

PENGARUH KONSENTRASI HCl TERHADAP SINTESIS KOAGULAN FERI KLORIDA SEBAGAI UPAYA PENANGGULANGAN LIMBAH LOGAM Fe PASCA REGENERASI PROSES ADSORPSI

THE EFFECT OF HCl CONCENTRATION ON THE SYNTHESIS OF FERRIC CHLORIDE COAGULANT AS A MANAGEMENT MEASURES OF METAL Fe WASTE POST- REGENERATION OF ADSORPTION PROCESS

Dheanti Rizky Amelia^{1*}, Fitriyana¹

¹Program Studi Petro dan Oleo Kimia, Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda
Jl. Dr. Ciptomangunkusumo Kampus Gunung Panjang, Samarinda, Indonesia

*email : dheantirizky@gmail.com

(Received: 30 April 2021; Reviewed: 8 Juni 2021; Accepted: 19 Juni 2021)

Abstrak

Ion besi yang larut di dalam air dengan konsentrasi melebihi standar lingkungan, apabila dikonsumsi, akan terakumulasi menjadi racun yang berbahaya. Adsorpsi merupakan salah satu metode pengolahan yang sering kali digunakan untuk mengurangi jumlah besi terlarut, namun proses regenerasi adsorben menyisakan produk samping berupa Fe terlarut yang dapat berbahaya bila dibuang kembali ke lingkungan. Salah satu alternatif untuk mengolah hasil regenerasi Fe terlarut ini adalah mengoksidasi serta mensintesisnya dengan HCl menjadi koagulan feri klorida (koagulan FeCl_3). Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh konsentrasi HCl dan menentukan kondisi optimum sehingga dapat menghasilkan produk berupa koagulan FeCl_3 . Larutan simulasi dibuat dari padatan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 50 g, kemudian dilarutkan dengan *aquadest*. Setelah itu, ditambahkan NaOH 1 N sebanyak 80 ml hingga larutan berubah warna. Larutan akan dipanaskan selama 2 jam, kemudian ditambahkan HCl sebanyak 15 ml dengan variasi konsentrasi 28%, 30%, 32%, 34% dan 36%. Sampel akan dianalisis dengan Spektrofotometer *Uv-Visible*. Kondisi terbaik diperoleh pada variasi penambahan HCl 32% dengan konsentrasi maksimum koagulan sebesar 143,426 ppm.

Kata kunci: Fe, koagulan feri klorida, konsentrasi HCl, oksidasi, sintesis

Abstract

Iron ion which dissolves in the water with concentration that exceeds environmental standards, when consumed, will accumulate into a harmful poison. Adsorption is one of the processing methods that is often used to reduce the amount of dissolved iron in the water, but the adsorbent regeneration process leaves a soluble Fe as a byproduct which can be dangerous when discharged back into the environment. An alternative solution to process the dissolved Fe is to oxidize and synthesize it with HCl into a ferric chloride coagulant (FeCl_3 coagulant). The purpose of this research is to know the effects of HCl concentrations and to determine the optimum conditions to produce a FeCl_3 coagulant. The simulation solution was made of 50 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, then dissolved with *aquadest*. After that, 80 ml NaOH 1 N solution was added until the color of the solution changed. The solution was heated for 2 hours, then 15 ml HCl was added with concentration variations of 28%, 30%, 32%, 34%, and 36%. The sample was analyzed using *Uv-Visible Spectrophotometer*. The best condition was obtained at a variation of 32% HCl addition with a coagulant maximum concentration of 143.426 ppm.

Keywords: Concentration of HCl, Fe, ferric chloride coagulant, oxidize, synthesize

1. PENDAHULUAN

Besi termasuk dalam jenis logam berat esensial, di mana keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh makhluk hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun (Yudo, 2006). Logam tersebut diketahui dapat berkumpul di dalam tubuh suatu organisme dan tetap tinggal dalam tubuh dalam jangka waktu yang lama sebagai racun yang terakumulasi. Salah satu metode pengolahan yang sering kali digunakan untuk mengurangi jumlah besi terlarut adalah dengan metode adsorpsi, karena metode ini dianggap mudah dan cukup efektif. Kelebihan penggunaan adsorben adalah adanya proses regenerasi untuk meningkatkan kinerja adsorben yang digunakan. Namun, proses regenerasi menyisakan produk samping berupa Fe yang dapat berbahaya bila dibuang kembali ke lingkungan.

