

Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi Pembuatan FeSO₄ Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₂O₃ dari Limbah Besi Bubut

*Effect of Temperature and Time of Reaction Of FeSO₄
Synthesis and Characterization Of Fe₂O₃ Nanoparticles from Lathe Iron Waste*

Kriscylla Sekar Arum¹, Dewi Astuti Herawati^{2*}

^{1,2}Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Setia Budi, Surakarta
Jln. Letjen Sutoyo-Mojosongo Surakarta-57127 Telp. 0271-852578

*Corresponding Author: dewitkusb@gmail.com

ABSTRAK: Industri besi bubut menghasilkan limbah besi bubut sekitar 3-5 kg/bulan yang menimbulkan dampak negatif terhadap pencemaran lingkungan. Namun limbah besi bubut juga mempunyai potensi sebagai bahan baku pembuatan ferro sulfat dan pembuatan ferro oksida. Sintesis ferro sulfat dilakukan dengan mencampurkan limbah besi bubut dengan asam sulfat 25% dengan variasi suhu (50; 60; 70)°C dan waktu (5; 10; 15) menit. Proses sintesis ferro oksida dilakukan dengan mencampurkan kristal ferro sulfat yang telah terbentuk dengan NaOH dan kemudian di karakterisasikan menjadi nanopartikel dengan analisis SEM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penelitian menghasilkan ferro sulfat dari uji kualitatif. Suhu dan waktu terbaik pada proses sintesis ferro sulfat yaitu pada suhu 70°C dan waktu 15 menit dengan nilai rendemen 7,52%. Hasil pengukuran analisis SEM terhadap ferro oksida rerata dari 3 sampel diperoleh ukuran 39,1 nm.

Kata kunci : ferro oksida, ferro sulfat, limbah besi bubut, nanopartikel

ABSTRACT: The lathe industry produces 3-5 kg / month of lathe iron waste which has a negative impact on environmental pollution. However, iron lathe waste also has potential as a raw material for making ferrous sulfate and for making ferrous oxide. The synthesis of ferrous sulfate is carried out by mixing the lathe iron waste with 25% sulfuric acid with a variation of temperature (50; 60; 70) °C and time (5; 10; 15) minutes. The process of ferrous oxide synthesis is carried out by mixing ferrous sulfate crystals that have been formed with NaOH and then characterized into nanoparticles by SEM analysis. The results showed that the study produced ferrous sulfate from qualitative tests. The best temperature and time in the ferro sulfate synthesis process is at 70°C and 15 minutes with a yield of 7.52%. The results of SEM analysis measurements of the average ferrous oxide of 3 samples obtained a size of 39.1 nm

Keywords: ferrous oxide, ferrous sulfate, lathe iron waste, nanoparticles

1. PENDAHULUAN

Perkembangan industri di Indonesia mengalami peningkatan. Kegiatan industri akan selalu menghasilkan limbah baik berupa padat cair maupun gas. Limbah yang tidak mendapatkan penanganan yang baik akan berdampak negative terhadap lingkungan sekitarnya. Industri besi bubut

menghasilkan limbah padat pada proses produksinya. Limbah padat tersebut berupa serbuk besi dari pembentukan barang logam sebesar 3-5 kg/bulan, dimana limbah besi mencemari lingkungan sangat besar. Limbah serbuk besi apabila tidak mendapatkan penanganan dan langsung dibuang akan

mengakibatkan pencemaran pada lingkungan yang parah.

Contoh dari logam yang ada pada limbah bubut memiliki sifat-sifat penggunaan teknis tertentu dan dapat diperoleh dalam jumlah yang cukup adalah besi, tembaga, seng, timah, timbel nikel, alumunium, magnesium. Besi dalam bidang keteknikan adalah besi teknis, bukan besi murni, karena besi murni (Fe) tidak memenuhi pernyataan teknik. Persyaratan teknik adalah kekuatan bahan, dan ketertahanan terhadap pengaruh luar (korosi, bahan kimia, suhu tinggi dan sebagainya) (Damayanti, 2011). Namun demikian limbah besi bengkel bubut mempunyai potensi sebagai bahan baku pembuatan ferro sulfat .(Sunardi, 2009).

