

PEMANFAATAN TULANG KEONG UNTUK PRODUKSI ASAM PHOSPAT : OPTIMASI MENGGUNAKAN RESPONSE SURFACE METHODOLOGY

M. Husein Haekal

Jurusan Teknik Kimia, Fak. Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058
email : triana_haykal@yahoo.com
Supervisor : Dr. Istadi, ST. MT

Abstract

Effort to expand snail bone use to achieve economical value could be done with processing the bone to produce phosphoric acid. The phosphoric acid production can be performed by two processes that are a wet process and an electricity furnace process (dry). In this case the phosphoric acid production is conducted by wet process where the snail bone is reacted with sulphuric acid. Independent variables used are reaction time and sulphuric acid concentration to achieve an optimum conversion or phosphoric acid yield. The optimum process parameters are reaction time of 102,4 minutes and sulphuric acid concentration of 30% with respect to phosphoric acid yield of 9,338%.

keyword : acid phosphate, use

Abstrak

Usaha untuk memperluas penggunaan tulang keong sehingga memiliki nilai ekonomis yang tinggi antara lain dapat dilakukan dengan mengolah tulang tersebut menjadi asam fosfat. Pembuatan asam fosfat dapat dilakukan dengan dua proses yaitu proses basah dan proses tanur listrik (kering). Dalam hal ini pembuatan asam fosfat dilakukan dengan proses basah yaitu dengan mereaksikan serbuk tulang keong dengan asam sulfat. Pada kondisi variabel yang diteliti meliputi waktu reaksi dan konsentrasi asam sulfat terhadap konversi kondisi operasi yang relative baik dalam penelitian ini adalah waktu 102,4 menit dan konsentrasi asam sulfat 30% dengan yield sebanyak 9,338%.

Kata kunci : asam fosfat, penggunaan

Pendahuluan

Tulang dan guano masih merupakan sumber utama fosfor dan asam fosfat, tetapi sampai saat ini pemanfaatannya masih sangat terbatas untuk campuran pupuk, makanan ternak, lem, dan gelatin. Akibatnya banyak tulang yang terbuang begitu saja sebagai limbah yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Penyusunan tulang terdiri dari senyawa organik dan senyawa anorganik. Senyawa organik dalam tulang terdiri atas protein dan polisakarida, sedangkan senyawa anorganik dalam tulang terdiri dari garam-garam fosfat dan karbonat

Tabel 1. Komposisi Tulang Kerangka Binatang (Waggman, 1952)

KOMPONEN	KANDUNGAN
Air	1,8 - 44,3
Lemak	1,2 - 26,9
Kolagen	15,8 - 32,8
Zat anorganik	28,0 - 56,3

Diketahui secara umum bahwa tulang mengandung senyawa fosfat yang cukup banyak yaitu sekitar 53%, sehingga tulang dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan asam fosfat. Kebutuhan asam fosfat cukup besar terutama untuk industri pupuk fosfat, industri zat warna, dan industri tekstil. Oleh karena itu,

pembuatan asam fosfat dari tulang keong merupakan salah satu cara memperluas daya guna tulang sehingga memiliki nilai ekonomis yang tinggi. (Waggman, 1952)

Fosfat adalah senyawa phosphor yang anionnya mempunyai atom phosphor yang di lingkupi oleh empat atom oksigen yang terletak pada sudut-sudut tetrahedron (Austin, 1996)

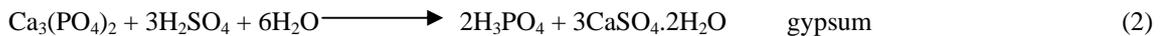
Asam fosfat atau yang sering disebut asam orthophospat dengan rumus kimia H_3PO_4 adalah asam berbasah tiga deret garam, yaitu orthophospat primer, misal NaH_2PO_4 ; orthophospat sekunder, misal Na_2HPO_4 ; dan orthophospat tersier, misal Na_3PO_4 (Vogel, 1979). Pada umumnya setiap bahan yang mengandung fosfat cukup banyak dapat dijadikan bahan dasar industri fosfat. Bahan-bahan yang mengandung fosfat antara lain terdapat dalam batuan apatit sebanyak 40% dan tulang sekitar 53% (Waggman, 1952). Phosphor dalam batuan apatit berada dalam bentuk insoluble terutama dalam bentuk fluoro-apatit ($Ca_5F(PO_4)_3$) atau trikalsium fosfat ($Ca_3(PO_4)_2$). Kandungan senyawa anorganik yang terdiri dari garam-garam fosfat dan karbonat dalam tulang adalah sebesar 28,0% - 56,3%. Dengan kandungan senyawa anorganik sebesar itu, tulang bisa dimanfaatkan sebagai bahan untuk membuat asam fosfat.

