



TESIS - RE 142541

**PENYISIHAN DAN *RECOVERY* FOSFAT DARI AIR
LIMBAH RUMAH SAKIT DENGAN PROSES
KRISTALISASI**

ANITA DWI ANGGRAINY

3313201002

DOSEN PEMBIMBING

Prof. Ir. Joni Hermana, MScES., PhD

**PROGRAM MAGISTER
JURUSAN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL DAN PERENCANAAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**



THESIS - RE 142541

***PHOSPHATE REMOVAL AND RECOVERY FROM
HOSPITAL WASTEWATER BY
CRYSTALLIZATION PROCESS***

ANITA DWI ANGGRAINY

3313201002

SUPERVISOR

Prof. Ir. Joni Hermana, MScES., PhD

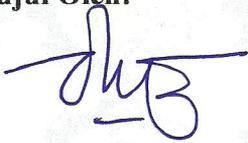
MASTER PROGRAM
DEPARTMENT OF ENVIRONMENTAL ENGINEERING
FACULTY OF CIVIL ENGINEERING AND PLANNING
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (MT)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh:
ANITA DWI ANGGRAINY
Nrp. 3313 201 002

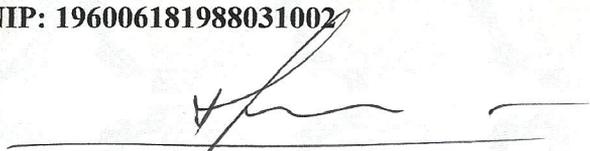
Tanggal Ujian : 12 Januari 2015
Periode Wisuda : Maret 2015

Disetujui Oleh:



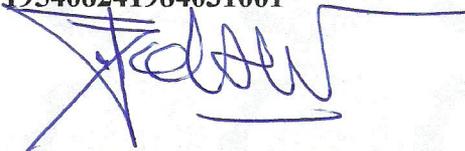
1. Prof. Ir. Joni Hermana, MScES., PhD
NIP: 196006181988031002

(Pembimbing)



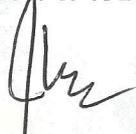
2. Prof. Dr. Ir. Sarwoko Mangkoedihardjo, MScES
NIP: 195408241984031001

(Penguji)



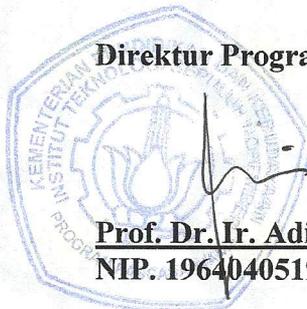
3. Ir. Eddy Setiadi Soedjono, Dipl, SE., MSc., PhD
NIP: 196003081989031001

(Penguji)



4. Ipung Fitri Purwanti, ST., MT., PhD
NIP: 197111142003122001

(Penguji)



Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, MT.
NIP. 196404051990021001

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbilalamin, puji syukur kehadiran Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya Tesis ini dapat terselesaikan dengan baik. Dalam penyusunannya, laporan ini tidak luput dari bantuan, saran, masukan, dan bimbingan dari banyak pihak terkait. Oleh karena itu, ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya diberikan kepada:

1. Bapak Prof. Ir. Joni Hermana, MScES, PhD, sebagai dosen pembimbing Tesis
2. Ibu IDAA Warmadewanthi, ST., MT., PhD, dan Bapak Ir. Agus Slamet, MSc yang telah memberikan saran dan masukan pada proses penelitian dan penyusunan Tesis
3. Bapak Ir. Eddy S. Soedjono, Dipl.SE., MSc., PhD., selaku ketua Jurusan Teknik Lingkungan ITS dan dosen penguji Tesis
4. Ibu Ipung Fitri Purwanti, ST. MT., PhD, selaku koordinator Tesis dan dosen penguji Tesis
5. Ibu Prof. Dr. Ir. Nieke Karnaningroem, MSc, selaku dosen penguji proposal tesis
6. Bapak Prof. Dr. Ir. Sarwoko Mangkoedihardjo, MScES, selaku dosen penguji tesis
7. Aria, Ibu Rasuna, dan seluruh teman-teman S2 angkatan 2013 atas bantuan dan dukungannya
8. Semua pihak yang telah membantu proses penelitian dan penyusunan Tesis

Terima kasih pula untuk *Papa, Mama, Ibu, Bapak*, dan *dik Winda* yang telah memberikan semangat dan do'a selama proses penyusunan tesis. *Finally, special thanks dedicated to my lovely husband for his caring and endless support to keep me sane during this research.* Akhir kata, semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca lainnya.

Surabaya, Januari 2015
Penulis

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

PHOSPHATE REMOVAL AND RECOVERY FROM HOSPITAL WASTEWATER BY CRYSTALLIZATION PROCESS

By : Anita Dwi Anggrainy
Student Identity Number : 3313 201 002
Supervisor : Prof. Ir. Joni Hermana, MScES., PhD

ABSTRACT

Phosphate contained in hospital wastewater can be derived from wastewater containing detergent, soap, kitchen waste, and urine. In general, phosphate is scarcely removed by conventional wastewater treatment. This results in an increased concentration of phosphate above the regulated standard, which leads to eutrophication. On the other hand, phosphate is a main nutrient that is lacking of availability and thus it needs to be maintained sustainably. In order to minimize eutrophication as well as to keep phosphate available adequately, crystallization technology can be an alternative option for phosphate recovery. Crystallization can remove dissolved phosphate from wastewater and recover it as raw material for industrial purposes. The objective of this research was to determine the extent of phosphate removal and recovery from hospital wastewater by crystallization process. All experiments were done in batch system within laboratory scale. Research variables consists of pH (7; 7,5; 8; 8,5; 9), wastewater types (real and synthetic), and mixing intensities (100 rpm and 150 rpm). The result shows that pH 9 have the highest percentage of phosphate removal, i.e. 78% and 84%, applying 100 rpm and 150 rpm of mixing intensity, respectively. Precursor ions (CO_3^{2-} atau HCO_3^-) contained in the real wastewater influence crystallization process by hindering nucleation so that reducing the percentage of phosphate removal. In addition, precipitate crystal product was validated using XRD and SEM method. It is confirmed that the recovered crystal from both types of wastewater were dominated by tetracalcium phosphate ($\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$) and monetite (CaHPO_4).

Keywords: *crystallization, hospital wastewater, phosphate, recovery, removal*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

PENYISIHAN DAN *RECOVERY* FOSFAT DARI AIR LIMBAH RUMAH SAKIT DENGAN PROSES KRISTALISASI

Nama Mahasiswa : Anita Dwi Anggrainy

NRP : 3313 201 002

Dosen Pembimbing : Prof. Ir. Joni Hermana, MScES., PhD

ABSTRAK

Kandungan fosfat dalam air limbah Rumah Sakit dapat berasal dari buangan deterjen, sabun, sisa-sisa makanan, dan urin. Pada umumnya, fosfat sulit dihilangkan dengan teknologi pengolahan konvensional. Hal ini berakibat pada meningkatnya konsentrasi fosfat di atas baku mutu yang disyaratkan, yang berdampak pada terjadinya eutrofikasi. Di sisi lain, fosfat merupakan salah satu nutrisi penting yang jumlahnya sangat terbatas dan harus dijaga ketersediaannya. Oleh karena itu untuk menghindari terjadinya eutrofikasi dan menjaga ketersediaan fosfat, teknologi kristalisasi dapat menjadi alternatif pilihan untuk *recovery* fosfat. Kristalisasi dapat berfungsi untuk menyisahkan kandungan fosfat terlarut dalam air limbah, sekaligus mengubahnya menjadi bentuk padatan yang dapat digunakan kembali sebagai bahan baku industri. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui seberapa besar penyisihan dan *recovery* fosfat dari air limbah rumah sakit dapat dilakukan dengan proses kristalisasi. Eksperimen dilakukan dengan menggunakan sistem batch pada skala laboratorium. Variabel penelitian yang digunakan, antara lain pH (7; 7,5; 8; 8,5 dan 9), jenis air limbah (asli dan buatan), dan kecepatan pengadukan (100 rpm dan 150 rpm). Parameter yang dianalisa antara lain PO_4 , Ca^{2+} , dan Mg^{2+} terlarut. Hasil analisa menunjukkan bahwa persentase penyisihan fosfat tertinggi adalah pada pH 9, yaitu 78% (pada kecepatan 100 rpm) dan 84% (pada kecepatan 150 rpm). Selain itu, ion-ion *precursor* seperti CO_3^{2-} atau HCO_3^- yang terdapat dalam air limbah asli akan berdampak pada terhambatnya pembentukan nukleus dan penurunan persentase penyisihan fosfat. Berdasarkan hasil validasi presipitat dengan metode *X-Ray Powder Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), diketahui bahwa jenis kristal yang dominan terbentuk adalah *tetracalcium phosphate* ($\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$) dan *monetite* (CaHPO_4).

Kata kunci: air limbah rumah sakit, fosfat, kristalisasi, penyisihan, *recovery*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	i
ABSTRAK	iii
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Ruang Lingkup	3
1.5. Manfaat	4
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA	5
2.1. Fosfat	5
2.1.1. Produksi dan Penggunaan Fosfat	6
2.1.2. Ketersediaan Fosfat	7
2.2. Sumber dan Dampak Fosfat di Badan Air	8
2.3. Fosfat Dalam Air Limbah Rumah Sakit	8
2.4. Penyisihan dan <i>Recovery</i> Fosfat Dari Air Limbah	9
2.5. Kristalisasi	11
2.5.1. Proses Kristalisasi	12
2.5.2. Periode/Waktu Induksi	16
2.5.3. Parameter Yang Mempengaruhi Proses Kristalisasi	16
2.6. Presipitasi Kimia Fosfat	17
2.6.1. Kalsium Fosfat	17
2.6.2. Magnesium Ammonium Fosfat (<i>Struvite</i>)	19
2.7. Penelitian-Penelitian Terdahulu	20
2.8. Software dan Metode Untuk Analisa Data	21
2.8.1. Visual Minteq, versi 3.1	21

2.8.2.	<i>X-Ray Powder Diffraction (XRD) dan Match (versi 1.1)</i>	21
2.8.3.	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM) – Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX)</i>	22
BAB 3 METODE PENELITIAN		23
3.1.	Rancangan dan Kerangka Penelitian	23
3.2.	Langkah Kerja Penelitian	23
3.2.1.	Ide Penelitian	23
3.2.2.	Rumusan Masalah	25
3.2.3.	Studi Literatur	25
3.2.4.	Persiapan Alat dan Bahan	25
3.2.5.	Mekanisme Penelitian	26
3.2.6.	Pengambilan Sampel	28
3.2.7.	Monitoring dan Analisa	29
3.2.8.	Pembahasan	31
3.3.	Kesimpulan dan Saran	31
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN		33
4.1.	Karakteristik Air Limbah	33
4.2.	Penelitian Pendahuluan	34
4.2.1.	pH	34
4.2.2.	<i>Seed Material</i>	37
4.2.3.	Penyisihan Fosfat	38
4.3.	Penelitian Utama	39
4.3.1.	Proses Kristalisasi	40
4.3.2.	Tingkat Supersaturasi	43
4.4.	Penyisihan Fosfat Pada Penelitian Utama	45
4.4.1.	Pengaruh Kecepatan Pengadukan	45
4.4.2.	Pengaruh pH	47
4.4.3.	Pengaruh Ion-Ion <i>Precursors</i>	49
4.5.	Presipitat Yang Terbentuk	51
4.5.1.	Pengaruh pH Terhadap Berat Massa Presipitat	52
4.5.2.	Pengaruh Ion <i>Precursor</i> Terhadap Presipitat	53
4.6.	Identifikasi Struktur Presipitat	55

4.7. Kelebihan dan Kekurangan Proses Kristalisasi Untuk <i>Recovery</i> Fosfat...	61
4.8. Kristalisasi Sebagai Alternatif Penyisihan Fosfat	63
4.9. Analisa Statistik.....	65
4.9.1. Uji Normalitas.....	65
4.9.2. Uji ANOVA Two-Way.....	67
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	69
5.1. Kesimpulan.....	69
5.2. Saran.....	70
DAFTAR PUSTAKA	xv
LAMPIRAN A – PROSEDUR ANALISA LABORATORIUM	L.A-1
LAMPIRAN B – HASIL ANALISA.....	L.B-1
LAMPIRAN C– IDENTIFIKASI STRUKTUR KRISTAL	L.C-1
LAMPIRAN D – BERITA ACARA SIDANG.....	L.D-1

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Siklus Fosfat Organik dan Anorganik.....	5
Gambar 2.2. Produksi Tambang Fosfat Di Seluruh Dunia Tahun 2001-2013.....	6
Gambar 2.3. Penurunan Ketersediaan Mineral Fosfat	7
Gambar 2.4. Teknologi Penyisihan Fosfat Dengan Proses Kristalisasi.....	12
Gambar 2.5. Fase Larutan Selama Proses Kristalisasi.....	13
Gambar 2.6. Proses Nukleasi	15
Gambar 2.7. SEM Kristal Kalsium Fosfat	18
Gambar 2.8. Kristal <i>Struvite</i>	20
Gambar 3.1. Kerangka Penelitian	24
Gambar 3.2. Ilustrasi Prosedur Penelitian.....	28
Gambar 3.3. Ilustrasi Aplikasi Software Data Logger.....	29
Gambar 3.4. Ilustrasi Peralatan SEM dan XRD.....	30
Gambar 4.1. Perubahan Nilai pH Dalam Penelitian Pendahuluan.....	35
Gambar 4.2. Penyisihan Fosfat Dalam Penelitian Pendahuluan.....	39
Gambar 4.3. Diagram Alir Proses Kristalisasi.....	40
Gambar 4.4. Perubahan Tingkat Kekeruhan Larutan Selama Proses Pengadukan	41
Gambar 4.5. Perubahan Tingkat Kekeruhan Larutan Setelah Proses Pengadukan	42
Gambar 4.6. Efisiensi Penyisihan $PO_4 - P$	46
Gambar 4.7. Penyisihan Fosfat Pada Air Limbah Asli Dengan Kecepatan 150 rpm.....	48
Gambar 4.8. Penyisihan Fosfat Pada Air Limbah Buatan Dengan Kecepatan 150 rpm.....	48
Gambar 4.9. Penyisihan Fosfat Pada Air Limbah Buatan dan Air Limbah Asli Pada Kecepatan 150 rpm.....	50
Gambar 4.10. Kristal Fosfat pH 9 Dari (a) Air Limbah Buatan, (b) Air Limbah Asli	52
Gambar 4.11. Penyisihan Ca^{2+} vs $PO_4 - P$ Pada Air Limbah Asli	54
Gambar 4.12. Penyisihan Mg^{2+} vs $PO_4 - P$ Pada Air Limbah Asli.....	54
Gambar 4.13. Gambar SEM dan XRD Presipitat	56
Gambar 4.14. Spesies Fosfat Anorganik Berdasarkan Nilai pH.....	58

Gambar 4.15. Grafik EDX.....	61
Gambar 4.16. Kurva Distribusi Normal Sampel Air Limbah Rumah Sakit.....	66

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Konsentrasi Fosfat Pada Effluen Air Limbah Rumah Sakit.....	9
Tabel 2.2. Perbandingan Teknologi Penyisihan Fosfat	10
Tabel 2.3. Teknologi <i>Recovery</i> Fosfat dengan Proses Kristalisasi.....	11
Tabel 2.4. Prinsip, Kelebihan dan Kekurangan Teknologi Kristalisasi Fosfat.....	12
Tabel 2.5. Contoh Reaksi Kimia antara Kalsium dan Fosfat	18
Tabel 2.6. Rasio Ca/P dan Nilai Kelarutan Senyawa Fosfat pada Suhu 25°C.....	18
Tabel 2.7. Kelarutan Fase Magnesium Fosfat	20
Tabel 2.8. Beberapa Penelitian Tentang Kristalisasi Fosfat.....	21
Tabel 3.1. Desain Eksperimen Penelitian Pendahuluan	26
Tabel 3.2. Desain Eksperimen Penelitian Utama	28
Tabel 4.1. Karakteristik Air Limbah Rumah Sakit.....	33
Tabel 4.2. Indeks Supersaturasi Produk Pada Air Limbah Asli	44
Tabel 4.3. Indeks Supersaturasi Produk Pada Air Limbah Buatan	45
Tabel 4.4. Berat Massa Presipitat Dari Air Limbah Asli dan Buatan	53
Tabel 4.5. Jenis Kristal Fosfat Dari Proses <i>Recovery</i> Air Limbah (sesuai Software Match, versi 1.10).....	57
Tabel 4.6. Kelebihan dan Kekurangan Proses Kristalisasi Berdasarkan pH	62

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Ditinjau berdasarkan beberapa parameter yang ada dalam air limbah Rumah Sakit, fosfat merupakan salah satu parameter yang konsentrasinya seringkali melebihi baku mutu yang disyaratkan. Kandungan fosfat yang ada dalam air limbah Rumah Sakit pada umumnya berasal dari buangan manusia (urin) sebesar 50-80%, buangan dapur, serta penggunaan deterjen dari aktivitas laundry. Berdasarkan beberapa data terdahulu, konsentrasi fosfat yang terdapat air limbah Rumah Sakit bervariasi antara 1,3 – 21,9 mg/L (Merdekawati dan Sulistyorini, 2007; Khusnuryani, 2014). Tingginya konsentrasi fosfat tersebut, terjadi akibat tidak optimalnya proses pengolahan air limbah. Dengan makin tingginya konsentrasi fosfat dalam air limbah, maka potensi terjadinya proses eutrofikasi di badan air akan semakin meningkat pula.

Lebih dari itu, fosfat merupakan salah satu nutrisi yang sangat penting untuk kebutuhan hidup tanaman, hewan, dan manusia (seperti untuk bahan baku pembuatan pupuk, deterjen, makanan ternak, dan lain sebagainya). Oleh karena itu, fosfat menjadi suatu mineral yang tidak tergantikan. Dengan semakin meningkatnya kebutuhan fosfat akibat pertumbuhan populasi penduduk, maka secara perlahan ketersediaan sumber mineral fosfat di alam akan makin berkurang. Salah satu strategi untuk menjaga keberlangsungan fosfat adalah dengan *recovery* fosfat dari air limbah. Melalui proses tersebut, potensi terjadinya proses eutrofikasi di badan air tidak hanya dapat diminimalkan, namun produk *recovery*-nya dapat digunakan kembali untuk kebutuhan industri fosfat.

Teknologi penyisihan dan *recovery* fosfat dari air limbah cukup bervariasi, mulai dari adsorpsi, kristalisasi, hingga pertukaran ion. Namun dari beberapa teknologi tersebut, kristalisasi merupakan teknologi yang paling layak dikembangkan (Ronteltap, 2009). Dengan menggunakan teknologi kristalisasi,

maka produk hasil *recovery* fosfat menjadi lebih mudah ditangani, disimpan, dikirim, ataupun digunakan kembali untuk bahan baku industri fosfat.

Penelitian terdahulu tentang mekanisme penyisihan dan *recovery* fosfat dengan proses kristalisasi telah banyak dilakukan (Ueno dan Fujii, 2001; Song *et al.*, 2002b; Adnan *et al.*, 2003). Hasil dari penelitian-penelitian tersebut menunjukkan bahwa fosfat dapat disisihkan dan diambil kembali dalam bentuk lain (*recovery*) menjadi *octacalcium phosphate*, *tricalcium phosphate*, *hydroxyapatite*, *struvite*, atau jenis senyawa fosfat lainnya yang berguna untuk bahan baku pembuatan pupuk ataupun bahan baku industri fosfat lainnya.

Dalam proses kristalisasi, presipitasi selalu diikuti oleh terjadinya penurunan pH akibat terlepasnya ion H^+ (Mekmene *et al.*, 2009). Oleh karena itu, selama proses pengadukan diperlukan penambahan NaOH untuk mempertahankan nilai pH dan menjaga tingkat supersaturasi larutan. Proses kristalisasi sangat dipengaruhi oleh pH, tingkat supersaturasi, kecepatan pengadukan, temperatur, dan adanya ion-ion *precursor* (Myerson, 2002).

Dalam penelitian ini, kajian hanya dilakukan pada pH, tingkat supersaturasi, kecepatan pengadukan, dan ion-ion *precursor* yang terdapat dalam air limbah. Temperatur tidak dilakukan kajian, karena pada lingkungan tropis temperatur cenderung konstan antara 24 - 33°C. Berdasarkan penelitian terdahulu, peningkatan kecepatan dan waktu pengadukan akan meningkatkan efisiensi penyisihan fosfat dalam air limbah (Kim *et al.*, 2009). Sedangkan melalui peningkatan pH, maka tingkat supersaturasi akan menjadi lebih tinggi, pembentukan nukleus lebih cepat terjadi, dan penyisihan fosfat menjadi lebih besar (Ariyanto *et al.*, 2014).

Penelitian ini dilakukan sebagai upaya mengurangi kandungan fosfat yang masuk ke dalam badan air, dengan produk hasil *recovery* yang dapat dimanfaatkan untuk keperluan lain. Kajian dalam penelitian ini meliputi beberapa faktor yang mempengaruhi proses kristalisasi, seperti pH, kecepatan pengadukan, dan ion *precursor*.

1.2. Perumusan Masalah

Perumusan masalah yang dapat diambil berdasarkan latar belakang penelitian adalah:

1. Bagaimana proses kristalisasi dapat digunakan untuk penyisihan dan *recovery* fosfat dari air limbah?
2. Bagaimana kecepatan pengadukan dan pH dapat berpengaruh terhadap efisiensi penyisihan fosfat dari air limbah? dan berapa pH optimum yang dapat digunakan untuk penyisihan fosfat?
3. Bagaimana ion-ion *precursor* yang terdapat dalam air limbah dapat mempengaruhi efisiensi penyisihan fosfat dan jenis kristal yang terbentuk?
4. Jenis-jenis kristal apa sajakah yang dapat terbentuk pada sampel dengan efisiensi penyisihan fosfat terbesar?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisis proses kristalisasi fosfat dari air limbah rumah sakit
2. Menganalisis pengaruh pH dan kecepatan pengadukan terhadap penyisihan fosfat dan menentukan pH optimum yang dapat digunakan
3. Menganalisis pengaruh ion-ion *precursor* (Ca^{2+} , Mg^{2+} , CO_3^{2-} atau HCO_3^-) terhadap efisiensi penyisihan fosfat dan jenis kristal yang terbentuk.
4. Menetapkan jenis-jenis kristal fosfat yang dapat terbentuk pada sampel dengan efisiensi penyisihan fosfat terbesar.

1.4. Ruang Lingkup

Ruang lingkup penelitian dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Penelitian dilakukan dalam skala laboratorium pada Laboratorium Pemulihan Air Jurusan Teknik Lingkungan ITS.
2. Air limbah asli diambil dari air limbah Rumah Sakit Haji Surabaya. Sedangkan, air limbah buatan dibuat dengan cara mencampurkan larutan KH_2PO_4 dan NH_4Cl .
3. Metode kristalisasi dalam penelitian ini dikaji hanya sampai pada tahap supersaturasi dan nukleasi. Hal ini dikarenakan terbatasnya waktu dan alat

pendukung penelitian, sehingga tidak memungkinkan apabila dilanjutkan ke tahap pertumbuhan kristal.

4. Penelitian dilakukan dengan menggunakan metode *jar test* sebagai replika *stirred reactor*.
5. Penelitian pendahuluan dilakukan secara *batch* dengan menggunakan air limbah buatan. Variabel yang digunakan pada penelitian pendahuluan ini antara lain jenis reagen yang ditambahkan ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan MgCl_2), pH (dengan pengontrolan dan tanpa pengontrolan), dan *seed material* (dengan penambahan dan tanpa penambahan).
6. Penelitian utama dilakukan secara *batch* dengan dua kali running eksperimen (duplo). Total waktu eksperimen yang dibutuhkan ± 45 hari.
7. Variabel penelitian utama, meliputi:
 - a. Variasi air limbah (air limbah asli dan air limbah buatan)
 - b. Variasi pH air limbah (7; 7,5; 8; 8,5 dan 9)
 - c. Variasi kecepatan pengadukan (100 rpm dan 150 rpm)
8. Sampel pada penelitian utama diambil sebanyak 6 kali dalam setiap kali eksperimen, dan dilakukan pada menit ke-10, 30, 60, 90, 120, 150.
9. Parameter yang dianalisis selama periode penelitian, antara lain:
 - a. pH
 - b. Konsentrasi $\text{PO}_4\text{-P}$, Ca^{2+} , dan Mg^{2+} terlarut

1.5. Manfaat

Manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini antara lain:

1. Memberikan informasi tentang potensi penyisihan dan *recovery* fosfat dalam air limbah rumah sakit dengan metode kristalisasi
2. Memberikan informasi mengenai faktor-faktor yang dapat berpengaruh terhadap efisiensi penyisihan fosfat dan jenis kristal yang dapat *direcovery* dari air limbah.

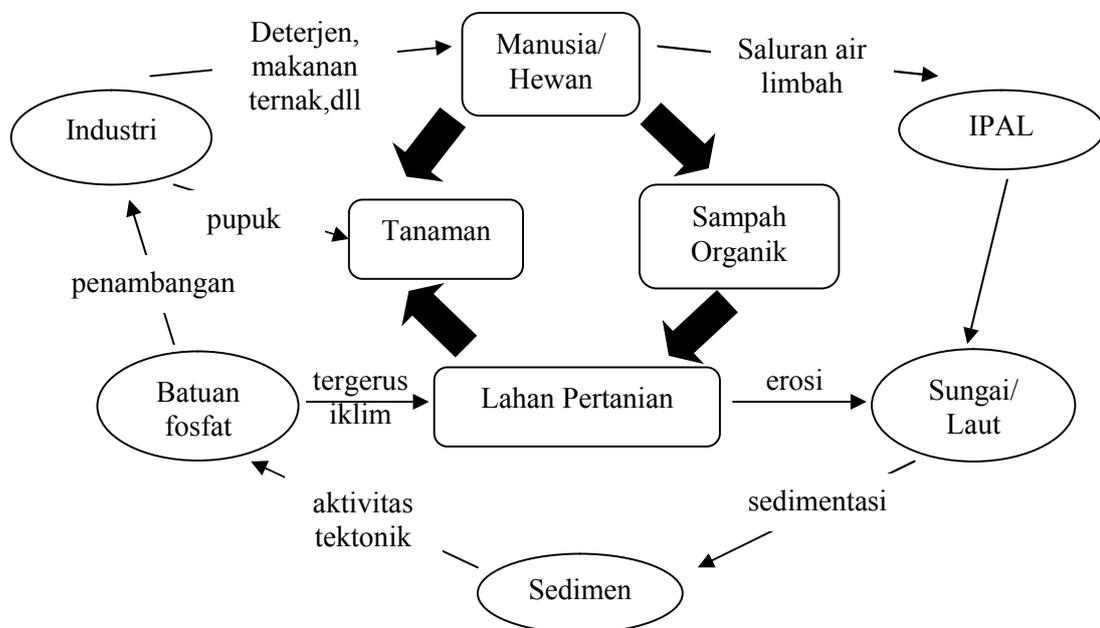
BAB 2

KAJIAN PUSTAKA

2.1. Fosfat

Fosfat adalah salah satu sumber daya alam yang jumlahnya terbatas, namun memiliki peranan yang sangat penting bagi pertumbuhan tanaman, serta pembentukan DNA manusia dan hewan. Hal ini menjadikan fosfat sebagai senyawa yang sangat dibutuhkan dan tidak tergantikan.

Gambar 2.1 menunjukkan siklus fosfat yang terjadi di alam. Siklus tersebut dibagi menjadi 2 (dua) bagian, yaitu siklus fosfat organik dan anorganik. Siklus fosfat organik mendeskripsikan proses yang terjadi dalam rantai makanan, mulai dari penyerapan fosfat dari dalam tanah oleh tanaman, dilanjutkan dengan konsumsi tanaman oleh manusia/hewan, dan diakhiri dengan penyerapan fosfat kembali ke dalam tanah dari buangan manusia/hewan. Pada umumnya, siklus fosfat organik hanya membutuhkan waktu beberapa minggu hingga 1 (satu) tahun.

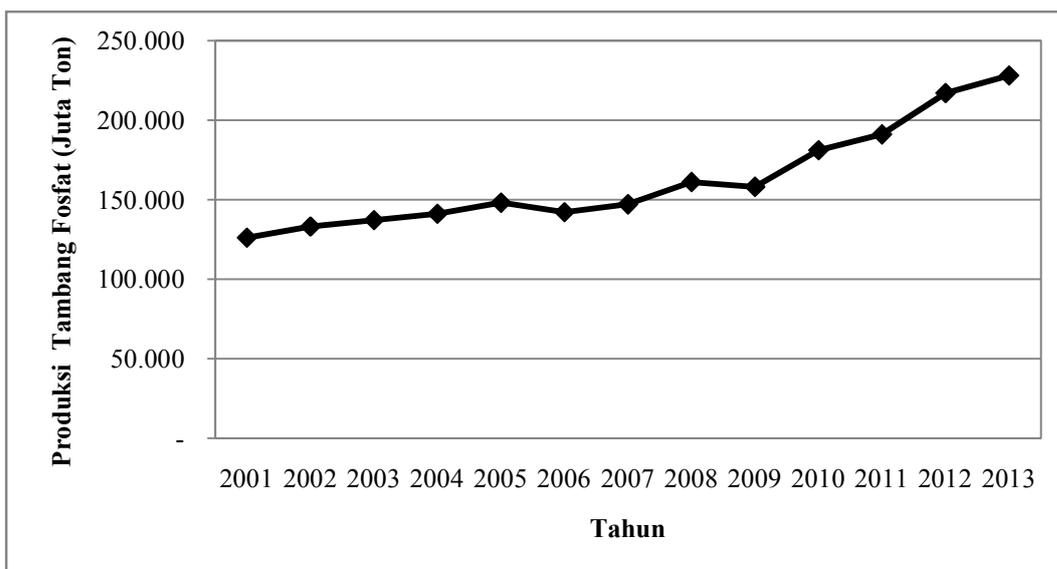


Gambar 2.1. Siklus Fosfat Organik dan Anorganik (Cornel dan Schaum, 2009)

Berbeda dengan siklus organik, siklus fosfat anorganik (seperti dari buangan pupuk, deterjen, dll) sangat kompleks dan membutuhkan waktu hingga jutaan tahun. Proses siklus anorganik dimulai dari mengalirnya fosfat anorganik ke dalam sungai akibat buangan manusia/hewan serta erosi lahan. Selanjutnya seiring waktu fosfat yang ada dalam badan air akan berubah menjadi sedimen di dasar sungai dan dasar laut. Lambat laun, sedimentasi fosfat tersebut mengeras dan membentuk struktur batuan yang siap ditambang untuk keperluan bahan baku industri fosfat. Fosfat yang telah terolah kemudian digunakan kembali untuk keperluan manusia/hewan/tumbuhan, dan pada akhirnya buangannya akan kembali menjadi sedimen di dasar laut.

2.1.1. Produksi dan Penggunaan Fosfat

Berdasarkan data statistik *United States Geological Survey*, jumlah mineral fosfat yang ditambang di seluruh dunia terus mengalami peningkatan setiap tahunnya (USGS, 2014). Sesuai dengan Gambar 2.2, pada tahun 2001 produksi tambang fosfat sekitar 126.000 juta ton. Jumlah tersebut meningkat hingga 14% pada tahun 2007 dan selanjutnya terus berkembang hingga mencapai 45% (sebesar 228.000 juta ton) pada tahun 2013.



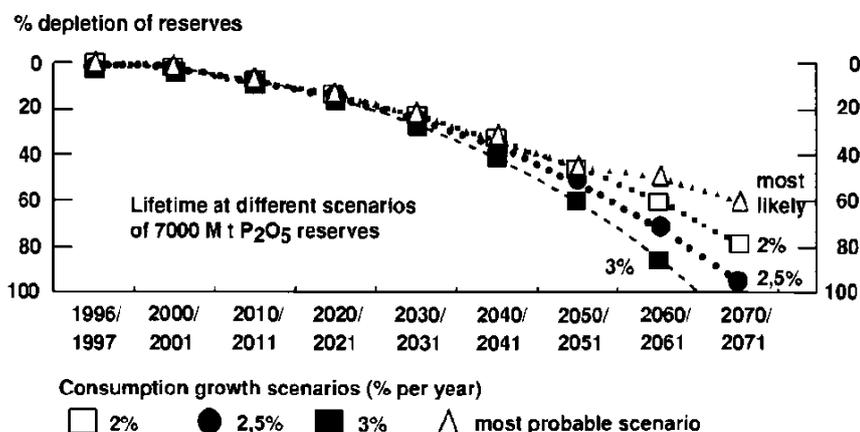
Gambar 2.2. Produksi Tambang Fosfat Di Seluruh Dunia Tahun 2001-2013 (USGS, 2014)

Di seluruh dunia, cadangan fosfat terbesar (39%) berada di Maroko dan sebelah barat Gurun Sahara (Ridder *et al.*, 2012). Sementara itu di Indonesia, sumber mineral fosfat banyak terdapat di Jawa Barat (Bogor dan Pangandaran), Jawa Tengah (Gombong, Purwokerto, Jepara, dan Rembang), dan Bojonegoro, Jawa Timur (Mutas, 2014). Lebih dari 80% mineral fosfor yang ditambang digunakan sebagai bahan baku pupuk, sedangkan sisanya sebanyak 12% digunakan untuk bahan baku deterjen, 5% untuk suplemen pada makanan ternak, dan 3% untuk aplikasi industri lainnya, seperti: pembuatan bahan peledak, pestisida, kebutuhan medis, dan lain sebagainya (Steén, 1998; Rosemarin, 2010).

Tingginya angka produksi tambang fosfat, pada dasarnya disebabkan oleh peningkatan jumlah penduduk, degradasi kualitas tanah akibat perubahan iklim, dan pembukaan lahan-lahan pertanian yang baru untuk produksi bahan bakar biologis (*biofuel*). Dengan makin meningkatnya konsumsi fosfat di seluruh dunia, maka ketersediaan fosfat semakin lama akan semakin berkurang.

2.1.2. Ketersediaan Fosfat

Prediksi penurunan ketersediaan fosfat yang ada di seluruh dunia ditunjukkan pada Gambar 2.3. Steén (1998), memperkirakan ketersediaan fosfat akan habis pada 50-70 tahun mendatang. Meskipun diperkirakan masih terdapat lebih dari 300 milyar ton fosfat, namun sebagian besar fosfat tersebut masih berada di dalam Lautan Atlantik dan Pasifik dan tidak memungkinkan untuk diambil dengan teknologi yang ada saat ini (USGS, 2014).



Gambar 2.3. Penurunan Ketersediaan Mineral Fosfat (Steén, 1998)

Oleh karena itu, teknologi apapun yang dapat digunakan untuk *recovery* fosfat akan memberikan kontribusi bagi ketersediaan fosfat di alam. Beberapa strategi yang telah diperkenalkan di Eropa untuk menjaga ketersediaan fosfat, antara lain dengan efisiensi penggunaan fosfat di lahan pertanian, mencegah terjadinya terlarutnya fosfat dalam air, tanah, atau sampah, menggalakkan teknologi *recovery* fosfat dari air limbah, dan mendorong penggunaan hasil produknya pada industri pupuk dan kimia (Ridder *et al.*, 2012).

2.2. Sumber dan Dampak Fosfat di Badan Air

Sumber fosfat dalam badan air dapat dikategorikan menjadi 2 (dua) bagian, yaitu *point source* dan *nonpoint source*. *Point source* umumnya berasal dari effluen saluran air limbah rumah tangga (kamar mandi, dapur, dan tempat cuci), effluen IPAL domestik dan industri, runoff dan pelindian dari TPA sampah, runoff dan infiltrasi dari peternakan, dll. Sedangkan *nonpoint source* berasal dari runoff pada lahan pertanian, penebangan hutan, erosi, dll (Carpenter *et al.*, 1998).

Masuknya konsentrasi fosfat berlebih di dalam badan air (baik dari buangan IPAL, runoff ataupun pelindian, serta erosi) akan memicu terjadinya proses eutrofikasi. Sebagai dampaknya, pertumbuhan alga akan meningkat, jumlah bakteri dekomposer semakin banyak, jumlah oksigen terlarut dalam air semakin menipis, kualitas air menurun, dan jumlah kematian ikan ataupun biota air lainnya meningkat (Carpenter *et al.*, 1998).

2.3. Fosfat Dalam Air Limbah Rumah Sakit

Air limbah rumah sakit pada dasarnya mengandung berbagai macam bahan pencemar dengan konsentrasi dan karakteristik yang sangat bervariasi, tergantung pada jenis aktivitas, jumlah pasien dan pengunjung rumah sakit, serta jenis dan kinerja unit instalasi pengolahan air limbah (IPAL).

Kandungan fosfat yang terdapat air limbah rumah sakit, umumnya berasal dari buangan dapur, kamar mandi, dan laundry. Berdasarkan Tabel 2.1, diketahui bahwa kadar effluen fosfat dari beberapa rumah sakit ada kalanya tidak memenuhi baku mutu yang disyaratkan. Hampir semua rumah sakit yang ada pada tabel tersebut, menggunakan sistem lumpur aktif untuk pengolahan limbahnya. Jenis

sistem tersebut tidak optimal, karena efisiensi penyisihan fosfat hanya sebesar 30-40% saja (Henze *et al.*, 2008). Dengan makin sedikitnya kandungan fosfat yang dapat disisihkan, maka konsentrasi fosfat yang masuk ke badan air akan semakin banyak.

Tabel 2.1. Konsentrasi Fosfat Pada Effluen Air Limbah Rumah Sakit

No.	Nama Rumah Sakit	Baku Mutu KepmenLH No. 58/1995 (mg/L)	Hasil Analisa (mg/L)	Pustaka
1	RSU Haji Surabaya	2	6,8	Data Laboratorium RS Haji, 2014
2	RS Kelas C, Yogyakarta	2	21,9	(Khusnuryani, 2014)
3	RSUD Moewardi, Surakarta	2	6,8	(Suci, 2007)
4	RSUD Wangaya, Denpasar	2	1,3	(Merdekawati dan Sulistyorini, 2007)
5	RSU Prop. Nusa Tenggara Barat	2	5,4	(Astuti dan Purnama, 2014)
6	RS. Pupuk Kaltim, Bontang	2	2,3	(Alamsyah, 2007)

2.4. Penyisihan dan *Recovery* Fosfat Dari Air Limbah

Pengembangan teknologi penyisihan fosfat dalam air limbah dimulai pada tahun 1950an sebagai respon terhadap permasalahan eutrofikasi dan adanya kebutuhan untuk mengurangi konsentrasi fosfat yang masuk ke dalam badan air (Morse *et al.*, 1998). Dengan adanya kebutuhan untuk menjaga ketersediaan fosfat di alam, maka konsep *recovery* fosfat mulai dikembangkan di beberapa teknologi pengolahan air limbah. Perbandingan dari masing-masing teknologi dalam proses penyisihan dan *recovery* fosfat dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Kristalisasi merupakan metode terkini yang paling banyak digunakan untuk *recovery* fosfat (Ronteltap, 2009). Proses kristalisasi akan membentuk suatu kristal fosfat yang dapat digunakan kembali oleh industri fosfat sesuai dengan karakteristiknya. Reaktor kristalisasi skala pilot ataupun skala penuh telah dikembangkan dan diaplikasikan oleh beberapa negara, diantaranya *AirPrex*, *PRISA*, dan *SEABORNE* (Jerman), *DHV Crystallactor* dan *PHOSPAQ process* (Belanda), *Cone shape fluidized bed crystallizer* (USA), *NuReSys* (Belgia), *Pearl* (Canada), dan *Phosnix crystallizer* (Jepang), (Tchobanoglous *et al.*, 2014).