Ferro sulfat (FeSO_4) dapat diperoleh dari besi bekas, yang bisa diambil dari limbah bengkel bubut. Bengkel bubut adalah industri yang menghasilkan produk berupa alat-alat pada kendaraan, misalnya seperti gigi rasio kendaraan, reamer karburator, bak kopling, dan lain-lain. Bengkel bubut ketika proses industrinya akan menghasilkan limbah yang berupa padatan yaitu berupa debu atau serbuk besi saat membentuk barang logam. Limbah serbuk besi dari proses pembuatan logam apabila tidak ditangani secara khusus dan langsung dibuang begitu saja ke lingkungan sekitar akan menyebabkan pencemaran lingkungan,

yang semakin lama akan semakin parah. Meninjau Lampiran II Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, dalam proses bubut besi maupun proses pengampelasan akan menghasilkan limbah yang berupa serbuk, limbah tersebut tergolong sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun yang berasal dari limbah sumber spesifik. Mengingat hal tersebut, limbah dari bubut besi yang merupakan limbah B3 harus dimanfaatkan menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat dan aman bagi lingkungan. Ferro sulfat biasanya diproduksi dari besi yang direaksikan dengan asam sulfat pada kondisi operasi tertentu. Contohnya seperti limbah bubut di *treatment* untuk disintesis menjadi Fe_2O_3 , karena Fe_2O_3 dapat digunakan sebagai penjernih air. (Faith, at al., 1975).

Metode penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya telah dipatenkan. Paten di US dengan nomor paten US patent 3760069 yaitu metode pembuatan ferro sulfat dari limbah besi bubut menggunakan tekanan, vakum dan temperature yang tinggi. Untuk mendapatkan hasil limbah besi bubut akan direaksikan dengan asam sulfat konsentrasi 10-90%. Untuk mengurangi konsentrasi asam sulfat antara 2-35%, memisahkan larutan dari besi yang tidak terkena asam. Menyaring larutan untuk memisahkan endapan dan melakukan pemurnian dengan menambahkan asam sulfat 35-45% untuk memperoleh kristal

ferro sulfat yang murni (Francis Joseph Mattia, S. A., 1973).

Proses degradasi menggunakan fotokatalis nano Fe_2O_3 sudah pernah dilakukan pada berbagai penelitian dengan perbedaan waktu dan jenis penyinarannya. Seperti pada penelitian yang pernah dilakukan oleh Ghazali dkk (2012), Fe_2O_3 digunakan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *remazol red* yang mendapatkan hasil pada kondisi optimum pH 7 sebesar 53,72%, dan hasil maksimum diperoleh pada waktu 60 menit, dengan presentasi sebesar 48,17. Katalis Fe_2O_3 memberikan presentasi degradasi sebesar 42,55%, hal ini lebih besar daripada presentasi degradasi katalis Fe_3O_4 yang hanya sebesar 3,72%. Penelitian lainnya yang telah dilakukan oleh Damayanti dkk (2011) menggunakan Fe_2O_3 -montmorillonit sebagai fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* dengan nilai efisiensi 53,55% dengan bantuan analisis SEM.

Penelitian ini bertujuan memanfaatkan limbah besi bubuk untuk mensintesis sekaligus karakterisasi Fe_2O_3 dengan mereaksikan FeSO_4 dengan NaOH. Penelitian dilakukan untuk mengetahui suhu dan waktu terbaik pada sintesis FeSO_4 dan nilai rendemen terbaik. FeSO_4 yang terbaik digunakan untuk menghasilkan nanopartikel Fe_2O_3 .

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Alat utama reaktor menggunakan beaker glass dengan pemanas menggunakan *magnetic stirrer hotplate*, dilengkapi termometer, filtrasi menggunakan kertas saring Whatman no 42, pengering dengan oven. Sonikasi menggunakan *Ultrasonic Bath*. Furnace untuk pencapaian suhu tinggi dan alat pengujian SEM.

Bahan penelitian berupa limbah serbuk besi bubuk, asam sulfat, larutan NaOH, PEG-4000, Natrium Sulfida, Kalium Ferri Sianida dan Kalium Ferro Sianida

2.2 Prosedur

Persiapan bahan baku

Membersihkan serbuk limbah besi dari kotoran menggunakan bensin, kemudian mencucinya dengan deterjen dengan air hingga benar-benar bersih. Serbuk besi bubuk diayak dengan ayakan 200 mesh.

