

NO: 69 / 2 / BALAI RISET
DAN STANDARISASI INDUSTRI

A

**BALAI PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
SURABAYA**

**PEMBUATAN ALUMINIUM SULFAT DARI
BUANGAN CAIR (SLUDGE)
P.D.A.M. SURABAYA**

DISPEKUSP JATIM

**DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI**

38

**BALAI PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
SURABAYA**

**PEMBUATAN ALUMINIUM SULFAT DARI
BUANGAN CAIR (SLUDGE)
P.D.A.M. SURABAYA**

**DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI**

" PEMBUATAN ALUMINIUM SULFAT DARI BUANGAN CAIR (SLUDGE)
PERUSAHAAN DAERAH AIR MINUM SURABAYA "*)

R I N G K A S A N.

Isolasi Aluminium dari sludge Perusahaan Daerah Air Minum Surabaya adalah hanya tingkat pendahuluan saja, dimana nantinya hasilnya dapat dijadikan Aluminium Sulfat dengan mengalami proses lebih lanjut.

Dalam penelitian ini dipakai NaOH dengan konsentrasi 80 % untuk mengendapkan senyawa besi yang ada pada sludge tersebut. Sedang hasil yang diperoleh :

Al_2O_3 antara 5 - 11 %
 Fe_2O_3 antara 0,001 - 0,008 %

Penambahan H_2SO_4 langsung kedalam sludge kering akan menghasilkan filtrat berwarna kuning yang setelah di tambah dengan NH_4OH akan menghasilkan endapan berwarna putih agak kecoklatan dan $Al(OH)_3$, disebabkan karena mengandung senyawa besi yang cukup tinggi.

Maka sebaiknya sebelum penambahan H_2SO_4 perlu dihilangkan dulu senyawa Fe-nya dengan penambahan NaOH.

*) .PROYEK: 1980-1981: OLEH : Ir. DINARWI.
PUTUT MURDIANTO B.Sc.
KEN DEDES YUNIARSI.

DAFTAR ISI.

B A B :

Halaman :

- R I N G K A S A N	
- DAFTAR ISI.	
I. P E N D A H U L U A N	1
II. T I N J A U A N P U S T A K A	2
III. P E R C O B A A N P E N E L I T I A N	6
IV. H A S I L D A N P E M B A H A S A N	9
V. K E S I M P U L A N D A N S A R A N	14
DAFTAR PUSTAKA	15.

B A B. II

TINJAUAN PUSTAKA.- Aluminium Sulfat :

Nama lain dari Aluminium Sulfat adalah cake alum, filter alum atau patent alum, akan tetapi nama ini kurang umum untuk digunakan.

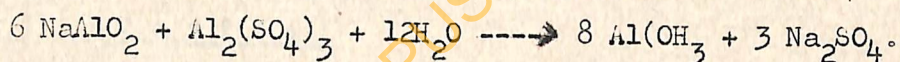
Pemakaian Aluminium Sulfat sudah sejak jaman Mesir Purba digunakan untuk bahan pembantu pewarnaan dan untuk obat-obatan, water treatment.

Alum sendiri sebetulnya adalah "double sulfat" dari Aluminium atau Chromium dengan logam bervalensi tunggal atau sebuah radikal.

Didalam perdagangan, aluminium sulfat biasanya berisi 13 atau 14 mol H_2O , sedang dalam teori sebetulnya mengandung 18 mol, sehingga Aluminium sulfat biasanya didasarkan pada bentuk kelebihan Alumina.

Didalam pasaran, kandungan Fe dalam aluminium sulfat maximum 0,5 %, sedangkan untuk tingkatan bebas dari besi maximum = 0,005 %.

Aluminium sulfat sifatnya asam bisa ditambah dengan Na aluminat yang ber sifat basa akan menghasilkan Aluminium Hidriksida.

- Penggunaan Aluminium Sulfat.

Dalam industri aluminium sulfat memegang peranan yang sangat penting antara lain digunakan untuk keperluan-keperluan :

1. Untuk penjernihan air.
2. Untuk sizing kertas, dimana harus direaksikan dengan Na resinat untuk memperoleh Aluminium resinat yang tidak larut. Untuk sizing kertas ini $Al_2(SO_4)_3$ ini harus bebas dari ion Ferri.
3. Sejumlah kecil dari aluminium sulfat dibutuhkan oleh Industri zat warna sebagai mordant.