Tabel 2.2. Perbandingan Teknologi Penyisihan Fosfat

No.	Teknologi	Output	Kelebihan	Kekurangan	Pustaka
1	Presipitasi Kimia	Lumpur kimiawi	<ul style="list-style-type: none"> • Penyisihan fosfat dapat berkisar antara 70-95% • Penyisihan dapat dilakukan pada unit pengolahan primer, sekunder atau tersier • Biaya yang digunakan untuk bahan kimia koagulan umumnya cukup rendah 	<ul style="list-style-type: none"> • Produksi lumpur cukup besar, sehingga biaya untuk pengolahan dan pengelolaan lumpur akan meningkat • Adanya potensi peningkatan ammonium pada effluen air limbah akibat penambahan koagulan • Adanya garam logam berpotensi menimbulkan korosif pada unit pengolahan 	(Ronteltap, 2009)
2	Penyisihan fosfor secara biologis (EBPR)	Lumpur biologis	<ul style="list-style-type: none"> • Lumpur yang dihasilkan lebih sedikit dibandingkan dengan proses presipitasi kimia. • Jika proses EBPR (<i>Enhanced Biological Phosphate Removal</i>) berjalan dengan sukses, air limbah akan bebas dari kandungan fosfat 	<ul style="list-style-type: none"> • Penyisihan fosfor tergantung pada komposisi air limbah, sehingga sistem pengolahannya cenderung lebih sensitif dan kurang stabil • Perlu penambahan tahap pengolahan aerobik untuk memfasilitasi PAO (<i>phosphate accumulating organism</i>) • Pada saat penanganan lumpur, ada kemungkinan fosfat kembali terlepas ke lingkungan 	(Ronteltap, 2009)
3	Kristalisasi	<i>Calcium Phosphate, Struvite</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Fosfat dapat disisihkan dalam air limbah sekaligus dapat digunakan kembali untuk bahan baku industri fosfat ataupun untuk pupuk pertanian • Penyisihan fosfat dapat berkisar antara 80-90% 	Proses presipitasi tergantung pH, temperatur, konsentrasi Ca/P, Mg/P, kecepatan pengadukan, alkalinitas, dan adanya ion-ion <i>precursor</i> dalam air limbah	(Cornel dan Schaum, 2009; Ronteltap, 2009)
4	Pertukaran ion	<i>Struvite, phosphate slurry</i>	Penyisihan fosfat sangat tinggi, <i>struvite</i> yang dihasilkan mempunyai potensi daur ulang yang tinggi sebagai pupuk	Memerlukan bahan kimia, teknologinya lebih kompleks	(Morse <i>et al.</i> , 1998)
5	Adsorpsi	<i>Calcium Phosphate</i>	Potensial untuk <i>recovery</i> fosfat. Bahan kimia yang digunakan sedikit	Persentase penyisihan fosfat tergantung pada kapasitas adsorbansi masing-masing jenis adsorban	(Morse <i>et al.</i> , 1998; Panasiuk, 2010)

Walaupun secara teknologi cukup memungkinkan dan secara ekonomis sangat bermanfaat, *recovery* fosfat di beberapa negara masih terbatas pada penelitian, karena proses *recovery* selalu tergantung pada proses presipitasi dan harga pupuk fosfat di pasaran (Shu *et al.*, 2006; Maaß *et al.*, 2014). Hingga saat ini negara yang telah berhasil menyisihkan fosfat dengan sempurna dan memasarkan hasil produknya (*struvite*) pada industri pupuk, hanya Jepang (Ueno dan Fujii, 2001).

2.5. Kristalisasi

Kristalisasi adalah teknik pemisahan dan pemurnian yang digunakan untuk mendapatkan material dengan variasi yang berbeda. Kristalisasi dapat juga didefinisikan sebagai fase perubahan dari larutan menjadi suatu produk kristal (Myerson, 2002). Pada umumnya, produk yang terbentuk dari proses kristalisasi fosfat adalah $MgNH_4PO_4$ (MAP atau *struvite*) yang berguna untuk pupuk tanaman, atau komponen kalsium fosfat ($Ca_x(PO_4)_y$) yang sifatnya mirip dengan batuan mineral fosfat.

Beberapa teknologi yang umum digunakan untuk proses kristalisasi fosfat, antara lain:

1. *Stirred reactor* (Yi, 2003; Berg *et al.*, 2006; Mehta dan Batstone, 2013)
2. *Fluidized bed reactor* (Ueno dan Fujii, 2001; Adnan *et al.*, 2003)

Tabel 2.3. Teknologi Recovery Fosfat dengan Proses Kristalisasi

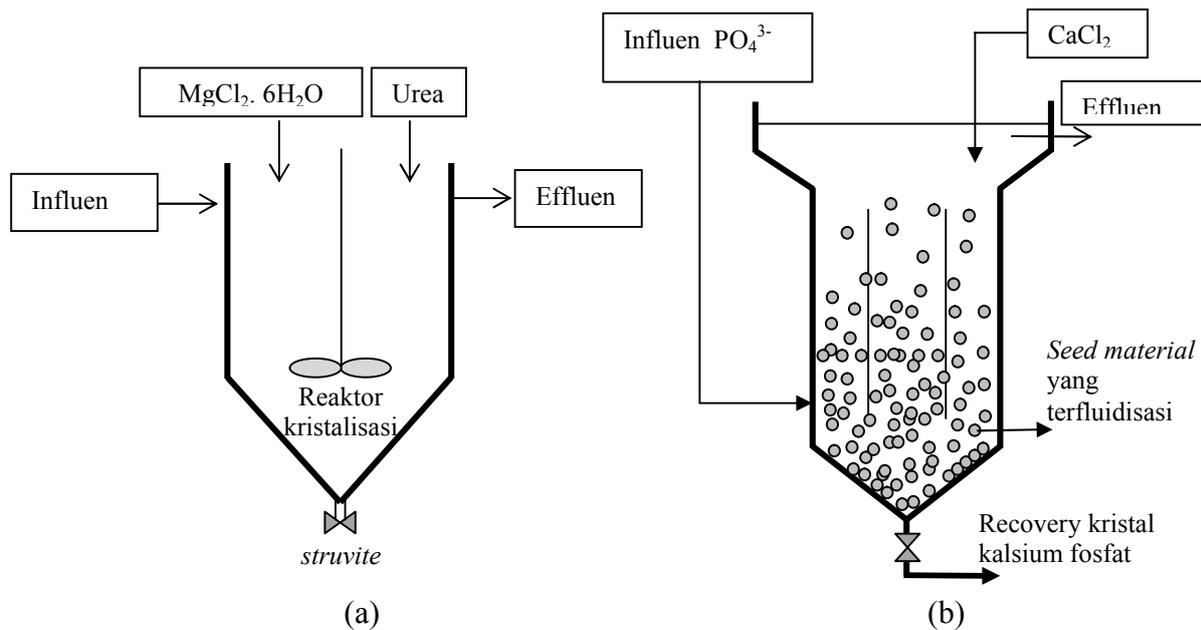
Teknologi	Sumber Fosfat	Skala penelitian	Efisiensi Penyisihan Fosfat	Produk yang Dihasilkan	Pustaka
<i>Stirred reactor</i>	effluen ASP	laboratorium	70-80%	HAP	Berg et al., 2006
<i>Stirred reactor</i>	<i>Supernatant</i> dari ASP	laboratorium	> 90%	<i>Struvite</i>	Mehta and Batstone, 2013
<i>Stirred reactor</i>	air limbah dari rumah kaca	laboratorium	> 90%	HAP, <i>struvite</i>	Yi, 2003
<i>Fluidized bed</i>	air limbah buatan	pilot	90%	<i>struvite</i>	Adnan et al., 2003
<i>Fluidized bed</i>	air limbah dari <i>anaerobic sludge digestion</i>	<i>Full scale</i>	≥ 90%	<i>struvite</i>	Ueno and Fujii, 2001

Keterangan: HAP = *Hydroxyapatite*

Tabel 2.4. Prinsip, Kelebihan dan Kekurangan Teknologi Kristalisasi Fosfat

Teknologi	Prinsip proses	Kelebihan dan Kekurangan
<i>Stirred Reactor</i>	Kristalisasi dilakukan dengan menambahkan CaCl_2 atau MgCl_2 tergantung pada jenis produk kristal yang diinginkan. Penyesuaian pH dilakukan dengan penambahan NaOH sebagai pemicu terjadinya nukleasi. Propeller digunakan untuk mencampur larutan dan memicu terbentuknya kristal	Kelebihan: Teknologinya sederhana dan efisiensi penyisihan fosfatnya relatif lebih tinggi dibandingkan dengan <i>fluidized bed</i> Kekurangan: Potensi terjadi <i>fouling</i> pada propeller jika digunakan untuk mode kontinyu.
<i>Fluidized Bed Reactor</i>	Pertumbuhan kristal fosfat terjadi akibat adanya reaksi antara bahan kimia, air limbah, dan <i>seed material</i> yang ada di dalam <i>fluidized bed</i> . Pengendapan partikel dikontrol oleh debit aliran, sehingga partikel dalam reaktor akan bergerak secara kontinyu seperti cairan yang padat.	Kelebihan: Secara ekonomi lebih murah untuk proses <i>full scale</i> Kekurangan: Memerlukan debit aliran yang tinggi, serta energi pengadukan yang cukup besar untuk memastikan seluruh media terfluidisasi

Sumber: (Ueno dan Fujii, 2001; LeCorre *et al.*, 2009)



Gambar 2.4. Teknologi Penyisihan Fosfat Dengan Proses Kristalisasi; (a) *Stirred Reactor* (Desmidt *et al.*, 2013); (b) *Fluidized Bed Reactor* (Ueno dan Fujii, 2001)

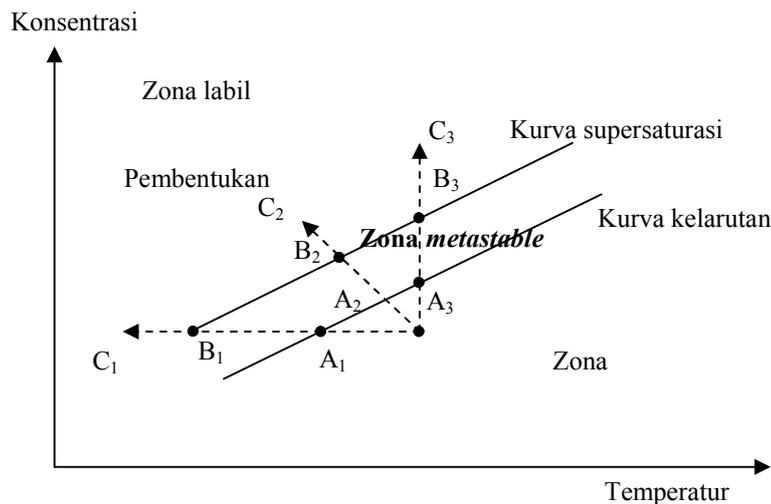
2.5.1. Proses Kristalisasi

Pada dasarnya, ada 3 (tiga) tahap yang terjadi pada proses kristalisasi, yaitu (1) tahap supersaturasi; (2) tahap nukleasi; dan (3) tahap pertumbuhan kristal (Tchobanoglous *et al.*, 2014). Masing-masing tahap akan dijelaskan pada subbab di bawah ini.

2.5.1.1. Supersaturasi

Tahap supersaturasi terjadi apabila konsentrasi bahan terlarutnya telah melebihi fase kesetimbangan (Mullin, 2001). Tingkat supersaturasi akan menentukan terjadinya pembentukan kristal di dalam larutan. Tingkat saturasi dalam larutan dapat dijelaskan dengan Gambar 2.5 (Mullin, 2001), dimana:

- ❖ *Undersaturated*, berarti konsentrasi molar ion dari suatu produk lebih kecil dari kelarutan produk, dengan demikian kristalisasi tidak mungkin terjadi.
- ❖ *Metastable*, berarti larutan telah mengalami proses saturasi, namun nukleasi spontan tidak terjadi. Oleh karena itu, pada zona ini pembentukan kristal dapat dipicu dengan penambahan *seed material*.
- ❖ *Oversaturated*, berarti konsentrasi bahan-bahan terlarut telah melebihi nilai kesetimbangan, sehingga nukleasi spontan dapat terbentuk.



Gambar 2.5. Fase Larutan Selama Proses Kristalisasi (Mullin, 2001)

Tingkat supersaturasi didefinisikan sebagai rasio *ionic activity product* (IAP) dibanding dengan kelarutan produk (K_{sp}). Oleh karena itu nilai supersaturasi, dapat dihitung melalui rumus indeks supersaturasi (SI):

$$SI = \log \left(\frac{IAP}{K_{sp}} \right) \text{ atau } SI = \log IAP - \log K_{sp} \quad (1)$$

dimana:

IAP = *ionic activity product*

K_{sp} = kelarutan termodinamik produk pada fase presipitat

$$I = \frac{1}{2} \sum C_i Z_i^2 \quad (2)$$

dimana:

I = ionic strength (dalam molar)

C_i = konsentrasi molar

Z_i = valensi ion pada suatu elemen

$$\begin{aligned} -\text{Log } \gamma_i &= AZ_i^2 I^{1/2} \\ \gamma_i &= 10^{-\text{log } \gamma_i} \end{aligned} \quad (3)$$

dimana:

γ_i = aktivitas ion dalam larutan

I = ionic strength (dalam molar)

Z_i = valensi ion pada suatu elemen

A = konstanta Debye-Hückel (0,509 pada 25°C) (Mullin, 2001)

Jika $aA + bB \rightarrow cC$, maka $K_{sp} = \frac{\{A\}^a \{B\}^b}{\{C\}^c} \quad (4)$

Ketika,

- $SI = 0 \rightarrow$ larutan berada dalam fase kesetimbangan
- $SI < 0 \rightarrow$ larutan berada dalam fase *undersaturated*, sehingga tidak mungkin terjadi presipitasi
- $SI > 0 \rightarrow$ larutan berada dalam fase supersaturasi dan presipitasi berjalan secara spontan.

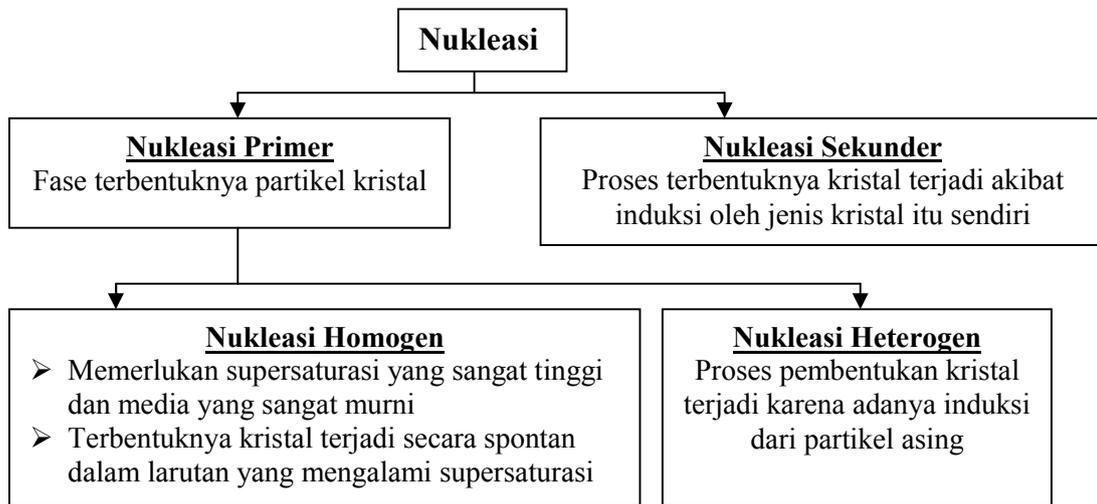
(Song *et al.*, 2002c)

2.5.1.2. Nukleasi

Nukleasi merupakan permulaan dari proses kristalisasi dan meliputi awal terbentuknya kristal baru. Saat suatu larutan telah melebihi nilai kelarutannya, dan mengalami fase supersaturasi, maka molekulnya mulai bergabung dan membentuk agregat/kluster (Myerson, 2002). Kluster yang diproduksi pada tingkat supersaturasi tinggi umumnya hanya akan membentuk partikel-partikel halus, sehingga tidak terkait pada pertumbuhan kristal (Myerson, 2002). Sementara kluster yang terbentuk pada tingkat supersaturasi rendah, akan menciptakan

kluster yang tidak stabil dan mudah terlarut dalam larutan (Mullin, 2001; Myerson, 2002).

Pada Gambar 2.6, proses nukleasi dapat dibedakan menjadi 2 (dua), yaitu nukleasi primer dan nukleasi sekunder. Nukleasi primer homogen dideskripsikan sebagai suatu proses ketika padatan terbentuk secara spontan pada kondisi supersaturasi. Sedangkan pada nukleasi heterogen, padatan akan langsung terbentuk pada permukaan material-material lain yang biasa terdapat pada air limbah (seperti: pasir, koloid, debu, permukaan dalam reaktor, kristal, dll). Pada praktek di lapangan, proses nukleasi primer heterogen lebih sering terjadi dibandingkan nukleasi primer homogen (Tchobanoglous *et al.*, 2014).



Gambar 2.6. Proses Nukleasi (Mullin, 2001)

Baik nukleasi primer homogen atau heterogen, keduanya hanya dapat terjadi pada proses *metastable supersaturation* (Mersmann, 2001). Namun, nukleasi heterogen umumnya terjadi pada tingkat supersaturasi yang lebih rendah dibanding dengan nukleasi homogen. Hal ini dikarenakan partikel asing yang terdapat pada larutan akan mengurangi energi yang diperlukan untuk proses nukleasi (Myerson, 2002). Nukleasi sekunder terbentuk akibat adanya interaksi antara dinding reaktor kristalisasi, propeller, dan kluster kristal yang terbentuk pada nukleasi primer.

2.5.1.3. Pertumbuhan Kristal

Pertumbuhan kristal merupakan tahap ketiga dari proses kristalisasi. Setelah proses nukleasi terjadi, nukleus yang ada di dalam larutan akan terus tumbuh besar seiring waktu akibat penambahan molekul ion dari larutan yang mengalami supersaturasi (Myerson, 2002). Dengan semakin meningkatnya dimensi kristal meningkat, maka kecepatan pengendapan kristal akan meningkat pula, sehingga pemisahan antara padatan dan cairan akan lebih mudah dilakukan (Tchobanoglous *et al.*, 2014).

2.5.2. Periode/Waktu Induksi

Periode induksi didefinisikan sebagai waktu yang dibutuhkan mulai dari awal reaksi hingga terjadinya supersaturasi (yaitu ketika nilai pH mulai turun) dan terbentuknya kristal (Mehta dan Batstone, 2013). Waktu induksi akan dipengaruhi oleh level supersaturasi, kecepatan pengadukan, adanya ion-ion *precursor*, dan lain-lain (Mullin, 2001).

2.5.3. Parameter Yang Mempengaruhi Proses Kristalisasi

Rasio supersaturasi merupakan parameter utama yang harus dikontrol dalam proses kristalisasi, disamping pH dan konsentrasi ion-ion terlarut. Dengan merubah satu atau dua faktor di atas, maka rasio supersaturasi dapat dimanipulasi untuk mendapatkan proses presipitasi yang lebih efisien (Yi, 2003). Pengaruh pH dan konsentrasi ion-ion terlarut dapat dijelaskan pada subbab di bawah ini.

2.5.3.1. pH

Nilai pH memegang peranan penting dalam proses presipitasi, karena pH dapat mempengaruhi aktivitas dan spesies dari masing-masing ion, keefektifan reagen presipitasi (CaCl_2 , MgCl_2), serta mekanisme dari ion pengganggu (Warmadewanthi *et al.*, 2012). Dalam proses presipitasi fosfat, penurunan pH akan terjadi akibat keluarnya proton yang semula berasal dari HPO_4^{2-} atau H_2PO_4^- . Perubahan pH tersebut harus dikontrol, karena akan mempengaruhi proses supersaturasi dan efisiensi penyisihan fosfat. Berdasarkan Song *et al.* (2002c), peningkatan indeks supersaturasi akan berbanding lurus dengan kenaikan nilai

pH. Dengan meningkatnya indeks supersaturasi, maka proses presipitasi akan meningkat pula.

2.5.3.2. Konsentrasi Ion-Ion Terlarut

Jenis dan konsentrasi ion-ion terlarut sangat berpengaruh terhadap pembentukan jenis kristal tertentu. Sebagai contoh, apabila di dalam larutan rasio molaritas Ca/Mg lebih dari 1, maka sebagian besar presipitat yang akan terbentuk adalah kalsium fosfat (LeCorre *et al.*, 2005).

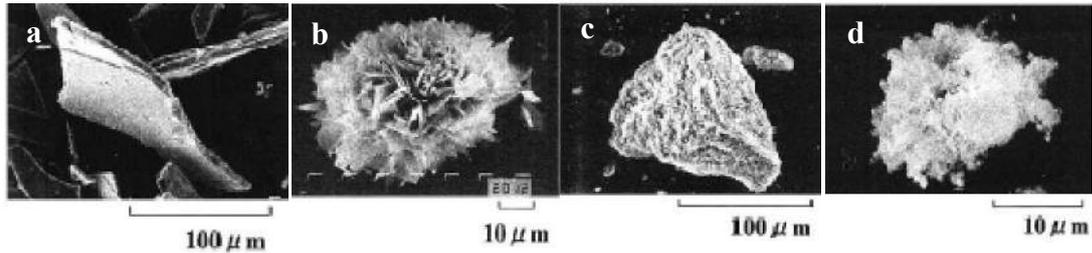
Sebaliknya, jika rasio molaritas Mg jauh lebih besar dibanding Ca, maka jenis kristal yang banyak terbentuk adalah *struvite* atau magnesium fosfat lainnya. Selain itu, ion alkalinitas (CO_3^{2-}) juga turut mempengaruhi proses presipitasi dan penyisihan fosfat dalam air limbah. Hal ini dikarenakan ion CO_3^{2-} akan cenderung berikatan dengan Ca^{2+} dan membentuk presipitat CaCO_3 (Kim *et al.*, 2006).

2.6. Presipitasi Kimia Fosfat

2.6.1. Kalsium Fosfat

Kalsium fosfat merupakan salah satu produk *recovery* fosfat yang materialnya sama dengan batuan fosfat. Kalsium fosfat juga merupakan komponen mineral yang banyak terdapat pada struktur tulang dan gigi. Oleh karena itu, kalsium fosfat dapat diaplikasikan pada industri fosfat dan industri pupuk (Yi, 2003), ataupun digunakan untuk pembuatan gigi palsu, penambalan gigi, atau sebagai bahan penyambungan atau perbaikan tulang (Jarcho dan Rossetti, 1979; Dorozhkin dan Epple, 2002).

Kalsium fosfat mempunyai stoikiometri yang bervariasi tergantung pada jenisnya. Beberapa morfologi kristal kalsium fosfat dapat dilihat pada Gambar 2.7. Masing-masing jenis kalsium fosfat dapat dibedakan berdasarkan komponen pembentuknya, dan proses presipitasinya sangat tergantung pada komposisi larutan (rasio Ca/P) dan nilai pH. Tabel 2.5 dan Tabel 2.6 menunjukkan beberapa jenis senyawa kalsium fosfat, beserta formula kimia dan nilai kelarutannya pada temperatur 25°C.



Gambar 2.7. SEM Kristal Kalsium Fosfat, (a) *Dicalcium phosphate dihydrate* (DCPD); (b) Campuran antara *Octacalcium phosphate* (OCP) dan *Dicalcium phosphate dihydrate* (DCPD); (c) *Hydroxyapatite* (HAP); (d) Campuran antara *Octacalcium phosphate* (OCP) dan *Hydroxyapatite* (HAP) (Tsuge *et al.*, 2002)

Tabel 2.5. Contoh Reaksi Kimia antara Kalsium dan Fosfat

Reaksi Kimia	Jenis Senyawa
$5\text{Ca}^{2+} + 3\text{PO}_4^{3-} + \text{OH}^- \rightarrow \text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	<i>Hydroxyapatite</i>
$4\text{Ca}^{2+} + \text{H}^+ + 3\text{PO}_4^{3-} + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	<i>Octacalcium phosphate</i>
$3\text{Ca}^{2+} + 2\text{PO}_4^{3-} \rightarrow \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	<i>Tricalcium phosphate</i>
$\text{Ca}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow \text{CaH}(\text{PO}_4)$	<i>Monetite</i> atau <i>Dicalcium phosphate anhydrous</i> (DCPA)
$\text{Ca}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaH}(\text{PO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	<i>Brushite</i> atau <i>Dicalcium phosphate dihydrate</i> (DCPD)

Sumber: (Ito dan Onuma, 2003; Tran *et al.*, 2014)

Tabel 2.6. Rasio Ca/P dan Nilai Kelarutan Senyawa Fosfat pada Suhu 25°C

Rasio Molar Ca/P	Rumus Kimia	Jenis Senyawa	Log K_{sp} pada suhu 25°C
0,50	$\text{Ca}(\text{HPO}_4)_2$	<i>Monocalcium phosphate (MCP)</i>	-1,14 ^a
0,50	$\text{Ca}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	<i>Monohydrate calcium phosphate (MPCH)</i>	-1,14 ^a
1,00	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	<i>Dicalcium phosphate dihydrate (DCPD)</i>	-6,55 - 6,66 ^b
1,00	CaHPO_4	<i>Dicalcium phosphate anhydrous (DCPA)</i>	-6,90 ^b
1,33	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$	<i>Octacalcium phosphate (OCP)</i>	-48,40 - 49,60 ^b , 47,95 ^c
1,50	$\text{Ca}_9(\text{HPO}_4)_x(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{OH})_x$	<i>Amorphous calcium phosphate (ACP)</i>	-24,80 ^b
1,50	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	<i>Tricalcium phosphate (TCP)</i>	-28,92 ^c
1,67	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	<i>Hydroxyapatite (HAP)</i>	-57,50 - 58,50 ^b , 44,33 ^c
2,00	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	<i>Tetracalcium phosphate</i>	-38,00 - 44,00 ^a

Sumber: ^a(Dorozhkin dan Epple, 2002), ^b(Ito dan Onuma, 2003), ^c(Gustaffson, 2014)

2.6.1.1. Ostwald Rule of Stages

Pembentukan kristal kalsium fosfat mengikuti teori *Ostwald rule of stages*. Menurut Feenstra dan Bruyn (1981), aplikasi teori *Ostwald rule* pada presipitasi kalsium fosfat dapat dijelaskan sebagai berikut: pada tingkat supersaturasi yang tinggi, presipitat yang pertama kali terbentuk adalah *amorphous calcium phosphate* (ACP).

Presipitat ini berbentuk mikrokristal dan komposisi kimianya tergantung pada perubahan pH. Pembentukan ACP dikarenakan pada supersaturasi tinggi nukleus kritis yang terbentuk sangat kecil dan tidak merepresentasikan kristal fosfat jenis apapun. Selanjutnya, ketika tingkat supersaturasi sudah cukup rendah akibat pembentukan ACP, maka nukleasi *Octacalcium phosphate* (OCP) akan mulai terbentuk. Pada tahap ini, nukleus kritis dari OCP sudah cukup besar untuk merepresentasikan komponen kristal. Setelah presipitasi OCP terjadi, maka presipitat yang terbentuk paling akhir dan paling stabil adalah *Hydroxyapatite* (HAP).

2.6.2. Magnesium Ammonium Fosfat (*Struvite*)

Pembentukan kristal magnesium ammonium fosfat (MAP) potensial dilakukan untuk *recovery* fosfat dalam air limbah. Magnesium ammonium fosfat (MAP) atau yang lebih dikenal dengan *struvite*, dapat dibentuk dengan mereaksikan ion Mg^{2+} , NH_4^+ , dan HPO_4^{2-} pada molaritas yang sama. *Struvite* dapat berbentuk bubuk kristal berwarna putih, ataupun padatan kristal putih yang berukuran lebih besar. Berat molekulnya 245,43 gram/mol dengan *specific gravity* sebesar 1,7. Morfologi kristal *struvite* yang terbentuk pada proses kristalisasi dapat dilihat pada Gambar 2.8.

Penelitian tentang pembentukan *struvite* telah banyak dilakukan karena produk tersebut dapat digunakan untuk pupuk tanaman (Ueno dan Fujii, 2001; Adnan *et al.*, 2003; Mehta dan Batstone, 2013). Disamping *struvite*, masih ada beberapa jenis komponen lain yang dapat terbentuk, seperti *bobierrite* ataupun *newberyite*. Masing-masing-masing produk tersebut dapat digunakan pula untuk bahan mentah berbagai industri fosfat. Hampir sama dengan kalsium fosfat,

pembentukan jenis kristal magnesium fosfat dipengaruhi oleh tingkat kelarutannya, seperti yang dapat dilihat pada Tabel 2.7.



Gambar 2.8. Kristal *Struvite*, (a) Partikel kecil kristal (Desmidt *et al.*, 2013); (b) *Struvite* pada pH 8 dan (c) *Struvite* pada pH 8,5 (Mehta dan Batstone, 2013)

Tabel 2.7. Kelarutan Fase Magnesium Fosfat

Rumus Kimia	Jenis Senyawa	Ksp pada suhu 25°C
$Mg^{2+} + NH_4^+ + PO_4^{3-} + 6H_2O \rightarrow MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$	<i>Struvite</i>	13,26
$Mg^{2+} + HPO_4^{2-} + 3H_2O \rightarrow MgHPO_4 \cdot 3H_2O$	<i>Newberyite</i>	5,8
$3Mg^{2+} + 2PO_4^{3-} + 8H_2O \rightarrow Mg_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$	<i>Bobierrite</i>	25,2
$3Mg^{2+} + 2PO_4^{3-} + 22H_2O \rightarrow Mg_3(PO_4)_2 \cdot 22H_2O$	<i>Trimagnesium fosfat</i>	23,1

Sumber: (Mehta dan Batstone, 2013)

2.7. Penelitian-Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian-penelitian terdahulu tentang kristalisasi fosfat telah dirangkum secara singkat pada Tabel 2.8. Sumber air limbah yang digunakan pada penelitian terdahulu sangat bervariasi, mulai dari air limbah industri, peternakan, pertanian, hingga air limbah domestik.

Berdasarkan pada penelitian-penelitian tersebut, sekitar 70-90% fosfat dapat disisihkan dengan menggunakan metode kristalisasi, dan dapat *direcovery* menjadi kristal-kristal fosfat meskipun dengan konsentrasi awal fosfat yang kecil (10 mg/L).

Tabel 2.8. Beberapa Penelitian Tentang Kristalisasi Fosfat

No.	Jenis Air Limbah	Konsentrasi fosfat	pH	Kecepatan Pengadukan	Seed Material	Kristal yang Dihilkan	Efisiensi Penyisihan Fosfat	Pustaka
1	Air limbah domestik (effluen <i>activated sludge</i>)	3,47 mmol/L	8 - 9	300 rpm	<i>Struvite</i>	<i>Struvite</i>	> 90%	Mehta & Batstone, 2013
2	Air limbah industri semikonduktor	256,3 mg/L	8 - 12	200 rpm	<i>Struvite</i>	<i>Struvite, Newberyte, Bobbierite</i>	47,4 - 92,1%	Warmadewanthi & Liu, 2009
3	Air limbah buatan	189,9 mg/L	8 - 9	50 - 120 rpm	<i>Struvite</i>	<i>Struvite</i>	12,6 - 58,9%	Ariyanto <i>et al.</i> , 2014
4	Air limbah industri semikonduktor	286 mg/L	9	G = 49 - 940/dt	-	<i>Struvite</i>	22 - 78%	Kim <i>et al.</i> , 2009
5	Air limbah buatan	82,9 mg/L	9	G = 0 - 145/dt	Pasir silika, granit, <i>struvite</i>	<i>Struvite</i>	22,9 - 82,6%	Wang <i>et al.</i> , 2006
6	Air limbah peternakan babi	487 - 594 mg/L	5,5 - 14	35 rpm	Pasir silika, <i>borosilicate glass</i> , dan <i>struvite</i>	<i>Struvite</i>	71%	Ali, 2005
7	Air limbah rumah kaca (<i>greenhouse</i>)	37 - 259 mg/L	7,5 - 9,5	70 rpm	<i>Hydroxyapatite, struvite</i>	Kalsium fosfat, <i>struvite</i> , dan K- <i>struvite</i>	60 - 90%	Yi, 2003
8	Air limbah domestik (effluen <i>activated sludge</i>)	10 mg/L			<i>Tobermorite</i>	Kalsium fosfat	70 - 80%	Berg <i>et al.</i> , 2006

2.8. Software dan Metode Untuk Analisa Data

2.8.1. Visual Minteq, versi 3.1

Visual Minteq merupakan versi windows dari software Minteq A2 yang dibuat oleh US.EPA. Visual Minteq dikembangkan oleh Departemen Sumber Daya Air dan Lahan, Royal Institute of Technology Swedia.

Software ini dibuat untuk mengkalkulasi spesies, kelarutan, dan kesetimbangan fase padat dan terlarut dari suatu mineral dalam larutan (Gustaffson, 2014). Visual Minteq dapat digunakan untuk menganalisa pengaruh karbonat dan magnesium dalam proses presipitasi kalsium fosfat, ataupun memprediksi presipitasi fosfat pada pH tertentu.

2.8.2. X-Ray Powder Diffraction (XRD) dan Match (versi 1.1)

XRD akan menganalisa sampel dengan tingkat akurasi dan rasio sinyal yang paling tinggi. Hasilnya akan diplotkan dalam suatu grafik yang mengandung

intensitas dan 2θ (sudut pembacaan). Selanjutnya, untuk mengidentifikasi grafik tersebut digunakan software Match.

Software tersebut akan menganalisa titik-titik puncak yang ada pada grafik dan dibandingkan dengan database software itu sendiri. Beberapa kandidat fase/kristal akan muncul setelah proses pencarian dan pencocokan. Kandidat dengan nilai *Figure-of-Merit* (FOM) paling tinggi merupakan jenis fase/kristal yang sangat potensial ada dalam sampel (Putz, 2010).

2.8.3. *Scanning Electron Microscopy (SEM) – Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX)*

SEM dapat digunakan untuk mengetahui struktur dan komposisi dari suatu spesimen. SEM memfokuskan pada *elektron beam* yang ada pada sampel untuk membantu penggambaran bentuk dan strukturnya.

Sedangkan EDX adalah teknik X-ray yang digunakan untuk mengidentifikasi komposisi elemen dari suatu material. Sistem EDX biasanya melekat pada SEM. Data yang dihasilkan oleh EDX akan menunjukkan komposisi sebenarnya dari sampel yang dianalisa.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Rancangan dan Kerangka Penelitian

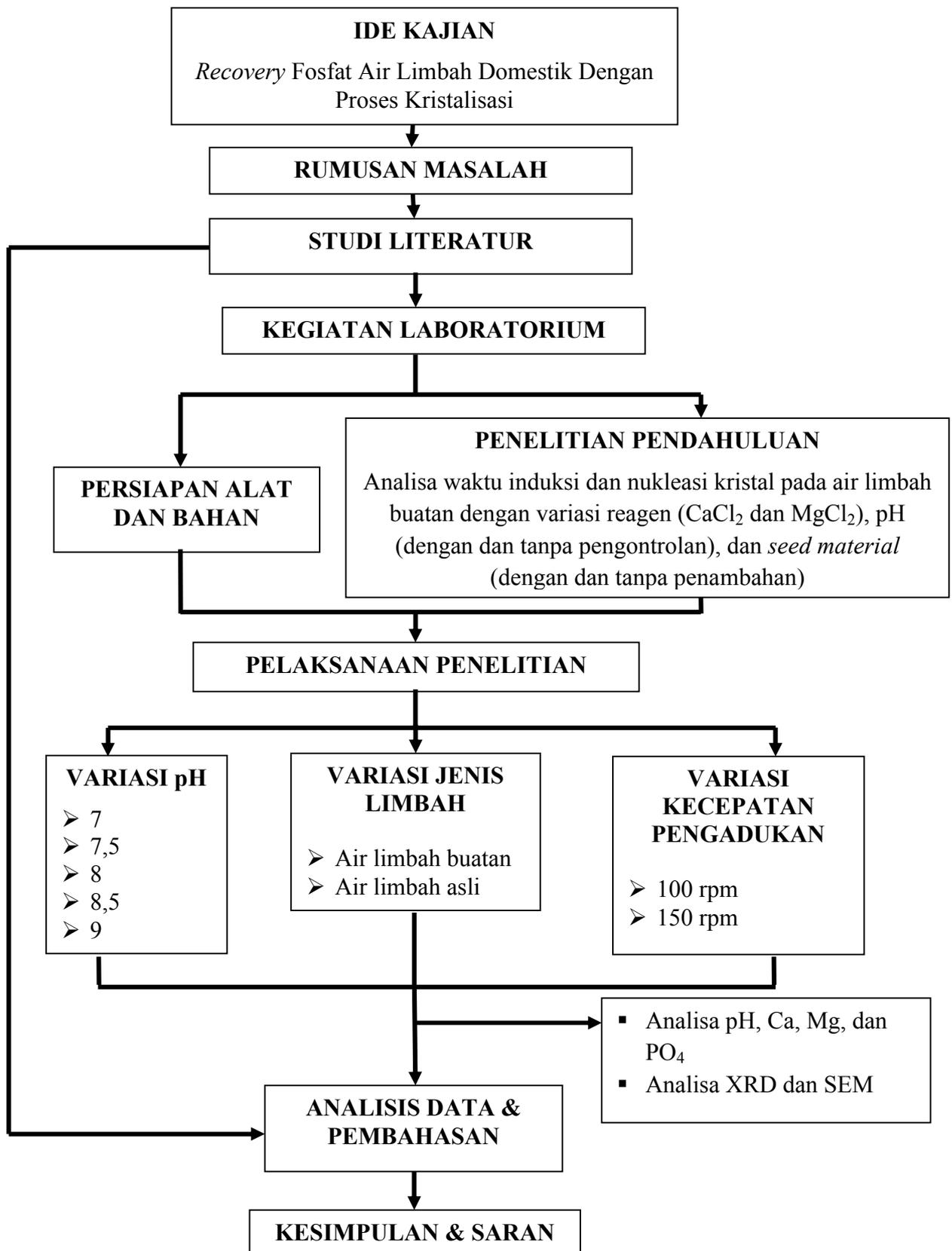
Eksperimen dilakukan dengan sistem *batch* dalam skala laboratorium di Laboratorium Pemulihan Air Jurusan Teknik Lingkungan ITS Surabaya. Variabel yang digunakan antara lain (a) pH (7; 7,5; 8; 8,5 dan 9); (b) jenis air limbah (buatan dan asli); (c) kecepatan pengadukan (100 rpm dan 150 rpm). Sampel diambil 6 kali pada selama periode penelitian untuk mengetahui konsentrasi Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan $\text{PO}_4\text{-P}$ terlarut dalam air limbah.

Kerangka penelitian merupakan gambaran awal yang menunjukkan tahap-tahap penelitian dan disusun dalam diagram alir seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1.

3.2. Langkah Kerja Penelitian

3.2.1. Ide Penelitian

Tidak optimalnya kinerja unit pengolahan air limbah, mengakibatkan konsentrasi fosfat yang ada di dalam air limbah Rumah Sakit seringkali melebihi baku mutu yang disyaratkan. Sehingga untuk meminimalkan terjadinya eutrofikasi, maka konsentrasi fosfat tersebut harus diturunkan. Berdasarkan penelitian-penelitian terdahulu, teknologi kristalisasi diketahui dapat menyisihkan sekaligus *recovery* fosfat yang ada dalam air limbah menjadi bentuk lain yang dapat digunakan kembali untuk keperluan lain. Sumber-sumber air limbah yang sering dikaji antara lain air limbah dari peternakan, pertanian, industri, domestik, maupun air limbah buatan. Sedangkan kajian proses kristalisasi terhadap air limbah Rumah Sakit belum pernah dilakukan. Oleh karena itu, teknologi kristalisasi dapat menjadi alternatif pilihan.



Gambar 3.1. Kerangka Penelitian

3.2.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang diambil pada penelitian ini antara lain untuk mengetahui bagaimana proses kristalisasi dapat digunakan untuk menyisihkan fosfat dari air limbah, bagaimana pH dan kecepatan pengadukan dapat berpengaruh pada efisiensi penyisihan fosfat, berapa pH optimum yang dapat digunakan, bagaimana ion-ion *precursor* dapat mempengaruhi efisiensi penyisihan fosfat dan pembentukan kristal fosfat, serta apa saja jenis kristal yang dapat terbentuk dalam penelitian.

3.2.3. Studi Literatur

Studi literatur dilakukan untuk mendapatkan ide/gagasan penelitian serta pemahaman yang baik mengenai beberapa topik tentang fosfat, faktor-faktor yang berpengaruh terhadap proses kristalisasi, jenis-jenis kristal yang dapat terbentuk dari literatur dan penelitian-penelitian terdahulu.