Untuk membuat asam fosfat, kita mengenal dua cara yang bisa digunakan, yaitu :Proses Basah (wet process) dan Proses Tanur Listrik (electric furnace process).

Proses basah, perkembangan pesat dalam pembuatan asam fosfat proses basah terjadi karena meningkatnya permintaan terhadap pupuk analisis tinggi, tripel superphospat, ammonium, dan dikalsium fosfat. Jauh sebelum itu, kebanyakan asam orthophospat yang dihasilkan, dibuat dengan reaksi asam sulfat encer, terhadap serbuk batuan fosfat atau tulang. (Austin, 1996)

Proses utama yang digunakan untuk pembuatan asam fosfat proses basah adalah dengan menggunakan asam sulfat.

Reaksi pokok adalah :



Pada proses basah ini, asam sulfat yang digunakan berkadar 30% dan suhu reaksi tidak boleh terlalu tinggi agar zat yang terendapkan adalah gypsum, dan bukan anhidritnya. Jika yang tersebut belakangan itu terbentuk, ia akan terhidrasi kemudian dapat menyebabkan timbulnya kerak yang akan mengganggu jalannya proses reaksi.

Proses tanur listrik, asam fosfat pertama kali diproduksi dalam skala komersial kecil-kecilan melalui pengolahan tulang kalsinasi dengan asam sulfat, kemudian menyaring asam fosfat yang terjadi dan menguapkannya sehingga berat jenisnya 1,45. Zat itu lalu dicampur dengan arang atau kokas, lalu dipanaskan lagi dan airnya diuapkan, kemudian dikalsinasi pada panas putih di dalam reactor. Oleh karena itu, fosfat akan terdestilasi keluar kemudian dikumpulkan dibawah air dan dimurnikan dengan mendestilasikan kembali. (Austin, 1996).

Proses pembuatan asam fosfat dengan proses tanur listrik dikerjakan dengan menggunakan silica dan coke (batu bara) dengan perbandingan mol yang sesuai didalam persamaan reaksinya. Reaksi dilaksanakan dalam sebuah furnace pada temperatur 1600°C. Pada temperatur ini akan dibebaskan P_2O_5 , dimana P_2O_5 ini kemudian direduksi dengan coke yang berpijar menjadi phosphor. Reaksi pada proses ini diteruskan dengan oksidasi dan hidrasi. Asam fosfat yang dihasilkan dari proses ini mempunyai kemurnian lebih tinggi.

Reaksi :



Penggunaan asam fosfat, senyawa fosfat dipakai dalam berbagai industri, seperti industri bahan makanan, tekstil, plastic, gelas, cat, dan industri farmasi. Pada industri bahan makanan, asam fosfat dipakai sebagai bahan pengawet dan pemberi rasa minuman, sedangkan garamnya (Natrium Hidrofosfat dan Natrium Karbonat) dipakai sebagai penjernih pada pabrik gula atau soda kue agar adonan kue mengembang. (Waggman, 1952)

Pada industri tekstil, asam fosfat dipakai sebagai pemberi warna cerah dan memperbaiki sistem ikatan benang pintal. Pada industri gelas, asam fosfat dipakai sebagai pembuat bening. Pada industri esterorganik, asam fosfat untuk plasticier. Penggunaan akhir asam fosfat terutama adalah untuk pupuk sebanyak 85%, bahan deterjen sebanyak 5%, pakan ternak sebanyak 5%, dan bahan makanan, minuman, tapal gigi sebanyak 5%. (Shreve, 1995)

Proses ekstraksi, untuk membuat asam fosfat dari tulang keong dan asam sulfat digunakan proses ekstraksi yaitu suatu metoda operasi yang digunakan dalam proses pemisahan suatu komponen dari campurannya dengan menggunakan sejumlah massa bahan (solven) sebagai tenaga pemisah. Karena komponen yang akan dipisah (solute) berada dalam phase padat maka proses ekstraksi untuk membuat asam fosfat dari tulang keong dinamakan leaching. Istilah 'ekstraksi' umum dipakai jika solute berada dalam phase cair. (Herry S, 1988)