Pembuatan

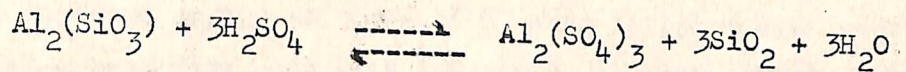
- Pembuatan Aluminium Sulfat :

Pembuatan Aluminium Sulfat secara komersiel yang paling banyak memakai bahan dasar dari bauxite yang mengandung Al_2O_3 cukup tinggi 40 - 60 % Al_2O_3 warna bauxite tergantung dari kandungan logam-logam lain yang ada, terutama besi dan impurities yang lain.

Pemakaian lempeng /clay sebagai bahan dasar pembuatan Aluminium Sulfat masih jarang selama masih tersedia bauxite. Karena ongkos produksinya lebih tinggi.

A. D a r i . . . C l a y :

Clay ditambah dengan asam sulfat, keadaan reaksinya :



Rata-rata dari 2 - 1 ton clay + 0,7 ton dari 70 % asam sulfat + 155 liter air menghasilkan 1 ton aluminium sulfat.

Campuran harus dipanaskan dan diaduk, selama 10 jam. Larutan yang diperoleh harus dipisahkan dari kandungan yang besar dari bagian yang tidak larut.

B. D a r i . . . b o u x i t e :



265 kg bauxite + 630 kg dari 70 % asam sulfat dan 210 liter air menghasilkan 1 ton dari aluminium sulfat hidrat.

Pemanasan tak dibutuhkan didalam reaksi ini, karena exothermal.

Waktu reaksi 1 - 3 jam, dan sedikit sekali insoluble residu.

C. Didalam pabrik, aluminium sulfat dibuat dengan jalan mereaksikan bauxite dengan asam sulfat 60° Be didalam suatu reaktor yang berpengaduk memakai pemanasan udara atau steam.

Pada akhir reaksi ditambahkan BaS_2 (barium sulfide) untuk mereduksi ferri sulfat menjadi ferro sulfat yang mengendap.

Kemudian endapan disaring sedang filtrat yang terjadi adalah aluminium sulfat yang mempunyai konsentrasi + 35° Be.

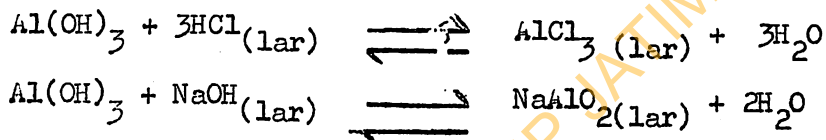
Untuk memperoleh aluminium sulfat yang berbentuk kristal, filtrat yang terjadi ini diuapkan didalam suatu evaporator yang mempunyai kedepatan $59 - 62^{\circ}$ Be.

Kemudian didinginkan dan akan diperoleh kristal aluminium sulfat.

* Aluminium hydroxyda $Al(OH)_3$

Aluminium hydroxyda $[Al(OH)_3]$ adalah suatu basa yang amphoter artinya bersifat asam, bila berada didalam larutan basa kuat dan bisa bersifat basa didalam larutan asam kuat.

$Al(OH)_3$ kelarutannya dalam air kecil sekali (soubility gr /100 ml. H_2O). = $0,000104$ gr/100 ml. pada $18^{\circ}C$, akan tetapi sangat cepat larut didalam asam atau basa kuat (misalnya, didalam larutan HCl atau larutan NaOH) akan memberikan reaksi sebagai berikut :



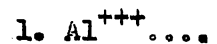
Bila aluminium hidroxyda di tambah dengan suatu asam atau basa lemah maka akan terionisasi.

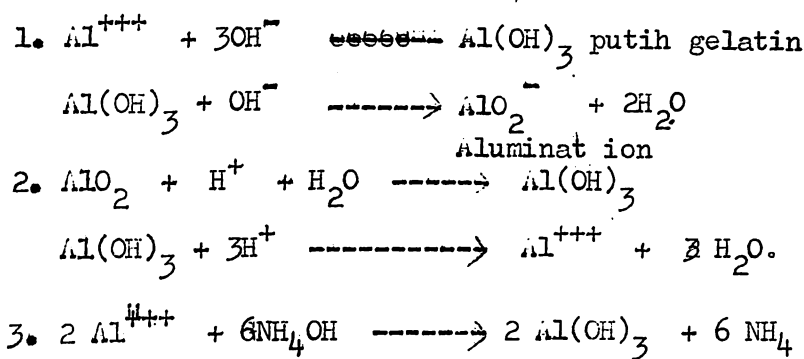
Penambahan larutan basa kuat seperti NaOH yang berlebih maka endapan $Al(OH)_3$ putih selain akan larut lagi maka akan terbentuk garam alkali aluminat.

