

Studi Pupuk Phospat Granul Berbahan Limbah Padat CaSO_4 dan Asam Fosfat

Ariyana Rismayanti^{*)}, Ivan Fau Ghofany, Ketut Sumada, Srie Muljani

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur

Jalan Raya Rungkut Madya, Gunung Anyar, Surabaya 60294, Indonesia

Penulis Korespondensi: ariyanarismayanti@gmail.com

Abstrak

Pupuk fosfat umumnya dibuat dengan bahan baku berupa batuan fosfat. Sedangkan batuan fosfat merupakan non-renewable energi, sehingga diperlukan bahan alternatif sebagai bahan baku pembuatan pupuk fosfat. Penelitian ini menggunakan bahan baku limbah Bleaching Earth yang memiliki kandungan kalsium sulfat cukup tinggi didalamnya. Kalsium memiliki peranan penting dalam pertumbuhan tanaman. Proses pembuatan pupuk phospat granul menggunakan metode granulasi, limbah bleaching earth yang telah dikeringkan dalam oven dengan suhu 100°C dalam waktu 3 jam, dihaluskan kemudian diayak sebesar 100 mesh. Setelah itu dimasukkan kedalam mesin granulator untuk diproses. Granulator dijalankan dan bahan baku dibasahi (disemprot) dengan larutan H_3PO_4 dengan konsentrasi bervariasi. Hasil dari granulasi kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 80°C; 100°C; 120°C; 140°C; 160°C selama 3 jam. Produk yang telah dikeringkan dilakukan analisa XRF dan FTIR. Setelah itu dilakukan klasifikasi berdasarkan standart mutu BSNI. Ditinjau dari mutu BSNI hasil pupuk phospat terbaik terdapat pada penambahan konsentrasi H_3PO_4 55% dengan suhu 100°C diperoleh kadar P_2O_5 : 13,2%, CaO : 34,6%, SO_3 : 34,4%, dan Fe_2O_3 : 12,5%.

Kata kunci: asam fosfat; granulasi; limbah bleaching earth; pupuk; SNI pupuk

Abstract (Bahasa Inggris)

Phosphate fertilizers are generally made with phosphate rock as raw material. Meanwhile, phosphate rock is non-renewable energy, so it needs an alternative raw material for making phosphate fertilizer. This research used Bleaching Earth as raw material with a high calcium sulfate content. Calcium has an essential role in plant growth. The process of making phosphate granule fertilizer uses the granulation method, the waste of bleaching earth that has been dried in an oven at 100°C for 3 hours, mashed, and then sieved for 100 mesh. Then, enter it into the granulator machine for processing. The granulator is run and the raw material is moistened (sprayed) with H_3PO_4 solution with various concentrations. Then dried in an oven with a temperature of 80°C; 100°C; 120°C; 140°C; 160°C for 3 hours. The dried product was analyzed by XRF and FTIR. Then, the classification is carried out based on the quality standards of BSNI. Judging from the quality of BSNI, the best phosphate fertilizer results were found in adding 55% H_3PO_4 concentration with a temperature of 100°C. The content obtained P_2O_5 : 13.2%, CaO : 34.6%, SO_3 : 34.4%, and Fe_2O_3 : 12.5%.

Keywords: bleaching earth waste; fertilizer; a granulation; phosphoric acid; SNI for fertilizer

PENDAHULUAN

Pupuk phospat merupakan produk yang mengandung persenyawaan phospat. Pupuk fosfat umumnya dibuat dengan bahan baku berupa batuan fosfat. Sedangkan batuan fosfat merupakan non-renewable energi, sehingga diperlukan bahan alternatif sebagai bahan baku

pembuatan pupuk fosfat salah satunya adalah limbah CaSO_4 [1]

Limbah Bleaching Earth memiliki kandungan kalsium sulfat yang cukup tinggi didalamnya. Kalsium memiliki peranan penting dalam pertumbuhan. Berdasarkan Lampiran I PP No. 101 Tahun 2014, limbah Bleaching Earth termasuk daftar limbah B3 dari sumber spesifik khusus dengan kategori bahaya 2 [2]. Limbah

CaSO₄ tidak memiliki nilai ekonomi, sehingga melalui penelitian ini diharapkan limbah CaSO₄ dapat diolah menjadi pupuk fosfat yang dapat meningkatkan nilai ekonomis dari limbah CaSO₄ ini [3].

