

PENENTUAN KADAR HASIL PRODUK AlF_3 BERDASARKAN PERBEDAAN SUHU DENGAN METODA TITRASI ZIRCONIUM CHLORIDA

Risma Sari^{1*}, Inggardipta Usman²

^{1*,2}Program Studi Analisis Kimia, Politeknik ATI Padang,
Bungo Pasang-Tabing, Padang 25171 Indonesia

*email : rismasari171@gmail.com

Abstrak

Produk non pupuk adalah berfungsi sebagai bahan tambah atau pembuatan produk pada industri lain. AlF_3 merupakan produk non pupuk yang berfungsi sebagai bahan dalam proses peleburan aluminium. Aluminium fluoride (AlF_3) adalah senyawa anorganik yang di gunakan terutama dalam proses aluminium. AlF_3 mempunyai karakter yang susah larut dalam air dan sedikit larut di dalam larutan asam. Penentuan kadar AlF_3 dilakukan dengan mereaksikan 1 mol AlF_3 dengan 3 mol NaF yang di ketahui beratnya secara berlebih. Penentuan kadar AlF_3 ini dilakukan sesuai standar perusahaan yaitu IK – 39 – 4210 dengan batas penerimaan kadar AlF_3 94%. Natrium Fluorida (NaF) senyawa yang merupakan senyawa padat tidak berwarna yang mudah larut dalam air. NaF berfungsi sebagai bahan campuran AlF_3 yang membentuk reaksi Na_3AlF_6 . Metoda yang di pakai untuk analisa kadar AlF_3 Metoda titrasi Zirconium Chlorida ($ZrCl_4$). Titrasi $ZrCl_4$ merupakan metoda titrasi asam basa di mana larutan standar sekunder bersifat asam dan primer bersifat basa. Metoda $ZrCl_4$ sangat sesuai karena dengan kelarutannya yang tinggi dan sifatnya yang asam dapat bereaksi dan mengikat senyawa NaF berlebih di dalam reaksi Na_3AlF_6 . Hasil penentapan kadar AlF_3 yaitu di suhu 500 oC di dapatkan 94,08 %, di suhu 550 oC pemanasan 30 menit di dapatkan 95,35 %, dan di suhu 550 oC pemanasan 60 menit di dapat kadar AlF_3 94,79 %. Hasil dari pengujian ini pengoptimalan suhu yang dilakukan ,suhu yang lebih optimal dan lebih bagus persentase kadar AlF_3 yaitu pada suhu 550 oC dan pada waktu pemanasan 60 menit, karena pada suhu dan waktu itulah pelepasan air kristal dan air bebas lebih optimal dan tidak merusak AlF_3 .

Kata kunci: Produk non pupuk, AlF_3 , NaF , $ZrCl_4$, Titrasi asam basa, IK – 39 - 4210

DETERMINATION OF RESULTS OF AlF_3 PRODUCTS BASED ON DIFFERENCES OF TEMPERATURE WITH ZIRCONIUM CHLORIDA TITRATION METHOD

Abstract

Non-fertilizer products are functions as added ingredients or manufacturing products in other industries. AlF_3 is a non-fertilizer product that functions as an ingredient in the aluminum smelting process. Aluminum fluoride (AlF_3) is an inorganic compound used mainly in the aluminum process. AlF_3 has a character that is difficult to dissolve in water and slightly soluble in acidic solutions. Determination of AlF_3 levels is done by reacting 1 mole of AlF_3 with 3 moles of NaF which is known to be excessive. Determination of AlF_3 levels is carried out according to company standards namely IK - 39 - 4210 with a limit of acceptance of AlF_3 levels of 94%. Sodium Fluoride (NaF) compound which is a colorless solid compound that

dissolves easily in water. NaF functions as an AlF₃ mixture material that forms the Na₃AlF₆ reaction. The method used for analysis of AlF₃ levels is the Zirconium Chloride (ZrCl₄) titration method. ZrCl₄ titration is a method of acid-base titration in which the secondary standard solution is acidic and the primary is basic. The ZrCl₄ method is very suitable because of its high solubility and acidic nature which can react and bind excess NaF compounds in the Na₃AlF₆ reaction. The results of determining AlF₃ levels at 500 oC were 94.08%, at 550 oC for 30 minutes heating, 95.35%, and at 550 oC heating for 60 minutes at AlF₃ 94.79%. The results of this test temperature optimization is carried out, a more optimal temperature and a better percentage of AlF₃ levels, namely at a temperature of 550 oC and at a heating time of 60 minutes, because at that temperature and time the release of crystal water and free water is more optimal and does not damage AlF₃.

