

Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam Sulfat pada Proses Washing Phosphogypsum terhadap Peningkatan Kemurnian dan Penurunan Kandungan P_2O_5

Effect of Sulfuric Acid Concentration Variation in the Phosphogypsum Washing Process on Purity Improvement and Reduction P_2O_5 Content

Bety Itsnawati ^{1*}, Tri Widayatno ²

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Surakarta
Jln. A. Yani, Mendungan, Pabelan, Kec. Kartasura, Kabupaten Sukoharjo, Jawa Tengah
57169

*Corresponding Author: bettyitsna@gmail.com

ABSTRAK: Phosphogypsum (PG) merupakan limbah padat dari proses produksi asam fosfat yang mengandung berbagai pengotor, terutama P_2O_5 . Akibatnya kemurniannya hanya berkisar 80 - 85% dibawah standar industri 90%. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh variasi konsentrasi (H_2SO_4) menggunakan air baku (RCW) terhadap peningkatan kemurnian phosphogypsum serta penurunan kadar P_2O_5 *water soluble* (WS) dan P_2O_5 total. Metode yang digunakan adalah pencucian kimia dengan mencampurkan 60 gram Sampel PG bersama larutan asam sulfat pada konsentrasi 0%, 0,1%, 0,375% dan 1% sebanyak 140 mL yang dipanaskan pada suhu 40 - 50°C selama satu jam dengan kecepatan pengadukan dijaga konstan pada 130 rpm. Kadar P_2O_5 dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 440 nm, sedangkan kemurnian ditentukan melalui pengukuran kadar kristal air. Hasil menunjukkan bahwa pencucian dengan air baku tanpa penambahan asam sulfat menghasilkan kemurnian tertinggi pada Sampel 1 yaitu sebesar 93,56%, sedangkan pada Sampel 2 mencapai kemurnian optimal 91,97% pada konsentrasi asam sulfat 0,1%. Kadar P_2O_5 WS secara efektif turun setelah pencucian dengan air baku, sementara konsentrasi asam sulfat 1% justru menurunkan kemurnian akibat pelarutan kembali komponen pada gipsum. Temuan ini menunjukkan bahwa pencucian asam dengan konsentrasi rendah sudah cukup untuk meningkatkan kualitas phosphogypsum dan memenuhi standar industri.

Kata kunci : phosphogypsum; P_2O_5 , purifikasi; asam sulfat; kemurnian; pencucian

ABSTRACT: Phosphogypsum (PG) is a solid by-product of phosphoric acid production that contains various impurities, particularly P_2O_5 , resulting in purity levels of only 80 - 85%, which fall below the industrial standard of over 90%. This study aimed to investigate the effect of varying sulfuric acid concentrations using raw water (RCW) on improving phosphogypsum purity and reducing water soluble (WS) and total P_2O_5 content. The chemical washing method was applied by mixing 60 grams of PG with 140 mL of sulfuric acid solution at concentrations of 0%, 0.1%, 0.375%, and 1%, heated at 40 - 50°C for one hour at 130 rpm stirring speed. P_2O_5 content was analyzed using UV-Vis spectrophotometry at 440 nm wavelength, while purity was determined through crystalline water content measurements. Results showed that washing with raw water alone yielded the highest purity for Sample 1 at 93.56%, while Sample 2 achieved optimal purity of 91.97% at 0.1% sulfuric acid concentration. P_2O_5 WS decreased significantly after raw water washing, and excessive sulfuric acid (1%) reduced purity due to gypsum re-dissolution. These findings demonstrate that low concentration acid washing is sufficient for improving phosphogypsum quality and meeting industrial standards.

Keywords : phosphogypsum; P_2O_5 ; purification; sulfuric acid; purity; washing

1. PENDAHULUAN

Phosphogypsum (PG) merupakan produk samping utama yang dihasilkan dari produksi asam fosfat melalui proses basah (*wet process*), dimana batuan fosfat direaksikan dengan asam sulfat. Setiap ton P_2O_5 yang diproduksi dapat menghasilkan sekitar 4 - 5 ton phosphogypsum (Cui *et al.*, 2024). Secara kimiawi, phosphogypsum terdiri dari kalsium sulfat dihidrat ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) yang mengandung berbagai impuritas seperti P_2O_5 residu, flourida, senyawa organik, logam berat, serta unsur radioaktif yang mempengaruhi kualitas dan pemanfaatannya (Guan *et al.*, 2024a).

Produksi phosphogypsum secara global saat ini mencapai sekitar 150 juta ton per tahun, namun hanya sekitar 15% yang dapat dimanfaatkan kembali, sementara sisanya ditimbun di area sekitar pabrik dan menimbulkan permasalahan lingkungan yang serius (Lu *et al.*, 2024). Kandungan P_2O_5 dalam phosphogypsum menjadi parameter paling kritis karena berkaitan langsung dengan efisiensi produksi asam fosfat sekaligus dapat menentukan kelayakan PG untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku di industri semen dan konstruksi.