Proses pembentukan limbah CaSO₄ yaitu bentonite hasil tambang dihancurkan dan dihaluskan sampai berukuran 200 mesh kemudian disimpan pada penimbunan bahan baku. Setelah itu bentonite diumpukan pada reaktor untuk proses aktivasi bentonite dengan asam mineral. Pada tangki pencampur ditambahkan H₂SO₄ dengan kadar 5% dan kondisi operasi dijaga dengan suhu 200°C serta waktu tinggal 2 sampai 4 jam. Dari reaktor tersebut diperoleh produk dan juga limbah cair H₂SO₄ dengan PH 2-3. Limbah cair H₂SO₄ tersebut dioleh dengan ditambahkan CaO dan Ca(OH)₂. Sehingga diperoleh limbah padat CaSO₄ dan juga air.

Tabel 1. Kandungan Limbah Bleaching Earth

Komponen	Konsentrasi (%)
Al ₂ O ₃	4,9
SO ₃	36,4
CaO	40,8
MnO	0,13
Fe ₂ O ₃	17,1
CuO	0,093
ZnO	0,050
P ₂ O ₅	0,42
V ₂ O ₅	0,051

Sumber : Analisa XRF

Pupuk Phospat

Pupuk phospat merupakan produk yang mengandung persenyawaan phospat. Jenis-jenis pupuk phospat :

1. Enkel Superfosfat (ES)

Enkel Superfosfat merupakan pupuk phospat yang sudah populer digunakan sejak jaman Belanda. Pupuk ini sering disebut single superphosphate. Pupuk enkel superfosfat dibuat dengan menggunakan bahan baku batuan fosfat (apatit) yang kemudian diasamkan dengan asam sulfat untuk mengubah phospat yang tidak tersedia menjadi tersedia bagi tanaman. Pupuk

enkel superfosfat mengandung 18% - 24% P₂O₅. Pupuk enkel superfosfat juga masih mengandung gips (CaSO₄) yang cukup tinggi.

2. Double Superfosfat (DS)

Double Superfosfat (DS) berbeda dengan Enkel Superfosfat (ES), karena pada pupuk double superfosfat dianggap sudah tidak mengandung gipsum. Double Superfosfat (DS) mengandung 36%-38% P₂O₅. Double Superfosfat (DS) berupa tepung kasar berwarna abu-abu coklat muda. Pembuatan pupuk ini menggunakan asam fosfat yang berfungsi sebagai pengasam dan untuk meningkatkan kadar phospat yang terkandung dalam pupuk tersebut. Pupuk double superfosfat digunakan sebagai pupuk dasar, karena pupuk ini bekerja lambat.

3. Triple Superfosfat (TSP)

Sifat umum dari pupuk Triple Superfosfat (TSP) ini sama dengan pupuk Double Superfosfat (DS). Kadar P₂O₅ dalam pupuk ini adalah 44%-46% walaupun secara teoritis dapat mencapai 56%. Pembuatan pupuk Triple Superfosfat menggunakan sistem wet process [2].

Granulasi

Granulasi merupakan proses pembentukan granul yang berasal dari pembesaran partikel-partikel dengan proses aglomerasi. Sedangkan aglomerasi adalah proses dimana partikel-partikel yang halus saling menempel membentuk butiran yang lebih besar [4]. Salah satu alasan utama granulasi adalah kebutuhan untuk menghilangkan debu. Lebih lanjut, keuntungan tambahan adalah bahwa bahan dalam bentuk butiran dapat dikeluarkan dengan mudah. Pupuk pertanian padat paling sering diperoleh selama proses tersebut. Proses granulasi yang melibatkan agregasi sebagian besar partikel kecil menjadi rakitan yang lebih besar dilakukan dengan adanya cairan pelembab (perekat) (Leszczuk, 2014)[5]

Proses pembuatan pupuk phospat dalam skala industri

Reaksi pembuatan pupuk phospat sebagai berikut:



Proses pembuatan pupuk phospat dalam skala industri tersebut dapat terbagi dalam 2 tahap, yaitu:

