

A.29

A29

KOMUNIKASI BPI., / 001 NO. 03

**BALAI PENELITIAN KIMIA
SURABAYA**

NO: 38 / I / BALAI RISET
DAN STANDARISASI INDUSTRI

**PEMANFAATAN SCRAP BESI UNTUK PEMBUATAN
„ FERRO SULFAT HEPTAHYDRAT ”**



**DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI**

1979

BALAI PENELITIAN KIMIA SURABAYA

PEMANFAATAN SCRAP BESI UNTUK PEMBUATAN „ FERRO SULFAT HEPTAHYDRAT ”

OLEH :

Dr. I. Soetopo

Drs. Zaenal Abidin



DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI

1979

DAFTAR ISI.

B A B:

Halaman:

I. PENDAHULUAN	1
II. TINJAUAN PUSTAKA	2
III. PERCOBAAN	4
- Bahan dan Obat-obatan	4
- Alat - alat	4
- Cara kerja	5
- Pengujian Kemurnian	6
- Hasil pembuatan Ferro sulfat Heptahydrat ...	8
A. Dalam asam sulfat 5 %	9
B. Dalam asam sulfat 10 %	10
C. Dalam asam sulfat 15 %	11
IV. PEMBAHASAN	13
V. KESIMPULAN DAN SARAN	14
VI. DAFTAR PUSTAKA	14

B A B. I

P E N D A H U L U A N

Percobaan pembuatan ferro sulfat heptahydrat ini dikerjakan dengan tujuan :

- Memanfaatkan scrap besi yang berupa bahan buangan dari bengkel dan pabrik-pabrik, yang banyak terdapat didaerah Surabaya dan sekitarnya ;
- Dengan membuat Ferro sulfat heptahydrat sendiri berarti akan mengurangi import dari luar negeri.
- Menambah lapangan kerja karena pembuatan Ferro sulfat heptahydrat ini mudah dikerjakan dengan cara sederhana yang tidak memerlukan skill yang tinggi.
Juga modalnya kecil sehingga dapat dikerjakan oleh pengusaha-pengusaha kecil.

B A B. II

T I N J A U A N P U S T A K A.

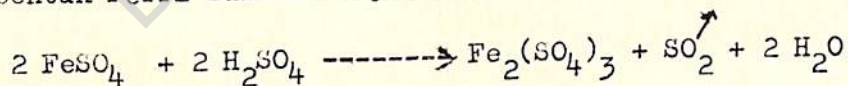
Ferro Sulfat Heptahydrat ini mempunyai rumus molekul $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Bentuk kristalnya termasuk monoklin heptahydrat dan berwarna hijau kebiruan. Ferro sulfat ini dalam udara lembab mudah berubah menjadi bentuk Ferri yang berwarna coklat.



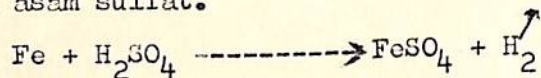
Pada suhu kamar, larutan Ferro sulfat dalam suasana netral atau asam, oksidasi oleh udara berjalan secara lambat sekali. Udara yang dialirkan pada larutan 0,1 N pada temperatur 25°C dapat mengoksidir 0,03 % tiap jamnya.

Oksidasi Ferro sulfat oleh udara akan lebih cepat terjadinya bila larutan itu alkalis dan temperatur makin tinggi atau terkena cahaya. Tetapi oksidasi itu akan berkurang bila larutan Ferro sulfat itu mengandung garam-garam chlorida dan sulfat dari magnesium dan kalium. Hal ini disebabkan kelarutan oksigen dalam larutan akan diperkecil oleh adanya garam-garam chlorida dan sulfat itu.

Selain itu Ferro sulfat juga mudah bereaksi dengan asam sulfat pekat membentuk Ferri sulfat anhydrous.



Pembuatan Ferro sulfat biasanya dapat dikerjakan dengan mereaksikan besi dengan asam sulfat.



atau dengan mengoksidasikan pyrit.



Untuk pemurnian hasilnya biasa dilakukan dengan rekristalisasi, Kristal ferro sulfat ini sangat mudah larut dalam air, tetapi sukar larut dalam alkohol, acetone, methyl acetat.