Pada penelitian terdahulu yakni penelitian Nurhidayah dkk. (2015), hanya meneliti cara peningkatan kembali kinerja adsorben dengan cara regenerasi. Nurhidayah dkk. (2015) menggunakan bahan baku yakni air sumur artifisial. Variabel yang divariasikan pada penelitian yakni ukuran media adsorben, massa adsorben, dan waktu aliran. Kondisi dan hasil terbaiknya adalah ukuran media adsorben optimum 20 mesh, massa adsorben sebesar 30 gram, dan waktu aliran regenerasi optimum 3 menit, dapat menjerap Fe sebesar 1,2 mg/L dari konsentrasi awal 1,5 mg/L menjadi 0,3 mg/L. Konsentrasi jenuh setelah regenerasi adalah 1,567 mg/L. Adsorben yang digunakan adalah sekam padi. Belum dilakukan sebuah penelitian mengenai bagaimana cara mengolah hasil samping regenerasi berupa Fe terlarut ini lebih lanjut. Dapat dilakukan sebuah cara untuk memperbaiki kelemahan penelitian Nurhidayah dkk. (2015) dengan cara mengolah kembali Fe sebagai bahan baku pembuatan koagulan feri klorida atau koagulan FeCl_3 yakni koagulan berbasis logam yang bernilai ekonomis. Koagulan berbasis logam sudah dikenal dan digunakan secara luas dalam pengolahan air. Garam besi akan membentuk gelatin hidroksida logam yang mampu mengendapkan partikel koloid (Corbitt, 2004). Selain itu ion logam dalam koagulan akan bereaksi dengan protein virus dan menghancurkan virus yang terkandung dalam air (Manahan, 2000).

Penelitian mengenai sintesis koagulan ini pernah dilakukan oleh Sunardi, dkk (2015) menggunakan bahan baku dari *scrap* besi bengkel bubuk. Variabel yang divariasikan adalah konsentrasi HCl dan waktu pemanasan. Kondisi terbaiknya, yakni massa limbah *scrap* besi sebesar 10 gram, konsentrasi HCl sebesar 32% dan waktu reaksi selama 2 jam. Hasil terbaik yang diperoleh yakni koagulan dengan konsentrasi sebesar 28,60%. Penelitian ini akan dilakukan dengan kondisi seperti penelitian Sunardi, dkk (2015), namun menggunakan bahan baku yang berbeda. Bahan baku yang digunakan berupa Fe^{2+} terlarut hasil regenerasi proses adsorpsi (artifisial), dengan memvariasikan konsentrasi HCl untuk meningkatkan kadar produk koagulan yang dihasilkan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh konsentrasi HCl dan menentukan kondisi optimum sehingga dapat menghasilkan produk berupa koagulan feri klorida. Produk yang terbentuk akan digunakan sebagai koagulan dalam proses penjernihan air.

2. METODOLOGI

2.1 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam percobaan adalah larutan HCl, larutan NaOH 1 N, padatan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, larutan HNO_3 4 N, larutan KCSN 10%, larutan AgNO_3 , larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, ammonia (NH_3), adsorben kulit pisang, limbah elektroplating, larutan H_2SO_4 , reduktor, *aquadest*. Alat yang digunakan dalam percobaan adalah *waterbath*, spatula, kaca arloji, gelas kimia, labu ukur, tabung reaksi, pipet volume, pipet ukur, pipet tetes, erlenmeyer, neraca analitik, *bulp*, *shaker*, kertas saring, spektrofotometer *Uv-Visible*.

2.3 Preparasi Larutan Percobaan

Menimbang padatan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,05 gram, lalu melarutkan padatan dengan *aquadest* ke dalam labu ukur 500 mL. Kemudian, memipet larutan sebanyak 100 mL dan memasukkan ke dalam erlenmeyer 500 mL (untuk setiap variasi).

