

BAB III

METODE PENELITIAN

Pembuatan pupuk majemuk dalam penelitian ini dilakukan berdasarkan pada proses pembuatan asam fosfat menggunakan proses basah dengan pelarut asam (asam sulfat). Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Diponegoro.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Dalam penelitian ini alat yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, neraca analitis, ayakan standar ASTM, hot plate, Spektrofotometer UV-VIS, Difraktometer sinar-X.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mineral fosfat, mineral dolomit, asam sulfat p.a, asam nitrat p.a, amonium nitrat, asam sitrat, aquades.

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Persiapan Sampel

Contoh batuan fosfat dan dolomit digerus, selanjutnya diayak dengan menggunakan ayakan standar ASTM dengan ukuran 200 mesh. Batuan fosfat dan

dolomit yang sudah berbentuk bubuk dipisah-pisahkan. Sebagian digunakan untuk arsip, untuk analisa, dan untuk proses pembuatan pupuk.

3.2.2 Destruksi Sampel

Sebanyak 0,25 gram contoh batuan fosfat dan dolomit (kering) dimasukkan kedalam gelas piala 250 mL, contoh dibasahkan dengan sedikit air dan ditambahkan 10 mL campuran HCl p.a. dan HNO₃ p.a. (3:1). Larutan yang terbentuk dipanaskan dan diuapkan sampai kering kemudian ditambahkan 0,25 mL HCl p.a. dan 2,5 mL HNO₃ p.a., dipanaskan dan diuapkan kembali sampai kering, didinginkan dan dilarutkan kembali dengan 0,25 mL HCl p.a., 2,5 mL HNO₃ p.a. serta air secukupnya, selanjutnya dipanaskan dan dididihkan sampai garam-garam yang terbentuk larut kembali kecuali SiO₂, didinginkan dan disaring kemudian filtratnya diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL. Larutan yang diperoleh sebagai larutan stok untuk analisa dengan spektrofotometer UV-VIS.

3.2.3 Pembuatan Pupuk

Ke dalam sampel fosfat ditambahkan 200 mL akuades dan 100 mL asam sulfat p.a. kemudian diaduk selama waktu optimum yang telah ditentukan 45 menit (mengacu pada penelitian sebelumnya). Selanjutnya ditambahkan dolomit dan ditunggu hingga semua dolomit bereaksi. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan untuk pengerjaan selanjutnya. Langkah-langkah di atas diulangi dengan memvariasikan volume asam sulfat (2, 6, 10, 12, dan 16 mL); dengan

jumlah fosfat tetap, dan apabila terdapat kelebihan asam sulfat maka akan dinetralkan dengan penambahan dolomit dengan jumlah tertentu sampai larutan bersifat netral. Pupuk yang terbentuk ditambah dengan NH_4NO_3 dengan variasi jumlah NH_4NO_3 (2, 4, 6, 8, dan 10 gram).

3.2.4 Analisa Kimia

Dalam penelitian ini akan dilakukan beberapa analisa terhadap contoh batuan fosfat dan dolomit yang diperoleh serta produk yang terbentuk. Dari contoh batuan fosfat dan dolomit serta produk yang diperoleh kemudian dianalisis komponen kimianya dengan metode Spektrofotometri UV-VIS, dan komposisi mineralnya dengan XR-D.

3.2.5 Uji Kelarutan Pupuk dalam Asam Sitrat 2% (Tendeloo, G. Van dkk, 1985)

Uji kelarutan pupuk ditentukan berdasarkan kelarutan P_2O_5 dalam asam sitrat 2%. Setengah gram contoh pupuk dari prosedur 3.2.3 dimasukkan ke dalam beker gelas 250 mL, dibasahkan dengan sedikit aquades kemudian ditambahkan 50 mL larutan asam sitrat 2%, dipanaskan sambil sekali-kali diaduk pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 30 menit. Setelah itu disaring dengan kertas saring whatman 42, endapan dicuci dengan aquades panas ($60\text{ }^\circ\text{C}$) sampai bersih (± 5 kali). Endapan bersama kertas saringnya dimasukkan kedalam gelas beker semula kemudian dilarutkan dengan campuran HCl dan HNO_3 (3:1) sebanyak 10 mL, selanjutnya dikerjakan sama seperti pada penentuan kadar P_2O_5 total. Kadar P_2O_5 yang larut dalam asam

sitrat 2 % sama dengan kadar P_2O_5 total dikurangi kadar P_2O_5 yang tidak larut dalam asam sitrat 2 %.

3.2.6 Uji Kadar Nitrogen

3.2.6.1 Kadar Nitrogen-amonium Pupuk Majemuk

Lima gram contoh yang telah ditimbang dengan teliti, dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL kemudian dilarutkan dengan air suling dan diisi sampai tanda garis. Setelah dikocok bila perlu disaring, hasil penyaringan dipipet 25 mL ke dalam labu penyuling dan diencerkan dengan air kira-kira 200 mL, ditambah beberapa butir batu didih dan disambung dengan alat pendingin. Ujung penerima alat pendingin itu telah terendam dalam gelas piala 800 mL atau erlenmeyer 750 mL yang diisi H_2SO_4 0,25 N. Setelah itu dengan hati-hati ditambahkan 25 mL NaOH 30 % dan segera ditutup rapat. Setelah cairan yang disulingkan tinggal kira-kira sepertiganya penyulingan dihentikan. Kelebihan H_2SO_4 dalam sulingan, dititar dengan NaOH 0,1 N dan dipergunakan indikator campuran. Dikerjakan juga penetapan blanko.

3.2.6.2 Kadar Nitrogen-nitrat Pupuk Majemuk

Lima gram contoh yang telah ditimbang dengan teliti dilarutkan dengan air hingga 500 mL, jika perlu disaring. Hasil penyaringan dipipet 25 mL kedalam labu penyuling 1000 mL. Ditambahkan 5 mL alkohol lalu diencerkan dengan air sebanyak 200 mL. kemudian ditambah 3 gram campuran Devarda (49-51 % Cu dan 44-46 % Al) dan beberapa butir batu didih. Setelah dipasang pada alat

penyuling lengkap dengan larutan H_2SO_4 0,25 N sebagai penerima, ditambah 30 mL NaOH 30 %. Mula-mula dipanaskan tiga perempat jam dengan nyala Bunsen yang tingginya kurang lebih 2 cm, sesudah itu dengan nyala lebih besar, sehingga sebanyak mungkin disulingkan. Kelebihan asam dititar dengan NaOH 0,1 N dengan menggunakan indikator campuran. Juga dikerjakan satu penetapan blanko.

