

## KAJIAN PEMAKAIAN FERRO SULFAT PADA PENGOLAHAN LIMBAH CHROM

*Prayitno, Rahardjo, Nurimaniwathy dan Endro Kismolo*

*P3TM – BATAN*

### ABSTRAK

*KAJIAN PEMAKAIAN FERRO SULFAT PADA PENGOLAHAN KIMIA LIMBAH CHROM. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari keunggulan  $FeSO_4$  untuk mendekontaminasi  $Cr^{6+}$  dalam efluen limbah chrom setelah pengolahan kimia menggunakan  $Mg(OH)_2$ . Percobaan dilakukan dengan mencampurkan larutan  $FeSO_4$  ke dalam efluen limbah chrom setelah proses koagulasi flokulasi menggunakan  $Mg(OH)_2$ . Konsentrasi  $FeSO_4$  divariasikan dari 10 ppm sampai 100 ppm, kecepatan pengadukan cepat divariasikan dari 100 rpm sampai 200 rpm, selama 10 menit, kecepatan pengadukan lambat divariasikan dari 20 rpm sampai 50 rpm dan waktu pengadukan lambat antara 30 menit sampai 180 menit. Karakterisasi proses dilakukan dengan analisis kadar  $Cr^{6+}$  menggunakan perangkat spektrofotometer. Kondisi optimum dicapai pada konsentrasi  $FeSO_4$  sebesar 50 ppm, kecepatan pengadukan cepat 150 rpm selama 10 menit, kecepatan pengadukan lambat 35 rpm selama 90 menit, yaitu memberikan nilai efisiensi reduksi sebesar 99,65 % dan pada uji presipitasi diperoleh nilai pemisahan chrom total sebesar 99,69 %*

### ABSTRACT

*THE STUDY ON THE USED OF FERRO SULPHATE APPLICATION ON THE CHEMICAL TREATMENT OF CHROME WASTE. The aim of this research was to study  $FeSO_4$  on the decontamination of  $Cr^{6+}$  in the effluent after chemical treatment used  $Mg(OH)_2$ . The experience was done by mixing the chrome waste with  $Fe_2(SO_4)_3$  in the effluent after koagulation-flocculation process using  $Mg(OH)_2$ . Concentration  $FeSO_4$  was varied from 10 ppm to 150 ppm, the high mixing rate was varied on 100 rpm to 175 rpm on 10 minutes, the agitation mixing was varied from 20 rpm to 50 rpm and time of mixing were 10 minutes to 120 minutes. Characterization process was done by analyzed of  $Cr^{6+}$  using spectrophotometer utilities. Optimum condition was achieved on the concentration of  $FeSO_4$  of 50 ppm, flash mixing rate of 150 rpm, agitation mixing rate is 30 rpm on 90 minutes, was giving reduction efficiency of  $Cr^{6+}$  are 99.65*

*Key Words : Chrome Waste - Ferro Sulphate and Magnesium Hydrokside*

### PENDAHULUAN

Selaras dengan program *clean production* disemua sektor industri yang diberlakukan di era pasar global saat ini, maka manajemen lingkungan harus benar-benar diperhatikan untuk dilaksanakan. Seperti halnya penggunaan senyawa chromium pada beberapa industri kimia misalnya industri pelapisan logam dan industri penyamakan kulit, limbah yang ditimbulkan harus dikelola sesuai dengan peraturan yang berlaku agar produk utamanya dapat bersaing di pasar global termasuk produk dari industri pelapisan logam dan produk kulit<sup>(1)</sup>.

Pada proses asam kuat khususnya penggunaan asam nitrat, limbah sisa proses akan mengandung  $Cr^{+6}$  dan  $Cr^{+3}$  yang berbahaya bagi lingkungan hidup terutama chrom heksavalen yang bersifat toksik. Pada proses recovery

logam chrom menggunakan MgO, dalam efluen mengandung  $Cr^{+6}$  yang tidak terendapkan pada proses koagulasi flokulasi. Efluen ini harus dikelola agar tidak mencemari lingkungan. Pada penggunaan magnesium hidroksida secara mandiri dalam pengolahan proses koagulasi flokulasi, hanya  $Cr^{3+}$  yang terendapkan, sedangkan  $Cr^{+6}$  tetap tinggal dalam larutan efluen. Agar tidak mencemari lingkungan,  $Cr^{+6}$  harus direduksi dulu menjadi  $Cr^{3+}$  menggunakan reduktor yang sesuai misalnya  $SO_2$  atau  $FeSO_4$  agar dapat dilakukan pengendapan lanjut<sup>(2,3)</sup>.