2.4 Sintesis Koagulan feri klorida (Koagulan Feri Klorida)

Menambahkan 80 mL larutan NaOH 1 N ke dalam larutan sampel hingga larutan berwarna kuning jernih. Memanaskan larutan tersebut menggunakan *waterbath* dengan waktu 2 jam dalam keadaan terbuka hingga terbentuk endapan berwarna coklat-kemerahan. Lalu, menambahkan 15 mL

larutan HCl dengan konsentrasi bervariasi yakni 28%, 30%, 32%, 34%, 36% sebagai variabel berubah hingga larutan berwarna kuning jernih.

2.5 Analisis Produk

2.5.1 Analisa Kualitatif Keberadaan Ion Fe^{3+}

Mengambil larutan sampel 5 mL dan memasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu meneteskan larutan dengan larutan KSCN hingga larutan berubah warna. Mengambil larutan sampel 5 mL dan memasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu meneteskan larutan dengan larutan NaOH hingga terbentuk endapan dan berubah warna.

2.5.2 Analisa Kualitatif Keberadaan Ion Cl^-

Mengambil larutan sampel 5 mL dan memasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu meneteskan larutan dengan larutan AgNO_3 hingga terbentuk endapan. Mengambil larutan sampel 5 mL dan memasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu meneteskan larutan dengan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ hingga terbentuk endapan.

2.5.3 Analisa Konsentrasi Fe dalam FeCl_3

Pengujian dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis (SNI 6989.80-2011) sebagai berikut:

2.5.3.1 Pembuatan Larutan Standar FeCl_3 100 ppm

Menimbang 0,01 gram padatan FeCl_3 dan melarutkannya dengan sedikit akuades, lalu memasukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml dan menambahkan *aquadest* sampai tanda batas.

2.5.3.2 Pembuatan Blanko

Memipet 2 ml larutan HNO_3 4 N menggunakan pipet ukur 5 ml kemudian memasukkannya ke dalam labu ukur 50 ml (didiamkan selama ± 5 menit). Setelah itu, memipet 2 ml larutan KSCN 10% menggunakan pipet ukur 5 ml kemudian memasukkannya ke dalam larutan yang telah didiamkan sebelumnya. Terakhir, mengencerkan larutan dengan menambahkan sedikit demi sedikit *aquadest* sampai tanda batas, lalu mengocoknya perlahan hingga homogen.

2.5.3.3 Pembuatan Larutan Standar FeCl_3

Mengukur 2,5 ml, 5 ml, 7,5 ml, 10 ml, dan 12,5 ml larutan standar FeCl_3 100 ppm menggunakan buret 50 ml kemudian memasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 50 ml. Selanjutnya, memipet 2 ml larutan HNO_3 4 N menggunakan pipet ukur 5 ml, kemudian memasukkannya ke dalam labu ukur 50 ml yang telah diisi larutan standar (didiamkan selama ± 5 menit). Lalu, memipet 2 ml larutan KSCN 10% menggunakan pipet ukur 5 ml dan memasukkannya ke dalam larutan yang telah didiamkan sebelumnya. Terakhir, menambahkan *aquadest* hingga tanda batas dan menghomogenkannya, sehingga diperoleh konsentrasi larutan standar FeCl_3 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm.

2.5.3.4 Pengompleksan Larutan Sampel

Memipet 5 ml sampel (koagulan FeCl_3) dan memasukkannya ke dalam labu ukur 50 ml (setiap variasi). Kemudian, memipet 2 ml larutan HNO_3 4 N menggunakan pipet ukur 5 ml dan memasukkannya ke dalam labu ukur 50 ml (didiamkan selama ± 5 menit). Selanjutnya, memipet 2 ml larutan KSCN 10% menggunakan pipet ukur 5 ml kemudian memasukkannya ke dalam larutan yang telah didiamkan sebelumnya. Terakhir, menambahkan *aquadest* sedikit demi sedikit hingga tanda batas dan menghomogenkannya.

2.5.3.5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis yang akan mengukur nilai panjang gelombang dan absorbansi maksimum larutan blanko dan larutan standar tertinggi.

2.5.3.6 Analisa Larutan Standar FeCl₃

Larutan blanko dan seluruh larutan standar akan diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan mengatur panjang gelombang maksimum yang telah didapatkan saat menentukan panjang gelombang maksimum larutan standar tertinggi. Setelah didapatkan nilai absorbansinya, maka selanjutnya adalah membuat grafik regresi linier larutan standar.

2.5.3.7 Analisa Sampel (Koagulan FeCl₃)

Mengukur nilai absorbansi seluruh larutan sampel dengan menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis dengan mengatur panjang gelombang maksimum yang telah didapatkan saat menentukan panjang gelombang maksimum larutan standar tertinggi. Setelah didapatkan nilai absorbansinya, maka selanjutnya menentukan konsentrasi larutan menggunakan persamaan dari grafik regresi linier larutan standar.

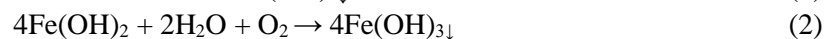
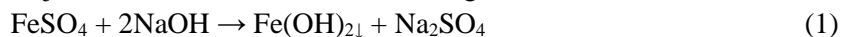
2.5.4 Proses Regenerasi dan Pengaplikasian Koagulan Feri Klorida terhadap Limbah Elektroplating

Untuk melakukan pembuatan koagulan feri klorida langsung dari limbah regenerasi (tanpa menggunakan larutan simulasi), maka dilakukan pencucian terhadap adsorben kulit pisang terlebih dahulu dengan mengontakkan 40 g adsorben dan HCl 0,01 N selama 60 menit di dalam *shaker* 100 rpm, kemudian melakukan penyaringan dan filtrat akan diberi perlakuan yang sama seperti membuat koagulan feri klorida menggunakan larutan simulasi. Setelah itu, koagulan feri klorida dapat diaplikasikan sebagai koagulan pada limbah, misalnya limbah elektroplating. Setelah limbah ditambahkan larutan H₂SO₄, reduktor, koagulan, larutan NaOH hingga larutan berubah warna menjadi hijau lumut, kemudian diaduk selama 15 menit. Larutan didiamkan, maka akan terbentuk 2 lapisan.

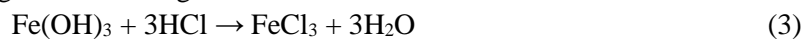
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis Koagulan Feri Klorida

Sintesis Fe²⁺ terlarut dari hasil regenerasi proses adsorpsi (larutan simulasi dari padatan FeSO₄.7H₂O) yang telah diendapkan dan dioksidasi, akan membentuk senyawa FeCl₃ dengan bentuk fisik cair dan berwarna kuning jernih yang dapat digunakan menjadi koagulan. Reaksi oksidasi yang terjadi saat Fe²⁺ teroksidasi menjadi Fe³⁺ (Svehla, 1990) adalah sebagai berikut:



Sintesis Fe³⁺ menjadi koagulan feri klorida terjadi setelah penambahan larutan asam klorida pekat (Sharma and Baboo, 2005) dengan reaksi sebagai berikut:



3.2 Uji Kualitatif

Uji kualitatif dilakukan untuk membuktikan bahwa larutan hasil sintesis mengandung Fe³⁺ dan Cl⁻ yang diidentifikasi dengan cara mereaksikan larutan hasil sintesis dengan beberapa larutan pereaksi. Uji terhadap adanya ion Fe³⁺ dan ion Cl⁻ (Svehla, 1990) dapat terlihat pada Tabel 1 dan Tabel 2 di bawah ini:

Tabel 1. Uji keberadaan ion Fe³⁺

Perlakuan	Reaksi	Identifikasi
Koagulan + larutan KSCN	$\text{Fe}^{3+} + 3\text{SCN}^- \rightarrow \text{Fe(SCN)}_3$	Positif adanya ion Fe ³⁺ (warna larutan merah-tua).
Koagulan + larutan NaOH	$\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Fe(OH)}_3\downarrow_{\text{coklat}}$ kemerahan	Positif adanya ion Fe ³⁺ (terbentuk endapan berwarna coklat kemerahan)