Tingkat kemurnian phosphogypsum di industri umumnya hanya mencapai 80 - 85%, masih di bawah standar yang mensyaratkan kemurnian di atas 90% untuk aplikasi konstruksi. Rendahnya kemurnian ini disebabkan oleh kandungan P_2O_5 yang masih tinggi, baik

dalam bentuk *water soluble* (WS) maupun yang terikat di dalam struktur kristal. Pencucian dengan air netral mampu untuk menghilangkan sebagian besar impuritas yang mudah larut, namun tidak efektif terhadap kontaminan yang terperangkap di dalam kisi kristal (Guan *et al.*, 2024a). Oleh karena itu, diperlukan perlakuan kimia lanjutan untuk meningkatkan kemurnian phosphogypsum yang lebih tinggi. Penggunaan larutan asam seperti asam sulfat, asam fosfat, dan asam oksalat telah terbukti efektif dalam melarutkan pengotor yang terikat kuat dalam struktur kristal phosphogypsum (Cai *et al.*, 2021).

Asam sulfat (H_2SO_4) merupakan salah satu agen pencuci yang berpotensi efektif karena ketersediaannya yang langsung di pabrik asam fosfat, sehingga penerapannya lebih ekonomis dan praktis. Ion H^+ yang dihasilkan dapat melepaskan fosfat yang terikat dalam matriks padatan, sedangkan ion sulfat berkontribusi terhadap stabilitas fase gipsum dalam kondisi asam (Lv and Xiang, 2022). Beberapa penelitian sebelumnya telah membuktikan efektivitas pencucian kimia menggunakan berbagai asam. Meskipun demikian, mayoritas studi masih berfokus pada penggunaan konsentrasi asam yang relatif tinggi atau menggunakan pelarut air murni yang kurang ekonomis jika diaplikasikan dalam skala industri. Oleh karena itu, kebaruan dari penelitian ini yaitu dengan mengoptimalkan penggunaan H_2SO_4 dengan konsentrasi rendah sekitar 0,1 – 1% yang dikombinasikan dengan air

baku (*Raw Cooling Water*) sebagai pelarut yang tersedia langsung dari pabrik. Pendekatan ini menawarkan metode purifikasi yang lebih praktis dan ekonomis sehingga dapat menghemat biaya. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 dengan penggunaan air baku sebagai pelarut terhadap kemurnian, P_2O_5 WS, dan P_2O_5 total phosphogypsum, guna menemukan kondisi optimum yang dapat memenuhi standar industri.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan yaitu phosphogypsum sebanyak 60 g per percobaan, asam sulfat (H_2SO_4) dengan kemurnian 98,5%, dan air baku (*Raw Cooling Water/RCW*) sebanyak 140 mL, reagen amonium vanadat 0,4 N, amonium molibdat 8%, serta larutan standar P_2O_5 0,1 mg/mL. Peralatan utama yang digunakan meliputi *hot plate* dengan pengaduk magnetik (*multi-magnetir*), *vacuum filter*, *drying oven* (50°C dan 230°C), desikator, spektrofotometer UV-Vis, timbangan analitik, labu ukur berbagai ukuran (100, 250, dan 500 mL), serta peralatan gelas standar laboratorium.

2.2 Prosedur

2.2.1. Washing Filtrate

Sebanyak 60 gram phosphogypsum dimasukkan ke dalam gelas beker 400 mL. Larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi yang bervariasi (0%; 0,1%; 0,375%; dan 1%) disiapkan dalam

labu ukur 250 mL menggunakan air baku. Sebanyak 140 mL larutan diambil sebagai medium pencuci dan dicampurkan dengan phosphogypsum. Campuran dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 40–50°C dengan kecepatan pengadukan 130 rpm selama 1 jam (Moalla *et al.*, 2018). Setelah proses pencucian selesai, *slurry* dipisahkan menjadi cake dan filtrat menggunakan *vacuum filter*. Cake selanjutnya digunakan untuk analisis lebih lanjut.

2.2.2. Penentuan Kadar P_2O_5 WS

Sampel hasil *washing* dikeringkan dalam *drying oven* 50°C selama 5 jam, kemudian didinginkan dalam desikator. Untuk analisis P_2O_5 WS, sebanyak 5 gram sampel dilarutkan dalam labu ukur 250 mL dengan air demin, dihomogenkan selama 10 menit dengan *stir bar* pada alat *multi-magnetir*, lalu disaring. Filtrat sebanyak 10 mL diambil dan dimasukkan ke labu ukur 100 mL bersama reagen amonium vanadat 0,4 N (5 mL) dan amonium molibdat 8% (5 mL), tambahkan air demin hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen, dan didiamkan selama 10 menit (Baird, Eaton and Rice, 2017).