1. Tahap pertama yaitu difusi asam sulfat ke dalam partikel-partikel batuan fosfat disertai oleh reaksi kimia yang cepat pada permukaan partikel, yang berlanjut sampai asam tersebut terpakai seluruhnya dan terjadi kristalisasi kalsium sulfat.
2. Tahap kedua adalah difusi dari asam fosfat yang terbentuk ke dalam pori-pori partikel batuan fosfat yang tidak terdekomposisi. Kemudian dilanjutkan dengan proses ageing (penyimpanan). Pada proses ageing ini terjadi pembentukan dan kristalisasi monokalsium fosfat yang merupakan proses yang lambat selama 21 hari. Lambatnya kecepatan pada tahap ini diakibatkan oleh lambatnya difusi asam fosfat melalui lapisan monokalsium fosfat yang terbentuk pada permukaan butiran batuan fosfat.

Faktor-faktor Pembuatan Pupuk Fosfat Granul:

1. Konsentrasi
Kadar P_2O_5 dalam pupuk akan berbanding lurus dengan konsentrasi asam fosfat yang ditambahkan pada proses penyemprotan [6]
2. Kualitas Bahan Baku
Bahan baku yang digunakan harus memiliki daya rekat, agar mudah untuk di granulasi. Limbah padat CaSO_4 ini merupakan bahan mineral yang biasa digunakan untuk bahan perekat dalam proses granulasi [7]
3. Ukuran Granul
Densitas dan viskositas berpengaruh terhadap pembentukan granul berukuran besar pada proses konsolidasi. Penggunaan larutan asam fosfat mengakibatkan densitas granul lebih besar daripada penggunaan aquades sehingga dengan menggunakan larutan asam fosfat proses konsolidasi granul lebih besar daripada penggunaan aquades.[8]
4. Cara Penyemprotan Perekat
Apabila semprotan sprayer terlalu besar akan mengakibatkan penyemprotan perekat kurang merata dan kurang baik, hal ini akan mengakibatkan granul yang terbentuk berukuran besar-besar. Demikian pula apabila perekat tidak tersebar merata, granul yang terbentuk juga cenderung berukuran besar-besar. Sehingga perlu menggunakan penyemprot yang lubangnya merata[7].
5. Suhu dan Waktu

Pada hasil penelitian Dian Dwi Pangestu dan Mega Chania pada tahun (2019), diperoleh bahwa semakin banyak volume perekat (air) yang di gunakan maka kadar air dalam granul semakin besar. Karena suhu dan waktu pemanasannya tetap. Sehingga apabila suhu di perbesar dan waktunya di perpanjang maka kadar air pada granul akan berkurang. [9]

METODE PENELITIAN

Bahan

Limbah industri bleaching earth, Asam Fosfat (H_3PO_4), Air.

Alat

Granulator, Oven, Ember, Ayakan 100 mesh, Timbangan, Semprotan.

Persiapan Bahan Baku

Bahan baku limbah bleaching earth dikeringkan dalam oven dengan suhu 100°C dalam waktu 3 jam. Bahan baku yang telah dikeringkan dihaluskan dan kemudian diayak sebesar 100 mesh.

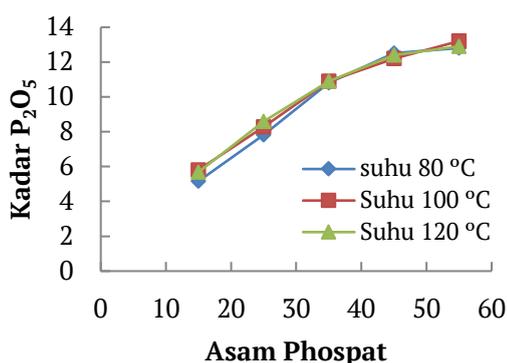
Prosedur

Bahan baku limbah *bleaching earth* kemudian dimasukkan kedalam mesin granulator untuk diproses. Granulator dijalankan dan bahan baku dibasahi (disemprot) dengan larutan H_3PO_4 dengan konsentrasi 15%; 25%; 35%; 45%; dan 55%. Hasil dari granulasi kemudian diambil dan dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 80°C ; 100°C ; 120°C ; 140°C ; 160°C selama 3 jam. Produk yang telah dikeringkan kemudian dilakukan analisa XRF dan FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kadar P_2O_5

Grafik hubungan antara Kadar P_2O_5 dan Konsentrasi Asam Fosfat dengan berbagai variasi suhu pengovenan ditampilkan pada gambar 1. Dari gambar 1 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi asam fosfat yang digunakan maka semakin besar pula kadar P_2O_5 yang ada pada pupuk Phospat Granul. Kadar P_2O_5 dalam pupuk akan berbanding lurus dengan konsentrasi asam fosfat yang ditambahkan pada proses penyemprotan [6].