3.2.4. Persiapan Alat dan Bahan

Alat-alat dan bahan yang diperlukan selama penelitian, antara lain:

ALAT:

1. Beker glass 1 L, sebagai reaktor penelitian
2. pH meter, untuk memonitor pH selama periode penelitian
3. Jar test, sebagai agitator untuk membantu proses kristalisasi
4. Botol vial tertutup untuk menampung sampel yang akan dianalisa
5. Jerigen 10 L, untuk menampung sampel air limbah
6. Membran filter 0,45 μ m, untuk menyaring presipitat
7. Syringe filter 0,22 μ m, untuk menyaring sampel yang akan dianalisa
8. Alat-alat laboratorium (buret, gelas ukur, pipet, beker glas, botol reagen, spektrofotometer, dll), untuk membantu proses analisa Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan $\text{PO}_4\text{-P}$ terlarut dalam air limbah.

BAHAN:

1. Air limbah buatan dibuat dari campuran 250 ml KH_2PO_4 , NH_4Cl , MgCl_2 , dan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi yang mendekati air limbah asli. Masing-masing bahan diletakkan dalam kontainer terpisah.
2. Air limbah asli diambil dari influen *activated sludge* IPAL rumah sakit.
3. Pasir silika ukuran 30 - 50 mesh, sebagai *seed material*. Sebelum ditambahkan ke dalam larutan, pasir silika harus dicuci dengan larutan HCl 50%, lalu dibilas dengan aquades sebanyak 3 kali dan dikeringkan dalam oven 105°C selama 24 jam.
4. Reagen-reagen untuk proses analisis Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan $\text{PO}_4\text{-P}$ terlarut

3.2.5. Mekanisme Penelitian

3.2.5.1. Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan dilakukan dengan sistem *batch* dengan menggunakan air limbah buatan. Tujuan dilakukannya penelitian pendahuluan, antara lain untuk: (1) mengetahui terjadinya waktu induksi primer; (2) mengetahui efisiensi penyisihan fosfat jika hanya terdapat ion Ca^{2+} atau Mg^{2+} dalam air limbah. Variasi penelitian akan dilakukan pada jenis reagen yang ditambahkan (CaCl_2 atau MgCl_2), pH (dengan pengontrolan atau tanpa pengontrolan), dan *seed material* (dengan penambahan atau tanpa penambahan). Desain eksperimen penelitian pendahuluan dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Desain Eksperimen Penelitian Pendahuluan

Jenis Reagen (A)	pH (B)			
	dengan pengontrolan		tanpa pengontrolan	
	<i>Seed material (C)</i>		<i>Seed material (C)</i>	
	dengan penambahan	tanpa penambahan	dengan penambahan	tanpa penambahan
CaCl_2	X1	X2	X3	X4
MgCl_2	X5	X6	X7	X8

Penelitian pendahuluan dilakukan selama 4 jam dengan kecepatan 150 rpm. Mekanismenya, dalam setiap reaktor akan dimasukkan 500 mL air limbah buatan. Selanjutnya dilakukan penambahan 500 mL reagen dan *seed material*

sesuai dengan desain eksperimen pada Tabel 3.1. Penambahan CaCl_2 dan MgCl_2 pada sampel dilakukan secara cepat dan dengan kecepatan pengadukan tinggi (>200 rpm) selama ± 5 detik, agar tidak terjadi presipitasi lokal pada reaktor.

Selanjutnya, kecepatan pengadukan diturunkan menjadi 150 rpm dan diatur pH awalnya secara cepat hingga mencapai pH 8 melalui penambahan NaOH 1 M. Selama pengadukan berlangsung, fluktuasi pH dimonitor secara kontinyu dengan cara mencelupkan pH probe ke dalam larutan.

Pada variasi dengan pengontrolan pH, nilai pH dijaga tetap konstan selama proses pengadukan. Sehingga setiap ada penurunan nilai pH, beberapa tetes NaOH 1 M akan ditambahkan pada larutan. Sebaliknya pada variasi tanpa pengontrolan pH, tidak akan dilakukan penambahan NaOH meskipun terjadi penurunan pH.

3.2.5.2. Penelitian Utama

Penelitian utama dilakukan selama 2,5 jam dengan sistem *batch* menggunakan 3 variabel, yaitu pH, jenis air limbah, dan kecepatan pengadukan. Total sekitar 20 L sampel air limbah asli dan 20 L sampel air limbah buatan diperlukan untuk seluruh pelaksanaan penelitian.

Mekanisme penelitian utama dapat dijelaskan sebagai berikut. Sebanyak 1 L air limbah asli dimasukkan ke dalam beker glass, lalu diaduk dengan kecepatan tinggi (>200 rpm) selama ± 5 detik. Setelah itu, kecepatan diturunkan pada kecepatan 100 atau 150 rpm dan diatur konstan sambil dilakukan penambahan NaOH atau HCl 1 M secara cepat untuk pengaturan variabel pH awal. Prosedur yang sama dilakukan pada air limbah buatan.

Selanjutnya, sekitar 15 mg *seed material* dimasukkan dalam larutan untuk mempercepat terjadinya tahap nukleasi. Selama proses pengadukan, pH probe tetap berada di dalam reaktor untuk memonitor terjadinya fluktuasi pH (Gambar 3.2). Nilai pH harus dijaga konstan sesuai dengan variabel melalui penambahan beberapa tetes NaOH atau HCl 1 M selama proses pengadukan.

Pada saat tahap supersaturasi terjadi, pH secara otomatis akan turun dengan cepat. Waktu yang dibutuhkan mulai dari setting pH awal hingga terjadi perubahan pH yang pertama kali didefinisikan sebagai waktu induksi primer.



Gambar 3.2. Ilustrasi Prosedur Penelitian

Desain eksperimen dari penelitian utama dapat dilihat pada Tabel 3.2. Berdasarkan tabel tersebut, total eksperimen pada penelitian utama (termasuk duplo) sebanyak 40 eksperimen.

Tabel 3.2. Desain Eksperimen Penelitian Utama

pH (A)	Jenis Limbah (B)			
	Buatan		Asli	
	Kec. Pengadukan (C)		Kec. Pengadukan (C)	
	100 rpm	150 rpm	100 rpm	150 rpm
7	A1	A2	A3	A4
7,5	A5	A6	A7	A8
8	A9	A10	A11	A12
8,5	A13	A14	A15	A16
9	A17	A18	A19	A20

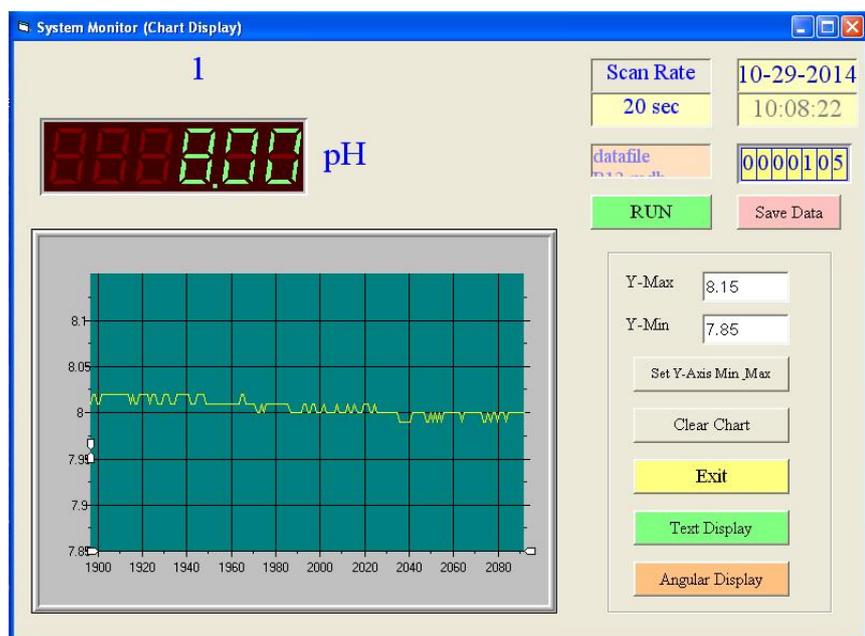
3.2.6. Pengambilan Sampel

Pada penelitian pendahuluan, sampel air limbah akan diambil 8 (delapan) kali masing-masing sebanyak 10 ml pada menit ke 10, 30, 60, 90, 120, 150, 180, dan 240. Sedangkan untuk penelitian utama, sampel air akan diambil 6 (enam) kali pada menit ke 10, 30, 60, 90, 120, 150. Sampel yang telah diambil, selanjutnya disaring dengan menggunakan *syringe filter* 0,22 μm .

Setelah proses pengadukan selesai dilakukan, larutan didiamkan beberapa jam. Selanjutnya presipitat dari masing-masing sampel disaring dengan kertas filter 0,45 μ m, dan dikeringkan pada udara terbuka selama \pm 4 jam. Setelah itu, presipitat dimasukkan ke dalam kantong plastik tertutup dan disimpan pada suhu 4°C hingga waktu analisa.

3.2.7. Monitoring dan Analisa

Monitoring pH selama proses pengadukan dilakukan dengan menggunakan software *Data Logger* SW-U801WIN yang kompatibel dengan pH meter Lutron YK-2005WA (Gambar 3.3). Software tersebut akan terhubung dengan pH meter dan secara otomatis akan merekam nilai pH larutan setiap 20 detik selama rentang waktu pengadukan. Dengan adanya software tersebut, maka terjadinya waktu induksi pertama dalam proses kristalisasi fosfat akan dapat diketahui, dan pengontrolan nilai pH akan lebih mudah dilakukan.



Gambar 3.3. Ilustrasi Aplikasi Software Data Logger

Analisa sampel penelitian pendahuluan dilakukan untuk mengetahui perubahan nilai pH dan konsentrasi PO₄ terlarut. Sedangkan analisa sampel pada penelitian utama dilakukan untuk mengetahui konsentrasi Ca²⁺, Mg²⁺, dan PO₄-P terlarut. Konsentrasi Ca dan Mg terlarut dilakukan menggunakan metode titrasi

EDTA. Sedangkan konsentrasi PO_4 terlarut dilakukan dengan metode SnCl_2 dan diukur dengan menggunakan spektrofotometer (Genesys 20, Thermo Scientific) pada panjang gelombang 690 nm. Perbandingan kadar PO_4 awal dan kadar PO_4 selama waktu sampling akan diteliti untuk mengetahui efisiensi penyisihan fosfat yang terjadi selama proses kristalisasi. Efisiensi penyisihan fosfat (α) dapat diformulasikan sebagai berikut (Song *et al.*, 2002b):

$$\alpha (t) = \frac{(C_o - C_t)}{C_o} \times 100\% \quad (5)$$

dimana:

C_o = konsentrasi awal fosfat dalam larutan

C_t = konsentrasi fosfat pada waktu t

Pengaruh ion-ion terlarut dalam air limbah terhadap proses kristalisasi, sdianalisa dengan cara membandingkan rasio Ca/Mg terlarut pada setiap waktu pengambilan sampel dengan efisiensi fosfat.

Beberapa presipitat dari sampel dengan efisiensi penyisihan PO_4 terbesar, dianalisa dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM, Carl Zeiss EVO MA10) yang dilengkapi dengan *Energy-Dispersive X-ray Analysis* (EDX, Bruker) dan/atau *X-Ray Powder Diffraction* (XRD, Phillips X'Pert), untuk mengetahui morfologi dan jenis kristal fosfat.



Gambar 3.4. Ilustrasi Peralatan SEM dan XRD

3.2.8. Pembahasan

Subbab-subbab yang akan dibahas dalam penelitian ini meliputi: proses kristalisasi, indeks supersaturasi, faktor-faktor yang mempengaruhi efisiensi penyisihan fosfat (ditinjau dari kecepatan pengadukan, pH, dan ion *precursor*), serta faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan kristal.

3.3. Kesimpulan dan Saran

Kesimpulan dibuat untuk menjawab tujuan penelitian mengenai proses kristalisasi, pengaruh pH dan kecepatan pengadukan, efisiensi penyisihan fosfat, pengaruh ion *precursor*, serta jenis kristal yang terbentuk. Saran-saran dibuat berdasarkan hasil analisis dan sebagai acuan untuk pengembangan penelitian yang akan datang.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Karakteristik Air Limbah

Air limbah Rumah Sakit yang digunakan sebagai sampel penelitian mengandung buangan-buangan yang berasal kamar mandi, dapur, ruang laundry, unit perawatan, dan unit rawat jalan. Sampel air limbah diambil sebanyak 2 (dua) kali (tanggal 18 September 2014 dan 20 Oktober 2014), dan dianalisa di Laboratorium Manajemen Kualitas Lingkungan, Jurusan Teknik Lingkungan, ITS. Karakteristik air limbah Rumah Sakit dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Karakteristik Air Limbah Rumah Sakit

No.	Parameter	Tanggal Pengambilan Sampel	
		18-Sep-14	20-Oct-14
1	pH	7,8	7,7
2	DHL	Tidak diukur	876 μ S
No.	Parameter	Konsentrasi (mg/L)	
1	COD	48	78
2	NH ₄ ⁺	98,29	71,64
3	PO ₄ -P	8,34	13,91
4	CO ₃ ⁻	40	0
5	Ca ²⁺	135,71	121,43
6	Mg ²⁺	50	100
7	Cl ⁻	84	124
8	SO ₄ ²⁻	51,94	39,18
9	Fe ²⁺	0,37	Tidak diukur
10	F ⁻	1,35	1,02
11	K ⁺	15	11,32
12	Na ⁺	23	Tidak diukur
13	CO ₂	Tidak diukur	40
14	HCO ₃ ⁻	Tidak diukur	250

Tabel 4.1 mengindikasikan bahwa komposisi air limbah Rumah Sakit selalu bervariasi setiap waktu, akibat perbedaan frekuensi aktivitas yang terjadi di Rumah Sakit. Apabila dibandingkan dengan air limbah domestik permukiman

maupun air limbah rumah sakit lain, konsentrasi fosfat pada Tabel 4.1 tergolong cukup tinggi ($[\text{PO}_4\text{-P}]$ air limbah domestik pemukiman = 3,7 – 11 mg/L) (Suci, 2007; Tchobanoglous *et al.*, 2014). Namun jika dibandingkan dengan penelitian-penelitian terdahulu mengenai *recovery* fosfat dari air limbah (Yi, 2003; Warmadewanthi dan Liu, 2009), konsentrasi $\text{PO}_4\text{-P}$ pada Tabel 4.1 tersebut cenderung rendah, dan sebaliknya konsentrasi Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan HCO_3^- tergolong tinggi.

Rasio komponen yang dibutuhkan untuk pembentukan kristal tergantung dari jenis kristal yang akan dibentuk. Untuk pembentukan kristal *struvite*, paling tidak harus terdapat ion Mg^{2+} , NH_4^+ , dan $\text{PO}_4\text{-P}$ dengan molaritas yang sama (1:1:1). Sedangkan untuk pembentukan jenis-jenis kristal kalsium fosfat, setidaknya diperlukan rasio molaritas Ca/P minimum sebesar 1 untuk pembentukan kristal *dicalcium phosphate* (*monetite* dan *brushite*). Ditinjau dari konsentrasi $\text{PO}_4\text{-P}$, Ca^{2+} , dan Mg^{2+} yang terdapat dalam air limbah Rumah Sakit, maka secara stoikiometri rasio molaritas Ca/ PO_4 sebesar 20,69 dan rasio Mg/ PO_4 sebesar 28,06 sudah sangat memenuhi persyaratan pembentukan kristal-kristal fosfat. Oleh karena itu pada penelitian ini, khusus eksperimen dengan air limbah asli tidak memerlukan Ca dan Mg tambahan.

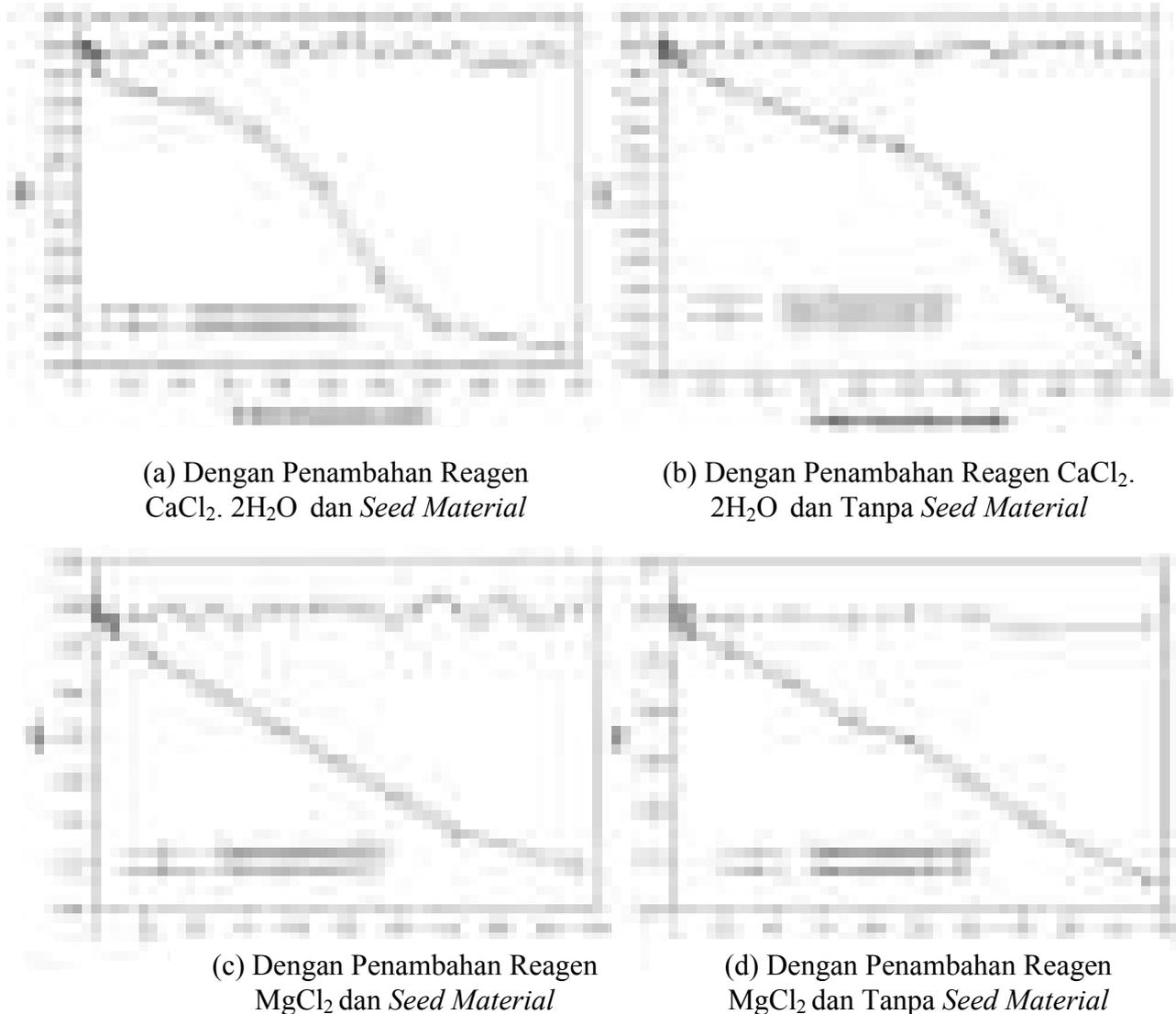
4.2. Penelitian Pendahuluan

Konsentrasi bahan kimia yang digunakan untuk pembuatan air limbah buatan disesuaikan dengan karakteristik air limbah asli yang diambil tanggal 18 September 2014. Delapan eksperimen dilaksanakan selama 4 hari untuk menganalisa penurunan pH dan pengaruh *seed material* terhadap penyisihan fosfat selama proses pengadukan.

4.2.1. pH

Selama proses pengadukan berlangsung, penurunan nilai pH akan selalu terjadi dengan rentang waktu yang bervariasi antar masing-masing eksperimen. Berdasarkan hasil pengamatan, penurunan pH terjadi pertama kali pada kisaran menit ke 2 hingga menit ke 9. Selanjutnya, penurunan pH berlangsung secara variatif tergantung pada banyaknya ion H^+ yang terlepas selama proses

pengadukan. Grafik perubahan pH dari seluruh eksperimen dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Perubahan Nilai pH Dalam Penelitian Pendahuluan

Berdasarkan grafik tersebut dapat diketahui bahwa tanpa adanya pengontrolan pH, maka nilai pH akan cenderung turun terus menerus mengikuti tingkat keasaman larutan. Oleh karena itu, pengontrolan nilai pH dilakukan pada beberapa eksperimen baik yang ditambahkan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ataupun MgCl_2 (X1, X2, X5, X6) dengan menggunakan NaOH 1 M untuk menjaga agar nilai pH tetap konstan.

Pada jenis eksperimen tanpa pengontrolan pH (X3, X4, X7, dan X8), penurunan pH terjadi secara cepat mulai kisaran menit ke- 8 hingga menit ke-10. Dalam kisaran waktu tersebut, rata-rata terjadi penurunan nilai pH sebesar 0,01 setiap 3 menit. Selanjutnya, seiring dengan makin meningkatnya tingkat supersaturasi dan pembentukan nukleus, maka pH akan turun terus menerus selama proses pengadukan berlangsung. Perubahan kekeruhan yang terjadi pada sampel dapat dilihat secara visual, yaitu yang semula jernih menjadi agak keruh pada kisaran menit ke-90. Ketika kekeruhan larutan bertambah, nilai penurunan pH akan semakin cepat dari sebelumnya.

Ditinjau berdasarkan hasil pengamatan mulai menit 10 hingga 180, diketahui bahwa nilai penurunan pH yang terjadi pada eksperimen tanpa pengontrolan pH dan tanpa penambahan *seed material* (X4 dan X8) rata-rata sebesar 0,04 setiap 30 menit. Kemudian antara menit 180 hingga 240, penurunan pH terjadi lebih cepat yaitu sebesar 0,04 setiap 20 menit.

Berbeda dengan eksperimen tanpa penambahan *seed material* (X4 dan X8), penurunan nilai pH yang terjadi pada eksperimen dengan menggunakan penambahan *seed material* (X3 dan X7) lebih cepat dan lebih besar. Berdasarkan hasil monitoring, diketahui bahwa terjadi penurunan pH sebesar 0,05 pada menit ke 60 hingga 90. Selanjutnya, antara menit ke 90 hingga 120 dan antara menit ke 120 hingga 150, masing-masing nilai penurunan pH meningkat menjadi 0,09 dan 0,16. Sehingga, secara keseluruhan total nilai penurunan pH untuk eksperimen tanpa pengontrolan pH (X3, X4, X7, dan X8), masing-masing sebesar 0,52; 0,57; 0,30; dan 0,27.

Dari hasil di atas, dapat diketahui bahwa pembentukan nukleus kristal akan lebih cepat terjadi pada eksperimen yang menggunakan penambahan *seed material*. Selain itu, berdasarkan grafik diketahui pula bahwa penurunan pH pada larutan yang ditambahkan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{seed material}$ lebih cepat dibanding larutan yang ditambahkan $\text{MgCl}_2 + \text{seed material}$. Hal ini mengindikasikan bahwa pembentukan nukleus kalsium fosfat lebih cepat dibandingkan dengan pembentukan magnesium fosfat atau magnesium ammonium fosfat.

4.2.2. *Seed Material*

Penambahan *seed material* pada proses kristalisasi dengan sistem batch pada dasarnya dapat berfungsi untuk (a) mencegah terjadinya tingkat supersaturasi yang terlalu tinggi yang berakibat pada terjadinya nukleasi spontan, dan (b) mengontrol komponen partikel yang terbentuk, morfologi, serta distribusi ukuran kristal (Beckmann, 2013). Terjadinya nukleasi spontan pada proses kristalisasi sangat tidak diinginkan, karena akan meningkatkan terbentuknya fase *amorphous* yang susah dipisahkan dari larutan.

Ditinjau dari jenisnya, jenis *seed material* yang digunakan pada penelitian-penelitian terdahulu cukup bervariasi, diantaranya pasir kuarsa/silika (Ali, 2005; Wang *et al.*, 2006), *borosilicate glass* (Ali, 2005), dan *parent crystal* (Ali, 2005; Wang *et al.*, 2006; Warmadewanthi dan Liu, 2009). *Parent crystal* dapat didefinisikan sebagai jenis kristal yang sesuai dengan jenis kristal yang menjadi sasaran pembentukan. Sebagai contoh, apabila penelitian dilakukan untuk pembentukan *struvite*, maka kristal *struvite* pulalah yang akan digunakan sebagai *seed material*, dan demikian pula untuk pembentukan kristal *hydroxyapatite*. Berdasarkan penelitian-penelitian di atas, penggunaan *parent crystal* sebagai *seed material* lebih menguntungkan karena dapat mempercepat terjadinya reaksi presipitasi dan meningkatkan efisiensi penyisihan fosfat.

Pada penelitian ini, *seed material* yang digunakan adalah pasir silika. Dasar pemilihan jenis material tersebut, antara lain: (a) materialnya mudah didapat, (b) konsentrasi fosfat yang terdapat dalam sampel air limbah tergolong rendah bila dibandingkan dengan penelitian-penelitian terdahulu yang mencapai lebih dari 100 mg/L, sehingga belum diketahui berapa banyak jumlah presipitat yang akan dihasilkan dari eksperimen, (c) komposisi sampel air limbah yang digunakan sangat bervariasi, sehingga belum diketahui dengan pasti jenis kristal yang akan terbentuk. Beckmann (2013), menyebutkan bahwa akan lebih baik jika *seed material* yang digunakan telah diketahui jenis dan spesifikasinya, karena kualitas *seed material* akan menentukan kemurnian kristal yang terbentuk.

Selain itu, berapa ukuran dan jumlah *seed material* yang harus ditambahkan pada larutan agar tercapai proses kristalisasi yang stabil, hingga saat ini masih belum benar-benar diketahui. Beckmann (2013), melalui literturnya

hanya menyatakan bahwa *seed material* yang ditambahkan paling tidak jumlahnya cukup untuk menyediakan luas permukaan yang besar bagi pertumbuhan kristal. Tidak adanya informasi mengenai jumlah *seed material* yang harus ditambahkan menyebabkan adanya variasi jumlah pada penelitian-penelitian sebelumnya, misalnya 1 gram (Ali, 2005), 500 mg (Wang *et al.*, 2006), 100 mg (Ariyanto *et al.*, 2014), dan 85 mg (Mehta dan Batstone, 2013).

Penelitian mengenai ukuran *seed material* hingga saat inipun masih sangat terbatas. Penelitian yang dilakukan oleh Kubota *et al.* (2001), menunjukkan bahwa pertumbuhan kristal dengan ukuran *seed material* sebesar 327,5 μm lebih ideal dibandingkan yang menggunakan ukuran 167,5 μm dan 41,5 μm . Sedangkan pertumbuhan kristal dengan ukuran *seed material* sebesar 550 μm akan lebih ideal dibandingkan yang menggunakan ukuran 138 μm (Jagadesh *et al.*, 1999).

Dengan didasari pada literatur-literatur di atas, maka pada penelitian ini ukuran *seed material* yang digunakan pada seluruh eksperimen sebesar 297 - 595 μm (30 – 50 mesh). Sedangkan jumlah *seed material* yang ditambahkan sebesar 15 mg, disesuaikan dengan konsentrasi fosfat dalam air limbah yang tidak terlalu besar. Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan, ada kecenderungan nukleus yang terbentuk selama proses pengadukan membentuk flok yang terpisah dengan *seed material*. Adanya kemungkinan nukleus menempel pada permukaan *seed material* tidak dapat diketahui secara pasti, karena terbatasnya alat penelitian.

4.2.3. Penyisihan Fosfat

Penyisihan fosfat yang terjadi selama penelitian pendahuluan dapat dilihat pada Gambar 4.2. Pada gambar tersebut, diketahui bahwa efisiensi penyisihan fosfat tidak terlalu besar, selain itu terjadi fluktuasi konsentrasi fosfat pada titik-titik pengambilan sampel tertentu. Hal ini dimungkinkan oleh adanya partikel koloid presipitat yang ikut teranalisa dan mengganggu nilai absorbansi sampel. Sehingga untuk mengantisipasi terjadinya hal tersebut, maka pada penelitian utama setiap sampel yang diambil harus disaring terlebih dahulu dengan membran filter ukuran 0,22 μm .

Meskipun, grafik penyisihan fosfat dalam gambar tersebut sedikit tidak beraturan, namun trend grafik menunjukkan bahwa air limbah yang ditambahkan

reagen $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, penyisihan fosfatnya akan lebih besar dibandingkan dengan yang ditambahkan reagen MgCl_2 . Hal ini sesuai dengan yang disebutkan oleh penelitian terdahulu, dimana ion Ca^{2+} akan lebih efektif mengikat PO_4^{3-} dibandingkan dengan Mg^{2+} (LeCorre *et al.*, 2005). Selain itu, dapat dilihat pula bahwa penyisihan fosfat pada eksperimen dengan penambahan *seed material* persentasenya lebih besar daripada eksperimen yang tidak ditambahkan *seed material*. Wang *et al.* (2006), menjelaskan bahwa *seed material* dapat menyediakan permukaan yang cukup untuk tempat menempelnya nukleus kristal. Dengan makin banyaknya nukleus kristal yang terbentuk dan saling menempel satu sama lain, maka ukuran kristal akan semakin besar, proses presipitasi meningkat, dan efisiensi penyisihan akan semakin besar pula.



(a) Dengan Menggunakan Reagen $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

(b) Dengan Menggunakan Reagen MgCl_2

Gambar 4.2. Penyisihan Fosfat Dalam Penelitian Pendahuluan

4.3. Penelitian Utama

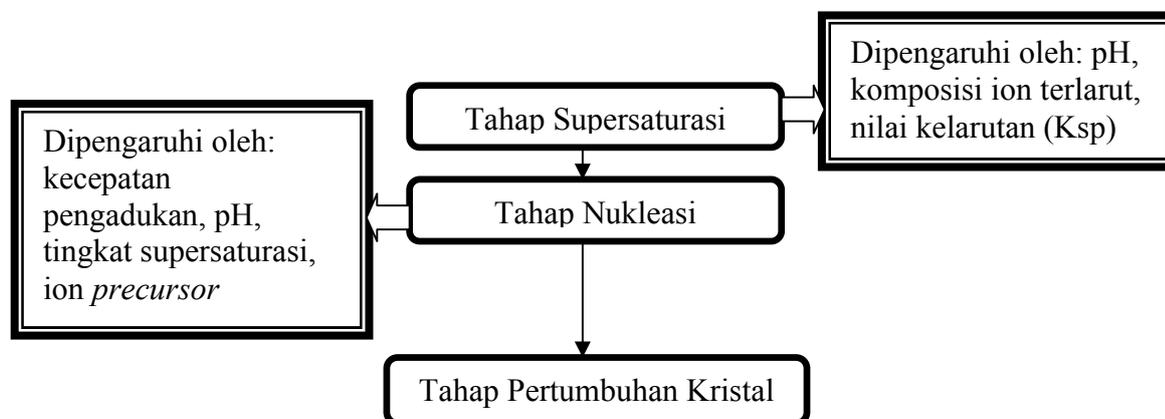
Empat puluh eksperimen dilakukan pada penelitian utama untuk menganalisa pengaruh pH dan kecepatan pengadukan terhadap penyisihan konsentrasi fosfat, menganalisa pengaruh ion-ion pengganggu terhadap proses supersaturasi dan pembentukan kristal fosfat, menentukan pH optimum, dan menentukan jenis kristal fosfat yang dapat *direcovery* dari air limbah. Eksperimen-eksperimen tersebut dibagi ke dalam 2 set air limbah, yaitu 1 set (20

eksperimen) menggunakan air limbah asli dan 1 set lainnya (20 eksperimen) dengan air limbah buatan.

Komposisi air limbah untuk keseluruhan penelitian utama menggunakan karakteristik limbah yang diambil tanggal 20 Oktober 2014. Konsentrasi PO_4 , Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan NH_4^+ yang terdapat dalam 1 L air limbah buatan dikondisikan sesuai dengan karakteristik tersebut melalui penambahan 250 ml KH_2PO_4 , NH_4Cl , dan MgCl_2 masing-masing sebesar 1,79 mmol/L, 15,92 mmol/L, 12,42 mmol/L, dan 16,67 mmol/L.

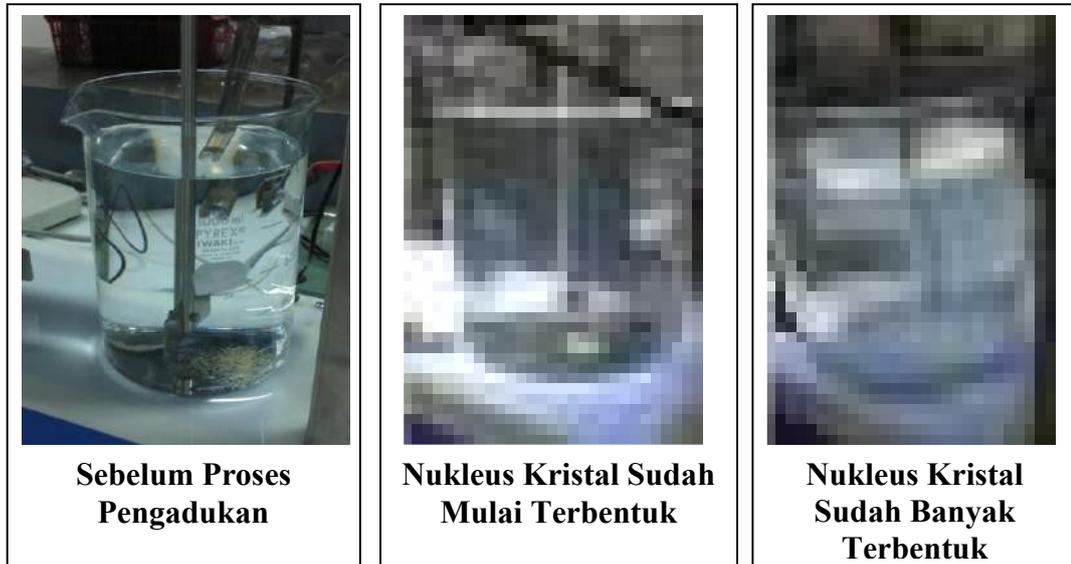
4.3.1. Proses Kristalisasi

Proses kristalisasi yang terjadi pada air limbah dimulai dengan tahap supersaturasi dan dilanjutkan dengan tahap nukleasi. Diagram alir proses kristalisasi dapat dilihat pada Gambar 4.3. Berdasarkan pengamatan selama proses pengadukan, tahap supersaturasi dan nukleasi yang terjadi dalam dua jenis air limbah terjadi sangat cepat dan dapat diketahui dari perubahan warna larutan dan penurunan nilai pH. Ketika tingkat supersaturasi yang ada larutan sudah cukup tinggi, maka akan terbentuk nukleus-nukleus kristal yang sangat halus. Kondisi ini dapat diketahui dari perubahan kekeruhan larutan, dimana sampel air limbah yang semula jernih, ketika diaduk dengan kecepatan 100 ataupun 150 rpm dan ditingkatkan nilai pHnya, secara perlahan warna larutan akan menjadi sedikit keruh. Ketika pengadukan terus dilanjutkan dan nilai pH disesuaikan konstan, maka larutan akan menjadi semakin keruh akibat banyaknya nukleus kristal yang terbentuk (Gambar 4.4).

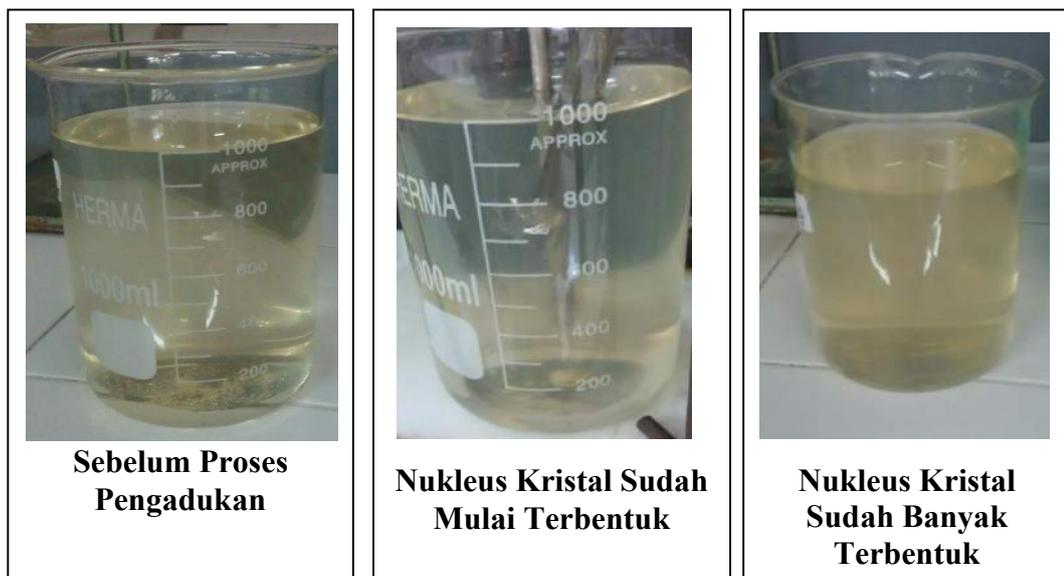


Gambar 4.3. Diagram Alir Proses Kristalisasi

(a) Air Limbah Buatan



(b) Air Limbah Asli



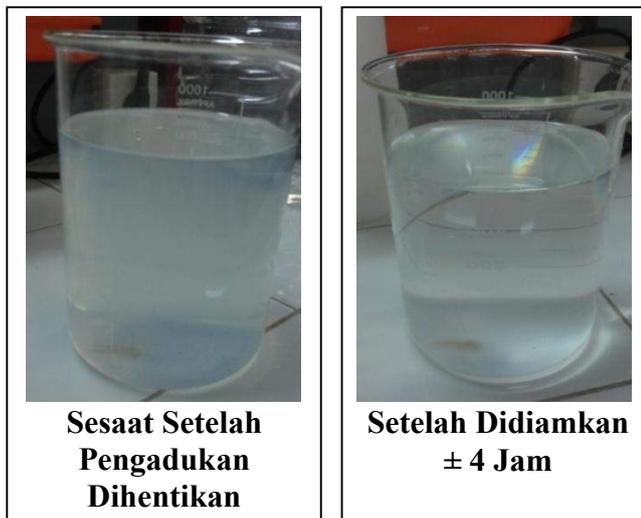
Gambar 4.4. Perubahan Tingkat Kekeruhan Larutan Selama Proses Pengadukan

Waktu induksi yang dibutuhkan untuk mencapai tahap supersaturasi dan nukleasi sangat dipengaruhi oleh pH. Berdasarkan eksperimen, tahap supersaturasi dan nukleasi akan sangat mudah terjadi ketika nilai pH berada di atas 8. Waktu induksi primer ditunjukkan ketika terjadi perubahan pH, dimulai dari awal pengaturan pH hingga penurunan pH yang pertama kali. Pada penelitian

ini, waktu induksi primer baik pada air limbah asli maupun buatan bervariasi mulai dari 20 detik hingga 7 menit pertama pengadukan.

Pembentukan nukleus kristal yang terjadi dalam larutan dapat dilihat dengan hadirnya butiran flok halus pada awal waktu pengadukan, yang semakin lama semakin banyak dan tumbuh besar seiring dengan lamanya durasi pengadukan. Setelah proses pengadukan selesai dilakukan, perlahan flok-flok presipitat yang terbentuk akan mengendap. Perubahan kekeruhan larutan sebelum dan sesudah proses pengendapan dapat dilihat pada Gambar 4.5.

(a) Air Limbah Buatan



(b) Air Limbah Asli



Gambar 4.5. Perubahan Tingkat Kekeruhan Larutan Setelah Proses Pengadukan

4.3.2. Tingkat Supersaturasi

Tingkat supersaturasi merupakan salah satu faktor penting yang dibutuhkan dalam proses kristalisasi fosfat. Pada pH tetap, tingkat supersaturasi akan mempengaruhi waktu induksi dan tingkat pembentukan nukleus kristal fosfat. Dengan menentukan nilai indeks supersaturasi masing-masing produk kristal fosfat, maka akan dapat diketahui apakah akan terjadi pembentukan presipitat dalam larutan.

Rumus indeks supersaturasi dapat diketahui berdasarkan persamaan 1 (hal.13). Untuk mendapatkan kalkulasi yang tepat, perlu adanya database yang lengkap tentang konstanta bentuk termodinamik dari semua senyawa yang mungkin terbentuk dalam suatu larutan. Pada umumnya, data termodinamik yang dibutuhkan antara lain konstanta termodinamik dan koefisien stoikiometri untuk senyawa kompleks, padat, atau redoks (Warmadewanthi *et al.*, 2012).

