

BAB III

METODE PENELITIAN

Pembuatan pupuk anorganik dalam penelitian ini dilakukan berdasarkan pada proses pembuatan asam fosfat menggunakan proses basah, dengan pelarut asam (asam sulfat). Penelitian dilakukan di laboratorium pusat penelitian dan pengembangan teknologi mineral (PPPTM) Bandung.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Dalam penelitian ini alat-alat yang digunakan adalah satu set alat sampling, seperangkat alat gelas, neraca analitis dengan merek Mettler AE 200, pengaduk listrik, ayakan standar ASTM dengan ukuran 30, 60, 100, 140 dan 200 mesh beserta rotep, oven, hote plate dan agate mesin (ring mill). Untuk analisa digunakan spektrofotometer UV-VIS dengan merek Milton Roy 401, satu set alat AAS dengan merk Varian Techtron / AAS Australia (1972) dan difraktometer sinar-x tipe P. W. 3710 BASED.

3.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah berupa mineral fosfat dan dolomit. Selain itu diperlukan juga asam sulfat p.a, asam klorida p.a, asam nitrat p.a, larutan ammonium vanadat, larutan ammonium molibdat, larutan asam sitrat dan aquades.

3.2. Proses pengerjaan

3.2.1. Persiapan sampel

Contoh fosfat dan dolomit yang sudah berbentuk bubuk dipisah-pisahkan dengan menggunakan teknik sampling sistim perempatan (cone quartering), sehingga contoh dapat dipisah-pisahkan. Sebagian digunakan untuk arsip, untuk analisa dan untuk proses pembuatan pupuk.

3.2.2. Analisa pendahuluan

A. Analisa ayak

Untuk analisa ayak diambil sampel yang telah dipisahkan dengan teknik sampling diatas di ayak menggunakan ayakan standar ASTM dengan ukuran 30, 60, 100, 140 dan 200 mesh. Sebagian hasil analisa ayak yang terkecil kemudian digerus dengan agate mesin untuk digunakan pada penetapan komposisi kimia dengan AAS, spektrofotometer UV-VIS dan gravimetri, serta penetapan komposisi mineral dengan XR-D.

B. Analisa dengan menggunakan difraktometer sinar-x

Analisa sampel batuan fosfat dan dolomit dengan menggunakan metode difraksi sinar-x bertujuan untuk menentukan jenis mineral komponen penyusun batuan tersebut. Analisa dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-x tipe P.W. 3710 BASED, dengan menggunakan radiasi Cu K_α. Pengukuran dilakukan pada kisaran sudut difraksi (2θ) 0-60°.

C. Penetapan komposisi kimia

Penetapan komposisi kimia terhadap sampel batuan fosfat dan dolomit meliputi: analisa kadar Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , K_2O , Na_2O dan TiO_2 dengan metode AAS. Analisis kadar P_2O_5 dengan metode spektrofotometri UV-VIS. Analisa kadar SiO_2 dan hilang pijar (HP) dengan metode gravimetri.

1. Penetapan kadar hilang pijar (HP)

Cawan porselin kosong dipijarkan selama ± 20 menit kemudian didinginkan dalam eksikator, setelah dingin ditimbang (misal A gram). Selanjutnya dimasukkan contoh yang telah dikeringkan ke dalam cawan tersebut dan ditimbang kembali (misal B gram). Cawan dan contoh dipijarkan pada suhu $800-900^\circ\text{C}$ selama $\pm 1-2$ jam kemudian didinginkan dalam eksikator dan ditimbang kembali (misal C gram). Kadar HP ditentukan dengan rumus:

$$\text{Kadar HP} = \frac{B - C}{B - A} \times 100 \%$$

2. Destruksi sampel

Sebanyak 0.25 gram contoh batuan fosfat dan dolomit (kering) dimasukan ke dalam gelas piala 250 ml, contoh dibasahkan dengan sedikit air dan ditambahkan 10 ml campuran HCl p.a dan HNO_3 p.a (3:1). Larutan yang terbentuk dipanaskan dan diuapkan sampai kering kemudian ditambahkan 0,25 ml HCl p.a dan 2,5 ml HNO_3 p.a, dipanaskan dan diuapkan kembali sampai kering, didinginkan dan dilarutkan kembali dengan 0,25 ml HCl p.a, 2,5 ml HNO_3 p.a serta air secukupnya, selanjutnya dipanaskan dan didihkan sampai garam-garam yang terbentuk larut kembali kecuali SiO_2 , didinginkan dan disaring kemudian filtratnya diencerkan dengan aquades dalam

labu takar 250 ml. Larutan yang diperoleh sebagai larutan stok untuk analisa dengan AAS dan spektrofotometer UV-VIS.

3. Analisa dengan AAS

Larutan stok sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml, diencerkan dengan aquades hingga tanda batas, dibiarkan selama 24 jam. Larutan yang diperoleh siap untuk diukur absorbansinya dengan AAS.

4. Analisa dengan spektrofotometer UV-VIS

Larutan stok sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml, ditambahkan 5 ml HNO₃ 5 N, 5 ml larutan amonium vanadat 0,25 %, 5 ml larutan amonium molibdat 5 % dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas, didiamkan ± 15 menit. Larutan yang diperoleh siap untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-VIS.

5. Analisa dengan metode gravimetri

Sebanyak 0,5 gram contoh batuan fosfat dan dolomit (kering), dibasahkan dengan sedikit aquades kemudian ditambahkan 15 ml HCl p.a dan 5 ml HNO₃ p.a, ditutup dengan gelas arloji dan dipanaskan sampai kering. Ditambah lagi 15 ml HCl p.a dan dipanaskan sampai mendidih kemudian diencerkan dengan aquades sampai volume 100 ml, dipanaskan kembali sampai mendidih setelah itu disaring dengan kertas saring whatman 42. Endapan dicuci dengan HCl 1 % panas hingga beberapa kali kemudian bersama-sama kertas saring dimasukkan ke dalam cawan porselin yang telah ditimbang terlebih dahulu (misal A gram), kemudian didinginkan dalam eksikator dan ditimbang (misal B gram). Kadar SiO₂ ditentukan dengan rumus:

$$\text{Kadar SiO}_2 = \frac{B - A}{\text{berat contoh}} \times 100 \%$$

3.2.3. Penentuan waktu pelarutan optimum batuan fosfat

Sebanyak 50 gram contoh batuan fosfat yang telah disiapkan, dimasukkan kedalam beker gelas 1000 ml kemudian dibuat lempung fosfat 20 % padat dengan menambahkan aquades (1:4). Kedalam lempung fosfat diatas ditambahkan 100 ml H_2SO_4 pekat kemudian diaduk dengan pengaduk listrik. Dibuat lima percobaan yang sama untuk berbagai variasi waktu pengadukan 15, 30, 45, 60, 90 dan 120 menit. Setelah pengadukan masing-masing larutan disaring, dikeringkan dan ditimbang kemudian ditentukan waktu optimum pengadukan.

3.2.4. Pembuatan pupuk

Kedalam sampel fosfat ditambahkan 200 ml aquades dan 100 ml asam sulfat p. a kemudian diaduk selama waktu optimum yang telah ditentukan (45 menit). Selanjutnya ditambahkan dolomit dan ditunggu hingga semua dolomit bereaksi. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan untuk pengerjaan selanjutnya. Langkah-langkah diatas diulangi dengan bervariasi jumlah dolomit (10, 20, 30, 40 dan 50 gram); jumlah fosfat (10, 20, 30, 40 dan 50 gram); volume asam sulfat (10, 30, 50, 60 dan 80 ml) dan konsentrasi asam sulfat (10, 30, 50, 60 dan 80 %).

3.2.5. Uji kelarutan pupuk dalam asam sitrat 2 %.⁽¹⁶⁾

Uji kelarutan pupuk ditentukan berdasarkan kelarutan P_2O_5 dalam asam sitrat 2 %. Untuk penetapan kadar P_2O_5 yang larut dalam asam sitrat 2 % terlebih dahulu harus ditetapkan kadar P_2O_5 . Kemudian ditentukan kadar P_2O_5 yang tidak larut dalam asam sitrat 2 % dengan cara sebagai berikut : 0,5 gram contoh pupuk dari prosedur 2.3.4 dimasukkan kedalam beker gelas 250 ml, dibasahkan dengan sedikit aquades

kemudian ditambahkan 50 ml larutan asam sitrat 2 %, dipanaskan sambil sekali-kali diaduk pada suhu 60°C selama 30 menit. Setelah itu disaring dengan kertas saring whatman 42, endapan dicuci dengan aquades panas (60°C) sampai bersih (± 5 kali). Endapan bersama kertas saringnya dimasukkan kedalam beker gelas semula kemudian dilarutkan dengan campuran HCl dan HNO₃ (3:1) sebanyak 10 ml, selanjutnya dikerjakan sama seperti pada penentuan kadar P₂O₅ total. Kadar P₂O₅ yang larut dalam asam sitrat 2 % sama dengan kadar P₂O₅ total dikurangi kadar P₂O₅ yang tidak larut dalam asam sitrat 2 %.

3.2.6. Analisa Produk

Dari hasil percobaan 3.2.5 diambil produk yang mempunyai kelarutan dalam asam sitrat 2 % terbesar kemudian dianalisa komposisi kimianya dengan metode spektrofotometri UV-VIS, spektroskopi serapan atom (AAS) dan gravimetri, komposisi mineralnya dengan XR-D.

