

Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam dan Variasi Pengendap pada Sintesis Besi Oksida dari Limbah Karat Besi

Asiyah Nurrahmajanti^{1*}, Anisya Lisdiana²

¹Program Studi Kimia Tekstil, Politeknik STTT Bandung, Bandung, Indonesia

²Pusat Riset Geologi, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Bandung, Indonesia

Email: ^{1*}asiyah.janti@kemenperin.go.id, ²anisyalisdiana@gmail.com

Abstract

Iron commodities are one of the very important commodities and are used in various sectors. The supply of iron and its derivatives has so far relied solely on mining results. However, the impact of mining results can be detrimental from geological, environmental, and health perspectives. One potential that is often overlooked is iron rust waste. The synthesis of iron oxide pigments from iron rust waste can be done using the precipitation method with variations of 1M and 4M HCl concentration and variations of the precipitant NH_4OH 4M and NaOH 4M. The synthesized iron oxide shows red solids for the NaOH precipitant variation and blackish-red for the NH_4OH precipitant. EDS results indicate that the NH_4OH precipitant generates purer iron oxide pigments compared to NaOH . In the SEM testing, it was observed that iron oxide was successfully synthesized with a crystalline phase, namely the formation of rhombohedral crystals in the HEM2 and HEM4 variation, as evidenced by XRD testing showing 11 peaks at $2\theta(^{\circ})$ 24.2; 33.3; 35.6; 41; 49.6; 54.2; 57.7; 62.5; 64.1; 69.7; and 72.1 compared to JCPDS 33-0664.

Keywords: Iron Rust Waste, Pigment, Hematite.

Abstrak

Komoditas besi merupakan salah satu komoditas yang sangat penting perannya dan digunakan diberbagai sektor. Suplai besi dan turunannya selama ini hanya mengandalkan dari hasil pertambangan. Padahal dampak dari hasil pertambangan daapt merugikan dari sisi geologis, lingkungan, maupun kesehatan. Salah satu potensi yang kurang dilirik adalah limbah karat besi. Sintesis pigmen besi oksida dari limbah karat besi daapt dilakukan menggunakan metode presipitasi dengan variasi konsentrasi HCl 1M dan 4M serta variasi pengendap NH_4OH 4M dan NaOH 4M. Besi oksida hasil sintesis menunjukkan padatan berwarna merah untuk variasi pengendap NaOH dan merah kehitaman dengan pengendap NH_4OH . Hasil EDS memperlihatkan bahwa agen pengendap NH_4OH terbukti menghasilkan pigmen besi oksida yang murni dibanding dengan NaOH . Pada pengujian SEM terlihat bahwa besi oksida berhasil disintesis dengan fasa kristalin yaitu terbentuknya kristal rombohedral pada variasi HEM2 dan HEM4 dibuktikan dengan pengujian XRD muncul 11 puncak khas hematit pada $2\theta(^{\circ})$ 24,2; 33,3; 35,6; 41; 49,6; 54,2; 57,7; 62,5; 64,1; 69,7; dan 72,1 dibandingkan dengan JCPDS 33-0664.

Kata Kunci: Limbah Karat Besi, Pigmen, Hematit.

1. PENDAHULUAN

Logam besi dan persenyawaannya merupakan komoditas penting yang banyak digunakan diberbagai sektor. Mayoritas kebutuhan logam besi dan turunannya ini diperoleh dari hasil pertambangan yakni dari bijih besi, pasir besi, titan letakan, besi primer, dan besi laterit (Haryadi & Saleh, 2012). Aktivitas penambangan dapat menimbulkan berbagai dampak baik dampak secara fisik, lingkungan, maupun kesehatan. Dari sisi fisik, kondisi area bekas penambangan akan menimbulkan bekas galian yang tidak mudah untuk pulih karena merusak ekosistem. Dari sisi lingkungan, akan merusak

vegetasi tanaman maupun hewan liar yang telah lama tinggal diarea tersebut. Dari sisi Kesehatan, tentunya dari hasil penambangan akan melepaskan logam berat yang jika tidak ditangani dengan baik akan masuk ke aliran air dan dikonsumsi oleh masyarakat sekitar. Dampak logam berat tidak main-main karena menyebabkan kanker bahkan kecacatan (Sriwinda et al., 2018).