Pembuatan Ferro Sulfat dari Limbah Besi Bubut

Menimbang serbuk besi yang telah dibersihkan dan diayak sebesar 10 g dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah berisi asam sulfat 100 ml dengan kadar 25% selama 50 menit. Memanaskan larutan menggunakan *magnetic stirrer hotplate* dengan variasi suhu (50; 60; 70)°C selama (5; 10; 15) menit. Selanjutnya disaring untuk memisahkan antara padatan dengan cairan ke dalam botol 50 ml. Filtrat yang dihasilkan dikeringkan pada suhu 100°C. Hasil pengeringan dimurnikan dengan air panas, mendinginkan sampai terbentuk

Kristal FeSO_4 . Kristal yang terbentuk disaring menggunakan kertas Whatman no 42 dan selanjutnya menghitung rendemennya. Uji Kualitatif adanya Ferro Sulfat:

- Larutan yang dihasilkan ditambahkan natrium sulfida, positif jika terbentuk endapan hitam.
- Larutan hasil ditambahkan kalium ferri sianida, positif jika terbentuk endapan biru prusian.
- Larutan hasil ditambahkan kalium ferro sianida, positif jika terbentuk endapan putih, karena pengaruh udara endapan berubah menjadi biru muda.

Pembuatan Ferro Oksida

3 sampel FeSO_4 yang terbentuk ((50, 60, 70)°C (15 menit)) sebanyak 10 M ditambahkan NaOH sebanyak (0,1; 0,2; 0,3) M sedikit demi sedikit sambil diaduk dengan *magnetic stirrer hotplate* pada kecepatan 1200 rpm hingga terbentuk presipitat. Kemudian hasilnya disaring menggunakan kertas saring Whatman no 42, kemudian dicuci dengan aquadest hingga NaOH menghilang. Endapan yang terbentuk dikalsinasi selama 5 jam pada suhu 150°C (dioven) akan menghasilkan warna coklat hitam. Terbentuklah Fe_2O_3 . Fe_2O_3 yang terbentuk dilarutkan ke dalam air panas dan disaring dalam keadaan panas. Hasil saringan ditambahkan PEG-4000 yang sebelumnya telah dilarutkan pada suhu 100°C. Penambahan PEG-

4000 pada perbandingan volume 1:5 terhadap Fe_2O_3 lalu diaduk dengan *magnetic stirrer hotplate* hingga homogen. Kemudian larutan di sonikasikan dengan *Ultrasonic Bath* pada suhu 65°C selama 3 jam. Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring, lalu dikeringkan dengan *furnace* pada suhu 350 °C selama 4 jam. Akan menghasilkan nanopartikel Fe_2O_3 . Sampel yang dihasilkan di uji SEM untuk mengetahui ukuran nanopartikel. Uji dilakukan di Laboratorium Fakultas Teknik Universitas Kristen Indonesia Jakarta.

2.3 Analisis Data

Rendemen FeSO_4 dihitung menggunakan rumus :

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Bobot hasil}}{\text{Bobot sampel}} \times 100\%$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Hasil Pengujian FeSO_4 Secara Kualitatif dan Kuantitatif

FeSO_4 yang dihasilkan pada penelitian ini dilakukan pengujian secara kuantitatif dengan menghitung rendemen maupun kualitatif. Pengujian secara kuantitatif diperlihatkan dalam Tabel 1. Tabel 1 menunjukkan bahwa Rendemen FeSO_4 tertinggi dihasilkan pada suhu reaksi 70°C dengan waktu 15 menit menghasilkan berat FeSO_4 sebanyak 20,9814 gram. Sedangkan Uji kualitatif menunjukkan ada tidaknya FeSO_4 diperlihatkan pada Tabel 2.

Tabel 1. Hasil Uji kuantitatif FeSO₄

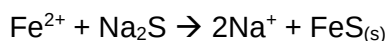
Σ limbah besi (g)	Σ H ₂ SO ₄ Ml	C H ₂ SO ₄ (%)	Suhu (°C)	Waktu pemanasan (menit)	Berat FeSO ₄ (g)	Rendemen t (%)
10,0308	75	25	50	5	20,0037	7,17
10,0040	75	25	50	10	20,0484	7,19
10,8689	75	25	50	15	20,8966	7,47
10,5901	75	25	60	5	20,1196	7,2
10,1234	75	25	60	10	20,375	7,3
10,0051	75	25	60	15	20,8393	7,47
10,4152	75	25	70	5	20,377	7,3
10,7019	75	25	70	10	20,4561	7,32
10,0021	75	25	70	15	20,9604	7,52