Ferro sulfat heptahydrat biasanya banyak dipergunakan untuk :

- * industri tinta.
- * industri pigmen
- * industri obat-obatan.
- * pembersihan air.
- * photography dan
lain-lain.

4

B A B. III

P E R C O B A A N.

* BAHAN DAN OBAT-OBATAN:

- Scrap besi
- Asam sulfat tehnik (H_2SO_4),
- A m m o n i a (NH_4OH),
- Natrium bicarbonat ($NaHCO_3$),
- Asam sulfat p.a. 25 %,
- Hidrogen chlorida p.a. (HCl),
- Kalium Jodida 20 %
- Thio sulfat Natrium ($Na_2S_2O_3$),
- A m y l u m , k a p a s.

* ALAT - ALAT :

- Gelas ukur 500 cc dan 100 cc.
- Beker glas 1000 cc dan 500 cc.
- C o r o n g.
- Thermometer.
- Gelas arloji.
- P e n g a d u k
- B u r e t 50 cc.
- Alat timbang.
- Areometer ($^{\circ}$ Boume).
- Erlenmeyer bertutup asah 500 cc.

* CARA KERJA :

Dalam pembuatan Ferro sulfat heptahydrat ini, dipakai dua macam proses :

- proses dingin.
- proses panas.

Proses dingin : dikerjakan pada temperatur kamar.

Proses panas : dikerjakan pada temperatur 70°C .

- Mula-mula dibuat larutan asam sulfat dengan konsentrasi : 5 %, 10 %, 15 %. Bahan scrap besi sebagian dipotong kecil-kecil, sebagian lagi tidak dipotong.

Kemudian menimbang scrap besi dan direndam dalam larutan asam sulfat yang telah dibuat diatas.

Untuk proses panas, selama perendaman temperatur dibuat 70°C . Selama reaksi berlangsung larutan dijaga selalu dalam suasana asam. Setelah reaksi selesai, lalu disaring yang tertinggal adalah kotoran, dan ini dicuci beberapa kali sampai bebas asam sulfat, lalu dikeringkan dan ditimbang beratnya.

Kemudian filtrat dan cucian diuapkan sampai mencapai kekentalan $40 - 42^{\circ}\text{Be}$, lalu dibiarkan semalam.

Kristal yang terbentuk dipisahkan dan dicuci beberapa kali sampai bebas asam.

Kemudian air cucian dicampur dengan cairan sisa dari kristalisasi diatas untuk kristalisasi lebih lanjut.

Pekerjaan kristalisasi ini diulang beberapa kali sampai tidak terbentuk kristal Ferro sulfat. Kemudian kristal ini ditentukan kemurniannya, serta dihitung jumlah beratnya.

* PENGUJIAN KEMURNIAN :

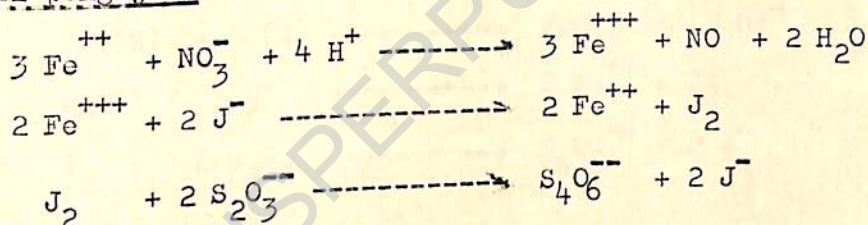
Prinsipnya : Garam ferro dirubah jadi garam ferri, kemudian dihitung kadar ferri yang terjadi.

Dalam pengujian ini dipergunakan dua cara :

.. Cara pengujian A :

Ditimbang 0,5 gr. Ferro sulfat kristal, dilarutkan dalam air lalu dipanaskan dengan 10 cc asam nitrat (1 : 1). Kemudian diuapkan sampai tidak kelebihan nitrat, distrip dalam labu ukur 250 cc. Dari larutan tersebut dipipet 25 cc, dimasukkan kedalam Erlenmeyer yang tertutup, diasamkan dengan HCl, serta ditambah 3 gram KJ. Ditutup dan dibiarkan selama 5 menit. Selanjutnya dititar dengan 0,1 N thio dengan indikator amylum.