A. Analisa komposisi kimia

Unsur-unsur yang dianalisa adalah unsur Ca, Mg, dan P menggunakan AAS, prosedur pengerjaannya sama seperti pada analisa pendahuluan. Sedangkan untuk penentuan komposisi S total digunakan metode gravimetri dengan langkah sebagai berikut : 0,6 gram contoh pupuk dimasukan kedalam beker gelas 250 ml, ditambahkan beberapa tetes aquades dan 20 ml larutan KBr-Br₂, dibiarkan selama 15 menit kemudian ditambahkan 20 ml HNO₃ dan ditutup dengan gelas arloji selama 10 menit. Panaskan pada suhu rendah hingga Br₂ hilang kemudian buka tutup gelas dan panaskan sampai kering. Selanjutnya ditambahkan 10 ml HCl dan dipanaskan hingga kering

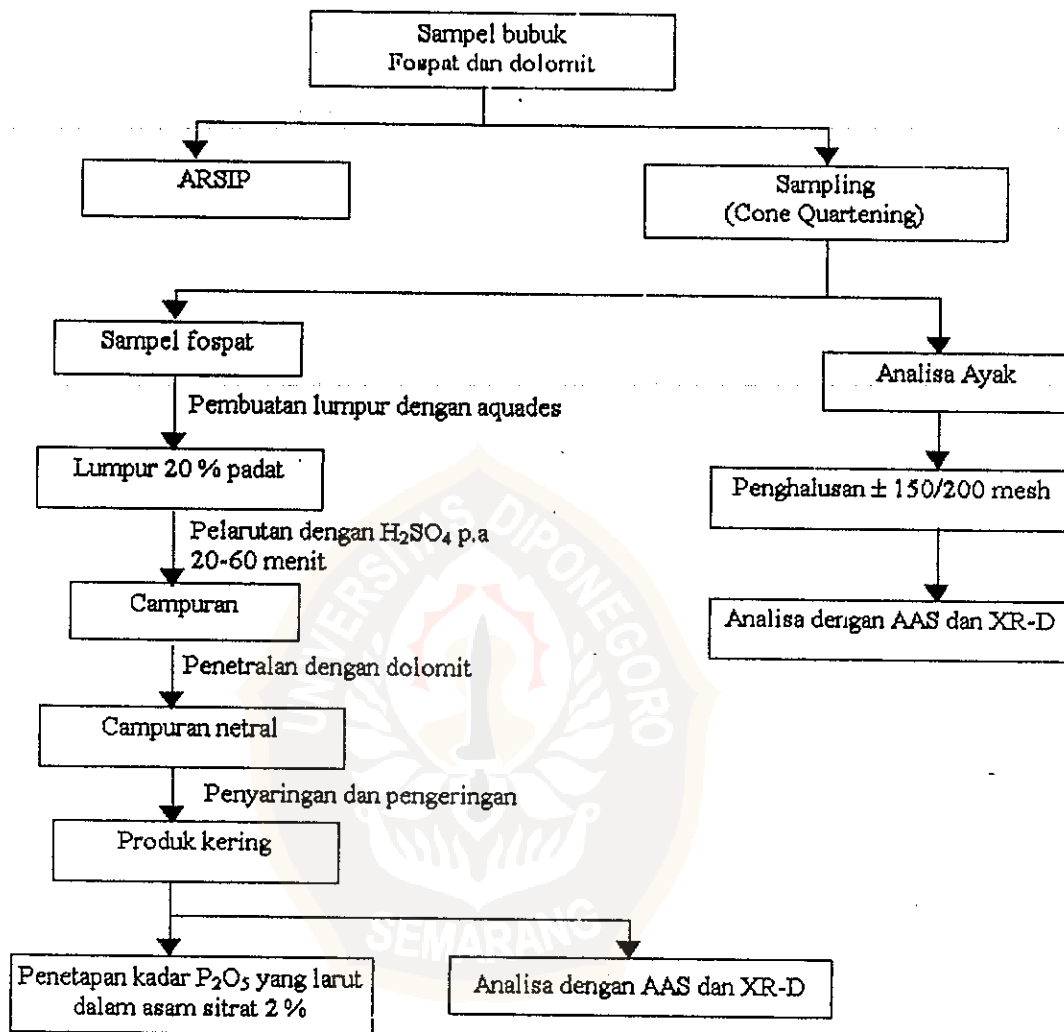
kemudian ditambahkan kembali 10 ml HCl, dipanaskan hingga mendidih dan diencerkan dengan aquades, disaring dan filtratnya ditambahkan 10 ml BaCl₂ 10 % dibiarkan selama 24 jam. Endapan yang terbentuk (BaSO₄) ditimbang dan kadar S total dihitung dengan rumus:

$$\text{Kadar S total} : \frac{\text{Ar S}}{\text{BM BaSO}_4} \times \frac{\text{berat endapan (BaSO}_4\text{)}}{\text{berat contoh}} \times 100 \%$$

B. Analisa dengan difraksi sinar-x

Produk reaksi (pupuk) yang telah dipilih dikeringkan kembali dan dihaluskan dengan agate mesin hingga rata kemudian dianalisa dengan difraksi sinar-x.





Gambar 3.1. Bagan alir pembuatan pupuk