Keywords: Non-fertilizer products, AlF₃, NaF, ZrCl₄, Acid-base titration, IK - 39 - 4210

PENDAHULUAN

PT Petrokimia Gresik merupakan salah satu produsen pupuk di Indonesia. Pada bidang usaha industri pupuk, PT Petrokimia Gresik memproduksi produk pupuk dan non pupuk. Produk pupuk yang di produksi ini sangat berguna bagi para petani yaitu sebagai unsur hara dalam pertanian dan sebagai bahan dalam pemupukan padi atau lahan pertanian. Jenis produk pupuk antara lain Phonska, NPK, ZK, SP-36, Urea dan lain sebagainya. Sedangkan produk non pupuk berguna dalam membantu produksi bahan industri lain seperti makanan atau minuman contohnya CO₂cair, sebagai bahan tambah dalam pembuatan prook pupuk, sebagai bahan dalam campuran semen contohnya gypsum, sebagai bahan pembuatan asam sulfat contohnya sulfur , serta sebagai bahan dalam proses peleburan aluminium contohnya AlF₃. Produk non pupuk sangat berguna dalam industri contohnya membantu peleburan aluminium berfungsi menurunkan titik lebur.

AlF₃ adalah senyawa yang memiliki atom pusat dengan kurang dari delapan elektron di kulit terluar atau kulit valensi di anggap sebagai spesies hypovalent. Aluminium fluoride (AlF₃) adalah senyawa anorganik yang digunakan terutama dalam produksi aluminium . Padatan tak berwarna ini dapat dibuat secara sintesis tetapi juga terjadi di alam sebagai mineral rosenbergite danoskarssonite.

Mayoritas aluminium fluorida diproduksi dengan memperlakukan alumina dengan gashidrogen fluorida pada suhu 700°C. Asam fluorida juga dapat digunakan untuk membuat aluminium fluorida atau diproduksi dengan dekomposisi termal amonium heksafluoroaluminat. Persiapan AlF₃ bila dilakukan dalam laboratorium skala kecil dapat dilakukan dengan memperlakukan aluminium logam aluminium dengan hidrogen fluorida. Aluminium fluoride trihydrate ditemukan di alam sebagai mineral rosenbergite yang langka. Bentuk non – terhidrasi muncul sebagai mineraloskarssonite.

AlF₃ mempunyai karakter yang susah larut dialam air, dan sedikit larut di dalam larutan asam. Penentuan kadar AlF₃ dilakukan dengan mereaksikan 1 mol AlF₃ dengan 3 mol NaF yang diketahui beratnya secara berlebih dalam suhu 800 °C. Hasil reaksi membentuk cryolithe (Na₃AlF₆). Setelah AlF₃ dan NaF bereaksi sempurna, NaF yang tidak bereaksi ditentukan menggunakan ZrCl₄. Metoda yang di pakai ialah ZrCl₄ karena dapat bereaksi dengan larutan Na₃AlF₆. Sehingga sangat cocok direaksikandengan standar ZrCl₄.

Dalam proses produksi AlF₃, untuk menghilangkan kadar air kristal dan air bebas pada AlF₃ ada tahapan dehidrasi, kristal AlF₃.3H₂O di panaskan dalam calsiner pada Suhu 500°C selama 1 jam untukmenghilangkandungan air kristal dan air bebas dengan menggunakan udarapemanas. Untuk melihat tingkat

efektifitasnya maka dilakukan juga pemanasan pada suhu 550 °C untuk lebih mengoptimalkan pelepasan air kristal dan air bebas pada AlF_3 . Namun ada kendala, jika semakin lama dilakukan pemanasan di suhu tinggi, AlF_3 akan teroksidasi dan berubah menjadi Al_2O_3 . Maka perlu ditentukan juga waktu optimalnya. AlF_3 ini harus di tentukan suhu optimalnya, oleh karena itu dilakukan proses kalsinasi AlF_3 untuk lebih mengoptimalkan pelepasan air kristal dan air bebas pada suhu 500 °C dan 550 °C serta menentukan waktu optimal pemanasannya untuk mencegah rusaknya produk AlF_3 karena teroksidasi.