2.2.3. Penentuan Kadar P_2O_5 Total

Pada penentuan kadar P_2O_5 ini setelah sampel dikeringkan ke dalam *drying oven* 50°C selama 5 jam, sampel selanjutnya didinginkan di desikator. Sampel sebanyak 5 gram ditambahkan air panas 75 mL, asam klorida 1:1 sebanyak 30 mL, dan asam nitrat 1:2 sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan hingga mendidih selama 10 menit. Larutan

dididinkikan, diencerkan dalam labu ukur 500 mL, dan dihomogenkan lalu disaring (SNI 2803:2010, 2010). Perlakuan selanjutnya sama seperti analisis P_2O_5 WS.

2.3. Analisis Data

2.3.1 Analisis Spektrofotometri UV-Vis

Larutan blanko, standar, P_2O_5 WS, dan P_2O_5 total dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 440 nm. Konsentrasi P_2O_5 dihitung menggunakan rumus:

$$P_2O_5(\%) = \frac{\left[\frac{(Abs \text{ Sampel})}{Abs \text{ Standar}} \times C \text{ Standar} \times \frac{V \text{ Pengenceran}}{V \text{ Sampel}} \right]}{Berat \text{ Contoh}} \times 100\%$$

2.3.2 Penentuan Kemurnian dan Kristal H_2O

Penentuan kemurnian dilakukan melalui analisis kadar kristal H_2O dengan dua tahap pengeringan. Sampel ± 3 gram dioven pada $50^\circ C$ selama 5 jam (A3) untuk menghilangkan *free water*, kemudian di oven kembali pada $230^\circ C$ selama 2 jam (A4) untuk melepas air kristal. Rumus yang digunakan:

$$Kristal \ H_2O \ (%) = \frac{(A3 - A4)}{(A3 - A1)} \times 100\%$$

$$Purity \ (%) = Kristal \ H_2O \times \frac{BM \ Phosphogypsum}{BM \ H_2O}$$

Di mana:

A1 = massa botol timbang kosong,

A3 = massa botol + isi setelah oven $50^\circ C$,

A4 = massa botol + isi setelah oven $230^\circ C$.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat terhadap Kemurnian (*Purity*)

Hasil pengujian menunjukkan bahwa proses pencucian berpengaruh signifikan terhadap peningkatan kemurnian phosphogypsum. Pada Sampel 1, kondisi tanpa perlakuan pencucian menunjukkan nilai *purity* terendah sebesar 81,47%. Setelah pencucian menggunakan air baku tanpa penambahan asam sulfat (*baseline*), diperoleh nilai *purity* tertinggi sebesar 93,56%, hal ini mengindikasikan bahwa sebagian besar impuritas pada Sampel 1 bersifat mudah larut dan dapat dihilangkan secara efektif hanya dengan air baku. Penambahan H_2SO_4 pada konsentrasi 0,1%, 0,375%, dan 1% masih mampu meningkatkan kemurnian dibandingkan kondisi awal, namun hasilnya lebih rendah dibandingkan pencucian tanpa asam. Penurunan *purity* pada konsentrasi asam yang lebih tinggi diduga disebabkan oleh reaksi samping atau gangguan terhadap struktur kalsium sulfat (Cai *et al.*, 2021).

Pada Sampel 2, kondisi awal tanpa perlakuan memiliki *purity* 89,44%. Peningkatan *purity* yang signifikan terjadi pada pencucian dengan H_2SO_4 0,1% yang menghasilkan *purity* sebesar 91,97%. Namun, pada konsentrasi 1%, *purity* mengalami penurunan drastis menjadi 87,55%, bahkan di bawah nilai awal sebelum perlakuan. Hal ini mengindikasikan bahwa konsentrasi asam sulfat yang terlalu tinggi menyebabkan pelarutan kembali komponen gipsium (*re-dissolution*), sehingga menurunkan

kemurnian relatif dari padatan yang tersisa (Guan *et al.*, 2024b).