Dalam proses pembuatan asam fosfat dari tulang keong, serbuk tulang keong yang berperan sebagai solute dicampur dengan asam sulfat sebagai solven dengan konsentrasi dan volume tertentu. Campuran tersebut dipanaskan dengan suhu tertentu dalam labu leher tiga. Setelah waktu yang ditetapkan tercapai, baru dilakukan proses pemisahan campuran. Di sini, asam fosfat dipisahkan dari endapannya.

Dalam proses ekstraksi di atas, solven yang digunakan adalah asam sulfat (H_2SO_4). Alasan menggunakan asam sulfat, asam sulfat merupakan asam anorganik yang agak kuat, dan juga agak murah. Selain itu, asam sulfat merupakan bahan pengoksidasi yang baik, lebih-lebih terhadap senyawa organik. Asam sulfat kuat (93%-99%) biasa dipakai untuk sintesis fenol, alkilasi butana, pembuatan berbagai bahan kimia nitrogen, pembuatan asam fosfat dan tripel superfosfat. (Austin, 1996)

Asam sulfat yang digunakan untuk membuat asam fosfat dari tulang keong adalah asam sulfat berkonsentrasi 96% yang diencerkan sampai konsentrasi tertentu sesuai dengan kebutuhan.

Faktor-faktor yang berpengaruh dalam proses pembuatan asam fosfat antara lain : waktu reaksi, Semakin lama waktu reaksi (sampai batas tertentu) berarti semakin lama pula waktu kontak antara zat pereaksi, sehingga diperoleh hasil semakin besar. Konsentrasi asam sulfat, semakin tinggi konsentrasi asam sulfat (sampai batas tertentu) berarti kecepatan reaksi semakin besar sehingga diperoleh hasil yang besar. Konsentrasi asam sulfat yang digunakan sekitar 30%-40%. (partington, 1950)

Pengadukan, pengadukan diperlukan untuk memperbanyak kesempatan berkontak antara zat pereaksi dengan memperbesar tumbukan yang terjadi sehingga diperoleh hasil yang semakin besar. Pengadukan dapat dilakukan dengan penggelembungan udara atau secara mekanik. Suhu, semakin tinggi suhu semakin cepat pula reaksi berlangsung, karena memperbesar harga konstanta kecepatan reaksi. Pada proses basah biasanya di jalankan pada titik didih normal. (Kirk and Othmer, 1953)

Kondisi yang optimum dalam proses ekstraksi untuk memperoleh asam fosfat dapat menghasilkan asam fosfat dengan jumlah dan konsentrasi maksimal. (Herry S, 1988)

Inovasi pada penelitian ini terinspirasi dari peneliti yang terdahulu yang berjudul "Pengambilan Asam fosfat dari Tulang Keong", pada penelitian ini diambil judul "Pemanfaatan Tulang Keong Untuk Produksi Asam fosfat : Optimasi Menggunakan Response Surface Methodology. Kebaruan dari penelitian ini adalah, sumber dari fosfor-nya, peneliti terdahulu menggunakan tulang kerang sebagai sumber fospor, pada penelitian ini di gunakan tulang keong sebagai sumber fospor-nya.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pemanfaatan tulang keong pada produksi asam fosfat, serta mengetahui kondisi operasi optimum untuk menghasilkan yield yang maksimum.

Metode Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan proses pengambilan asam fosfat dari tulang keong dengan cara isolasi menggunakan pelarut asam sulfat. Adapun tahap penelitian itu sendiri terdiri dari satu tahap pelaksanaan yaitu optimasi variable yang berpengaruh (waktu reaksi dan konsentrasi solven). Untuk mengetahui apakah filtrat yang dihasilkan mengandung asam fosfat atau tidak, dilakukan analisis dengan menggunakan indikator "metil orange" dan "phenoptalein".