Hasil dari pengujian pengoptimalan suhu dilakukan ini suhu yang lebih optimal da lebih bagus kadar AlF_3 yaitu pada suhu 550 °C, karena pada suhu itulah pelepasan air kristal dan air bebas lebih optimal dan tidak merusak AlF_3 .

METODE PENELITIAN

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cawan platina, batang pengaduk, erlenmeyer 250 – 300 ml, erlenmeyer 100 ml, labu ukur 250 ml, gelas ukur 100 ml, penggerus, kertas saring whatman 42, buret khusus AlF_3 (skala 5 ml), pipet gondok 10 ml (khusus sampel), pipet gondok larutan standar (5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml dan 30 ml), labu semprot, gelas piala (250 ml dan 500 ml), corong, serta wadah AlF_3 (sebagai wadah dalam pemanasan sampel awal).

Dalam penelitian ini di gunakan juga alat instrumen yaitu tanur sebagai alat pemanas dalam memanaskan serbuk AlF_3 .

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah AlF_3 (sebagai sampel), larutan zirconium chlorida 0,05 N, larutan buffer, larutan indikator (larutan alizarinsulfonic acid sodium 0,05 %, larutan methylen blue 0,004 %, dan larutan amilum 1,25 %), asam nitrat 0,2 N, Natrium fluorida pa, larutan standar natrium fluorida 0,40 mg NaF/ml, serta aquadest.

Preparasi Standar

Di pipet 5, 10, 15, 20, dan 30 ml larutan NaF masukkan kedalam erlenmeyer 300 ml, di encerkan dengan air

suling 50 ml. Di tambah 2 ml larutan alizarinsulfonic acid sodium salt 0.05 % dan 1.5 ml larutan Methylene Blue 0.004 % . Di tambahkan tetes demi tetes asam nitrat 0,2 N sampai warna berubah dari ungu keabu-abuan menjadi hijau. penambahan asam nitrat jangan sampai berlebihan. Di tambah 3 ml larutan Buffer untuk mengatur sampai pH 4.5. Di tambah 20 ml larutan Amilum untuk mencegah pengendapan dini dari warna larutan dan di encerkan sampai volume 100 ml dengan air suling. Di titar dengan larutan Ziconium chlorida 0.05 N dengan menggunakan buret 10 ml. Perubahan warna dari hijau ke abu-abu dan akhirnya menjadi ungu.

Penyiapan kurva kalibrasi dengan cara memplotkan mulai dari 2, 4, 6, 8 dan 12 mg NaF (setara dengan 5, 10, 15, 20 dan 30 ml larutan Natrium fluorida) versus ml larutan zirconium chlorida 0,05 N yang digunakan. Kurva kalibrasi dilakukan sebelum melakukan penetapan sampel.

Prosedur Kerja

Penentuan Kadar AlF_3

Di siapkan 3 sampel AlF_3 lalu di panaskan di dalam tanur, sampel 1 di panaskan di suhu 500 °C selama 60 menit, sampel 2 di panaskan di suhu 550 °C selama 30 menit, dan sampel 3 di panaskan di suhu 550 °C selama 60 menit. Setelah itu dilakukan pengerjaan pada masing - masing sampel, di timbang sampel 2 gram pada cawan platina lalu di tambahkan NaF sebanyak 3,1 gram. Kemudian di aduk rata dengan menggunakan pengaduk, selanjutnya di panaskan di dalam tanur pada suhu 800 °C selama 20 menit agar sampel dan NaF tercampur merata, Setelah di panaskan kemudian di dinginkan lalu di gerus setelah itu di pindahkan ke dalam gelas piala 250 ml dan di tambahkan 100 ml aquadest. Selanjutnya di panaskan hingga mendidih , setelah mendidih di biarkan selama 1 menit lalu di dinginkan. Setelah itu di pindahkan kedalam labu ukur 250 ml, di paskan dengan aquadest, di homogenkan kemudian di saring kedalam erlenmeyer 100 ml. Setelah itu di pipet 10 ml dan di masukkan kedalam erlenmeyer

