sulfat. [Tesis]. Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Olsen, E. D. (1986). Analytical chemistry, fourth edition (Christian, Gary D.). *Journal of Chemical Education*, 63(11).
- Pass, G., Sutcliffe, H., Pass, G., & Sutcliffe, H. (1974). *Analytical Chemistry. Practical Inorganic Chemistry*. Springer, Netherlands (pp. 39–48).
- Risdianto, D. (2007). Optimisasi Proses Koagulasi Flokulasi untuk Pengolahan Air Limbah Industri Jamu (Studi Kasus PT. Sido Muncul). [Thesis]. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Rönholm, M. R., Wärnå, J., Salmi, T., Turunen, I., & Luoma, M. (1999). Kinetics of oxidation of ferrous sulfate with molecular oxygen. *Chemical Engineering Science*, 54(19): 4223–4232.
- Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001. (2001). *Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001*, RI, Jakarta.
- Vogel, A. I. (1985). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. In Edisi Ke-5*, Kalman Media Pusaka, Jakarta.
- Walker, R. (1993). Principles and prevention of corrosion. *Materials & Design*, 14(3): 207.
- Zahrim, A. Y., Tizaoui, C., & Hilal, N. (2011). Coagulation with polymers for nanofiltration pre-treatment of highly concentrated dyes: A review. *Desalination*, 266(1–3): 1–16.