Penetapan Variabel

Pada penelitian ini variabel tetapnya yaitu berat tulang keong 10 gr, volume solven (H_2SO_4) 100 ml, ukuran butiran 100 mesh, serta suhu reaksi $\pm 110^\circ C$, kemudian variabel berubahnya sebagai berikut, waktu reaksi dicoba dengan 3 waktu reaksi yaitu 30, 60, 90 menit. Konsentrasi solven (H_2SO_4) 25%, 30%, dan 35%.

Table 2. Jarak variable percobaan

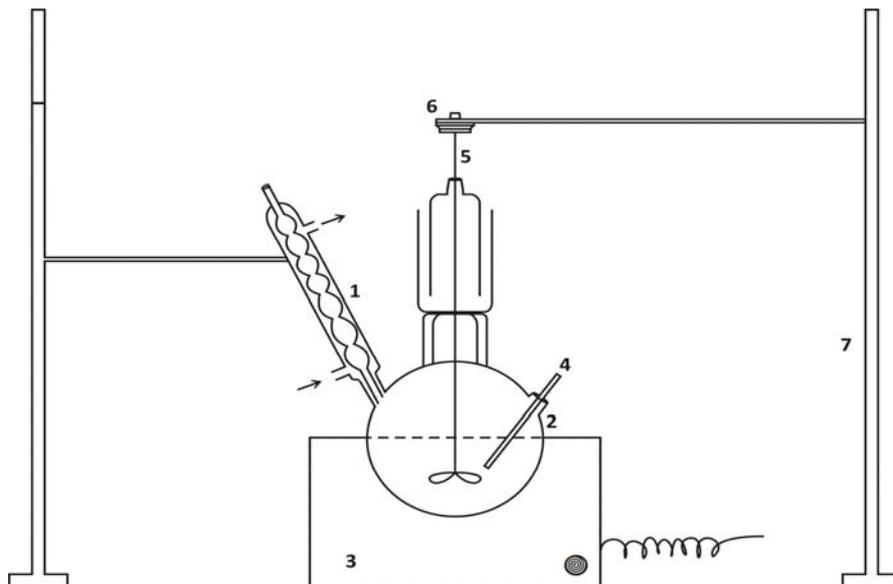
Nama faktor	- α	low	center	high	+ α
Waktu	17,6	30	60	90	102,4
konsentrasi	0,23	0,25	0,30	0,35	0,37

Table 3. Desain eksperimen

Run	Waktu Reaksi (menit)	Konsentrasi H ₂ SO ₄
1	30,0	0,25
2	30,0	0,35
3	90,0	0,25
4	90,0	0,35
5	17,6	0,30
6	102,4	0,30
7	60,0	0,23
8	60,0	0,37
9	60,0	0,30
10	60,0	0,30
11	60,0	0,30
12	60,0	0,30
13	60,0	0,30
14	60,0	0,30
15	60,0	0,30
16	60,0	0,30

$$\text{Yield} = \frac{\text{berat asam fosfat yang terbentuk (gram)}}{\text{Berat tulang (gram)}} \times 100\% \quad (6)$$

Bahan utama yang digunakan adalah tulang keong yang sudah dihaluskan, kemudian bahan pembantu yang digunakan adalah asam sulfat, NaOH 0.1N, indikator PP, indikator MO, dan aquadest. Alat-alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah labu leher tiga, pendingin balik, pengaduk merkuri, gelas ukur, kertas saring, biuret, cawan porselen, timbangan, thermometer, mantel pemanas, erlenmeyer, pipet volume, corong gelas, karet penghisap, oven, arloji, dan ayakan 100mesh, dengan rangkaian alat utama sbb :



Gambar 1 Rangkaian Alat Proses

Keterangan gambar, (1) Pendingin balik, (2) Labu leher tiga, (3) Mantel pemanas, (4) Thermometer, (5) Pengaduk merkuri, (6) Motor pengaduk, (7) Statif penjepit.

Serbuk tulang dengan ukuran butir dan berat tertentu, dimasukan kedalam labu leher tiga. Kemudian ditambahkan asam sulfat dengan volume dan konsentrasi tertentu. Kemudian pemanas dan pengaduk dihidupkan, serta pendingin balik dialirkan. Reaksi ini berlangsung pada titik didih normal selama waktu tertentu.

Setelah waktu yang ditentukan terpenuhi, proses dihentikan dan campuran yang ada di dalam labu leher tiga disaring dengan kertas saring, dan endapan dicuci dengan air panas untuk melarutkan asam fospat sisa yang terbawa oleh endapan. Filtrat dan air pencuci dikumpulkan dalam labu ukur, dan disebut sebagai larutan induk.