Dalam penelitian ini, untuk mempermudah proses perhitungan dan analisis, maka nilai indeks supersaturasi dari masing-masing produk diprediksi dengan menggunakan software Visual Minteq. Input data yang harus dimasukkan dalam software tersebut, antara lain: nilai pH, komposisi ion-ion terlarut (terutama yang memiliki konsentrasi besar), dan temperatur proses. Konsentrasi dari masing-masing ion terlarut dapat diinput menggunakan satuan mg/L, molar, atau meq/L.

Selanjutnya, software akan mengkalkulasi masing – masing produk berdasarkan database nilai kelarutan (K_{sp}) dan konstanta Debye-Hückel yang sudah tersimpan dalam software. Output software tersebut nantinya akan dapat menunjukkan jenis-jenis produk yang telah masuk dalam tahap oversaturasi/supersaturasi.

Pada penelitian ini, input data yang dimasukkan dalam software adalah komposisi ion terlarut, seperti NH_4^+ , $\text{PO}_4\text{-P}$, Ca^{2+} , Mg^{2+} , HCO_3^{2-} , Cl^- , dan SO_4^{2-} (untuk air limbah asli), dan NH_4^+ , $\text{PO}_4\text{-P}$, Ca^{2+} , Mg^{2+} (untuk air limbah buatan). Selanjutnya dilakukan input pH disesuaikan dengan variabel yang diteliti. Jenis-jenis mineral fosfat yang telah masuk dalam tahap supersaturasi dirangkum dalam Tabel 4.2 dan 4.3. Hasil yang ditunjukkan pada kedua tabel tersebut

mengindikasikan bahwa semakin tinggi pH, maka makin banyak pula jenis-jenis mineral yang akan terbentuk di dalam larutan.

Tabel 4.2. Indeks Supersaturasi Produk Pada Air Limbah Asli

pH	Mineral Fosfat Yang Terbentuk	Rumus Kimia	Log IAP	Log Ksp	Indeks Supersaturasi (SI)
7	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-28,235	-28,920	0,570
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-36,930	-44,330	7,403
7,5	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-27,147	-28,850	1,103
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-27,147	-28,920	1,773
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-46,823	-47,950	1,127
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-34,628	-44,330	9,705
8	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-26,107	-28,850	2,143
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-26,107	-28,920	2,813
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-45,760	-47,950	2,190
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-32,570	-44,330	11,763
8,5	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am1)	-25,200	-25,500	0,300
	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-25,200	-28,850	3,050
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-25,200	-28,920	3,720
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-44,893	-47,950	3,057
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-30,714	-44,330	13,619
9	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am1)	-24,489	-25,500	1,011
	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-24,489	-28,850	3,761
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-24,489	-28,920	4,431
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-44,313	-47,950	3,637
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-29,163	-44,330	15,170
	<i>Struvite</i>	MgNH_4PO_4	-13,178	-13,260	0,082

Meskipun nilai indeks supersaturasi yang ada pada masing-masing produk dan nilai pH berbeda-beda, kondisi ini tidak mencerminkan jumlah presipitat yang terkandung dalam larutan. Seperti yang disebutkan sebelumnya, indeks supersaturasi hanya dihitung berdasarkan *ionic activity product* (IAP) dan nilai kelarutan (Ksp). Saat pH tinggi *ionic activity product* akan meningkat, sehingga indeks supersaturasi akan meningkat pula.

Tabel 4.3. Indeks Supersaturasi Produk Pada Air Limbah Buatan

pH	Mineral Fosfat Yang Terbentuk	Rumus Kimia	Log IAP	Log Ksp	Indeks Supersaturasi (SI)
7	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-28,347	-28,920	0,573
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-36,924	-44,330	7,409
7,5	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-27,144	-28,850	1,106
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-27,144	-28,920	1,776
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-46,817	-47,950	1,133
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-34,622	-44,330	9,711
8	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-26,103	-28,850	2,147
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-26,103	-28,920	2,817
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-45,754	-47,950	2,196
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-32,564	-44,330	11,769
8,5	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am1)	-25,196	-25,500	0,304
	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-25,196	-28,850	3,054
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-25,196	-28,920	3,724
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-44,887	-47,950	3,063
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-30,709	-44,330	13,624
9	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am1)	-24,485	-25,500	1,015
	<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (am2)	-24,485	-28,850	3,765
	<i>β-tricalcium phosphate</i>	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	-24,485	-28,920	4,435
	<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_4\text{H}(\text{PO}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{s})$	-44,307	-47,950	3,643
	<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$	-29,157	-44,330	15,176
	<i>Struvite</i>	MgNH_4PO_4	-13,176	-13,260	0,084

4.4. Penyisihan Fosfat Pada Penelitian Utama

4.4.1. Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Kecepatan pengadukan mempunyai pengaruh yang cukup penting dalam proses kristalisasi. Beckmann (2013), menjelaskan bahwa proses pengadukan akan meningkatkan transfer massa antara target molekul dengan permukaan kristal yang sedang tumbuh, dan seiring dengan meningkatnya kecepatan atau intensitas pengadukan, maka transfer massa yang terjadi akan lebih besar.

Pada penelitian ini, pengaruh kecepatan pengadukan terhadap efisiensi penyisihan fosfat ditunjukkan oleh Gambar 4.6. Dalam gambar tersebut, baik pada air limbah asli maupun air limbah buatan, terjadi peningkatan penyisihan fosfat

pada 10 menit pertama pengadukan, dilanjutkan dengan peningkatan perlahan hingga akhir waktu pengadukan.

(a) Air Limbah Asli (100 rpm)



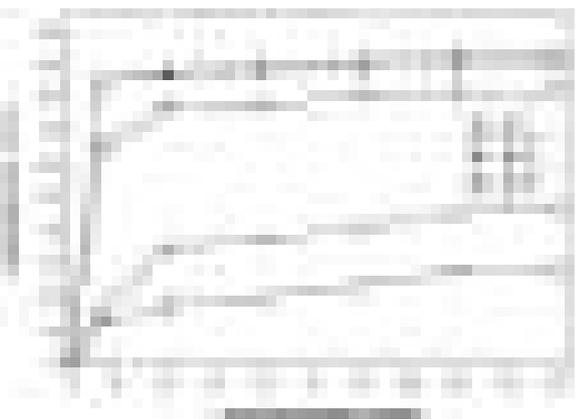
(b) Air Limbah Asli (150 rpm)



(c) Air Limbah Buatan (100 rpm)



(d) Air Limbah Buatan (150 rpm)



Gambar 4.6. Efisiensi Penyisihan $\text{PO}_4 - \text{P}$

Pada air limbah asli dan dengan kecepatan pengadukan 100 rpm, konsentrasi fosfat yang dapat disisihkan hingga akhir waktu pengadukan sebesar 35,93% (pH 7); 31,37% (pH 7,5); 49,26% (pH 8); 67,84% (pH 8,5); dan 78,66% (pH 9). Sedangkan pada kecepatan pengadukan 150 rpm, konsentrasi fosfat yang dapat disisihkan sedikit lebih besar, yaitu 32,97%; 31,37%; 58,06%; 64,76%; dan 84,62% pada masing-masing pH 7; 7,5; 8; 8,5; dan 9.

Kondisi yang hampir sama terjadi pada air limbah buatan, dimana pada kecepatan 100 rpm, konsentrasi fosfat yang berhasil disisihkan sebesar 25,36% (pH 7); 33,63% (pH 7,5), 77,81% (pH 8); 85,71% (pH 8,5); dan 92,43% (pH 9).

Sementara itu pada kecepatan pengadukan 150 rpm, efisiensi penyisihan fosfat pada pH 7; 7,5; 8; 8,5; dan 9, masing-masing sebesar 28,43%; 40,30%; 74,37%; 88,90%; dan 92,47%.

Ditinjau berdasarkan masing-masing persentase di atas, dapat diketahui bahwa seiring meningkatnya kecepatan pengadukan, maka proses supersaturasi dan pembentukan nukleus akan terjadi lebih cepat. Myerson (2002), menyatakan bahwa ketika konsentrasi partikel terlarut yang ada di larutan cukup tinggi, maka tingkat supersaturasi yang akan terjadi dalam larutan akan semakin tinggi pula. Ketika level supersaturasi meningkat, maka akan terbentuk nukleus-nukleus kristal.

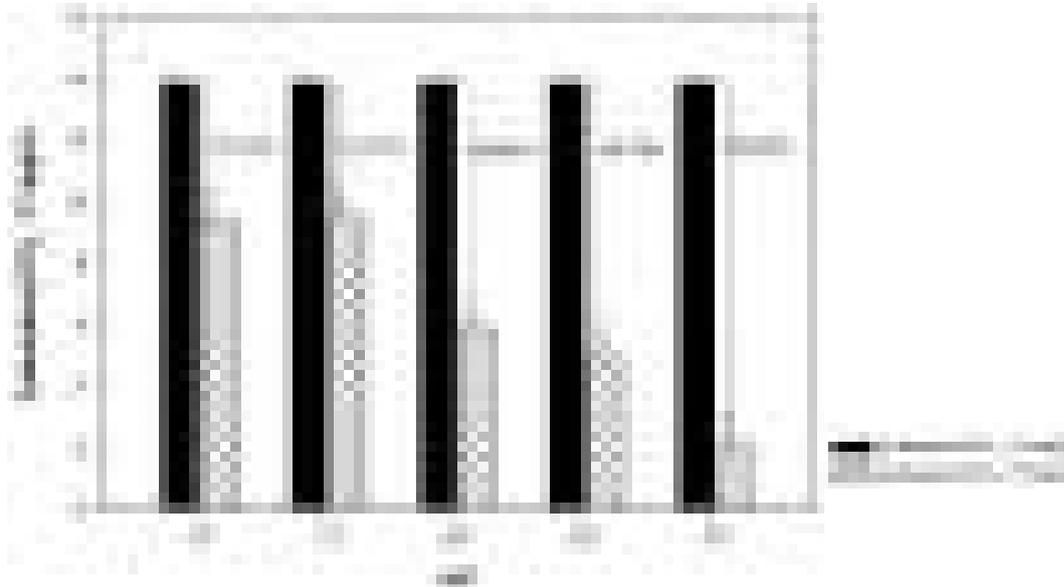
Kim *et al.* (2009) dalam penelitiannya menunjukkan bahwa efisiensi penyisihan fosfat akan menjadi lebih besar apabila kecepatan dan lama waktu pengadukan ditingkatkan. Pernyataan tersebut sesuai dengan grafik yang terdapat pada Gambar 4.6 di atas. Sebagai contoh yang terjadi pada air limbah asli dan pH 9, saat pengadukan diatur pada kecepatan 100 rpm persentase penyisihan fosfat pada 10 menit pertama pengadukan sebesar 81,04%. Selanjutnya, ketika pengadukan tetap dilakukan maka efisiensi penyisihan fosfat akan meningkat menjadi 81,99% (setelah 1 jam pengadukan), dan menjadi lebih tinggi hingga mencapai 84,62% (setelah 2,5 jam pengadukan).

Namun, peningkatan nilai efisiensi penyisihan tidak selalu terjadi walaupun waktu pengadukan diperpanjang. Ada batas waktu tertentu, dimana fosfat tidak lagi dapat disisihkan, misalnya ketika seluruh fosfat terlarut telah terikat dengan kalsium atau magnesium dan membentuk kristal. Pada saat itu, penambahan waktu pengadukan tidak lagi berfungsi untuk meningkatkan penyisihan fosfat, namun akan mengubah nukleus-nukleus kristal yang terbentuk menjadi suatu bentuk kristal yang lebih stabil dan dengan ukuran yang lebih besar (Abbona dan Franchini-Angela, 1990).

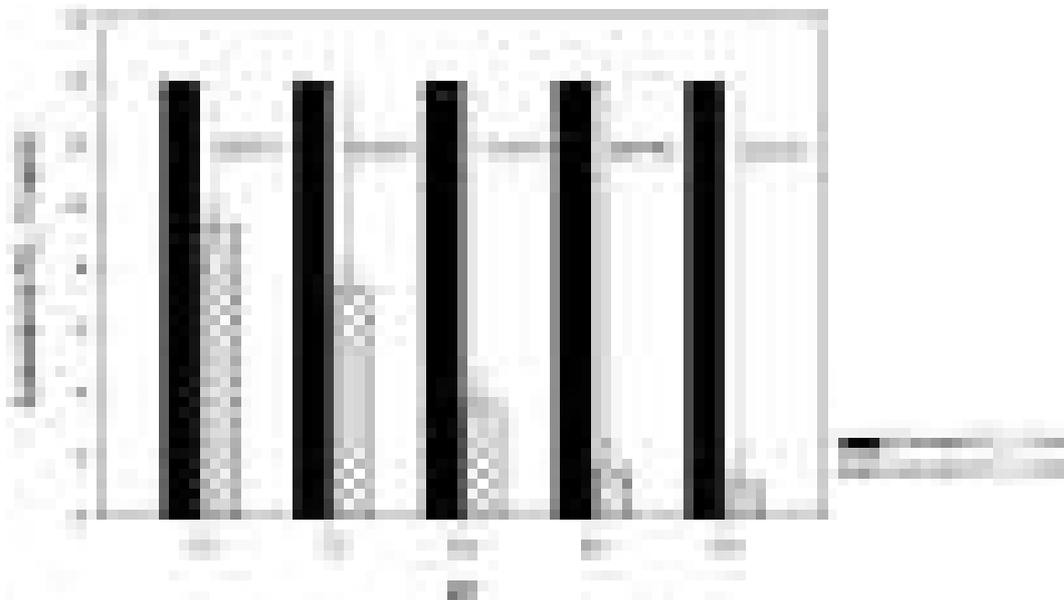
4.4.2. Pengaruh pH

Pengaruh pH terhadap penyisihan fosfat dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan 4.8. Pada gambar 4.7, ketika proses kristalisasi dilakukan pada pH 7, maka konsentrasi fosfat terlarut akan turun sekitar 4% dari 13,91 mg/L menjadi 9,32

mg/L. Apabila nilai pH ditingkatkan pada pH 8 atau pH 9, maka konsentrasi fosfat terlarut akan menjadi lebih kecil hingga sekitar 5 mg/L dan 2mg/L.



Gambar 4.7. Penyisihan Fosfat Pada Air Limbah Asli Dengan Kecepatan 150 rpm



Gambar 4.8. Penyisihan Fosfat Pada Air Limbah Buatan Dengan Kecepatan 150 rpm

Sama halnya dengan yang terjadi pada air limbah asli, pada air limbah buatan, fosfat dengan konsentrasi awal 13,97 mg/L dapat disisihkan hingga mencapai 10,00 mg/L (pH 7); 3,58 mg/L (pH 8); dan 1,05 mg/L (pH 9).

Berdasarkan kedua gambar tersebut, dapat disimpulkan bahwa efisiensi penyisihan fosfat akan meningkat seiring dengan meningkatnya nilai pH.

Song *et al.* (2002b), dalam penelitiannya menyebutkan bahwa pH akan sangat mempengaruhi tingkat supersaturasi, presipitasi, dan efisiensi penyisihan fosfat. Saat nilai pH naik, maka tingkat supersaturasi masing-masing nukleus kristal akan semakin besar pula. Akibatnya, akan semakin banyak nukleus atau presipitat yang terbentuk dan pada akhirnya efisiensi penyisihan akan meningkat.

Penelitian lain yang dilakukan oleh Yi (2003), menyatakan bahwa apabila konsentrasi Ca dalam larutan cukup tinggi maka penyisihan fosfat dapat dilakukan dengan baik meskipun pada pH yang rendah. Namun begitu, pernyataan tersebut tidak sesuai dengan hasil yang didapatkan pada penelitian ini. Meskipun rasio molaritas Ca/P awal mencapai 20,69, persentase maksimum fosfat yang dapat disisihkan pada pH 7 hanya sekitar 33%.

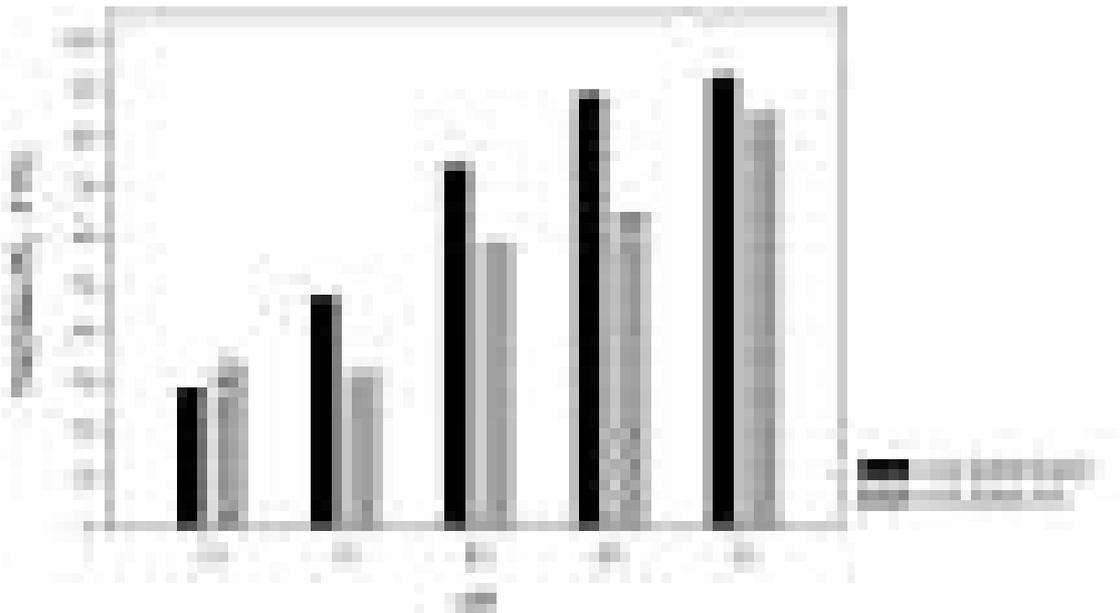
4.4.3. Pengaruh Ion-Ion Precursors

Ion-ion *precursors* yang terdapat dalam air limbah sangat mempengaruhi terjadinya proses supersaturasi dan nukleasi, serta efisiensi penyisihan fosfat. Seperti yang telah disebutkan pada subbab sebelumnya, proses supersaturasi dan nukleasi akan diikuti oleh terjadinya penurunan pH. Namun berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan pada air limbah asli dengan pH 7 dan 7,5, kehadiran ion-ion *precursor* (seperti CO_3^{2-} atau HCO_3^-) justru akan meningkatkan nilai pH sebesar 0,01 – 0,02 beberapa kali selama proses pengadukan. Pada pH 7 dan 7,5 proses supersaturasi dan nukleasi terjadi sangat lambat, ion H^+ yang dilepaskan selama proses pengadukan sangat sedikit dan tidak seimbang dengan tingkat alkalinitas yang terdapat dalam air limbah. Sebagai dampaknya, nilai pH akan cenderung naik dan identifikasi waktu induksi sulit dilakukan.

Semakin bertambahnya nilai pH awal, maka pembentukan nukleus kristal dan potensi terlepasnya ion H^+ menjadi lebih besar. Pada pH 8 hampir terjadi kesetimbangan antara ion H^+ dan alkalinitas dalam air limbah. Kondisi tersebut ditunjukkan oleh adanya kenaikan pH beberapa kali pada 30 menit pertama pengadukan. Namun seiring bertambahnya pembentukan nukleus, nilai pH akan cenderung konstan hingga akhir proses pengadukan. Dibandingkan dengan pH 7 –

8, identifikasi waktu induksi akan lebih mudah dilakukan pada pH 8,5 dan 9. Pada kedua pH tersebut, ion H^+ yang terlepas akibat pembentukan presipitat sudah sedemikian besarnya dan melebihi tingkat alkalinitas yang ada dalam larutan. Akibatnya nilai pH akan turun pada kisaran detik ke-20 hingga 7 menit pertama pengadukan.

Adanya kehadiran ion alkalinitas dalam air limbah, terutama dalam konsentrasi tinggi, akan memberikan dampak negatif terhadap penyisihan fosfat. Pengaruh ion alkalinitas terhadap penyisihan fosfat dapat dilihat pada Gambar 4.9. Gambar tersebut menunjukkan bahwa persentase penyisihan fosfat pada air limbah buatan lebih tinggi dibandingkan dengan air limbah asli. Perbedaan persentase penyisihan fosfat diantara kedua jenis air limbah berada pada kisaran 0,6 – 24%.



Gambar 4.9. Penyisihan Fosfat Pada Air Limbah Buatan dan Air Limbah Asli Pada Kecepatan 150 rpm

Rendahnya penyisihan fosfat pada air limbah asli umumnya disebabkan oleh adanya ikatan antara ion Ca^{2+} dengan CO_3^{2-} ataupun Mg^{2+} dengan CO_3^{2-} untuk membentuk kalsium karbonat ataupun magnesium karbonat, seperti persamaan berikut:





Adanya kecenderungan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} berikatan dengan CO_3^{2-} , secara langsung akan mengurangi jumlah ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} yang dapat berikatan dengan fosfat. Selanjutnya, dampak yang kemudian timbul adalah berkurangnya efisiensi penyisihan fosfat dalam air limbah.

Pada air limbah buatan, tidak adanya kehadiran ion CO_3^{2-} akan meningkatkan potensi terjadinya ikatan kalsium fosfat, magnesium fosfat, ataupun magnesium ammonium fosfat. Dengan semakin banyaknya fosfat yang terikat, maka efisiensi penyisihan akan lebih besar.

Pengaruh ion alkalinitas terhadap proses *recovery* fosfat dijelaskan pula oleh beberapa penelitian terdahulu. Song *et al.* (2002a), menjelaskan bahwa adanya CO_3^{2-} dalam jumlah yang sangat besar dapat menyebabkan pembentukan produk yang kurang stabil, menurunkan efisiensi penyisihan, dan mengganggu proses *recovery* fosfat. Oleh karena itu dalam prakteknya di lapangan, pengaruh CO_3^{2-} terhadap proses penyisihan dan *recovery* fosfat diatasi dengan melakukan CO_2 *stripping* sebelum proses presipitasi (Berg *et al.*, 2006), atau dengan meningkatkan konsentrasi Mg dalam larutan (Cao dan Harris, 2008).

CO_2 *stripping* sangat bermanfaat untuk menurunkan jumlah CO_2 terlarut yang ada dalam air, namun di sisi lain teknologi ini justru akan menambah kerumitan dan biaya dari proses *recovery* itu sendiri. Sedangkan peningkatan konsentrasi Mg, meskipun bertujuan agar terjadi kompetisi dalam mengikat CO_3^{2-} dan meningkatkan jumlah ion Ca^{2+} bebas, adanya Mg berlebih justru akan mengurangi terbentuknya kristal *hydroxyapatite* dan sebaliknya meningkatkan terbentuknya kristal *whitlockite* dan fase *amorphous calcium phosphate* yang sangat tidak stabil (Abbona dan Franchini-Angela, 1990).

4.5. Presipitat Yang Terbentuk

Pada saat proses pengadukan berlangsung, nukleus kristal yang terbentuk akan tumbuh secara perlahan dan membentuk flok presipitat yang dapat mengendap setelah larutan didiamkan beberapa saat. Pada umumnya, flok-flok yang terbentuk tersebut berbentuk serbuk halus dan lunak. Namun setelah melalui proses penyaringan dan pengeringan, partikel-partikel yang terdapat dalam flok

tersebut akan bergabung menjadi suatu padatan yang pekat dan keras (Gambar 4.10).



Gambar 4.10. Kristal Fosfat pH 9 Dari (a) Air Limbah Buatan, (b) Air Limbah Asli

Presipitat yang terbentuk selama proses penelitian sangat bervariasi dari segi warna, berat, jenis, dan komponen pembentuknya. Presipitat yang terbentuk dari air buatan berwarna putih, sedangkan yang berasal dari air limbah asli cenderung berwarna abu-abu. Adanya bahan organik terlarut menjadi salah satu penyebab perbedaan warna di atas.

4.5.1. Pengaruh pH Terhadap Berat Massa Presipitat

Ditinjau dari ukurannya, presipitat yang berasal dari air limbah dengan pH 7 dan 7,5 jumlahnya lebih kecil, sedikit, dan cenderung menempel pada membran filter yang digunakan. Oleh karena itu, proses *recovery* dan analisa struktur presipitat dari pH tersebut sulit untuk dilakukan. Sebaliknya, presipitat yang berasal dari air limbah dengan nilai pH > 8, jumlahnya lebih banyak dan mudah dipisahkan dari membran (Tabel 4.4). Hal ini mengindikasikan bahwa jumlah dan berat presipitat akan meningkat seiring dengan meningkatnya nilai pH. Kondisi yang sama ditunjukkan pula oleh penelitian Yi (2003), dimana berat presipitat dari yang semula 3,4 mg (pada pH 7,65) meningkat menjadi 84,8 mg ketika pH dinaikkan menjadi 8,9.

Tabel 4.4. Berat Massa Presipitat Dari Air Limbah Asli dan Buatan

Berat Massa Presipitat (mg)				
pH	Air limbah Buatan		Air limbah Asli	
	Kec. 100 rpm	Kec. 150 rpm	Kec. 100 rpm	Kec. 150 rpm
7	0,40	2,40	8,90	12,00
7,5	9,80	12,10	21,35	57,70
8	69,80	75,90	47,70	83,10
8,5	82,60	82,90	50,90	85,20
9	89,50	83,70	134,00	143,30

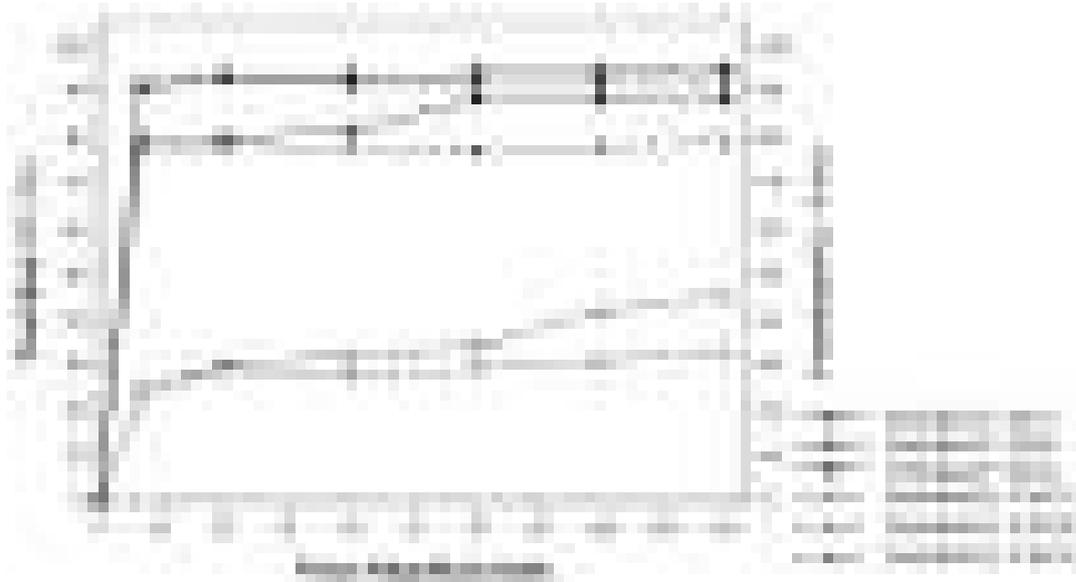
Tabel 4.4 menunjukkan pula bahwa jenis air limbah dan kecepatan pengadukan mempengaruhi berat massa dari presipitat. Semakin banyak jenis-jenis ion yang terdapat pada air limbah, maka presipitat yang terbentuk akan semakin banyak dan beragam. Sebagai contohnya pada air limbah buatan, karena komponen pembentuknya hanya berasal dari KH_2PO_4 , NH_4Cl , MgCl_2 , dan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, maka hampir dapat dipastikan bahwa presipitat yang terbentuk adalah jenis kalsium fosfat, magnesium fosfat, atau magnesium ammonium fosfat. Sebaliknya pada air limbah asli yang mengandung komposisi yang beragam seperti, SO_4^{2-} , HCO_3^- , $\text{PO}_4 - \text{P}$, NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , dan lain sebagainya, potensi terbentuknya presipitat lain akan semakin besar.

4.5.2. Pengaruh Ion *Precursor* Terhadap Presipitat

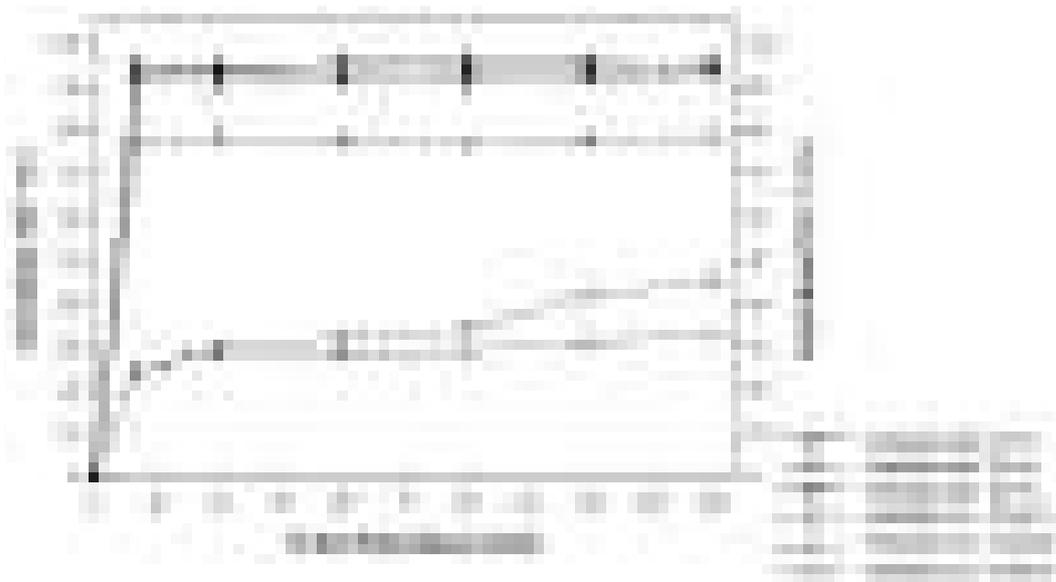
Ion-ion *precursor* yang ada dalam air limbah seperti CO_3^{2-} , HCO_3^- , atau Ca^{2+} dan Mg^{2+} dengan konsentrasi berlebih, akan mengganggu pertumbuhan jenis kristal tertentu dan meningkatkan jenis pertumbuhan kristal yang lain. Seperti yang disebutkan pada subbab 4.4.3, ion CO_3^{2-} atau HCO_3^- dapat menghambat terbentuknya nukleus kristal fosfat, dan sebaliknya meningkatkan pembentukan kalsium karbonat. Sedangkan ion Ca^{2+} atau Mg^{2+} akan mempengaruhi jenis nukleus kristal yang terbentuk.

Gambar 4.11, menunjukkan persentase penyisihan Ca^{2+} selama proses pengadukan. Pada gambar tersebut, dapat diketahui bahwa terjadi peningkatan efisiensi penyisihan pada 10 menit pertama pengadukan hingga sebesar 90% pada pH 8 dan 9. Selanjutnya seiring dengan meningkatnya waktu pengadukan, efisiensi penyisihan menjadi beragam. Pada pH 8, efisiensi penyisihan Ca^{2+}

cenderung mengalami penurunan. Sedangkan pada pH 9, penyisihan Ca^{2+} mengalami sedikit peningkatan. Kondisi yang berbeda ditunjukkan pada pH 7, dimana pada awal pengadukan efisiensi penyisihan hanya sebesar 80%. Lalu meningkat hampir sebesar 10% pada menit ke 90.



Gambar 4.11. Penyisihan Ca^{2+} vs $\text{PO}_4\text{-P}$ Pada Air Limbah Asli



Gambar 4.12. Penyisihan Mg^{2+} vs $\text{PO}_4\text{-P}$ Pada Air Limbah Asli

Peningkatan penyisihan konsentrasi Ca^{2+} dapat berarti 2 hal, yaitu terjadinya ikatan kalsium fosfat atau kalsium karbonat. Dari grafik penyisihan Ca^{2+} dan PO_4 tersebut dapat diidentifikasi bahwa pada pH 9, peningkatan penyisihan Ca^{2+} lebih banyak terjadi akibat pembentukan kalsium fosfat. Sedangkan pada pH 7 dan 8, Ca^{2+} yang berhasil disisihkan lebih banyak yang terikat menjadi kalsium karbonat.

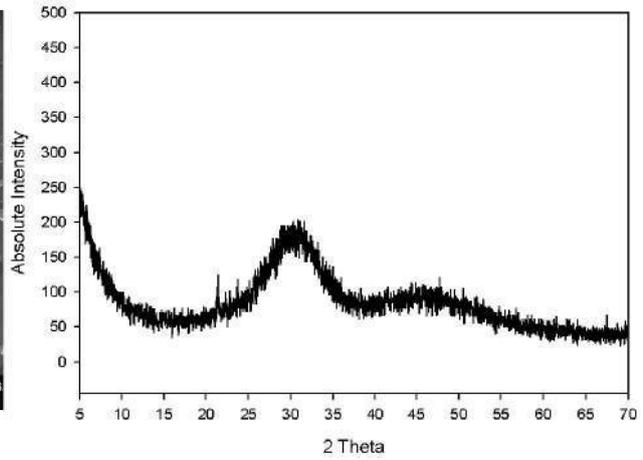
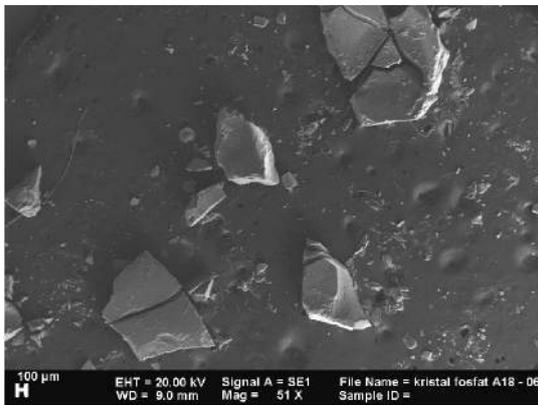
Kondisi yang hampir sama ditunjukkan pada Gambar 4.12. Pada gambar tersebut, penyisihan Mg^{2+} selalu meningkat seiring dengan peningkatan pH dan lama waktu pengadukan. Peningkatan penyisihan konsentrasi Mg^{2+} pada pH 9, dapat dipastikan karena pembentukan kristal *whitlockite* atau kristal *struvite*. Sedangkan pada pH 7 dan 8, penyisihan Mg^{2+} lebih banyak dikarenakan adanya pembentukan magnesium karbonat.

Pembentukan kristal *whitlockite* sangat mungkin terjadi, karena lebih mudah dilakukan dibandingkan dengan pembentukan kristal *struvite*. Untuk pembentukan *whitlockite*, ion-ion Mg^{2+} cukup bergabung dengan ikatan kalsium fosfat yang telah terbentuk. Sedangkan untuk pembentukan *struvite*, ion Mg^{2+} perlu mengikat ion-ion NH_4^+ dan PO_4 yang memiliki valensi berbeda. Pembentukan *struvite* tersebut juga tetap akan sulit dilakukan apabila konsentrasi molaritas Mg^{2+} , NH_4^+ , dan PO_4 , tidak sama.

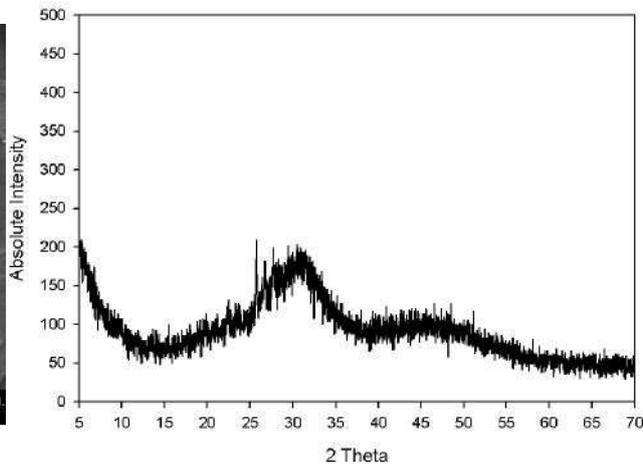
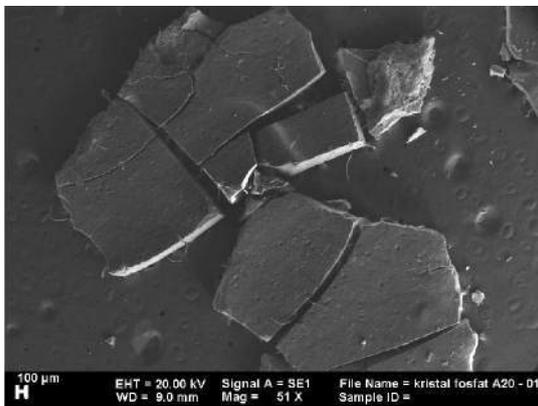
4.6. Identifikasi Struktur Presipitat

Analisa SEM presipitat dari air limbah asli dan buatan dengan pH 9, menunjukkan pengaruh ion pengganggu pada struktur dan morfologi kristal. Dapat dilihat bahwa struktur kristal yang terbentuk dari dua jenis air limbah cenderung tidak berbeda satu sama lain (Gambar 4.13 (a,b)). Sebagian besar kristal berupa bongkahan padat dan besar dengan tekstur permukaan yang halus, sedangkan sebagian kecil lainnya berupa bongkahan besar berpori dan serpihan-serpihan halus. Apabila dibandingkan dengan hasil penelitian-penelitian terdahulu, tekstur kristal yang terbentuk pada penelitian ini mirip dengan kristal pada Gambar 4.13 (c).

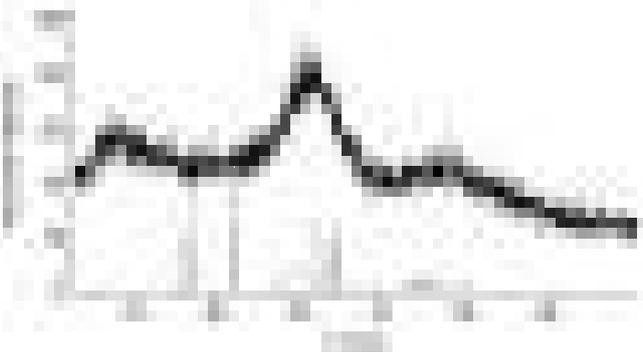
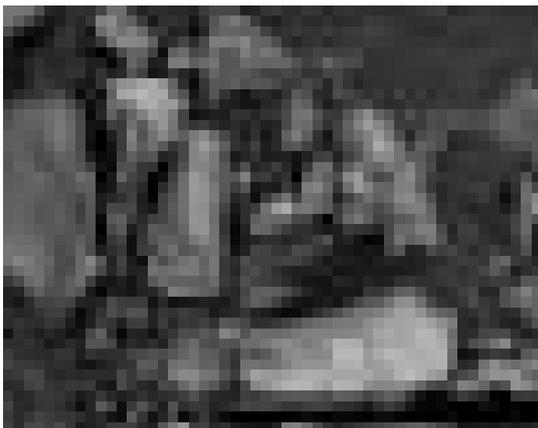
(a) Air Limbah Buatan (pH 9, 150 rpm)



(b) Air Limbah Asli (pH 9, 150 rpm)



(c) Presipitat kristal dengan rasio Ca/Mg = 2 (LeCorre *et al.*, 2005)



Gambar 4.13. Gambar SEM dan XRD Presipitat

Pada gambar SEM tersebut, bentuk dari salah satu jenis kristal fosfat tidak dapat terlihat karena tertutup oleh presipitat. Nukleus-nukleus kristal atau

presipitat yang terbentuk selama proses pengadukan, saling tindih dan menempel satu sama lain dan membentuk kristal yang lebih besar dan sulit dikenali jenisnya. Pernyataan tersebut ditunjang pula oleh grafik XRD yang hampir tidak memperlihatkan titik puncak di masing-masing polanya. Hampir tidak terlihatnya titik puncak, serta pola grafik yang cenderung ramai, menunjukkan bahwa tidak ada satu jenis kristal yang mendominasi struktur presipitat (LeCorre *et al.*, 2005).

Identifikasi jenis kristal dari presipitat pH 9 (presipitat dengan efisiensi penyisihan terbesar) dilakukan melalui software Match, versi 1.10. Berdasarkan software tersebut, dapat diketahui bahwa ada beberapa jenis kristal fosfat yang intensitasnya sesuai dengan grafik XRD pada Gambar 4.13. Verifikasi lebih lanjut tetap diperlukan untuk menentukan jenis kristal yang tepat, karena ada sudut pembacaan (2 Theta) dan intensitas yang mirip dengan spesifikasi beberapa jenis kristal.