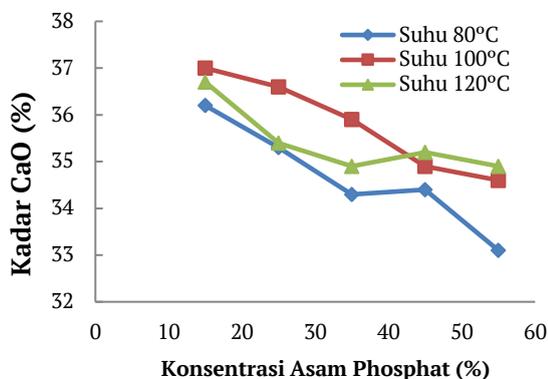


Gambar 1. Grafik hubungan antara Kadar P_2O_5 dan Konsentrasi Asam Phospat dengan berbagai variasi suhu pengovenan

Sesuai dengan reaksi pembuatan pupuk phospat granul bahwa semakin besar konsentrasi asam phosphate yang ditambahkan maka akan semakin banyak P_2O_5 yang bereaksi sehingga mengakibatkan kadar P_2O_5 yang terbentuk dalam pupuk phospat granul akan semakin besar pula. Penambahan asam phospat dimaksudkan untuk meningkatkan kadar P_2O_5 pada limbah padat CaSO_4 sehingga dapat dihasilkan pupuk phospat yang sesuai dengan standart. Berdasarkan hasil analisa diperoleh semakin besar suhu pengeringan, maka kadar P_2O_5 semakin besar. Hal ini dikarenakan suhu hanya akan mengurangi kadar air yang terdapat dalam granul dan dapat meningkatkan kadar P_2O_5 yang terdapat dalam pupuk.

Kadar CaO

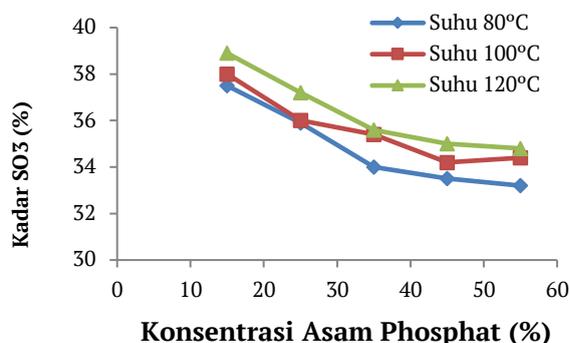
Grafik hubungan antara Kadar CaO dan Konsentrasi Asam Phospat dengan berbagai variasi suhu pengovenan ditampilkan pada gambar 2.



Gambar 2. Grafik hubungan antara Kadar CaO dan Konsentrasi Asam Phospat dengan berbagai variasi suhu pengovenan

Dari grafik tersebut diperoleh bahwa semakin tinggi konsentrasi asam phospat yang ditambahkan maka akan semakin kecil konsentrasi CaO yang ada dalam pupuk phosphate granul. Hal ini dikarenakan semakin besar konsentrasi asam phosphate yang ditambahkan maka akan semakin banyak P_2O_5 yang terbentuk sehingga mengakibatkan kadar CaO dalam pupuk akan semakin kecil. Penambahan zat kimia dengan konsentrasi tertentu dapat mengubah kadar komposisi lain yang ada dari bahan baku tersebut [10]. Penambahan asam phospat dengan konsentrasi tertentu dapat meningkatkan kadar P_2O_5 , karena P_2O_5 meningkat maka kadar CaO dalam pupuk phospat granul akan berkurang.