Prosedur Analisa

Dalam analisa kadar asam fospat dilakukan dengan menggunakan indikator phenophtalein (P.P) dan metil orange (M.O). Larutan induk hasil hidrolisa setelah dingin diambil 5 ml dan penambahan aquadest sampai volume 100 ml. Reaksi yang terjadi saat titrasi adalah :

Reaksi :



Mengambil 10ml larutan encer, kemudian sampel ditambah aquadest 25 ml dan indikator P.P lalu dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N. Reaksi yang terjadi saat titrasi adalah :

Reaksi :



Mengambil 10ml larutan encer, kemudian sampel ditambah aquadest 25 ml dan indikator M.O lalu mentitrasinya dengan larutan NaOH 0,1 N.

Kemudian analisa Kadar Air, menimbang satu gram tulang keong basah dalam cawan porselen yang telah diketahui beratnya. Kemudian mengeringkannya dalam oven, kemudian mendinginkannya dalam eksikator dan ditimbang lagi. Perlakuan ini diulangi sampai diperoleh berat yang konstan.

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Berat basah} - \text{berat kering}}{\text{Berat basah}} \times 100\% \quad (9)$$

Analisa kadar asam fospat, asam fospat yang terbentuk

$$= \frac{V_1}{V_s} \times \frac{V_{LE}}{V_{SE}} (V_1 - V_2) \times C \times 1000 \quad (10)$$

Dimana, (V_1) Volume larutan, ml; (V_{LE}) Volume larutan encer, ml; (V_s) Volume solute, ml; (V_{SE}) Volume solute encer, ml; (V_1) Volume NaOH yang diperlukan untuk menitrasi larutan dengan indikator P.P, ml; (V_2) Volume NaOH yang diperlukan untuk menitrasi larutan dengan indikator M.O, ml; (C) Konsentrasi larutan standar NaOH 0,1 N. Berikutnya adalah konversi hasil

$$\text{Konversi} = \frac{\text{Asam fospat yang terbentuk}}{\text{Berat tulang}} \times 100\% \quad (11)$$

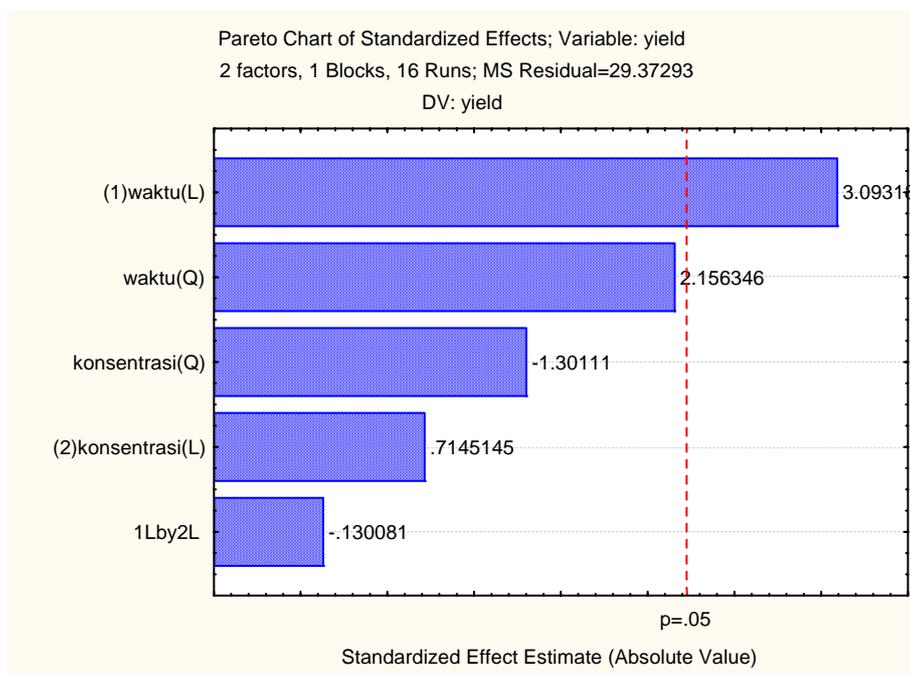
Kurva tiga dimensi (*Three dimensional response surface and Contour plot*) digunakan untuk menguji kebenaran pengaruh variabel percobaan pada hasil yang diperoleh.. Koefisien-koefisien pada model empirik diestimasi dengan menggunakan analisis regresi multiarah. Kesesuaian model empirik dengan data eksperimen dapat ditentukan dari koefisien determinasi (R^2). Untuk menguji signifikan atau tidaknya model empirik yang dihasilkan digunakan ANOVA (*Analysis of Variance*).