Hasil identifikasi 6 besar jenis kristal melalui software Match, dapat dilihat pada Tabel 4.5. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel tersebut, tingginya konsentrasi Ca^{2+} dalam larutan menyebabkan banyaknya pembentukan jenis-jenis kristal kalsium fosfat. Sebaliknya, pembentukan kristal magnesium fosfat dan magnesium ammonium fosfat (*struvite*) akan terhambat.

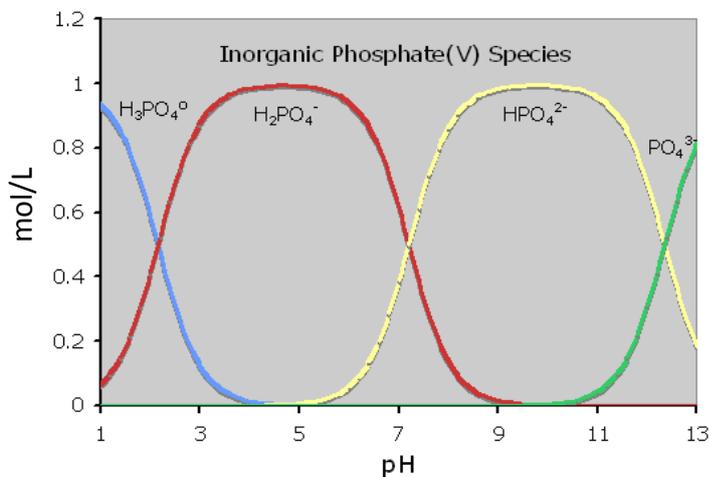
Tabel 4.5. Jenis Kristal Fosfat Dari Proses *Recovery* Air Limbah (sesuai Software Match, versi 1.10)

	Jenis Kristal Fosfat	Komposisi Pada Air Limbah Buatan (%)	Komposisi Pada Air Limbah Asli (%)
pH 9 - 100 rpm	<i>Hilgenstockite (tetracalcium phosphate)</i>	29,85	27,34
	<i>Monetite (dicalcium phosphate anhydrate)</i>	32,86	23,08
	<i>Whitlockite (Mg-tricalcium phosphate)</i>	11,37	11,07
	<i>Bobierite (magnesium phosphate)</i>	22,95	20,20
	<i>Struvite (magnesium ammonium phosphate)</i>	0	11,84
	<i>Hydroxyapatite</i>	2,96	6,47
Total		100,00	100,00
pH 9 - 150 rpm	<i>Hilgenstockite (tetracalcium phosphate)</i>	36,22	34,44
	<i>Monetite (dicalcium phosphate anhydrate)</i>	21,66	21,53
	<i>Whitlockite (Mg-tricalcium phosphate)</i>	11,65	16,21
	<i>Bobierite (magnesium phosphate)</i>	5,62	0
	<i>Struvite (magnesium ammonium phosphate)</i>	13,70	18,65
	<i>Hydroxyapatite</i>	11,14	9,16
Total		100,00	100,00

Persentase komposisi masing-masing kristal didapat melalui analisa semi-kuantitatif yang otomatis dilakukan oleh software Match ketika terjadi kecocokan jenis kristal. Semakin banyak kecocokan, maka persentase komposisinya akan semakin besar. Walaupun begitu, nilai error dari masing-masing kristal yang terbentuk tidak dapat diketahui dengan jelas, karena ada potensi satu titik puncak dimiliki oleh beberapa jenis kristal yang berbeda (dapat dilihat pada Lampiran C hal. 5 hingga 28).

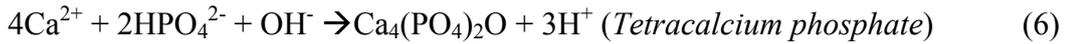
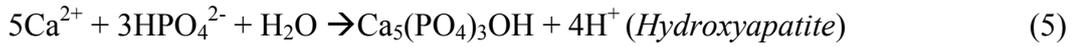
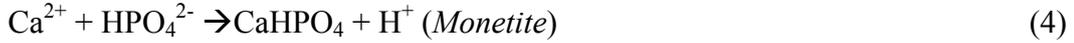
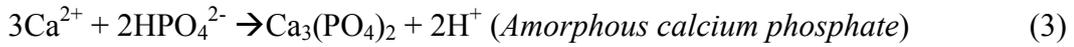
Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.5, tidak semua jenis kristal fosfat dapat *direcovery* dari air limbah. Pada air limbah buatan (pH 9-100 rpm) tidak terbentuk kristal *struvite*, sedangkan pada air limbah asli (pH 9-150 rpm) tidak terbentuk kristal *bohierrite*. Hal ini dimungkinkan oleh adanya perbedaan aktivitas ion dan rasio molaritas ion selama proses pengadukan berlangsung (Warmadewanthi dan Liu, 2009). Sehingga, meskipun dalam larutan terdapat Mg^{2+} , NH_4^+ , dan HPO_4^{2-} , namun apabila selama proses pengadukan terjadi perbedaan aktivitas dan molaritas ion, maka dan pengikatan ion-ion tersebut tidak dalam molaritas yang sama maka kristal *struvite* tetap tidak akan terbentuk.

Terjadinya pembentukan jenis-jenis kristal tertentu selama proses pengadukan, hanya dapat diketahui berdasarkan analisa presipitat. Namun, sejak awal pembentukannya dapat diprediksi berdasarkan persamaan kimia. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.14, pada kisaran pH normal (7 – 9) bentuk spesies fosfat yang paling umum adalah HPO_4^{2-} (Nieminen, 2010).

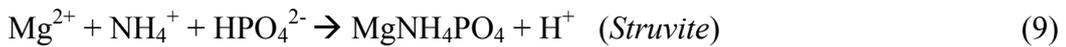
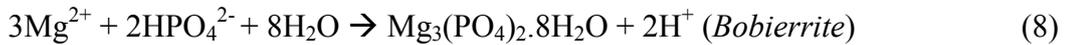


Gambar 4.14. Spesies Fosfat Anorganik Berdasarkan Nilai pH (Nieminen, 2010)

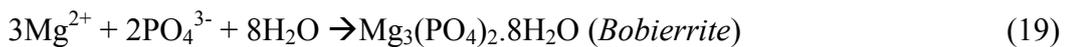
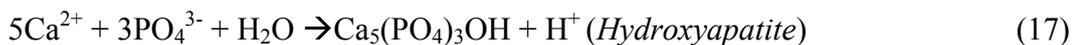
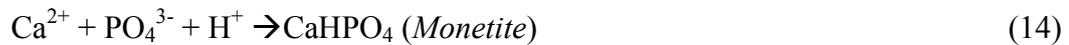
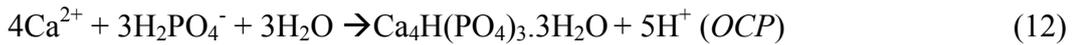
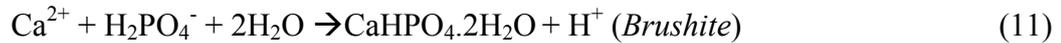
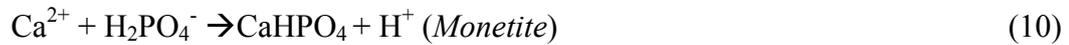
Sehingga, ketika ion Ca^{2+} bertemu dengan HPO_4^{2-} dan OH^- , maka jenis kristal yang berpotensi terbentuk adalah:



Sedangkan ketika ion Mg^{2+} bertemu dengan HPO_4^{2-} dan NH_4^+ , maka presipitat yang dapat terbentuk adalah sebagai berikut:



Disamping HPO_4^{2-} , beberapa spesies fosfat lain yang dapat terbentuk pada pH 7-9 adalah H_2PO_4^- dan PO_4^{3-} . Ketika jenis-jenis spesies ini ada pada air limbah, maka beberapa reaksi presipitasi yang mengikutinya adalah:



Sesuai persamaan 3 – 13, setiap pembentukan nukleus-nukleus kristal akan selalu diikuti oleh penurunan nilai pH akibat terlepasnya ion H^+ . Oleh karena itu, diperlukan penambahan OH^- untuk menjaga agar pembentukan nukleus tetap berlangsung. Ditinjau dari persamaan-persamaan di atas, perbedaan spesies fosfat anorganik hanya akan menentukan jenis-jenis presipitat yang dapat terbentuk dalam air limbah. Sedangkan berapa jumlah presipitat yang dapat terbentuk, tidak dapat diketahui hanya dengan mengenali jenis spesies fosfat yang terkandung dalam air limbah. Pada prakteknya, jumlah dan jenis-jenis presipitat yang terbentuk akan sulit diprediksi dan dikontrol akibat adanya kombinasi berbagai faktor, seperti: kompetisi antar ion, kesetimbangan termodinamik fase cair dan padat, fenomena transfer massa antara fase cair dan padat, dan kinetika reaksi yang mengikuti proses kristalisasi (LeCorre *et al.*, 2009).

Berdasarkan teori *Ostwald rule of stages*, fase nukleus kalsium fosfat yang pertama kali terbentuk adalah *amorphous calcium phosphate* yang sifatnya tidak stabil. Selanjutnya ketika tingkat supersaturasi semakin meningkat, akan terbentuk kristal *monetite* dan *hydroxyapatite* yang sifatnya lebih stabil. Dengan banyaknya konsentrasi ion-ion Ca^{2+} dalam air limbah, maka akan terjadi pembentukan kristal *tetracalcium phosphate* seperti yang ditunjukkan pada persamaan 6. Hal ini pulalah yang menyebabkan persentase kristal *tetracalcium phosphate* lebih dominan dibandingkan jenis kristal-kristal lainnya.

Banyaknya jenis kristal kalsium fosfat yang terbentuk dari air limbah diperkuat oleh hasil analisa EDX (Gambar 4.15). Berdasarkan gambar tersebut diketahui bahwa unsur Ca, P, dan O pada presipitat air limbah asli dan buatan, lebih tinggi dibandingkan dengan unsur Mg dan N. Dengan banyaknya unsur Ca dan P yang terdapat pada presipitat, maka dapat dipastikan bahwa fase yang pertama terbentuk pada sampel adalah *amorphous calcium phosphate*.

Adanya ion Mg^{2+} yang cukup tinggi di dalam larutan tidak mampu digunakan untuk membentuk kristal *struvite* dalam jumlah yang banyak, karena pembentukan *struvite* sendiri memerlukan unsur Mg, NH_4 , dan PO_4 dengan molaritas yang sama. Oleh karena itu, beberapa ion-ion Mg^{2+} yang bebas akan lebih cenderung berikatan dengan kalsium fosfat dan membentuk kristal *whitlockite*.

(a) Air limbah Buatan (pH 9, 150 rpm) (b) Air Limbah Asli (pH 9, 150 rpm)



Gambar 4.15. Grafik EDX

4.7. Kelebihan dan Kekurangan Proses Kristalisasi Untuk *Recovery* Fosfat

Jika ditinjau dari nilai pH yang digunakan, pH 9 lebih menguntungkan untuk proses *recovery* fosfat dibandingkan dengan pH 7 atau pH 8. Meskipun pada pH 9, jumlah bahan kimia yang digunakan untuk meningkatkan tingkat supersaturasi dan pembentukan nukleus kristal lebih banyak, namun hasilnya sebanding dengan manfaat yang diperoleh. Rekapitulasi kelebihan dan kekurangan proses kristalisasi dari nilai pH yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Adanya ion Ca^{2+} ataupun Mg^{2+} dengan konsentrasi yang cukup untuk mengikat fosfat sangat menguntungkan, karena selama proses kristalisasi hanya diperlukan penambahan NaOH untuk meningkatkan nilai pH larutan. Biaya yang diperlukan untuk penambahan NaOH 1 M sendiri tidak terlalu besar (\pm Rp. 84/ml). Sehingga, jika total kebutuhan NaOH 1M tidak mencapai 10 ml, maka biaya maksimum yang diperlukan untuk penambahan NaOH tersebut adalah sebesar Rp. 840.

Tabel 4.6. Kelebihan dan Kekurangan Proses Kristalisasi Berdasarkan pH

pH	Kelebihan	Kekurangan
7	<ul style="list-style-type: none">➤ Tidak membutuhkan banyak bahan kimia NaOH (1,5 – 2 ml)➤ Penurunan nilai pH terjadi sangat lambat (setiap 5 – 30 menit)	<ul style="list-style-type: none">➤ Tingkat supersaturasi sangat rendah, sehingga pembentukan nukleus kristal fosfat sulit terjadi➤ Efisiensi penyisihan fosfat rendah (30%)➤ Jumlah fosfat yang dapat <i>direcovery</i> sangat sedikit➤ Air limbah masih mengandung konsentrasi fosfat yang cukup banyak, sehingga potensi terjadinya eutrofikasi di badan air masih sangat besar
8	<ul style="list-style-type: none">➤ Tingkat supersaturasi larutan cukup tinggi, sehingga pembentukan nukleus kristal fosfat lebih mudah.➤ Efisiensi penyisihan fosfat cukup besar (40 – 50%)➤ Jumlah fosfat yang dapat <i>direcovery</i> tidak cukup banyak	<ul style="list-style-type: none">➤ Penurunan nilai pH terjadi cepat (setiap 40 detik – 10 menit)➤ Perlu penambahan NaOH 1M untuk menjaga agar nilai pH tetap konstan (2,8 – 3,5 ml)
9	<ul style="list-style-type: none">➤ Tingkat supersaturasi larutan sangat tinggi, sehingga pembentukan nukleus kristal fosfat sangat mudah terjadi.➤ Efisiensi penyisihan fosfat cukup besar (70 – 80%)➤ Konsentrasi fosfat dalam air limbah berkurang drastis, sehingga kualitas air meningkat➤ Jumlah fosfat yang dapat <i>direcovery</i> lebih banyak	<ul style="list-style-type: none">➤ Penurunan nilai pH terjadi sangat cepat (setiap 20 detik – 7 menit)➤ Membutuhkan bahan kimia NaOH lebih banyak (4 - 9 ml)

Ditinjau dari potensi nilai ekonomi, keuntungan yang didapat dari aplikasi proses kristalisasi tidak dapat dihitung hanya berdasarkan pendapatan dari penjualan produk dikurangi biaya operasional saja. Masih banyak nilai-nilai tambah lain yang harus diperhitungkan, antara lain: (1) presipitat yang terbentuk lebih mudah ditangani, disimpan, dikirim, dijual, ataupun dimanfaatkan kembali untuk keperluan industri fosfat; (2) mengurangi ketergantungan terhadap penambangan batu mineral fosfat; (3) mengurangi terjadinya proses eutrofikasi di badan air; (4) mengurangi biaya yang dibutuhkan untuk penanganan dan pembuangan lumpur; (5) mengurangi jumlah koagulan kimia untuk proses presipitasi fosfat seperti: FeCl_3 , alum, PAC, dll; (6) mengurangi biaya

penggunaan pupuk kimia, terutama jika produknya (*struvite*) dapat langsung diaplikasikan ke lahan pertanian; (7) mengurangi biaya pembersihan pipa akibat sedimentasi kerak kalsium fosfat atau *struvite*; (8) meningkatkan kualitas air; dll (Shu *et al.*, 2006; Maaß *et al.*, 2014).

Berdasarkan penelitian Shu *et al.* (2006), proses *recovery* fosfat dari 100 m³/hari air limbah domestik dapat memberikan keuntungan sekitar A\$ 0,740 (Rp. 7.400)/kg penjualan *struvite*. Apabila ditambah dengan keuntungan dari faktor-faktor lain, seperti berkurangnya biaya untuk penanganan dan pembuangan lumpur sebesar A\$ 1,133 (Rp. 11.330); berkurangnya biaya untuk koagulan alum sebesar A\$ 0,270 (Rp. 2.700,-); berkurangnya biaya pembersihan pipa akibat kerak *struvite* sebesar A\$ 5,500 – 27,400 (Rp. 55.000 – 274.000), maka total keuntungan yang didapat adalah sebesar Rp. 76.000 – 295.000,-/kg *struvite* yang berhasil *direcovery*.

Sementara itu, jumlah keuntungan yang berhasil didapat dari hasil penjualan kalsium fosfat dari air limbah, hingga saat ini belum dapat diketahui. Hal ini dikarenakan belum ada penelitian ataupun informasi-informasi lain terkait dengan hal tersebut. Namun, karena kalsium fosfat unturnya sangat mirip dengan mineral fosfat, maka secara kasar harga penjualan kalsium fosfat dapat diasumsikan berdasarkan harga mineral fosfat yang ada di pasaran dunia yaitu sebesar US\$ 155 (Rp. 1.906.500)/ton atau sebesar Rp. 1.906,5/kg.

Potensi nilai ekonomi dari hasil *recovery* fosfat dari air limbah rumah sakit belum dapat dipastikan, karena ada sejumlah senyawa kalsium karbonat ataupun magnesium karbonat yang turut tercampur dalam presipitat kristal fosfat. Oleh karena itu, dalam aplikasinya diperlukan proses CO₂ *stripping* sebagai *pre-treatment* untuk menjaga kemurnian presipitat.

4.8. Kristalisasi Sebagai Alternatif Penyisihan Fosfat

Berdasarkan pembahasan-pembahasan yang telah dijelaskan pada subbab sebelumnya, dapat diketahui bahwa proses kristalisasi sangat dipengaruhi oleh komposisi ion-ion terlarut yang ada dalam larutan, pH, nilai kelarutan (K_{sp}), kecepatan pengadukan, dan *seed material*. Untuk meningkatkan efisiensi

penyisihan fosfat dan mengurangi variasi jenis kristal yang terbentuk, beberapa cara yang dapat digunakan antara lain:

- (1) *Pre-treatment* melalui *CO₂ stripping*, untuk menghilangkan kandungan *CO₂* terlarut;
- (2) Meningkatkan nilai pH. Nilai pH untuk proses kristalisasi disarankan antara pH 8,5 dan 9. Berdasarkan hasil eksperimen, penyisihan fosfat pada kedua pH tersebut sudah lebih dari 60%. Meskipun peningkatan nilai pH masih dapat dilakukan hingga pH 10 atau 11 (Song *et al.*, 2002b), hal ini tidak efisien karena memerlukan bahan kimia tambahan.
- (3) Meningkatkan kecepatan pengadukan, untuk mempercepat pembentukan nukleus kristal dan memperbesar penyisihan fosfat. Pengadukan dapat diatur pada kecepatan 150 rpm (sesuai penelitian), atau dapat ditingkatkan lagi hingga 200 -300 rpm (Warmadewanthi dan Liu, 2009; Mehta dan Batstone, 2013).
- (4) Menggunakan *seed material* yang merupakan *parent crystal* (jenis kristal yang sama dengan kristal yang akan dibentuk);
- (5) Menggunakan air limbah dengan kandungan Ca atau Mg yang tidak terlalu besar. Apabila kandungan Ca dan Mg dalam air limbah terlalu besar, maka alternatifnya adalah dengan menambahkan kandungan fosfat dari sumber air limbah lain. Contohnya dapat dijelaskan sebagai berikut:
 - a. Air limbah domestik atau air limbah rumah sakit, pada umumnya mempunyai kandungan fosfat rendah, dan Ca atau Mg yang tinggi. Untuk mengantisipasinya, maka dapat ditambahkan air limbah dari sumber lain, seperti: urine atau air limbah khusus dari kamar mandi.
 - b. Apabila setelah penambahan, kandungan fosfatnya menjadi sangat besar. Maka dapat dilakukan penambahan CaCl_2 atau MgCl_2 sesuai dengan jenis kristal yang menjadi sasaran pembentukan.
 - c. Untuk hasil terbaik, apabila jenis kristal yang diinginkan adalah *hydroxyapatite*, maka dibutuhkan rasio molaritas Ca/P sebesar 1,67. Sedangkan untuk pembentukan *struvite*, dibutuhkan rasio molaritas $\text{Mg:NH}_4:\text{PO}_4$ sebesar 1:1:1.

(6) Untuk efisiensi dan efektifitas proses, pemilihan sumber air limbah menjadi faktor utama. Jenis air limbah yang hanya mempunyai kandungan mayoritas PO_4 dan NH_4 (seperti air limbah peternakan, pertanian, atau industri pupuk) lebih disarankan, karena ion-ion *precursor* yang ada di dalamnya relatif tidak ada. Dengan demikian, pembentukan kristal seperti *struvite* atau *hydroxyapatite* lebih mudah dilakukan.

Penggunaan metode kristalisasi untuk penyisihan dan *recovery* fosfat dari air limbah Rumah Sakit dapat dilakukan di influen IPAL (sebelum proses pengolahan biologis), atau setelah effluen IPAL. Aplikasi proses kristalisasi pada influen IPAL, akan menurunkan beban pengolahan pada proses biologis. Sebaliknya aplikasi setelah effluen IPAL, akan membantu mengurangi konsentrasi ion-ion *precursor* yang berpengaruh terhadap proses kristalisasi.

4.9. Analisa Statistik

Metode statistik akan sangat membantu dalam menginterpretasikan data uji dan memberi kesimpulan yang tepat dalam mengevaluasi pengaruh variabel terhadap efisiensi penyisihan fosfat. Metode statistik yang digunakan pada penelitian ini adalah uji normalitas data dan uji ANOVA two-way. Prinsip pengujian normalitas ini adalah jika ada ketidaknormalan dalam data, maka perlu ada suatu penyesuaian agar distribusi datanya menjadi normal.

Selanjutnya untuk uji ANOVA two-way, pada prinsipnya uji ini dilakukan untuk mengetahui potensi suatu faktor mempengaruhi respon, dalam hal ini adalah efisiensi penyisihan fosfat. Uji ANOVA dapat dikatakan valid jika beberapa asumsi telah terpenuhi, seperti nilai residual berdistribusi normal, varians residual sesuai dengan nilai respon yang diprediksi, serta masing-masing residual bersifat independent.

4.9.1. Uji Normalitas

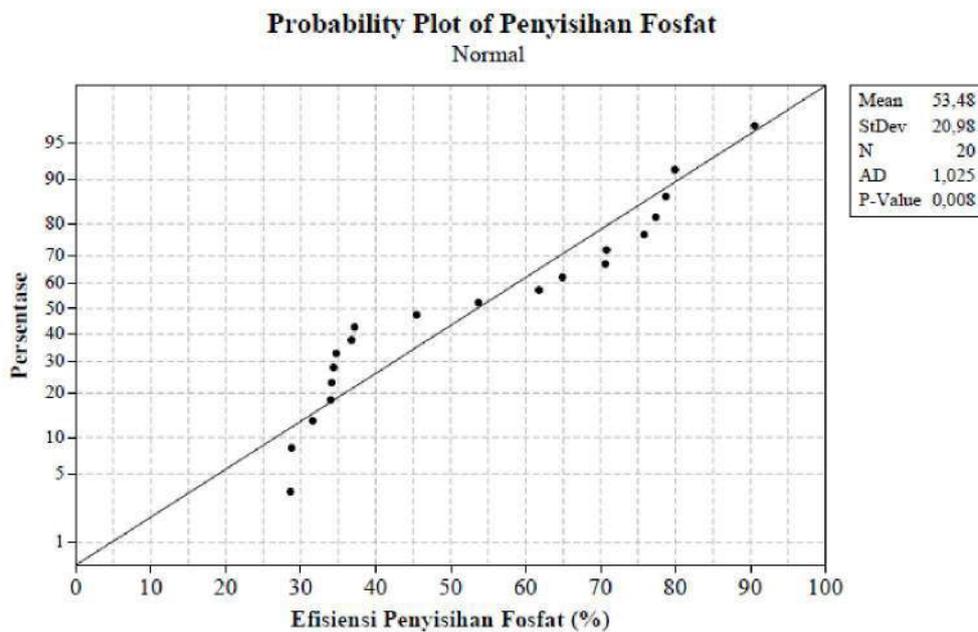
Uji normalitas dilakukan untuk menganalisis normalitas data dengan menggunakan uji Anderson-Darling. Analisis uji normalitas ini dilakukan untuk semua sampel. Pada uji normalitas, jika p-value kurang dari level signifikan yang diinginkan (α), maka diindikasikan datanya tidak berdistribusi normal. Namun,

jika tidak ada data yang berdistribusi normal, maka perlu dilakukan penyesuaian untuk menormalisasikan data. Jika penyesuaian tersebut tidak berhasil, maka perlu dilakukan uji non parametrik. Hipotesa yang dibuat untuk uji normalitas adalah sebagai berikut:

H_0 : data berdistribusi normal

H_1 : data tidak berdistribusi normal

Dalam penelitian ini, melalui 2 (dua) kali uji efisiensi penyisihan fosfat, didapat sebanyak 20 data varian dari 10 (sepuluh) jenis sampel air limbah rumah sakit. Sesuai uji normalitas, didapat nilai Anderson-Darling sesuai sebesar 2,079. Selanjutnya seperti yang terlihat pada Gambar 4.16, diketahui bahwa nilai rata-rata (mean) penyisihan fosfat dari seluruh sampel air limbah sebesar $53,48\% \pm 20,98\%$ untuk deviasinya. P-value yang didapat dari uji normalitas tersebut sebesar 0,008. Karena P-value lebih kecil daripada level signifikan yang diinginkan ($\alpha = 0,05$), maka secara statistik hipotesanya diindikasikan tolak H_0 , yang berarti data efisiensi penyisihan fosfat dari masing-masing sampel dikategorikan berdistribusi normal.



Gambar 4.16. Kurva Distribusi Normal Sampel Air Limbah Rumah Sakit

4.9.2. Uji ANOVA Two-Way

Uji ANOVA two-way dilakukan untuk mengetahui pengaruh nilai pH dan kecepatan pengadukan terhadap efisiensi penyisihan fosfat. Hipotesanya dapat dijelaskan sebagai berikut:

$$H_0 : \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3$$

$$H_1 : \text{setidaknya ada salah satu } \alpha_i \neq \alpha_j; i \neq j$$

$$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \beta_3$$

$$H_1 : \text{ada salah satu } \beta_i \neq \beta_j; i \neq j$$

$$H_0 : \alpha\beta_{ij}; i = j$$

$$H_1 : \text{ada salah satu } \alpha\beta_i \neq \alpha\beta_j; i \neq j$$

Persamaan model statistiknya dapat dijelaskan dengan persamaan berikut:

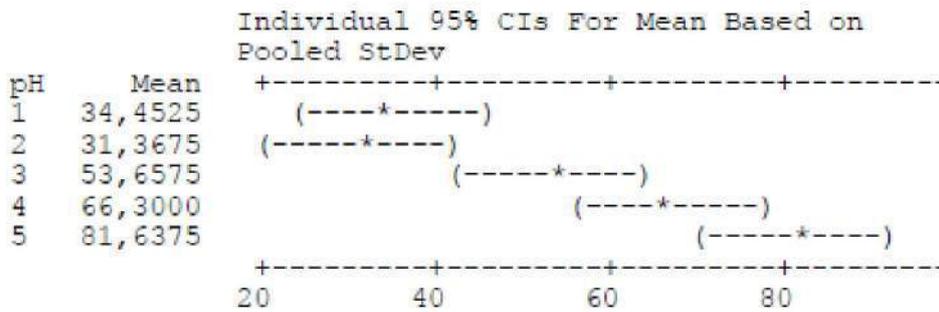
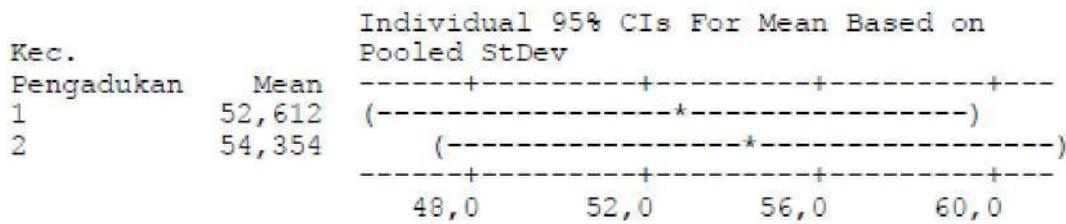
$$y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad (21)$$

Dimana y_{ijk} adalah respon, α_i adalah efek dari faktor nilai pH, β_j adalah efek dari faktor kecepatan pengadukan, sementara $(\alpha\beta)_{ij}$ adalah efek dari interaksi antara nilai pH dan kecepatan pengadukan. Pada uji ANOVA two-way, jika p-value kurang dari level signifikan yang diinginkan (α), maka diindikasikan bahwa perbedaan nilai pH, kecepatan pengadukan, atau interaksi antara keduanya dapat mempengaruhi efisiensi penyisihan fosfat.

Melalui uji ANOVA yang telah dilakukan pada sampel air limbah, diperoleh suatu kesimpulan mengenai pengaruh masing-masing faktor terhadap respon (efisiensi penyisihan fosfat). Berdasarkan analisis ANOVA two-way, diketahui bahwa P-value untuk nilai pH, kecepatan pengadukan, serta interaksi antara keduanya masing-masing sebesar 0,000; 0,705; dan 0,878. Hasil analisis ANOVA two-way dapat dijelaskan sebagai berikut:

Source	DF	SS	MS	F	P
Kec. Pengadukan	1	15,17	15,17	0,15	0,705
pH	4	7232,95	1808,24	18,08	0,000
Interaction	4	116,04	29,01	0,29	0,878
Error	10	1000,35	100,03		
Total	19	8364,50			

$$S = 10,00 \quad R-Sq = 88,04\% \quad R-Sq(\text{adj}) = 77,28\%$$



Sesuai dengan data di atas, P-value dari nilai pH kurang dari level signifikan ($\alpha = 0,05$). Hal ini mengindikasikan bahwa secara statistik keputusan hipotesa yang diambil adalah tolak H_0 , yang berarti perbedaan nilai pH secara signifikan dapat mempengaruhi efisiensi penyisihan fosfat dari sampel air limbah.

Sementara itu, P-value dari kecepatan pengadukan dan interaksi antara nilai pH dan kecepatan pengadukan menunjukkan nilai yang melebihi level signifikan ($\alpha = 0,05$). Hal ini berarti keputusan hipotesa yang diambil adalah terima H_0 , yang berarti bahwa perbedaan kecepatan pengadukan dan interaksi antara pH dan kecepatan pengadukan, tidak mempengaruhi efisiensi penyisihan fosfat secara signifikan. Hasil analisis ini telah diverifikasi dengan menggunakan nilai R^2 (88,04%), yang berarti bahwa ada 88,04% yang bisa dijelaskan oleh model. Jika dilihat dari irisannya, masing-masing nilai pH dan kecepatan pengadukan saling beririsan.

Analisa statistik di atas sesuai dengan hasil-hasil penelitian terdahulu, dimana pH merupakan faktor utama yang mempengaruhi faktor kristalisasi, tingkat presipitasi dan lama waktu induksi (LeCorre *et al.*, 2009). Sedangkan kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi penyisihan fosfat dengan cara memecah ikatan CO_2 terlarut yang ada dalam larutan. Dengan pecahnya ikatan CO_2 , maka secara otomatis pH dalam larutan akan meningkat dan terbentuknya kristal fosfat juga akan meningkat pula (LeCorre *et al.*, 2009).

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini antara lain:

- ❖ Dalam proses kristalisasi, komposisi larutan, pH, nilai kelarutan, dan kecepatan pengadukan mempengaruhi terjadinya proses supersaturasi dan nukleasi kristal fosfat. Terjadinya tahap nukleasi selama proses pengadukan dapat diketahui dari penurunan nilai pH, munculnya partikel-partikel berukuran kecil dalam larutan yang semakin lama semakin banyak seiring lamanya waktu pengadukan, serta adanya perubahan tingkat kekeruhan larutan. Sementara itu, kecepatan pengadukan yang digunakan pada penelitian ini hanya memberikan pengaruh terhadap lama waktu supersaturasi dan pembentukan nukleus.
- ❖ Dari hasil penelitian, diketahui bahwa semakin besar pH dan kecepatan pengadukan, maka efisiensi penyisihan fosfat akan lebih besar. Hasil analisa menunjukkan bahwa pada kecepatan 100 rpm, penyisihan fosfat pada air limbah Rumah Sakit sebesar 35,93% (pH 7); 31,37% (pH 7,5); 49,26% (pH 8), 67,84% (pH 8,5); 78,66% (pH 9). Sedangkan pada kecepatan 150 rpm, efisiensi penyisihan fosfat pada pH 7; 7,5; 8; 8,5; dan 9, masing-masing sebesar 32,97%; 31,37%; 58,06%; 64,76%; dan 84,62%. Dengan mengacu pada hasil analisa tersebut, dapat disimpulkan bahwa penyisihan fosfat dari air limbah rumah sakit mencapai titik optimum pada pH 9 dan kecepatan pengadukan 150 rpm.
- ❖ Ion-ion *precursor* (seperti CO_3^{2-} atau HCO_3^{2-}) dalam air limbah dapat mempengaruhi lama waktu supersaturasi, menghambat terjadinya nukleasi, mengurangi persentase penyisihan fosfat. Sedangkan ion *precursor* seperti Ca^{2+} dan Mg^{2+}) akan mempengaruhi jenis kristal yang terbentuk.
- ❖ Hasil validasi presipitat dengan menggunakan metode XRD dan SEM-EDX, menunjukkan bahwa pada air limbah Rumah Sakit yang mempunyai komposisi beragam, jenis kristal yang dapat *direcovery* antara lain *tetracalcium*

phosphate, *monetite*, *whitlockite*, *struvite*, dan *hydroxyapatite* (pada pH 9 dan kecepatan 100 - 150 rpm), dan *bohierrite* (pada pH 9 dan kecepatan 100 rpm). Sedangkan pada air limbah buatan yang hanya mempunyai kandungan PO_4 , NH_4^+ , Ca^{2+} , dan Mg^{2+} , jenis kristal yang dapat direcovery antara lain *tetracalcium phosphate*, *monetite*, *whitlockite*, *bohierrite*, dan *hydroxyapatite* (pada pH 9 dan kecepatan 100 - 150 rpm); dan *struvite* (pada pH 9 dan kecepatan 150 rpm).

5.2. Saran

Beberapa saran untuk penelitian lanjutan, antara lain:

- Perlu ada penelitian lanjutan dengan menggunakan variabel ukuran, jenis, dan jumlah *seed material*, untuk mengetahui titik optimum yang dapat digunakan untuk meningkatkan efisiensi penyisihan fosfat.
- Untuk jenis-jenis air limbah yang mengandung ion *precursor* (CO_3^{2-} atau HCO_3^-), perlu ada *pre-treatment CO₂ stripping* untuk menghilangkan kadar CO_2 terlarut dalam air limbah.
- Perlu ada penelitian lanjutan mengenai penyisihan dan *recovery* fosfat dengan menggunakan pH dan kecepatan pengadukan yang lebih tinggi dari yang digunakan pada penelitian saat ini (pH >9 dan kecepatan pengadukan >150 rpm). Perlu pula adanya analisis biaya yang diperlukan jika penyisihan fosfat dilakukan pada pH yang lebih tinggi.
- Apabila jenis ion-ion *precursor* yang ada dalam air limbah sangat besar dan konsentrasinya cukup besar, perlu adanya identifikasi lebih lanjut untuk mengetahui potensi ion-ion tersebut masuk ke dalam kristal fosfat.

LAMPIRAN A – PROSEDUR ANALISA LABORATORIUM

1. ANALISA ORTOFOSFAT (4500-P D. Metode *Stannous Chloride*)

ALAT:

- Spektrofotometer, dengan panjang gelombang 690 nm
- Peralatan gelas laboratorium (labu ukur, gelas ukur, pipet, botol penyimpanan, dll) yang telah dicuci dengan asam
- Kertas filter membran

REAGEN:

- Larutan indikator phenolphthalein**
- Asam Sulfat H_2SO_4**
Secara perlahan tambahkan 300 mL H_2SO_4 ke dalam 600 mL aquades. Ketika dingin, tambahkan 4 mL HNO_3 dan encerkan hingga 1 L.
- Larutan *ammonium molybdate***
Larutkan 25 gram $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ dalam 175 mL aquades. Selanjutnya, secara perlahan tambahkan 280 mL H_2SO_4 ke dalam 400 mL aquades. Setelah dingin, tambahkan pada larutan molybdate dan encerkan hingga 1 L
- Larutan *stannous chloride***
Larutkan 2,5 gram $SnCl_2.2H_2O$ ke dalam 100 mL glyserol. Panaskan dalam water bath dan aduk dengan batang pengaduk hingga homogen. Reagen tersebut telah stabil dan tidak memerlukan bahan pengawet atau tempat penyimpanan khusus.
- Larutan standar fosfat**
Larutkan 219,5 mg anhydrous KH_2PO_4 dan encerkan hingga 1 L; 1 mL = 50 $\mu g PO_4^{3-}$

PROSEDUR:

- Pengembangan warna**
Tambahkan 2 mL larutan *ammonium molybdate* dan 0,1 mL (1 - 2 tetes) *stannous chloride*. Tingkat pengembangan warna dan intensitas warna tergantung dari temperatur larutan sampel. Setiap peningkatan $1^\circ C$ akan meningkatkan warna sebesar 1%.

b. Pengukuran warna

Setelah 10 menit, dan sebelum 12 menit, ukur warna pada sampel dengan spektrofotometer 690 nm lalu bandingkan dengan kurva kalibrasi, dengan aquades sebagai blanko. Panjang *light path* untuk range konsentrasi yang bervariasi dapat dilihat pada Tabel A.1.

Tabel A.1. Panjang Light Path Spektrofotometer

Range P rata-rata (mg/L)	<i>Light Path</i> (cm)
0,3 - 2	0,5
0,1 - 1	2
0,007 - 0,2	10

Selalu running blanko reagen dan aquades. Siapkan setidaknya 1 standar untuk 1 set sampel atau 1 standar/ hari untuk setiap kali tes dilakukan. Kurva kalibrasi akan berdeviasi pada range konsentrasi 0,3 – 2 mg/L.

KALKULASI:

$$\text{mg} \frac{P}{L} = \frac{\text{mg } P(\text{dalam } 1045 \text{ mL final volume}) \times 1000}{\text{mL sampel}}$$

BATASAN:

Minimum konsentrasi yang dapat terdeteksi adalah 200 µg P/L dalam 1 cm sel spektrofotometer

2. ANALISA Ca²⁺ (3500-Ca B. Metode EDTA Titrimetric)

REAGEN:

a. Reagen (NaOH) 1 N

b. Larutan buffer pH 12

Larutkan 120 gr NaOH ke dalam 1 L aquades.

c. Indikator murexide

Hancurkan 200 mg murexide dan 100 gram NaCl hingga berukuran 40-50 mesh, dan simpan pada botol yang bertutup rapat.

d. Larutan standar EDTA titran

Larutkan 3,723 gram di-natrium EDTA (dihidrat) dalam air suling dan encerkan dalam labu takar sampai menjadi 1 L. Dengan demikian 1 mL

larutan EDTA sesuai dengan 1 mg kesadahan yang dinyatakan sebagai CaCO_3 .

- e. **Standarisasi larutan EDTA dengan larutan kalsium (metode 2340 C)**
Timbang 1 gram anhydrous bubuk CaCO_3 dan masukkan ke dalam tabung erlenmeyer 500 mL. Sedikit demi sedikit tambahkan 1 + 1 HCl sampai seluruh CaCO_3 terlarut. Selanjutnya, tambahkan 200 mL aquades dan panaskan selama beberapa menit untuk mengeluarkan kandungan CO_2 . Biarkan hingga dingin, lalu tambahkan beberapa tetes indikator methyl red, dan ubah warna larutan menjadi setengah oranye dengan cara menambahkan 3 N NH_4OH atau 1 + 1 HCl secukupnya. Transfer larutan dan encerkan dengan aquades hingga menjadi 1 L. 1 mL = 1 mg CaCO_3 .

PROSEDUR:

- Sebelum titrasi dimulai, tambahkan 2 mL larutan NaOH 1 N atau jumlah lain yang cukup untuk mengubah pH sampel menjadi 12 – 13
- Tambahkan 0,1 – 0,2 gram indikator campuran dengan menggunakan ujung sendok reagen
- Titrasikan dengan larutan EDTA tetes demi tetes, aduklah terus sampai titik ekuivalensi tercapai di saat warna larutan sampel berubah. Bila memakai indikator Murexide campuran, perlu penambahan sedikit indikator sesudah titik ekuivalensi tercapai untuk mengecek apakah warna sudah tidak berubah lagi. Indikator murexide bila bergabung dengan Ca^{2+} berwarna merah muda, lepas dari Ca^{2+} warna berubah menjadi ungu.