Pada larutan garam aluminat ini ditambahkan asam yang berlebih maka mula-mula akan terbentuk endapan, dimana endapan tersebut akan larut lagi pada penambahan asam yang berlebih tadi.

Kalau penambahan NH_4OH diberikan setelah penambahan asam yang berlebih tadi maka akan terbentuk endapan $Al(OH)_3$.

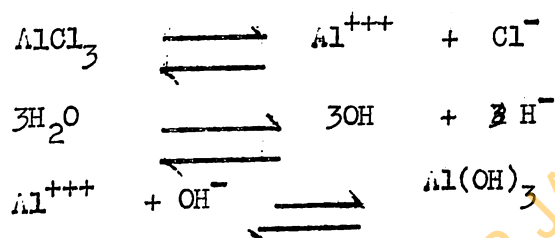
Sehingga reaksi yang terjadi dapat ditunjukkan sebagai berikut :





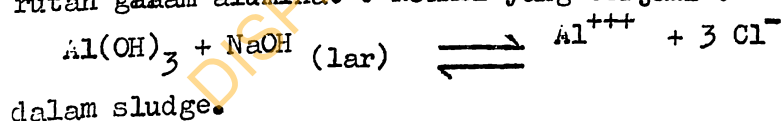
Garam garam Aluminium jika dilarutkan didalam air akan terhidrolisa dan membentuk $Al(OH)_3$ ✓

Reaksi yang terjadi :

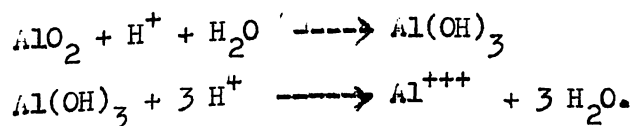


Isolasi aluminium dari sludge pada penelitian ini dapat dijelaskan sebagai berikut :

- a. Penambahan larutan NaOH kedalam sludge akan menghasilkan larutan garam aluminat . Reaksi yang terjadi :



- b. Tambahan HCl hingga terbentuk endapan putih, penambahan dilanjutkan hingga endapan larut lagi.



- c. Kemudian tambahkan amonia (NH_4OH) hingga terbentuk endapan putih gelatin dari $Al(OH)_3$.

B A B. III.

PERCOBAAN PENELITIAN.III.1. Bahan-bahan yang digunakan:Bahan dasar :

Sludge yang telah dikeringkan/cake dari Perusahaan Daerah Air Minum Kota Madya Surabaya.

Bahan Pembantu:

- a. Larutan NaOH
- b. HCl 1 : 10
- c. NH_4OH .

III.2. Peralatan yang digunakan :

1. Beaker glass
2. Cawan
3. Erlenmeyer
4. Kompor listrik
5. Labu takar
6. Pipet ukur.
7. Thermometer
8. Pengaduk
9. K r u s.
10. Kaki tiga, 4 porselain
11. Bunsen
12. Drying oven
13. Esikator
14. Neraca electricis
15. Statif
16. Water bath.

III.3. Perlakuan Percobaan.

1. Isolasi aluminium dari sludge PDAM mengalami tahapan-tahapan sebagai berikut :

- tahap pendahuluan/penghilangan kadar air dari sludge
- isolasi aluminium dari cake
- penetapan hasil.

Tahap pendahuluan:

Pada tahap pendahuluan ini dianalisa :

a. Sludge basah terhadap :

- Kadar air
- Kadar aluminium
- Kadar besi

b. Sludge kering/cake terhadap :

- Kadar air
- Kadar aluminium
- Kadar besi.

Isolasi aluminium dari sludge kering/cake.

- Pembentukan larutan garam Na aluminat
- Pengendapan $Al(OH)_3$ dari larutan garam Na aluminat.

ad.1. Pembentukan larutan garam Na aluminat.

- Ditimbang cake 20 gram didalam beaker glass
- Ditambahkan NaOH dengan konsentrasi 80 % dengan jumlah tertentu (menurut variable) dan diaduk.
- Kemudian diaduk dengan memakai motor pengaduk dengan kecepatan constant waktu pengadukan constant dan suhu sesuai dengan variable.
- Setelah waktu pengadukan selesai, kemudian hasil pengadukan disaring.

- Filtrat hasil mengandung larutan garam aluminate disimpan.
 - Ulangi percobaan tersebut sebanyak 32 x ulangan dengan 4 perlakuan.
 - Pipet filtrat hasil sebanyak 50 ml masukkan dalam beaker glass.
- ad.2. - Untuk pengasaman tambahkan HCl 1 : 1 sampai terjadi endapan putih, kemudian penambahan dilanjutkan sampai endapan larut lagi.
- Tambahkan NH_4OH sampai timbul endapan putih gelatin dari $\text{Al}(\text{OH})_3$.
- Test dengan kertas lakmus.

Penetapan hasil :

1. Saring endapan yang terjadi.
Kemudian cuci dengan aquadest sampai bau amoniak hilang.
2. Kemudian bakar didalam krus yang sudah diketahui beratnya.
3. Kemudian hasil pembakaran dapat ditimbang sebagai Al_2O_3 .

III.4. Variabel yang dikerjakan:

- a. Volume NaOH yang ditambahkan. (NaOH 80 %).
50 cc, 80 cc, 110 cc, 140 cc.
- b. Suhu reaksi :
30°C, 50°C, 70°C, 90° c.

II. Penambahan H_2SO_4 (asam sulfat) langsung kedalam sludge kering, yang setelah dipanaskan dan disaring. Kemudian filtrat + NH_4OH pk. akan menghasilkan endapan putih agak kecoklatan dari $\text{Al}(\text{OH})_3$. Ini disebabkan karena hasil mengandung senyawa besi yang cukup tinggi.
(Jadi cara ini tidak dipakai).

B A B. IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1. Hasil analisa dari sludge PDAM. (Perusahaan Daerah Air Minum Surabaya).

Kadar air = 99,64 %
 Total padatan tak larut air : 0,36 %
 R_{2O_3} = 0,1024 %

Hasil analisa dari sludge kering /cake P.D.A.M. (Perusahaan Daerah Air Minum Surabaya,

Kadar air = 72,56 %
 Total padatan tak larut air = 26,44 %
 Al_2O_3 = 16,4 %
 Fe_2O_3 = 1,775 %

IV.2. I. Tabel : 1. Hasil analisa dari Fe_2O_3 (%).

Suhu Vol NaOH	$B_1 = 30^\circ C$	$B_2 = 50^\circ C$	$B_3 = 70^\circ C$	$B_4 = 90^\circ C$
A_1 50 cc	0,0021 0,0024	0,0014 0,0020	0,0038 0,0042	0,0025 0,0027
A_2 80 cc	0,0042 0,0037	0,0028 0,0031	0,0032 0,0035	0,0026 0,0024
A_3 110 cc	0,0083 0,0090	0,0273 0,0265	0,027 0,0282	0,0109 0,0105
A_4 140 cc	0,0134 0,0137	0,0908 0,0902	0,0714 0,0710	0,0127 0,0126

A = Volume NaOH yang ditambahkan dalam cc
 B = Suhu reaksi dalam $^\circ C$

Tabel: 2. Hasil analisa dari Al_2O_3 (%).

Suhu Vol NaOH	$B_1 = 30^\circ C$	$B_2 = 50^\circ C$	$B_3 = 70^\circ C$	$B_4 = 90^\circ C$
A_1	5,02	5,05	5,11	3,76
50 cc	5,92	5,52	4,48	3,08
A_2	8,40	8,42	5,29	7,80
80 cc	8,39	9,11	5,96	7,72
A_3	7,24	10,29	9,00	8,6
110 cc	9,35	10,75	8,78	0,79
A_4	9,63	9,58	8,02	11,56
140 cc	10,82	10,55	10,07	11,41

A = Volume NaOH yang ditambahkan dalam cc

B = Suhu reaksi dalam $^\circ C$

Dari hasil perhitungan Fe_2O_3

Suhu Vol NaOH	B_1	B_2	B_3	B_4
A_1	0,00225	0,0017	0,0040	0,0026
A_2	0,00395	0,00295	0,00335	0,0025
A_3	0,00865	0,0269	0,02845	0,0107
A_4	0,01355	0,0905	0,0712	0,01275

Anova Sumber	d_t	J_k	J_k^2	F_h	F_{daftar}	
					1%	5%
Perlakuan	15	205,7684	13,7178	1,3064	3,41	2,35
A	3	103,7447	34,5815	3,2934	5,29	3,24
B	3	37,5893	12,5297	1,1933	5,29	3,2
A × B	9	64,4343	7,1493	0,6838	3,7	2,54
Error	16	0,0168	0,00105			
Total	31					

Dari perhitungan ternyata terlihat bahwa $F_{hitung} < F_{daftar}$ berarti tidak ada pengaruh Vol. NaOH yang ditambahkan terhadap perlakuan.