250 ml/300 ml lalu di tambahkan aquadest 100 ml. Kemudian di tambahkan larutan alizarin 2 ml dan di tambahkan 1,5 ml methylen blue. Di tetesi dengan asam nitrat hingga warna berubah menjadi hijau, di tambahkan amilum 1,25 % agar tidak terjadi pengendapan lalu di tambahkan larutan buffer agar larutan stabil. Di titrasi dengan larutan standar $ZrCl_4$ 0,05 N hingga warna menjadi ke abu – abuan lalu lama kelamaan menjadi ungu tajam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari penelitian penentuan kadar AlF_3 dengan 3 perlakuan pemanasan berbeda yaitu 500 °C selama 1 jam, di suhu 550 °C selama 30 menit dan pada suhu 550 °C selama 1 jam di dapatkan data sebagai berikut:

Tabel 1. Penentuan Kadar AlF_3 dengan titrasi secara $ZrCl_4$

NO	Suhu (°C)	Waktu	
		Pemana san (menit)	Kadar AlF_3 (%)
1	500 °C	60 menit	94,082892 %
2	550 °C	30 menit	95,349682 %
3	550 °C	60 menit	94,789663 %

Pada percobaan ini AlF_3 dilakukan 3 perlakuan yang pertama dilakukan sesuai standarnya (dipanaskan suhu 500 °C selama 1 jam) dan pada perlakuan kedua dan ketiga di lakukan pemanasan pada AlF_3 dengan suhu yang berbeda yaitu pada suhu 550 °C selama 30 menit dan 1 jam, setelah itu di uji ke 3 AlF_3 itu dengan metoda yang sama. Untuk perbandingan data setiap percobaan di lakukan 10 uji sampel setiap perlakuan AlF_3 , hal ini dilakukan untuk memudahkan membaca hasil dari ketiga perlakuan tersebut.

Sebelum itu dilakukan juga uji larutan standar untuk persiapan kurva standarnya, hal ini dilakukan untuk mempermudah menganalisa data dan dengan adanya kurva standar. Dengan adanya kurva dapat di tentukan dan diketahui nilai dari Y, R, dan Intercept

dari larutan standar yang di pakai untuk penetapan kadar AlF_3 . Di dapatkan nilai Y (3,114754098), nilai R (0,9996677), dan nilai intercept (0,055945946).

Setiap sebelum melakukan titrasi sampel dengan $ZrCl_4$ terlebih dahulu dilakukan titrasi larutan blanko , yaitu senyawa atau larutan yang di analisa yang larutan cotohnya di ganti dengan aquadest lalu di tambahkan larutan lainnya sesuai penetapan kadar, lalu di dapatkan blanko yaitu 0,53 ml.

Hasil yang di dapatkan dari ketiga perlakuan tersebut adalah pada AlF_3 yang di panaskan selama 30 menit memiliki persentase kadar AlF_3 yang tinggi dari perlakuan yang lain yaitu rata-rata 95,35 % dan pada 1 jam 94,79% dan secara norma 94,08 %. Perbedaan data ini membuktikan bahwa AlF_3 yang di panaskan 30 menit lebih baik dan persentase kadar yang di dapatkan pun bagus dan tinggi dari analisa standar yaitu pada suhu 500 °C . Tetapi biladi suhu 550 °C di panaskan lebih dari 30 menit yaitu pada 1 jam menyebabkan menurunnya kadar persentase AlF_3 dari 95,35% menjadi 94,79%. Hal ini membuktikan bahwa bila terlalu lama di panaskan terjadi kerusakan pada AlF_3 atau hilangnya beberapa senyawa AlF_3 bila pemanasan lama dilakukan. Penurunan kadar AlF_3 ini di sebabkan karena senyawa AlF_3 rusak dan terjadinya berubah menjadi Al_2O_3 yang menyebabkan tidak bereaksinya dengan NaF dan larutan standar $ZrCl_4$.

Ketiga perlakuan AlF_3 tersebut di panaskan dalam calsiner untuk menghilangkan kandungan air kristal dan air bebas dengan menggunakan udara pemanas, tujuannya untuk mendapatkan kadar AlF_3 yang tinggi dan mempunyai nilai efektifitas yang bagus.