KALKULASI:

$$\text{mg} \frac{\text{Ca}}{\text{L}} = \frac{A \times 4000 \times f}{B}$$

$$\text{Kesadahan kalsium (dalam mg CaCO}_3\text{/L)} = \frac{A \times 10000 \times f}{B}$$

Dimana:

A = mL titran EDTA untuk sampel

B = ml sampel (sebelum diencerkan)

F = faktor perbedaan antara kadar larutan EDTA 0,01 M menurut standarisasi dengan CaCO_3 ($f \leq 1$)

3. ANALISA KESADAHAN TOTAL ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$)

REAGEN:

a. Larutan buffer pH 10

Larutkan 16,9 gram NH_4Cl ke dalam 143 mL NH_4OH . Lalu tambahkan 1,25 gram EDTA dan encerkan hingga 250 mL dengan aquades.

b. Larutan standard EDTA (titran) 0,01M

Sesuai analisa Ca^{2+} .

c. Standarisasi larutan EDTA dengan larutan kalsium (metode 2340 C)

Sesuai analisa Ca^{2+} .

d. Larutan indikator EBT :

Hancurkan 200 mg EBR dan 100 gram NaCl hingga berukuran 40-50 mesh, dan simpan pada botol yang bertutup rapat.

PROSEDUR:

- a. Dalam gelas erlenmeyer 250 mL, tuangkan sampek sebanyak kurang lebih 30 ml. Tambahkan beberapa tetes HCl pekat sampai pH menjadi ± 3 dan kocoklah selama beberapa menit supaya CO_2 terlarut lenyap ke udara
- b. Ambil sampel sebanyak 25 mL dan encerkan menjadi 50 ml dalam beker 100 mL bentuk tinggi. Tambahkan 1 sampai 2 mL larutan bufer; biasanya 1 ml sudah cukup untuk memberi nilai pH yang tetap yaitu $10 \pm 0,1$. Tambahkan $\pm 0,15$ gr bubuk campuran EBT. Kemudian titrasikan dengan larutan EDTA. Titrasi harus dilakukan cukup pelan dengan waktu tunggu beberapa detik antara dua penambahan titran, namun titrasi harus selesai dalam waktu 5 menit di saat warna merah hilang sama sekali menjadi biru. Selama titrasi larutan sampel harus diaduk misalnya dengan pengaduk magnetis.

KALKULASI:

$$\begin{aligned} \text{Kesadahan} \left(\text{dalam } mg \frac{\text{CaCO}_3}{L} \right) &= \frac{A \times 10009 \times 1000 \times f}{B} \\ &= \frac{A \times 10009 \times f}{B} \end{aligned}$$

Dimana:

A = mL titran EDTA untuk sampel

B = ml sampel (sebelum diencerkan)

1,0009 = ekuivalensi antara 1 mL EDTA 0,01 M dan 1 mg kesadahan sebagai CaCO₃

f = faktor perbedaan antara kadar larutan EDTA 0,01 M menurut standarisasi dengan CaCO₃ (f ≤ 1)

4. ANALISA Mg²⁺ (3500-Mg)

$$mg \frac{Mg}{L} = [\text{kesadahan total} - \text{kesadahan kalsium}] \times 0,43$$

5. STANDARISASI EDTA

mL EDTA titran = 10 ml

$$f = \frac{10}{10} = 1$$

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

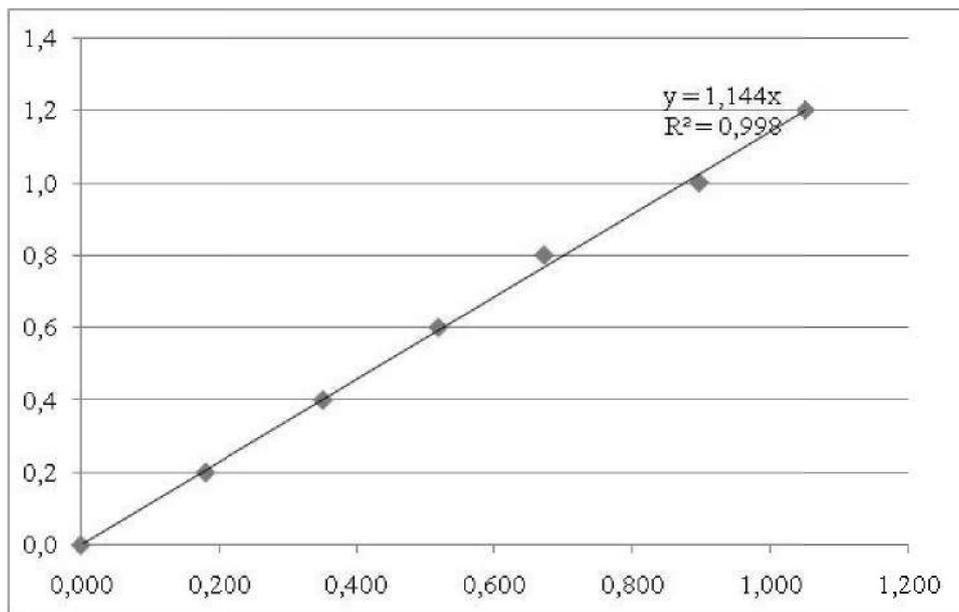
LAMPIRAN B – HASIL ANALISA

1. KURVA KALIBRASI FOSFAT

Kurva kalibrasi digunakan untuk menentukan konsentrasi fosfat dari suatu sampel. Kurva kalibrasi dibuat dengan cara plotting antara konsentrasi fosfat dengan pembacaan absorbansi spektrofotometer. Tabel dan grafik absorbansi ditunjukkan pada Tabel B.1 dan Gambar B.1.

Tabel B.1. Kalibrasi Konsentrasi

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,0	0,000
0,2	0,18
0,4	0,351
0,6	0,518
0,8	0,671
1,0	0,895
1,2	1,050



Gambar B.1. Grafik Kalibrasi Fosfat

Hasil kalibrasi menunjukkan persamaan $y = 1,144x$, dengan $R^2 = 0,998$. Nilai R^2 tersebut menunjukkan bahwa persamaan tersebut telah mewakili 99,8% model.

2. PENELITIAN PENDAHULUAN

Tabel B.2. Pembacaan Absorbansi PO₄ (Penelitian Pendahuluan)

Waktu	Absorbansi PO ₄							
	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8
0	0,7339	0,7339	0,7339	0,7339	0,7339	0,7339	0,7339	0,7339
10	0,6993	0,6726	0,6904	0,6756	0,7261	0,7306	0,7038	0,7329
30	0,6881	0,6464	0,6680	0,6625	0,6602	0,7239	0,6803	0,7172
60	0,7016	0,5649	0,6848	0,5206	0,6345	0,7049	0,6803	0,7429
90	0,6993	0,5679	0,6983	0,4985	0,6591	0,7049	0,6826	0,7385
120	0,6792	0,6011	0,6714	0,5469	0,6703	0,7329	0,6937	0,7373
150	0,5854	0,5589	0,6032	0,5307	0,6424	0,7406	0,6993	0,7351
180	0,3530	0,5730	0,2580	0,3587	0,6647	0,6826	0,6904	0,7228
240	0,2223	0,5438	0,2212	0,3214	0,6635	0,6401	0,6714	0,7228

Tabel B.3. Konsentrasi PO₄ Terlarut (Penelitian Pendahuluan)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ (mg/L)							
	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8
0	8,396	8,396	8,396	8,396	8,396	8,396	8,396	8,396
10	8,000	7,694	7,898	7,729	8,307	8,358	8,051	8,384
30	7,872	7,395	7,642	7,579	7,553	8,281	7,783	8,205
60	8,026	6,463	7,834	5,956	7,259	8,064	7,783	8,499
90	8,000	6,497	7,988	5,703	7,540	8,064	7,809	8,448
120	7,770	6,877	7,681	6,256	7,668	8,384	7,936	8,435
150	6,697	6,394	6,901	6,071	7,349	8,473	8,000	8,409
180	4,038	6,555	2,952	4,103	7,604	7,809	7,898	8,269
240	2,543	6,221	2,530	3,677	7,591	7,323	7,681	8,269

Tabel B.4. Efisiensi Penyisihan PO₄ (Penelitian Pendahuluan)

Waktu	Penyisihan PO ₄ (%)							
	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	4,72	8,36	5,93	7,94	1,06	0,45	4,11	0,14
30	6,24	11,92	8,98	9,73	10,04	1,37	7,30	2,27
60	4,41	23,02	6,69	29,06	13,54	3,95	7,30	-1,23
90	4,72	22,62	4,86	32,07	10,20	3,95	6,99	-0,62
120	7,46	18,09	8,52	25,49	8,67	0,14	5,48	-0,46
150	20,24	23,84	17,81	27,69	12,47	-0,92	4,72	-0,15
180	51,91	21,93	64,84	51,13	9,43	6,99	5,93	1,51
240	69,71	25,91	69,87	56,21	9,59	12,78	8,52	1,51

Tabel B.5. Perubahan pH Selama Proses Pengadukan

Waktu	pH								
	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	
0	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00	8,00
10	7,99	7,98	7,95	7,97	7,98	8,00	7,97	7,98	7,98
30	7,99	8,00	7,92	7,93	7,99	8,00	7,94	7,96	7,96
60	7,99	8,00	7,90	7,89	8,00	8,00	7,90	7,93	7,93
90	8,01	7,99	7,85	7,85	8,00	8,00	7,86	7,89	7,89
120	7,99	8,00	7,76	7,81	8,00	7,99	7,82	7,87	7,87
150	7,99	8,01	7,60	7,75	7,98	7,98	7,78	7,83	7,83
180	7,99	8,00	7,52	7,59	8,00	8,00	7,74	7,79	7,79
240	7,98	7,99	7,48	7,43	8,00	7,98	7,70	7,73	7,73

3. PENELITIAN UTAMA (AIR LIMBAH ASLI)**a. PO₄****Tabel B.6. Pembacaan Absorbansi PO₄ (Air Limbah Asli)**

Waktu	Absorbansi PO ₄									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	0,830	0,867	0,949	0,890	0,763	0,922	0,523	0,667	0,287	0,275
30	0,891	0,851	0,712	0,776	0,648	0,850	0,547	0,603	0,284	0,263
60	0,826	0,866	0,808	0,833	0,661	0,826	0,540	0,586	0,270	0,272
90	0,859	0,881	0,793	0,880	0,650	0,800	0,453	0,542	0,276	0,280
120	0,841	0,847	0,798	0,897	0,758	0,707	0,431	0,567	0,280	0,270
150	0,764	0,832	0,803	0,868	0,769	0,663	0,427	0,563	0,244	0,259

Tabel B.7. Konsentrasi PO₄ Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91
10	9,50	9,92	10,86	10,18	8,73	10,55	5,98	7,63	3,28	3,15
30	10,19	9,74	8,15	8,88	7,41	9,72	6,26	6,90	3,25	3,01
60	9,45	9,91	9,24	9,53	7,56	9,45	6,18	6,70	3,09	3,11
90	9,83	10,08	9,07	10,07	7,44	9,15	5,18	6,20	3,16	3,20
120	9,62	9,69	9,13	10,26	8,67	8,09	4,93	6,49	3,20	3,09
150	8,74	9,52	9,19	9,93	8,80	7,58	4,88	6,44	2,79	2,96

Tabel B.8. Efisiensi Penyisihan PO₄ (Air Limbah Asli)

Waktu	Penyisihan PO ₄ (%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	31,74	28,70	21,95	26,80	37,25	24,17	56,99	45,14	76,40	77,38
30	26,72	30,01	41,44	36,18	46,71	30,09	55,01	50,41	76,64	78,37
60	32,07	28,78	33,55	31,49	45,64	32,07	55,59	51,81	77,79	77,63
90	29,35	27,54	34,78	27,63	46,54	34,21	62,74	55,42	77,30	76,97
120	30,83	30,34	34,37	26,23	37,66	41,85	64,55	53,37	76,97	77,79
150	37,17	31,57	33,96	28,61	36,76	45,47	64,88	53,70	79,93	78,70

Tabel B.9. Pembacaan Absorbansi PO₄ Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Absorbansi PO ₄ duplo									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	0,887	0,972	0,885	1,212	0,857	0,829	0,852	0,781	0,539	0,186
30	0,902	0,872	0,848	1,193	0,621	0,558	0,681	0,589	0,464	0,174
60	0,860	0,878	0,817	1,08	0,605	0,524	0,658	0,5	0,404	0,166
90	0,854	0,843	0,825	0,962	0,595	0,464	0,648	0,498	0,358	0,154
120	0,852	0,827	0,871	0,946	0,473	0,453	0,644	0,321	0,34	0,149
150	0,794	0,798	0,866	0,801	0,465	0,357	0,355	0,294	0,275	0,115

Tabel B.10. Konsentrasi PO₄ Terlarut Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ duplo (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91
10	10,15	11,12	10,12	13,87	9,80	9,48	9,75	8,93	6,17	2,13
30	10,32	9,98	9,70	13,65	7,10	6,38	7,79	6,74	5,31	1,99
60	9,84	10,04	9,35	12,36	6,92	5,99	7,53	5,72	4,62	1,90
90	9,77	9,64	9,44	11,01	6,81	5,31	7,41	5,70	4,10	1,76
120	9,75	9,46	9,96	10,82	5,41	5,18	7,37	3,67	3,89	1,70
150	9,08	9,13	9,91	9,16	5,32	4,08	4,06	3,36	3,15	1,32

Tabel B.11. Efisiensi Penyisihan PO₄ Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Penyisihan PO ₄ duplo (%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	27,05	20,06	27,21	0,32	29,52	31,82	29,93	35,77	55,67	84,70
30	25,82	28,28	30,26	1,88	48,93	54,11	43,99	51,56	61,84	85,69
60	29,27	27,79	32,81	11,18	50,24	56,90	45,88	58,88	66,77	86,35
90	29,76	30,67	32,15	20,88	51,07	61,84	46,71	59,04	70,56	87,33
120	29,93	31,99	28,37	22,20	61,10	62,74	47,04	73,60	72,04	87,75
150	34,70	34,37	28,78	34,12	61,76	70,64	70,80	75,82	77,38	90,54

Tabel B.12. Rata-Rata Konsentrasi PO₄ Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ rata-rata (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91	13,91
10	9,82	10,52	10,49	12,02	9,27	10,02	7,87	8,28	4,72	2,64
30	10,26	9,86	8,92	11,26	7,26	8,05	7,02	6,82	4,28	2,50
60	9,64	9,98	9,30	10,94	7,24	7,72	6,85	6,21	3,86	2,51
90	9,80	9,86	9,25	10,54	7,12	7,23	6,30	5,95	3,63	2,48
120	9,68	9,58	9,55	10,54	7,04	6,64	6,15	5,08	3,55	2,40
150	8,91	9,32	9,55	9,55	7,06	5,83	4,47	4,90	2,97	2,14

Tabel B.13. Rata-Rata Efisiensi Penyisihan PO₄ (Air Limbah Asli)

Waktu	Penyisihan PO ₄ rata-rata (%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	29,39	24,38	24,58	13,56	33,38	28,00	43,46	40,46	66,03	81,04
30	26,27	29,15	35,85	19,03	47,82	42,10	49,50	50,98	69,24	82,03
60	30,67	28,28	33,18	21,33	47,94	44,49	50,74	55,34	72,28	81,99
90	29,56	29,11	33,47	24,25	48,80	48,02	54,73	57,23	73,93	82,15
120	30,38	31,16	31,37	24,21	49,38	52,30	55,79	63,48	74,50	82,77
150	35,93	32,97	31,37	31,37	49,26	58,06	67,84	64,76	78,66	84,62

b. Ca^{2+}

Tabel B.14. Titrasi Ca^{2+} (Air Limbah Asli)

Waktu	Titrasi Ca (ml)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	0,8	0,9	0,5	0,6	0,4	0,3	0,2	0,3	0,35	0,35
30	0,8	0,9	0,5	0,6	0,35	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
60	0,75	0,9	0,5	0,5	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2
90	0,75	0,5	0,35	0,5	0,3	0,3	0,2	0,2	0,15	0,2
120	0,65	0,5	0,35	0,5	0,3	0,3	0,15	0,25	0,15	0,2
150	0,6	0,5	0,35	0,3	0,3	0,3	0,15	0,25	0,1	0,15

Tabel B.15. Konsentrasi Ca^{2+} Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi Ca (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	32,72	36,81	20,45	24,54	16,36	12,27	8,18	12,27	14,31	14,31
30	32,72	36,81	20,45	24,54	14,31	8,18	8,18	8,18	8,18	8,18
60	30,67	36,81	20,45	20,45	12,27	12,27	8,18	8,18	8,18	8,18
90	30,67	20,45	14,31	20,45	12,27	12,27	8,18	8,18	6,13	8,18
120	26,58	20,45	14,31	20,45	12,27	12,27	6,13	10,22	6,13	8,18
150	24,54	20,45	14,31	12,27	12,27	12,27	6,13	10,22	4,09	6,13

Tabel B.16. Konsentrasi Kesadahan Ca^{2+} Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Kesadahan Kalsium sebagai CaCO_3 (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	81,71	91,92	51,07	61,28	40,85	30,64	20,43	30,64	35,75	35,75
30	81,71	91,92	51,07	61,28	35,75	20,43	20,43	20,43	20,43	20,43
60	76,60	91,92	51,07	51,07	30,64	30,64	20,43	20,43	20,43	20,43
90	76,60	51,07	35,75	51,07	30,64	30,64	20,43	20,43	15,32	20,43
120	66,39	51,07	35,75	51,07	30,64	30,64	15,32	25,53	15,32	20,43
150	61,28	51,07	35,75	30,64	30,64	30,64	15,32	25,53	10,21	15,32

Tabel B.17. Titrasi Ca^{2+} Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Titrasi Ca duplo (ml)									
	B3	B4	B7	B8	B11	B12	B15	B16	B19	B20
10	0,3	0,3	0,3	0,325	0,3	0,2	0,25	0,3	0,25	0,2
30	0,3	0,3	0,25	0,25	0,2	0,2	0,225	0,2	0,2	0,2
60	0,2	0,2	0,25	0,225	0,2	0,2	0,225	0,2	0,2	0,2
90	0,2	0,2	0,2	0,225	0,2	0,2	0,225	0,2	0,2	0,15
120	0,2	0,2	0,2	0,25	0,2	0,2	0,2	0,15	0,2	0,15
150	0,2	0,2	0,2	0,25	0,1	0,2	0,2	0,15	0,2	0,15

Tabel B.18. Konsentrasi Ca^{2+} Terlarut Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi Ca duplo (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	12,27	12,27	12,27	13,29	12,27	8,18	10,22	12,27	10,22	8,18
30	12,27	12,27	10,22	10,22	8,18	8,18	9,20	8,18	8,18	8,18
60	8,18	8,18	10,22	9,20	8,18	8,18	9,20	8,18	8,18	8,18
90	8,18	8,18	8,18	9,20	8,18	8,18	9,20	8,18	8,18	6,13
120	8,18	8,18	8,18	10,22	8,18	8,18	8,18	6,13	8,18	6,13
150	8,18	8,18	8,18	10,22	4,09	8,18	8,18	6,13	8,18	6,13

Tabel B.19. Konsentrasi Kesadahan Ca^{2+} Terlarut Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Kesadahan Kalsium sebagai CaCO_3 (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	30,64	30,64	30,64	33,19	30,64	20,43	25,53	30,64	25,53	20,43
30	30,64	30,64	25,53	25,53	20,43	20,43	22,98	20,43	20,43	20,43
60	20,43	20,43	25,53	22,98	20,43	20,43	22,98	20,43	20,43	20,43
90	20,43	20,43	20,43	22,98	20,43	20,43	22,98	20,43	20,43	15,32
120	20,43	20,43	20,43	25,53	20,43	20,43	20,43	15,32	20,43	15,32
150	20,43	20,43	20,43	25,53	10,21	20,43	20,43	15,32	20,43	15,32

Tabel B.20. Rata-Rata Konsentrasi Ca²⁺ Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi Ca rata-rata(mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	22,49	24,54	16,36	18,92	14,31	10,22	9,20	12,27	12,27	11,25
30	22,49	24,54	15,34	17,38	11,25	8,18	8,69	8,18	8,18	8,18
60	19,43	22,49	15,34	14,83	10,22	10,22	8,69	8,18	8,18	8,18
90	19,43	14,31	11,25	14,83	10,22	10,22	8,69	8,18	7,16	7,16
120	17,38	14,31	11,25	15,34	10,22	10,22	7,16	8,18	7,16	7,16
150	16,36	14,31	11,25	11,25	8,18	10,22	7,16	8,18	6,13	6,13

Tabel B.21. Rata-Rata Efisiensi Penyisihan Ca²⁺ (Air Limbah Asli)

Waktu	Penyisihan Ca rata-rata(%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	81,48	79,79	86,53	84,42	88,21	91,58	92,42	89,90	89,90	90,74
30	81,48	79,79	87,37	85,69	90,74	93,26	92,84	93,26	93,26	93,26
60	84,00	81,48	87,37	87,79	91,58	91,58	92,84	93,26	93,26	93,26
90	84,00	88,21	90,74	87,79	91,58	91,58	92,84	93,26	94,11	94,11
120	85,69	88,21	90,74	87,37	91,58	91,58	94,11	93,26	94,11	94,11
150	86,53	88,21	90,74	90,74	93,26	91,58	94,11	93,26	94,95	94,95

c. Mg²⁺**Tabel B.22. Titrasi Kesadahan Total (Air Limbah Asli)**

Waktu	Titrasi Kesadahan Total (ml)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	1,65	1,05	0,9	0,7	0,6	0,65	0,6	0,5	0,55	0,55
30	1,55	1,05	0,6	0,65	0,55	0,6	0,6	0,5	0,45	0,5
60	1,6	0,95	0,6	0,6	0,45	0,6	0,6	0,5	0,45	0,5
90	1,1	0,8	0,6	0,55	0,45	0,5	0,35	0,5	0,45	0,5
120	0,85	0,75	0,6	0,55	0,4	0,5	0,35	0,45	0,4	0,5
150	0,85	0,65	0,6	0,55	0,4	0,4	0,3	0,45	0,3	0,5

Tabel B.23. Konsentrasi Kesadahan Total (Air Limbah Asli)

Waktu	Kesadahan Total (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	168,52	107,24	91,92	71,49	61,28	66,39	61,28	51,07	56,17	56,17
30	158,31	107,24	61,28	66,39	56,17	61,28	61,28	51,07	45,96	51,07
60	163,41	97,03	61,28	61,28	45,96	61,28	61,28	51,07	45,96	51,07
90	112,35	81,71	61,28	56,17	45,96	51,07	35,75	51,07	45,96	51,07
120	86,81	76,60	61,28	56,17	40,85	51,07	35,75	45,96	40,85	51,07
150	86,81	66,39	61,28	56,17	40,85	40,85	30,64	45,96	30,64	51,07

Tabel B.24. Konsentrasi Mg²⁺ Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi Magnesium (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	21,10	3,72	9,93	2,48	4,96	8,69	9,93	4,96	4,96	4,96
30	18,61	3,72	2,48	1,24	4,96	9,93	9,93	7,45	6,20	7,45
60	21,10	1,24	2,48	2,48	3,72	7,45	9,93	7,45	6,20	7,45
90	8,69	7,45	6,20	1,24	3,72	4,96	3,72	7,45	7,45	7,45
120	4,96	6,20	6,20	1,24	2,48	4,96	4,96	4,96	6,20	7,45
150	6,20	3,72	6,20	6,20	2,48	2,48	3,72	4,96	4,96	8,69

Tabel B.25. Titrasi Kesadahan Total Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Titrasi Kesadahan Total (duplo) (ml)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	0,55	0,55	0,90	0,75	0,70	0,55	0,48	0,70	0,30	0,40
30	0,50	0,55	0,90	0,75	0,50	0,55	0,45	0,60	0,30	0,40
60	0,45	0,55	0,80	0,70	0,50	0,55	0,30	0,50	0,30	0,25
90	0,60	0,60	0,80	0,55	0,50	0,50	0,40	0,50	0,30	0,20
120	0,65	0,60	0,60	0,55	0,50	0,50	0,60	0,40	0,50	0,20
150	0,60	0,60	0,60	0,50	0,50	0,45	0,35	0,35	0,50	0,20

Tabel B.26. Konsentrasi Kesadahan Total Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Kesadahan Total (duplo) (ml)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	56,17	56,17	91,92	76,60	71,49	56,17	48,51	71,49	30,64	40,85
30	51,07	56,17	91,92	76,60	51,07	56,17	45,96	61,28	30,64	40,85
60	45,96	56,17	81,71	71,49	51,07	56,17	30,64	51,07	30,64	25,53
90	61,28	61,28	81,71	56,17	51,07	51,07	40,85	51,07	30,64	20,43
120	66,39	61,28	61,28	56,17	51,07	51,07	61,28	40,85	51,07	20,43
150	61,28	61,28	61,28	51,07	51,07	45,96	35,75	35,75	51,07	20,43

Tabel B.27. Konsentrasi Mg²⁺ Terlarut Duplo (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi Magnesium duplo (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	6,20	6,20	14,89	10,55	9,93	8,69	5,58	9,93	1,24	4,96
30	4,96	6,20	16,13	12,41	7,45	8,69	5,58	9,93	2,48	4,96
60	6,20	8,69	13,65	11,79	7,45	8,69	1,86	7,45	2,48	1,24
90	9,93	9,93	14,89	8,07	7,45	7,45	4,34	7,45	2,48	1,24
120	11,17	9,93	9,93	7,45	7,45	7,45	9,93	6,20	7,45	1,24
150	9,93	9,93	9,93	6,20	9,93	6,20	3,72	4,96	7,45	1,24

Tabel B.28. Rata-Rata Konsentrasi Mg²⁺ Terlarut (Air Limbah Asli)

Waktu	Konsentrasi Mg rata-rata (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
10	13,65	4,96	12,41	6,51	7,45	8,69	7,76	7,45	3,10	4,96
30	11,79	4,96	9,31	6,83	6,20	9,31	7,76	8,69	4,34	6,20
60	13,65	4,96	8,07	7,14	5,58	8,07	5,89	7,45	4,34	4,34
90	9,31	8,69	10,55	4,65	5,58	6,20	4,03	7,45	4,96	4,34
120	8,07	8,07	8,07	4,34	4,96	6,20	7,45	5,58	6,83	4,34
150	8,07	6,83	8,07	6,20	6,20	4,34	3,72	4,96	6,20	4,96

Tabel B.29. Efisiensi Penyisihan Mg²⁺ (Air Limbah Asli)

Waktu	Penyisihan Mg rata-rata (%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	86,35	95,04	87,59	93,49	92,55	91,31	92,24	92,55	96,90	95,04
30	88,21	95,04	90,69	93,17	93,80	90,69	92,24	91,31	95,66	93,80
60	86,35	95,04	91,93	92,86	94,42	91,93	94,11	92,55	95,66	95,66
90	90,69	91,31	89,45	95,35	94,42	93,80	95,97	92,55	95,04	95,66
120	91,93	91,93	91,93	95,66	95,04	93,80	92,55	94,42	93,17	95,66
150	91,93	93,17	91,93	93,80	93,80	95,66	96,28	95,04	93,80	95,04

4. PENELITIAN UTAMA (AIR LIMBAH BUATAN)

a. PO₄

Tabel B.30. Pembacaan Absorbansi PO₄ (Air Limbah Buatan)

Waktu	Absorbansi									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	1,125	1,069	1,179	1,017	0,474	0,42	0,467	0,18	0,218	0,185
30	1,111	1,009	1,006	0,785	0,451	0,284	0,298	0,161	0,15	0,147
60	1,018	0,976	0,982	0,768	0,408	0,266	0,255	0,143	0,114	0,117
90	0,983	0,93	0,909	0,711	0,403	0,242	0,212	0,138	0,11	0,105
120	0,971	0,879	0,897	0,665	0,368	0,219	0,194	0,127	0,11	0,088
150	0,936	0,877	0,87	0,639	0,321	0,216	0,187	0,125	0,103	0,087

Tabel B.31. Konsentrasi PO₄ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
0	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97
10	12,87	12,23	13,49	11,63	5,42	4,80	5,34	2,06	2,49	2,12
30	12,71	11,54	11,51	8,98	5,16	3,25	3,41	1,84	1,72	1,68
60	11,65	11,17	11,23	8,79	4,67	3,04	2,92	1,64	1,30	1,34
90	11,25	10,64	10,40	8,13	4,61	2,77	2,43	1,58	1,26	1,20
120	11,11	10,06	10,26	7,61	4,21	2,51	2,22	1,45	1,26	1,01
150	10,71	10,03	9,95	7,31	3,67	2,47	2,14	1,43	1,18	1,00

Tabel B.32. Efisiensi Penyisihan PO₄ (Air Limbah Buatan)

Waktu	Penyisihan PO ₄ (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	7,87	12,46	3,45	16,72	61,18	65,61	61,76	85,26	82,15	84,85
30	9,02	17,37	17,62	35,72	63,07	76,74	75,60	86,82	87,72	87,96
60	16,64	20,08	19,58	37,11	66,59	78,22	79,12	88,29	90,66	90,42
90	19,50	23,84	25,56	41,78	67,00	80,18	82,64	88,70	90,99	91,40
120	20,49	28,02	26,54	45,54	69,86	82,07	84,11	89,60	90,99	92,79
150	23,35	28,18	28,76	47,67	73,71	82,31	84,69	89,76	91,57	92,88

Tabel B.33. Pembacaan Absorbansi PO₄ Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Absorbansi PO ₄ duplo									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	1,045	1,162	1,118	1,113	1,027	1,168	0,518	0,518	0,203	0,198
30	0,985	1,067	0,989	1,045	0,738	0,943	0,352	0,358	0,159	0,132
60	0,924	0,989	0,968	1,004	0,604	0,708	0,264	0,25	0,132	0,122
90	0,900	0,965	0,845	0,952	0,262	0,507	0,243	0,216	0,128	0,106
120	0,950	0,964	0,829	0,822	0,261	0,417	0,195	0,161	0,095	0,103
150	0,887	0,871	0,751	0,819	0,221	0,410	0,162	0,146	0,082	0,097

Tabel B.34. Konsentrasi PO₄ Terlarut Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ duplo (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
0	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97
10	11,95	13,29	12,79	12,73	11,75	13,36	5,93	5,93	2,32	2,27
30	11,27	12,21	11,31	11,95	8,44	10,79	4,03	4,10	1,82	1,51
60	10,57	11,31	11,07	11,49	6,91	8,10	3,02	2,86	1,51	1,40
90	10,30	11,04	9,67	10,89	3,00	5,80	2,78	2,47	1,46	1,21
120	10,87	11,03	9,48	9,40	2,99	4,77	2,23	1,84	1,09	1,18
150	10,15	9,96	8,59	9,37	2,53	4,69	1,85	1,67	0,94	1,11

Tabel B.35. Efisiensi Penyisihan PO₄ Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Penyisihan PO ₄ (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	14,43	4,84	8,45	8,86	15,90	4,35	57,58	57,58	83,38	83,79
30	19,34	12,62	19,01	14,43	39,57	22,78	71,17	70,68	86,98	89,19
60	24,33	19,01	20,73	17,78	50,54	42,02	78,38	79,53	89,19	90,01
90	26,30	20,98	30,80	22,04	78,54	58,48	80,10	82,31	89,52	91,32
120	22,20	21,06	32,11	32,69	78,63	65,85	84,03	86,82	92,22	91,57
150	27,36	28,67	38,50	32,93	81,90	66,43	86,73	88,04	93,29	92,06

Tabel B.36. Rata-Rata Konsentrasi PO₄ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi PO ₄ rata-rata (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
0	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97	13,97
10	12,87	12,23	13,14	11,63	8,59	9,08	5,63	3,99	2,41	2,19
30	12,71	11,54	11,41	8,98	6,80	7,02	3,72	2,97	1,77	1,60
60	11,65	11,17	11,15	8,79	5,79	5,57	2,97	2,25	1,41	1,37
90	11,25	10,64	10,03	8,13	3,80	4,28	2,60	2,02	1,36	1,21
120	11,11	10,06	9,87	7,61	3,60	3,64	2,23	1,65	1,17	1,09
150	10,71	10,00	9,27	7,31	3,10	3,58	2,00	1,55	1,06	1,05

Tabel B.37. Rata-Rata Efisiensi Penyisihan PO₄ (Air Limbah Buatan)

Waktu	Penyisihan PO ₄ rata-rata (%)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	11,15	8,65	5,95	12,79	38,54	34,98	59,67	71,42	82,76	84,32
30	14,18	15,00	18,31	25,07	51,32	49,76	73,39	78,75	87,35	88,58
60	20,49	19,54	20,16	27,45	58,56	60,12	78,75	83,91	89,93	90,21
90	22,90	22,41	28,18	31,91	72,77	69,33	81,37	85,51	90,26	91,36
120	21,34	24,54	29,33	39,11	74,25	73,96	84,07	88,21	91,61	92,18
150	25,36	28,43	33,63	40,30	77,81	74,37	85,71	88,90	92,43	92,47

b. Ca²⁺

Tabel B.38. Titrasi Ca²⁺ (Air Limbah Buatan)

Waktu	Titrasi Ca (ml)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	0,6	0,6	0,6	0,8	0,6	0,4	0,55	0,5	0,5	0,9
30	0,6	0,6	0,55	0,7	0,6	0,4	0,55	0,5	0,4	0,7
60	0,6	0,55	0,55	0,6	0,55	0,4	0,55	0,5	0,4	0,5
90	0,6	0,55	0,5	0,6	0,55	0,4	0,55	0,5	0,4	0,5
120	0,6	0,5	0,5	0,6	0,55	0,4	0,55	0,4	0,4	0,4
150	0,5	0,5	0,5	0,6	0,5	0,4	0,5	0,25	0,3	0,3

Tabel B.39. Konsentrasi Ca²⁺ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi Ca (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	24,54	24,54	24,54	32,72	24,54	16,36	22,49	20,45	20,45	36,81
30	24,54	24,54	22,49	28,63	24,54	16,36	22,49	20,45	16,36	28,63
60	24,54	22,49	22,49	24,54	22,49	16,36	22,49	20,45	16,36	20,45
90	24,54	22,49	20,45	24,54	22,49	16,36	22,49	20,45	16,36	20,45
120	24,54	20,45	20,45	24,54	22,49	16,36	22,49	16,36	16,36	16,36
150	20,45	20,45	20,45	24,54	20,45	16,36	20,45	10,22	12,27	12,27

Tabel B.40. Konsentrasi Kesadahan Ca²⁺ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Kesadahan Kalsium sebagai CaCO ₃ (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	61,28	61,28	61,28	81,71	61,28	40,85	56,17	51,07	51,07	91,92
30	61,28	61,28	56,17	71,49	61,28	40,85	56,17	51,07	40,85	71,49
60	61,28	56,17	56,17	61,28	56,17	40,85	56,17	51,07	40,85	51,07
90	61,28	56,17	51,07	61,28	56,17	40,85	56,17	51,07	40,85	51,07
120	61,28	51,07	51,07	61,28	56,17	40,85	56,17	40,85	40,85	40,85
150	51,07	51,07	51,07	61,28	51,07	40,85	51,07	25,53	30,64	30,64

Tabel B.41. Titrasi Ca²⁺ Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Titrasi Ca duplo (ml)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	0,60	0,55	0,45	0,55	0,55	0,60	0,50	0,45	0,45	0,48
30	0,60	0,55	0,45	0,55	0,50	0,55	0,50	0,45	0,45	0,48
60	0,60	0,55	0,45	0,55	0,45	0,50	0,45	0,35	0,40	0,48
90	0,60	0,55	0,45	0,50	0,45	0,45	0,45	0,35	0,40	0,45
120	0,60	0,55	0,40	0,50	0,40	0,45	0,45	0,35	0,40	0,45
150	0,60	0,55	0,40	0,50	0,35	0,45	0,45	0,30	0,40	0,45

Tabel B.42. Konsentrasi Ca²⁺ Terlarut Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi Ca duplo (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	24,05	22,04	18,04	22,04	22,04	24,05	20,04	18,04	18,04	19,04
30	24,05	22,04	18,04	22,04	20,04	22,04	20,04	18,04	18,04	19,04
60	24,05	22,04	18,04	22,04	18,04	20,04	18,04	14,03	16,03	19,04
90	24,05	22,04	18,04	20,04	18,04	18,04	18,04	14,03	16,03	18,04
120	24,05	22,04	16,03	20,04	16,03	18,04	18,04	14,03	16,03	18,04
150	24,05	22,04	16,03	20,04	14,03	18,04	18,04	12,02	16,03	18,04

Tabel B.43. Konsentrasi Kesadahan Ca²⁺ Terlarut Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Kesadahan Kalsium sebagai CaCO ₃ (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	60,05	55,05	45,04	55,05	55,05	60,05	50,05	45,04	45,04	47,54
30	60,05	55,05	45,04	55,05	50,05	55,05	50,05	45,04	45,04	47,54
60	60,05	55,05	45,04	55,05	45,04	50,05	45,04	35,03	40,04	47,54
90	60,05	55,05	45,04	50,05	45,04	45,04	45,04	35,03	40,04	45,04
120	60,05	55,05	40,04	50,05	40,04	45,04	45,04	35,03	40,04	45,04
150	60,05	55,05	40,04	50,05	35,03	45,04	45,04	30,03	40,04	45,04

Tabel B.44. Rata-Rata Konsentrasi Ca²⁺ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi Ca rata-rata(mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	24,05	23,05	21,04	27,05	23,05	20,04	21,04	19,04	19,04	27,56
30	24,05	23,05	20,04	25,05	22,04	19,04	21,04	19,04	17,03	23,55
60	24,05	22,04	20,04	23,05	20,04	18,04	20,04	17,03	16,03	19,54
90	24,05	22,04	19,04	22,04	20,04	17,03	20,04	17,03	16,03	19,04
120	24,05	21,04	18,04	22,04	19,04	17,03	20,04	15,03	16,03	17,03
150	22,04	21,04	18,04	22,04	17,03	17,03	19,04	11,02	14,03	15,03

Tabel B.45. Efisiensi Penyisihan Ca²⁺ (Air Limbah Buatan)

Waktu	Penyisihan Ca rata-rata(%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	80,20	81,02	82,67	77,72	81,02	83,50	82,67	84,32	84,32	77,31
30	80,20	81,02	83,50	79,37	81,85	84,32	82,67	84,32	85,97	80,61
60	80,20	81,85	83,50	81,02	83,50	85,15	83,50	85,97	86,80	83,91
90	80,20	81,85	84,32	81,85	83,50	85,97	83,50	85,97	86,80	84,32
120	80,20	82,67	85,15	81,85	84,32	85,97	83,50	87,62	86,80	85,97
150	81,85	82,67	85,15	81,85	85,97	85,97	84,32	90,92	88,45	87,62

c. Mg²⁺

Tabel B.46. Titrasi Kesadahan Total (Air Limbah Buatan)

Waktu	Titrasi Kesadahan Total (ml)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	1,70	1,35	1,25	1,30	1,35	1,55	1,30	1,35	1,10	1,30
30	1,70	1,35	1,20	1,30	1,35	1,00	1,30	1,10	1,00	1,10
60	1,70	1,30	1,15	1,20	1,30	1,00	0,90	1,10	0,90	1,20
90	1,40	1,30	1,10	1,20	1,30	1,00	0,90	1,05	0,70	1,10
120	1,40	1,30	1,00	1,20	1,30	0,95	0,90	1,05	0,70	1,00
150	1,30	1,30	1,00	1,20	1,30	0,85	0,90	0,90	0,60	0,90

Tabel B.47. Konsentrasi Kesadahan Total (Air Limbah Buatan)

Waktu	Kesadahan Total (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	173,63	137,88	127,67	132,77	137,88	158,31	132,77	137,88	112,35	132,77
30	173,63	137,88	122,56	132,77	137,88	102,13	132,77	112,35	102,13	112,35
60	173,63	132,77	117,45	122,56	132,77	102,13	91,92	112,35	91,92	122,56
90	142,99	132,77	112,35	122,56	132,77	102,13	91,92	107,24	71,49	112,35
120	142,99	132,77	102,13	122,56	132,77	97,03	91,92	107,24	71,49	102,13
150	132,77	132,77	102,13	122,56	132,77	86,81	91,92	91,92	61,28	91,92