Kadar SO_3

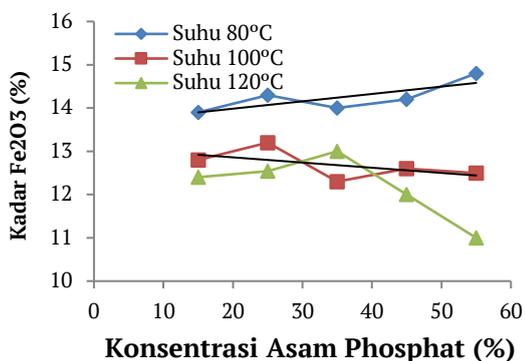


Gambar 3. Grafik hubungan antara Kadar SO_3 dan Konsentrasi Asam Phospat dengan berbagai variasi suhu pengovenan

Dari grafik tersebut diperoleh bahwa semakin tinggi konsentrasi asam phosphate yang ditambahkan maka akan semakin kecil konsentrasi SO_3 yang ada dalam pupuk phosphate granul. Hal ini dikarenakan semakin besar konsentrasi asam phosphate yang ditambahkan maka akan semakin banyak P_2O_5 yang terbentuk sehingga mengakibatkan kadar SO_3 dalam pupuk akan semakin kecil. Menurut Darmawati (2018) pada penelitian sebelumnya, penambahan zat kimia dengan konsentrasi tertentu dapat mengurangi kadar komposisi lain yang terdapat dalam bahan baku [11]. Penambahan konsentrasi asam phospat pada penelitian ini dapat meningkatkan kadar P_2O_5 , karena P_2O_5 meningkat maka kadar SO_3 dalam pupuk phospat granul akan berkurang.

Kadar Fe₂O₃

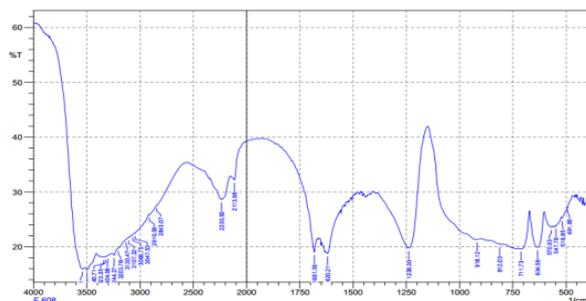
Grafik hubungan antara Kadar Fe₂O₃ dan Konsentrasi Asam Phospat dengan berbagai variasi suhu pemanasan pada oven ditampilkan pada gambar 4. Dari grafik tersebut diperoleh bahwa semakin tinggi konsentrasi asam phosphate yang ditambahkan maka akan semakin kecil konsentrasi Fe₂O₃ yang ada dalam pupuk phospat granul. Hal ini dikarenakan semakin besar konsentrasi asam phosphate yang ditambahkan maka akan semakin banyak P₂O₅ yang terbentuk sehingga mengakibatkan kadar Fe₂O₃ dalam pupuk akan semakin kecil.



Gambar 4. Grafik hubungan antara Kadar Fe₂O₃ dan Konsentrasi Asam Phospat dengan berbagai variasi suhu pengovenan

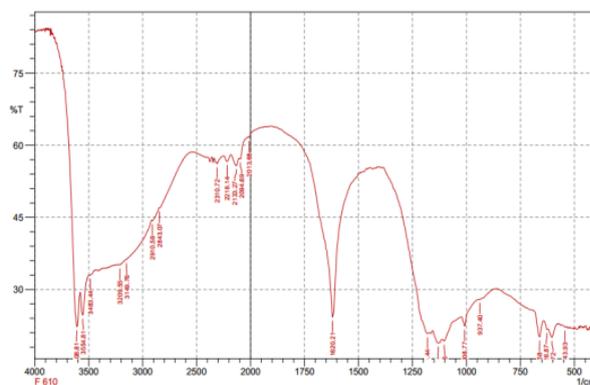
Menurut Darmawati (2018) pada penelitian sebelumnya, penambahan zat kimia dengan konsentrasi tertentu dapat mengurangi kadar komposisi lain yang terdapat dalam bahan baku [11]. Penambahan konsentrasi asam phospat pada penelitian ini dapat meningkatkan kadar P₂O₅, karena P₂O₅ meningkat maka kadar Fe₂O₃ yang merupakan komposisi dalam bahan baku akan berkurang.