Tabel 2. Hasil Uji Kualitatif FeSO₄

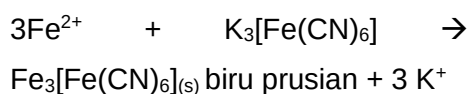
Hasil Penelitian	Pengujian	Hasil	Hasil Uji
Sampel	Natrium sulfida (Na ₂ S)	Hitam	Positif
Sampel	Kalium ferrisianida (K ₃ [Fe(CN) ₆])	Biru Prusian	Positif
Sampel	Kalium ferrosianida (K ₄ [Fe(CN) ₆])	Putih	Positif

Reaksi uji kualitatif Ferro Sulfat

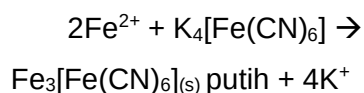
1. Larutan hasil + Natrium sulfat terbentuk endapan berwarna hitam. Reaksinya:



2. Larutan hasil + kalium ferrisianida terbentuk endapan berwarna biru Prusian. Reaksinya :



3. Larutan hasil + kalium ferrosianida terbentuk endapan putih. Reaksinya :



Dari hasil ketiga uji kualitatif menunjukan bahwa hasil penelitian menghasilkan ferro sulfat (FeSO₄).

3.2. Pengaruh Suhu dan Waktu terhadap Sintesis Ferro Sulfat dari Limbah Besi bubut

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pengaruh suhu dan waktu terhadap reaksi sintesis ferro sulfat pada gambar 1, menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu dan lamanya waktu proses serta lamanya reaksi, maka semakin besar hasil rendemennya. Hal ini dikarenakan dengan adanya kenaikan suhu dan lamanya waktu akan sangat mempengaruhi proses. Molekul yang bergerak pun lebih cepat sehingga tumbukan molekul satu sama lain lebih sering, serta persentasi hasil tumbukan dalam sebuah reaksi kimia lebih luas karena prosentasi molekul memiliki energi aktivasi (Setyawardani, D A dkk.,2005). Pada gambar 1 kristal ferro sulfat paling banyak di suhu 70°C dengan waktu 15 menit dan rendemen pada ferro sulfat tersebut maksimal. Rendemen ferro sulfat pada suhu 50°C dan suhu 60°C dengan waktu 15 menit tidak maksimal

karena dalam waktu yang lama dan suhu yang tinggi mengakibatkan ion Fe^{2+} teroksidasi menjadi Fe^{3+} yang ditandai dengan warna kuning kecoklatan.



Gambar 1. Hasil percobaan suhu dan waktu reaksi ferro sulfat

Rendemen Sintesis Ferro Sulfat dari Limbah Besi Bubut

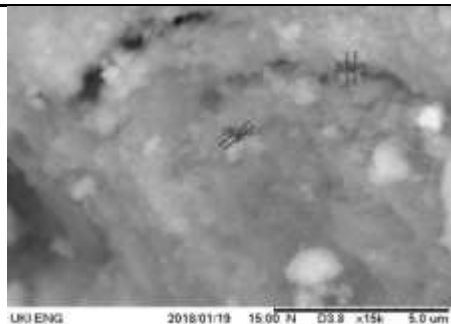
Dari percobaan yang dilakukan rendemen ferro sulfat sebesar 7,47%. Hal ini dikarenakan suhu tinggi dengan lama waktu proses dan kontak reaksinya juga semakin lama sehingga kristal ferro sulfat yang dihasilkan semakin banyak.

Analisis Karakterisasi Nanopartikel Ferro Oksida

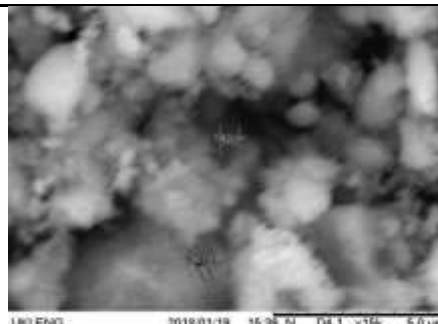
Nanopartikel ferro oksida dianalisis ukurannya dengan SEM. SEM yaitu digunakan untuk mengetahui ukuran partikel. Berikut hasil SEM dari nanopartikel ferro oksida

Tabel 3. Hasil karakterisasi SEM Nanopartikel Fe_2O_3

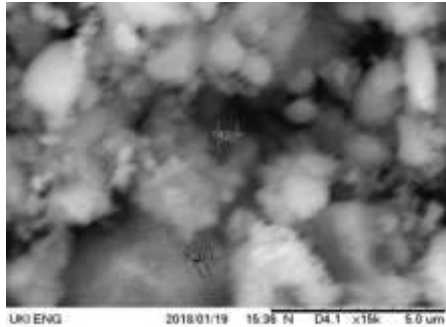
No.	SAMPLE	APPLIED TEST	EQUIPMENT	STD TEST METHOD	RESULT
1	Sampel 1	Observation & measure crystal size	Scanning Electron Microscope (SEM)	Ref	Average of crystal size is 18,2 μm
2	Sampel 2	Observation & measure crystal size	Scanning Electron Microscope (SEM)	Ref	Average of crystal size is 39,1nm
3	Sampel 3	Observation & measure crystal size	Scanning Electron Microscope (SEM)	Ref	Average of crystal size is 33,1nm



Gambar 2. Hasil SEM sampel 1



Gambar 3. Hasil SEM sampel 2



Gambar 4. Hasil SEM sampel 3

Dari Gambar 3 diatas menunjukkan foto SEM dari nanopartikel Ferro Oksida. Nanopartikel yang terbentuk terpisah satu dengan yang lainnya. Hasil endapan yang diperoleh pada proses ini berupa padatan serbuk. Pada gumpalan serbuk tersebut terlihat adanya partikel-partikel putih, yang diasumsikan sebagai nanopartikel Ferro Oksida. Keragaman nanopartikel Ferro Oksida yang diperoleh dari tiga sampel dengan kondisi optimal. Akan tetapi pada kondisi reaksi pada Gambar 4 terlihat bahwa adanya sebaran partikel-partikel putih yang merupakan partikel nanopartikel Ferro Oksida dengan ukuran terkecil. Hal ini menunjukkan bahwa jarak tiap nanopartikel Fe_2O_3 yang terbentuk adalah seragam. Pada Gambar 2 analisis yang dilakukan menghasilkan mikro tidak nano hal ini dikarenakan pada saat memfurnace kurang lama, mengakibatkan serbuk tidak membentuk nano sempurna.

Analisis morfologi dan ukuran partikel pada 3 sampel dilakukan dengan SEM. Foto SEM di ambil untuk masing-masing produk Fe_2O_3 dapat ditinjau dari perbesaran masing-masing, maka dapat

disimpulkan bahwa nanopartikel Fe_2O_3 dapat disintesis dengan metode sederhana. Pada analisis ini diperoleh ukuran partikel 18,2 μm ; 39,1 nm; 31,33 nm. Maka rerata ukuran partikel yang diperoleh adalah 39,1 nm

4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa: Dari hasil ketiga uji kualitatif menunjukkan bahwa hasil penelitian menghasilkan ferro sulfat (FeSO_4); Kondisi terbaik untuk suhu dan waktu pada proses sintesis ferro sulfat adalah suhu 70°C dengan waktu 15 menit.; Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis ferro sulfat dari limbah besi bubuk mencapai rendemen sebesar 7,52%. Rerata hasil pengukuran nanopartikel dari 3 sampel Fe_2O_3 diperoleh sebesar 39,1 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Abiding, Z., Sunardi. 2009. Yogyakarta "Air Borne Quality Based on the Lead Particulate Concentration. *Indo j chem*: 9(3), 425-431.
- Agus Imam Ghozali A. I, Sugiyo W, Latifah L , 2012, Fotodegradasi Zat Warna Remazol Red Menggunakan Katalis $\text{Fe}_2\text{SO}_3/\text{Fe}_3\text{O}_4$ Core Shell Nanostruktur , *Indonesian Joournal Of Chemical Sciene*, Vol 1 No 1
- Damayanti, D. A., 2011, Evaluasi Kandungan Logam Berat Pb, Fe dan Cd Dalam Sedimen Air Sungai Bengawan Solo Di Sekitar Kawasan Industri Jurug Surakarta. Skripsi. Universitas Muhammadiyah Surakarta. Surakarta.

- Faith, W., L., Keyes, D., B., and Clark. R., L., 1975, *Industrial Chemistry*, John Wiley and Sons, London.
- Francis Joseph Mattia, S., A. 1973. *Metode Pembuatan Ferro Sulfat dari Limbah Besi Bubut Menggunakan Tekanan, Vakum, dan Temperatur Tinggi*. US. 3760069.
- (1999) Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomer 85 tentang Perubahan Atas Peraturan Pemerintah Nomer 18 Tahun 1999 Tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun
- Setyawardhani, D. A. Yoenitasari, Wahyuningsih S., 2005. Kinetika Reaksi Esterifikasi Asam Formiat dengan Etanol pada Variasi Suhu dan Konsentrasi Katalis. *Jurnal EKUILIBRIUM*. Vol. 4(2). pp. 64-70