Tabel B.48. Konsentrasi Mg²⁺ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi Magnesium (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	27,30	18,61	16,13	12,41	18,61	28,54	18,61	21,10	14,89	9,93
30	27,30	18,61	16,13	14,89	18,61	14,89	18,61	14,89	14,89	9,93
60	27,30	18,61	14,89	14,89	18,61	14,89	8,69	14,89	12,41	17,37
90	19,85	18,61	14,89	14,89	18,61	14,89	8,69	13,65	7,45	14,89
120	19,85	19,85	12,41	14,89	18,61	13,65	8,69	16,13	7,45	14,89
150	19,85	19,85	12,41	14,89	19,85	11,17	9,93	16,13	7,45	14,89

Tabel B.49. Titrasi Kesadahan Total Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Titrasi Kesadahan Total duplo (ml)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	1,15	1,10	1,40	1,10	1,05	1,15	1,15	1,10	0,80	0,85
30	1,15	1,10	1,30	1,10	1,05	1,03	1,10	1,00	0,80	0,80
60	1,00	1,10	1,20	1,10	1,00	0,85	1,05	1,00	0,78	0,80
90	1,00	1,10	1,20	1,10	0,90	0,83	1,05	1,00	0,78	0,80
120	1,00	1,10	1,20	1,05	0,90	0,83	1,00	1,00	0,78	0,60
150	1,00	1,05	1,20	1,00	0,90	0,80	0,85	1,00	0,75	0,50

Tabel B.50. Konsentrasi Kesadahan Total Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Kesadahan Total duplo (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	115,10	110,10	140,13	110,10	105,09	115,10	115,10	110,10	80,07	85,08
30	115,10	110,10	130,12	110,10	105,09	102,59	110,10	100,09	80,07	80,07
60	100,09	110,10	120,11	110,10	100,09	85,08	105,09	100,09	77,57	80,07
90	100,09	110,10	120,11	110,10	90,08	82,57	105,09	100,09	77,57	80,07
120	100,09	110,10	120,11	105,09	90,08	82,57	100,09	100,09	77,57	60,05
150	100,09	105,09	120,11	100,09	90,08	80,07	85,08	100,09	75,07	50,05

Tabel B.51. Konsentrasi Mg²⁺ Terlarut Duplo (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi Magnesium duplo (mg/L)									
	A1	A2	A5	A6	A9	A10	A13	A14	A17	A18
10	13,38	13,38	23,11	13,38	12,16	13,38	15,81	15,81	8,51	9,12
30	13,38	13,38	20,67	13,38	13,38	11,55	14,59	13,38	8,51	7,90
60	9,73	13,38	18,24	13,38	13,38	8,51	14,59	15,81	9,12	7,90
90	9,73	13,38	18,24	14,59	10,94	9,12	14,59	15,81	9,12	8,51
120	9,73	13,38	19,46	13,38	12,16	9,12	13,38	15,81	9,12	3,65
150	9,73	12,16	19,46	12,16	13,38	8,51	9,73	17,03	8,51	1,22

Tabel B.52. Rata-Rata Konsentrasi Mg²⁺ Terlarut (Air Limbah Buatan)

Waktu	Konsentrasi Mg rata-rata (mg/L)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
10	20,07	15,81	19,46	12,77	15,20	20,67	17,03	18,24	11,55	9,42
30	20,07	15,81	18,24	13,99	15,81	13,07	16,42	13,99	11,55	8,82
60	18,24	15,81	16,42	13,99	15,81	11,55	11,55	15,20	10,64	12,46
90	14,59	15,81	16,42	14,59	14,59	11,86	11,55	14,59	8,21	11,55
120	14,59	16,42	15,81	13,99	15,20	11,25	10,94	15,81	8,21	9,12
150	14,59	15,81	15,81	13,38	16,42	9,73	9,73	16,42	7,90	7,90

Tabel B.53. Efisiensi Penyisihan Mg²⁺ (Air Limbah Buatan)

Waktu	Penyisihan Mg rata-rata (%)									
	A3	A4	A7	A8	A11	A12	A15	A16	A19	A20
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	79,93	84,19	80,54	87,23	84,80	79,33	82,97	81,76	88,45	90,58
30	79,93	84,19	81,76	86,01	84,19	86,93	83,58	86,01	88,45	91,18
60	81,76	84,19	83,58	86,01	84,19	88,45	88,45	84,80	89,36	87,54
90	85,41	84,19	83,58	85,41	85,41	88,14	88,45	85,41	91,79	88,45
120	85,41	83,58	84,19	86,01	84,80	88,75	89,06	84,19	91,79	90,88
150	85,41	84,19	84,19	86,62	83,58	90,27	90,27	83,58	92,10	92,10

FLUKTUASI NILAI pH SELAMA PROSES PENGADUKAN

Tabel B.54. Fluktuasi Nilai pH pada Air Limbah Buatan

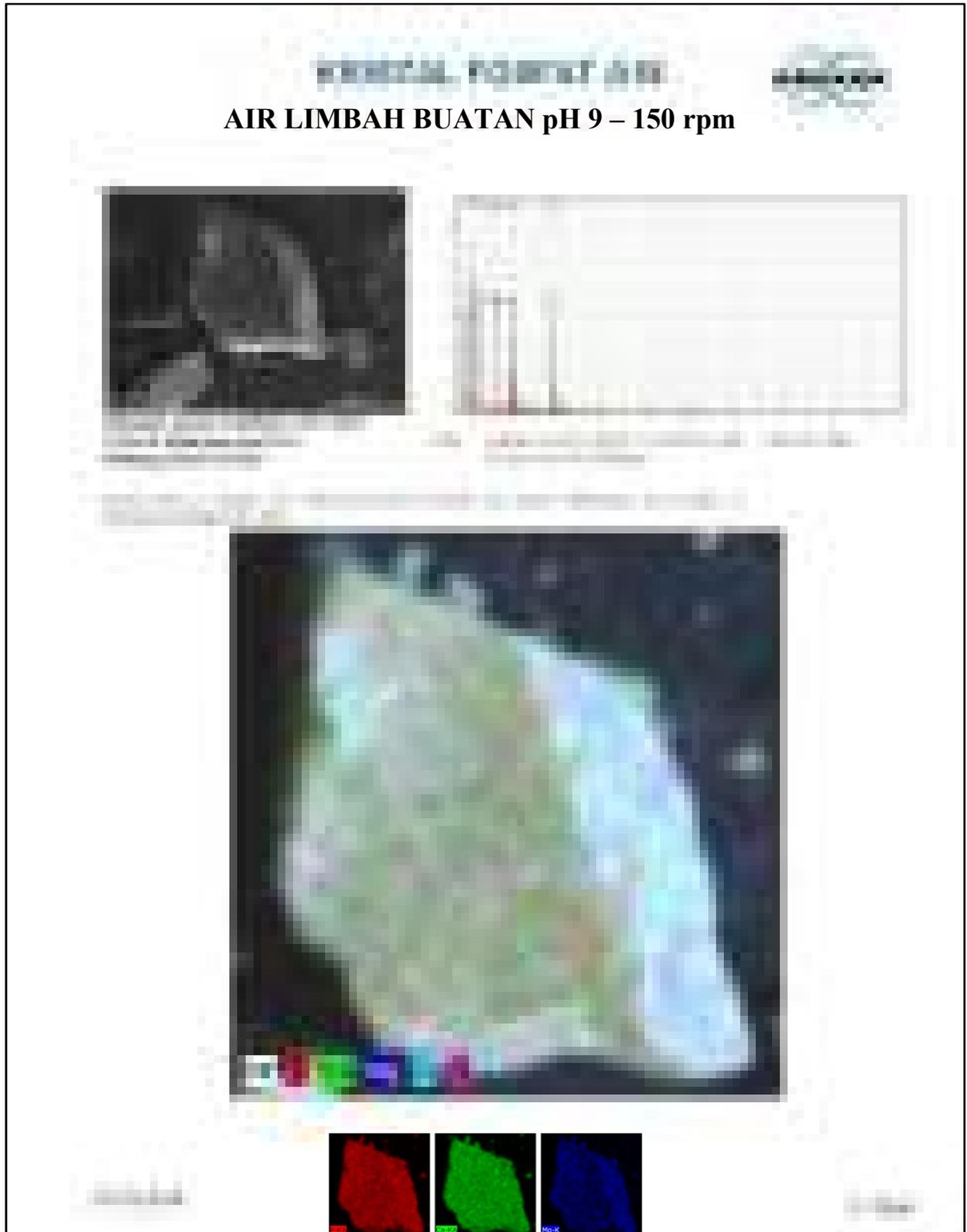
Waktu	Kecepatan 100 rpm					Kecepatan 150 rpm				
	pH					pH				
	7	7,5	8	8,5	9	7	7,5	8	8,5	9
0:00	7,00	7,51	8,02	8,50	8,99	7,02	7,51	7,99	8,51	9,00
0:00	7,00	7,51	8,01	8,49	9,00	7,03	7,51	7,99	8,48	8,98
0:00	6,98	7,51	8,03	8,49	9,00	7,01	7,51	7,98	8,53	8,94
0:01	6,95	7,52	8,00	8,49	8,99	7,01	7,51	8,02	8,53	8,95
0:01	7,01	7,52	8,01	8,48	8,99	7,01	7,51	8,05	8,51	8,95
0:01	7,00	7,52	8,02	8,48	8,99	7,01	7,51	8,02	8,51	8,95
0:02	6,94	7,52	8,03	8,48	8,99	7,01	7,51	8,01	8,50	8,98
0:04	6,55	7,46	8,03	8,50	8,98	7,00	7,51	8,01	8,51	8,95
0:08	6,99	7,51	7,99	8,50	8,99	6,98	7,50	7,99	8,50	8,94
0:10	7,30	7,51	8,00	8,47	8,99	6,97	7,50	7,98	8,51	8,93
0:15	7,01	7,51	7,99	8,46	8,99	6,99	7,49	8,00	8,47	8,98
0:20	6,99	7,50	8,01	8,50	8,99	7,00	7,48	7,99	8,50	8,99
0:25	7,00	7,50	8,04	8,47	8,99	6,98	7,51	8,00	8,50	8,99
0:30	7,00	7,50	8,00	8,51	8,99	7,02	7,50	7,99	8,49	9,00
0:35	7,00	7,50	8,00	8,51	8,97	6,96	7,49	8,01	8,50	8,97
0:40	7,00	7,49	8,00	8,49	8,95	7,01	7,49	8,00	8,49	8,95
0:45	7,02	7,49	8,01	8,48	8,99	7,00	7,48	7,99	8,49	8,94
0:50	6,98	7,51	8,02	8,50	8,96	6,98	7,51	7,99	8,51	9,01
0:55	6,96	7,51	7,98	8,49	8,98	7,01	7,50	7,99	8,50	9,00
1:00	7,00	7,50	8,00	8,50	8,98	7,00	7,50	8,01	8,50	8,94
1:05	6,94	7,50	8,00	8,51	8,97	7,00	7,50	8,00	8,52	9,02
1:10	7,02	7,49	7,97	8,50	9,00	6,96	7,49	7,99	8,52	9,01
1:15	7,09	7,49	8,00	8,50	8,96	7,00	7,49	7,98	8,49	8,98
1:20	7,00	7,49	8,02	8,49	8,98	7,01	7,51	8,01	8,50	9,01
1:25	6,97	7,49	7,98	8,50	8,99	7,00	7,50	8,01	8,49	8,99
1:30	7,00	7,50	8,00	8,51	9,00	7,01	7,50	8,00	8,47	9,00
1:35	6,99	7,49	8,01	8,50	9,00	7,00	7,50	7,99	8,49	9,04
1:40	6,95	7,49	7,99	8,49	8,98	6,94	7,49	7,99	8,48	9,06
1:45	6,92	7,49	7,99	8,51	9,00	7,01	7,49	7,99	8,51	9,00
1:50	6,91	7,51	8,01	8,50	8,98	7,00	7,49	7,99	8,50	8,94
1:55	7,00	7,51	7,98	8,51	8,97	6,97	7,50	7,98	8,51	8,98
2:00	6,98	7,50	8,00	8,50	9,00	7,00	7,49	7,99	8,50	8,96
2:05	6,95	7,50	7,99	8,49	9,00	6,99	7,49	7,98	8,51	8,99
2:10	6,98	7,49	7,98	8,51	9,01	6,98	7,49	7,99	8,52	8,97
2:15	7,03	7,49	8,03	8,51	9,01	6,92	7,48	7,99	8,48	9,02
2:20	6,96	7,48	7,98	8,49	9,00	6,87	7,48	8,00	8,54	8,98
2:25	7,00	7,50	7,97	8,49	8,98	6,91	7,50	7,99	8,48	8,97
2:30	7,00	7,50	8,00	8,50	9,00	7,00	7,49	7,99	8,50	8,99

Tabel B.55. Fluktuasi Nilai pH pada Air Limbah Asli

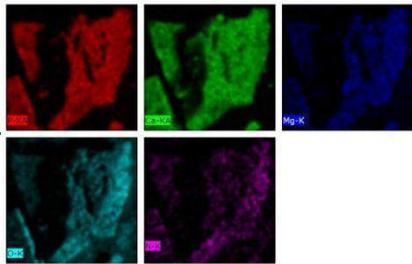
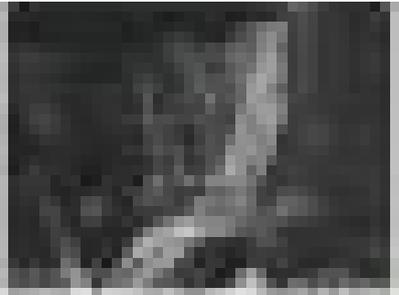
Waktu	Kecepatan 100 rpm					Kecepatan 150 rpm				
	pH					pH				
	7,00	7,50	8,00	8,50	9,00	7,00	7,50	8,00	8,50	9,00
0:00	7,00	7,51	8,00	8,51	9,01	7,00	7,50	8,00	8,51	9,00
0:00	7,00	7,51	8,00	8,49	9,00	7,00	7,50	8,01	8,49	9,00
0:00	7,00	7,52	8,00	8,49	9,00	7,00	7,50	8,01	8,46	9,00
0:01	7,00	7,52	8,00	8,48	8,99	7,00	7,50	8,01	8,49	8,99
0:01	7,00	7,52	7,99	8,48	8,99	7,00	7,50	8,01	8,49	8,99
0:01	7,00	7,52	7,99	8,51	8,99	7,01	7,50	8,01	8,48	8,99
0:02	7,01	7,52	7,98	8,51	8,99	7,01	7,51	7,99	8,48	8,98
0:04	7,00	7,50	7,98	8,51	8,98	7,02	7,50	7,98	8,49	8,53
0:08	7,02	7,50	8,00	8,47	9,00	7,00	7,50	8,01	8,50	9,02
0:10	7,01	7,49	7,97	8,50	8,99	7,01	7,49	8,00	8,50	9,00
0:15	7,00	7,51	8,00	8,49	9,00	7,02	7,50	8,00	8,50	8,99
0:20	7,00	7,51	8,00	8,48	9,00	7,00	7,49	8,00	8,47	9,01
0:25	7,00	7,52	7,99	8,48	9,00	7,02	7,50	7,98	8,51	9,00
0:30	7,00	7,49	7,96	8,48	9,00	7,03	7,50	7,98	8,49	9,00
0:35	7,00	7,51	8,00	8,48	9,01	7,01	7,53	8,00	8,49	9,01
0:40	7,00	7,52	8,00	8,48	8,99	7,01	7,51	7,98	8,50	8,98
0:45	7,02	7,49	8,00	8,49	9,01	7,01	7,51	8,00	8,50	9,01
0:50	7,00	7,51	7,97	8,50	9,01	7,01	7,49	8,00	8,49	9,01
0:55	7,00	7,52	8,02	8,50	8,98	7,01	7,50	8,00	8,51	9,00
1:00	7,01	7,51	7,99	8,50	9,00	7,00	7,52	7,98	8,48	8,98
1:05	7,00	7,52	8,01	8,50	9,00	7,00	7,50	8,01	8,48	9,00
1:10	7,00	7,51	7,96	8,51	9,00	7,01	7,49	7,99	8,48	9,00
1:15	7,00	7,51	8,01	8,51	9,00	7,01	7,51	7,98	8,53	8,99
1:20	7,00	7,50	7,97	8,50	8,98	7,01	7,49	8,00	8,53	8,93
1:25	7,00	7,51	8,00	8,50	8,99	7,01	7,51	8,00	8,47	8,99
1:30	7,00	7,50	8,01	8,50	8,97	7,01	7,50	7,98	8,48	8,97
1:35	7,00	7,51	8,02	8,48	9,01	7,01	7,52	8,00	8,50	9,03
1:40	7,00	7,50	8,01	8,47	9,00	7,00	7,51	7,98	8,52	9,00
1:45	7,00	7,52	8,01	8,46	8,99	7,01	7,50	8,01	8,48	8,93
1:50	7,00	7,50	8,02	8,50	8,99	7,01	7,51	7,98	8,51	9,01
1:55	7,00	7,52	7,99	8,50	9,01	7,01	7,51	8,01	8,46	9,00
2:00	7,00	7,50	8,01	8,53	9,00	7,01	7,50	8,01	8,49	9,03
2:05	7,00	7,50	7,99	8,50	9,00	7,01	7,51	8,00	8,47	9,01
2:10	7,00	7,51	8,01	8,48	8,99	7,03	7,50	8,00	8,49	8,91
2:15	7,00	7,51	7,98	8,50	9,00	7,03	7,50	7,97	8,50	8,98
2:20	7,00	7,50	8,01	8,51	8,99	7,01	7,49	8,01	8,45	8,98
2:25	7,00	7,52	8,00	8,49	8,98	7,01	7,51	7,97	8,53	9,01
2:30	7,00	7,49	8,00	8,51	8,99	7,01	7,51	8,03	8,50	9,01

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

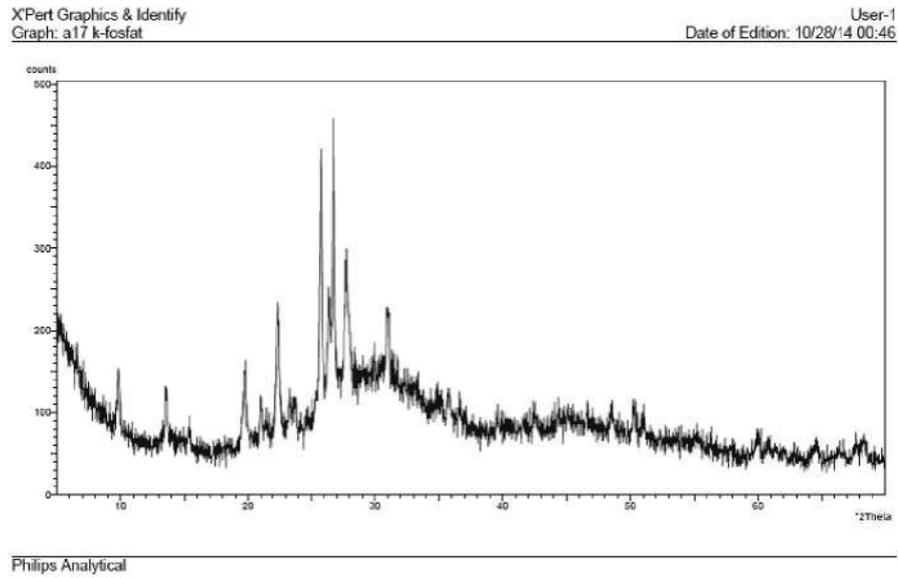
LAMPIRAN C – IDENTIFIKASI STRUKTUR KRISTAL



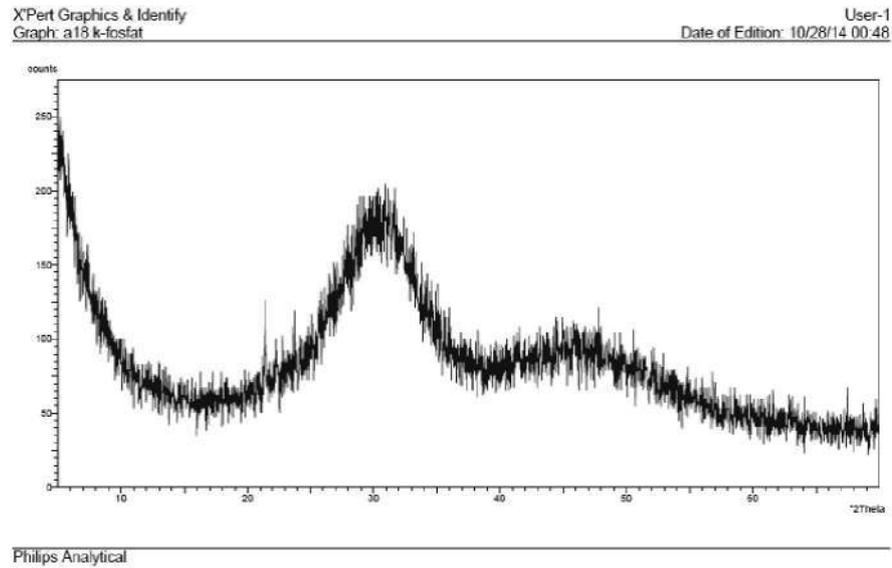
AIR LIMBAH ASLI pH 9 – 150 rpm



GRAFIK XRD PRESIPITAT



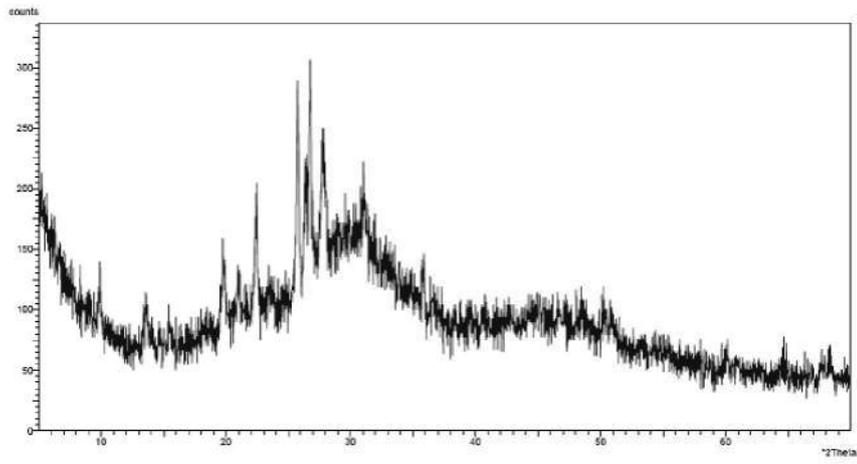
Gambar C.3. Grafik XRD Presipitat Air Limbah Buatan pH 9-100 rpm



Gambar C.4. Grafik XRD Presipitat Air Limbah Buatan pH 9-150 rpm

XPert Graphics & Identify
Graph: a19 k-fosfat

User-1
Date of Edition: 10/28/14 00:50

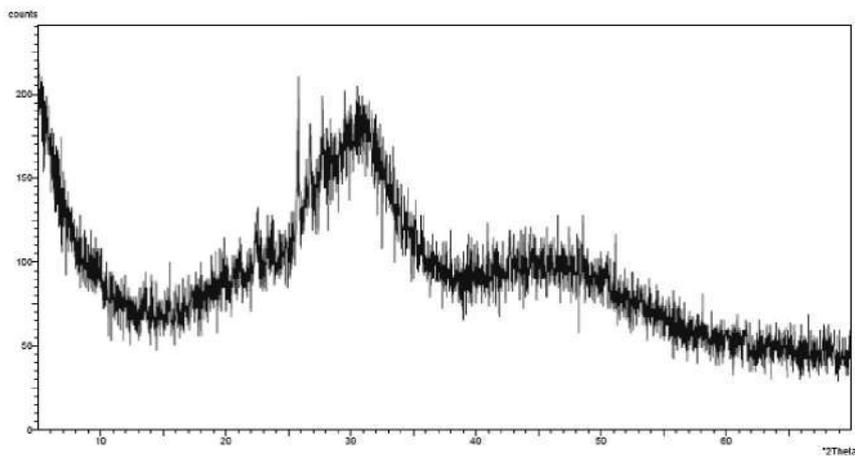


Philips Analytical

Gambar C.5. Grafik XRD Presipitat Air Limbah Asli pH 9-100 rpm

XPert Graphics & Identify
Graph: a20 k-fosfat

User-1
Date of Edition: 10/28/14 00:51



Philips Analytical

Gambar C.6. Grafik XRD Presipitat Air Limbah Asli pH 9-150 rpm

Match! Phase Analysis Report

Sample: a17 k-fosfatb

Sample Data

Filename	a17 k-fosfatb.dat
File path	c:\users\delld\documents\initals2\3rd semester\thesis\data xrd nov 2014\
Data collected	01/01/1990 6:01:00
Data range	4.970° to 69.950°
Number of points	3249
Step size	0.020
Alpha2 subtracted	Yes
Background subtr.	No
Data smoothed	Yes
2theta correction	-0.03°
Radiation	Cu-Ka
Wavelength	1.541874 Å

Matched Phases

A: (Ca₄(PO₄)₂)

Formula	Ca ₄ O ₉ P ₂
Entry number	98-901-1145
Figure-of-Merit (FoM)	0.888732
Total number of peaks	500
Peaks in range	365
Peaks matched	354
Intensity scale factor	0.39
Quant. (weight %)	29.85

B: (Monetite)

Formula	Ca ₄ H ₄ O ₁₆ P ₄
Entry number	98-900-7620
Figure-of-Merit (FoM)	0.870678
Total number of peaks	500
Peaks in range	255
Peaks matched	242
Intensity scale factor	0.42
Quant. (weight %)	32.86

C: (Whitlockite)

Formula	Ca ₁₀ .115 Mg _{0.385} O ₂₈ P ₇
Entry number	98-901-2137
Figure-of-Merit (FoM)	0.793594
Total number of peaks	187
Peaks in range	187
Peaks matched	121
Intensity scale factor	0.26
Quant. (weight %)	11.37

D: (Bobierrite)

Formula	Mg ₃ O ₁₆ P ₂
Entry number	98-900-1027
Figure-of-Merit (FoM)	0.763545
Total number of peaks	300
Peaks in range	274
Peaks matched	228
Intensity scale factor	0.93
Quant. (weight %)	22.95

E: (Hydroxylapatite)

Formula	Ca ₅ H O ₁₃ P ₃
Entry number	98-900-2214
Figure-of-Merit (FoM)	0.735919
Total number of peaks	134
Peaks in range	62
Peaks matched	58
Intensity scale factor	0.08

Peak List

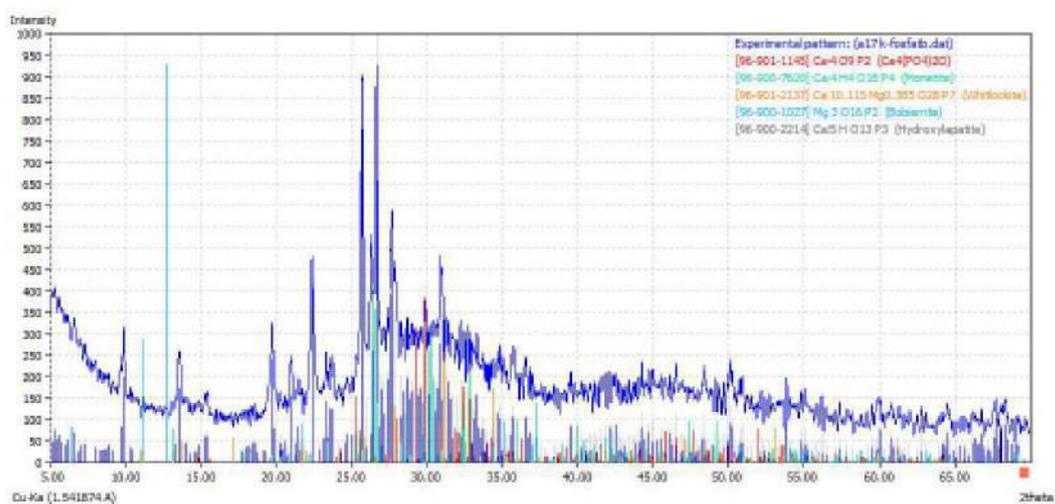
Retention Time (min)	Peak Label
1.12	1
1.12	2
1.12	3
1.12	4
1.12	5
1.12	6
1.12	7
1.12	8
1.12	9
1.12	10
1.12	11
1.12	12
1.12	13
1.12	14
1.12	15
1.12	16
1.12	17
1.12	18
1.12	19
1.12	20
1.12	21
1.12	22
1.12	23
1.12	24
1.12	25
1.12	26
1.12	27
1.12	28
1.12	29
1.12	30
1.12	31
1.12	32
1.12	33
1.12	34
1.12	35
1.12	36
1.12	37
1.12	38
1.12	39
1.12	40
1.12	41
1.12	42
1.12	43
1.12	44
1.12	45
1.12	46
1.12	47
1.12	48
1.12	49
1.12	50
1.12	51
1.12	52
1.12	53
1.12	54
1.12	55
1.12	56
1.12	57
1.12	58
1.12	59
1.12	60
1.12	61
1.12	62
1.12	63
1.12	64
1.12	65
1.12	66
1.12	67
1.12	68
1.12	69
1.12	70
1.12	71
1.12	72
1.12	73
1.12	74
1.12	75
1.12	76
1.12	77
1.12	78
1.12	79
1.12	80
1.12	81
1.12	82
1.12	83
1.12	84
1.12	85
1.12	86
1.12	87
1.12	88
1.12	89
1.12	90
1.12	91
1.12	92
1.12	93
1.12	94
1.12	95
1.12	96
1.12	97
1.12	98
1.12	99
1.12	100

	25.32	3.5177	125.97	0.2000	A
73	25.72	3.4634	892.20	0.2000	A,B,D
74	26.06	3.4188	152.60	0.2000	C,E
75	26.32	3.3858	450.05	0.2000	B,C
76	26.47	3.3674	303.89	0.2000	A,B,D
77	26.70	3.3394	1000.00	0.2000	B,C
78	26.87	3.3183	210.46	0.2000	B
79	26.94	3.3094	192.08	0.2000	A
80	27.19	3.2797	195.99	0.2000	A,B,D
81	27.40	3.2555	216.04	0.2000	A
82	27.58	3.2345	408.24	0.2000	C
83	27.73	3.2174	519.78	0.2000	
84	27.90	3.1978	353.29	0.2000	A,C
85	28.29	3.1543	201.15	0.2000	A,D,E
86	28.40	3.1428	170.08	0.2000	B
87	28.54	3.1271	178.93	0.2000	B
88	28.72	3.1087	207.01	0.2000	C,D
89	28.87	3.0923	166.48	0.2000	B,C
90	28.99	3.0797	195.55	0.2000	E
91	29.15	3.0637	179.96	0.2000	A
92	29.37	3.0409	175.18	0.2000	B
93	29.55	3.0230	187.18	0.2000	A
94	29.76	3.0025	182.55	0.2000	B,C,D
95	29.91	2.9870	255.33	0.2000	A
96	30.08	2.9710	166.93	0.2000	B
97	30.27	2.9531	197.09	0.2000	B
98	30.47	2.9342	204.19	0.2000	B,D
99	30.57	2.9244	190.57	0.2000	D
100	30.72	2.9101	192.94	0.2000	B
101	30.89	2.8944	381.03	0.2000	A
102	31.03	2.8822	352.65	0.2000	A,B,D
103	31.24	2.8632	208.59	0.2000	A,B,C
104	31.43	2.8463	197.27	0.2000	A,B
105	31.62	2.8297	165.30	0.2000	D
106	31.78	2.8173	156.06	0.2000	A,D,E
107	32.03	2.7943	149.65	0.2000	A,D
108	32.24	2.7767	195.81	0.2000	A,B,D,E
109	32.50	2.7553	167.75	0.2000	A
110	32.67	2.7412	178.95	0.2000	B,C,D
111	32.84	2.7274	161.44	0.2000	A,B
112	33.02	2.7132	141.87	0.2000	B,E
113	33.19	2.6996	127.33	0.2000	B,C
114	33.35	2.6870	162.29	0.2000	D
115	33.49	2.6759	82.83	0.2000	
116	33.61	2.6668	78.94	0.2000	C,D
117	33.75	2.6560	107.31	0.2000	A,D
118	33.92	2.6432	78.89	0.2000	A
119	34.07	2.6316	78.68	0.2000	B,E
120	34.23	2.6196	85.50	0.2000	D
121	34.39	2.6078	96.40	0.2000	A,B,C
122	34.69	2.5862	117.71	0.2000	A,B
123	34.87	2.5731	134.88	0.2000	A
124	35.06	2.5598	106.65	0.2000	C,D
125	35.29	2.5435	67.38	0.2000	A,C
126	35.61	2.5213	112.04	0.2000	A,B,E
127	35.77	2.5105	135.40	0.2000	B,C
128	36.04	2.4923	60.65	0.2000	B
129	36.22	2.4799	63.18	0.2000	B,C
130	36.30	2.4747	49.17	0.2000	A
131	36.54	2.4590	109.37	0.2000	
132	36.68	2.4503	60.06	0.2000	
133	36.84	2.4396	77.59	0.2000	B
134	37.01	2.4289	62.68	0.2000	B,C,D
135	37.61	2.3915	41.93	0.2000	A,C,D
136	37.82	2.3791	33.33	0.2000	A,C,D
137	38.41	2.3434	43.16	0.2000	A,B,D,E
138	38.63	2.3307	38.90	0.2000	A
139	39.17	2.3001	36.98	0.2000	A,B
140	39.44	2.2850	60.38	0.2000	A,B,C,D,E
141	39.57	2.2775	87.48	0.2000	A
142	39.80	2.2647	63.67	0.2000	A,C,D,E
143	40.06	2.2508	40.71	0.2000	A,B
144					



[The text in this section is extremely blurry and illegible. It appears to be a list of items or a table with multiple columns, but the specific content cannot be discerned.]

Diffraction Pattern Graphics



Match! Copyright © 2003-2010 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany

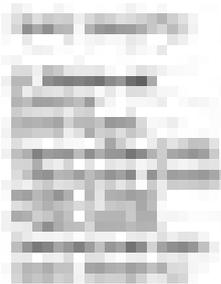
Match! Phase Analysis Report

Sample: EI-1016 10 November 2014

Sample Data	
Filename	a18 k-fosfat.dat
File path	c:\users\delld\documents\initials2\3rd semester\thesis\data xrd nov 2014\
Data collected	01/01/1990 6:01:42
Data range	5.070° to 70.050°
Number of points	3250
Step size	0.020
Alpha2 subtracted	Yes
Background subtr.	No
Data smoothed	Yes
2theta correction	0.06°
Radiation	Cu-Ka
Wavelength	1.541874 Å

Matched Phases

A: (Ca₄(PO₄)₂O)	
Formula	Ca ₄ O ₉ P ₂
Entry number	96-901-1145
Figure-of-Merit (FoM)	0.900553
Total number of peaks	500
Peaks in range	355
Peaks matched	347
Intensity scale factor	1.22
Quant. (weight %)	36.22
B: (Monetite)	
Formula	Ca ₄ H ₄ O ₁₆ P ₄
Entry number	96-900-7620
Figure-of-Merit (FoM)	0.889447
Total number of peaks	500
Peaks in range	248
Peaks matched	236
Intensity scale factor	0.71
Quant. (weight %)	21.66
C: (Whitlockite)	
Formula	Ca ₁₀ H ₁₅ Mg _{0.385} O ₂₈ P ₇
Entry number	96-901-2137
Figure-of-Merit (FoM)	0.860365
Total number of peaks	187
Peaks in range	187
Peaks matched	123
Intensity scale factor	0.69
Quant. (weight %)	11.65
D: (Struvite)	
Formula	H ₁₈ Mg N O ₁₀ P
Entry number	96-900-7675
Figure-of-Merit (FoM)	0.835015
Total number of peaks	290
Peaks in range	122
Peaks matched	118
Intensity scale factor	0.58
Quant. (weight %)	13.70
E: (Hydroxylapatite)	
Formula	Ca ₅ H ₃ O ₁₃ P ₃
Entry number	96-900-2215
Figure-of-Merit (FoM)	0.818460
Total number of peaks	134
Peaks in range	60
Peaks matched	58
Intensity scale factor	0.79

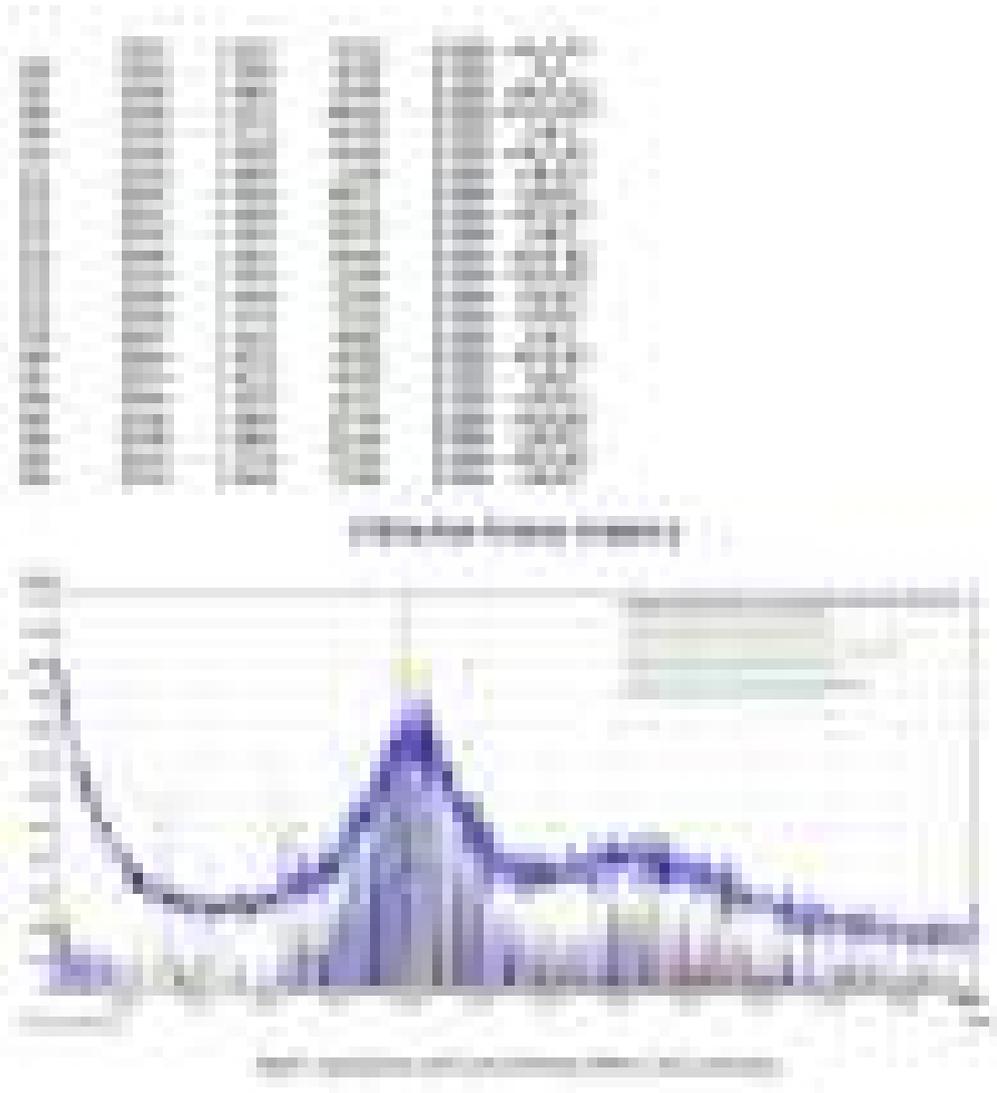


Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	5.21	16.9627	230.38	0.2000	
2	5.37	16.4670	211.98	0.2000	
3	5.47	16.1421	242.23	0.2000	
4	5.63	15.7105	172.10	0.2000	
5	5.93	14.9168	207.43	0.2000	
6	6.07	14.5632	135.69	0.2000	
7	6.23	14.1769	129.91	0.2000	F
8	6.46	13.6606	129.51	0.2000	
9	6.73	13.1397	125.49	0.2000	
10	6.94	12.7387	127.10	0.2000	
11	7.13	12.4008	103.69	0.2000	
12	7.40	11.9478	154.43	0.2000	
13	7.53	11.7465	76.04	0.2000	
14	7.87	11.2381	138.76	0.2000	
15	8.25	10.7173	106.68	0.2000	
16	8.47	10.4349	75.57	0.2000	
17	8.60	10.2839	105.12	0.2000	
18	8.83	10.0181	135.73	0.2000	
19	8.95	9.8814	92.39	0.2000	
20	9.20	9.6099	84.78	0.2000	A
21	9.95	8.8854	83.70	0.2000	
22	10.06	8.7970	81.17	0.2000	
23	10.82	8.1788	99.57	0.2000	E
24	10.97	8.0666	104.15	0.2000	C,F
25	11.72	7.5503	78.85	0.2000	A
26	12.23	7.2379	90.75	0.2000	
27	12.83	6.8983	86.16	0.2000	A,F
28	13.01	6.8064	82.70	0.2000	B
29	13.38	6.6171	105.76	0.2000	B
30	13.60	6.5114	84.95	0.2000	C
31	13.76	6.4377	88.02	0.2000	
32	13.92	6.3629	77.38	0.2000	
33	14.16	6.2528	90.29	0.2000	C
34	14.54	6.0919	79.65	0.2000	A,D
35	14.99	5.9089	117.14	0.2000	A,D
36	15.31	5.7870	114.69	0.2000	
37	15.61	5.6754	99.05	0.2000	A,F
38	15.81	5.6050	75.04	0.2000	A,D
39	16.27	5.4469	90.94	0.2000	B,D
40	17.00	5.2172	75.73	0.2000	C
41	17.24	5.1432	73.93	0.2000	A
42	17.92	4.9502	100.47	0.2000	B
43	18.27	4.8570	89.06	0.2000	F
44	18.41	4.8202	74.28	0.2000	A,C,E
45	19.78	4.4881	84.65	0.2000	A,B,F
46	20.09	4.4197	84.20	0.2000	A,B,C,F
47	20.66	4.2992	80.57	0.2000	
48	20.80	4.2706	99.40	0.2000	B

[The text in this block is extremely faint and illegible, appearing as a series of horizontal lines.]