Hasil analisa FTIR produk Pupuk Phospat



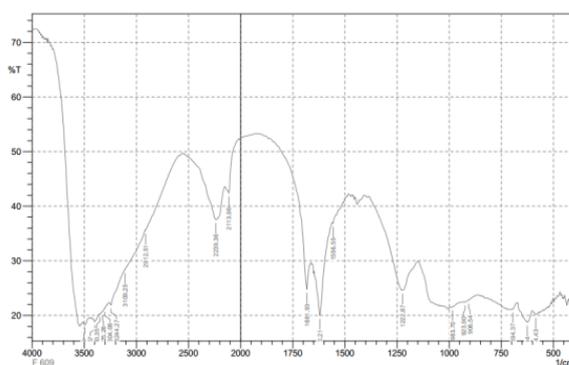
Gambar 5. Hasil uji FTIR pada konsentrasi Asam Phospat 35% dan Suhu Pengeringan 80°C

Dari grafik diatas dapat kita simpulkan bahwa unsur kalsium dan fosfat telah berikatan satu sama lain. Hal ini ditandai dengan adanya pita absorpsi ν₃ yang berada pada bilangan gelombang 1238,30 cm⁻¹.



Gambar 6. Hasil uji FTIR pada konsentrasi Asam Phospat 35% dan Suhu Pengeringan 100°C

Dari grafik diatas dapat kita simpulkan bahwa unsur kalsium dan fosfat telah berikatan sat.

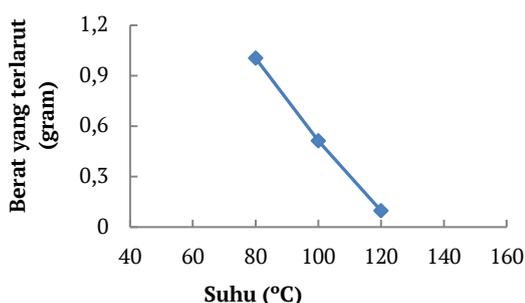


Gambar 7. Hasil uji FTIR pada konsentrasi Asam Phospat 35% dan Suhu Pengeringan 120°C

Dari grafik diatas dapat kita simpulkan bahwa unsur kalsium dan fosfat telah berikatan satu sama lain. Hal ini ditandai dengan adanya pita absorpsi ν₃ yang berada pada bilangan gelombang 1180,44 cm⁻¹.

Uji Kelarutan Pupuk

Hubungan kelarutan pupuk terhadap suhu pelarutan seperti ditampilkan pada gambar 8.



Gambar 8. Grafik Hubungan antara Suhu pengovenan dan kelarutan pupuk

Dari hasil analisa uji kelarutan pupuk yang dilakukan pada konsentrasi 55% dengan variasi suhu pengeringan 80 °C, 100 °C, dan 120 °C diperoleh data bahwa kelarutan pupuk phospat granul akan mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya suhu pengeringan. Hal tersebut karena ikatan pada pupuk granul akan semakin keras seiring dengan penigkatan suhu pengeringan. Proses pelarutan dilakukan selama kurun waktu satu jam kemudian disaring dan dioven sampai diperoleh berat yang konstan kemudian dibandingkan dengan berat awal sebelum proses pelarutan.

Nilai PH yang terkandung dalam pupuk phopat granul juga mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam phospat dan meningkatnya suhu pengovenan.

Klasifikasi Produk Pupuk Phospat

Tabel 2. Klasifikasi Produk Pupuk Phospat

Suhu (°C)	Sample Konsentrasi H ₃ PO ₄ (%)	Kadar P ₂ O ₅ (%)	Kadar CaO (%)	Kualitas Mutu (BSNI)
80	15	5,16	36,2	Belum Memenuhi
	25	7,81	35,3	Belum Memenuhi
	35	10,8	34,3	D
	45	12,5	34,4	D
	55	12,8	33,1	D
100	15	5,81	37	Belum Memenuhi
	25	8,27	36,6	Belum Memenuhi
	35	10,9	35,9	D
	45	12,2	34,9	D
	55	13,2	34,6	D
120	15	5,68	36,7	Belum Memenuhi
	25	8,58	35,4	Belum Memenuhi
	35	10,9	34,9	D
	45	12,4	35,2	D
	55	12,9	34,9	D

Penambahan asam phospat yang bervariasi dimaksudkan untuk menambahkan kadar asam phospat yang ada dalam pupuk agar diperoleh pupuk phospat yang sesuai standar. Sementara itu, apabila suhu pengeringan terlalu tinggi dapat menyebabkan tekstur bahan menjadi kurang baik atau terlalu keras [12]. Berdasarkan kadar P₂O₅ yang terkandung di dalam pupuk phospat granul, kita dapat mengklasifikasikan produk pupuk phospat ke dalam mutu BSNI. Data tersebut dapat dijadikan referensi dalam proses produksi pupuk phospat granul untuk mencari kondisi optimum sesuai dengan kebutuhan mutu pupuk phospat granul.

SIMPULAN

Semakin tinggi konsentrasi asam phospat yang ditambahkan dan semakin besar suhu pengeringan, maka akan semakin tinggi kadar P₂O₅. Ditinjau dari mutu BSNI hasil pupuk phospat terbaik terdapat pada penambahan konsentrasi H₃PO₄ 55% dengan suhu 100°C diperoleh kadar P₂O₅: 13,2%, CaO: 34,6%, SO₃: 34,4%, dan Fe₂O₃: 12,5%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Rosi, A, et al. 2016, 'Penentuan Dosis Dan Ukuran Butir Pupuk Fosfat Super Terbaik Untuk Mendukung Pertumbuhan Dan Serapan P Tanaman Kedelai (Glycine Max[L.] Merril', *Jurnal Agrotek Tropika*, vol 4, no 1, hh. 70-74.
- [2] Ashari, ML dan Dermawan, D 2017, 'Pemanfaatan Limbah Padat Spent Bleaching Earth pada PT. SMART Tbk. Surabaya sebagai Pengganti Agregat Halus pada Campuran Beton', *Jurnal Presipitasi : Media Komunikasi dan Pengembangan Teknik Lingkungan*, vol. 15, no.1, hh. 7-9.
- [3] Rosmarkam, A 2002, *Ilmu kesuburan tanah*, Kanisiu, Yogyakarta.
- [4] Hanna, Z, Apriliani AD, dan Sutikno, JP 2015, 'Studi Awal Desain Pabrik Pupuk Organik Granul dari Organic Waste'. *Jurnal Teknik ITS*, vol 4, no. 2, hh. 153-156.
- [5] Leszczuk, T 2014, 'Evaluation Of The Fertilizer Granules Strength Obtained From Plate Granulation With Different Angle Of Granulation Blade', *Jurnal acta mechanica et automatica*, vol 8, no. 3, hh. 141-145.
- [6] Budi, FS dan Purbasari, A 2009, 'Pembuatan Pupuk Fosfat Dari Batuan Fosfat Alam Secara

- Acidulasi'. *Jurnal Teknik*, vol. 30, no. 2, hh. 93-96.
- [7] Isroi 2009, *Pupuk Organik Granul, Sebuah Petunjuk Paraktis*, Balai Penelitian Bioteknologi Perkebunan Indonesia, Bogor.
- [8] Purbasari, A, Budi, FS 2008, 'Pembuatan Pupuk Kalium-Fosfat Dari Abu Kulit Kapok dan Tepung Fosfat Secara Granulasi'. *Jurnal Teknik*, vol. 29, no. 2, hh. 92-95.
- [9] Pangestu, D dan Chania, M 2019, 'Kajian Granulasi Pupuk Kalsium Sulfat (CaSO₄) dari Limbah Bleaching Earth dengan Penambahan NaHPO₄'. *Laporan Hasil Penelitian Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur*
- [10] Permatasari, HR 2018, 'Pengaruh Konsentrasi H₂SO₄ dan NaOH terhadap Delignifikasi Serbuk Bambu'. *Laporan Hasil Penelitian Program Studi Pendidikan Kimia FKIP Universitas Sriwijaya*
- [11] Darmawati 2019, 'Pengaruh Penambahan Karbon Aktif dari Kulit Singkong terhadap Penurunan Kadar Mangan (Mn) dalam Air dengan Beberapa Variasi Konsentrasi'. *Jurnal Biotik*, vol. 7, no 2, hh. 96-100
- [12] Resmi 2014, 'Pengaruh Suhu dan Lama Pengeringan terhadap Karakteristik Jamur Tiram Putih Kering', *Skripsi Universitas Pasundan*