Hasil dan Pembahasan

Setelah melakukan langkah-langkah penelitian dan analisa, dan kemudian hasil di konversi menjadi yield dengan satuan (%), hasil dapat di lihat di bawah ini :

Tabel 4. Hasil percobaan proses ekstraksi pembuatan asam fosfat dari tulang keong

Run	Waktu Reaksi (menit)	Konsentrasi H ₂ SO ₄	Yield (%)
1	30,0	0,25	61,87
2	30,0	0,35	67,21
3	90,0	0,25	64,20
4	90,0	0,35	68,13
5	17,6	0,30	62,15
6	102,4	0,30	93,38
7	60,0	0,23	63,92
8	60,0	0,37	65,11
9	60,0	0,30	66,58
10	60,0	0,30	66,91
11	60,0	0,30	66,29
12	60,0	0,30	63,92
13	60,0	0,30	66,91
14	60,0	0,30	67,21
15	60,0	0,30	66,91
16	60,0	0,30	68,13

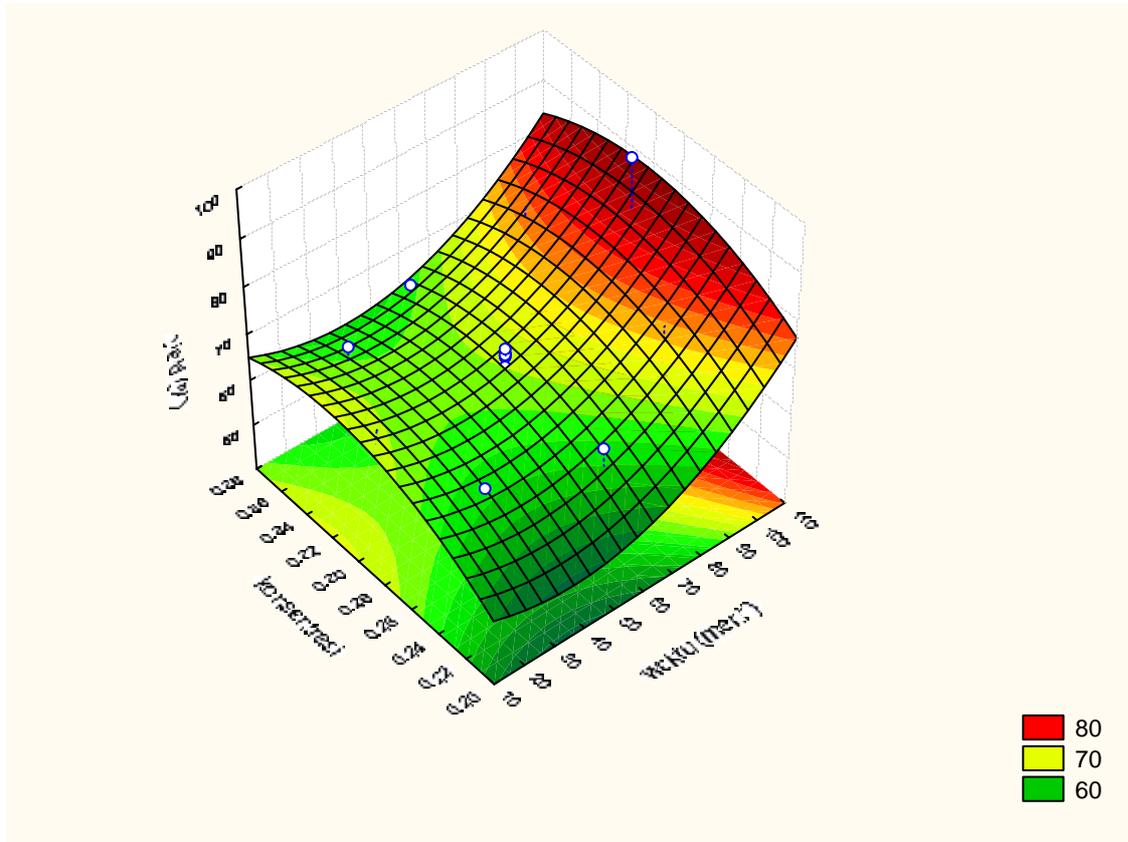


gambar 2 blok diagram efek menstandarisasi

Dari blok diagram di atas terlihat bahwa variable bebas yang paling berpengaruh dalam reaksi pembuatan asam fosfat dari tulang keong ini adalah waktu ekstraksi.

Pengaruh waktu dan konsentrasi ekstraksi terhadap yield asam fosfat

Hubungan antara waktu dan konsentrasi ekstraksi terhadap yield produk asam fosfat ditunjukkan pada gambar 2



Gambar 3 pengaruh waktu dan konsentrasi terhadap yield asam fosfat

Kondisi operasi optimal diperoleh pada waktu 102,4 menit. Semakin lama waktu ekstraksi akan memberikan yield produk asam fosfat yang semakin besar, tetapi apabila waktu kurang dari 102,4 menit maka yield produk asam fosfat akan lebih sedikit yield yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena semakin lama tulang keong kontak dengan panas maupun dengan larutan pengekstrak, maka semakin banyak asam fosfat yang terbentuk. Begitu juga dengan konsentrasi yang tinggi maka akan menghasilkan yield yang lebih banyak dari pada konsentrasi rendah.

Ekstraksi serbuk tulang keong dengan asam sulfat berkonsentrasi tertentu dan volume tertentu dapat menghasilkan asam fosfat.

Kesimpulan

Kondisi operasi yang relatif baik dalam penelitian ini diperoleh pada waktu reaksi 102,4 menit, konsentrasi asam sulfat 30% dengan yield sebesar 93,38%. Ekstraksi serbuk tulang keong dengan asam sulfat berkonsentrasi dan volume tertentu terbukti bisa menghasilkan asam fosfat. Dengan begitu, pemanfaatan tulang kerang bisa lebih ditingkatkan

Ucapan Terima Kasih

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat-Nya sehingga tugas penelitian dengan judul “*Optimasi Proses Pembuatan Asam Fosfat dari Tulang Keong*” dapat dilaksanakan sampai akhir terselesaikannya makalah ini. Tak lupa penulis mengucapkan kepada Dr. Ir. H Abdullah, MS selaku Ketua jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro, Ir. Heri Santosa, selaku koordinator penelitian, Dr. Istadi ST, MT selaku dosen pembimbing penelitian kami, laboran dan semua pihak yang telah membantu kami hingga terselesaikannya makalah penelitian ini.

Daftar Pustaka

Austin, 1996.” *Industri Proses Kimia*”. Edisi 5 Hal 279,282,331 - 334 Jakarta :Erlangga

Kirk, R.E. and Othmer, D.F. 1995. “*Encyclopedia of Chemical Technology*”. 2nd. ed. Hal 261-269. New York : The International Encyclopedia Inc.

Partington, J.R. 1950. "*A Text Book of Inorganic Chemistry*". 6th.ed. hal 580-583. London : Mc. Millan and Co.

Santosa, 1998, "*Operasi Teknik Kimia Ekstraksi*". Semarang : jurusan teknik kimia fakultas teknik Universitas Diponegoro

Shreve, R.N. 1956. "*Chemical Process Industries*". 2nd. ed. Hal 267-271. New York : Mc. Graw Hill Book Co.Inc.

Vogel, W.H. 1979. "*Text Book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*". 2nd. ed. Hal 377. London : Long Mans Green and Co. Ltd.

Waggman, W.H. 1952. "*Phosphoric Acid, Phosphate and Phophatic Fertilizer*". 2nd. ed. Hal. 323-328, 330-334 New York : Rein Hold Publ. Corp.



MAKALAH PENELITIAN

PEMANFAATAN TULANG KEONG UNTUK PRODUKSI ASAM PHOSPAT : OPTIMASI MENGGUNAKAN RESPONSE SURFACE METHODOLOGY

Disusun Oleh :

M. Husein Haykal

L2C605157

**JURUSAN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG
2008**