Tabel 1. Data Hasil Purity Phosphogypsum pada Variasi Konsentrasi Asam Sulfat

Konsentrasi H_2SO_4 (%)	Purity S1 (%)	Purity S2 (%)
Tanpa <i>Washing</i>	81,47	89,44
<i>Baseline</i>	93,56	91,70
0,1	89,33	91,97
0,375	92,13	91,63
1	89,76	87,55

3.2. Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat terhadap P_2O_5

Kadar P_2O_5 WS pada Sampel 1 sebelum perlakuan adalah 0,044%. Setelah pencucian dengan air baku, kadar ini turun drastis menjadi 0,005%, menunjukkan efektivitas air baku dalam menghilangkan fosfat yang bersifat larut air. Penambahan H_2SO_4 pada konsentrasi 0,1% dan 0,375% tidak menyebabkan peningkatan signifikan terhadap kadar P_2O_5 WS, bahkan cenderung mempertahankannya pada nilai rendah. Pada konsentrasi 1%, kadar P_2O_5 WS mencapai nilai terendah sebesar 0,003%, namun tidak diikuti oleh peningkatan *purity*. Hal ini membuktikan bahwa konsentrasi

asam yang terlalu tinggi tidak selalu menghasilkan efisiensi pemurnian yang optimal secara keseluruhan.

Pada Sampel 2, kadar P_2O_5 WS awal adalah 0,016% dan turun menjadi 0,005% setelah pencucian dengan air baku. Dengan penambahan H_2SO_4 pada konsentrasi 0,1%, 0,375%, dan 1%, nilai P_2O_5 WS menunjukkan stabilitas pada kisaran 0,004% tanpa variasi yang signifikan. Konsistensi ini mengindikasikan bahwa fosfat yang tersisa setelah proses pencucian berada dalam bentuk yang tidak mudah larut dalam air, sehingga variasi konsentrasi asam sulfat lebih berpengaruh terhadap P_2O_5 total dibandingkan fraksi WS (Zhang *et al.*, 2022).

Tabel 2. Data P_2O_5 Total dan P_2O_5 WS pada Variasi Konsentrasi Asam Sulfat

Konsentrasi H_2O_4 (%)	P_2O_5 Total S1 (%)	P_2O_5 WS S1 (%)	P_2O_5 Total S2 (%)	P_2O_5 WS S2 (%)
Tanpa <i>Washing</i>	0,0997	0,044	0,051	0,016
<i>Baseline</i>	0,025	0,005	0,024	0,005
0,1	0,025	0,008	0,023	0,004
0,375	0,022	0,005	0,033	0,004
1	0,024	0,003	0,018	0,004

penambahan asam sulfat, menghasilkan *purity* tertinggi sebesar 93,56% dan kadar P_2O_5 total terendah adalah 0,022% pada konsentrasi H_2SO_4 0,375%. Pada Sampel 2, kondisi optimal dicapai dengan penambahan H_2SO_4 0,1% yang

KESIMPULAN

Pencucian phosphogypsum menggunakan air baku (RCW) terbukti efektif meningkatkan kemurnian secara signifikan. Pada Sampel 1, kondisi optimal dicapai dengan pencucian air baku tanpa

menghasilkan *purity* 91,97%. Penggunaan H_2SO_4 pada konsentrasi 1% tidak disarankan karena menyebabkan penurunan *purity* akibat pelarutan kembali komponen gipsum. Kadar P_2O_5 WS secara efektif diturunkan melalui pencucian air baku saja, dengan variasi konsentrasi asam sulfat lebih berpengaruh terhadap P_2O_5 total.

DAFTAR PUSTAKA

- Baird, R.B., Eaton, A.D. and Rice, E.W. (2017) *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation.
- Cai, Q. *et al.* (2021) 'Science of the Total Environment Efficient removal of phosphate impurities in waste phosphogypsum for the production of cement', *Science of the Total Environment*, 780, p. 146600. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146600>.
- Cui, Y. *et al.* (2024) 'A systematic review of phosphogypsum recycling industry based on the survey data in China – applications, drivers, obstacles, and solutions', *Environmental Impact Assessment Review*, 105(December 2023), p. 107405. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.eiar.2023.107405>.
- Guan, Q. *et al.* (2024) 'The Impurity Removal and Comprehensive Utilization of Phosphogypsum: A Review'. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/ma17092067>.
- Lu, L. *et al.* (2024) 'Recovery of calcium and sulphur from phosphogypsum with zero by-product generation using a preparative vertical-flow electrophoresis system', *Separation and Purification Technology*, 331(August 2023), p. 125579. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.125579>.
- Lv, X. and Xiang, L. (2022) 'The Generation Process, Impurity Removal and High-Value Utilization of Phosphogypsum Material'. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/nano12173021> Academic.
- Moalla, R. *et al.* (2018) 'Phosphogypsum purification for plaster production: A process optimization using full factorial design', *Environmental Engineering Research*, 23(1), pp. 36–45. Available at: <https://doi.org/10.4491/eer.2017.055>.
- SNI 2803:2010 (2010) 'Pupuk NPK Padat', *Badan Standar Nasional, Jakarta*, pp. 1–18.