[The text in this block is extremely blurry and illegible. It appears to be a list of items or a table with multiple columns, but the specific content cannot be discerned.]



Match! Phase Analysis Report

Sample: EI-1016 10 Nopember

Sample Data

Filename	a19 k-fosfat.rd
File path	c:\users\ldell\documents\initals2\3rd semester\thesis\data xrd nov 2014\
Data collected	01/01/1990 6:02:34
Data range	4.950° to 69.930°
Number of points	3250
Step size	0.020
Alpha2 subtracted	Yes
Background subtr.	No
Data smoothed	Yes
2theta correction	-0.05°
Radiation	Cu-Ka
Wavelength	1.541874 Å

Matched Phases

A: (Ca₄(PO₄)₂O)

Formula	Ca ₄ O ₉ P ₂
Entry number	96-901-1145
Figure-of-Merit (FoM)	0.912495
Total number of peaks	500
Peaks in range	372
Peaks matched	381
Intensity scale factor	0.66
Quant. (weight %)	27.34

B: (Monetite)

Formula	Ca ₄ H ₄ O ₁₆ P ₄
Entry number	96-900-7620
Figure-of-Merit (FoM)	0.879335
Total number of peaks	500
Peaks in range	259
Peaks matched	248
Intensity scale factor	0.54
Quant. (weight %)	23.08

C: (Whitlockite)

Formula	Ca ₁₀ .115 Mg _{0.385} O ₂₈ P ₇
Entry number	96-901-2137
Figure-of-Merit (FoM)	0.835098
Total number of peaks	187
Peaks in range	187
Peaks matched	122
Intensity scale factor	0.47
Quant. (weight %)	11.07

D: (Struvite)

Formula	H ₁₆ Mg N O ₁₀ P
Entry number	96-900-7675
Figure-of-Merit (FoM)	0.796463
Total number of peaks	290
Peaks in range	125
Peaks matched	120
Intensity scale factor	0.38
Quant. (weight %)	11.84

E: (Hydroxylapatite)

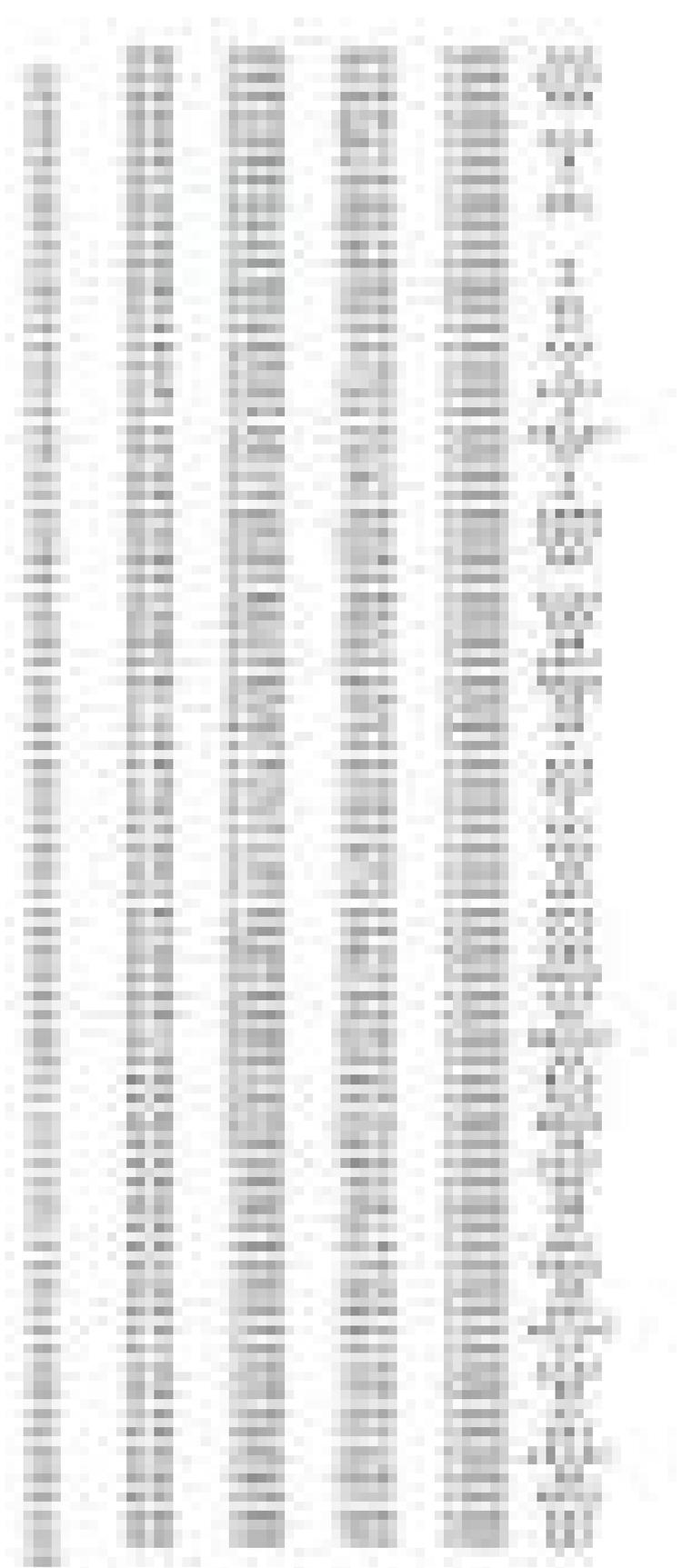
Formula	Ca ₅ H O ₁₃ P ₃
Entry number	96-900-1234
Figure-of-Merit (FoM)	0.791589
Total number of peaks	134
Peaks in range	62
Peaks matched	60
Intensity scale factor	0.32



Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	hkl	FWHM	Matched
1	5.16	17.1213	101.10	0.2400	
2	5.37	16.4429	85.27	0.2400	
3	5.59	15.7984	67.92	0.2400	
4	5.95	14.8617	62.91	0.2400	
5	6.17	14.3214	58.04	0.2400	F
6	6.65	13.2899	71.18	0.2400	
7	7.54	11.7180	72.02	0.2400	
8	7.72	11.4501	78.44	0.2400	
9	8.27	10.8979	90.83	0.2400	
10	8.77	10.0856	54.61	0.2400	
11	9.01	9.8201	67.49	0.2400	
12	9.33	9.4819	62.49	0.2400	A
13	9.71	9.1061	87.71	0.2400	
14	9.84	8.9930	182.91	0.2400	
15	13.30	6.6563	107.01	0.2400	B
16	13.49	6.5626	155.51	0.2400	B
17	13.54	6.5392	151.56	0.2400	
18	13.76	6.4368	73.38	0.2400	C
19	13.89	6.3752	55.76	0.2400	
20	14.02	6.3191	68.49	0.2400	C
21	14.67	6.0371	57.22	0.2400	A,D
22	15.36	5.7700	116.86	0.2400	D
23	15.56	5.6935	54.69	0.2400	A,F
24	17.13	5.1765	54.99	0.2400	A,C,E
25	17.70	5.0113	82.75	0.2400	A,B
26	17.86	4.9653	58.94	0.2400	
27	18.04	4.9180	91.36	0.2400	
28	18.19	4.8765	72.96	0.2400	F
29	18.41	4.8181	84.14	0.2400	C
30	18.58	4.7747	87.87	0.2400	
31	18.71	4.7415	57.06	0.2400	A
32	18.91	4.6927	87.09	0.2400	B,E
33	19.21	4.6208	66.74	0.2400	D,F
34	19.45	4.5640	169.52	0.2400	A,F
35	19.68	4.5118	324.38	0.2400	F
36	19.80	4.4839	234.58	0.2400	B
37	19.99	4.4425	138.44	0.2400	F
38	20.09	4.4206	87.05	0.2400	
39	20.22	4.3923	109.51	0.2400	A,B,C
40	20.38	4.3573	132.75	0.2400	
41	20.66	4.2999	127.12	0.2400	B
42	20.92	4.2458	232.69	0.2400	D
43	21.16	4.1979	113.58	0.2400	F
44	21.39	4.1546	140.79	0.2400	D
45	21.56	4.1218	121.69	0.2400	A,C,F
46	21.70	4.0963	95.95	0.2400	A
47	21.87	4.0639	129.53	0.2400	C,E
48	22.03	4.0354	130.29	0.2400	B

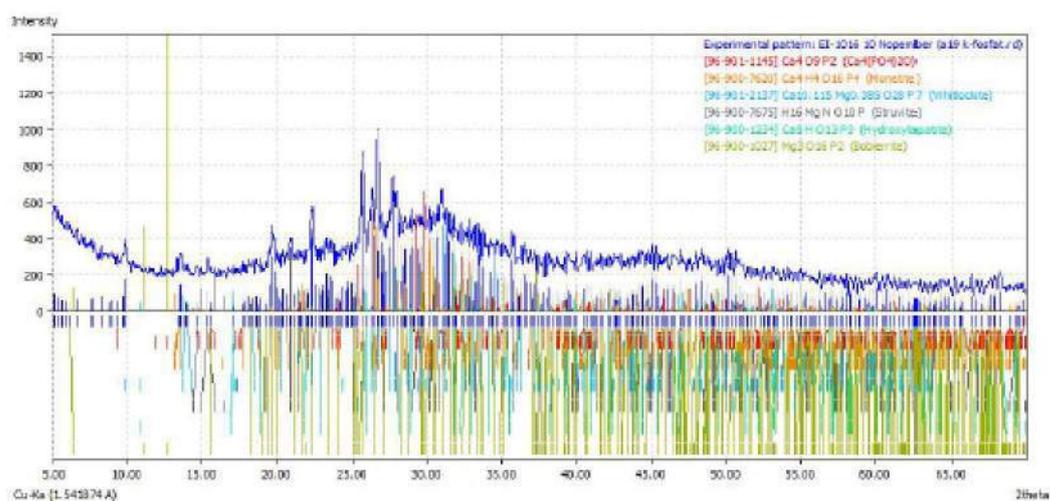
49	22.26	3.9929	430.68	0.2400	C,F
50	22.35	3.9773	457.73	0.2400	
51	22.59	3.9364	154.60	0.2400	A
52	22.73	3.9122	136.62	0.2400	
53	22.85	3.8912	126.98	0.2400	A,E
54	23.00	3.8661	146.42	0.2400	
55	23.11	3.8487	119.77	0.2400	
56	23.31	3.8164	212.98	0.2400	
57	23.46	3.7925	167.33	0.2400	F
58	23.57	3.7749	192.66	0.2400	
59	23.76	3.7447	180.01	0.2400	A
60	23.92	3.7205	100.96	0.2400	A
61	24.07	3.6972	108.99	0.2400	A,B,F
62	24.24	3.6717	119.37	0.2400	A
63	24.40	3.6488	146.30	0.2400	
64	24.50	3.6334	118.50	0.2400	
65	24.66	3.6100	170.54	0.2400	
66	24.74	3.5982	138.46	0.2400	
67	24.94	3.5710	163.29	0.2400	
68	25.09	3.5490	98.11	0.2400	D,F
69	25.22	3.5317	166.27	0.2400	E,F
70	25.39	3.5084	210.95	0.2400	A
71	25.72	3.4632	858.34	0.2400	A,B,D,F
72	25.94	3.4343	261.16	0.2400	C,E
73	26.35	3.3829	574.55	0.2400	B,C
74	26.44	3.3710	486.76	0.2400	A,B,F
75	26.73	3.3353	1000.00	0.2400	B,C
76	26.93	3.3103	382.67	0.2400	
77	27.02	3.2998	303.19	0.2400	A,B,D
78	27.19	3.2797	319.30	0.2400	A,F
79	27.35	3.2615	297.27	0.2400	A
80	27.47	3.2476	414.04	0.2400	A,C
81	27.76	3.2133	669.02	0.2400	
82	27.93	3.1940	550.69	0.2400	A,C,D
83	28.23	3.1610	370.23	0.2400	A,E,F
84	28.36	3.1466	260.92	0.2400	B
85	28.51	3.1306	361.26	0.2400	
86	28.68	3.1131	293.69	0.2400	B,C,F
87	28.87	3.0931	344.33	0.2400	B,C
88	29.01	3.0783	408.88	0.2400	E
89	29.18	3.0602	347.04	0.2400	A
90	29.39	3.0386	355.47	0.2400	B,D
91	29.49	3.0293	380.28	0.2400	A,C,D
92	29.63	3.0149	363.03	0.2400	F
93	29.84	2.9940	447.57	0.2400	A
94	30.18	2.9613	434.33	0.2400	B,F
95	30.38	2.9421	405.59	0.2400	B,D,F
96	30.62	2.9193	389.98	0.2400	D,F
97	30.77	2.9062	452.14	0.2400	A,B,D
98	30.99	2.8858	572.20	0.2400	A,B,C
99	31.15	2.8713	432.58	0.2400	A,F
100	31.30	2.8575	423.05	0.2400	A,B,C
101	31.48	2.8420	398.50	0.2400	A,B
102	31.67	2.8257	350.32	0.2400	F
103	31.83	2.8115	385.25	0.2400	A,D,E
104	31.95	2.8011	290.29	0.2400	A,D,F
105	32.05	2.7929	273.27	0.2400	A,F
106	32.28	2.7729	335.65	0.2400	A,B
107	32.53	2.7529	281.21	0.2400	A,B,E
108	32.66	2.7422	293.50	0.2400	C,F
109	32.80	2.7303	353.73	0.2400	A,D,F
110	32.96	2.7175	263.75	0.2400	B
111	33.10	2.7065	297.99	0.2400	C,E
112	33.27	2.6929	323.82	0.2400	B,D
113	33.46	2.6782	321.75	0.2400	F
114	33.63	2.6653	251.45	0.2400	C,D,F
115	33.81	2.6513	291.94	0.2400	A
116	34.05	2.6329	182.49	0.2400	A,B,E
117	34.23	2.6194	221.77	0.2400	
118	34.40	2.6074	188.73	0.2400	A,B,F
119	34.65	2.5887	214.94	0.2400	C
120	34.78	2.5794	218.32	0.2400	A,B
121					



[The text in this section is extremely faint and illegible. It appears to be a list of items or a table with multiple columns and rows. The content is not discernible.]

	64.59	1.4429	83.99	0.2400	A,B,F
266	64.79	1.4390	106.79	0.2400	A,B,D,F
267	65.18	1.4314	119.49	0.2400	A,B,E,F
268	65.55	1.4240	64.29	0.2400	A,B,D,E,F
269	65.87	1.4219	83.71	0.2400	A,B,D,F
270	66.25	1.4108	132.72	0.2400	A,B,D,F
271	66.62	1.4039	100.02	0.2400	A,B,D,E,F
272	66.95	1.3978	90.01	0.2400	A,B,F
273	67.43	1.3890	79.94	0.2400	A,B,D,E,F
274	67.60	1.3858	103.54	0.2400	A,B,D,F
275	67.84	1.3815	116.01	0.2400	A,B,D,F
276	68.18	1.3755	156.73	0.2400	A,B,E,F
277	68.88	1.3632	55.01	0.2400	A,B
278	69.25	1.3567	57.52	0.2400	A,B,D,E
279	69.41	1.3541	56.36	0.2400	A,B,D,F
280	69.54	1.3519	59.63	0.2400	A,B,F
281	69.65	1.3499	66.62	0.2400	A

Diffraction Pattern Graphics



Match! Phase Analysis Report

Sample: EI-1016 11 Nopember

Sample Data	
Filename	a20 k-fosfat.rd
File path	c:\users\dell\documents\inita\s213rd semester\thesis\data xrd nov 2014
Data collected	01/01/1990 8:03:10
Data range	4.950° to 69.930°
Number of points	3250
Step size	0.020
Alpha2 subtracted	Yes
Background subtr.	No
Data smoothed	Yes
2theta correction	-0.05°
Radiation	Cu-Ka
Wavelength	1.541874 Å

Matched Phases

A: (Ca4(PO4)2O)	
Formula	Ca4 O9 P2
Entry number	96-901-1145
Figure-of-Merit (FoM)	0.903211
Total number of peaks	500
Peaks in range	351
Peaks matched	334
Intensity scale factor	1.37
Quant. (weight %)	34.44
B: (Monetite)	
Formula	Ca4 H4 O16 P4
Entry number	96-900-7620
Figure-of-Merit (FoM)	0.878325
Total number of peaks	500
Peaks in range	247
Peaks matched	229
Intensity scale factor	0.84
Quant. (weight %)	21.53
C: (Whitlockite)	
Formula	Ca9.5 Mg O28 P7
Entry number	96-901-2138
Figure-of-Merit (FoM)	0.843296
Total number of peaks	187
Peaks in range	187
Peaks matched	116
Intensity scale factor	1.12
Quant. (weight %)	16.21
D: (Struvite)	
Formula	H16 Mg N O10 P
Entry number	96-900-7675
Figure-of-Merit (FoM)	0.812682
Total number of peaks	290
Peaks in range	121
Peaks matched	114
Intensity scale factor	0.94
Quant. (weight %)	18.65
E: (Hydroxylapatite)	
Formula	Ca5 H O13 P3
Entry number	96-901-1093
Figure-of-Merit (FoM)	0.810650
Total number of peaks	134
Peaks in range	60
Peaks matched	54
Intensity scale factor	0.76
Quant. (weight %)	9.16

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	5.17	17.0830	214.52	0.1000	
2	5.29	16.7157	192.50	0.1000	
3	5.50	16.0805	165.61	0.1000	
4	5.61	15.7552	183.71	0.1000	
5	5.76	15.3409	175.74	0.1000	
6	5.87	15.0538	137.22	0.1000	
7	6.50	13.6014	108.99	0.1000	
8	6.72	13.1457	141.64	0.1000	
9	7.07	12.5105	143.08	0.1000	
10	7.48	11.8558	127.15	0.1000	
11	7.76	11.3937	108.87	0.1000	
12	8.06	10.9702	123.12	0.1000	
13	8.36	10.5816	103.45	0.1000	
14	8.62	10.2633	122.86	0.1000	
15	9.00	9.8313	146.08	0.1000	
16	9.14	9.6739	110.62	0.1000	
17	9.38	9.4334	182.06	0.1000	A
18	9.55	9.2597	127.90	0.1000	
19	9.73	9.0886	177.75	0.1000	
20	9.89	8.9473	186.69	0.1000	
21	10.02	8.8271	162.15	0.1000	
22	10.25	8.6291	110.36	0.1000	
23	10.40	8.5094	137.13	0.1000	
24	10.68	8.2827	191.13	0.1000	
25	10.88	8.1289	149.00	0.1000	C,E
26	11.23	7.8805	118.11	0.1000	
27	11.40	7.7588	127.31	0.1000	
28	11.58	7.6413	125.41	0.1000	
29	11.88	7.4516	143.84	0.1000	A
30	13.46	6.5779	148.38	0.1000	B
31	13.63	6.4976	108.47	0.1000	C
32	13.97	6.3385	108.06	0.1000	
33	15.29	5.7945	116.86	0.1000	
34	15.43	5.7423	208.53	0.1000	A
35	15.98	5.5461	128.38	0.1000	A,D
36	16.19	5.4765	135.09	0.1000	B
37	16.49	5.3755	152.99	0.1000	D
38	16.67	5.3197	135.79	0.1000	
39	16.92	5.2391	114.79	0.1000	E
40	17.10	5.1851	180.87	0.1000	C
41	17.24	5.1434	160.33	0.1000	A
42	17.35	5.1125	104.79	0.1000	
43	17.54	5.0556	157.44	0.1000	A
44	17.76	4.9944	115.33	0.1000	B
45	17.88	4.9612	132.84	0.1000	
46	18.02	4.9224	126.26	0.1000	
47	18.19	4.8768	148.98	0.1000	
48	18.32	4.8417	125.76	0.1000	
49	18.42	4.8168	125.61	0.1000	
50	18.57	4.7788	163.79	0.1000	C
51	18.75	4.7320	210.93	0.1000	A
52	18.87	4.7027	134.47	0.1000	B,E
53	19.00	4.6716	156.93	0.1000	
54	19.12	4.6420	186.01	0.1000	
55	19.29	4.6018	151.76	0.1000	D
56	19.46	4.5623	237.75	0.1000	A
57	19.62	4.5246	262.85	0.1000	
58	19.80	4.4848	256.28	0.1000	B
59	19.99	4.4424	223.34	0.1000	

[The text in this section is extremely faint and illegible. It appears to be a list of items or a table with multiple columns, but the specific content cannot be discerned.]

[The text in this block is extremely faint and illegible, appearing as a series of horizontal lines.]

1. The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities. It emphasizes that proper record-keeping is essential for transparency and accountability, particularly in financial reporting and compliance with regulatory requirements. The text notes that incomplete or inaccurate records can lead to significant legal and financial consequences for the organization.

2. The second part of the document outlines the various methods and tools used to collect and analyze data. It highlights the need for robust data management systems that can handle large volumes of information efficiently. The document also discusses the importance of data security and privacy, ensuring that sensitive information is protected from unauthorized access and breaches.

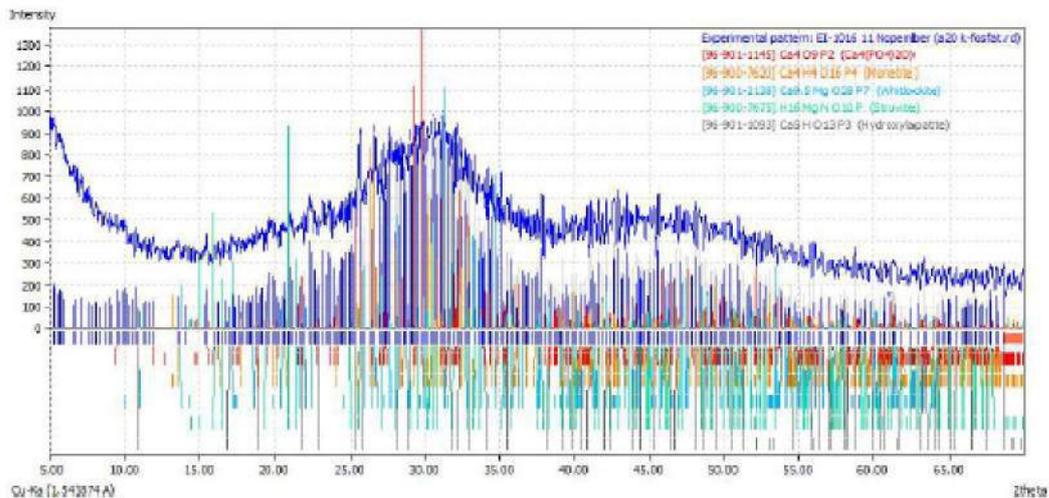
3. The third part of the document focuses on the integration of data from different sources and the use of advanced analytics to derive meaningful insights. It describes how data integration allows for a more comprehensive view of the organization's performance and helps identify trends and patterns that might not be apparent from individual data sets. The text also mentions the role of artificial intelligence and machine learning in enhancing data analysis capabilities.

4. The fourth part of the document addresses the challenges associated with data management and the strategies to overcome them. It identifies common issues such as data silos, inconsistent data formats, and limited data quality. The document provides practical advice on how to address these challenges, including implementing data governance frameworks and investing in data management training for staff.

5. The final part of the document concludes by summarizing the key points and emphasizing the ongoing nature of data management. It stresses that data management is not a one-time task but a continuous process that requires regular monitoring and updates. The document encourages organizations to stay informed about the latest developments in data management technology and best practices to ensure they remain competitive and compliant in the digital age.

277	61.33	1.5116	174.17	0.1000	A,B,D
278	61.48	1.5082	155.53	0.1000	A,B,C
279	61.84	1.5003	109.71	0.1000	A,B,D,E
280	62.54	1.4852	150.39	0.1000	A,B,C,D
281	62.84	1.4788	158.38	0.1000	A,B,C,D
282	63.19	1.4714	210.28	0.1000	A,B,C,E
283	63.30	1.4691	107.78	0.1000	A,B,C,E
284	63.90	1.4568	153.57	0.1000	A,B,C,D,E
285	64.20	1.4507	112.56	0.1000	A,B,C,D
286	64.32	1.4483	122.72	0.1000	A,B,D,E
287	64.55	1.4438	160.08	0.1000	A,B
288	64.69	1.4410	116.79	0.1000	A,B
289	64.91	1.4366	145.28	0.1000	A,D
290	65.01	1.4347	151.29	0.1000	A,B,E
291	65.40	1.4270	155.28	0.1000	A,B,D,E
292	65.73	1.4207	115.27	0.1000	A,B,D
293	65.90	1.4175	112.88	0.1000	A,D
294	66.04	1.4148	135.89	0.1000	B
295	66.18	1.4121	147.70	0.1000	A,B
296	66.30	1.4098	117.13	0.1000	B
297	66.44	1.4071	142.33	0.1000	A,B,E
298	66.70	1.4024	153.19	0.1000	A,B,D
299	66.94	1.3980	105.66	0.1000	A
300	67.05	1.3959	128.51	0.1000	A,B
301	67.24	1.3924	131.19	0.1000	A,B,D
302	67.45	1.3886	132.50	0.1000	A,B,D,E
303	67.69	1.3843	184.71	0.1000	A,B,D
304	67.79	1.3825	163.64	0.1000	A,B,D
305	68.09	1.3770	154.52	0.1000	A,B
306	68.19	1.3753	134.95	0.1000	A,B
307	68.56	1.3688	173.25	0.1000	A,B,E

Diffraction Pattern Graphics



Match! Copyright © 2003-2010 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany



BERITA ACARA
SEMINAR TESIS
Semester Gasal 2014/ 2015

Pada
 Hari, tanggal : Selasa, 16 Desember 2014
 Jam : 15.00-16.30
 Tempat : Ruang Sidang

telah dilaksanakan Seminar Proposal Tesis :
 Tema Tesis : Penyisihan dan Recovery Fosfat dari Air Limbah Rumah Sakit dengan Proses Kristalisasi
 Nama Mahasiswa : Anita Dwi Anggrainy
 Nrp. : 3313201002
 Program Studi : S2 Teknik Lingkungan FTSP-ITS
 Bidang Studi : Magister Teknik Lingkungan
 Tanda Tangan :

Berdasarkan hasil evaluasi pengujian, dinyatakan bahwa mahasiswa tersebut :

1. dapat mengikuti ujian Tesis
2. tidak dapat mengikuti ujian Tesis

Saran-saran perbaikan :

24/12/14
 • Keuntungan & kerugian ppt lebih tinggi (sugesti warna)
 • Dominan kristal ant limbah air li us. buatan
 22/12/14
 • tulisan lebih di laporan
 • perbaiki abstrak & LB

Pembimbing,

Prof. Ir. Joni Hermans, MScES, PhD

Tim Penguji :

- | Nama | (Tanda Tangan) |
|------------------|----------------|
| 1. Eddy S.S, PhD | |
| 2. Ipung F., PhD | |

MEMORANDUM FOR THE RECORD
SUBJECT: [Illegible]

[Illegible]

[Illegible]

[Illegible]

[Illegible]

[Illegible]

[Illegible]

- [Illegible]
- [Illegible]
- [Illegible]
- [Illegible]
- [Illegible]
- [Illegible]

[Illegible]

DAFTAR PUSTAKA

- Abbona, F. dan Franchini-Angela, M. (1990). *Crystallization of Calcium and Magnesium Phosphate from Solutions of Low Concentration*. Journal of Crystal Growth. Vol. 104, hal. 661-671.
- Adnan, A., Mavinic, D.S. dan Koch, F.A. (2003). *Pilot Scale Study of Phosphorus Recovery Through Struvite Crystallization - Examining The Process Feasibility*. Journal of Environmental Engineering and Science. Vol. 2, hal. 315-324.
- Alamsyah, B. (2007). *Pengelolaan Limbah di RS. Pupuk Kaltim Bontang untuk Memenuhi Baku Mutu Lingkungan*. Tesis. Jurusan Ilmu Lingkungan. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Ali, I. (2005). *Struvite Crystallization from Nutrient Rich Wastewater*. PhD Thesis. School of Engineering. James Cook University, Queensland Australia.
- Ariyanto, E., Sen, T.K. dan Ang, H.M. (2014). *The Influence of Various Physico-Chemical Process Parameters on Kinetics and Growth Mechanism of Struvite Crystallisation*. Advanced Powder Technology. Vol. 25, hal. 682-694.
- Astuti, A. dan Purnama, S.G. (2014). *Kajian Pengelolaan Limbah di Rumah Sakit Umum Provinsi Nusa Tenggara Barat*. Community Health. Vol. 2 (1), 12-20.
- Beckmann, W. (2013). *Crystallization: Basic Concept and Industrial Applications*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA Weinheim, Germany.
- Berg, U., Donnert, D., Weidler, P.G., Kaschka, E., Knoll, G. dan Nuesch, R. (2006). *Phosphorus Removal and Recovery from Wastewater by Tobermorite-Seeded Crystallisation of Calcium Phosphate*. Water Science and Technology. Vol. 53 (3), hal. 131-138.
- Cao, X. dan Harris, W. (2008). *Carbonate and Magnesium Effect on Calcium Phosphate Precipitation*. Environmental Science and Technology. Vol. 42, hal. 436-442.
- Carpenter, S., Caraco, N.F., Corell, D.L., Howarth, R.W., Sharpley, A.N. dan Smith, V.H. (1998). *Nonpoint Pollution of Surface Waters with Phosphorus and Nitrogen*. Ecological Applications. Vol. 8 (3), hal. 559-568.
- Cornel, P. dan Schaum, C. (2009). *Phosphorus Recovery from Wastewater: Needs, Technologies and Cost*. Water Science and Technology. Vol. 59 (6), hal. 1069-1076.
- Desmidt, E., Ghyselbrecht, K., Monballiu, A., Rabaey, K., Verstraete, W. dan Meeschaert, B.D. (2013). *Factors Influencing Urease Driven Struvite*

- Precipitation. Separation and Purification Technology. Vol. 110 hal. 150-157.*
- Dorozhkin, S.V. dan Epple, M. (2002). *Biological and Medical Significance of Calcium Phosphates*. Angewandte Chemie International Edition. Vol. 41, hal. 3130 - 3146.
- Feenstra, T.P. dan Bruyn, P.L.d. (1981). *The Ostwald Rule of Stages in Precipitation from Highly Supersaturated Solutions: A Model and Its Application to the Formation of the Nonstoichiometric Amorphous Calcium Phosphate Precursor Phase* Journal of Colloid and Interface Science. Vol. 84 (1), hal. 66-72.
- Gustaffson, J.P. (2014). *Visual MINTEQ, ver 3.1, edited*. Royal Institute of Technology Department of Land and Water Resources Engineering, Stockholm, Sweden.
- Henze, M., Loosdrecht, M.v., Ekama, G. dan Brdjanovic, D. (2008). *Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling, and Design*. IWA Publishing, London, UK.
- Ito, A. dan Onuma, K. (2003). Growth of Hydroxyapatite Crystals. *Crystal Growth Technology*, (eds. Byrappa, K & Ohachi, T). William Andrew Publishing, New York.
- Jagadesh, D., Kubota, N., Yokota, M., Doki, N. dan Sato, A. (1999). *Seeding Effect on Batch Crystallization of Potassium Sulfate under Natural Cooling Mode and a Simple Design Method of Crystallizer*. Journal of Chemical Engineering of Japan. Vol. 32 (4), hal. 514-520.
- Jarcho, M. dan Rossetti, M. (1979). Ceramic Forming Process. (ed. Patent, USU). Sterling Drug Inc. United States.
- Khusnuryani, A. (2014). Mikrobial sebagai Agen Penurun Fosfat pada Pengolahan Limbah Cair Rumah Sakit. *Seminar Nasional Aplikasi Sains dan Teknologi*. IST AKPRIND Yogyakarta.
- Kim, D., Kim, J., Ryu, H.-D. dan Lee, S.-I. (2009). *Effect of Mixing on Spontaneous Struvite Precipitation from Semiconductor Wastewater*. Bioresource Technology. Vol. 100, 74-78.
- Kim, E., Lee, D., Hwang, H. dan Yim, S. (2006). *Recovery of Phosphates from Wastewater using Converter Slag: Kinetics Analysis of a Completely Mixed Phosphorus Crystallization Process*. Chemosphere. Vol. 63, hal. 192-201.
- Kubota, N., Doki, N., Yokota, M. dan Sato, A. (2001). *Seeding Policy in Batch Cooling Crystallization*. Powder Technology. Vol. 121, hal. 31-38.
- LeCorre, K.S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P. dan Parsons, S.A. (2005). *Impact of Calcium on Struvite Crystal Size, Shape and Purity*. Journal of Crystal Growth. Vol. 283, hal. 514-522.
- LeCorre, K.S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P. dan Parsons, S.A. (2009). *Phosphorus Recovery from Wastewater by Struvite Crystallization: a*

- Review*. Critical Reviews in Environmental Science and Technology. Vol. 39, hal. 433-377.
- Maaß, O., Grundmann, P. dan Polach, C. (2014). *Added-Value from Innovative Value Chains by Establishing Nutrient Cycles via Struvite*. Resources, Conservation, and Recycling. Vol. 87, hal. 126-136.
- Mehta, C.M. dan Batstone, D.J. (2013). *Nucleation and Growth Kinetics of Struvite Crystallization*. Water Research,. Vol. 47, hal. 2890-2900.
- Mekmene, O., Quillard, S., Rouillon, T., Bouler, J.-M., Piot, M. dan Gaucheron, F. (2009). *Effects of pH and Ca/P Molar Ratio on the Quantity and Crystalline Structure of Calcium Phosphates Obtained from Aqueous Solutions*. Dairy Science Technology. Vol. 89, hal. 301-316.
- Merdekawati, T.H. dan Sulistyorini, L. (2007). *Faktor yang Mempengaruhi Pengelolaan Limbah Cair RSUD Wangaya Denpasar*. Jurnal Kesehatan Lingkungan. Vol. 3 (2), 149-158.
- Mersmann, A. (2001). *Crystallization Technology Handbook*. 2nd edition. Marcel Dekker, Inc., New York.
- Morse, G.K., Brett, S.W., Guy, J.A. dan Lester, J.N. (1998). *Review: Phosphorus Removal and Recovery Technologies*. The Science of the Total Environment. Vol. 212, hal. 69-81.
- Mullin, J.W. (2001). *Crystallization*. 4th edition. Butterworth-Heinemann, Oxford.
- Mutas, A.M. (2014). Makalah Geologi Fisik Sumber Daya Mineral. Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin Makassar.
- Myerson, A.S. (2002). *Handbook of Industrial Crystallization*. 2nd edition. Butterworth-Heinemann, USA.
- Nieminen, J. (2010). *Phosphorus Recovery and Recycling From Municipal Wastewater Sludge*. Master. Department of Civil and Environmental Engineering. Aalto University, Finlandia.
- Panasiuk, O. (2010). *Phosphorus Removal and Recovery from Wastewater Using Magnetite*. Master Thesis. Industrial Engineering and Management. KTH Royal Institute of Technology, Stockholm.
- Pemerintah Republik Indonesia. (1995). Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 58 Tahun 1995 Tentang Baku Mutu Limbah Cair bagi Kegiatan Rumah Sakit. Jakarta, Indonesia.
- Putz, H. (2010). *Match! Phase Identification from Powder Diffraction: User Manual*. Crystal Impact, Germany.
- Ridder, M.d., Jong, S.d., Polchar, J. dan Lingemann, S. (2012). *Risks and Opportunities in the Global Phosphate Rock Market: Robust Strategies in Times of Uncertainty*. The Hague Centre for Strategic Studies (HCSS), The Netherlands.

- Ronteltap, M. (2009). *Phosphorus Recovery from Source-Separated Urine through the Precipitation of Struvite*. PhD Thesis. Swiss Federal Institute Of Technology Zurich. ETH, Zurich.
- Rosemarin, A. (2010). Peak Phosphorus and The Eutrophication of Surface Water: a Symptom of Disconnected Agricultural and Sanitation Policies. *World Water Week* (ed. Lundqvist, J). Stockholm International Water Institute, Stockholm.
- Shu, L., Schneider, P., Jegatheesan, V. dan Johnson, J. (2006). *An Economic Evaluation of Phosphorus Recovery as Struvite from Digester Supernatant*. *Bioresource Technology*. Vol. 97, hal. 2211-2216.
- Song, Y., Hahn, H.H. dan Hoffmann, E. (2002a). *The Effect of Carbonate on the Precipitation of Calcium Phosphate*. *Environmental Technology*. Vol. 23 (2), hal. 207-215.
- Song, Y., Hahn, H.H. dan Hoffmann, E. (2002b). The Effect of pH and Ca/P Ratio on the Precipitation of Calcium Phosphate. *Chemical Water and Wastewater Treatment VII* (eds. Hahn, HH, Hoffmann, E & Odegaard, H). IWA Publishing, London.
- Song, Y., Hahn, H.H. dan Hoffmann, E. (2002c). *Effects of Solution Conditions on the Precipitation of Phosphate for Recovery: A Thermodynamic Evaluation*. *Chemosphere*. Vol. 48, hal. 1029-1034.
- Steén, I. (1998). *Phosphorus Availability in the 21st Century: Management of a Nonrenewable Resource*. *Phosphorus Potassium*. Vol 217, hal. 25-31.
- Suci, K. (2007). *Pelaksanaan Pengelolaan Limbah Rumah Sakit Umum Daerah Dr. Moewardi Surakarta*. Tugas Akhir. Jurusan Ilmu Hukum. Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Tchobanoglous, G., Stensel, H.D., Tsuchihashi, R., Burton, F., Abu-Orf, M., Bowden, G. dan Pfrang, W. (2014). *Metcalf & Eddy: Wastewater Engineering, Treatment and Resource Recovery*. 5th edition. Mc Graw Hill Education, New York.
- Tran, A.T.K., Zhang, Y., Corte, D.D., Hannes, J., Ye, W., Mondal, P., Jullok, N., Meesschaert, B., Pinoy, L. dan DerBruggen, B.V. (2014). *P-Recovery as Calcium Phosphate from Wastewater using an Integrated Electrodialysis/Crystallization Process*. *Journal of Cleaner Production*. Vol. 77, hal. 140-151.
- Tsuge, H., Tanaka, Y., Yoshizawa, S. dan Kuraishi, T. (2002). *Reactive Crystallization Behaviour of Calcium Phosphate With and Without Whey Protein Addition*. *Trans I ChemE*. Vol. 80, hal. 105-110.
- Ueno, Y. dan Fujii, M. (2001). *Three Years Experience of Operating and Selling Recovered Struvite from Full Scale Plant*. *Environmental Technology*. Vol. 22 (11), hal. 1373-1381.
- USGS (2014). *Phosphate Rock Statistic and Information*. United States Geological Survey (USGS), Washington DC.

- Wang, J., Burken, J.G. dan Zhang, X.J. (2006). *Effect of Seeding Materials and Mixing Strength on Struvite Precipitation*. Water Environment Research. Vol. 78 (2), 125-136.
- Warmadewanthi, Citraningrum, H.M. dan Liu, J.C. (2012). Precipitation of Anions: Chemistry, Prediction, and Environmental Impacts. *Precipitation Prediction, Formation, and Environmental Impact* (eds. Dohring, H & Dixon, J). