



TUGAS AKHIR - RE 141581

**STUDI KRISTALISASI *STRUVITE* PADA AIR
LIMBAH INDUSTRI PUPUK DENGAN
MENGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED***

YAHDINI FITRI RAJABI BACHTIAR
NRP. 03211440000068

Dosen Pembimbing
IDAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D

DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
Fakultas Teknik Sipil, Lingkungan, dan Kebumihan
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya, 2018

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”



TUGAS AKHIR - RE 141581

**STUDI KRISTALISASI *STRUVITE* PADA AIR
LIMBAH INDUSTRI PUPUK DENGAN
MENGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED***

YAHDINI FITRI RAJABI BACHTIAR
NRP. 0321144000068

Dosen Pembimbing
IDAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D

DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
Fakultas Teknik Sipil, Lingkungan, dan Kebumihan
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya, 2018

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN

STUDI KRISTALISASI *STRUVITE* PADA AIR LIMBAH INDUSTRI PUPUK DENGAN MENGGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED*

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memenuhi Gelar Sarjana Teknik
Pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Lingkungan
Fakultas Teknik Sipil, Lingkungan dan Kebumihan
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

YAH DINI FITRI RAJABI BACHTIAR
NRP. 03211440000068

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir



IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D
NIP. 19750212 199903 2 001



“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

**STUDI KRISTALISASI *STRUVITE* PADA AIR LIMBAH
INDUSTRI PUPUK DENGAN MENGGUNAKAN REAKTOR
*FLUIDIZED BED***

Nama : Yahdini Fitri Rajabi Bachtiar
NRP : 0321144000068
Jurusan : Teknik Lingkungan
Dosen Pembimbing : IDAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D

ABSTRAK

Industri pupuk menghasilkan limbah yang mengandung amonium dan fosfat yang tinggi. Hal tersebut berpotensi untuk menyebabkan eutrofikasi jika tidak diolah dengan baik. Di sisi lain pengolahan limbah cair industri pupuk berpotensi memiliki nilai tambah melalui *recovery* kandungan pencemar tersebut untuk menghasilkan kristal *Struvite*. Pemanfaatan kembali fosfat merupakan salah satu cara untuk mengatasi kekurangan fosfat yang diperkirakan akan habis dalam jangka waktu 60-70 tahun mendatang. Penelitian menunjukkan, penggunaan reaktor *Fluidized Bed* mampu melakukan *recovery* hingga 80-90% kandungan fosfat yang dimiliki air limbah. Tujuan penelitian ialah menentukan *seed material* efektif dan kecepatan aliran optimum yang mana merupakan faktor penting dalam *recovery* fosfat dan amonium; menentukan produktifitas reaktor *Fluidized Bed* dalam melakukan *recovery* fosfat dan menentukan karakteristik kristal *Struvite* yang dihasilkan.

Penelitian ini *merecovery* kandungan fosfat dan amonium menggunakan reaktor *Fluidized Bed* dengan sistem kontinu. Presipitan yang digunakan ialah $MgCl_2$, dengan rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ ialah 1,5:1 dan pH larutan 8,5, hal tersebut mengacu pada hasil penelitian terdahulu. Proses pengolahan air limbah berlangsung selama 70 menit setiap perlakuan. Variasi yang dilakukan ialah *seed material* dengan menggunakan pasir, pasir silika dan tanpa *seed material*; dan kecepatan aliran sebesar 0,014, 0,019 dan 0,024 m/s yang merupakan hasil dari uji fluidisasi pada masing masing *seed material*. Pada penelitian ini diamati pH, kadar amonium dan kadar fosfat pada air efluen *Fluidized Bed*; serta tekanan pada reaktor, tinggi ekspansi bed dan kecepatan aliran. Setelah itu dilakukan analisis secara

kuantitatif terhadap air efluen dan analisis secara kuantitatif kristal *Struvite* yang dihasilkan ditinjau baik secara kuantitas dan kualitas kristal. Parameter uji air efluen ialah pH, TSS, fluorida, amonium, fosfat dan COD. Parameter uji kristal *Struvite* yang dihasilkan secara kuantitas ialah berat *Struvite* yang didapatkan, sementara parameter uji secara kualitas ialah morfologi, komposisi, struktur, dan kemurnian.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa *Fluidized Bed* mampu *merecovery* fosfat dan amonium yang terkandung pada air limbah industri pupuk. *Seed material* efektif yang digunakan ialah material pasir dan kecepatan optimum 0,014 m/s yang mampu *merecovery* fosfat sebesar 73% dan amonium sebesar 57%. Semakin kecil kecepatan aliran maka semakin besar persentase *recovery* fosfat dan amonium. Penggunaan *seed material* terbukti dapat meningkatkan efisiensi *recovery* fosfat dan amonium, penggunaan pasir dapat meningkatkan efisiensi *recovery* fosfat hingga 21% dan amonium hingga 8%; sementara penggunaan silika dapat meningkatkan efisiensi *recovery* fosfat hingga 31% dan amonium hingga 6%. Reaktor *Fluidized Bed* mampu menghasilkan hingga 8,46 g produk per liter air limbah dengan menggunakan konfigurasi terbaik. Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa *Struvite* menempel pada permukaan *seed material*, dan serta menghasilkan endapan yang berbentuk balok memanjang. Hasil analisis EDX menunjukkan bahwa unsur utama penyusun produk ialah N, O, P, Mg dan Si. Berdasarkan hasil analisis XRD, kadar *Struvite* pada produk yang dibentuk ialah 60% pada *seed material* pasir dan 44% pada *seed material* silika.

Keyword: *Fluidized Bed Reactor*, Fosfat, Kecepatan Aliran, *Seed Material*, *Struvite*

STUDY ON *STRUVITE* CRYSTALLIZATION FROM FERTILIZER INDUSTRY WASTEWATER BY USING *FLUIDIZED BED* REACTOR

Name : Yahdini Fitri Rajabi Bachtiar
NRP : 03211440000068
Study Programme : Environmental Engineering
Supervisor : IDAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D

ABSTRACT

The fertilizer industry produces wastewater that containing high ammount of amonium and phosphate. It has the potential to cause eutrophication if not treated properly. On the other hand, the wastewater treatment of the fertilizer industry has the potential to add value through the *recovery* of these pollutants to produce *Struvite* crystals. Phosphate *recovery* is one way to overcome the phosphate deficiency that is expected to run out within the next 60-70 years. Research shows, the use of *Fluidized Bed* reactor can *recovery* up to 80-90% of phosphate in the waste water. Thus, the purpose of this study is to determine the effective seed material and optimum flow rate which is an important factor in phosphate *recovery*; determining the productivity of the *Fluidized Bed* reactor in phosphate *recovery* and determining the characteristics of the *Struvite* crystals that produced.

In this research, phosphate *recovery* have been done by using *Fluidized Bed* reactor with continuous system. The precipitant used was $MgCl_2$, with molar ratio $[Mg^{2+}] : [PO_4^{3-}]$ was 1.5: 1 and pH of the solution is 8,5, it refers to the results of previous research. The wastewater treatment process were last for 70 minutes for each treatment. Variations that made were seed material, that used sand, silica sand and no seed material; and flow rates of 0.0014, 0.0019 and 0.0024 m / s which was the result of the fluidization test of each seed material. In this research process, pH, amonium and phosphate levels on water effluent *Fluidized Bed* ; and pressure on the reactor, height of bed expansion and influent flowrate was observed. Then quantitative analysis of water effluent and quantitative analysis of the *Struvite* crystals were reviewed both in quantity and quality of the crystals. Parameters of water effluent test were pH, TSS, fluoride,

ammonium, phosphate and COD. The quantity test of *Struvite* crystal that produced was observed by measuring the weight of *Struvite* obtained, while the quality test parameters were morphology, composition, structure, and purity.

The results showed that *Fluidized Bed* was able to recover phosphate and ammonium that contained in industrial waste water of fertilizer. The effective seed material used was sand and the optimum speed is 0.014 m/s, which could recover phosphate by 73% and ammonium by 57%. The smaller the flow rate the greater the percentage of phosphate and ammonium recovery. The used of seed material has been shown to improve the efficiency of phosphate and ammonium recovery, sand could increase the efficiency of phosphate recovery up to 21% and ammonium up to 8%; while silica could increase the efficiency of phosphate recovery up to 31% and ammonium by 6%. The *Fluidized Bed* reactor is capable of producing 9,394 g of *Struvite* per liter of waste water by using best configuration. The result of SEM analysis, *Struvite* could stick into Seed Materials surface, and also produced long block shape crystals. The result of EDX analysis, the main elements of the products are N, O, P, Mg and Si. From the XRD analysis, product that recovered contain 44% and 60% of *Struvite*, by using respectively silica and sand as seed material.

Keyword: *Fluidized Bed Reactor, Phosphat, Seed Material, Struvit, Upflow Velocity*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan yang Maha Esa, karena berkat limpahan Rahmat dan Hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini. Dengan selesainya laporan ini, tidak lupa pula penulis sampaikan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu kelancaran penyusunan laporan ini, antara lain:

1. Ibu IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan nasihatnya dalam penyelesaian tugas ini.
2. Ibu Prof. Dr. Yulinah Trihadiningrum, M.AppSc., Bapak Dr. Agus Slamet, M.Sc., dan Bapak Welly Herumurti, ST., M.Sc sebagai dosen pengarah.
3. Orang Tua penulis, yang selalu mendukung dan mendoakan penulis dalam setiap proses pengerjaan Tugas Akhir ini.
4. Laboran Departemen Teknik Lingkungan, Teknik Kimia, Teknik Mesin dan LPPM ITS, yang telah membantu proses pengerjaan Tugas Akhir ini.
5. Teman-teman Teknik Lingkungan Angkatan 2014 atau Envijoyo yang selalu menemani dan memberikan semangat dalam pengerjaan Tugas Akhir ini.
6. Sahabat – Sahabat saya, Arum, Ajal, Afiya, Dinda, Dina, Zaza, Ofi, Tita dan Dita yang telah berjuang bersama-sama dan memberikan dukungan dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
7. Semua pihak yang telah membantu kelancaran penyelesaian Tugas Akhir ini.

Dalam penyusunan laporan ini tentunya masih terdapat banyak kekurangan, oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan agar nantinya laporan yang akan penulis susun selanjutnya menjadi lebih baik. Semoga laporan yang penulis susun ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Penulis

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Ruang Lingkup Penelitian	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Limbah Cair PT Petrokimia Gresik.....	5
2.2 Potensi <i>Recovery</i> Fosfat PT Petrokimia Gresik.....	8
2.3 Kristalisasi <i>Struvite</i>	9
2.4 Parameter Desain <i>Fluidized Bed</i>	11
2.5 Faktor yang Mempengaruhi Pembentukan <i>Struvite</i>	14
2.6 Penelitian Terdahulu	18
BAB 3 METODE PENELITIAN	21
3.1 Pendahuluan	21
3.2 Ide Penelitian	22
3.3 Studi Literatur.....	22
3.4 Pelaksanaan Penelitian.....	23
3.4.1 Persiapan Alat dan Bahan	23
3.4.2 Penelitian Pendahuluan	25
3.4.3 Pembuatan Reaktor.....	26
3.4.4 Pelaksanaan Penelitian.....	28
3.4.5 Hasil dan Pembahasan	30
3.4.6 Kesimpulan dan Saran.....	30

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Penelitian Pendahuluan	31
4.1.1 Uji Karakteristik Air Limbah	31
4.1.2 Uji karakteristik <i>Seed Material</i>	32
4.2 Penelitian Utama	33
4.2.1 Pengaruh <i>Seed Material</i>	33
4.2.2 Pengaruh Kecepatan Aliran	41
4.2.3 Operasional <i>Fluidized Bed</i>	48
4.2.4 Produktifitas Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	60
4.2.5 Karakteristik Kristal <i>Struvite</i>	63
4.2.6 Hasil <i>Wet Analysis</i>	73
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	75
5.1 Kesimpulan.....	75
5.2 Saran	75
DAFTAR PUSTAKA.....	77
LAMPIRAN A	81
LAMPIRAN B	87
LAMPIRAN C	89
LAMPIRAN D.....	91
LAMPIRAN E	97
LAMPIRAN F	99
BIODATA PENULIS.....	101

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Proses pengolahan air limbah PT Petrokimia Gresik 6	
Gambar 2. 2 Lokasi poin L	7
Gambar 3. 1 Kerangka Penelitian	21
Gambar 3. 2 Reaktor <i>Fluidized Bed 2D</i>	26
Gambar 3. 3 Sketsa Reaktor <i>Fluidized Bed 3D</i>	27
Gambar 4. 1 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Fosfat pada Kecepatan Aliran 0,014 m/s	34
Gambar 4. 2 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Fosfat pada Kecepatan Aliran 0,019 m/s	34
Gambar 4. 3 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Fosfat pada Kecepatan Aliran 0,024 m/s	35
Gambar 4. 4 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Amonium pada Kecepatan Aliran 0,014 m/s	37
Gambar 4. 5 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Amonium pada Kecepatan Aliran 0,019 m/s	37
Gambar 4. 6 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Amonium pada Kecepatan Aliran 0,024 m/s	38
Gambar 4. 7 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Fosfat dengan Tanpa Menggunakan Seed Material	42
Gambar 4. 8 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Fosfat dengan Menggunakan Seed Material Silika	42
Gambar 4. 9 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Fosfat dengan Menggunakan Seed Material Pasir	43
Gambar 4. 10 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Amonium dengan Tanpa Menggunakan Seed Material....	45
Gambar 4. 11 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Amonium dengan Menggunakan Seed Material Silika	45
Gambar 4. 12 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Amonium dengan Menggunakan Seed Material Pasir.....	46
Gambar 4. 13 Penampakan Saringan Reaktor	49
Gambar 4. 14 Hasil Analisis SEM-EDX Tanpa Seed Material dengan Kecepatan Aliran 0,014 m/s	64
Gambar 4. 15 Hasil Analisis SEM Seed Material Silika dengan Kecepatan Aliran 0,014 m/s	66
Gambar 4. 16 Hasil Analisis SEM Seed Material Pasir dengan Kecepatan Aliran 0,014 m/s	68
Gambar 4. 17 Grafik Analisis XRD pada Seed Material Silika....	70

Gambar 4. 18 Grafik Analisis XRD pada Seed Material Pasir70

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Standar Baku Mutu Internal PT Petrokimia Gresik	5
Tabel 2. 2 Standar Baku Mutu Limbah Cair Industri Pupuk Pergub Jatim No. 72 Tahun 2017	6
Tabel 2. 3 Karakteristik Air Limbah <i>Poin L</i> PT Petrokimia Gresik .	7
Tabel 3. 1 Parameter Uji dan Metoda Analisis Karakteristik Air Limbah.....	25
Tabel 3. 2 Parameter Uji dan Metoda Analisis Seed Material.....	25
Tabel 3. 3 Variasi Penelitian.....	29
Tabel 3. 4 Metoda Analisis Kristal <i>Struvite</i>	30
Tabel 4. 1 Karakteristik Air Limbah <i>Poin L</i> PT Petrokimia Gresik yang Telah diolah dengan Elektrodialisis.....	31
Tabel 4. 2 Hasil Uji Karakteristik Seed Material	32
Tabel 4. 3 Pengaruh Seed Material Perentase <i>Recovery</i> Fosfat	36
Tabel 4. 4 Pengaruh Seed Material Perentase <i>Recovery</i> Amonium	38
Tabel 4. 5 Pengaruh Seed Material terhadap <i>Recovery</i> Fluorida	39
Tabel 4. 6 Kandungan TSS pada Air Limbah Sebelum dan Sesudah Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	40
Tabel 4. 7 Waktu Induksi Kristal <i>Struvite</i>	43
Tabel 4. 8 Pengaruh Kecepatan Aliran terhadap <i>Recovery</i> Fluor	47
Tabel 4. 9 Kandungan TSS pada Air Limbah Sebelum dan Sesudah Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	48
Tabel 4. 10 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan dan pH pada Tanpa Seed dengan Kecepatan 0,014 m/s	51
Tabel 4. 11 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan dan pH pada Tanpa Seed dengan Kecepatan 0,019 m/s	52
Tabel 4. 12 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan dan pH pada Tanpa Seed dengan Kecepatan 0,024 m/s	53
Tabel 4. 13 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Silika dengan Kecepatan 0,014 m/s.....	54
Tabel 4. 14 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Silika dengan Kecepatan 0,019 m/s.....	55
Tabel 4. 15 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Silika dengan Kecepatan 0,024 m/s.....	56

Tabel 4. 16 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Pasir dengan Kecepatan 0,014 m/s.....	57
Tabel 4. 17 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Pasir dengan Kecepatan 0,019 m/s.....	58
Tabel 4. 18 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Pasir dengan Kecepatan 0,024 m/s.....	59
Tabel 4. 19 Mass Balance Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	61
Tabel 4. 20 Efisiensi Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	62
Tabel 4. 21 Produktifitas Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	62
Tabel 4. 22 Perbandingan Kandungan Unsur Endapan Tanpa Seed, Silika dan Pasir	64
Tabel 4. 23 Perbandingan Kandungan Unsur Pada Seed Material Silika dan Endapan yang dihasilkan.....	66
Tabel 4. 24 Perbandingan Kandungan Unsur Pada Seed Material Pasir dan Endapan yang dihasilkan	68
Tabel 4. 25 Perbandingan Kandungan Unsur	69
Tabel 4. 26 Persentase dan Berat Senyawa Penyusun Produk .	71
Tabel 4. 27 Hasil Wet Analysis	73

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pupuk merupakan bahan organik atau anorganik, baik alami maupun sintetis yang ditambahkan ke tanah untuk menambah nutrisi penting bagi pertumbuhan tanaman (Sabry, 2015). Nutrisi yang biasanya dibutuhkan oleh tumbuhan tidak terlepas dari tiga unsur hara, yaitu nitrogen (N), fosfor (P) dan kalium (K). Peranan ketiga unsur hara (N, P dan K) sangat penting dan mempunyai fungsi yang saling mendukung satu sama lain dalam proses pertumbuhan dan produksi tanaman (Rahman, 2000). Namun dalam proses produksinya limbah cair industri pupuk mengandung kadar amonium dan fosfat yang tinggi (Fitriana dan Warmadewanthi, 2016). PT Petrokimia Gresik merupakan industri pupuk terbesar dan terlengkap di Indonesia yang juga menghasilkan limbah cair dalam proses produksinya. Konsentrasi amonium dan fosfat yang tinggi dihasilkan pada influen Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL) unit produksi I dan III (Pratama, 2015). Limbah cair fosfat berasal dari unit produksi III sedangkan limbah cair amonium berasal dari unit produksi I. Berdasarkan hasil uji karakteristik limbah cair di inlet poin L IPAL PT Petrokimia Gresik, yang mana merupakan inlet dari unit *Equalizer*, konsentrasi fosfat dan amonium berturut-turut ialah 4180,33 mg/L dan 12282,6 mg/L (Iswarani, 2018). Sementara, hasil efluen unit *Equalizer* telah memenuhi baku mutu internal namun belum memenuhi baku mutu Peraturan Gubernur Jawa Timur No. 72 Tahun 2013 untuk parameter amonium dan TKN (Ayu dan Suci, 2017). Hal ini tentunya perlu menjadi perhatian yang cukup serius.

Kandungan amonium dan fosfat yang tinggi akan sangat berbahaya jika dibuang pada air permukaan, karena dapat menyebabkan eutrofikasi (Ibad, 2013; Masduqi, 2004). Eutrofikasi merupakan suatu ledakan pertumbuhan dari tanaman air maupun alga akibat masuknya nutrisi berupa nitrogen dan fosfat dalam jumlah berlebih ke dalam badan air (Masson, 1981). Beberapa dampak negatif akibat eutrofikasi antara lain munculnya bau dan rasa, penurunan kadar oksigen terlarut pada malam hari, penetrasi cahaya dalam air berkurang, kematian ikan, serta efek keracunan terhadap hewan dan manusia (Tahalatu, 2004).

Beberapa penelitian telah dilakukan dengan tujuan untuk memanfaatkan fosfat dan amonium yang terkandung dalam air limbah melalui pembentukan kristal *Struvite* ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Penelitian pemanfaatan fosfat dan amonium pada air limbah PT Petrokimia Gresik telah dilakukan oleh beberapa penelitian sebelumnya. Berdasarkan Fitriana dan Warmadewanthi (2016), kecepatan pengadukan optimum terjadi pada kecepatan 158 rpm; pH optimum ialah 8,5; dan dengan rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1:1. Sementara berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Ikhlas (2017), pH optimum ialah 9; rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ sebesar 3:1:1; kandungan ion pengganggu dapat menurunkan *recovery* fosfat dan amonium hingga mencapai 50%; dan presipitan yang lebih efektif ialah MgCl_2 . Berdasarkan penelitian lainnya yang dilakukan oleh Iswarani (2018), rasio molar efektif $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ ialah 1,5:15:1, debit aerasi optimum 16 LPM, dan pH sebesar $8,5 \pm 0,2$. Penelitian-penelitian tersebut dilaksanakan menggunakan sistem *batch*, sehingga, pada penelitian lanjutan ini akan menggunakan sistem kontinu.

Terdapat beberapa reaktor sistem kontinu yang telah digunakan dalam *recovery* fosfat melalui pembentukan *Struvite*, yaitu reaktor CSTR (*Continuous Stirring Tank Reactor*) dan FBR (*Fluidized Bed Reactor*). Penggunaan reaktor FBR terbukti lebih unggul dikarenakan dapat melakukan *recovery* fosfat hingga 80-95% (Koch *et al.*, 2009; Ueno dan Fuji, 2001), sementara CSTR hanya mampu hingga 80-85% (Abma *et al.*, 2010; Moerman *et al.*, 2009). Pada penelitian ini digunakan reaktor FBR untuk mendapatkan *recovery* fosfat yang tinggi.

Struvite adalah kristal yang terbuat dari magnesium, amonium, dan fosfat dalam konsentrasi molar yang sama ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Kristal tersebut dapat terbentuk dalam kondisi basa (Bouropoulos dan Koutsoukus, 2000). Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses kristalisasi *Struvite* pada *Fluidized Bed* ialah derajat kejenuhan larutan, kecepatan aliran, pengadukan, molar rasio, pH, ion pengotor dan *seed material* (Bhuiyan *et al.*, 2008; Bowers dan Westerman, 2005; Fitriana dan Warmadewanthi, 2016; Rahaman, 2008). Mineral *Struvite* dapat juga digunakan sebagai pupuk dengan keunggulan mampu melepaskan nutrisi pada kecepatan yang lebih lambat dibanding

pupuk lainnya, sehingga tanaman dapat menyerap nutrisi sebelum nutrisi tersebut hanyut, dan dapat menghemat pemakaian pupuk (Bhuiyan *et al.*, 2008).

Pemanfaatan *Struvite* sebagai pupuk sangat bergantung pada ukuran partikel kristal. Ukuran partikel adalah salah satu karakteristik penting pada pupuk dimana semakin besar ukuran partikel maka semakin lama pupuk bertahan didalam tanah dan dapat meningkatkan pengambilan nutrisi oleh tanaman (Q Lu, 2012). Terdapat beberapa metode untuk memperbesar diameter partikel kristal. Dua metode utama yang digunakan, ialah meningkatkan nukleasi sekunder dan meningkatkan waktu reaksi. Peningkatan nukleasi sekunder dapat dilakukan melalui *seeding* kristal dengan material *inert* dan meningkatkan kecepatan aliran. (Tarrago *et al.*, 2016). Berkaitan dengan latar belakang ini, maka secara umum tujuan penelitian ini ialah untuk menentukan *seed material* yang efektif dan kecepatan aliran optimum dalam pembentukan kristal *Struvite*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, dapat dirumuskan masalah penelitian ini ialah bagaimana kondisi optimum pembentukan kristal *Struvite* dengan menggunakan reaktor *Fluidized Bed*, sehingga dapat menghasilkan *Struvite* dengan ukuran partikel yang besar dan banyak. Sesuai literatur, terdapat 2 faktor yang dapat mempengaruhi pembesaran ukuran partikel *Struvite*, yaitu macam *seed material* dan kecepatan aliran influen. Maka perlu diteliti macam *seed material* yang efektif dalam pembentukan kristal *Struvite* dan kecepatan aliran influen optimum dalam pembentukan kristal *Struvite*; serta bagaimana produktifitas dari reaktor *Fluidized Bed* dengan konfigurasi optimum tersebut dalam menghasilkan kristal *Struvite*.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang diuraikan sebelumnya, maka tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini ialah:

1. Menentukan *seed material* efektif dalam pembentukan kristal *Struvite* dengan menggunakan reaktor *Fluidized Bed* pada limbah cair industri pupuk

2. Menentukan kecepatan aliran optimum influen dalam pembentukan kristal *Struvite* dengan menggunakan reaktor *Fluidized Bed* pada limbah cair industri pupuk
3. Menentukan produktifitas reaktor *Fluidized Bed* pada penggunaan *seed material* efektif dan kecepatan aliran optimum
4. Menentukan karakteristik kristal *Struvite* pada penggunaan *seed material* efektif dan kecepatan aliran optimum

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini ialah dapat dijadikan rekomendasi untuk PT Petrokimia Gresik tentang pengolahan dan *recovery* material limbah cair PT Petrokimia Gresik yang dapat menurunkan kandungan amonium, fosfat dan juga dapat menghasilkan pupuk *Struvite*.

1.5 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup memiliki tujuan untuk membatasi masalah yang akan dibahas pada penelitian ini. Penelitian ini dilakukan pada skala laboratorium dengan menggunakan reaktor sistem kontinu.

1. Sampel limbah yang diuji bersumber dari air limbah PT Petrokimia Gresik yang diambil pada poin L, yang telah melewati proses elektrodialisis untuk menghilangkan ion pengotor.
2. Presipitan yang digunakan sebagai sumber magnesium ialah $MgCl_2$.
3. Rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ ialah 1,5:1
4. pH yang digunakan dalam proses pembentukan *Struvite* ialah *range* $8,5 \pm 0,2$
5. Variabel yang digunakan terdiri atas:
 - a. Tiga variasi *seed material*
 - b. Tiga variasi kecepatan aliran influen air limbah
6. Parameter utama yang diukur dalam penelitian ini ialah *seed material*, kecepatan aliran influen, karakteristik air efluen, kuantitas *Struvite* dan karakteristik *Struvite*.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Cair PT Petrokimia Gresik

PT Petrokimia Gresik merupakan industri pupuk terbesar dan terlengkap di Indonesia yang juga menghasilkan limbah dalam proses produksinya. Salah satu limbah yang dihasilkan ialah limbah cair yang apabila tidak diinventarisasikan dan dikelola dengan baik dapat menimbulkan dampak lingkungan (Pratama, 2015). PT Petrokimia Gresik menghasilkan air limbah yang berbeda-beda sesuai dengan unit produksinya. Unit produksi I terdiri atas pabrik amonium, urea, ZA I/III; unit produksi II terdiri atas pabrik SP-36 I/II dan Phonska; unit produksi III terdiri atas pabrik asam fosfat, asam sulfat, CR, AlF_3 , dan ZA II (Hanani dan Muhammad, 2014).

Dalam pengolahan limbah cair, PT Petrokimia Gresik memiliki baku mutu internal untuk semua parameter dalam satuan kg/ton produk. Baku mutu internal dibuat lebih ketat dari Permen LH No. 5 Tahun 2014 tentang baku mutu air limbah, agar efluen yang dihasilkan memenuhi kedua baku mutu yang ada dan tidak mencemari saat dibuang ke laut (Ayu dan Suci, 2017). Baku mutu internal PT Petrokimia Gresik dapat dilihat pada Tabel 2.1:

Tabel 2. 1 Standar Baku Mutu Internal PT Petrokimia Gresik

Parameter	Beban Pencemar Maksimum (kg/ton produk)
COD	2,0
TSS	1,5
Minyak dan Lemak	0,1
Amonium Total	2,0
TKN	3,0
Fluor	1,5
pH	5 – 9

Sumber : Ayu dan Suci, 2017

Selain baku mutu diatas, terdapat baku mutu yang ditetapkan yaitu baku mutu limbah industri pupuk berdasarkan Peraturan Gubernur Jawa Timur (Pergub Jatim) No.72 Tahun 2013. Perbedaan baku mutu Pergub Jatim dengan baku mutu internal, terletak pada satuannya. Jika baku mutu internal

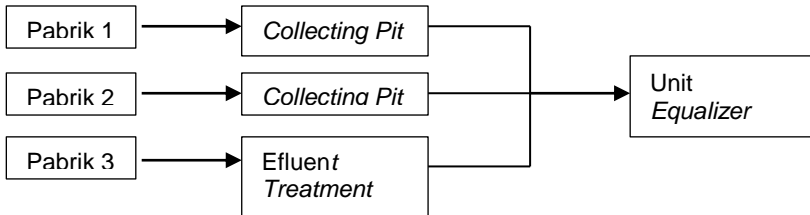
memiliki satuan kg/ton produk, namun baku mutu Pergub Jatim memiliki satuan mg/L. Baku mutu Pergub Jatim dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2. 2 Standar Baku Mutu Limbah Cair Industri Pupuk Pergub Jatim No. 72 Tahun 2017

Parameter	Kadar Maksimum (mg/L)			
	Pupuk urea	Pupuk nitrogen	Pupuk ZA	Amonium
COD	200	200	200	20
TSS	100	200	200	10
Minyak dan Lemak	20	20	20	2
Amonium	50	100	100	20
Total				
TKN	100	150	-	-
pH			6 – 9	

Sumber : Peraturan Gubernur Jatim No 72 Tahun 2013

Saat ini pengolahan limbah cair PT Petrokimia Gresik dibedakan berdasarkan unit produksinya. Bagan proses pengolahan air limbah PT Petrokimia Gresik dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2. 1 Proses pengolahan air limbah PT Petrokimia Gresik
Sumber : Ayu dan Suci, 2017

Berdasarkan Ayu dan Suci (2017), Unit Pabrik I dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah amonium dan Unit Pabrik II dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah fosfat dan fluor, memiliki unit pengolahan *Collecting Pit* sebagai unit pengumpul limbah cair yang selanjutnya dipompakan menuju unit pabrik untuk digunakan kembali dan Unit *Equalizer* untuk

pengolahan lebih lanjut. Unit Pabrik III dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah fosfat dan fluor, memiliki unit pengolahan *Effluent Treatment* yang memiliki pengolahan lebih kompleks. Unit *Effluent Treatment* memiliki 3 tahap pengolahan yaitu *pre treatment* (penampungan), *primary treatment* dan *secondary treatment* (fisik-kimawi), setelah itu, seluruh limbah akan dikumpulkan pada Unit *Equalizer*. Unit *Equalizer* merupakan unit pengolahan lanjut yang terdiri dari *open ditch*, injeksi kapur, dan bak pengendap (Pratama, 2015).



Gambar 2. 2 Lokasi poin L
Sumber : Ayu dan Suci, 2017

Pengolahan Unit *Equalizer* memiliki titik inlet bernama poin L. Poin L menerima limbah dari Unit Produksi I, II, dan III. Lokasi poin L dapat dilihat pada Gambar 2.2. Karakteristik air limbah pada poin L tercantum pada Tabel 2.3.

Tabel 2. 3 Karakteristik Air Limbah *Poin L* PT Petrokimia Gresik

Parameter	Satuan	Nilai
COD	mg/L	670,00
Amonium	mg/L	12282,60
Fosfat	mg/L	4180,33
Fluorida	mg/L	941,97
Kalsium	mg/L	0,068
Magnesium	mg/L	0,12
Silika	mg/L	0,83
Aluminium	mg/L	1,15

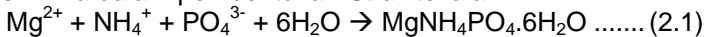
Parameter	Satuan	Nilai
Sulfat	mg/L	8858,05
Alkalinitas (HCO ₃ ⁻ CaCO ₃)	mg/L	5280,00
DO	mg/L	0,00
pH	-	8,60

Sumber : Iswarani, 2018

2.2 Potensi Recovery Fosfat PT Petrokimia Gresik

Recovery fosfat dari air limbah dapat dikatakan menjadi sebuah solusi yang ekonomis dan berjangka panjang terhadap masalah ketersediaan fosfat yang akan habis dalam jangka waktu 60-70 tahun. Oleh karena itu, penelitian yang akan dilakukan 10-25 tahun mendatang, seharusnya berpusat pada *recovery* daripada penyisihan (Senante *et al.*, 2010; Tarrago, 2016).

Banyak penelitian yang telah dilakukan untuk *me-recovery* fosfat, salah satunya ialah dengan menggunakan presipitasi *Struvite*. Berdasarkan Rahaman (2008), *Struvite* atau *Magnesium Amonium Fosfate Hexahydrate* (MgNH₄PO₄·6H₂O) adalah zat berbentuk kristal putih yang terdiri dari kandungan molar yang sama dari unsur magnesium, amonium dan fosfat, reaksi kimia dalam pembentukan *Struvite* ialah



Air limbah yang mengandung kadar N dan P tinggi, merupakan sumber yang efektif dalam membentuk kristal *Struvite*. *Struvite* menjadi suatu cara yang menarik dalam memulihkan kandungan fosfat karena air limbah dapat menjadi sumber nutrisi N dan P yang murah bagi bahan baku industri pupuk (Rahman, 2014). Berdasarkan Bhuiyan *et al.* (2008), *Struvite* dapat juga digunakan sebagai pupuk tanaman yang direkomendasikan dengan beberapa alasan, yaitu: kemampuan melepaskan nutrisi pada kecepatan yang lebih lambat dibanding pupuk lainnya, sehingga tanaman dapat menyerap nutrisi sebelum nutrisi tersebut hanyut dan juga dapat menghemat pemakaian pupuk; kandungan zat pengotor atau logam berat pada *Struvite* 2-3 kali lebih rendah dibandingkan pupuk komersial; dan nutrisi penting fosfat (P), nitrogen (N) dan magnesium (Mg) dapat terserap secara bersamaan, tanpa

menggunakan komponen artifisial lainnya dalam pupuk (Bhuiyan *et al.*, 2008).

2.3 Kristalisasi *Struvite*

Menurut Shimamura (2003), hal yang penting dalam proses *recovery* fosfat ialah kemudahan dalam aplikasinya, meskipun berasal dari air limbah. Penelitian menunjukkan, cara paling mudah ialah dengan menggunakan metoda kristalisasi. Berdasarkan Adnan (2004), keunggulan utama dari *recovery* fosfat melalui pembentukan kristal *Struvite* dengan menggunakan proses kristalisasi ialah kristal *Struvite* yang dihasilkan dapat digunakan langsung sebagai pupuk.

Presipitasi dan kristalisasi umumnya digunakan pada unit operasi yang ingin menghasilkan padatan dari larutan yang *supersaturated* (lewat jenuh). Kondisi fasa tidak seimbang larutan lewat jenuh dapat dicapai dengan berbagai cara seperti, mengurangi kandungan pelarut dengan evaporasi, penambahan zat pelarut lainnya, perubahan suhu dan tekanan, penambahan kandungan zat terlarut, reaksi oksidasi dan reduksi atau gabungan dari beberapa proses diatas. Perbedaan mendasar dari presipitasi dan kristalisasi umumnya berdasarkan kecepatan proses dan ukuran padatan yang dihasilkan. Proses presipitasi dan kristalisasi melalui tahapan yang sama yaitu supersaturasi atau fasa larutan lewat jenuh, nukleasi dan pertumbuhan kristal (Myerson, 2002). Dalam merencanakan reaksi kimia kompleks ini, perlu pengontrolan beberapa faktor fisik-kimia yang dapat mempengaruhi jalannya reaksi tersebut yaitu: pH, supersaturasi (kejenuhan), penyampuran, temperatur dan kehadiran ion pengganggu (Rahman, 2014)

Faktor pH sangat menentukan produk yang akan dihasilkan. Berdasarkan Chimenos *et al.* (2006) apabila pH lebih kecil dari 7, kristal *Struvite* tidak akan terbentuk, akan tetapi akan terbentuk kristal lain yaitu kristal *Newberyte* ($\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Selain itu, pada pH diatas 10, tidak hanya akan terbentuk *Struvite* tetapi juga akan terbentuk mineral *Brucite* ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) dan *Bobierite* ($\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$). Konstanta kelarutan dari mineral mineral tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.4

Tabel 2. 4 Konstanta Kelarutan Senyawa Potensial yang Terbentuk

Mineral	Reaksi	Ksp	pKsp
Newberyte	MgHPO ₄ ·3H ₂ O	1,58 x 10 ⁻⁶	5,8
Struvite	MgNH ₄ PO ₄ ·6H ₂ O	5,37 x 10 ⁻¹⁴	13,27
Bobierite	Mg ₃ (PO ₄) ₂ ·8H ₂ O	6,31 x 10 ⁻²⁶	25,2
Brucite	Mg(OH) ₂	6,92 x 10 ⁻¹²	11,16

Sumber : Bhuiyan (2007)

Kondisi supersaturasi sangat dipengaruhi oleh masing masing elemen pembentuk kristal *Struvite* yaitu [Mg²⁺], [NH₄⁺] dan [PO₄³⁻]. Konsentrasi juga sangat berpengaruh pada hasil kali kelarutan dari *Struvite* (Pratama, 2015). Menurut Ohlinger (2003), dalam menentukan kondisi fasa saturasi, diperlukan data mengenai fasa ekuilibrium *Struvite*, yang dapat dihitung melalui persamaan berikut

$$Q_{sp} = [Mg^{2+}] \times [NH_4^+] \times [PO_4^{3-}] \dots\dots\dots (2.2)$$

Keterangan :

- Qsp = solubilitas *Struvite*
- [Mg²⁺] = ion magnesium
- [NH₄⁺] = ion amonium
- [PO₄³⁻] = ion fosfat

Sementara kondisi saturasi *Struvite* ditentukan dengan menghitung indeks saturasi dengan menggunakan persamaan berikut

$$S = \frac{Q_{sp}}{K_{sp}} \dots\dots\dots (2.3)$$

Keterangan :

- Ksp = Solubilitas *equilibrium Struvite* = 10^{-13,27} (Ohliger *et al.*, 1998)

Nukleasi merupakan proses awal pembentukan partikel *Struvite* yang kemudian akan bertumbuh pada tahap pembentukan kristal hingga fasa ekuilibrium tercapai (Tang dan Ma, 2016). Jarak waktu antara fasa supersaturasi hingga terbentuknya *nuklei* kristal disebut waktu induksi, berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Tang dan Ma (2016), waktu induksi kristal *Struvite* pada supernatan limbah domestik yang telah diproses secara anaerobik ialah 2 menit. Proses nukleasi dapat dipercepat dengan penambahan *seed material*, karena dapat menyediakan luas permukaan yang cukup untuk

pembentukan kristal *Struvite*. Sementara proses pertumbuhan kristal dapat dikontrol dengan adanya energi pencampuran yang cukup pada reaktor (Ohlinger *et al.*, 2000). Kinetika *Struvite* menunjukkan bahwa pembentukan *Struvite* terjadi lebih baik pada tempat dengan energi penyampuran yang tinggi, yang mana *Fluidized Bed Reaktor* (FBR) memiliki keunggulan dalam energi pencampuran (Ohlinger *et al.*, 2000). Selain itu FBR dapat melakukan pengolahan dengan nilai *Hydraulic Retention Time/Waktu Retensi Hidrolik* yang rendah (Sokol, 2003). Sehingga energi pencampuran harus diperhatikan untuk menghasilkan diameter kristal optimum, dikarenakan semakin besar ukuran kristal akan memudahkan dalam pengambilan kristal. (Adnan *et al.*, 2004).

2.4 Parameter Desain *Fluidized Bed*

Menurut Sahoo (2012), reaktor *Fluidized Bed* umumnya digunakan untuk tempat reaksi kimia multifasa. Sebuah fluida, dapat berupa gas atau cairan dialirkan melalui sebuah padatan bergranula pada kecepatan yang cukup tinggi untuk membuat partikel padatan tersuspensi dan menyebabkan padatan tersebut berperilaku seperti fluida. Terdapat beberapa keunggulan dari reaktor *Fluidized Bed* yaitu: pengadukan partikel yang seragam, gradien temperatur yang seragam dan kemampuan untuk mengoperasikan reaktor dalam bentuk kontinu.

Dalam proses desain suatu reaktor *Fluidized Bed* terdapat beberapa parameter yang harus diperhatikan, yaitu:

a. Kecepatan Fluidisasi Minimum (u_{mf})

Berdasarkan Fogler dan Gurmet (2008), fluidisasi akan terjadi ketika kecepatan fluida yang melalu padatan, ialah sama dengan berat gravitasi padatan dan gaya *drag* yang dimiliki partikel. Berikut merupakan rumus untuk menghitung kecepatan fluidisasi minimum:

$$u_{mf} = \frac{(\psi dp)^2}{150\mu} \times \eta \times \frac{\epsilon m_f^3}{1 - \epsilon m_f} \dots\dots\dots (2.4)$$

Keterangan:

- u_{mf} = Kecepatan fluidisasi minimum (m/s)
- ψ = *Spheresitas*/faktor bentuk
- dp = Diameter partikel rata rata (m)
- μ = Viskositas fluida kinematik (kg.m/s)

- g = Percepatan gravitasi (m/s^2)
- p_b = Massa jenis *bed* (kg/m^3)
- p_f = Massa jenis Fluida (kg/m^3)
- ϵ_{mf} = Fraksi *void* saat fluidisasi minimum

Sebelum dapat menghitung kecepatan fluidisasi minimum, maka tahap sebelumnya ialah dengan menghitung ϵ_{mf} dengan menggunakan rumus berikut:

$$\epsilon_{mf} = 0,586 \times \psi^{-0,72} \times \left(\frac{\mu^2}{\rho_f \times \eta \times dp^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{\rho_f}{\rho_b} \right)^{0,021} \dots (2.5)$$

$$\eta = g(p_b - p_f) \dots (2.6)$$

b. Kecepatan Fluidisasi Maksimum (u_t)

Berdasarkan Fogler dan Gurmet (2008), kecepatan fluidisasi maksimum (u_t) terjadi ketika kecepatan fluida terlalu tinggi sehingga partikel akan mengikuti aliran fluida yang kemudian akan terbawa keluar dari *bed*. Titik ketika gaya keatas akan melampaui gaya gravitasi disebut kecepatan fluidisasi maksimum. Berikut merupakan rumus untuk menghitung u_t

$$\text{Ketika } Re < 0,4, \quad u_t = \eta \times dp^2 / 18\mu \dots (2.7)$$

$$\text{Ketika } 0,4 < Re < 500 \quad u_t = (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / p_f \times \mu)^{1/3} \times dp \dots (2.8)$$

c. Ekspansi *Bed*

Agar fluidisasi terjadi namun tidak mengakibatkan partikel *seed* terlempar keluar dari *bed*, maka reaktor *Fluidized Bed* harus dioperasikan dengan kecepatan aliran masuk (u) diantara u_{mf} dan u_t . Ketika tinggi reaktor telah ditentukan, maka massa *seed material* yang digunakan harus menyesuaikan, agar partikel tidak terlempar keluar dari reaktor. Berikut merupakan rumus massa *seed material* maksimum yang dapat digunakan, berdasarkan Fogler dan Gurmet (2008)

$$M = H \times A_c \times (1-\epsilon) \times p_b \dots (2.9)$$

Keterangan:

- M = Massa *Seed Material* Maksimum (kg)
- H = Tinggi reaktor (m)
- A_c = Luas penampang aliran (m^2)
- ϵ = Fraksi *void* saat kecepatan tertentu

Nilai ϵ bergantung pada Kecepatan aliran masuk, berikut merupakan rumus untuk menghitung ϵ pada nilai tertentu yang disadur dari Richardson dan Zaki (1954)

$$\epsilon^n = \frac{v}{vt} \dots\dots\dots (2.10)$$

Dengan nilai n sebagai berikut:

$$n = 4,65 \quad \text{ketika } Re_t < 0,2 \dots\dots\dots (2.11)$$

$$n = 4,4 \times Re_t^{-0.03} \quad \text{ketika } 0,2 < Re_t < 1 \dots\dots\dots (2.12)$$

$$n = 4,4 \times Re_t^{-0.03} \quad \text{ketika } 1 < Re_t < 500 \dots\dots\dots (2.13)$$

$$n = 2,4 \quad \text{ketika } 500 < Re_t \dots\dots\dots (2.14)$$

Re ialah bilangan Reynold, sementara huruf kecil t ialah saat kecepatan fluidisasi maksimum. Disadur dari Rahaman (2009), untuk menghitung Re_t dapat menggunakan rumus berikut:

$$Re_t = \frac{dp \times \rho_f \times vt}{\mu} \dots\dots\dots (2.15)$$

Keterangan

- n = Konstanta
- u = Kecepatan Aliran (m/s)
- vt = Kecepatan Aliran Maksimum(m/s)
- Re_t = Bilangan Reynold Partikel saat Kecepatan Maksimum

d. Efisiensi Reaktor

Berdasarkan Aldaco (2007), efisiensi Reaktor *Fluidized Bed* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.16 berikut:

$$Xr = \frac{Wf \text{ grains}}{Wf \text{ bottom reator}} \dots\dots\dots (2.16)$$

Keterangan

- Xr = Efisiensi Reaktor
- $Wf \text{ grains}$ = Debit molar fluoride yang menempel pada *seed material* (mol/menit)
- $Wf \text{ bottom reator}$ = Debit molar fluoride yang masuk pada reaktor (mol/menit)

Dalam penelitian Aldaco dilakukan *recovery* fluor dengan menggunakan reaktor *Fluidized Bed* dan *Seed Material*. Hal tersebut sama dengan yang dilakukan pada

penelitian ini, namun perbedaannya ialah zat yang akan *direcovery* ialah *Struvite*. Berdasarkan hal tersebut maka, konstanta fluor dapat digantikan dengan *Struvite*

2.5 Faktor yang Mempengaruhi Pembentukan *Struvite*

Dalam proses pembentukan *Struvite*, terdapat beberapa parameter yang berpengaruh. Berikut merupakan beberapa faktor yang dapat mempengaruhi pembentukan kristal *Struvite*:

a. pH

pH memainkan bagian penting selama proses presipitasi *Struvite*. *Struvite* dapat terendapkan dalam kisaran pH yang luas yaitu diantara 7,5 – 9. Kecepatan penurunan pH berbanding lurus pada kecepatan pertumbuhan kristal dan juga mempengaruhi kualitas kristal yang terendapkan. pH dapat digunakan sebagai indikator nukleasi *Struvite*. pH air limbah influen juga penting dalam proses pengubahan NH_4^+ ion menjadi gas amonium melalui amonium *stripping*. Banyak ilmuwan telah menginvestigasi efek dari pH pada efisiensi *recovery* P dan N. Hasil investigasi menunjukkan bahwa peningkatan efisiensi penyisihan N dan P berbanding lurus dengan kenaikan pH. Hal tersebut dikarenakan pH larutan mempengaruhi kecepatan pertumbuhan kristal *Struvite* (Rahman,2014). Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fitriana dan Warmadewanthi (2016), pH optimum dalam proses kristalisasi *Struvite* ialah $8,5 \pm 0,2$.

b. Rasio Molar

Pembentukan *Struvite* dapat terjadi jika adanya kehadiran ion amonium, fosfat dan magnesium. Penambahan magnesium yang berlebih, dapat meningkatkan efisiensi penyisihan proses, tetapi juga dapat menurunkan kemurnian *Struvite* yang terbentuk (Wang, 2006). Penyisihan amonium semakin menurun seiring dengan pertambahan rasio molar. Semakin besarnya penambahan Mg pada pH basa dapat menyebabkan terbentuknya *bobierrite*. *Bobierrite* menyebabkan penyisihan amonium semakin menurun karena magnesium hanya akan mengikat fosfat saja.

Semakin besar rasio molar Mg maka semakin besar penyisihan fosfat, selain itu magnesium mempengaruhi level supersaturasi dan laju proses presipitasi (Rahaman, 2008). Tingginya kadar magnesium dapat meningkatkan *recovery* fosfat. Pada pH yang diberikan, setiap penambahan rasio molar dapat meningkatkan derajat saturasi pembentukan *Struvite*, sehingga mempengaruhi *recovery* fosfat (Adnan *et al.*, 2004). Berdasarkan Ohlinger (2003), derajat saturasi akan berpengaruh pada jumlah kristal *Struvite* yang dihasilkan, agar tercapainya kondisi ekuilibrium. Jumlah kristal yang dihasilkan dapat diprediksi secara teoritis dengan menggunakan rumus berikut:

$$M = Q \times \Delta Ct \times 0,2454 \times 1000 \dots \dots \dots (2.17)$$

Keterangan:

- M = Massa *Struvite* yang dihasilkan (kg/hari)
- Q = Debit aliran air limbah (m³/hari)
- ΔCt = Perubahan konsentrasi fosfat selama proses (mol/L)
- 0,2454 = Massa molekul *Struvite* (MgNH₄PO₄·6H₂O) (kg/mol)

Pada penelitian ini rasio molar [Mg²⁺] : [PO₄³⁻] yang digunakan ialah 1,5:1, karena berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Iswarani (2017), rasio molar tersebut merupakan rasio molar optimum, yang dapat memulihkan fosfat dengan persentase tertinggi dan menghasilkan kemurnian *Struvite* yang tinggi.

c. Ion Pengotor

Berdasarkan Ikhlas (2017), kehadiran ion pengganggu seperti kalsium dan silika memiliki pengaruh negatif terhadap *recovery* amonium dan fosfat dengan menurunkan *recovery* efisiensi sebesar 50%. Kehadiran ion fluor pada air limbah juga dapat menyebabkan penurunan *recovery* amonium dan fosfat, sehingga diperlukan pengolahan pendahuluan untuk menurunkan kadar fluor pada air limbah (Fitirana, 2017).

Berdasarkan Huang *et al.* (2017), kandungan ion fluor dalam air limbah dapat berkompetisi dengan ion

amonium dan fosfat dalam berikatan dengan magnesium, untuk membentuk MgF_2 , sehingga mengurangi kadar magnesium untuk pembentukan kristal *Struvite*. Selain itu fluor dapat dengan mudah terserap dalam permukaan kristal *Struvite* yang dapat mengakibatkan penurunan kecepatan pertumbuhan kristal. Kristal *Struvite* tanpa fluorida berbentuk kolom/kubus memanjang dengan permukaan halus, sementara kristal dengan kadar fluor 600 mg/L dan 1500 mg/L secara bertahap menjadi berbentuk kubus tak beraturan dengan padatan amorf menempel pada permukaannya. Berdasarkan penelitian oleh Bagastyo *et al.* (2017), reaktor elektrodialisis dapat menurunkan kadar fluor dan kalsium pada air limbah. Kadar fluor dalam air limbah diatas 600 mg/L dapat menghambat pembentukan *Struvite* secara signifikan (Ryu *et al.*, 2008).

Kandungan ion kalsium dapat mengurangi kecepatan pertumbuhan kristal dan meningkatkan waktu induksi kristal (Koutsoukos *et al.*, 2003). Berdasarkan Le corre *et al.* (2005), dalam berberapa kasus, kandungan kalsium yang tinggi dapat berikatan dengan ion fosfat untuk membentuk kalsium fosfat, sehingga mengurangi kandungan fosfat pada air limbah. Selain itu, jika molar rasio Mg:Ca mencapai 1:1 keatas, dapat membatasi dan menghambat pembentukan *Struvite* melalui pembentukan kristal amorf kalsium fosfat.

Maka, sebelum air limbah melewati proses *Fluidized Bed*, air limbah diolah terlebih dahulu dengan menggunakan reaktor elektrodialisis.

d. Kecepatan Aliran Influen (Kecepatan *Upflow*)

Berdasarkan Tarrago (2016), kecepatan aliran influen menentukan diameter minimum *Struvite* yang akan terbentuk. Diameter minimum *Struvite* akan meningkat seiring meningkatnya debit influen. Hal tersebut terjadi karena, semakin meningkatnya kecepatan *upflow*, massa jenis cairan akan berkurang sehingga dapat menimbulkan aliran resirkulasi yang tinggi, maka dapat meningkatkan diameter minimum *Struvite* yang ter-*recovery*. Maka dari itu, hanya partikel dengan diameter minimum yang dapat

terendapkan pada kolektor, sementara partikel dengan diameter lebih rendah akan tetap mengalami resirkulasi hingga mencapai diameter minimum yang ditentukan. Hal tersebut juga dikarenakan, semakin tinggi kecepatan *upflow* maka dapat mempercepat nukleasi kristal dan kecepatan pengadukan yang baik bagi pertumbuhan kristal (Bhuiyan, 2008). Berdasarkan Tarrago (2016), diameter minimum teoritis (*Minimum Theoretical Diameter*) *Struvite* dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$MTD = \sqrt{\frac{v \times 18 \times \mu}{(\rho_b - \rho_f) \times g}} \dots \dots \dots (2.18)$$

Keterangan:

- MTD = *Minimum theoretical diameter* (m)
- *v* = Kecepatan aliran (m/s)
- μ = Viskositas fluida kinematik (kg.m/s)
- ρ_b = Densitas bed (kg/m³)
- ρ_f = Densitas fluida (kg/m³)
- *g* = Percepatan gravitasi (m/s²)

e. *Seed Material*

Efek dari *seeding* telah diteliti oleh beberapa peneliti untuk meningkatkan kristalisasi *Struvite*. *Seeding* dianggap dapat meningkatkan kristalisasi *Struvite* dengan menyediakan permukaan yang cukup untuk reaksi. Sehingga, luas permukaan *seed* dapat mempengaruhi *recovery* fosfat (Rahaman, 2008). Selain itu Tarrago *et al.* (2016) juga mengatakan, *seeding* kristal atau *seeding* material inert dapat digunakan untuk meningkatkan nukleasi sekunder. Saat menggunakan *seed*, partikel *Struvite* akan menempel pada permukaan *seed*, hal tersebut dikarenakan terdapat gaya adhesi antara partikel *Struvite* dan permukaan *seed*. Permukaan *seed* akan mempengaruhi gaya adhesi yang terjadi. Pada permukaan bergranula *Struvite* yang menempel akan terbatas dan terdapat potensi pecahnya *seed material* (Le Corre, 2006). Berdasarkan Liu (2011), *seed* kristal dapat menurunkan waktu induksi dan waktu ekuilibrium secara signifikan, dan korelasi diantara konsentrasi reaktan dan waktu kristalisasi selama proses

kristalisasi *Struvite*. *Seed material* yang digunakan harus memiliki karakteristik yaitu: inert, tahan terhadap alkalinitas tinggi dan memiliki kemampuan fluidisasi yang baik. Pada penelitian ini digunakan bahan pasir dan pasir silika dengan nomor ayakan 30/60, dikarenakan memiliki kemampuan fluidisasi yang baik dengan ciri-ciri air limbah tercampur dengan baik, sirkulasi pasir sangat baik dan beraliran turbulen (Johari dan Taib, 2007). Selain itu terdapat beberapa penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan *seed material* tersebut seperti : Ueno dan Fuji (2007) dengan menggunakan material pasir; dan Battistoni *et al.* (2002) dan Tang dan Ma (2016) yang menggunakan material pasir silika.

2.6 Penelitian Terdahulu

Terdapat beberapa penelitian terkait kristalisasi *Struvite* yang telah dilaksanakan sebelumnya, yaitu:

1. Pratama (2015) dengan judul *Recovery Amonium dan Fosfat Limbah Cair PT Petrokimia Gresik melalui Proses Presipitasi menggunakan Magnesium*. Berdasarkan penelitian ini, presipitasi *Struvite* optimum terjadi pada saat rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 2:1:1$ dan pH 8,5.
2. Fitriana dan Warmadewanthi (2016) dengan judul *Penurunan Kadar Amonium dan Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk*. Berdasarkan penelitian ini, presipitasi *Struvite* optimum terjadi pada saat, pH 8,5; rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 1:1:1$; dan kecepatan pengadukan 158 rpm.
3. Ikhlas (2017) dengan judul *Pengaruh pH, Rasio Molar, Jenis Presipitan, dan Ion Pengganggu dalam Recovery Amonium dan Fosfat Pada Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Metode Presipitasi Struvite*. Berdasarkan penelitian ini presipitasi *Struvite* optimum terjadi pada saat, pH 9; rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 3:1:1$; dan dengan menggunakan presipitan $MgCl_2$, selain itu juga terbukti bahwa kalsium dan silika memiliki pengaruh negatif terhadap presipitasi *Struvite*.
4. Bagastyo *et al.* (2017) dengan judul *Electrodialytic Recovery of Fluoride and Calcium Ions to Recover*

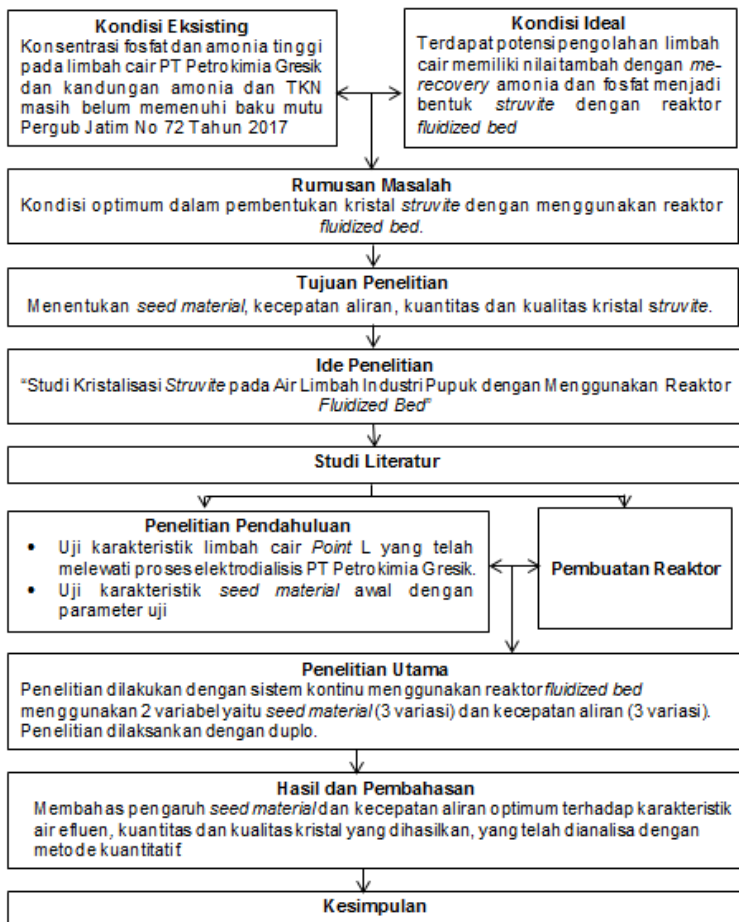
- Phosphate from Fertilizer Industry Wastewater*. Berdasarkan penelitian ini elektrodialisis dapat menurunkan kadar ion fluorida dan kalsium hingga 260 mg/L (*recovery* 97,3%), dengan kandungan ion fosfat tetap bertahan sebesar 99%
5. Iswarani (2018) dengan judul *Pengaruh Aerasi Terhadap Recovery Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik Menggunakan Teknik Presipitasi*. Berdasarkan penelitian ini debit aerasi optimum ialah 16 LPM, dengan pH sebesar $8,5 \pm 0,2$ dan rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 1,5:15:1$
 6. Tang dan Huan (2016) dengan judul *Effects of Solution pH and Seed Material on MAP Crystallization*. Berdasarkan penelitian ini pH optimum ialah 8,5 dan *seed material* terbukti dapat meningkatkan penyisihan fosfat dengan menggunakan pasir kuarsa berdiameter 70-140 mesh.
 7. Tarrago *et al.* (2016) dengan judul *Controlling Struvite Particles' Size Using The Up-Flow Velocity*. Berdasarkan penelitian ini kecepatan aliran mempengaruhi diameter minimum teroris kristal *Struvite* yang dihasilkan, dengan mengalirkan kecepatan lebih tinggi maka diameter *Struvite* dapat meningkat.
 8. Rahaman *et al.* (2008) dengan judul *Effects of Various Process Parameters on Struvite Precipitation Kinetics and Subsequent Determination of Rate Constants*. Berdasarkan penelitian ini penggunaan *seed material Struvite* dapat meningkatkan efisiensi *recovery* fosfat secara tidak signifikan.
 9. Bhuiyan *et al.* (2008) dengan judul *Phosphorus Recovery from Wastewater through Struvite Formation in Fluidized Bed Reactors: A Sustainable Approach*. Berdasarkan penelitian ini *Struvite* dapat diperoleh secara optimum pada pH 8,0-8,2; *recycle ratio* 2-6; kecepatan aliran sebesar 400-410 cm/menit dapat *merecovery* fosfat sebesar 75-85%

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Pendahuluan

Pembuatan kerangka penelitian memiliki tujuan agar penelitian berjalan sesuai dengan rencana dan dapat memenuhi tujuan yang telah ditetapkan. Kerangka penelitian tugas akhir ini dapat dilihat pada Gambar 3.1



Gambar 3. 1 Kerangka Penelitian

3.2 Ide Penelitian

Limbah PT Petrokimia Gresik yang belum diolah mengandung amonium dan fosfat yang sangat tinggi. Berdasarkan hasil uji karakteristik pada poin L, konsentrasi fosfat dan amonium ialah 4180,33 mg/L dan 12282,6 mg/L (Iswarani, 2018). PT Petrokimia Gresik telah melakukan pengolahan air limbah secara fisik dan kimiawi namun pengolahan ini belum optimum karena berdasarkan kondisi eksisting, efluen pengolahan limbah masih belum memenuhi baku mutu yang ditetapkan oleh Pergub Jatim No. 72 Tahun 2013 (Ayu dan Suci, 2017). Kandungan amonium dan fosfat yang tinggi akan sangat berbahaya jika dibuang pada air permukaan, karena dapat menyebabkan eutrofikasi (Ibad, 2013; Masduqi, 2004).

Kandungan amonium dan fosfat yang tinggi tersebut memiliki potensi untuk dimanfaatkan kembali melalui pembentukan kristal *Struvite* ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$). *Struvite* dapat digunakan sebagai pupuk tanaman yang direkomendasikan karena dapat melepaskan nutrisi dengan kecepatan yang lebih lambat dibanding pupuk lainnya, maka tanaman dapat menyerap nutrisi sebelum nutrisi tersebut hanyut dan juga dapat menghemat pemakaian pupuk (Rahaman, 2008). Penggunaan reaktor FBR terbukti lebih unggul dikarenakan dapat memulihkan fosfat hingga 80-95% (Koch *et al.*, 2009; Ueno dan Fuji, 2001). Melalui potensi yang besar tersebut, maka perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui kondisi optimum dalam pembentukan kristal *Struvite* dengan menggunakan reaktor *Fluidized Bed*.

3.3 Studi Literatur

Studi literatur bertujuan untuk menambah pemahaman terkait penelitian yang dilakukan dan menentukan variabel tetap yang akan digunakan pada penelitian ini. Studi literatur yang akan digunakan berupa jurnal penelitian, peraturan, *textbook*, disertai, *website*, laporan tugas akhir, laporan kerja praktek serta makalah dan seminar yang berkaitan dengan penelitian ini. Literatur yang diperlukan ialah karakteristik air limbah PT Petrokimia Gresik, pengolahan air limbah yang mengandung amonium dan fosfat, kristalisasi *Struvite*, proses pembentukan kristal *Struvite*, reaktor

Fluidized Bed, faktor yang mempengaruhi kristalisasi *Struvite*, karakteristik dari kristal *Struvite* dan penelitian terdahulu.

3.4 Pelaksanaan Penelitian

Pelaksanaan penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yang dijelaskan pada sub bab dibawah ini

3.4.1 Persiapan Alat dan Bahan

Persiapan alat dan bahan merupakan tahap pertama yang dilakukan. Berikut merupakan alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini.

a. Instrumen

Instrumen utama yang akan digunakan pada penelitian ini ialah sebagai berikut:

1. pH meter, alat ini digunakan untuk mengukur pH dari limbah cair yang dihasilkan oleh PT Petrokimia Gresik.
2. *Spectroquant Nova 60A*, alat ini digunakan untuk menganalisis kandungan fosfat, amonium dan fluor pada air limbah sebelum dan sesudah pengolahan dengan menggunakan *Fluidized Bed*.
3. Neraca Analitik, alat ini digunakan untuk mengukur berat zat analisis dan berat kristal *stuvite* yang dihasilkan.
4. *Furnace* dan *vacuum pump*, alat ini digunakan untuk mengukur kadar TSS pada air limbah
5. Reaktor elektrodialisis, alat ini digunakan untuk menghilangkan kandungan ion pengotor pada air limbah PT Petrokimia Gresik.
6. Reaktor *Fluidized Bed*, alat ini digunakan sebagai tempat reaksi utama kristalisasi *Struvite* dari air limbah PT Petrokimia Gresik.

b. Instrumen dari luar

Instrumen yang dibutuhkan dan berasal dari Laboratorium Departemen Material dan Metalurgi, dan Teknik Mesin ITS ialah

- *Scanning Electron Microscopy- Energy Diffraction X-Ray (SEM-EDX)(ZEISS EVO® MA 10)*. Alat ini digunakan untuk mengetahui karakteristik kritical

Struvite melalui pengukuran morfologi, struktur kristal *Struvite*.

- *X-Ray Diffraction (XRD) (Philips Xpert Powder Diffractometer)* digunakan untuk menganalisis karakteristik komposisi kristal yang terbentuk.

Instrumen yang dibutuhkan dan berasal dari Laboratorium Departemen Teknik Sipil ITS ialah

- Neraca analitik, alat ini digunakan untuk menganalisis berat *seed material* yang akan diuji karakteristiknya.
- Ayakan, alat ini digunakan untuk menganalisis ukuran partikel *seed material*.

c. Bahan

Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini ialah sebagai berikut:

1. Magnesium Klorida ($MgCl_2$)

Magnesium Klorida digunakan sebagai sumber magnesium dalam proses kristalisasi *Struvite*. Magnesium klorida berfungsi sebagai presipitan amonium dan fosfat yang terkandung pada air limbah. $MgCl_2$ dipilih berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ikhlas (2016), yang mengatakan bahwa $MgCl_2$ memiliki sifat mudah larut dalam air, harga terjangkau dan sesuai dengan karakteristik air limbah.

2. Limbah cair PT Petrokimia Gresik

Limbah cair ini digunakan sebagai sumber amonium dan fosfat dalam proses kristalisasi *Struvite*. Limbah cair yang diambil berasal dari *point* L PT Petrokimia Gresik. Limbah cair tersebut akan diambil dengan teknik *time composite sampling*, dengan menggunakan jirigen. Setelah itu limbah cair akan diproses dengan menggunakan reaktor elektrodialisis untuk menghilangkan kandungan ion pengotor.

3. *Seed Material*

Seed Material merupakan salah satu variabel yang diteliti pada penelitian ini. Bahan *seed material* yang akan digunakan ialah pasir halus dan pasir silika.

4. H_2SO_4 dan $NaOH$ 1 N, zat ini digunakan untuk mengatur pH limbah cair menjadi pH yang ditetapkan.

5. Aquades, bahan ini digunakan sebagai pelarut/blanko dalam analisis karakteristik air limbah.
6. Bahan penunjang lain berupa reagen uji karakteristik sesuai dengan metoda pengujian yang akan dilakukan.

3.4.2 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan yang dilakukan ialah sebagai berikut:

- Analisis karakteristik dari limbah cair poin L PT Petrokimia Gresik yang telah melewati reaktor elektrodialisis, parameter uji dan metoda yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 3.1

Tabel 3. 1 Parameter Uji dan Metoda Analisis Karakteristik Air Limbah

No	Parameter Uji	Metoda
1	pH	SNI 06-6989.11-2004
2	Magnesium	Titrasi EDTA
3	Fosfat	Spektrofotometri
4	Amonium	Spektrofotometri
5	Florida	Spektrofotometri
6	TSS	Gravimetri
7	COD	Titimetri Kalium Dikromat
8	Silika	AAS

- Analisis karakteristik seed material yang digunakan pada reaktor *Fluidized Bed*, parameter uji dan metoda yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 3.2

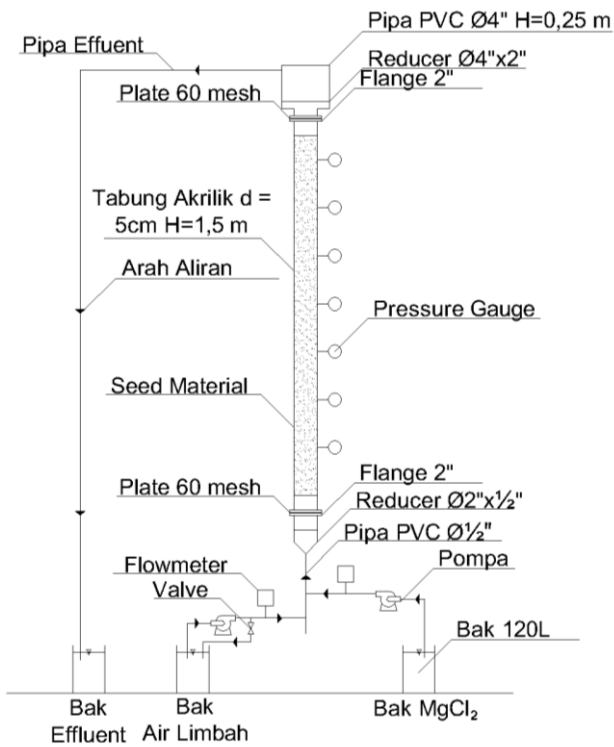
Tabel 3. 2 Parameter Uji dan Metoda Analisis Seed Material

No	Parameter Uji	Metoda
1	<i>Specific Gravity</i>	SNI 03-1964-1990
2	Diameter Rata Rata	ASTM C-130-46
3	Kecepatan Fluidisasi Minimum dan Maksimum	Rahaman, 2013

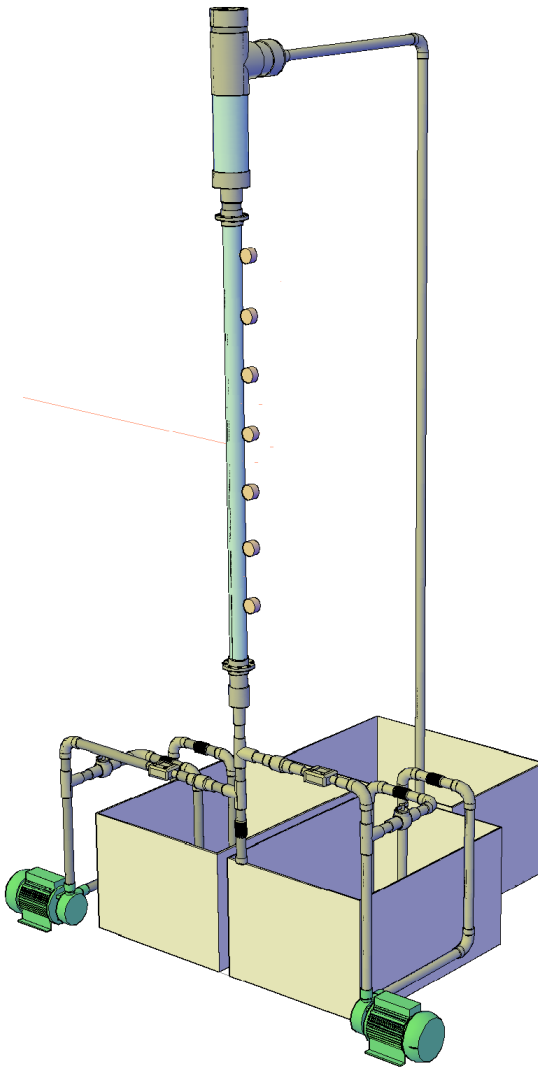
Uji kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum dilakukan dengan menggunakan air PDAM sebagai uji tahap awal.

3.4.3 Pembuatan Reaktor

Pembuatan reaktor *Fluidized Bed* ialah dengan cara menentukan bentuk reaktor yang efektif dalam proses pembentukan *Struvite*, hal ini didapat dari studi literatur yang dilakukan sebelumnya. Sistem reaktor akan berpengaruh pada jalannya reaksi kimia kristalisasi yang akan terjadi didalamnya. Pada Gambar 3.2 dan Gambar 3.3 dapat dilihat bentuk reaktor *Fluidized Bed* yang akan digunakan.



Gambar 3. 2 Reaktor *Fluidized Bed* 2D



Gambar 3. 3 Sketsa Reaktor *Fluidized Bed* 3D

Terdapat 2 inlet dari reaktor, yaitu inlet dari bak air limbah dan inlet dari bak $MgCl_2$. Bak air limbah berisikan campuran air limbah PT Petrokimia Gresik yang telah dikondisikan pH nya hingga mencapai pH reaksi optimum dengan penambahan larutan NaOH agar menjadi basa. Bak $MgCl_2$ berisi padatan $MgCl_2$ yang telah dilarutkan menggunakan air, jumlah kebutuhan padatan $MgCl_2$ yang dibutuhkan dapat dilihat pada Lampiran B. Mekanisme kerja reaktor ialah dengan memompakan air limbah dari bak menuju reaktor dengan menggunakan pompa diafragma, sementara itu, secara bersamaan larutan $MgCl_2$ dipompa dengan menggunakan pompa diafragma menuju reaktor. Pompa diafragma dilengkapi dengan pengatu debit dan *flowmeter*. Volume air yang dipompakan dari bak influen dan bak $MgCl_2$ memiliki perbandingan 1:1. Sebelum memasuki reaktor, air limbah melewati *flowmeter* atau alat pengukur debit. Air Limbah mengalir menuju reaktor dengan kecepatan *upflow* yang ditentukan. Terdapat 2 bagian reaktor, yaitu bagian bawah dengan ketinggian 1,5 m dan diameter 0,05 m, yang berfungsi sebagai tempat berjalannya reaksi kristalisasi. Sementara bagian atas berfungsi sebagai penangkap *seed material* sehingga tidak ada *seed material* yang terbawa menuju bak efluen, dan juga berfungsi sebagai *freeboard*, yang memiliki ketinggian 0,25 m dan diameter 0,1 m. Pada bagian bawah terdapat *seed material* yang telah ditentukan (berat *seed material* yang digunakan akan dihitung lebih lanjut pada Lampiran A), sepanjang chamber 1 juga terdapat *pressure gauge* sebagai alat pengukur tekanan, yang merupakan indikator telah tercapainya kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum serta *clogging* pada *seed material*. Ketika air yang telah terolah berada pada bagian atas reaktor selanjutnya ia akan mengalir menuju pipa efluen.

3.4.4 Pelaksanaan Penelitian

Pada tahap ini dilakukan uji coba pengolahan limbah cair industri pupuk dengan menghasilkan kristal *Struvite* menggunakan reaktor *Fluidized Bed* yang telah dibuat pada tahap sebelumnya. Langkah pertama ialah dengan menyesuaikan bahan baku sesuai dengan kondisi optimum yang didapat dari penelitian sebelumnya. Penyesuaian tersebut meliputi rasio molar $[Mg^{2+}] : [PO_4^{3-}]$ sama dengan 1,5:1, rasio

molar ini berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Iswarani (2018), hal ini dilakukan dengan cara penambahan $MgCl_2$, jumlah zat yang ditambahkan diperoleh dari perhitungan molaritas zat; dan penyesuaian selanjutnya ialah pH larutan yang harus berada pada kisaran $8,5 \pm 0,2$, hal ini dapat dilakukan dengan cara penambahan basa kuat NaOH, dosis penambahan NaOH didapatkan dari perhitungan netralisasi. Setelah dilakukan perhitungan, tahap selanjutnya ialah tahap uji coba *running* reaktor dengan menggunakan variabel yang telah ditentukan, yaitu *seed material* dengan variasi pasir halus, pasir silika dan dengan tidak menggunakan *seed material*; dan kecepatan aliran. Berdasarkan hasil perhitungan secara teoritis (perhitungan lebih lengkap dapat dilihat pada Lampiran A) kecepatan *upflow* yang digunakan ialah 0,014; 0,019; dan 0,024 m/s, kecepatan tersebut dapat berubah menyesuaikan hasil percobaan laboratorium yang dilaksanakan pada penelitian pendahuluan. Berdasarkan hal tersebut maka variasi yang akan diteliti dapat dilihat pada Tabel 3.3

Tabel 3. 3 Variasi Penelitian

Perlakuan	Seed Material			
	Silika	Pasir	Tanpa Seed	
Kecepatan Upflow	0,014 m/s	AI	AII	AIII
	0,019 m/s	BI	BII	BIII
	0,024 m/s	CI	CII	CIII

Berdasarkan Tabel 3.3 maka jumlah sampel yang dibutuhkan sebanyak 9 sampel. Pada penelitian ini akan dilaksanakan secara duplo perlakuan dan analisis, sehingga total perlakuan yang dibutuhkan sebanyak 18 perlakuan. Proses pengolahan air limbah dilaksanakan secara kontinu dengan waktu dari masing masing variabel ialah 70 menit, hal tersebut berdasarkan pada uji coba *running* reaktor hingga *clogging* pada menit ke-70. Selama jalannya proses pengolahan air limbah, setiap 5 menit dilakukan pengamatan air efluen (parameter pH, fosfat dan amonium) , tekanan pada *pressure gauge*, kecepatan aliran, dan tinggi ekspansi *bed*.

Setelah penelitian dilakukan dengan setiap variasi, tahap selanjutnya ialah menganalisis secara kuantitatif karakteristik air efluen dari reaktor *Fluidized Bed*, kuantitas/berat *Struvite* yang dihasilkan untuk mengetahui produktifitas reaktor *Fluidized Bed*, serta karakteristik kristal untuk mengetahui kualitas dari kristal yang dihasilkan. Parameter uji karakteristik air efluen ialah pH, TSS, fluor, amonium dan fosfat, dengan metoda yang dapat dilihat pada Tabel 3.1. Sampel air efluen dengan parameter pencemar fosfat dan amonium terendah pada tiap variabel *seed material*, akan diuji karakteristik/kualitas kristal *Struvite* yang dihasilkan melalui analisis kuantitatif. Analisis karakteristik kristal *Struvite* yang dilakukan dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3. 4 Metoda Analisis Kristal *Struvite*

No	Parameter Uji	Metoda
1	Morfologi dan Struktur	<i>Scanning Electron Microscopy- Energy Diffraction X-Ray (SEM-EDX)</i>
2	Komposisi	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>

Berdasarkan hasil laboratorium diatas, akan diketahui kemurnian dan morfologi kristal yang dihasilkan.

3.4.5 Hasil dan Pembahasan

Pada penelitian ini sub-bab yang dibahas ialah sebagai berikut:

1. Pengaruh *seed material* dan kecepatan aliran terhadap karakteristik air efluen (Fosfat, Amonium, Fluor dan TSS)
2. Analisis produktifitas reaktor *Fluidized Bed* dengan menggunakan *seed material* dan kecepatan aliran optimum dalam menghasilkan kristal *Struvite*.
3. Analisis karakteristik kristal *Struvite* yang terbentuk: morfologi , struktur, komposisi kristal, dan kemurnian

3.4.6 Kesimpulan dan Saran

Pada sub-bab kesimpulan dan saran menjawab dari tujuan penelitian yang telah ditentukan sebelumnya. Penarikan kesimpulan penelitian dapat dijadikan acuan dalam pembuatan saran bagi penelitian selanjutnya.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan dilakukan untuk mengetahui karakteristik awal dari bahan utama yang digunakan, yaitu: air limbah inlet poin L PT Petrokimia Gresik yang telah diolah dengan menggunakan reaktor elektrodialisis dan *seed material* yang akan digunakan pada *Fluidized Bed Reactor*. Hasil dari penelitian pendahuluan dapat dilihat pada sub-bab dibawah

4.1.1 Uji Karakteristik Air Limbah

Air limbah yang digunakan dalam penelitian ini ialah air limbah yang diambil dari inlet poin L PT Petrokimia Gresik yang telah diolah menggunakan proses elektrodialisis untuk menghilangkan kandungan ion pengotor. Ion pengotor yang dapat mengurangi kemurnian *Struvite* ialah fluorida dan kalsium (Fitriana, 2017). Poin L merupakan unit pengolahan tahap akhir dari pengolahan limbah cair PT Petrokimia Gresik. Inlet poin L ialah inlet dari Unit *Equalizer* yang merupakan unit pengolahan lanjut yang terdiri dari *open ditch*, injeksi kapur, dan bak pengendap (Pratama, 2015). Poin L menerima limbah dari Unit Produksi I, II, dan III. Air limbah poin L tersebut kemudian diproses dengan menggunakan reaktor elektrodialisis untuk menghilangkan ion ion pengotor yang dapat mengurangi kemurnian *Struvite*, seperti: fluorida dan kalsium (Fitriana, 2017). Karakteristik air limbah yang telah diproses secara elektrodialisis dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4. 1 Karakteristik Air Limbah Poin L PT Petrokimia Gresik yang Telah diolah dengan Elektrodialisis

No	Parameter Uji	Satuan	Nilai
1	pH	-	8
2	Magnesium	mg/L	0
3	Fosfat	mg/L	9815,04
4	Amonium	mg/L	2558,31
5	Fluorida	mg/L	220
6	Kalsium	mg/L	137,49
7	TSS	mg/L	9,66
8	COD	mg/L	100

No	Parameter Uji	Satuan	Nilai
9	Silika	mg/L	19,80

Kandungan ion pengotor fluor telah berkurang sebesar 21,5% menjadi sebesar 220 mg/L, hal tersebut telah mencapai batas kandungan fluoride maksimum yaitu 600 mg/L. Sehingga kemungkinan, akan tetap terbentuk MgF_2 dalam air limbah lebih kecil. Selain itu, molar rasio antara magnesium dan kalsium tidak mencapai 1:1, sehingga kemungkinan pembentukan kalsium fosfat dapat berkurang.

Hasil analisis menunjukkan bahwa air limbah memiliki kandungan fosfat dan amonium yang sangat tinggi. Kandungan fosfat yang tinggi berasal dari Unit Produksi III, sementara kandungan amonium yang tinggi berasal dari Unit Produksi I. Kandungan amonium dan fosfat tersebut fluktuatif bergantung pada unit produksi yang bekerja dan bahan baku yang tersedia. Berdasarkan hasil analisis tersebut maka dapat diperhitungkan bahwa rasio molar $[PO_4^{3-}] : [NH_4^+]$ ialah 1:1,4. Berdasarkan Rahaman (2008), rasio molar $[PO_4^{3-}] : [NH_4^+]$ dalam pembentukan *Struvite* ialah 1:1. Kandungan amonium berlebih akan meningkatkan kemurnian *Struvite*, sehingga dengan menggunakan air limbah dengan rasio molar amonium berlebih, dapat meningkatkan kemurnian *Struvite* yang dihasilkan (Wang, 2006). Air limbah juga akan ditambahkan $MgCl_2$, dengan rasio molar $[PO_4^{3-}]:[Mg^{2+}]$ ialah 1:1,5 yang merupakan rasio molar terbaik berdasarkan penelitian oleh Iswarani (2018).

4.1.2 Uji karakteristik *Seed Material*

Penelitian ini menggunakan 2 macam *seed material* yaitu pasir silika dan pasir lumajang. Hasil dari uji karakteristik *seed material* dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4. 2 Hasil Uji Karakteristik Seed Material

No	Parameter Uji	Satuan	Pasir	Silika
1	<i>Specific Gravity</i>	-	2,81	2,62
2	Diameter Rata Rata	mm	0,40	0,33
3	Kecepatan Fluidisasi	m/s	0,0021-	0,0021-
	Minimum dan Maksimum		0,0243	0,0243

Berdasarkan hasil karakterisasi *seed material* tersebut maka dapat dilihat bahwa *range* kecepatan aliran yang boleh digunakan ialah 0,0021-0,0243 m/s, jika kecepatan yang dipilih dibawah 0,0021 m/s maka *seed material* tidak terfluidisasi, sementara jika diatas nilai 0,0243 m/s maka *seed material* akan keluar dari reaktor. Variabel kecepatan aliran yang digunakan ialah 0,014; 0,019; 0,024 m/s. Pemilihan tersebut diharapkan dapat mewakili kecepatan *seed material* yang rendah, sedang dan tinggi.

4.2 Penelitian Utama

Terdapat 2 variabel dalam penelitian utama, yaitu variabel kecepatan aliran dan variabel *seed material*. Kecepatan aliran yang digunakan ialah 0,014; 0,019 dan 0,024 m/s sementara *seed material* yang digunakan ialah pasir, silika dan tanpa *seed material*, sehingga terdapat 9 macam perlakuan yang akan dilakukan.

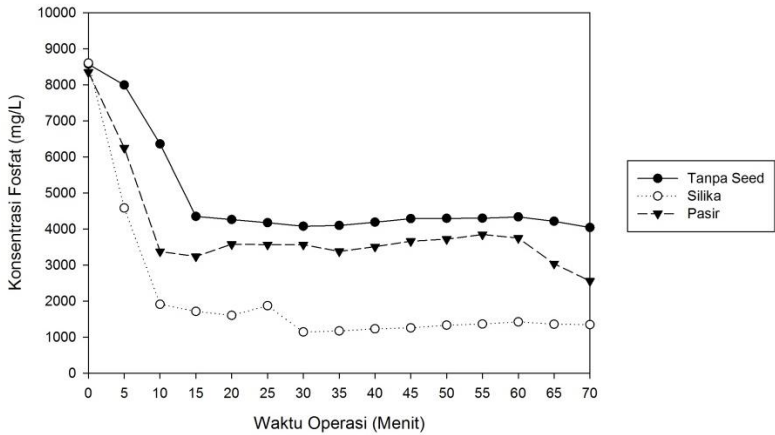
4.2.1 Pengaruh Seed Material

Berdasarkan Tang dan Ma (2016), penggunaan *seed material* dapat meningkatkan efisiensi *recovery* fosfat. Teknik *seeding* yang efektif digunakan ialah *one stage seeding*. *One stage seeding* ialah teknik *seeding* dengan 1x pemberian *seed*, langsung dan tidak bertahap.

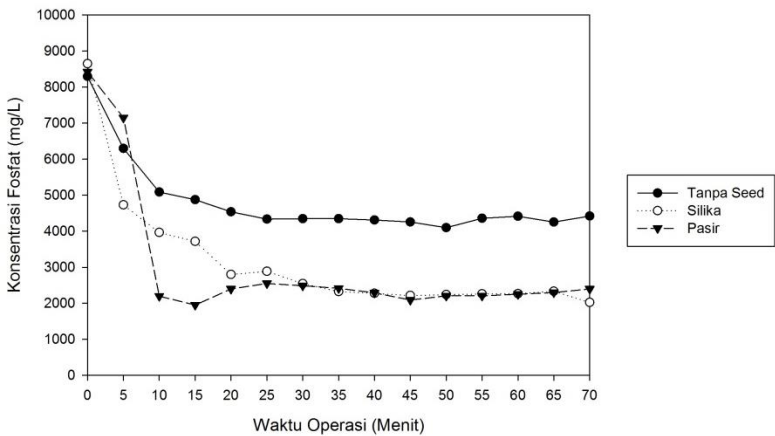
Pasir yang digunakan didalam penelitian ini mempunyai ukuran mesh 30-60, yang mana berdasarkan hasil penelitian oleh Johari dan Taib (2007), pasir tersebut memiliki kemampuan fluidisasi yang baik dengan ciri-ciri air limbah tercampur dengan baik, sirkulasi pasir sangat baik dan beraliran turbulen. Dalam sub bab berikut akan dijabarkan pengaruh berbagai macam *seed material* dengan kecepatan aliran yang berbeda.

4.2.1.1 Pengaruh Seed Material terhadap Recovery Fosfat

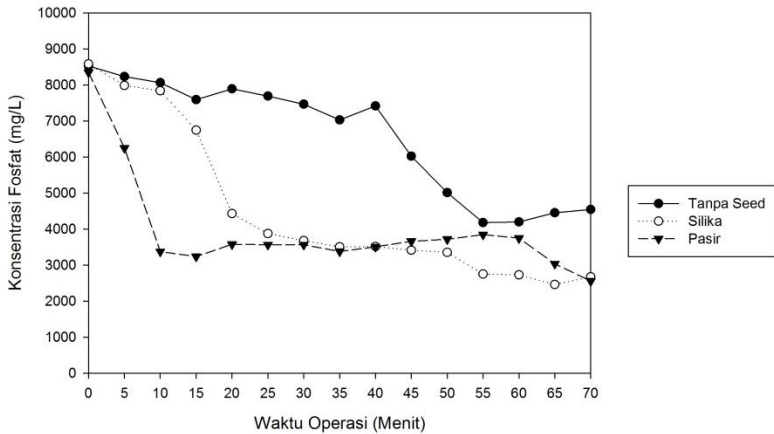
Hasil analisis kadar fosfat pada air limbah dengan kecepatan yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.1-4.3



Gambar 4. 1 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Fosfat pada Kecepatan Aliran 0,014 m/s



Gambar 4. 2 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Fosfat pada Kecepatan Aliran 0,019 m/s



Gambar 4. 3 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Fosfat pada Kecepatan Aliran 0,024 m/s

Hasil analisis konsentrasi fosfat diatas menunjukkan bahwa, konsentrasi fosfat akan menurun drastis kemudian relatif konstan untuk waktu operasi selanjutnya. Fenomena penurunan konsentrasi fosfat pada awal proses terjadi secara signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa telah terbentuknya kristal *Struvite* pada air limbah. Waktu yang dibutuhkan untuk membentuk kristal *Struvite* untuk pertama kali disebut dengan waktu induksi (Tang dan Ma, 2016). Berdasarkan grafik diatas maka dapat dilihat bahwa penggunaan *seed material* pada reaktor *Fluidized Bed* dapat menurunkan waktu induksi secara signifikan. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ohlinger et al. (2000) dan Liu (2011).

Pada percobaan tanpa *seed material* dapat dilihat bahwa penurunan kadar fosfat terjadi secara berkala, dengan waktu induksi yang relatif lebih lama, hal tersebut dikarenakan kristal *Struvite* akan terbentuk secara perlahan pada awalnya, untuk membentuk nuklei kristal, selanjutnya nuklei tersebut akan berkembang hingga menjadi kristal berukuran lebih besar., Pembentukan kristal *Struvite* diawal memberikan luas permukaan reaksi bagi kristal *Struvite* selanjutnya, sehingga *recovery* fosfat secara perlahan akan meningkat, hal ini disebut dengan metode *self seeding* (Zhi et al., 2018). Perbandingan persentase *recovery*

kandungan fosfat pada berbagai macam kecepatan dengan variasi *seed material* dapat dilihat pada Tabel 4.3:

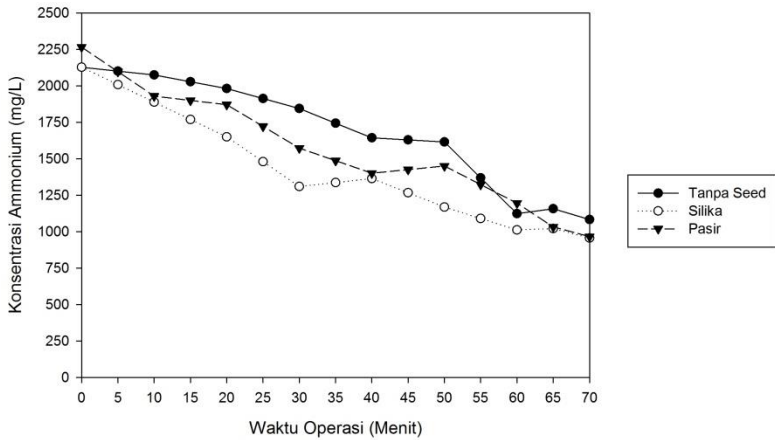
Tabel 4. 3 Pengaruh Seed Material Perentase *Recovery* Fosfat

Kecepatan Aliran	Jenis Seed Material		
	Tanpa Seed	Silika	Pasir
0,014	55%	85%	73%
0,019	51%	76%	72%
0,024	50%	69%	70%

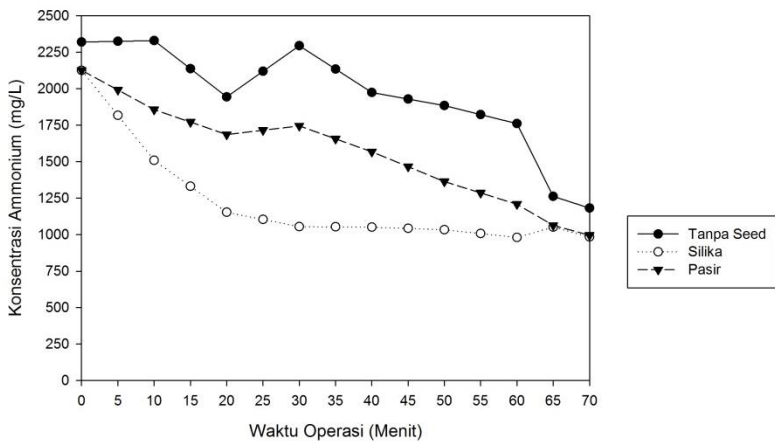
Dapat dilihat pada Tabel 4.3, bahwa penggunaan *seed material* dapat meningkatkan efisiensi *recovery* fosfat, yang mana sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Liu (2011). Peningkatan efisiensi *recovery* disebabkan karena tersedianya *seed material* yang berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang cukup untuk reaksi dan meningkatkan nukleasi sekunder pada pembentukan kristal *Struvite*. Penggunaan silika sebagai *seed* dapat meningkatkan efisiensi sebesar 30% pada kecepatan 0,014 m/s; 25% pada kecepatan 0,019 m/s dan 14% pada kecepatan 0,024 m/s. Pasir dapat meningkatkan efisiensi *recovery* sebesar 18% pada kecepatan 0,014 m/s; 21% pada kecepatan 0,019 m/s dan 20% pada kecepatan 0,024 m/s. Berdasarkan data tersebut maka *seed material* terbaik yang dapat digunakan ialah silika karena mampu meningkatkan *recovery* fosfat lebih besar.

4.2.1.2 Pengaruh *Seed Material* terhadap *Recovery* Amonium

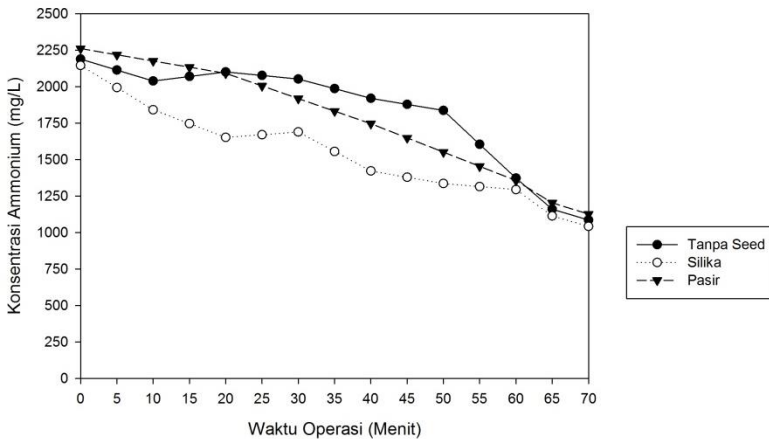
Hasil analisis kadar amonium pada air limbah dengan kecepatan yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.4-4.6 . Berdasarkan hasil analisis tersebut maka dapat dilihat bahwa, pengurangan kadar amonium terjadi secara bertahap. Penggunaan *seed material* membuat persentase removal amonium lebih tinggi. Hal ini sejalan dengan kandungan fosfat yang meningkat dengan adanya *seed material*, karena ion ion ini akan bergabung dengan magnesium untuk membentuk *Struvite*.



Gambar 4. 4 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Amonium pada Kecepatan Aliran 0,014 m/s



Gambar 4. 5 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Amonium pada Kecepatan Aliran 0,019 m/s



Gambar 4. 6 Pengaruh Seed Material pada Konsentrasi Amonium pada Kecepatan Aliran 0,024 m/s

Perbandingan persentase *recovery* kandungan amonium pada berbagai macam kecepatan dengan variasi seed material dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4. 4 Pengaruh Seed Material Perentase Recovery Amonium

Kecepatan Aliran	Jenis Seed Material		
	Tanpa Seed	Silika	Pasir
0,014	49%	55%	57%
0,019	49%	54%	53%
0,024	50%	51%	50%

Dapat dilihat pada Tabel 4.4, bahwa penggunaan *seed material* jenis silika dapat meningkatkan efisiensi *recovery* amonium. Penggunaan silika sebagai *seed material* dapat meningkatkan efisiensi sebesar 6% pada kecepatan 0,014 m/s; 5% pada kecepatan 0,019 m/s dan 1% pada kecepatan 0,024 m/s. Sementara, pasir dapat meningkatkan efisiensi *recovery* sebesar 8% pada kecepatan 0,014 m/s dan 4% pada kecepatan 0,019 m/s. Persentase *recovery* amonium lebih rendah dikarenakan berat atom amonium lebih rendah dibanding dengan

fosfat, sehingga massa amonium pembentuk *Struvite* lebih sedikit dibanding dengan fosfat.

Perbedaan persentase *recovery* pada silika dan pasir dapat diakibatkan oleh perbedaan massa jenis dari keduanya. Berdasarkan penelitian pendahuluan, silika memiliki massa jenis yang lebih rendah, daripada pasir. Material dengan massa jenis lebih rendah akan lebih ringan sehingga memiliki turbulensi yang lebih baik (Richardson, 1994). Hal tersebut dibuktikan dengan tinggi ekspansi *bed* silika lebih besar daripada pasir. Sehingga berdasarkan hal tersebut *seed material* terbaik yang dapat digunakan ialah Silika. Data tinggi ekspansi *bed* dapat dilihat pada sub-bab 4.2.2.

4.2.1.3 Pengaruh *Seed Material* terhadap Konsentrasi Ion Fluorida

Ion fluorida merupakan salah satu ion pengganggu dalam proses pembentukan *Struvite* (Fitriana, 2016). Berdasarkan Huang et al. (2017), kandungan ion fluor dalam air limbah dapat berkompetisi dengan ion amonium dan fosfat dalam berikatan dengan magnesium, untuk membentuk MgF_2 , sehingga mengurangi kadar magnesium untuk pembentukan kristal *Struvite*. Fluor dapat dengan mudah terserap dalam permukaan kristal *Struvite* yang dapat mengakibatkan penurunan kecepatan pertumbuhan kristal. Data penurunan kandungan ion fluorida pada percobaan pertama dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4. 5 Pengaruh Seed Material terhadap Recovery Fluorida

No	Kecepatan Aliran (m/s)	Seed Material	Konsentrasi F (mg/L)		Selisih (mg/L)
			Awal	Akhir	
1		Tanpa Seed	220	140	80
2	0,014	Silika	220	160	60
3		Pasir	80	50	30
4		Tanpa Seed	220	160	60
5	0,019	Silika	60	20	40
6		Pasir	80	60	20

No	Kecepatan Aliran (m/s)	Seed Material	Konsentrasi F (mg/L)		Selisih (mg/L)
			Awal	Akhir	
7		Tanpa Seed	60	25	35
8	0,024	Silika	160	140	20
9		Pasir	80	75	5

Sementara, kandungan fluorida pada percobaan ke dua atau replikasi pada awal proses ialah 34 mg/L. Setelah proses *Fluidized Bed* air efluen mengandung 0 mg/L fluorida.

Perbedaan konsentrasi awal fluorida disebabkan perbedaan waktu elektrodialisis. Seiring bertambahnya durasi penyimpanan air limbah, kadar fluorida semakin turun. Berdasarkan tabel diatas dapat dilihat bahwa penggunaan tanpa *seed material* mengakibatkan kadar F yang terserap/bereaksi semakin besar. Sementara penggunaan pasir mengakibatkan kadar F yang terserap/bereaksi paling kecil.

4.2.1.4 Pengaruh *Seed Material* terhadap TSS (*Total Suspended Solid*)

TSS adalah residu dari padatan total yang tertahan oleh saringan dengan ukuran partikel maksimal 2 μm atau lebih besar dari ukuran partikel koloid (SNI 06-6989.3-2004). Kandungan TSS pada air limbah dapat mengurangi kemurnian *Struvite* yang dihasilkan, karena padatan tersebut akan ikut menempel pada kristal. Data kandungan TSS pada air limbah sebelum dan sesudah reaktor *Fluidized Bed* dapat dilihat pada Tabel 4.6

Tabel 4. 6 Kandungan TSS pada Air Limbah Sebelum dan Sesudah Reaktor *Fluidized Bed*

No	Kecepatan Aliran	Seed Material	TSS (mg/L)		
			Awal	Akhir	Selisih
1		Tanpa Seed	1490	1330	160
2	0,014	Silika	2050	1725	325
3		Pasir	5600	3450	2150

No	Kecepatan Aliran	Seed Material	TSS (mg/L)		
			Awal	Akhir	Selisih
4	0,019	Tanpa Seed	1960	1225	735
5		Silika	3515	2850	665
6		Pasir	7450	6200	1250
7	0,024	Tanpa Seed	1712,5	1487,5	225
8		Silika	3225	2825	400
9		Pasir	9000	3050	5950

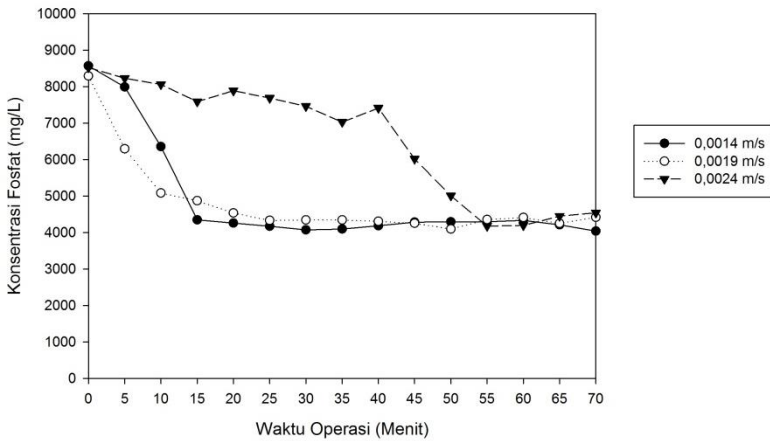
Berdasarkan data diatas penggunaan *seed material* pasir memiliki potensi untuk mengikat TSS lebih banyak dan mengandung TSS awal lebih besar daripada lainnya. Hal tersebut dikarenakan umumnya pasir berasal dari pasir sungai, sehingga memiliki kadar lumpur lebih tinggi dari pada pasir silika. Maka, sebelum penggunaan pasir diharuskan untuk mencuci hingga benar benar bersih.

4.2.2 Pengaruh Kecepatan Aliran

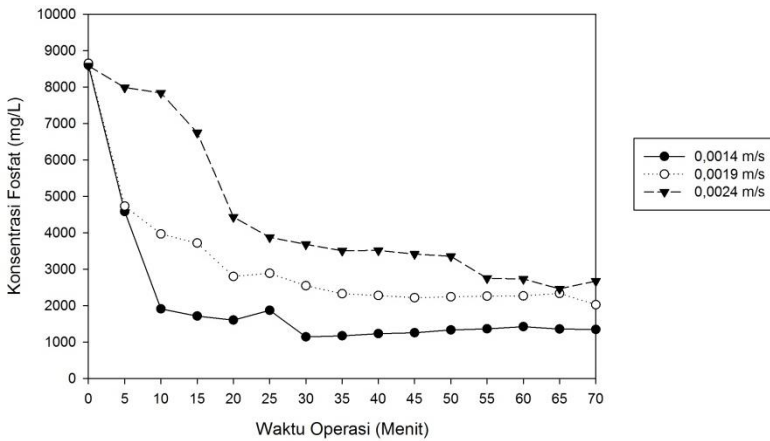
Berdasarkan Tarrago (2016), kecepatan aliran influen menentukan diameter minimum *Struvite* yang akan terbentuk. Diameter minimum *Struvite* akan meningkat seiring meningkatnya debit influen. Dalam sub bab berikut akan dijabarkan pengaruh kecepatan aliran dengan macam *seed material* yang berbeda.

4.2.2.1 Pengaruh Kecepatan Aliran terhadap *Recovery Fosfat*

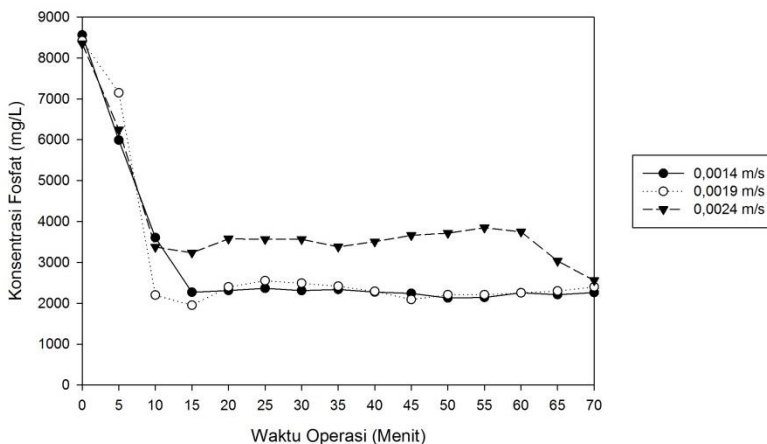
Hasil analisis kadar fosfat pada air limbah dengan kecepatan aliran yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.7-4.9. Berdasarkan Gambar 4.7-4.9 maka dapat dilihat bahwa, waktu induksi kristal *Struvite* berbeda pada setiap kecepatan aliran. Waktu induksi kristal *Struvite* pada masing masing perlakuan dapat dilihat pada Tabel 4.7



Gambar 4. 7 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Fosfat dengan Tanpa Menggunakan Seed Material



Gambar 4. 8 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Fosfat dengan Menggunakan Seed Material Silika



Gambar 4. 9 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Fosfat dengan Menggunakan Seed Material Pasir

Tabel 4. 7 Waktu Induksi Kristal *Struvite*

Kecepatan Aliran	Waktu Induksi Kristal (Menit)		
	Tanpa Seed	Silika	Pasir
0,014	15	10	15
0,019	25	20	15
0,024	40	25	10

Pada perlakuan dengan tanpa *seed material* dan *seed material* silika, waktu induksi kristal meningkat seiring bertambahnya kecepatan. Pada perlakuan dengan *seed material* pasir, waktu induksi kristal menurun sering bertambahnya kecepatan aliran. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Tarrago (2016). Menurut Tarrago (2006), waktu induksi akan menurun seiring pertambahan kecepatan aliran hingga kecepatan aliran optimum kemudian akan bertambah setelah melampaui kecepatan tersebut. Menurut Bhuiyan (2007), penurunan waktu induksi dapat disebabkan oleh peningkatan energi pengadukan dan turbulensi pada reaktor. Namun jika kecepatan aliran terlalu cepat, maka waktu detensi reaksi pada reaktor terlalu singkat,

sehingga waktu induksi akan bertambah. Pada perlakuan dengan tanpa *seed* material dan *seed material* silika kecepatan aliran optimum waktu induksi ialah pada 0,014 m/s, sementara pada penggunaan pasir ialah 0,024 m/s.

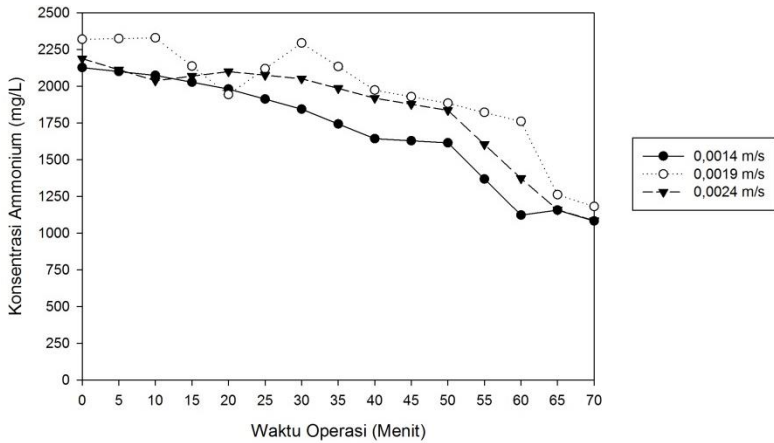
Selain itu, semakin kecil kecepatan aliran maka konsentrasi fosfat yang tersisa akan semakin kecil. Hal tersebut disebabkan karena waktu detensi air limbah didalam reaktor terlalu singkat, sehingga penyerapan kandungan fosfat untuk pembentukan *Struvite* belum secara sempurna terjadi, sebelum air limbah mencapai effluen. Data tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Guadi dan Xia (2012), yang menyatakan bahwa semakin tinggi waktu detensi air limbah dalam reaktor maka efisiensi *recovery* fosfat semakin besar.

Perbandingan persentase *recovery* kandungan fosfat pada berbagai macam *seed* dengan variasi kecepatan aliran dapat dilihat pada Tabel 4.3 pada sub bab 4.2.1.1.

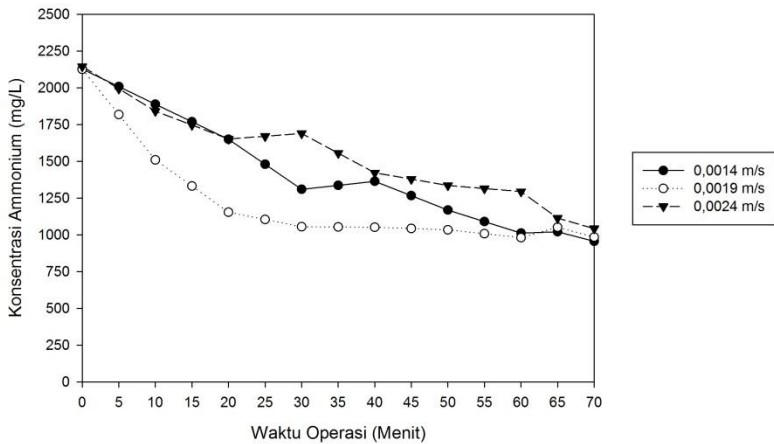
Dapat dilihat pada Tabel 4.3 bahwa semakin meningkatnya kecepatan aliran, maka persen *recovery* fosfat juga semakin turun. Pada kondisi tanpa *seed* efisiensi *recovery* fosfat berkurang sebanyak 1-4% setiap peningkatan kecepatan aliran sebesar 0,005 m/s. Sementara pada penggunaan silika efisiensi *recovery* fosfat berkurang sebanyak 7-9% setiap peningkatan kecepatan aliran sebesar 0,005 m/s. Pada pasir efisiensi *recovery* fosfat berkurang sebanyak 1-2% setiap peningkatan kecepatan aliran sebesar 0,005 m/s. Berdasarkan Tabel 4.3, penggunaan kecepatan aliran 0,014 m/s merupakan kecepatan aliran terbaik.

4.2.2.2 Pengaruh Kecepatan Aliran terhadap Recovery Amonium

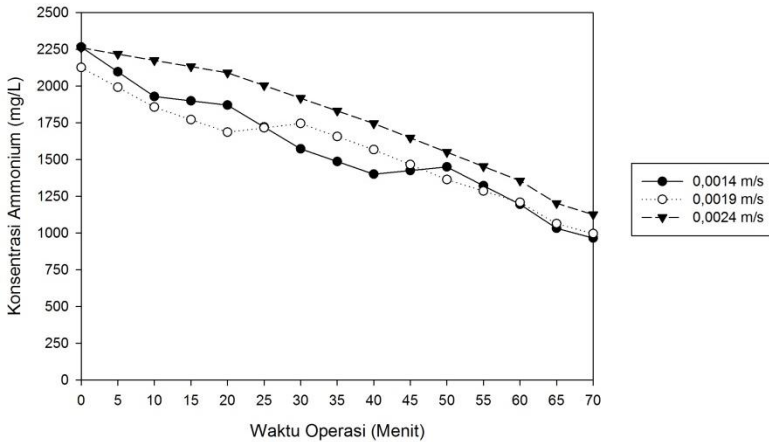
Hasil analisis kadar amonium pada air limbah dengan kecepatan aliran yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.10-4.12. Berdasarkan Gambar 4.10-4.12 dapat dilihat bahwa semakin meningkatnya kecepatan aliran dapat mengakibatkan semakin tingginya kadar amonium yang tersisa pada air limbah. Hal tersebut sejalan dengan parameter fosfat, karena amonium fosfat dan magnesium akan berikatan membentuk kristal *Struvite*.



Gambar 4. 10 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Amonium dengan Tanpa Menggunakan Seed Material



Gambar 4. 11 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Amonium dengan Menggunakan Seed Material Silika



Gambar 4. 12 Pengaruh Kecepatan Aliran pada Konsentrasi Amonium dengan Menggunakan Seed Material Pasir

Perbandingan persentase *recovery* kandungan amonium pada berbagai macam seed dengan variasi kecepatan aliran dapat dilihat pada Tabel 4.4 pada sub bab 4.2.1.2. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa dengan naiknya kecepatan aliran diikuti dengan turunnya persentase *recovery* amonium. Meskipun tidak semuanya mengalami penurunan, tetapi mayoritas atau *trend* data menunjukkan bahwa semakin besarnya kecepatan aliran maka persentase *recovery* amonium semakin kecil.

Dapat dilihat pada Grafik 4.10-4.12 kadar amonium pada effluen air limbah masih melampau baku mutu oleh Peraturan Gubernur Jawa Timur No.72 Tahun 2013, sehingga diperlukan pengolahan tambahan untuk mengurangi kadar amonium pada air limbah. Pengolahan tambahan yang dapat dilakukan ialah dengan cara *merecovery* kandungan amonium dengan menggunakan adsorben ZSM-5. Pengolahan tersebut memiliki efisiensi *recovery* hingga >90%, dan adsorben ZSM-5 dapat digunakan secara berulang ulang (Manto, 2018). Teknik pengolahan ialah dengan cara memasukkan adsorban kedalam air limbah, mengaduknya dengan kecepatan 700 rpm selama 3 jam. Proses pemisahan adsorban dan amonium ialah dengan cara sentrifugasi dan penambahan NaCl. Setelah melalui proses ini air limbah masih mengandung amonium diatas baku mutu.

Pengolahan selanjutnya ialah menggunakan unit *Annamox* (*Anaerobic Ammonium Oxidation*). Berdasarkan Zhang *et al.* (2008), pengolahan *Annamox* ialah proses pengolahan anaerobik yang mengubah kandungan amonium menjadi nitrat (NO_3^-) dan gas nitrogen (N_2).

4.2.2.3 Pengaruh Kecepatan Aliran terhadap Recovery Fluorida

Data penurunan kandungan ion fluorida dapat dilihat pada Tabel 4.8

Tabel 4. 8 Pengaruh Kecepatan Aliran terhadap Recovery Fluor

No	Seed Material	Kecepatan Aliran (m/s)	Konsentrasi F (mg/L)		Selisih (mg/L)
			Awal	Akhir	
1	Tanpa Seed	0,014	220,00	140	80,00
2		0,019	220,00	160	60,00
3		0,024	60,00	25	35,00
4	Silika	0,014	200,00	160	40,00
5		0,019	60,00	20	40,00
6		0,024	160,00	140	20,00
7	Pasir	0,014	80,00	50	30,00
8		0,019	80,00	60	20,00
9		0,024	80,00	75	5,00

Kandungan ion fluorida pada percobaan ke dua atau replikasi pada awal proses ialah 34 mg/L. Setelah proses *Fluidized Bed* air efluen mengandung 0 mg/L fluor.

Dapat dilihat pada tabel diatas bahwa, semakin rendah kecepatan aliran maka semakin tinggi kadar fluorida yang bereaksi, hal tersebut dikarenakan semakin rendah kecepatan aliran maka semakin tinggi waktu reaksi maka semakin banyak produk yang dihasilkan. Produk yang dihasilkan masih mengandung fluorida.

4.2.1.4 Pengaruh *Seed Material* terhadap TSS (*Total Suspended Solid*)

Data kandungan TSS pada air limbah sebelum dan sesudah reaktor *Fluidized Bed* dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4. 9 Kandungan TSS pada Air Limbah Sebelum dan Sesudah Reaktor *Fluidized Bed*

No	Seed Material	Kecepatan Aliran	TSS (mg/L)		
			Awal	Akhir	Selisih
1	Tanpa Seed	0,014	1490	1330	160
2		0,019	1960	1225	735
3		0,024	1712,5	1487,5	225
4	Silika	0,014	2050	1725	325
5		0,019	3515	2850	665
6		0,024	3225	2825	400
7	Pasir	0,014	5600	3450	2150
8		0,019	7450	6200	1250
9		0,024	9000	3050	5950

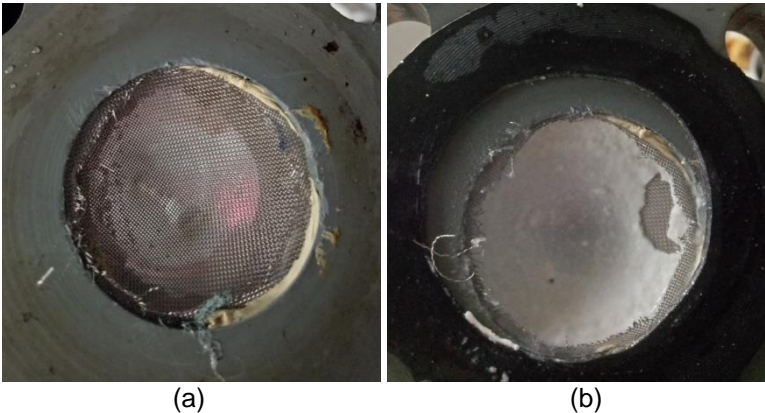
Berdasarkan data Tabel 4.9, kecepatan aliran tidak mempengaruhi kadar TSS yang pada air limbah sebelum dan sesudah melalui reaktor *Fluidized Bed*.

4.2.3 Operasional *Fluidized Bed*

Pada percobaan ini terdapat beberapa parameter operasional yang juga diamati, yaitu: Debit Aliran, Tekanan pada reaktor *Fluidized Bed*, tinggi ekspansi bed dan pH. Pengamatan terhadap kecepatan aliran bertujuan untuk mengetahui fluktuasi kecepatan aliran air limbah dan larutan $MgCl_2$, dikarenakan fluktuasi kecepatan aliran yang signifikan akan mengganggu proses pembentukan *Struvite*. Pengamatan terhadap ekspansi bed dan tekanan dalam reaktor bertujuan untuk mengetahui titik jenuh *seed material*. Pengamatan terhadap pH bertujuan untuk menjaga agar pH berada pada kisaran $8,5 \pm 0,2$.

Sebelum melakukan percobaan dilakukan uji untuk mengetahui waktu maksimum operasional reaktor. Pengujian dilakukan dengan mengalirkan air limbah dan larutan $MgCl_2$

kedalam reaktor hingga terjadi penurunan debit aliran. Penurunan debit aliran disebabkan terjadinya *clogging* pada saringan reaktor akibat penumpukan kristal *Struvite*. Hasil percobaan menunjukkan waktu operasional reaktor maksimum ialah 70 menit. Kondisi saringan reaktor sebelum dan sesudah dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4. 13 Penampakan Saringan Reaktor : (a) Sebelum Clogging (b) Setelah Clogging

Hasil pengamatan terhadap debit inlet, tekanan dalam reaktor, tinggi ekspansi *bed* dan pH dapat dilihat pada Tabel 4.10 hingga 4.18. Dapat dilihat pada Tabel 4.10 hingga 4.18, debit aliran masuk berfluktuasi sebesar $\pm 0,02$ LPM atau $\pm 0,001$ m/s , yang mana tidak memberikan perbedaan signifikan yang terjadi pada *Fluidized Bed*. Hal tersebut ditunjukkan dengan masih relatif konstannya tekanan dalam reaktor dan tinggi ekspansi *bed*. Pengamatan terhadap tekanan didalam reaktor dengan menggunakan *Pressure Gauge* menunjukkan bahwa, tekanan didalam tabung ditentukan oleh tinggi reaktor. Tekanan akan semakin berkurang seiring penambahan tinggi peletakan *Pressure Gauge*. Pengurangan tekanan tersebut mengindikasikan bahwa semakin tingginya *headloss* yang terjadi. Selain itu, tekanan akan semakin meningkat seiring berjalannya waktu operasional, hal ini menunjukkan bahwa tekanan didalam tabung meningkat seiring menumpuknya *Struvite* yang dihasilkan

dari reaksi kristalisasi. Pengamatan terhadap tinggi ekspansi *bed* (*Seed Material*), menunjukkan bahwa semakin bertambahnya waktu operasional, maka tinggi ekspansi *bed* semakin berkurang. Fenomena tersebut menunjukkan bahwa *Seed Material* semakin berat seiring semakin banyaknya *Struvite* yang menempel pada *Seed Material*.

Tabel 4. 10 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan dan pH pada Tanpa Seed dengan Kecepatan 0,014 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	
0	0,8	0,8	1,5	1,5	1	1	0,5	0	0	8,5
5	0,81	0,79	1,5	1,5	1	1	0,5	0	0	8,5
10	0,77	0,8	1,8	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
15	0,8	0,82	1,8	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
20	0,77	0,82	1,8	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
25	0,76	0,84	1,8	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
30	0,85	0,75	1,9	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
35	0,77	0,82	1,9	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
40	0,78	0,81	1,9	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
45	0,8	0,81	1,9	1,9	1,4	1,2	0,7	0	0	8,5
50	0,8	0,81	2	1,9	1,4	1,3	0,7	0	0	8,5
55	0,85	0,77	2	1,9	1,4	1,3	0,7	0	0	8,5
60	0,79	0,81	2	1,9	1,4	1,3	0,7	0	0	8,5
65	0,8	0,81	2	1,9	1,4	1,3	0,7	0	0	8,5
70	0,78	0,8	2	1,9	1,4	1,3	0,7	0	0	8,5

Tabel 4. 11 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan dan pH pada Tanpa Seed dengan Kecepatan 0,019 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	
0	1,1	1,08	0,25	0,19	0,18	0,14	0,1	0	0	8,6
5	1,11	1,08	0,25	0,19	0,18	0,14	0,1	0	0	8,7
10	1,13	1,1	0,25	0,19	0,18	0,14	0,1	0	0	8,7
15	1,1	1,07	0,2	0,19	0,15	0,14	0,1	0	0	8,7
20	1,11	1,1	0,2	0,19	0,15	0,14	0,1	0	0	8,7
25	1,08	1,14	0,2	0,19	0,15	0,14	0,1	0	0	8,7
30	1,13	1,08	0,2	0,19	0,15	0,14	0,1	0	0	8,7
35	1,11	1,09	0,2	0,19	0,15	0,14	0,1	0	0	8,7
40	1,09	1,09	0,2	0,19	0,15	0,14	0,1	0	0	8,4
45	1,12	1,08	0,2	0,19	0,15	0,21	0,1	0	0	8,4
50	1,08	1,12	0,18	0,15	0,12	0,23	0,1	0	0	8,4
55	1,09	1,1	0,2	0,19	0,15	0,28	0,1	0	0	8,4
60	1,06	1,11	0,2	0,19	0,15	0,28	0,1	0	0	8,4
65	1,09	1,12	0,2	0,19	0,15	0,28	0,1	0	0	8,4
70	1,11	1,12	0,2	0,19	0,15	0,28	0,1	0	0	8,4

Tabel 4. 12 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan dan pH pada Tanpa Seed dengan Kecepatan 0,024 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	
0	1,39	1,41	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
5	1,4	1,4	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
10	1,4	1,4	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
15	1,39	1,4	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
20	1,41	1,39	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
25	1,36	1,42	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
30	1,44	1,35	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
35	1,4	1,4	0,2	0,19	0,14	0,12	0,06	0	0	8,4
40	1,43	1,38	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4
45	1,42	1,4	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4
50	1,38	1,4	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4
55	1,42	1,38	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4
60	1,39	1,41	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4
65	1,39	1,4	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4
70	1,41	1,39	0,22	0,2	0,18	0,14	0,07	0	0	8,4

Tabel 4. 13 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Silika dengan Kecepatan 0,014 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							H ekspansi bed	pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7		
0	0,81	0,8	0,18	0,15	0,15	0,13	0,08	0,04	0	63	8,4
5	0,8	0,8	0,18	0,15	0,15	0,13	0,08	0,04	0	63	8,4
10	0,79	0,81	0,21	0,18	0,18	0,13	0,08	0,04	0	63	8,4
15	0,77	0,82	0,21	0,19	0,18	0,13	0,08	0,04	0	63	8,4
20	0,81	0,79	0,21	0,19	0,18	0,13	0,08	0,04	0	62	8,4
25	0,78	0,8	0,21	0,19	0,18	0,13	0,08	0,04	0	61	8,5
30	0,81	0,81	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
35	0,8	0,81	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
40	0,78	0,83	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
45	0,79	0,8	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
50	0,79	0,81	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
55	0,79	0,81	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
60	0,78	0,83	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
65	0,79	0,8	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5
70	0,8	0,81	0,2	0,2	0,18	0,11	0,07	0,03	0	59	8,5

Tabel 4. 14 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Silika dengan Kecepatan 0,019 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							H ekspansi bed	pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7		
0	1,11	1,09	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
5	1,09	1,1	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
10	1,11	1,11	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
15	1,11	1,09	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
20	1,09	1,1	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
25	1,12	1,08	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
30	1,09	1,1	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
35	1,11	1,08	0,22	0,2	0,17	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
40	1,09	1,08	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
45	1,11	1,12	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
50	1,12	1,08	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
55	1,09	1,11	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
60	1,09	1,1	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
65	1,1	1,11	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5
70	1,08	1,13	0,22	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	85	8,5

Tabel 4. 15 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Silika dengan Kecepatan 0,024 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							H ekspansi bed	pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7		
0	1,4	1,4	0,28	0,2	0,2	0,13	0,08	0,04	0	92	8,6
5	1,4	1,4	0,25	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	92	8,6
10	1,4	1,4	0,25	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	92	8,6
15	1,39	1,4	0,25	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	92	8,6
20	1,4	1,39	0,25	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	92	8,6
25	1,4	1,39	0,25	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	92	8,6
30	1,41	1,39	0,25	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	92	8,6
35	1,43	1,39	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	105	8,6
40	1,4	1,41	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	105	8,6
45	1,39	1,42	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	102	8,6
50	1,39	1,41	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	102	8,6
55	1,41	1,4	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	110	8,6
60	1,4	1,41	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	110	8,6
65	1,39	1,4	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	110	8,6
70	1,39	1,4	0,22	0,25	0,2	0,15	0,09	0,05	0	110	8,6

Tabel 4. 16 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Pasir dengan Kecepatan 0,014 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							H ekspansi bed	pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7		
0	0,8	0,82	0,23	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	52	8,3
5	0,79	0,82	0,23	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	55	8,3
10	0,8	0,81	0,23	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	55	8,3
15	0,8	0,81	0,23	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	54	8,3
20	0,78	0,81	0,23	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	54	8,3
25	0,8	0,8	0,23	0,22	0,18	0,15	0,09	0,05	0	54	8,3
30	0,81	0,79	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	54	8,3
35	0,81	0,78	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	54	8,3
40	0,81	0,79	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	54	8,3
45	0,79	0,81	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	58	8,3
50	0,81	0,81	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	58	8,3
55	0,81	0,8	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	58	8,3
60	0,79	0,82	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	58	8,3
65	0,81	0,79	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	55	8,3
70	0,81	0,79	0,25	0,24	0,18	0,15	0,09	0,05	0	55	8,3

Tabel 4. 17 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Pasir dengan Kecepatan 0,019 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							H ekspansi bed	pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7		
0	1,11	1,1	0,26	0,18	0,19	0,14	0,08	0,04	0	68	8,5
5	1,09	1,1	0,26	0,18	0,19	0,14	0,08	0,04	0	70	8,5
10	1,1	1,12	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	70	8,5
15	1,1	1,1	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	71	8,5
20	1,11	1,1	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	71	8,5
25	1,09	1,1	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	71	8,5
30	1,1	1,11	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	75	8,5
35	1,11	1,1	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	75	8,5
40	1,12	1,08	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	75	8,5
45	1,11	1,09	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	75	8,5
50	1,1	1,09	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	78	8,5
55	1,1	1,09	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	78	8,5
60	1,1	1,1	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	78	8,5
65	1,08	1,12	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	78	8,5
70	1,08	1,13	0,28	0,2	0,19	0,12	0,07	0,04	0	78	8,5

Tabel 4. 18 Pengamatan Debit Aliran, Tekanan, Tinggi Ekspansi Bed dan pH pada Seed Material Pasir dengan Kecepatan 0,024 m/s

td	Debit Aliran		Pembacaan Pressure Gauge							H ekspansi bed	pH
	MgCl ₂	Air Limbah	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7		
0	1,4	1,39	0,25	0,18	0,18	0,16	0,10	0,05	0	90	7,9
5	1,4	1,39	0,22	0,18	0,18	0,13	0,08	0,04	0	90	8
10	1,39	1,42	0,22	0,18	0,18	0,13	0,08	0,04	0	90	8,1
15	1,41	1,4	0,22	0,18	0,18	0,13	0,08	0,04	0	90	8,2
20	1,4	1,4	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	90	8,3
25	1,4	1,4	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	100	8,3
30	1,38	1,42	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	100	8,3
35	1,4	1,4	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	100	8,5
40	1,42	1,39	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	100	8,5
45	1,4	1,39	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	100	8,5
50	1,41	1,4	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	100	8,5
55	1,41	1,4	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	108	8,5
60	1,4	1,39	0,18	0,2	0,18	0,12	0,07	0,04	0	108	8,5
65	1,4	1,38	0,2	0,21	0,19	0,2	0,12	0,06	0	110	8,5
70	1,39	1,4	0,2	0,21	0,19	0,2	0,12	0,06	0	110	8,5

4.2.4 Produktifitas Reaktor *Fluidized Bed*

Reaktor *Fluidized Bed* mampu menjadi solusi terhadap masalah kekurangan fosfat di masa mendatang. Reaktor *Fluidized Bed* dapat memulihkan kandungan fosfat pada air limbah industri pupuk hingga 85% dalam bentuk produk yang menempel pada *seed material*. Berdasarkan hasil penelitian ini, konfigurasi reaktor terbaik ialah dengan menggunakan pasir silika dan kecepatan aliran 0,014 m/s.

Recovery kandungan fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *Fluidized Bed* akan menghasilkan kristal *Struvite*, yang akan menempel pada *seed material* dan mengendap pada bak *outlet*. Pengendapan pada bak outlet disebabkan kristal *Struvite* belum menempel secara sempurna pada *seed material* namun sudah terdorong oleh aliran masuk menuju bak *outlet*.

Pada Tabel 4.19 dapat dilihat data *mass balance* reaktor *Fluidized Bed* dalam menghasilkan *Struvite* dan efisiensi reaktor dalam menghasilkan *Struvite*. Dalam mengevaluasi kinerja reaktor, perlu ditinjau kemampuan reaktor dalam menghasilkan produk yang diinginkan. Produk yang diinginkan ialah produk yang menempel pada *seed material*. Perhitungan efisiensi reaktor dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 2.16. Data efisiensi reaktor *Fluidized Bed* dapat dilihat pada Tabel 4.20. Dalam Tabel 4.20, dapat dilihat bahwa, efisiensi reaktor masih rendah jika dibandingkan dengan persen *recovery* fosfat maksimum. Hal tersebut disebabkan, pada saat awal pengoperasian reaktor nilai efisiensi masih rendah, namun akan meningkat secara bertahap hingga mencapai persen *recovery* maksimum yang stabil. Berdasarkan Tabel 4.20 konfigurasi reaktor dengan efisiensi tertinggi ialah dengan menggunakan *seed material* silika dan pada kecepatan 0,014 m/s, karena memiliki efisiensi sebesar 63,36%..

Tabel 4. 19 Mass Balance Reaktor *Fluidized Bed*

No	Seed Material	Kecepatan Aliran (m/s)	Masuk (g/L)			Terecovery (g/L)	Hilang (g/L)			Sisa (g/L)		
			PO ₄ ³⁻	NH ₄ ⁺	Mg ²⁺	Seed Material	Outlet	Unaccounted	PO ₄ ³⁻	NH ₄ ⁺	Mg ²⁺	
1	Tanpa Seed	0,014	8,90	2,13	3,37	0,00	4,503	0,221	5,90	1,54	2,82	
2		0,019	8,99	2,32	3,41	0,00	5,201	0,218	5,45	1,78	2,07	
3		0,024	9,07	2,19	3,44	0,00	3,100	0,116	7,10	1,68	2,69	
4	Silika	0,014	9,21	2,13	3,49	9,39	0,001	0,520	2,63	1,28	1,00	
5		0,019	8,48	2,13	3,21	8,05	0,001	0,411	3,12	1,05	1,18	
6		0,024	8,67	2,15	3,28	5,88	0,001	0,299	4,74	1,38	1,80	
7	Pasir	0,014	8,53	2,27	3,23	8,47	0,001	0,387	3,72	1,42	0,03	
8		0,019	8,55	2,13	3,24	7,94	0,003	0,551	2,91	1,41	1,10	
9		0,024	8,61	2,26	3,26	5,44	0,003	0,361	4,88	1,61	1,85	

Keterangan:

- Influen (g/L) : Massa kandungan fosfat, amonium dan magnesium yang memasuki reaktor
- Terecovery (g/L) : Massa *Struvite* yang menempel pada pasir sebagai *Seed Material*
- Hilang (g/L) : Massa *Struvite* yang tidak Terecovery, yang hanyut dalam bak outlet dan massa unaccounted
- Unaccounted (g/L) : Massa *Struvite* yang tidak dapat terhitung
- Sisa (g/L) : Massa kandungan fosfat, amonium dan magnesium yang tersisa pada Air efluen

Tabel 4. 20 Efisiensi Reaktor *Fluidized Bed*

No	Seed Material	Kecepatan Aliran (m/s)	Struvite (mol/menit)		Efisiensi Reaktor (%)
			W grains	W bottom reaktor	
1	Tanpa Seed	0,014	0,00%	9,39%	0,00%
2		0,019	0,00%	13,20%	0,00%
3		0,024	0,00%	16,76%	0,00%
4	Silika	0,014	6,13%	9,67%	63,36%
5		0,019	7,22%	12,38%	58,28%
6		0,024	6,71%	16,08%	41,74%
7	Pasir	0,014	5,52%	9,14%	60,38%
8		0,019	7,12%	12,47%	57,06%
9		0,024	6,20%	16,13%	38,46%

Tabel 4. 21 Produktifitas Reaktor *Fluidized Bed*

No	Seed Material	Kecepatan Aliran	Berat Produk Diperoleh (g)	V air limbah (L)	Profuktifitas (g produk/L)
1	Silika	0,014	1052,21	112	9,39
2		0,019	1239,78	154	8,05
3		0,024	1153,21	196	5,88
4	Pasir	0,014	948,49	112	8,46
5		0,019	1222,57	154	7,93
6		0,024	1065,90	196	5,43

Kemampuan *Fluidized Bed* dalam menghasilkan produk dapat dilihat pada Tabel 4.21. Berdasarkan Tabel 4.21, konfigurasi reaktor dengan produktifitas tertinggi ialah dengan menggunakan *Seed Material* Silika dan dengan kecepatan aliran 0,014 m/s yang dapat menghasilkan produk sebanyak 9,39 g/L. Dalam Tabel 4.20 dapat dilihat bahwa pada perlakuan tanpa *seed*

material efisiensi dari reaktor ialah 0%, hal tersebut disebabkan produk yang dihasilkan terbawa menuju saluran outlet

4.2.5 Karakteristik Kristal *Struvite*

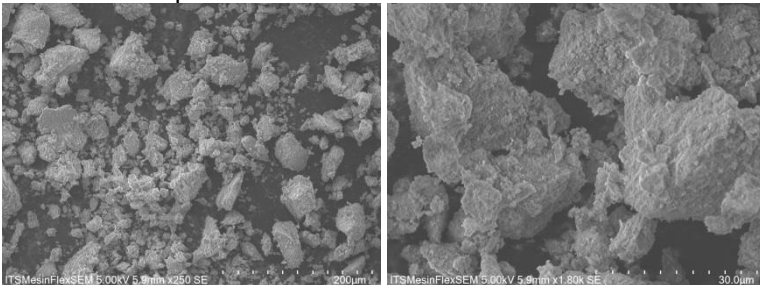
Dalam menganalisis karakteristik kristal *Struvite* yang terbentuk dan menempel pada *Seed Material* dilakukan 3 analisis. Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) digunakan untuk mengamati karakteristik permukaan atau morfologi *Seed Material* yang terbentuk beserta endapannya. Analisis EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) digunakan untuk menganalisis unsur-unsur penyusun *Seed Material* yang telah tertempel *Struvite*. Analisis XRD (*X-Ray Powder Diffractions*) untuk mengetahui senyawa penyusun *Seed Material* yang telah tertempel oleh *Struvite*. Sampel yang dianalisis ialah *Seed Material* dan Endapan yang berasal dari masing masing variabel *Seed Material* dengan kecepatan optimum yaitu 0,014 m/s.

4.2.4.1 Hasil Analisis SEM dan EDX

Analisis SEM dan EDX dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material, Departemen Teknik Mesin, ITS. Sebelum dilakukan proses analisis SEM dan EDX dilakukan proses *coating* pada Laboratorium Energi, LPPM ITS. *Coating* dilakukan untuk menambah konduktivitas sampel, sehingga gambar yang dihasilkan akan lebih jelas.

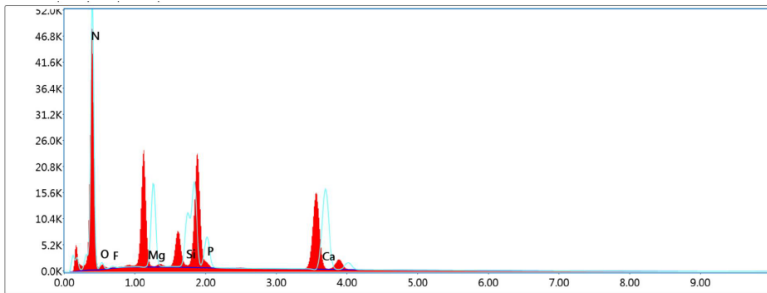
a. Hasil Analisis SEM dan EDX pada Tanpa *Seed*

Pada percobaan tanpa *Seed Material*, kristal *Struvite* yang dihasilkan diambil pada bak outlet. Hasil analisis SEM-EDX sampel percobaan tanpa *seed material* dapat dilihat pada Gambar 4.13 berikut



(a)

(b)



(c)

Gambar 4. 14 Hasil Analisis SEM-EDX Tanpa Seed Material dengan Kecepatan Aliran 0,014 m/s: (a) Hasil SEM pada perbesaran 250 kali (b) Hasil SEM pada perbesaran 1800 kali (c) Hasil Analisis EDX

Pada Gambar 4.14 diatas dapat dilihat bahwa bentuk kristal endapan menyerupai balok dengan permukaan tidak beraturan. Permukaan yang tidak beraturan tersebut dikarenakan terdapat kandungan ion pengotor yang ikut bereaksi dengan *Struvite*. Perbandingan kandungan unsur pada endapan yang dihasilkan oleh percobaan tanpa *seed*, silika dan pasir dapat dilihat pada Tabel 4.22.

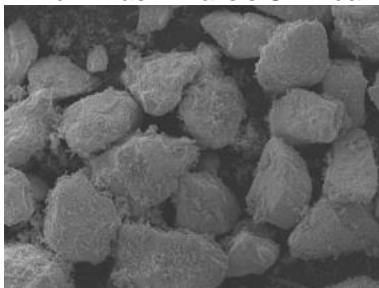
Tabel 4. 22 Perbandingan Kandungan Unsur Endapan Tanpa Seed, Silika dan Pasir

Elemen	% Berat		
	Tanpa Seed	Endapan Silika	Endapan Pasir
N	67,46	68,8	68,12
O	2,81	4,28	3,49
F	0,39	0,44	0,5
Mg	7,11	9,29	9,64
Si	4,08	2,63	3,12
P	1,13	5,14	5,48
Ca	18,16	9,43	9,65

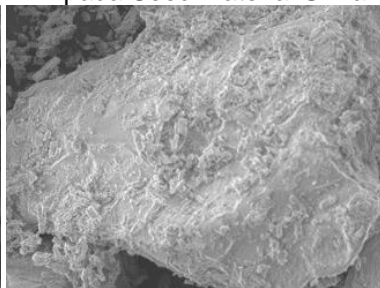
Berdasarkan Tabel 4.22, Kandungan N, O, Mg dan P pada tanpa *seed material* cenderung lebih rendah, yang mana

menunjukkan bahwa kualitas *Struvite* yang dihasilkan lebih rendah. Hal tersebut dikarenakan penggunaan *seed* dapat meningkatkan kualitas dan kuantitas *Struvite* yang dihasilkan dikarenakan memiliki energi pencampuran yang lebih baik. Kandungan Silika (Si) pada tanpa *seed* material lebih tinggi dibandingkan dengan endapan lainnya, hal tersebut dikarenakan, produk yang dihasilkan ialah hanya pada bak outlet. Sehingga, silika yang terserap akan terkumpul dan terikat dengan *Struvite* hanya pada bak outlet.

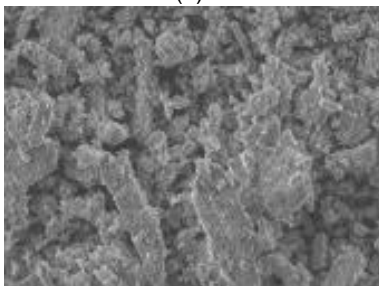
b. Hasil Analisis SEM dan EDX pada Seed Material Silika



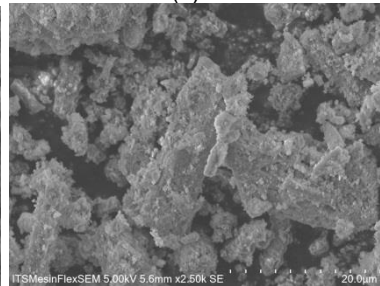
(a)



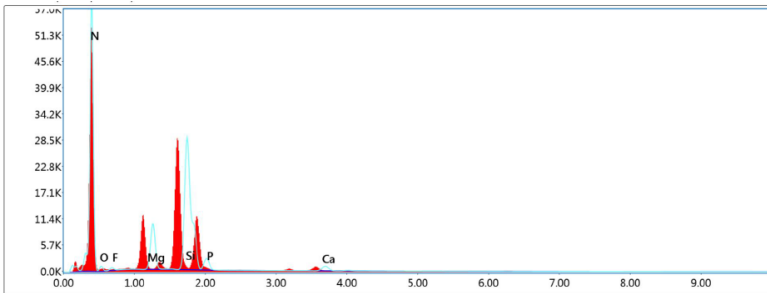
(b)



(c)



(d)



(e)

Gambar 4. 15 Hasil Analisis SEM Seed Material Silika dengan Kecepatan Aliran 0,014 m/s: (a) Hasil SEM pada Seed Material dengan perbesaran 65 kali (b) Hasil SEM pada Seed Material dengan perbesaran 300 kali (c) Hasil SEM pada endapan dengan perbesaran 1200 kali (d) Hasil SEM pada endapan dengan perbesaran 2500 kali (e) Hasil Analisis EDX pada Seed Material

Pada Gambar 4.15 (a) dan (b) dapat dilihat bahwa *Struvite* yang terbentuk menempel pada permukaan *Seed Material*, sehingga permukaan *Seed Material* tidak rata. Pada Gambar 4.15 (c) dan (d) diatas dapat dilihat bahwa, bentuk endapan yang dihasilkan menyerupai kubus memanjang. Pada permukaan kristal dapat dilihat terdapat zat pengotor yang menempel, sehingga menyebabkan permukaan kristal tidak rata. Perbandingan unsur penyusun pada *Seed Material* dan Endapan dapat dilihat pada Tabel 4.23

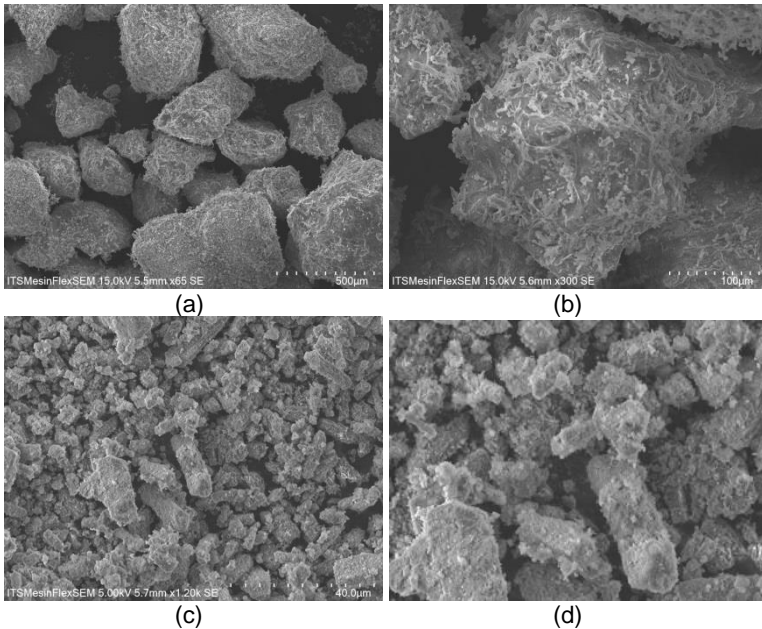
Tabel 4. 23 Perbandingan Kandungan Unsur Pada Seed Material Silika dan Endapan yang dihasilkan

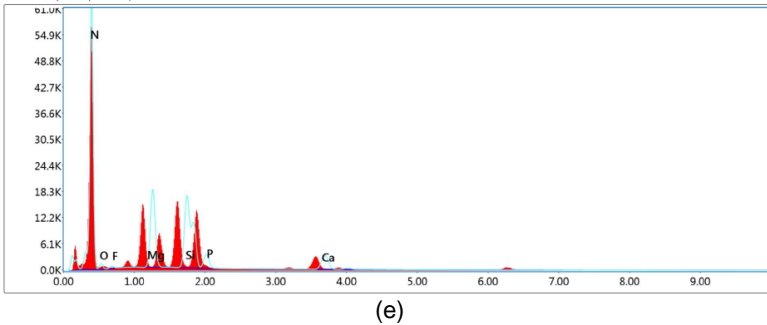
Elemen	% Berat	
	Silika	Endapan Silika
N	69,42	68,8
O	3,08	4,28
F	0,92	0,44
Mg	5,99	9,29
Si	16,69	2,63
P	2,23	5,14
Ca	1,68	9,43

Berdasarkan Tabel 4.23, kandungan silika pada *Seed Material* lebih besar dibanding dengan endapan dikarenakan *Seed Material* mengandung Silika sebagai unsur pembentuk pasir silika itu sendiri.

c. Hasil Analisis SEM dan EDX pada *Seed Material* pasir

Pada Gambar 4.16 (a) dan (b) dapat dilihat bahwa sama seperti yang terjadi pada *Seed Material* Silika. *Struvite* yang terbentuk menempel pada permukaan *Seed Material*, sehingga permukaan *Seed Material* tidak rata. Namun dapat dilihat bahwa pada penggunaan pasir lebih sedikit kristal *Struvite* yang lepas dari *Seed Material*, hal tersebut disebabkan persentase *recovery* pasir lebih rendah dibanding silika, sehingga kemungkinan *Struvite* lepas dari *Seed Material* lebih kecil. Pada Gambar 4.16 (c) dan (d) diatas sama seperti yang terjadi pada *Seed Material* Silika. Endapan yang dihasilkan berbentuk menyerupai kubus memanjang dengan permukaan yang tidak rata akibat zat pengotor yang ikut bereaksi.





Gambar 4. 16 Hasil Analisis SEM Seed Material Pasir dengan Kecepatan Aliran 0,014 m/s: (a) Hasil SEM pada Seed Material dengan perbesaran 65 kali (b) Hasil SEM pada Seed Material dengan perbesaran 300 kali (c) Hasil SEM pada endapan dengan perbesaran 1200 kali (d) Hasil SEM pada endapan dengan perbesaran 2500 kali (e) Hasil Analisis EDX pada Seed Material

Tabel 4. 24 Perbandingan Kandungan Unsur Pada Seed Material Pasir dan Endapan yang dihasilkan

Elemen	% Berat	
	Pasir	Endapan Pasir
N	69,57	68,12
O	3,47	3,49
F	0,74	0,5
Mg	9,86	9,64
Si	8,91	3,12
P	2,47	5,48
Ca	4,98	9,65

Perbandingan unsur penyusun pada *Seed Material* dan Endapan dapat dilihat pada Tabel 4.24. Berdasarkan Tabel 4.24, kandungan silika pada *Seed Material* lebih besar dibanding dengan endapan dikarenakan *Seed Material* mengandung Silika sebagai unsur pembentuk pasir silika itu sendiri.

Perbandingan hasil EDX secara keseluruhan dapat dilihat pada Tabel 4.25

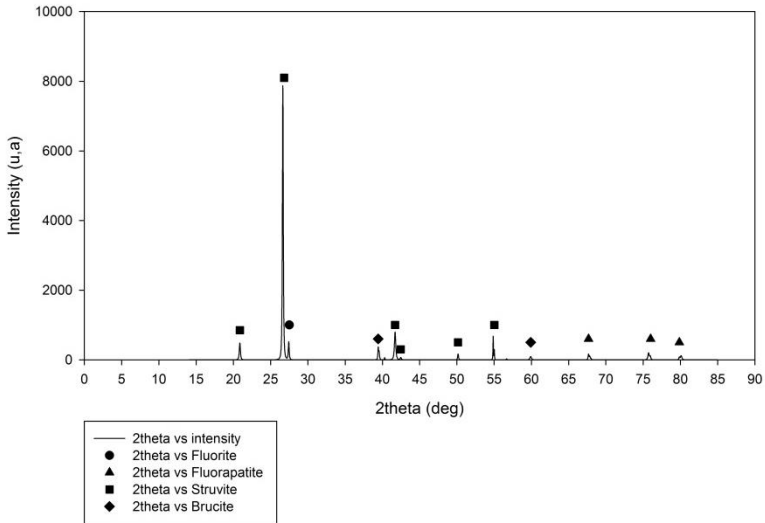
Tabel 4. 25 Perbandingan Kandungan Unsur

Elemen	% Berat				
	Tanpa Seed	Silika	Endapan Silika	Pasir	Endapan Pasir
N	67,46	69,42	68,8	69,57	68,12
O	2,81	3,08	4,28	3,47	3,49
F	0,39	0,92	0,44	0,74	0,5
Mg	7,11	5,99	9,29	9,86	9,64
Si	4,08	16,69	2,63	8,91	3,12
P	1,13	2,23	5,14	2,47	5,48
Ca	17,02	1,68	9,43	4,98	9,65

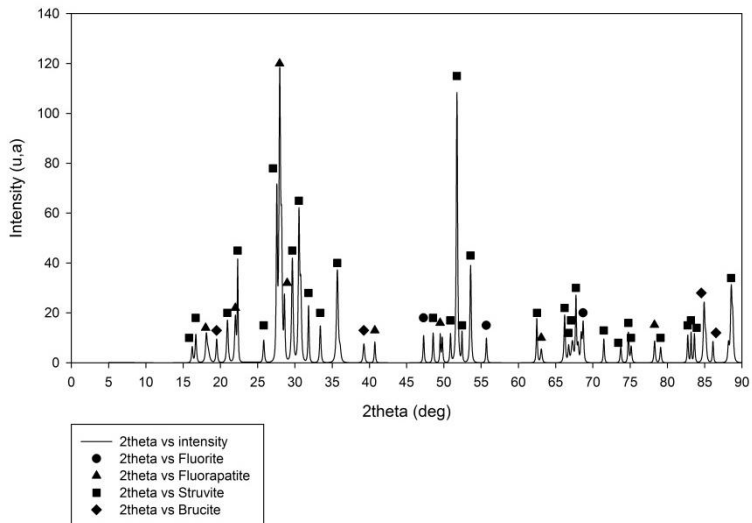
Pada Tabel 4.25 dapat dilihat perbandingan kandungan unsur yang terkandung pada sampel yang diuji. Unsur utama penyusun *seed material* dan endapan ialah N, O, P dan Si. Sehingga dapat diketahui bahwa zat yang dihasilkan ialah *Struvite* dengan mengandung senyawa pengotor seperti F, Si dan Ca. Pada percobaan dengan menggunakan *seed material* silika dan pasir terdapat lonjakan kandungan Si. Hal tersebut dikarenakan *Seed Material* yang digunakan mengandung senyawa Silika (SiO_2) sebagai penyusun utamanya. Kandungan Silika pada penggunaan *seed material* silika lebih besar dikarenakan, silika merupakan pasir dengan kadar kemurnian yang tinggi yaitu 95%. Pada analisis EDX ini tidak ada pemisahan antara *seed material* dan produk. Karena pemisahan pada *seed material* dan produk, dapat menyulitkan proses transportasi dan pemanfaatannya, dikarenakan produk yang dipisahkan berbentuk butiran yang sangat halus karena dapat memecahkan kristal yang dihasilkan.

4.2.4.1 Hasil Analisis XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi zat yang terkandung pada produk yang dihasilkan. Sampel yang dianalisis XRD ialah sampel *seed material* silika dan pasir pada kecepatan optimum yaitu 0,014 m/s.



Gambar 4. 17 Grafik Analisis XRD pada Seed Material Silika



Gambar 4. 18 Grafik Analisis XRD pada Seed Material Pasir

Analisis XRD dilakukan di Laboratorium Departemen Teknik Meaterial dan Metalurgi ITS. Dalam analisis XRD ini sudut

yang digunakan ialah sudut penuh, yaitu 90 derajat. Hasil analisis XRD ini kemudian diolah dengan menggunakan aplikasi “*Match! Phase Identification from Powder Diffraction*” versi 3.6.2.121. Aplikasi tersebut menganalisis komposisi penyusun zat berdasarkan titik puncak intensitas yang dipantulkan pada sampel. Gambar 4.17 dan 4.18 menunjukkan komposisi yang terkandung pada produk yang dihasilkan.

Dengan menggunakan aplikasi “*Match! Phase Identification from Powder Diffraction*” juga dapat diketahui persentase komposisi dari masing masing zat. Pada Tabel 4.26 dapat dilihat komposisi penyusun dari produk yang dihasilkan dan beratnya. Zat yang terkandung dalam produk ialah *Fluorite* (CaF_2), *Fluorapatite* ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$), *Brucite* ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) dan *Struvite* ($\text{NH}_4\text{PO}_4\text{Mg}\cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

Tabel 4. 26 Persentase dan Berat Senyawa Penyusun Produk

N O	Seed Material	Zat	Persentase	Total Produk (g)	Berat Zat (g)
1	Silika	Fluorite	17%	1130	194,36
		Fluorapatite	28%		318,66
		Brucite	10%		116,39
		<i>Struvite</i>	44%		499,46
2	Pasir	Fluorite	10%	1002,3	104,2392
		Fluorapatite	19%		192,4416
		Brucite	10%		102,2346
		<i>Struvite</i>	60%		603,3846

Berdasarkan Tabel 4.26 persentase *Struvite* yang terkandung pada produk yang dihasilkan ialah 44% untuk penggunaan *seed material* silika dan 60% untuk penggunaan *seed material* pasir. Jika dibandingkan dengan kadar *seed material* maka persentase *Struvite* yang terkandung ialah 23,44% untuk silika dan 30,13% untuk pasir. Kadar *Struvite* yang dihasilkan masih rendah, hal ini disebabkan adanya kandungan zat pengotor seperti kalsium dan fluorida yang berkompetisi untuk membentuk senyawa *fluorapatite* dan *fluorite*. Sementara itu

kandungan ion magnesium juga berkompetisi untuk menghasilkan ikatan *Brucite*.

Produk yang dihasilkan dapat dimanfaatkan melalui 2 cara, yaitu digunakan sebagai pupuk langsung atau sebagai bahan baku industri pupuk (Le Corre, 2013). Agar pemanfaatan produk lebih optimal dan memiliki daya jual yang lebih tinggi perlu strategi untuk meningkatkan produktifitas reaktor. Strategi yang dapat dilakukan untuk memperbanyak kandungan *Struvite* yang terbentuk ialah, memperbaiki proses *pra-treatment* untuk menghilangkan kandungan ion pengotor, melakukan proses *Fluidized Bed* dengan menggunakan *seed material* yang memiliki diameter partikel lebih kecil, menggunakan kristal *Struvite* sebagai *seed material* dan memperpanjang proses *Fluidized Bed*. Proses *pra-treatment* yang dapat dilakukan untuk mengurangi kadar Fluorida dan Kalsium ialah dengan menggunakan proses *recovery* CaF_2 terlebih dahulu. Berdasarkan Aldaco (2007), proses *recovery* CaF_2 dengan kristalisasi dapat mengurangi kandungan kalsium dan fluorida sebesar 83%. Proses ini juga menguntungkan karena produk yang didapat bisa digunakan kembali. Penggunaan *seed material* dengan diameter lebih kecil dapat meningkatkan luas permukaan untuk reaksi, sehingga dapat menunjang proses nukelasi sekunder (Rahaman, 2008). Penggunaan *Struvite* sebagai *seed material* tentunya akan meningkatkan kemurnian *Struvite* dikarenakan tidak adanya kandungan pasir sebagai *seed material*. Waktu operasional reaktor dapat diperpanjang hingga *seed material* telah jenuh dan tidak dapat terfluidisasi dengan baik, sehingga kristal yang dihasilkan lebih besar.

Berdasarkan hasil analisis XRD diatas, *seed material* terbaik yang dapat digunakan ialah Pasir. Pada penggunaan pasir kandungan *Struvite* pada produk ialah 60% atau 20% lebih besar daripada silika. Persentase *recovery* kandungan fosfat pasir lebih rendah 12%, sementara amonium lebih tinggi 2% jika dibandingkan dengan silika. Persentase *recovery* amonium yang lebih tinggi menunjukkan bahwa lebih banyak amonium yang bereaksi membentuk produk. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Wang (2006), kandungan amonium yang lebih tinggi dapat meningkatkan kemurnian kristal yang dihasilkan.

4.2.6 Hasil *Wet Analysis*

Produk yang terbentuk dari penggunaan kecepatan aliran terbaik pada setiap variabel *seed material* dianalisa kandungan Mg, NH_4^+ dan PO_4^{3-} dengan metoda *wet analysis*. Analisa ini bertujuan untuk megatahui kandungan 3 elemen utama pembentuk *Struvite* tersebut.

Proses *wet analysis* ialah menimbang sampel hingga didapat berat konstan, lalu ditambah 2,5 mL HNO_3 1N dan diencerkan dengan aquades hingga volume larutan menjadi 500 mL. Larutan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 60 menit, dan dianalisa kandungan fosfat, amonium dan magnesium. Kandungan fosfat dan amonium dianalisa dengan menggunakan metoda spektrofotometri, sementara magnesium dengan metodatirtrasi EDTA. Hasil analisa ditampilkan pada Tabel 4.27

Tabel 4. 27 Hasil *Wet Analysis*

Perlakuan	Rasio Molar		
	Ammonium	Fosfat	Magnesium
No Seed	0,53	1,00	2,45
Silika	1,18	1,00	1,31
Pasir	1,36	1,00	3,44

Berdasarkan Tabel 4.27, dapat dilihat bahwa rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]:[\text{Mg}^{2+}]$ tidak bernilai 1:1:1 seperti rasio molar ideal *struvite*. Hal tersebut disebabkan produk yang dihasilkan mengandung zat pengotor atau senyawa pengotor yang terbentuk selama proses pengolahan. Kandungan magnesium yang cenderung tinggi disebabkan, magnesium tidak bereaksi sepenuhnya menjadi *Struvite* karena senyawa *Brucite* ikut terbentuk.

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka kesimpulan yang diperoleh ialah:

1. *Seed Material* yang efektif dalam proses pengolahan air limbah industri pupuk dengan menghasilkan *Struvite* ialah pasir dengan ukuran 30-60 mesh. Pasir dapat merecovery kandungan fosfat sebesar 73% dan amonium sebesar 57% pada kecepatan aliran 0,014 m/s. Kandungan *Struvite* pada produk ialah 60%.
2. Kecepatan aliran optimum dalam proses pengolahan air limbah industri pupuk ialah 0,014 m/s. Semakin kecil kecepatan aliran maka semakin besar efisiensi *recovery* hal ini disebabkan karena waktu detensi air limbah lebih besar.
3. Produktifitas reaktor *Fluidized Bed* dalam menghasilkan produk *terecovery* dengan menggunakan konfigurasi optimum ialah 8,46 g/L air limbah. Efisiensi reaktor *Fluidized Bed* ialah 60,38%.
4. Berdasarkan hasil analisis SEM, kristal yang terbentuk pada konfigurasi optimum, menempel pada permukaan *Seed Material*. Hasil analisis EDX menunjukkan bahwa unsur utama penyusun produk ialah N, O, P, Mg dan Si, dengan kadar *Struvite* pada produk yang dibentuk ialah 60,2%.

5.2 Saran

Saran yang diberikan untuk penelitian lanjutan ialah sebagai berikut:

1. Diperlukan pengolahan pra-treatment yang lebih baik, agar menghasilkan air limbah dengan kadar ion pengotor lebih rendah. Pengolahan yang dapat dilakukan ialah dengan cara kristalisasi CaF_2 dan elektrodialisis.
2. Peningkatan kandungan *Struvite* dalam air limbah dapat dilakukan dengan menggunakan *Struvite* sebagai *seed material*, memperkecil ukuran *seed material* yang

digunakan, dan memperpanjang waktu operasional reaktor.

3. Diperlukannya penelitian lanjutan dengan menggunakan proses *pra-treatment* pengendapan, agar endapan yang ikut dalam air efluen dapat dimanfaatkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abma, W. R., Driessen, W., Haarhuis, R. 2010. *Upgrading of Sewage Treatment Plant by Sustainable and Cost Effective Separate Treatment of Industrial Wastewater*. *Water Science and Technology*. 61 (7) : 1715-1722
- Adnan, A., Dastur, M., Mavinic, D.S., Koch, F.A.. 2004. *Preliminary Investigation Into Factors Affecting Controlled Struvite Crystallization At The Bench Scale*. *Environmental Engineering Journals*. 3 : 195-202
- Aldaco, R., Garea, A., Irabien, A. 2007. *Calcium Fluoride Recovery from Fluoride Wastewater in A Fluidized Bed Reactor*. *Water Research*. 41 : 810-818
- Ayu, A. P dan Suci, A. C. P. W. 2017. *Evaluasi Pengolahan Limbah Cair pada Unit Equalizer PT.Petrokimia Gresik*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Battistoni, P., De Angelis, A., Prisciandaro, M. 2002. *P Recovery from Anaerobic Supernatants by Struvite Crystallization: Long Term Validation and Process Modeling*. *Water Research* 36: 1927–1938.
- Bhuiyan, M. I. H., Mavinic, D. S., Kochl, F. A. 2008. *Phosphorus Recovery from Wastewater Through Struvite Formation in Fluidized Bed Reactors: A Sustainable Approach*.
- Bouropoulos, N. dan Koutsoukos, P. G. 2000. *Spontaneous Precipitation of Struvite from Aqueous Solution*. *Journal of Crystal Growth*. 213 (3) : 381-388
- Bowers, K. E. dan Westerman, P.W. 2005. *Performance of Cone-Shaped Fluidized Bed Struvite Crystallizers in Removing Phosphorus from Wastewater*. 48 (3) : 1-8
- Fitriana, A. dan Warmadewanthi, IDAA. 2016. *Penurunan Kadar Amonium dan Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk*. *Jurnal Teknik ITS*. 5 (2) : 107-111
- Fogler, H.S. dan Gurmen, M.N. 2008. *Elements of Chemical Reaction Engineering 4th Edition*. Michigan : University of Michigan.
- Hanani, K. R. dan Muhammad, A. F. 2014. *Studi Pengolahan Limbah Cair Unit Produksi III PT Petrokimia Gresik*. Surabaya: Kerja Praktik Jurusan Teknik Lingkungan ITS.

- Huang, H., Liu, J., Zhang, P. 2017. *Investigation on the Simultaneous Recovery Of Fluoride, Amonium Nitrogen And Phosphate From Semiconductor Wastewater Using Chemical Precipitation*. Chemical Engineering Journal. 307 : 696-706
- Guadie, A. Dan Xia, S. 2012. *Evaluating Factors Affecting Phosphorus Recovery and Recovery from Wastewater using Fluidized Bed Reactor*. Proceeding of the 12th Symposium on Sustainable Water Resources Development. 26-27 Juni 2012, Arba Minch.
- Ibad, M. M. 2013. *Bioremediasi Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Bakteri Indigenus*. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Ikhlas, N. 2017. *Pengaruh Ph, Rasio Molar, Jenis Presipitan, dan Ion Pengganggu dalam Recovery Amonium dan Fosfat Pada Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Metode Presipitasi Struvite*. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Iswarani, W. 2018. *Recovery Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik menggunakan Teknik Aerasi dan Presipitasi*. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- Koch, F. A., Mavinic, S. Yonemitsu, N. 2009. *Fluidized Bed Wastewater Treatment*. United States Patent US 7622047 B2
- Le Corre, K. S., Jones E. V., Hobbs, P. 2013. *Phosphorus Recovery from Wastewater by Struvite Crystallization: A Review*. Critical Reviews in Environmental Science and Technology. 39 : 433-477.
- Liu, Z. 2011. *Seed Crystals Effecton MAP Crystallization*. Jurnal Teknologi Kimia dan Biologi. 86 : 1394-1398
- Masduqi, A. 2004. *Penurunan Senyawa Fosfat dalam Air Limbah Buatan dengan Proses Adsorpsi Menggunakan Tanah Halosit*. Majalah IPTEK. 15 (1) : 47-53
- Masson, C. F. 1981. *Biology of Fresh Water Pollution*. New York : Longman.
- Manto, M.J., Xie, P., Keller, M.A. 2018. *Recovery of amonium from aqueous solutions using ZSM-5*. Chemosphere. 198 : 501-509

- Moerman, W., Carballa, M., Vandekerckhove, A. 2009. *Phosphate Recovery in Agro Industry; Pilot-and full-Scale Operational Considerations of Struvite Crystallization*. Water Research. 43 (7) : 1877-1892
- Pratama, R.R.P. 2015. *Recovery Amonium dan Fosfat Limbah Cair PT Petrokimia Gresik melalui Proses Presipitasi menggunakan Magnesium*. Tugas Akhir. ITS : Surabaya
- Q Lu, Z. L. He,P. J. 2012. *Stofella, Land Application of Biosolids in the USA : A Review*. Applied and Environmental Soil Science.
- Rahaman, M.S., Ellis, N., Mavinic, D. S. 2008. *Effects of Various Process Parameters on Struvite Precipitation Kinetics and Subsequent Determination of Rate Constants*. 57(5):647 – 654.
- Rahman, T. 2000. *Nutrisi dan Energi Tumbuhan*. Bandung:Universitas Pendidikan Indonesia
- Rahman, M. M. 2014. *Production of slow release crystal fertilizer from wastewaters through Struvite crystallization – A review*. Arabian Journal of Chemistry. 7 : 139-155
- Richardson,J.F., Zaki,W.N. 1954. *Sedimentation and Fluidization:Part 1*. Transaction of The Institution of Chemical Engineer. 32: 35-53
- Sabry, K. H. 2015. *Synthetic Fertilizers; Rolea and Hazards*. *Fertilizer Technology*. 1:111-134.
- Sahoo, S. 2012. *Fluidized Bed Reactor: Design and Application for Abatement of Fluoride*. Rourkela: Institut Teknologi Nasional Rourkela.
- Senante, M. Sancho, F. H. Garrido, R. S. 2010. *Economic Feasibility Study for Phosphorus Recovery Processes*. 40 : 408-416
- Shimamura, K. 2003. *Development of A High-Efficiency Phosphorus Recovery method Using A Fluidized-Bed Crystallized Phosphorus Recovery System*. Water Science Technology. 48 (1) : 163-170
- Sokol, W. 2003. *Digested Wastewater Treatment by Using 3 Step od Fluidized Bed Reactor by Using Low Density*. Biochemical Engineering Journal. 15: 1-10.

- Tahalatu, A. 2004. *Analisis Finansial Unit Pengolahan Limbah Cair PT Pupuk Kujang dengan Mikroalga Chlorella*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Tang, P dan Ma, H. 2016. *Effects of Solution pH and Seed Material on MAP*. *International Journal of Environmental Protection and Policy*. 4 (6) :171-177
- Tarrago, E. 2016. *Controlling Struvite Particles' Size Using The Up-Flow Velocity*. *Chemical Engineering Journal*. 302 : 819-827
- Ohlinger, K.N., Young, T.M., Schroeder, E.D. 2000. *Postdigestion Struvite Precipitation Using A Fluidized Bed Reactor*. *Journal of Environmental Engineering*. 126: 361:368.
- Ohlinger, K.N. dan Mahmood, R.J. 2003. *Struvite Scale Potential Determination Using a Computer Model*. Dipresentasikan pada Juni 23-26, 2003, to World Water & Environmental Resources Congress in Philadelphia, PA. , 32(12): 3607-3614.
- Ueno, Y. dan Fuji, M. 2001. *Three Years Experience of Operating and Selling Recovered Struvite from Full Scale Plant*. *Environmental Technology*. 22 : 1373:1381.
- Wang, J., Burken, J.G., Zhang, X.Q. 2006. *Efek Seeding Mtaerials dan Kecepatan Pengadukan pada Presipitasi Struvite*. *Penelitian Lingkungan Air*. 78:125–132.
- Wei, L. L. 2015. *Effect of Struvite Seed Crystal on MAP Crystallization*. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*. 86 : 1394-1398
- Xu, R. 2006. *Phosphorus Recovery from Synthetic Anaerobic-Digested Manure Wastewater Using an Upflow Fluidized Bed Reactor System*. Michigan :University of Michigan.
- Zhang, L., Zheng, P., Jin, R. 2009. *Anaerobic Ammonium Oxidation for Treatment of Ammonium Rich Wastewater*, 9(5) : 418-426
- Zhi, L. Y., Ye, X., Lou, Y. 2018. *Occurrence of Veterinary Antibiotics in Struvite Recovery from Swine Wastewater By Using A Fluidized Bed*. 12 (3).

LAMPIRAN A

PERHITUNGAN VARIABEL KECEPATAN ALIRAN (u) DAN KEBUTUHAN SEED MATERIAL (M)

1. Perhitungan Variabel Kecepatan Aliran (u)

Terdapat 2 macam *Seed Material* yang digunakan, maka terdapat 2 perhitungan untuk menghitung Kecepatan Fluidisasi Minimum (u_{mf}) dan Kecepatan Fluidisasi Maksimum (u_t). Berikut merupakan perhitungan untuk masing masing *Seed Material*:

a. Pasir sebagai Seed Material

Diketahui

$$\begin{aligned}\psi &= 0,84 \\ \rho_b &= 2330 \text{ kg/m}^3 \\ dp &= 0,340 \text{ mm} = 3,4 \times 10^{-4} \text{ m (No. Sieve: 30/60)} \\ \rho_f &= 1000 \text{ kg/m}^3 \\ \mu &= 8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s (pada suhu } 25^\circ\text{C)}\end{aligned}$$

Perhitungan

- Menghitung η

$$\begin{aligned}\eta &= g (\rho_b - \rho_f) \\ &= 9,8 \text{ m/s}^2 (2330 - 1000) \text{ kg/m}^3 \\ &= 13034 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2\end{aligned}$$

- Menghitung ϵ_{mf}

$$\begin{aligned}\epsilon_{mf} &= 0,586 \times \psi^{-0,72} \times \left(\frac{\mu^2}{\rho_f \times \eta \times dp^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{\rho_f}{\rho_b} \right)^{0,021} \\ \epsilon_{mf} &= 0,586 \times 0,84^{-0,72} \times \\ &\quad \left(\frac{(8,91 \times 10^{-4} \frac{\text{kg}}{\text{m}} \cdot \text{s})^2}{1000 \text{ kg/m}^3 \times 13034 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2 \times (3,4 \times 10^{-4} \text{ m})^3} \right)^{0,029} \times \\ &\quad \left(\frac{1000 \text{ kg/m}^3}{2330 \text{ kg/m}^3} \right)^{0,021} \\ \epsilon_{mf} &= 0,541\end{aligned}$$

- Menghitung u_{mf}

$$\begin{aligned}u_{mf} &= \frac{(\psi dp)^2}{150\mu} \times \eta \times \frac{\epsilon_{mf}^3}{1 - \epsilon_{mf}} \\ u_{mf} &= \frac{(0,84 \times 3,4 \times 10^{-4} \text{ m})^2}{150 \times 8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s}} \times 13034 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2 \times \frac{(0,541)^3}{1 - (0,541)} \\ u_{mf} &= 3,704 \times 10^{-3} \text{ m/s}\end{aligned}$$

- Menghitung ut dengan menggunakan rumus saat $0,4 < N_{re} < 500$)

$$\begin{aligned}
 ut &= (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / \rho_f \times \mu)^{1/3} \times dp \\
 ut &= (1,78 \times 10^{-2} \times (13034 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2)^2 / 1000 \text{ kg/m}^3 \times 8,91 \\
 &\quad \times 10^{-4} \text{ kg/m} \cdot \text{s})^{1/3} \times 3,4 \times 10^{-4} \text{ m} \\
 ut &= 5,109 \times 10^{-2} \text{ m/s}
 \end{aligned}$$

- Mengecek N_{re}

$$\begin{aligned}
 N_{re} &= \frac{dp \times \rho_f \times v}{\mu} \\
 N_{re} &= \frac{3,4 \times 10^{-4} \text{ m} \times 1000 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \times 5,109 \times 10^{-2} \text{ m/s}}{8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m} \cdot \text{s}} \\
 N_{re} &= 22,51 \\
 &\text{(OK, dikarenakan dalam range } 0,4 < N_{re} < 500)
 \end{aligned}$$

b. Silica sebagai Seed Material

Diketahui

$$\begin{aligned}
 \psi &= 0,75 \\
 \rho_b &= 2650 \text{ kg/m}^3 \\
 dp &= 0,341 \text{ mm} = 3,41 \times 10^{-4} \text{ m (No. Sieve: 30/60)} \\
 \rho_f &= 1000 \text{ kg/m}^3 \\
 \mu &= 8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m} \cdot \text{s (pada suhu } 25^\circ\text{C)}
 \end{aligned}$$

Perhitungan

- Menghitung η

$$\begin{aligned}
 \eta &= g (\rho_b - \rho_f) \\
 &= 9,8 \text{ m/s}^2 (2650 - 1000) \text{ kg/m}^3 \\
 &= 16170 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2
 \end{aligned}$$

- Menghitung ϵ_{mf}

$$\begin{aligned}
 \epsilon_{mf} &= 0,586 \times \psi^{-0,72} \times \left(\frac{\mu^2}{\rho_f \times \eta \times dp^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{\rho_f}{\rho_b} \right)^{0,021} \\
 \epsilon_{mf} &= 0,586 \times 0,75^{-0,72} \times \\
 &\quad \left(\frac{(8,91 \times 10^{-4} \frac{\text{kg}}{\text{m}} \cdot \text{s})^2}{1000 \text{ kg/m}^3 \times 16170 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2 \times (3,41 \times 10^{-4} \text{ m})^3} \right)^{0,029} \times \\
 &\quad \left(\frac{1000 \text{ kg/m}^3}{2650 \text{ kg/m}^3} \right)^{0,021} \\
 \epsilon_{mf} &= 0,581
 \end{aligned}$$

- Menghitung u_{mf}

$$\begin{aligned}
 u_{mf} &= \frac{(\psi dp)^2}{150\mu} \times \eta \times \frac{\epsilon mf^3}{1-\epsilon mf} \\
 u_{mf} &= \frac{(0,75 \times 3,4 \times 10^{-4} \text{ m})^2}{150 \times 8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s}} \times 16170 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2 \times \frac{(0,581)^3}{1-(0,581)} \\
 u_{mf} &= 3,704 \times 10^{-3} \text{ m/s}
 \end{aligned}$$

- Menghitung u_t dengan menggunakan rumus saat $0,4 < N_{re} < 500$)

$$\begin{aligned}
 u_t &= (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / \rho f \times \mu)^{1/3} \times dp \\
 u_t &= (1,78 \times 10^{-2} \times (16170 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2)^2 / 1000 \text{ kg/m}^3 \times 8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s})^{1/3} \times 3,4 \times 10^{-4} \text{ m} \\
 u_t &= 5,8 \times 10^{-2} \text{ m/s}
 \end{aligned}$$

- Mengecek N_{re}

$$\begin{aligned}
 N_{re} &= \frac{dp \times \rho f \times v}{\mu} \\
 N_{re} &= \frac{3,98 \times 10^{-4} \text{ m} \times 1000 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \times 5,8 \times 10^{-4} \text{ m/s}}{8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s}} \\
 N_{re} &= 22,511 \text{ (OK, dikarenakan dalam range } 0,4 < N_{re} < 500)
 \end{aligned}$$

Berdasarkan perhitungan diatas maka dapat disimpulkan nilai u_{mf} dan u_t dari masing masing *Seed Material* ialah sebagai berikut

Seed Material	u_{mf} (m/s)	u_t (m/s)
Pasir	$2,745 \times 10^{-3}$	$5,109 \times 10^{-2}$
Silika	$3,704 \times 10^{-3}$	$5,8 \times 10^{-2}$

3 Variabel kecepatan aliran (u) yang diambil harus memasuki rentang nilai u_{mf} dan u_t dari masing masing *Seed Material*. Maka nilai u yang diambil ialah

$$\begin{aligned}
 \text{Variabel 1} &= 0,014 \text{ m/s} \\
 \text{Variabel 2} &= 0,019 \text{ m/s} \\
 \text{Variabel 3} &= 0,024 \text{ m/s}
 \end{aligned}$$

Dalam mengatur kecepatan aliran yang memasuki reaktor, maka digunakan pompa yang dapat diatur debit. Pengaturan debit pompa disesuaikan dengan nilai u yang akan digunakan. Berdasarkan nilai u diatas maka Debit (Q) yang digunakan ialah:

$$Q = u \times A_c$$

$$\begin{aligned} \text{Variabel 1} &= 0,014 \text{ m/s} \times 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 = 2,67 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s} \\ &= 1,6 \text{ lpm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Variabel 2} &= 0,019 \text{ m/s} \times 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 = 3,67 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s} \\ &= 2,2 \text{ lpm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Variabel 3} &= 0,024 \text{ m/s} \times 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 = 4,67 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s} \\ &= 2,8 \text{ lpm} \end{aligned}$$

Percobaan ini durasi dari running reaktor ialah 70 menit, sehingga total air limbah yang digunakan ialah:

$$\text{Variabel 1} = 1,6 \text{ LPM} \times 70 \text{ menit} = 112 \text{ L}$$

$$\text{Variabel 2} = 2,2 \text{ LPM} \times 70 \text{ menit} = 154 \text{ L}$$

$$\text{Variabel 3} = 2,8 \text{ LPM} \times 70 \text{ menit} = 196 \text{ L}$$

Berikut merupakan cek ulang kecepatan aliran dengan debit yang telah ditentukan

- Variabel 1 (1,6 lpm)
 - Chamber 1 = $1,6 \text{ lpm} / (1000 \text{ L/ml} \times 60 \text{ detik/menit} \times 0,0196 \text{ m}^2) = 0,014 \text{ m/s}$
 - Chamber 2 = $1,6 \text{ lpm} / (1000 \text{ L/ml} \times 60 \text{ detik/menit} \times 0,00785 \text{ m}^2) = 0,0034 \text{ m/s}$
- Variabel 2 (2,2 lpm)
 - Chamber 1 = $2,2 \text{ lpm} / (1000 \text{ L/ml} \times 60 \text{ detik/menit} \times 0,0196 \text{ m}^2) = 0,09 \text{ m/s}$
 - Chamber 2 = $2,2 \text{ lpm} / (1000 \text{ L/ml} \times 60 \text{ detik/menit} \times 0,00785 \text{ m}^2) = 0,0047 \text{ m/s}$
- Variabel 3 (2,8 lpm)
 - Chamber 1 = $2,8 \text{ lpm} / (1000 \text{ L/ml} \times 60 \text{ detik/menit} \times 0,0196 \text{ m}^2) = 0,024 \text{ m/s}$
 - Chamber 2 = $2,8 \text{ lpm} / (1000 \text{ L/ml} \times 60 \text{ detik/menit} \times 0,00785 \text{ m}^2) = 0,006 \text{ m/s}$

Berikut merupakan perhitungan waktu detensi air limbah dalam reaktor.

$$\begin{aligned} \text{Volume Reaktor} &= (A_1 \times H_1) + (A_2 \times H_2) \\ &= (0,0196 \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ m}) + (0,00785 \text{ m}^2 \times 0,25 \text{ m}) \\ &= 0,004906 \text{ m}^3 = 4,906 \text{ L} \end{aligned}$$

- Td Variabel 1 = $4,906 \text{ L} / 1,6 \text{ LPM} = 3,066 \text{ menit}$
- Td Variabel 2 = $4,906 \text{ L} / 2,2 \text{ LPM} = 2,230 \text{ menit}$
- Td Variabel 3 = $4,906 \text{ L} / 2,8 \text{ LPM} = 1,752 \text{ menit}$

2. Perhitungan Kebutuhan Seed Material (M)

Kebutuhan *Seed Material* yang digunakan harus menyesuaikan dengan tinggi reaktor dan tinggi ekspansi bed saat kecepatan aliran maksimum, sehingga *Seed Material* tidak terlempar keluar reaktor. *Seed Material* yang berbedaan mempunyai tinggi ekspansi bed yang berbeda. Berikut merupakan perhitungan Kebutuhan *Seed Material* pada *Seed Material* yang berbeda

a. Pasir sebagai Seed Material

- Menghitung Nre pada variabel u terbesar ($5,0 \times 10^{-3}$ m/s)

$$Nre = \frac{dp \times \rho f \times v}{\mu}$$

$$Nre = \frac{3,4 \times 10^{-4} \text{ m} \times 1000 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \times 0,01 \text{ m/s}}{8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s}}$$

$$Nre = 3,8$$

- Menghitung n

$$n = 4,4 \times Re_t^{-0.03}$$

$$n = 4,4 \times 3,8^{-0.03}$$

$$n = 4,21$$

- Menghitung ϵ

$$\epsilon^n = \frac{v}{vt}$$

$$\epsilon^{4,21} = \frac{0,01 \text{ m/s}}{0,0511 \text{ m/s}}$$

$$\epsilon = 0,679$$

- Menghitung M maksimum

$$M = Ac \times H \times (1-\epsilon) \times \rho b$$

$$M = 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ m} \times (1-0,678) \times 2330 \text{ kg/m}^3$$

$$M = 2,203 \text{ kg}$$

b. Silica sebagai Seed Material

$$Nre = \frac{dp \times \rho f \times v}{\mu}$$

$$Nre = \frac{3,4 \times 10^{-4} \text{ m} \times 1000 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \times 0,01 \text{ m/s}}{8,91 \times 10^{-4} \text{ kg/m.s}}$$

$$Nre = 3,8$$

- Menghitung n

$$n = 4,4 \times Re_t^{-0.03}$$

$$n = 4,4 \times 3,8^{-0.03}$$

$$n = 4,21$$

- Menghitung ε

$$\varepsilon^n = \frac{v}{vt}$$

$$\varepsilon^{4,21} = \frac{0,01 \text{ m/s}}{0,0589 \text{ m/s}}$$

$$\varepsilon = 0,656$$

- Menghitung M maksimum

$$M = A_c \times H \times (1-\varepsilon) \times \rho_b$$

$$M = 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \times 1,5 \text{ m} \times (1-0,656) \times 2650 \text{ kg/m}^3$$

$$M = 2,68 \text{ kg}$$

M *Seed Material* yang digunakan tidak boleh melebihi M maksimum dari setiap *Seed Material*. Maka berdasarkan perhitungan diatas massa *Seed Material* yang digunakan ialah sebesar 2,2 kg, tapi untuk lebih aman menggunakan massa 1 kg.

LAMPIRAN B

PERHITUNGAN KEBUTUHAN MgCl_2

Konsentrasi Mg^{2+} yang ditambahkan mengacu pada kadar PO_4^{3-} eksisting pada air limbah. Pada penelitian ini rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{PO}_4^{3-}]$ sebesar 1,5 :1. Kadar PO_4^{3-} pada air limbah sebesar x. Maka Mg^{2+} yang dibutuhkan sebesar:

$$\begin{aligned} \text{Mg}^{2+} &= 1,5 \times [\text{PO}_4^{3-}] \\ &= 1,5 \times (x/\text{Mr } \text{PO}_4^{3-}) \\ &= 1,5 \times (x/95 \text{ g/mol}) \\ &= 0,0158x \text{ mol} \\ \text{Mg}^{2+} \text{ (mg/L)} &= 0,0158x \text{ mol} \times \text{Mr Mg} \\ &= 0,0158x \text{ mol} \times 24 \text{ g/mol} \\ &= 0,3789x \text{ g/L} = 378,9x \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Kadar magnesium dalam air limbah sebesar 0 mg/L maka magnesium yang perlu ditambahkan sebanyak (378,9x) mg/L. Air sampel yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 259,638 L. Maka MgCl_2 yang ditambahkan sebanyak:

$$\begin{aligned} \text{Berat } \text{MgCl}_2 \text{ yang dibutuhkan} &= \text{Kebutuhan} \times V \times \\ &\quad (\text{Mr } \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} / \text{Mr Mg}) \\ &= (378,9x) \text{ mg/L} \times 259,638 \text{ L} \\ &\quad \times (203,3/24) \\ &= 2199,3 (378,9x) \text{ mg} \\ &= 2,199 (378,9x) \text{ g} \end{aligned}$$

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

LAMPIRAN C

ANALISIS pH dan TSS

1. Analisis pH

Alat dan Bahan

1. Larutan buffer pH 4,01 (25^oc)
2. Larutan buffer pH 6,86 (25^oc)
3. Larutan buffer pH 9,18 (25^oc)
4. pH meter

Prosedur Percobaan

1. Kalibrasi pH meter dengan menggunakan Larutan buffer dengan pH 4,01; 6,86; dan 9,18. Sesuaikan suhu pengukuran antara suhu pada pH meter dengan suhu sampel pada saat itu
2. Setelah di kalibrasi, masukkan pH meter kedalam larutan yang akan diukur pHnya, tunggu hingga pH meter menunjukkan angka yang stabil.
3. Setiap penggunaan pH meter pada larutan yang berbeda, hendaknya dicuci terlebih dahulu dengan aquades.

2. Analisis TSS

Alat dan Bahan

1. Furnace dengan suhu 550^oC
2. Oven dengan suhu 105^oC
3. Cawan Porselen 50 mL
4. Timbangan Analitis
5. Desikator
6. Cawan Petridis
7. Kertas Saring
8. Vacuum Filter

Prosedur Percobaan

1. Cawan porselin dibakar dengan suhu 550^oC selama 1 jam, setelah itu masukkan kedalam oven 105^oC
2. Masukkan kertas saring ke oven 105^oC selama 1 jam
3. Cawan dan kertas saring diatas didinginkan dalam desikator selama 15 menit
4. Timbang cawan dan kertas saring dengan timbangan analitis (e mg)

5. Letakkan kertas saring yangtelag Letakkan kertas saring yang telah ditimbang pada vacum filter.
6. Tuangkan 25 mL sampel di atas filter yang telah dipasang pada vacum filter, volume sampel yang digunakan ini tergantung dari kepekatannya, catat volume sampel (g mL).
7. Saring sampel sampai kering atau airnya habis.
8. Letakkan kertas saring pada cawan petridis dan masukkan ke oven 105°C selama 1 jam.
9. Dinginkan di dalam desikator selama 15 menit.
10. Timbang dengan timbangan analitis (f mg).
11. Hitung jumLah Zat Padat Tersuspensi dengan rumus berikut:

$$\text{Zat Padat Total Tersuspensi (mg/L)} = \frac{(f-e)}{g} \times 1000$$

Keterangan :

- e = cawan kosong setelah di furnace 550°C dan dioven 105°C
- f = cawan dan residu setelah dioven 105°C
- g = volume sampel (mL)

LAMPIRAN D
HASIL PENELITIAN

A. Konsentrasi Fosfat

1. Konsentrasi Fosfat Percobaan 1

No	td	Tanpa Seed			Silika			Pasir		
		0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024
1	0	9232,82	9688,30	9607,51	9815,04	8302,44	8747,15	8491,46	8669,76	8878,05
2	5	8774,81	9732,03	9397,58	7457,32	5595,12	7736,99	6881,71	4418,54	8735,77
3	10	8323,16	9775,76	8619,12	6166,67	5180,49	7708,54	6613,41	4213,66	8593,50
4	15	8100,51	9402,04	8912,13	3412,60	4375,61	7260,37	6915,24	4008,78	8735,77
5	20	8297,71	7620,87	9205,15	3290,65	4326,83	6812,20	7217,07	4119,76	8695,12
6	25	8291,35	6356,55	9117,68	3260,16	3680,49	6655,69	7105,28	4230,73	7373,98
7	30	8215,01	6444,02	8654,10	3229,67	3534,15	6499,19	6993,50	2318,54	6967,48
8	35	8189,57	5982,82	8566,63	3194,11	3058,54	5930,08	4958,94	2181,95	6560,98
9	40	8405,85	5529,58	8479,17	3158,54	2253,66	4962,60	2924,39	2557,56	6621,95
10	45	7337,15	5076,34	8208,02	2599,59	2180,49	3923,98	2007,72	2181,95	4955,28
11	50	7273,54	4897,42	5859,49	1573,17	1960,98	3383,33	1940,65	1960,00	4630,08
12	55	6338,42	4718,51	5533,68	1369,92	1912,20	3098,78	1694,72	1925,85	3939,02
13	60	4245,55	4807,97	5207,86	1166,67	1656,10	2657,72	1381,71	1994,15	3268,29

2. Konsentrasi Fosfat Percobaan 2

No	td	Tanpa Seed			Silika			Pasir		
		0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024
1	0	8572,26	8297,07	8528,04	8605,27	8649,88	8584,84	8564,93	8424,00	8350,24
2	5	7995,12	6297,07	8234,39	4582,15	4731,59	7985,68	5991,15	7150,56	6250,46
3	10	6360,98	5088,13	8066,60	3412,46	3966,04	7840,25	3606,99	5200,42	3378,29
4	15	4350,98	4876,75	7592,68	3215,34	3719,09	6746,64	2269,93	3953,27	3237,80
5	20	4263,41	4538,54	7891,99	2804,81	2800,45	4433,04	2313,76	2400,36	3578,05
6	25	4175,85	4337,72	7692,45	2172,51	2889,02	3877,19	2365,54	2551,54	3567,07
7	30	4078,29	4348,29	7467,96	1145,82	2547,56	3683,17	2310,30	2489,95	3567,07
8	35	4100,31	4348,29	7031,46	1173,14	2328,05	3506,62	2338,40	2416,91	3381,29
9	40	4190,15	4310,87	7418,07	1231,19	2280,20	3515,24	2273,92	2293,33	3510,43
10	45	4287,80	4258,55	6023,46	1258,51	2218,29	3416,13	2242,05	2091,71	3663,34
11	50	4297,65	4100,67	5015,48	1334,44	2243,56	3355,80	2130,50	2208,78	3717,99
12	55	4300,53	4360,11	4180,85	1364,90	2261,85	2752,55	2142,46	2208,78	3849,70
13	60	4336,59	4416,07	4200,14	1423,22	2267,95	2731,01	2257,98	2254,31	3750,91
14	65	4214,63	4254,42	4455,89	1360,18	2335,02	2463,85	2210,18	2301,18	3037,50
15	70	4043,90	4422,29	4545,40	1348,10	2024,05	2674,99	2261,97	2400,13	2558,94

3. Konsentrasi Fosfat Rata Rata

No	td	Tanpa Seed			Silika			Pasir		
		0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024
1	0	8902,54	8992,68	9067,77	9210,16	8476,16	8666,00	8528,20	8546,88	8614,15
2	5	8384,97	8014,55	8815,98	6019,73	5163,35	7861,33	6436,43	5784,55	7493,12
3	10	7342,07	7431,95	8342,86	4789,56	4573,26	7774,39	5110,20	4707,04	5985,89
4	15	6225,74	7139,39	8252,41	3313,97	4047,35	7003,50	4592,59	3981,02	5986,79
5	20	6280,56	6079,70	8548,57	3047,73	3563,64	5622,62	4765,41	3260,06	6136,59
6	25	6233,60	5347,14	8405,07	2716,34	3284,76	5266,44	4735,41	3391,14	5470,53
7	30	6146,65	5396,16	8061,03	2187,75	3040,85	5091,18	4651,90	2404,25	5267,28
8	35	6144,94	5165,56	7799,05	2183,62	2693,29	4718,35	3648,67	2299,43	4971,13
9	40	6298,00	4920,23	7948,62	2194,86	2266,93	4238,92	2599,15	2425,45	5066,19
10	45	5812,48	4667,44	7115,74	1929,05	2199,39	3670,06	2124,89	2136,83	4309,31
11	50	5785,59	4499,05	5437,49	1453,80	2102,27	3369,57	2035,58	2084,39	4174,03
12	55	5319,48	4539,31	4857,26	1367,41	2087,02	2925,67	1918,59	2067,32	3894,36
13	60	4291,07	4612,02	4704,00	1294,94	1962,02	2694,37	1819,85	2124,23	3509,60
14	65	4214,63	4254,42	4455,89	1360,18	2335,02	2463,85	2210,18	2301,18	3037,50
15	70	4043,90	4422,29	4545,40	1348,10	2024,05	2674,99	2261,97	2400,13	2558,94
Removal Efisiensi		55%	51%	50%	85%	76%	69%	73%	72%	70%

B. Konsentrasi Amonium

1. Konsentrasi Amonium Percobaan 1

No	td	Tanpa Seed			Silika			Pasir		
		0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024
1	0	2247,46	2558,31	2375,74	2182,22	2238,73	2258,45	2462,60	2114,46	2430,49
2	5	2243,24	2561,25	2344,92	2021,76	1646,99	2200,92	2280,50	2028,99	2356,53
3	10	2239,01	2564,18	2314,10	1861,30	1055,26	2143,39	2098,40	1943,52	2282,56
4	15	2157,29	2386,60	2283,29	1822,17	1034,13	1962,59	1993,79	1838,32	2208,59
5	20	2075,58	2209,02	2252,47	1783,03	1012,99	1781,78	1889,18	1733,12	2134,63
6	25	1978,37	2357,25	2248,06	1563,87	956,64	1761,23	1776,82	1726,55	2055,18
7	30	1881,15	2505,48	2243,66	1344,71	900,28	1740,69	1664,46	1719,97	1975,74
8	35	1831,84	2383,67	2221,65	1372,10	903,80	1711,92	1532,73	1713,40	1896,29
9	40	1782,53	2261,86	2199,63	1399,50	907,33	1683,16	1401,00	1706,83	1816,84
10	45	1759,99	2244,25	2146,80	1246,87	907,33	1580,42	1517,24	1621,35	1720,96
11	50	1737,45	2226,64	2093,97	1094,24	907,33	1477,69	1633,47	1535,88	1625,08
12	55	1376,77	2203,15	1803,38	1015,97	875,63	1440,71	1462,99	1410,96	1529,20
13	60	1016,09	2179,67	1512,80	937,70	843,93	1403,73	1292,52	1286,04	1433,31

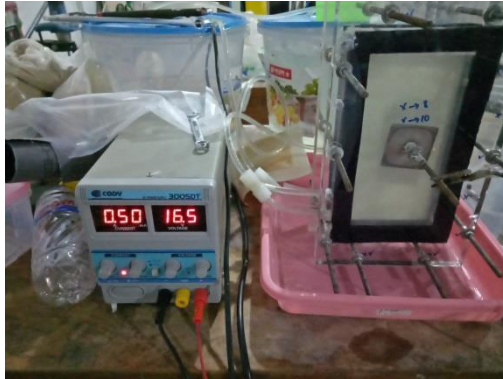
2. Konsentrasi Amonium Percobaan 2

No	td	Tanpa Seed			Silika			Pasir		
		0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024
1	0	2007,89	2082,00	2002,16	2073,11	2013,31	2032,42	2070,07	2139,80	2091,33
2	5	1959,26	2089,18	1882,81	1994,83	1988,65	1785,86	1915,09	1955,71	2080,38
3	10	1910,64	2096,37	1763,45	1916,56	1963,99	1539,31	1760,11	1771,61	2069,42
4	15	1899,05	1888,17	1856,39	1716,97	1629,38	1531,09	1806,61	1705,87	2058,46
5	20	1887,46	1679,98	1949,33	1517,38	1294,77	1522,87	1853,10	1640,12	2047,50
6	25	1848,02	1882,30	1905,32	1396,06	1252,50	1580,40	1667,79	1705,87	1954,36
7	30	1808,57	2084,63	1861,32	1274,73	1210,24	1637,93	1482,48	1771,61	1861,21
8	35	1656,41	1885,97	1751,23	1302,13	1203,19	1399,59	1441,46	1600,67	1768,07
9	40	1504,25	1687,32	1641,13	1329,52	1196,15	1161,26	1400,44	1429,72	1674,93
10	45	1498,61	1615,30	1610,31	1286,47	1178,54	1177,69	1333,91	1311,38	1576,31
11	50	1492,97	1543,28	1579,49	1243,43	1160,93	1194,13	1267,38	1193,03	1477,68
12	55	1362,20	1443,25	1407,02	1165,15	1139,79	1189,50	1182,87	1162,78	1379,06
13	60	1231,43	1343,21	1234,54	1086,88	1118,66	1184,87	1098,36	1132,54	1280,44
14	65	1157,55	1262,62	1160,47	1021,67	1051,54	1113,78	1032,46	1064,59	1203,61
15	70	1083,66	1182,03	1086,40	956,46	984,42	1042,69	966,55	996,64	1126,79

3. Konsentrasi Amonium Percobaan Rata Rata

No	td	Tanpa Seed			Silika			Pasir		
		0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024	0,014	0,019	0,024
1	0	2127,68	2320,15	2188,95	2127,66	2126,02	2145,44	2266,34	2127,13	2260,91
2	5	2101,25	2325,22	2113,86	2008,30	1817,82	1993,39	2097,80	1992,35	2218,45
3	10	2074,83	2330,28	2038,78	1888,93	1509,63	1841,35	1929,26	1857,57	2175,99
4	15	2028,17	2137,39	2069,84	1769,57	1331,75	1746,84	1900,20	1772,09	2133,53
5	20	1981,52	1944,50	2100,90	1650,20	1153,88	1652,32	1871,14	1686,62	2091,06
6	25	1913,19	2119,78	2076,69	1479,96	1104,57	1670,82	1722,31	1716,21	2004,77
7	30	1844,86	2295,05	2052,49	1309,72	1055,26	1689,31	1573,47	1745,79	1918,48
8	35	1744,12	2134,82	1986,44	1337,12	1053,50	1555,76	1487,10	1657,03	1832,18
9	40	1643,39	1974,59	1920,38	1364,51	1051,74	1422,21	1400,72	1568,27	1745,89
10	45	1629,30	1929,77	1878,56	1266,67	1042,93	1379,06	1425,57	1466,36	1648,63
11	50	1615,21	1884,96	1836,73	1168,83	1034,13	1335,91	1450,43	1364,45	1551,38
12	55	1369,49	1823,20	1605,20	1090,56	1007,71	1315,10	1322,93	1286,87	1454,13
13	60	1123,76	1761,44	1373,67	1012,29	981,29	1294,30	1195,44	1209,29	1356,88
14	65	1157,55	1262,62	1160,47	1021,67	1051,54	1113,78	1032,46	1064,59	1203,61
15	70	1083,66	1182,03	1086,40	956,46	984,42	1042,69	966,55	996,64	1126,79
Removal Efisiensi		49%	49%	50%	55%	54%	51%	57%	53%	50%

LAMPIRAN E DOKUMENTASI PENELITIAN



Gambar 1. Proses Elektrodialisis



Gambar 2. Proses Pemberian Reagen untuk Analisis Sampel



Gambar 3. Proses Analisis dengan Menggunakan Spektrofotometri



Gambar 4. Proses Analisis TSS

LAMPIRAN F

PROSEDUR PENGGUNAAN APLIKASI *MATCH!*

Langkah-langkah yang dilakukan pada penggunaan aplikasi *Match!* ialah sebagai berikut:

1. Buka aplikasi *Match!*, tekan ctrl+o untuk membuka file hasil analisis XRD. Pilih file dengan ekstensi .xy dan tekan "OK"
2. Setelah grafik muncul, tekan tombol "*Substract Background*", "*Strip K-Alpha 2*" dan "*Smooth Raw Data*". Hal ini bertujuan untuk menghilangkan sinyal, background dan memperhalus grafik yang ditampilkan. Setelah grafik rapih, maka *noise* yang ada dapat diminimalisir
3. Ketik nama zat yang akan dianalisis dengan mengetiknya pada kolom search dan klik 2 kali pada zat yang dituju. Setelah zat masuk dalam kolom "*Restrains*" klik "*Run Phase Identification*" pada kolom menu
4. Ulangi tahap 3 untuk menganalisis semua zat yang terkandung.
5. Untuk mendapatkan data profil sinyal sampel, pilih menu "*Export*" dan "*Profile Data (Calculated)*". Sementara untuk mendapatkan data *peak* klik kolom *peak list* dan klik kanan > save as
6. Plotkan data yang didapat dengan menggunakan aplikasi SigmaPlot

“Halaman Ini Sengaja Dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Yahdini Fitri Rajabi Bachtiar. Penulis lahir dikota Malang, Jawa Timur pada tanggal 27 Nopember 1996. Penulis telah selesai menempuh pendidikan di MI AL Huda, Mtsn Malang 1, SMAN 10 Malang. Pada tahun 2014 penulis melanjutkan S1 di Departemen Teknik Lingkungan ITS dengan nomor registrasi pokok 03211440000068. Selama berkuliah di ITS penulis aktif mengikuti beberapa organisasi yaitu Himpunan Mahasiswa Teknik Lingkungan (HMTL) ITS, Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) ITS serta Kepemanduan di ITS. Selain itu penulis juga mengikuti beberapa lomba karya tulis seperti Pekan Keilmiah Remaja (PKM). Bagi pembaca yang ingin menyampaikan kritik, saran dan berdiskusi dapat menghubungi penulis melalui email yahdnfitri@gmail.com.