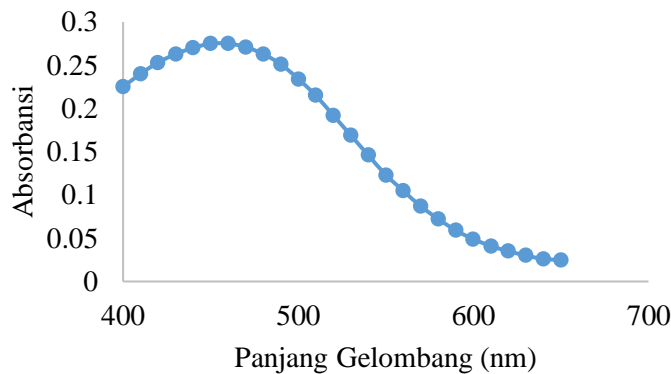
Tabel 2. Uji keberadaan ion Cl⁻

Perlakuan	Reaksi	Identifikasi
Koagulan larutan AgNO ₃	+ Cl ⁻ + AgNO ₃ → AgCl _↓ putih + NaNO ₃	Positif adanya ion Cl ⁻ (terbentuk endapan berwarna putih dan seperti dadih)
Koagulan larutan Pb(NO ₃) ₂	+ 2Cl ⁻ + Pb(NO ₃) ₂ → PbCl _{2↓} putih + 2NaNO ₃	Positif adanya ion Cl ⁻ (terbentuk endapan berwarna putih)

Dari hasil analisa kualitatif yang tercantum pada Tabel 1 dan Tabel 2, dapat disimpulkan bahwa telah terbentuk FeCl₃ dari hasil sintesis.

3.3 Uji Kuantitatif

Analisa kuantitatif bertujuan untuk mengetahui kadar/konsentrasi suatu senyawa di dalam larutan. Hasil sintesis koagulan feri klorida dianalisis secara kuantitatif dengan menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible* (UV-Vis). Saat melakukan uji kuantitatif menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible* (UV-Vis), pertama-tama yang dilakukan yakni membuat kurva spektrum yang bertujuan untuk menentukan panjang gelombang maksimum dari larutan standar FeCl₃ yang akan digunakan untuk menganalisa larutan koagulan feri klorida. Kurva spektrum dapat dilihat pada Gambar 1 di bawah ini.

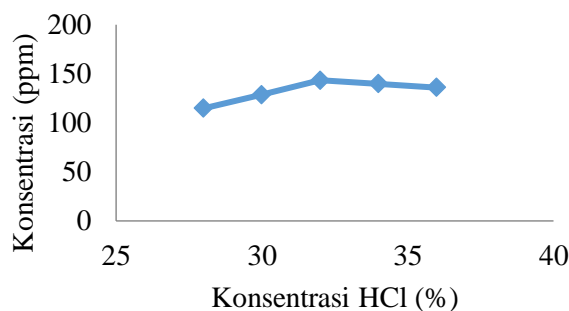


Gambar 1. Kurva spektrum kompleks Fe(SCN)₃

Berdasarkan Gambar 1 diperoleh panjang gelombang maksimum sebesar 460 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0.275. Larutan koagulan feri klorida yang direaksikan dengan KSCN membentuk larutan berwarna orange kemerahan sampai merah tua, dengan reaksi sebagai berikut:



Setelah menentukan panjang gelombang maksimum, maka dapat dilakukan penentuan konsentrasi koagulan feri klorida. Konsentrasi koagulan feri klorida dengan pengaruh konsentrasi HCl tercantum pada Gambar 2 di bawah ini.



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap konsentrasi koagulan feri klorida

Dari Gambar 2, tampak bahwa konsentrasi HCl memiliki pengaruh terhadap konsentrasi koagulan feri klorida yang terbentuk. Pada saat penambahan HCl dengan konsentrasi 28%, konsentrasi koagulan feri klorida yang terbentuk sebesar 114,772 ppm. Ketika konsentrasi HCl ditambahkan menjadi 30%, konsentrasi koagulan feri klorida yang terbentuk pun bertambah menjadi 128,611 ppm. Konsentrasi koagulan feri klorida yang terbentuk mencapai titik optimum pada saat konsentrasi HCl yang direaksikan sebesar 32% yakni sebesar 143,426 ppm.

Pada saat konsentrasi HCl ditambahkan, molekul-molekul yang bereaksi akan semakin banyak, sehingga feri klorida yang terbentuk akan semakin banyak pula (Sunardi, Prasadja, M. E., Sembiring, 2015). Namun, terjadi penurunan konsentrasi koagulan feri klorida ketika konsentrasi HCl ditambahkan menjadi 34% yakni menjadi 139,722 ppm dan konsentrasi koagulan feri klorida semakin turun ketika konsentrasi HCl sangat pekat yakni 36%, sebesar 136,019 ppm. Hal ini dapat disebabkan karena konsentrasi HCl yang tinggi memungkinkan feri klorida berikatan lagi dengan ion Cl^- yang berlebih, membentuk kompleks FeCl_4^- dengan ciri fisik yang sama dengan FeCl_3 yaitu larutan yang berwarna kuning jernih. Reaksinya dapat terlihat seperti di bawah ini (House, 2008):



3.4 Pengaplikasian Koagulan Feri Klorida terhadap Limbah Elektroplating

Pengaplikasian ini dilakukan bertujuan untuk membuktikan bahwa koagulan feri klorida yang dibuat dari hasil regenerasi adsorben kulit pisang dapat diaplikasikan pada limbah. Limbah yang telah ditambahkan koagulan membentuk 2 lapisan, yaitu flok yang mengendap di dasar dan limbah yang semula berwarna coklat kekuningan berubah menjadi bening seperti yang terlihat pada Gambar 3 di bawah ini. Kation Fe pada koagulan mampu menetralkan muatan negatif polutan yang berbentuk koloid yang terdapat pada air limbah, sehingga koloid mulai membentuk flok yang menyebabkan sedimentasi, kemudian terpisah dari air dan membuat air menjadi jernih (Barrera-Díaz, Balderas-Hernández and Bilyeu, 2018). Ini membuktikan bahwa koagulan feri florida dari limbah hasil regenerasi dapat diaplikasikan pada limbah elektroplating.



Gambar 3. Limbah elektroplating setelah diaplikasikan koagulan feri klorida

4. KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat disimpulkan dari penelitian ini adalah bahwa konsentrasi HCl mempengaruhi proses sintesis koagulan feri klorida, semakin tinggi konsentrasi HCl, maka konsentrasi feri klorida juga semakin tinggi, namun setelah mencapai titik optimum, konsentrasi akan turun. Selain itu, uji kuantitatif menunjukkan bahwa konsentrasi optimum koagulan feri klorida yang terbentuk pada konsentrasi larutan HCl 32% sebesar 143,426 ppm.

DAFTAR PUSTAKA

- Barrera-Díaz, C. E., Balderas-Hernández, P. and Bilyeu, B. (2018) 'Electrocoagulation: Fundamentals and prospectives', *Electrochemical Water and Wastewater Treatment*. Elsevier, p. 61–76. doi: 10.1016/B978-0-12-813160-2.00003-1.
- Corbitt, R. (2004), 'Standard Handbook of Environmental Engineering', *Value Engineering*. New York: The McGraw-Hill Companies.
- House, J. E. (2008), 'Inorganic Chemistry', *Nature*. Canada: Elsevier. doi: 10.1038/180725a0.
- Manahan, S. (2000), '*Environmental Chemistry*'. 7th edn. Boca Raton: CRC Press LLC.

- Nurhidayah, A., Wardana, I. W., & Samudro, G. (2015) 'Pengaruh Waktu Aliran Regenerasi dan Ukuran Media Bioadsorben Sekam Padi dalam Penurunan Konsentrasi Besi Total Air Sumur Artifisial', *Jurnal Teknik Lingkungan*, 4, p. 1–11.
- Sharma, S. P. and Baboo, A. (2005) *ISC Practical Chemistry*. New Delhi: S. Chand & Company LTD.
- Sunardi, Prasadja, M. E., Sembiring, F. (2015) 'Sintesis Ferri Klorida Dari Scrap Besi Bengkel Bubut', *Ekosains*, VII(2).
- Svehla (1990), 'Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi ke V'. 5th edn. Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Yudo, S. (2006), '*Kondisi Pencemaran Logam Berat Di Perairan Sungai DKI Jakarta*'.