Proses reduksi logam chrom heksavalen menggunakan ferro sulfat dapat dilakukan dalam suasana asam, sehingga efluen yang dihasilkan masih memerlukan pengolahan lanjut untuk memungut  $Cr^{+6}$  sisa atau  $Cr^{3+}$  dengan metode

pengolahan kimia atau proses yang lain misalnya adsorpsi atau dengan cara elektrokoagulasi<sup>(2,4,6)</sup>.

## TEORI

Reduksi  $\text{Cr}^{6+}$  dalam limbah chrom cair menjadi logam chrom trivalen menggunakan larutan  $\text{FeSO}_4$  dilakukan dalam suasana asam. Setelah terbentuk logam chrom trivalen, maka logam chrom dalam suasana basa mudah mengendap dan secara umum tahapan proses tersebut dapat digambarkan dengan reaksi sebagai berikut<sup>(6,7)</sup>:

1. Proses reduksi  

$$2\text{H}_2\text{CrO}_4 + 6\text{FeSO}_4 + 6\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + 6\text{H}_2\text{O} + 3\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$$
 (1)
2. Proses koagulasi flokulasi lanjutan  

$$\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + 3\text{Mg}(\text{OH})_2 \rightarrow 2\text{Cr}(\text{OH})_3 + 3\text{MgSO}_4$$
 (2)  

$$3\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 3\text{Mg}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{MgSO}_4$$
 (3)
3. Atau dengan proses elektrokoagulasi

Logam chrom terutama  $\text{Cr}^{3+}$  dalam limbah dapat terkoagulasi optimal sebagai  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  pada pH 8,0 sampai 10,0. Dengan memvariasi konsentrasi larutan ferro sulfat, akan diperoleh beningan efluen yang miskin logam  $\text{Cr}^{6+}$  dan  $\text{Cr}^{3+}$  sehingga limbah tersebut dapat didispersi ke lingkungan<sup>(4,5,6)</sup>.

Pada penelitian ini akan dilakukan terhadap limbah efluen dari proses recovery logam chrom menggunakan koagulan MgO dalam limbah cair industri pelapisan logam dengan kadar  $\text{Cr}^{6+}$  0,845 ppm dan  $\text{Cr}^{3+}$  0,115 ppm. Untuk menguji keberhasilan proses, dilakukan proses koagulasi flokulasi lanjutan menggunakan  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  20 % volume dan dilakukan analisis kadar chrom total dalam sludge<sup>(3)</sup>.

## Hipotesis

Dengan memvariasi konsentrasi ferro sulfat yang ditambahkan, kecepatan dan waktu pengadukan, diharapkan diperoleh kenaikan kadar chrom total dalam *sludge* hasil proses koagulasi flokulasi lanjutan.

## TATA PERCOBAAN

### Bahan Yang Digunakan

Efluen limbah chrom cair dengan kadar  $\text{Cr}^{6+}$  0,845 ppm dan  $\text{Cr}^{3+}$  0,115 ppm,  $\text{FeSO}_4$ , larutan  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , dan aquades.

## Peralatan Yang Digunakan

Unit pengaduk Jar test, pH stick, kertas saring teknis, piranti gelas, wadah sampel dari poliethylen.

## Cara Kerja

### Preparasi limbah

Limbah efluen dari proses recovery chromium dalam limbah chrom cair menggunakan larutan  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  dari industri pelapisan logam, setelah penguapan selama 60 menit, disaring menggunakan kertas saring teknis untuk memisahkan padatan yang ada dalam limbah. Ke dalam filtrat ditambahkan asam sulfat sampai pH larutan menjadi 4,5 dan larutan yang diperoleh dipergunakan sebagai larutan limbah umpan proses reduksi dan proses koagulasi flokulasi lanjut.

### Proses reduksi

Diambil sebanyak 50 ml larutan limbah chrom (pH = 2,5) menggunakan pipet volume, dimasukkan dalam gelas beker 100 ml. Sambil diaduk menggunakan *Jar test*, ke dalam larutan limbah tersebut ditambahkan larutan  $\text{FeSO}_4$  20 % sedemikian rupa sehingga kadar  $\text{FeSO}_4$  dalam larutan menjadi 10 ppm. Selanjutnya pengadukan diteruskan pada kecepatan pengadukan 100 rpm selama 10 menit dan kecepatan pengadukan lambat 50 rpm selama 10 menit.

Dengan cara yang sama, konsentrasi  $\text{FeSO}_4$  divariasi sebesar 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm, 60 ppm, 70 ppm, 80 ppm, 90 ppm dan 100 ppm. Kecepatan pengadukan cepat 125 rpm, 150 rpm dan 175 rpm selama 10 menit dan kecepatan pengadukan lambat 40 rpm, 30 rpm dan 20 rpm selama 10 menit dengan waktu pengadukan lambat selama 20 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, 75 menit, 90 menit, 115 menit dan 120 menit.

Untuk mengetahui efisiensi proses reduksi dilakukan analisis kadar  $\text{Cr}^{6+}$  dan  $\text{Cr}^{3+}$  dalam larutan efluen menggunakan perangkat spectrophotometer DR/2000. Untuk identifikasi  $\text{Cr}^{3+}$  digunakan metode kolorimetri dan untuk identifikasi digunakan metode 1,5-Diphenylcarbohydrazide.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Konsentrasi $\text{FeSO}_4$

Percobaan pengaruh konsentrasi  $\text{FeSO}_4$  dapat lihat pada Tabel 1. Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa  $\text{FeSO}_4$  dapat dipakai sebagai reduktor logam chrom heksavalen yang baik.

Semakin banyak  $\text{FeSO}_4$  yang ditambahkan, maka kadar  $\text{Cr}^{6+}$  dalam larutan limbah semakin rendah, dengan kata lain kemampuan dekontaminasi  $\text{Cr}^{6+}$  semakin baik dengan bertambahnya reduktor  $\text{FeSO}_4$  yang ditambahkan. Pada penambahan  $\text{FeSO}_4$  sebanyak 80 ppm, harga efisiensi reduksi  $E_{fr}$  mencapai sebesar 96,55 %. Penambahan  $\text{FeSO}_4$  diatas 80 ppm, harga efisiensi reduksi  $E_{fr}$  yang diperoleh relatif tetap.

Karena kadar  $\text{Cr}^{6+}$  yang relatif rendah, maka dosis penambahan reduktor  $\text{FeSO}_4$  tidak boleh terlalu banyak, karena proses reduksi akan terganggu dengan munculnya flok  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dalam larutan.

**Tabel 1. Pengaruh konsentrasi  $\text{FeSO}_4$  terhadap efisiensi reduksi logam  $\text{Cr}^{6+}$  menjadi  $\text{Cr}^{3+}$ , pada kondisi kadar  $\text{Cr}^{6+}$  awal = 0,845 ppm, kecepatan pengadukan cepat 100 rpm selama 10 menit dan kecepatan pengadukan lambat 50 rpm selama 10 menit dan waktu settling 10 menit**

No	Konsentrasi $\text{FeSO}_4$ (ppm)	Efisiensi Reduksi, $E_{fr}$ (%)
1.	10	46,05
2.	20	52,45
3.	30	81,22
4.	40	84,64
5.	50	86,45
6.	60	92,55
7.	70	92,88
8.	80	96,55
9.	90	96,56
10.	100	96,55

Selain itu pada kondisi basa terbentuknya  $\text{Cr}^{3+}$  yang dalam suasana basa akan langsung mengendap membentuk  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  sehingga kekeruhan larutan menjadi semakin meningkat.

#### **Pengaruh Kecepatan Pengadukan Cepat**

Pengaruh kecepatan pengadukan cepat dapat dilihat pada Tabel 2. Dari Tabel 2 dapat diperoleh informasi bahwa kecepatan pengadukan cepat cukup berpengaruh terhadap keberhasilan pada proses reduksi logam  $\text{Cr}^{6+}$  menjadi  $\text{Cr}^{3+}$ . Kecepatan pengadukan yang semakin besar akan diperoleh harga efisiensi reduksi yang semakin besar, atau dengan kata lain konsentrasi logam  $\text{Cr}^{6+}$  dalam bening yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini dapat dipahami karena semakin besar kecepatan

pengadukan akan menambah kemungkinan terjadinya tumbukan antar partikel yang bereaksi.

Dari data yang diperoleh pada percobaan 2 diperoleh informasi bahwa untuk waktu pengadukan 10 menit, dan waktu settling 10 menit, maka kecepatan pengadukan cepat terbaik dicapai pada 150 rpm.

**Tabel 2. Pengaruh kecepatan pengadukan cepat terhadap karakteristik proses reduksi logam  $\text{Cr}^{6+}$  menjadi  $\text{Cr}^{3+}$ , pada kondisi kadar  $\text{Cr}^{6+}$  awal = 0,845 ppm, konsentrasi  $\text{FeSO}_4$  80 ppm, waktu pengadukan cepat 10 menit dan kecepatan pengadukan lambat 50 rpm selama 10 menit dan waktu settling 10 menit**

No	Kecepatan pengadukan cepat (rpm)	Efisiensi Reduksi, $E_{fr}$ (%)
1.	100	96,55
2.	125	98,45
3.	150	98,55
4.	175	98,55

Pada kondisi ini memberikan harga efisiensi reduksi  $E_{fr}$  sebesar 98,55 %. dengan konsentrasi kontaminan  $\text{Cr}^{6+}$  total sebesar 0,01504 ppm. Pada kecepatan pengadukan cepat di atas 150 rpm memberikan kenaikan harga efisiensi pemisahan yang tidak signifikan.

#### **Penentuan Pengaruh Kecepatan Pengadukan Lambat**

Penentuan pengaruh kecepatan pengadukan lambat dapat dilihat pada Tabel 3. Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa kecepatan pengadukan lambat sangat berpengaruh pada proses reduksi logam  $\text{Cr}^{6+}$  menjadi  $\text{Cr}^{3+}$  dalam limbah chrom. Untuk waktu pengadukan yang tetap, maka harga kecepatan pengadukan lambat yang bervariasi, akan memberikan harga efisiensi reduksi yang bervariasi pula.

Pada kecepatan pengadukan lambat yang semakin kecil, proses koagulasinya semakin sempurna dan akan memberikan nilai efisiensi reduksi yang semakin besar sehingga kadar  $\text{Cr}^{6+}$  dalam limbah efluen menjadi semakin rendah.

Dari percobaan 3, diperoleh informasi bahwa untuk waktu pengadukan lambat selama 10 menit dan waktu settling 10 menit, maka kecepatan pengadukan lambat terbaik adalah 30 rpm, yaitu memberikan nilai efisiensi reduksi logam  $\text{Cr}^{6+}$  menjadi  $\text{Cr}^{3+}$  dalam limbah chrom

sebesar 99,15%. Pada kecepatan pengadukan lambat 20 rpm sudah tidak meningkatkan nilai efisiensi reduksi yang diperoleh.

**Tabel 3. Pengaruh kecepatan pengadukan lambat terhadap karakteristik proses reduksi logam Cr<sup>6+</sup> menjadi Cr<sup>3+</sup>, pada kondisi konsentrasi FeSO<sub>4</sub> 300 ppm, kecepatan pengadukan cepat 150 rpm selama 20 menit, waktu pengadukan lambat 10 menit dan waktu settling 10 menit**

No	Kecepatan pengadukan lambat (rpm)	Efisiensi Reduksi, E <sub>fr</sub> (%)
1.	50	98,55
2.	40	98,95
3.	30	99,15
4.	20	99,15

#### Penentuan Pengaruh Waktu Pengadukan Lambat

Hasil percobaan penentuan pengaruh waktu pengadukan lambat dapat dilihat Tabel 4. Dari Tabel 4 dapat diperoleh data bahwa waktu pengadukan lambat sedikit berpengaruh terhadap proses reduksi logam Cr<sup>6+</sup> menjadi Cr<sup>3+</sup> dalam limbah chrom.

**Tabel 4. Pengaruh waktu pengadukan lambat terhadap karakteristik proses reduksi logam Cr<sup>6+</sup> menjadi Cr<sup>3+</sup>, pada kondisi konsentrasi FeSO<sub>4</sub> 300 ppm, kecepatan pengadukan cepat 150 rpm selama 20 menit, kecepatan pengadukan lambat 30 rpm, dan waktu settling 10 menit.**

No	Waktu pengadukan lambat (menit)	Efisiensi Reduksi, E <sub>fr</sub> (%)
1.	10	99,15
2.	20	99,15
3.	30	99,20
4.	40	99,25
5.	50	99,25
6.	60	99,35
7.	90	99,35
8.	120	99,36

Dari percobaan diperoleh kondisi terbaik untuk waktu pengadukan lambat 60 menit, yaitu memberikan efisiensi reduksi logam Cr<sup>6+</sup> menjadi Cr<sup>3+</sup> E<sub>fr</sub> sebesar 99,35 %, dengan kadar logam Cr<sup>6+</sup> dalam efluen sebesar 0,00539 ppm.

Nilai ini sudah memenuhi syarat dalam baku mutu limbah chrom yaitu dengan kadar Cr<sup>6+</sup> maksimum 0,15 ppm. Waktu pengadukan lambat di atas 60 menit tidak meningkatkan nilai efisiensi reduksi yang diperoleh.

#### KESIMPULAN

Dari data penelitian, teori dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Logam Cr<sup>6+</sup> dalam efluen pasca proses recovery chromium dapat direduksi menjadi Cr<sup>3+</sup> menggunakan FeSO<sub>4</sub>.
2. Kondisi terbaik dicapai pada konsentrasi FeSO<sub>4</sub> sebanyak 80 ppm, kecepatan pengadukan cepat 150 rpm selama 10 menit, kecepatan pengadukan lambat 30 rpm selama 60 menit, yaitu memberikan nilai efisiensi proses reduksi sebesar 99,35 % dengan kadar logam Cr<sup>6+</sup> dalam efluen sebesar 0,00539 ppm. Nilai ini sudah memenuhi syarat dalam baku mutu limbah chrom yaitu dengan kadar Cr<sup>6+</sup> maksimum 0,15 ppm (Keputusan Kepala BAPEDAL No. 03/BAPEDAL/09/1995).

#### DAFTAR PUSTAKA

1. DWI WAHINI NURHAYATI, DKK, " Ekstraksi Ion Chrom dalam Asam Nitrat dengan Teknologi Membran Cair untuk Limbah Industri Penyamakan Kulit", Majalah Kulit Karet dan Plastik, Vol XV No 2, ISSN : 0215-0115 , (1999).
2. ENDRO.K, DKK, " Pengolahan Kimia Limbah Chrom Menggunakan Teknologi Flokulasi Koagulasi", Prosiding Pertemuan dan Presentasi Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir, ISSN : 1420, Yogyakarta, (2000).
3. ENDRO.K, DKK, " Pengolahan Limbah Chrom Efluen Proses Recovery Chromium Menggunakan Kalsium Karbonat ", Prosiding Pertemuan dan Presentasi Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir, ISSN : 1420, Yogyakarta, (2002)
4. CHAUVET,P, DIPPEL, T, Chemical Precipitation, Advanced Managenet Methods fo Medium Liquid Wastes, CEN and AERE, (1981).
5. S.RAJAMANI, " A System for Recovery and Reuse of Chromium from Spent Tanning Liqour Using Magnesium Oxide and Sulphuric Acid", Tecnical Expert Enviromental Engineering UNIDO,Vienna, (1998).

6. TECHNICAL REPORT SERIES NO.89, "Chemical Treatment of Radioactive Waste", International Atomic Energy Agency, Vienna, (1986).
7. M.ALOY, A.FOLACHIER, B.VULLIERMET, "Tannery and Pollution", Centre Technique du Cuir, Avenue Jean-Jaures, 69007 Iyon, France, (1976).

---

**TANYA JAWAB****ME. Budiyo**

- Mohon dapat dijelaskan bahwa 80 ppm  $FeSO_4$  adalah kondisi yang optimum untuk pengolahan limbah  $Cr^{6+}$  !
- Mohon dijelaskan  $Cr$  mudah mengalami proses redoks ! bagaimana bahwa  $Cr$  tersebut dapat bertahan stabil menjadi  $Cr^{6+}$  ?

**Prayitno**

- Pada kondisi penambahan  $FeSO_4$  80 ppm, menghasilkan reduksi  $Cr^{6+}$  terbesar.
- Pada kondisi di lingkungan (stream),  $Cr^{+3}$  ada kemungkinan teroksidasi oleh  $NO_3$  menjadi  $Cr^{+6}$  dan boleh jadi pada kondisi

asam kuat (pH rendah  $\pm 1,5$  s/d. pH 2,5).  $Cr^{+6}$  tidak dapat mengendap dalam suasana basa sebelum direduksi, jadi  $Cr^{+3}$  sehingga di lingkungan (stream) sangat membahayakan dan harus direduksi sebelum dibuang ke lingkungan.

**Tumpal P.**

- Kenapa harus memilih  $FeSO_4$ ?
- Bagaimana pengaruh konsentrasi ( $FeSO_4$ ) terhadap hasil proses?
- Kenapa atau bagaimana bisa secara teori kondisi optimum dapat dicampur?

**Prayitno**

- Tidak harus menggunakan  $FeSO_4$ , tetapi dapat menggunakan yang lain, misalnya  $SO_2$ .
- Semakin banyak  $FeSO_4$  yang ditambahkan, nilai efisiensi (reduksi  $Cr^{+6}$ ) semakin besar.
- Secara skala laboratorium, dapat dikendalikan dengan analisa kadar  $Cr^{+6}$  dalam efluen atau penambahan kadar  $Cr$ -total dalam bentuk  $Cr^{+3}$  dalam larutan hasil pengolahan.