Dari hasil perhitungan Al_2O_3

Suhu Vol NaOH	B_1	B_2	B_3	B_4
A_1	5,47	5,295	4,795	3,42
A_2	8,395	8,765	5,625	7,76
A_3	8,295	10,52	8,89	9,195
A_4	9,725	10,165	9,045	11,485

Anova Sumber	d_f	J_k	J_k^2	F_h	F_{daftar}	
					1 %	5 %
Perlakuan	15	161,8657	10,7910	6,376	3,41	2,35
A	3	133,2324	44,4108	26,241	5,29	3,24
B	3	10,2297	3,4099	2,0148	5,29	3,2
A/B	9	18,4036	2,0448	1,2082	3,7	2,54
Error	16	27,0795	1,6924			
Total	31					

Dari perhitungan terlihat $F_{hitung} < F_{daftar}$ berarti ada pengaruh Vol. NaOH yang ditambahkan terhadap perlakuan.

DISPERPUSIP JAWA

- Pembahasan :

- Dalam percobaan penelitian disini digunakan sludge yang sudah dikeringkan dengan maksud agar supaya NaOH yang dipakai untuk membentuk garam Na aluminat lebih sedikit jika dibandingkan dengan sludge sebelum dikeringkan.
- Pembentukan garam aluminat dimaksudkan agar supaya senyawa Fe yang ada pada sludge bisa terendapkan, sehingga hasil yang diperoleh tidak tercampur dengan senyawa Fe.
Tetapi dari hasil percobaan terlihat bahwa hasil yang diperoleh masih mengandung Fe tetapi dalam jumlah yang kecil sekali (dapat dilihat pada tabel 1).
- Hasil Al_2O_3 yang kita peroleh makin lama makin naik dengan makin naiknya jumlah NaOH (dapat dilihat pada tabel 2).
- Sedang pada variabel suhu reaksi dari 4 macam perlakuan dan 2 ulangan hasil Al_2O_3 yang diperoleh tidak berbeda begitu jauh. (dapat dilihat pada tabel 2).
- Isolasi aluminium dari sludge ini membutuhkan pereaksi yang cukup banyak, sehingga biaya operasinya lebih mahal jika dibandingkan dengan hasil yang diperoleh.
- Hasil dari penelitian ini sebetulnya masih dalam taraf permulaan saja, karena nantinya dapat dijadikan aluminium sulfat dengan di proses lebih lanjut.

B A B. V.

KESIMPULAN DAN SARAN.

Dari hasil penelitian isolasi alumina dari sludge Perusahaan Daerah Air Minum dapat diambil kesimpulan antara lain :

- Pada pembentukan Al_2O_3 disini variabel jumlah NaOH yang ditambahkan sangat berpengaruh terhadap hasil yang diperoleh.
- Hasil maximum bisa diperoleh pada kondisi variabel NaOH jumlah : 110 cc dengan cons. 80 % sebanyak : 11,5 %.
- Pada variabel suhu reaksi tidak berpengaruh terhadap hasil yang diperoleh.
- Karena biaya operasi mahal dibandingkan dengan hasil yang diperoleh tidak sesuai maka ditinjau dari segi ekonomis maka penelitian tidak bisa diarahkan ke Pilot Plant.

S a r a n :

- Untuk mereduksi ferri menjadi Ferro yang mengendap pada sludge sebelumnya ditambah dengan BaS, sehingga hasilnya lebih murni.
- Waktu pengadukan diperpanjang sehingga waktu kontak lebih lama, campuran lebih homogen jadi kemungkinan hasil isolasi akan bertambah banyak.

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

1. Hamilton, LF, S.B, Simpson, S.G, Phd,
" Common Analytical Operation and General Principles of
Gravimetric Analysis ". Quantitative Chemical Analysis,
The MacMillan Company, New York 1958.
2. Kirk, RE, Othmer, DF,
"Encyclopedia of Chemical Technology.
The Interscience Encyclopedia Inc, New York.
3. Partington J.R, MBE, D.Sc,
" Aluminium Hydroxide "
A Text Book of Inorganic Chemistry 6nd.Ed.
Macmillan and Co, Limited St. Martin Street
London, 1953.
4. Shreve R, Norris,
The Chemical Process Industries 2nd.Ed.
Mc Graw-Hill Book Company Inc, 1945.
Kogakusha Company, Ltd. Tokyo.
5. Treadwell F.P, Hall W.T,
" Colloidal Solution and Amonium Sulfide Group"
Analytical Chemistry Vol. I, John Willey & Sons Inc,
New York.
6. Treadwell F.P. Hall W.T,
Separation of Iron from Aluminum.
Analytical Chemistry Vol. II.
John Willey & Sons, Inc, New York.
7. Vogel A.J,
A Text Book of Quantitative Inorganic Analysis 2nd.Ed..
Longmans Green, Co . London 1953.