Hasil yang di dapatkan dari ketiga perlakuan tersebut ialah pada AlF_3 yang di panaskan pada suhu 550 °C di peroleh kadar AlF_3 yang tinggi dari AlF_3 yang di panaskan pada suhu 500 °C. Persentase perbandingan kadar AlF_3 yang di panaskan di suhu 550 °C dengan 500 °C yaitu 95,35 % / 94,08 % (550 °C 30 menit / 500 °C), 94,79% / 94,08 % (550 °C 1 jam / 500 °C). Hasil dari data AlF_3 yang di

panaskan di suhu 550 °C dengan di suhu 500 °C membuktikan bahwa dalam proses kalsinasi AlF_3 lebih optimal pelepasan air kristal dan air bebas pada suhu 550 °C di bandingkan di suhu 500 °C, hal ini di buktikan dengan kadar AlF_3 tinggi di suhu 550 °C.

Akan tetapi proses kalsinasi AlF_3 yang di panaskan di suhu 550 °C dengan waktu optimalnya 30 menit dan 1 jam, didapatkan hasil yang berbeda. Yaitu hasil AlF_3 di waktu optimal 1 jam lebih rendah kadar AlF_3 nya dari waktu optimal 30 menit di suhu 550 °C. Perbedaan persentase kadar AlF_3 dari data menurun yaitu 95,35 % dengan 94,79 %. Menurunnya kadar AlF_3 yang pemanasannya di lakukan di suhu yang sama tetapi waktu pemanasannya berbeda ini membuktikan bahwa terjadinya kerusakan pada AlF_3 . Ini berarti semakin lama di lakukan pemanasan AlF_3 maka AlF_3 akan teroksidasi dan berubah menjadi Al_2O_3 . Hal inilah yang menyebabkan terjadinya penurunan kadar AlF_3 yang di panaskan selama 30 menit dengan 1 jam.

Dari penelitian yang di lakukan dari tiga perlakuan yaitu pemanasan di suhu 500 °C (kadar AlF_3 94,08 %), suhu 550 °C waktu 30 menit (kadar AlF_3 95,35 %), dan di suhu 550 waktu 1 jam (kadar AlF_3 94,79%), di peroleh pada suhu 550 °C dengan waktu optimal 30 menit lebih efektif dan bagus dari 2 penelitian yang lain.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengujian dan penelitian yang telah dilakukan pada penetapan kadar AlF_3 dengan sampel yang berbeda dapat disimpulkan bahwa pemanasan di suhu 500 °C (kadar AlF_3 94,08 %), suhu 550 °C waktu 30 menit (kadar AlF_3 95,35 %), dan di suhu 550 °C waktu 1 jam (kadar AlF_3 94,79%) . Dengan demikian kadar AlF_3 sangat tinggi yang di panaskan di suhu 550 °C di bandingkan metoda normalnya di suhu 500 °C, ini membuktikan bahwa dalam proses kalsinasi AlF_3 lebih optimal pelepasan air kristal dan air bebas pada

suhu 550 °C di bandingkan di suhu 500 °C.

Bila pemanasan di 550 °C terlalu lama maka akan terjadi penurunan kadar AlF_3 tersebut, terlihat di waktu optimal 1 jam lebih rendah kadar AlF_3 nya dari waktu optimal 1 jam. Hal ini membuktikan bahwa terjadinya kerusakan pada AlF_3 , kerusakan tersebut berupa teroksidasinya AlF_3 dan berubah menjadi Al_2O_3 .

DAFTAR PUSTAKA

- Aiguperse, Jean, dkk. 2005. *Fluorine Compounds, Inorganik. Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Weinheim: Wiley – VCH
- Geernes, D.C, Gatos, L, dan Kinf, W.R. 1963. *Producing Aluminium Fluoride*. USA. Patent No. 3,057,681
- Ilan Marek, ed. 2005. *Aspek Baru Zirkonium yang Mengandung Senyawa Organik*. Springer: Berlin, Heidelberg, New York
- Julianti, N.K dan Ulfah, Y.M. 2012. *Pabrik Aluminium Fluoride dari Aluminium Hidroksida dan Asam Fluosilikat*. Skripsi. Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya
- Karlstrom, John. 2002. *Reactor Model for Production of Aluminium Fluoride*. Sweden
- Sinotorus, M dan Sutian, A. 2012. *Pengelolaan dan manajemen Laboratorium Kimia*. Graha Ilmu. Jakarta
- Staf Uji Produk Non Pupuk. 2016. *Instruksi Kerja Cara Uji Aluminium Fluorida*. IK – 39 – 4210. Gresik: PT Petrokimia Gresik