Padahal di Indonesia sendiri banyak ditemukan limbah logam besi. Sholekah, 2019 telah berhasil melakukan sintesis pigmen besi oksida dengan memanfaatkan limbah bubuk besi dengan metode sonikasi (Sholekah, 2019). Selain menggunakan basa anorganik seperti NH_4OH (Ulya, 2020) dan urea (Habibah, 2019), agen pengendap pada sintesis besi oksida juga dapat menggunakan zat organik seperti ekstrak daun sirih hijau (Novanto, 2024). Fakhrudin (2019) memanfaatkan pigmen tersebut sebagai anti-swelling pada kayu (Fakhrudin, 2019).

Selain dari limbah kerajinan besi, sumber logam besi dapat diperoleh dari karat besi. Karat besi merupakan proses alamiah yang terjadi akibat interaksi antara logam besi dengan oksigen yang terdapat di udara. Proses alamiah ini dapat dicegah namun jika sudah terjadi, akan sulit untuk mengatasinya sehingga menjadi kerugian (Bennett, 2019). Belum banyak yang memanfaatkan karat besi ini. Padahal karat besi Ketika diolah dengan benar akan menjadi potensi sumber logam besi dan turunannya yang tidak kalah bermanfaat untuk kehidupan.

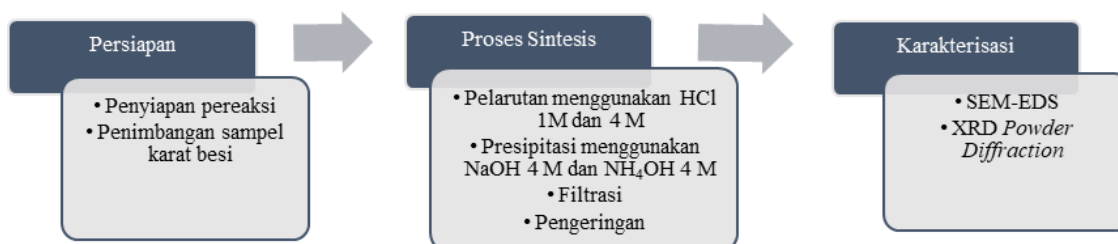
Karat besi dapat dimanfaatkan sebagai sumber atau precursor dalam sintesis material feromagnetik (Indriawati et al., 2019). Material feromagnetik berbentuk nano dimanfaatkan sebagai radar absorber material (Alwi & Mashuri, 2017) dan *solar absorber* pada *Quantum Dot Sensitized Solar Cell* (QDSSC). Selain itu, dapat juga digunakan sebagai katalis dalam proses sintesis spiropiperidin yang memiliki keunggulan sebagai antioksidan (Cahyana et al., 2024). Manfaat lainnya dari limbah karat besi ialah dapat mensintesis zat warna pigmen dari limbah karat besi.

Zat warna pigmen sebetulnya banyak jenisnya baik dalam bentuk oksida maupun hidroksidanya seperti hematite, geotite, magnetite, maghemite, bernalite, dll. merupakan beberapa jenis pigmen yang umum digunakan untuk perwarna pada cat, tekstil, dan lain lain. Selain itu besi oksida ini selain stabil, juga tidak beracun (Cornell & Schwertmann, 2003; Schwertmann & Cornell, 2000). Sampai saat ini proses sintesis pigmen dari karat besi menggunakan larutan asam dan basa yaitu HCl , dan NaOH atau NH_4OH . Belum ada yang membandingkan penggunaan alkali NaOH dan NH_4OH . Sehingga tujuan pada penelitian ini, akan membandingkan penggunaan kedua alkali tersebut kemudian diuji dari rendemen, morfologi, dan keberhasilannya dalam menghasilkan hematit.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Tahapan Penelitian

Penelitian ini mengikuti tahapan sesuai dengan Gambar 1 berikut ini.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

2.2 Alat dan Instrumen

Peralatan yang digunakan ialah peralatan gelas meliputi: empat buah gelas kimia 100 mL, dua buah gelas kimia 250 mL, dua buah gelas ukur 50 mL, empat buah pipet tetes, empat buah batang pengaduk kaca, empat buah corong, empat buah labu Erlenmeyer, empat buah kaca arloji, empat buah cawan porselein, empat buah tabung reaksi, satu buah rak tabung, sepasang lumpang alu, dan dua buah botol semprot. Sedangkan instrumentasi yang digunakan ialah neraca analitik merk Radwag, Oven merk Memmert, Furnace, SEM-EDS Merk Thermo Scientific, dan XRD *Powder Diffraction*.

2.3 Bahan

Bahan yang digunakan ialah aquades (H_2O), sampel karat besi, asam klorida (HCl) 1M dan 4M, ammonium hidroksida (NH_4OH) 4M, natrium hidroksida (NaOH) 4M, dan kertas saring.

2.4 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Politeknik STTT Bandung di beberapa tempat berbeda diantaranya proses sintesis dilaksanakan di laboratorium kimia dasar dan laboratorium kimia analisis. Karakterisasi SEM-EDS dilaksanakan di Laboratorium *Advanced Technology* Program Studi Magister Rekayasa Tekstil dan Apparel. Sedangkan pengujian XRD Powder Diffraction dilaksanakan di Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) Bandung.

2.5 Prosedur

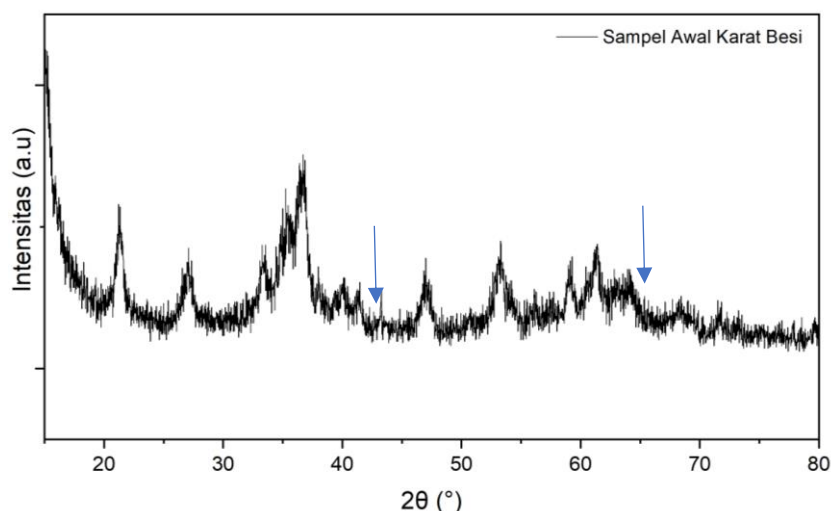
Persiapan: pada tahap ini melakukan pengumpulan sampel karat besi dengan cara mengerik lapisan karat pada peralatan besi. Selanjutnya di tumbuk agar sampai menjadi serbuk halus. Selain itu menyiapkan pereaksi yaitu HCl 1M dan 4M, NaOH 4M, dan NH_4OH 4M dari sediaan awal masing-masing.

Proses Sintesis sendiri dilakukan sesuai dengan langkah (Nurrahmajanti, 2025). Yang berbeda ialah pada proses pelindian digunakan asam kuat yakni HCl dibanding dengan asam oksalat dengan variasi konsentrasi 1M dan 4M. Selain itu dilakukan variasi jenis pengendap selain NaOH 4M yakni menggunakan NH_4OH 4M.

Karakterisasi hasil dilakukan menggunakan SEM-EDS untuk memindai citra morfologi dari sampel dan data persentase atom dari sampel tersebut. Karakterisasi XRD digunakan untuk melihat perubahan fasa yang terjadi.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sebagai perbandingan, sebelum proses sintesis, sampel karat besi mula-mula diukur menggunakan XRD untuk mengecek keberadaan unsur besi. Hasil pengujian awal dapat dilihat pada Gambar 1 berikut ini. Dari hasil analisis muncul beberapa puncak signifikan, namun pada puncak 43,23044; dan 64,05719 yang ditunjukkan oleh tanda panah merupakan puncak khas dari unsur Fe. Hasil tersebut bersesuaian jika dibandingkan dengan program PCPDFWIN (Septianingsih & Ginting Suka, 2014). Kedua puncak tersebut secara intensitas memang tidak terlalu tinggi dibandingkan dengan puncak lainnya, dikarenakan masih heterogennya unsur-unsur karat besi awal. Sehingga masih banyak pengotor lainnya. Selanjutnya, sampel karat besi dilarutkan menggunakan HCl dengan variasi konsentrasi 1M dan 4M. Pada proses ini, besi akan turut terlarut karena akan berikatan dengan ion Cl.



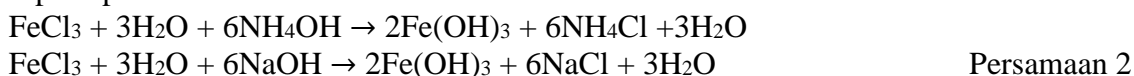
Gambar 1. Difraksi Sinar-x sampel awal karat besi

3.1. Sintesis Pigmen Besi Oksida

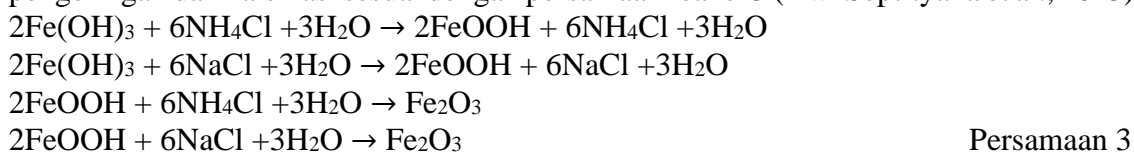
Sintesis besi oksida dari limbah karat besi telah berhasil dilakukan menggunakan metode ko presipitasi. Cara tersebut merupakan salah satu metode sintesis yang mudah dan murah. Pada proses pelarutan menggunakan larutan HCl dengan variasi konsentrasi 1 M dan 4 M sesuai dengan persamaan reaksi 1.



Lalu digunakan NH_4OH dan NaOH sebagai pengendap pada proses presipitasi seperti persamaan reaksi 2.



Selanjutnya, endapan yang terbentuk dicuci dengan aquades untuk dikeringkan didalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Proses berikutnya adalah kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 700°C selama 3 jam. Reaksi yang terjadi pada saat pengeringan dan kalsinasi sesuai dengan persamaan reaksi 3 (Dwi Septityana et al., 2013).



Seperti terlihat pada Tabel 1, variasi asam cukup mempengaruhi hasil besi oksida yang disintesis.



Gambar 2. Pigmen Besi Oksida hasil sintesis a). HCl 1 M+NaOH 4M, b). HCl 4M+NaOH 4M, c). HCl 1M+ NH_4OH 4M, dan d). HCl 4M+ NH_4OH 4M

Besi oksida hasil sintesis memiliki warna merah seperti tertera pada Gambar 2. Namun pada variasi HEM3 dan HEM4 dihasilkan warna merah kehitaman. secara teoritis besi oksida memiliki banyak jenis sehingga menghasilkan arah warna yang berbeda

(Cornell & Schwertmann, 2003). Namun pada penelitian kali ini disebabkan pada saat proses kalsinasi terjadi proses pengabuan. Diduga terdapatnya sisa kertas saring basah yang turut terbawa dan tertumpuk ditengah-tengah besi oksida, sehingga menyebabkan proses kalsinasi menjadi merah kehitaman.

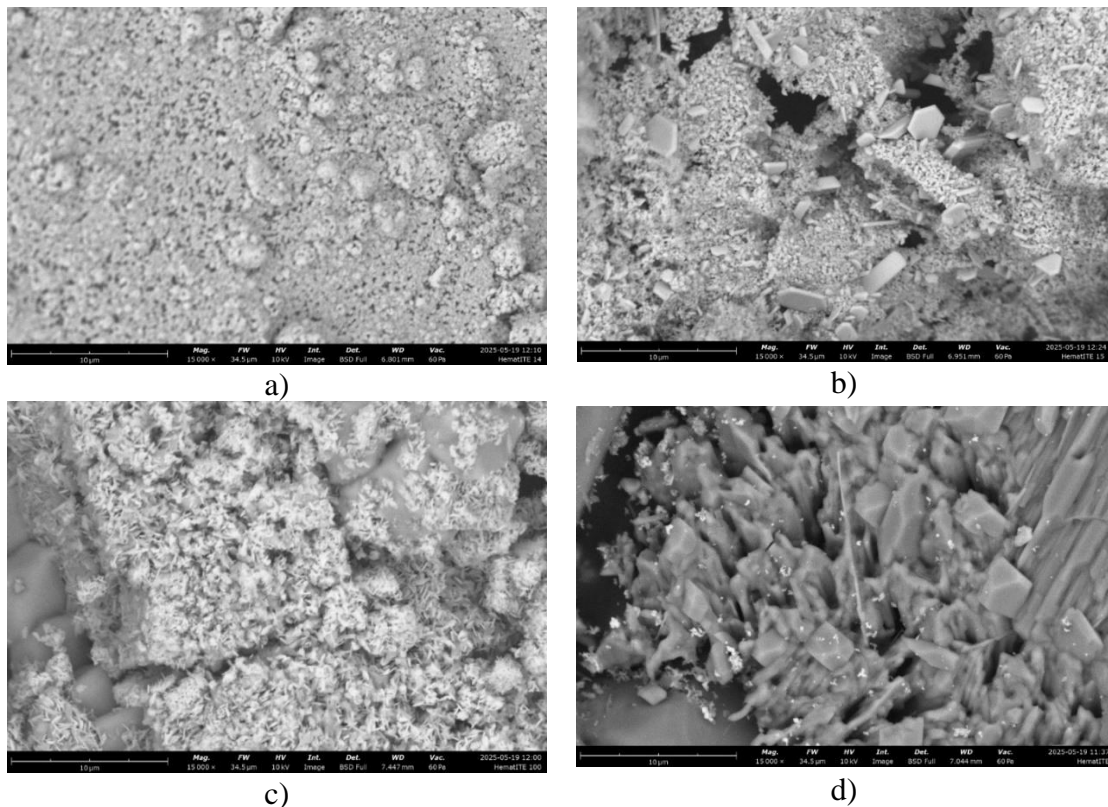
Tabel 1. Hasil Sintesis Besi Oksida

Label	Massa Sampel Awal (g)	Variasi Sintesis		Massa hasil sintesis (g)
		[HCl] (M)	Alkali (M)	
HEM1	5	1	NaOH 4 M	2,3400
HEM2	5	4	NaOH 4 M	3,6549
HEM3	5	1	NH ₄ OH 4 M	1,1972
HEM4	5	4	NH ₄ OH 4 M	1,4415

3.2 Karakterisasi Besi Oksida

3.2.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian perekaman morfologi permukaan besi oksida menggunakan SEM menghasilkan citra yang berbeda-beda sesuai dengan **Gambar 3**. Pada variasi HCl 1M dan agen pengendap NH₄OH (HEM1) terlihat permukaan berbentuk *spherical* berwarna putih yang merata dan seragam. Berbeda dengan variasi HCl 4M dan NH₄OH 4M yang terlihat adanya bentuk kristal rombohedral. Hal tersebut dikonfirmasi dari hasil difraksi sinar x yang menunjukkan adanya puncak-puncak spesifik rombohedral hematit sesuai dengan standar JCPDS 33-0664.



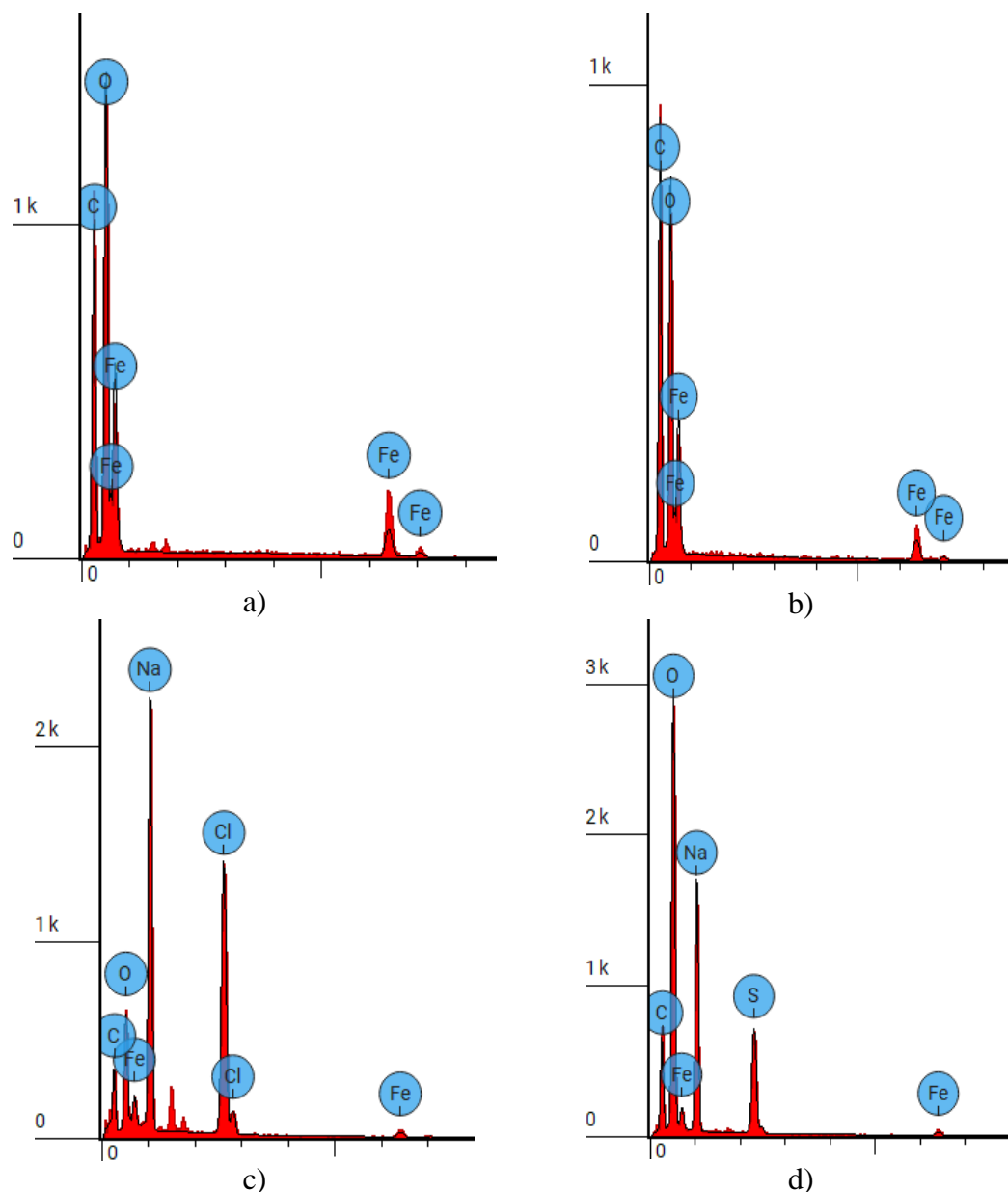
Gambar 3. Hasil Uji SEM Besi Oksida a) HEM1, b) HEM2, c) HEM3, dan d) HEM4

Variasi HCl 1M dan agen pengendap NaOH (HEM3) memberikan citra morfologi yang berbeda yaitu berbentuk batang pipih memanjang serta meruncing disetiap sisinya. Berbeda halnya dengan variasi HCl 4M dan NaOH 4M (HEM4) yang menunjukkan bentuk bongkahan kristal besar yang lebih merata. Dari variasi tersebut dapat disimpulkan

bahwa makin besar konsentrasi asam dan variasi agen pengendap, maka aglomerasi kristal akan lebih besar. Selain itu pemilihan agen pengendap mempengaruhi hasil kristal yang diperoleh. NH_4OH menghasilkan bentuk kristal yang lebih sesuai dengan standar.

3.2.2 *Electron Disperse Spectroscopy (EDS)*

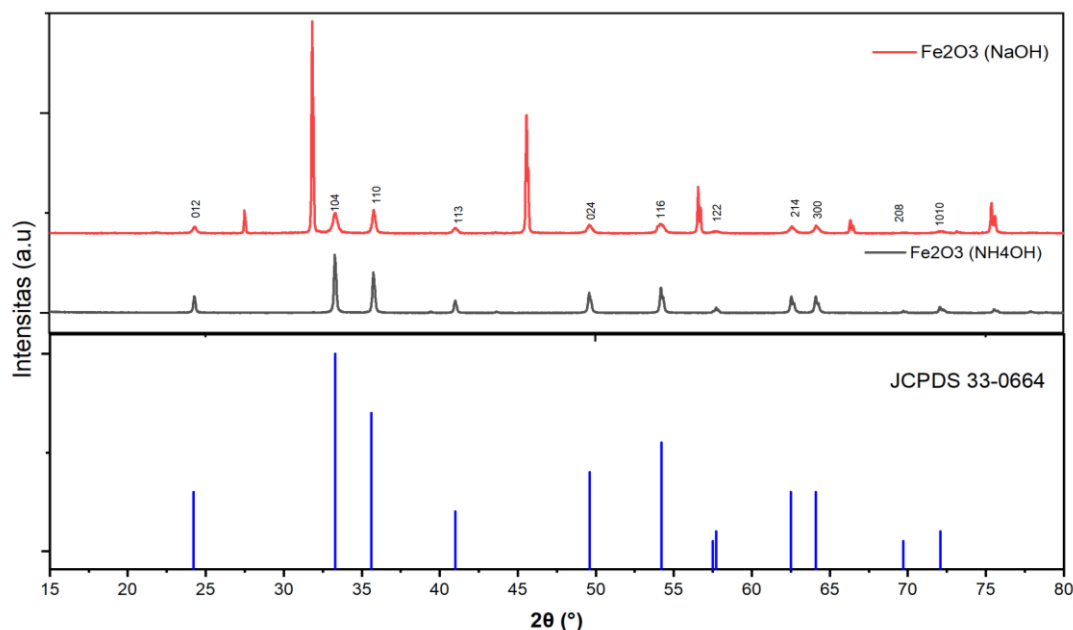
Pada pengujian EDS ini untuk mengetahui secara menyeluruh komposisi unsur-unsur kimia dari suatu material. Dari hasil pengujian yang terlihat pada Gambar 4 di bawah ini. Dari grafik tersebut terlihat unsur-unsur kimia masing-masing variasi. Dari hasil EDS ini mendukung pengujian XRD. Pada variasi besi oksida dengan agen pengendap NH_4OH , dihasilkan komposisi unsur Fe, O, dan C. sedangkan dengan variasi pengendap NaOH masih ditemukan lebih banyak unsur lain selain Fe dan O. Hal ini dimungkinkan karena pada saat proses pencucian yang belum sempurna, sehingga masih ditemukannya unsur seperti Na ataupun Cl yang dapat larut bersama air. Sedangkan untuk menghilangkan unsur seperti S dan C, dapat diatasi dengan penambahan waktu pemanasan agar dapat membentuk CO_2 maupun SO_2 yang hilang bersama udara.



Gambar 4. Hasil Uji EDS Besi Oksida a) HEM1, b) HEM2, c) HEM3, dan d) HEM4

3.2.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Besi oksida hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD dengan kondisi pengukuran sumber sinar -x berasal dari $\text{CuK}\alpha$ 1.54060 Å voltase 40 kV dan arus 25 mA. Besi oksida yang diuji ialah perwakilan dari masing-masing alkali yaitu sampel HEM2 dan HEM4. Sampel tersebut dipilih karena dari variasi yang dilakukan menghasilkan masa besi oksida yang lebih banyak dibanding variasi lainnya. Selain itu dari hasil pengujian SEM pada Gambar 3 menunjukkan variasi HEM2 dan HEM4 lebih memberikan morfologi yang lebih baik.



Gambar 5. Pola difraksi sinar-x variasi HEM2 dan HEM4

Hasil pola difraksi kedua variasi tersebut dapat dilihat sesuai **Gambar 5**. Dari gambar tersebut menunjukkan sebelas puncak yang merupakan karakteristik pada 2θ (°) 24,2; 33,3; 35,6; 41; 49,6; 54,2; 57,7; 62,5; 64,1; 69,7; dan 72,1. Masing-masing puncak tersebut mengacu pada Indeks Miller (012), (104), (110), (113), (024), (116), (214), (300), (204), dan (1010). Puncak-puncak tersebut sesuai dengan standar hematit rombohedral JCPDS No. 33-0664 (Wu et al., 2013).

Dari hasil *overlay* antara HEM2 yaitu Fe_2O_3 (NaOH) dengan HEM4 yaitu Fe_2O_3 (NH₄OH) terlihat puncak-puncak yang muncul pada variasi HEM4 sangat bersesuaian dengan data standar tanpa adanya puncak lain. Selain itu data tersebut menunjukkan bahwa penggunaan NH₄OH sebagai agen pengendap menghasilkan kemurnian yang lebih tinggi. Sedangkan pada HEM2, terdapat puncak-puncak lain yang intensitasnya lebih tinggi dibanding puncak hematit. Ini menunjukkan masih adanya unsur lain yang turut mengkristal pada besi oksida. Informasi tersebut juga bersesuaian dengan data EDS pada Gambar 4 pada variasi HEM4, dimana munculnya unsur S sebagai pengotor. Unsur tersebut turut mengkristal dan terdeteksi pada pengujian XRD sehingga memunculkan puncak-puncak lain selain sebelas puncak khas hematit.

Tabel 2 merupakan ukuran kristal hasil analisis yang dihitung berdasarkan persamaan *Debye-Scherrer*. Dari hasil tersebut diperoleh bahwa besi oksida yang disintesis memiliki ukuran kristal nanometer. Selain itu variasi konsentrasi HCl dan variasi agen pengendap ternyata dapat mempengaruhi ukuran kristal.

Tabel 2. Ukuran kristal

Sampel	2 θ (°)	FWHM (°)	Ukuran Kristal (nm)
HEM2	33.30475	0.15147	54.14194
	35.77260	0.17126	48.20724
HEM4	33.30919	0.29154	27.23695
	35.78789	0.21741	36.58396

4. KESIMPULAN

Pigmen besi oksida telah berhasil disintesis dengan variasi HCl 1M dan 4M serta variasi agen pengendap NH₄OH dan NaOH. Hasil analisis SEM dan EDS menunjukkan bahwa pigmen besi oksida variasi HCl 4M dan pengendap NH₄OH terbentuk kristal rombohedral yang merata. Sedangkan dengan pengendap NaOH masih ditemukan adanya unsur pengotor. Dari hasil pengujian XRD diperoleh baik dengan pengendap NaOH maupun NH₄OH keduanya terbentuk 11 puncak hematit pada 2 θ (°) 24,2; 33,3; 35,6; 41; 49,6; 54,2; 57,7; 62,5; 64,1; 69,7; dan 72,1. Pada puncak 33,3 dan 35,7 dengan kedua agen pengendap berdasarkan persamaan Debye-Scherrer terbentuk ukuran kristal memiliki rentang 27 – 54 nm.

REFERENSI

- Alwi, M. F., & Mashuri. (2017). *PEMANFAATAN BAHAN MAGNETIK (Fe₃O₄) BERBAHAN DASAR KARAT BESI HASIL KOROSI ATMOSFERIK SEBAGAI RADAR ABSORBER MATERIAL*.
- Nurrahmajanti, A. (2025). Pelindian Fe₂O₃ dari Limbah Karat Besi Menggunakan HCl dan H₂C₂O₄. *INSOLOGI: Jurnal Sains Dan Teknologi*, 4(1), 58–64. <https://doi.org/10.55123/insologi.v4i1.4861>
- Bennett, P. (2019). Rust: An age old problem. *Materials Today*, 30, 103–104. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2019.09.019>
- Cahyana, A. H., Liandi, A. R., Reza, A. I., Wendari, T. P., & Hyun, P. K. (2024). Utilization of environmentally friendly catalyst Fe₃O₄ from iron rust in the synthesis of spiropiperidine derivative. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 9. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2023.100559>
- Cornell, R. M. ., & Schwertmann, Udo. (2003). *The iron oxides : structure, properties, reactions, occurrences, and uses*. Wiley-VCH.
- Dwi Septityana, K., Taufiqu Rochman, N., Prastyo Rahman, T., Wahyu Nugroho, D., Ikono, R., & Nurwenda Novan, dan. (2013). SINTESIS DAN KARAKTERISASI PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI BIJIH BESI ALAM MELALUI METODE PRESIPITASI. *Youngster Physics Journal*, 1, No.4(4), 95–100.
- Fakhruddin, M. J. (2019). *SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN VARIASI WAKTU SONIKASI DAN APLIKASINYA SEBAGAI ANTI SWELLING PADA KAYU*.
- Habibah, R. (2019). *SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP UREA*.
- Haryadi, H., & Saleh, R. (2012). Analisis Keekonomian Bijih Besi Indonesia. In *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara* (Vol. 8, Issue 1).
- Indriawati, A., Wana, W., Rafsanjani, R. A., & Afriani, F. (2019, September). PENGARUH VARIASI PH TERHADAP KARAKTERISTIK OKSIDA-BESI BERBASIS LIMBAH BESI TERKOROSI. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian Pada Masyarakat*.

- Novanto, G. (2024). *SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN SIRIH HIJAU (Piper Betle L.) DENGAN VARIASI KECEPATAN PENGADUKAN*.
- Schwertmann, U., & Cornell, R. M. (2000). *Iron Oxides in the Laboratory* (Second).
- Septianingsih, D., & Ginting Suka, E. (2014). Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam Klorida Terhadap Laju Korosi Baja Karbon Rendah Astm A 139 Tanpa Dan Dengan Inhibitor Kalium Kromat 0,2%. In *JURNAL Teori dan Aplikasi Fisika* (Vol. 02, Issue 02).
- Sholekah, A. D. A. (2019). *SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN VARIASI KONSENTRASI Na₂CO₃ MENGGUNAKAN METODE SONIKASI*.
- Sriwinda, Edial, H., & Hermon, D. (2018). REKLAMASI LAHAN BEKAS TAMBANG BIJIH BESI DI NAGARI LOLO KECAMATAN PANTAI CERMIN KABUPATEN SOLOK. *Jurnal Buana Jurusan Geograsi Fakultas Ilmu Sosial UNP*, 2 No. 4.
- Ulya, N. H. (2020). *SINTESIS PIGMEN HEMATIT (α -Fe₂O₃) DARI LIMBAH BUBUT BESI DENGAN VARIASI KONSENTRASI AGEN PENGENDAP NH₄OH*.
- Wu, W., Hao, R., Liu, F., Su, X., & Hou, Y. (2013). Single-crystalline α -Fe₂O₃ nanostructures: Controlled synthesis and high-index plane-enhanced photodegradation by visible light. *Journal of Materials Chemistry A*, 1(23), 6888–6894. <https://doi.org/10.1039/c3ta10886d>