* Reaksi pengujian :



* Perhitungan :
$$V \times N \times \frac{\text{B.M. FeSO}_4 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}}{\text{Ba. Fe}^{+++}} \times 100 \% \times P$$

Bobot contoh

= % $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}$.

V = Volume.

N = Concentrasi.

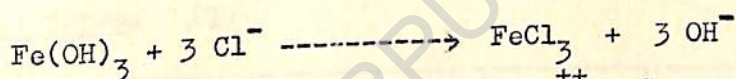
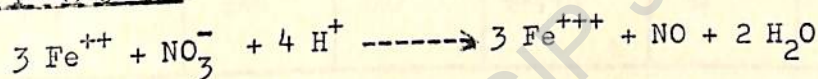
P = Pengenceran.



- Cara pengujian B :

Dari larutan tersebut dipipet 25 cc kedalam beker glass, kemudian diendapkan sebagai $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dengan amoniak. Selanjutnya disaring dan endapannya dilarutkan kembali dengan HCl (1 : 1), kemudian ditambahkan NaHCO_3 untuk menghilangkan kelebihan HCl . (bila gas CO_2 tidak keluar lagi berarti HCl sudah habis). Setelah itu lalu ditambahkan H_2SO_4 25 % sampai larutan bersifat asam. Kemudian ditambah KJ 20 % 25 cc dengan indikator amylum. Selanjutnya dititar dengan thio 0,1 N. (Titrasi dilaksanakan dalam Erlenmeyer tertutup sampai warna biru hilang).

- Reaksi pengujian :



- Perhitungan : sama dengan cara A.

HASIL PEMBUATAN FERRO SULFAT HEPTA HYDRAT.

A. Dalam asam sulfat 5 %.

Proses dingin.

Berat bahan (gr)	Asam sulfat (cc)	Suhu (°C)	Waktu (jam)	Hasil kristal (gr)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)	Kotoran (%)
10	225	T.kamar	144	29	97,27	59	0,13
20	450	"	144	57	97,12	58	0,23
25	560	"	144	110	97,34	90	0,52
35	800	"	144	159	97,01	93	0,22
50	1100	"	144	220	97,48	90	0,32

Proses panas. (I)

Berat bahan (gr)	Asam sulfat (cc)	Suhu (°C)	Waktu (jam)	Hasil kristal (gr)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)	Kotoran (%)
10	225	70	96	34	96,59	69	0,07
30	700	70	96	99	96,82	67	0,72
40	900	70	96	95	97,42	49	0,49
50	1100	70	96	210	97,42	86	0,20

B. Dalam asam sulfat 10 %Dengan proses dingin.

Berat bahan (gr)	Asam sulfat (cc)	Suhu (°C)	Waktu (jam)	Hasil kristal (gr)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)	Kotoran (%)
10	125	T.kamar	96	40	97,82	82	0,005
10	200	"	96	23	96,38	47	0,015
25	350	"	96	92	97,25	75	0,002
55	800	"	96	185	97,82	84	0,15

Dengan proses panas. (II).

Berat bahan (gr)	Asam sulfat (cc)	Suhu (°C)	Waktu (jam)	Hasil kristal (gr)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)	Kotoran (%)
20	250	70	96	78	96,93	80	0,110
22	275	70	96	89	96,81	82	0,35
25	300	70	96	97	96,77	79	0,28
42	550	70	96	205	97,28	99	1,15
50	600	70	96	214	96,82	62	0,23

C. Dalam asam sulfat 15 %.Dengan proses dingin.

Berat bahan (gr)	Asam sulfat (cc)	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Waktu (jam)	Hasil kristal (gr)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)	Kotoran (%)
25	250	T. kamar	72	80	95,82	65	0,14
30	300	"	72	129	95,79	88	0,16
80	800	"	72	244	95,92	62	1,28
95	1000	"	72	292	97,2	31	2,300
105	1100	"	72	320	97,05	62	2,79

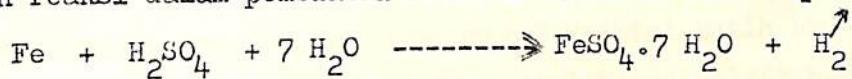
Dengan proses panas. (III).

Berat bahan (gr)	Asam sulfat (cc)	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Waktu (jam)	Hasil kristal (gr)	Kemurnian (%)	Rendemen (%)	Kotoran (%)
20	200	70	48	62	96,79	63	0,48
25	250	70	48	70	97,12	57	0,250
27	250	70	48	68	96,82	51	0,13
32	300	70	48	125	95,34	80	0,33
50	500	70	48	152	97,74	62	2,80



P E M B A H A S A N.

Kadar Fe dalam scrab besi tiap 10 gram bahan = 9,84 gram = 0,1757 grat.
 Persamaan reaksi dalam pembuatan kristal Ferro sulfat . heptahydrat ini,



Dari persamaan reaksi diatas, berarti :

$$\begin{aligned} 0,1757 \text{ grat Fe} &\longrightarrow 0,1757 \text{ gmol. FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O} \\ 0,1757 \text{ gmol. FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O} &= 48,8446 \text{ gr.} \end{aligned}$$

Jadi secara teoritis dari setiap 10 gr. bahan scrab besi akan dihasilkan : 48,8 gr. kristal Ferro sulfat heptahydrat.

Dari daftar A pada proses dingin, terlihat bahwa makin banyak bahan yang dipergunakan, rendemen makin besar.

Sedangkan daftar B dan C makin banyak bahan scrab besi dipergunakan rendemen makin kecil. Dari sini dapat ditarik kesimpulan bahwa penggunaan larutan asam sulfat dengan konsentrasi 5 % lebih effective dibandingkan dengan penggunaan larutan asam sulfat pada konsentrasi 10 % dan 15 %.

Pada proses panas baik pada daftar I, II maupun III, banyaknya bahan scrab besi yang dipergunakan tidak menentukan besarnya rendemen. Tetapi disini diperoleh bahwa rendemen terbesar terjadi pada penggunaan larutan asam sulfat 10 %, seperti terlihat pada daftar II. Hal ini berarti untuk proses panas, menggunakan larutan asam sulfat 10 % yang paling baik hasilnya.

Ferro sulfat oleh asam sulfat pekat mudah diubah menjadi Ferri-sulfat. Dari adanya sifat ini dapat dimengerti kalau pada pembuatan Ferro sulfat heptahydrat dengan larutan asam sulfat 15 % hasilnya lebih sedikit bila dibandingkan dengan menggunakan larutan asam sulfat 5 % dan 10 %.

Pada waktu kristalisasinya Ferro sulfat hepta hidrat dalam larutan asam sulfat 15 % terbentuk pula kristal Ferro sulfat monohidrat yang berwarna putih abu-abu. Semakin banyak kristal putih abu-abu terbentuk, maka makin sulit terbentuknya kristal Ferro sulfat hepta hidrat.

Mengenai bahan scrab besi yang dipergunakan terlihat bahwa yang dipotong-potong kecil akan lebih baik hasilnya dan pada tidak dipotong-potong.

Juga pemakaian larutan asam sulfat bila scrab besi tidak dipotong-potong menjadi lebih banyak, sehingga tidak efisien.

Sedangkan hasil kristal yang diperoleh, kemurniannya cukup tinggi, hanya mudah berubah jadi Ferri sulfat, bila tidak cepat-cepat disimpan dalam tempat kering dan gelap.

B A B. V

K E S I M P U L A N D A N S A R A N.

1. Scrab besi yang berupa bahan buangan ini dapat dimanfaatkan untuk membuat Ferro sulfat hepta hidrat.
2. Tempat penyimpanan kristal Ferro sulfat hepta hidrat harus diperhatikan, tempat harus kering dan terlindung dari cahaya.
3. Percobaan ini perlu diulang dan diperluas ruang lingkup yang diteliti untuk memperoleh data-data yang lebih lengkap dan lebih teliti.

B A B. VI

D A F T A R P U S T A K A.

1. Treadwell Hall,

Analytical Chemistry Vol.1
Qualitative Analysis.
Ninth English Edition.
Publisher Yohn Wiley & Son, Inc.
New York.

2. Kirk Othmer,

Encyclopedia of Chemical Technology
Vol. 12 . Second Edition.
Publisher : Interscience , U.S.A.

3. E. Merck. Darmstadt,

M e r c k S t a n d a r d s , 1972.
Publisher : E.Merck. Darmstadt.

@@@

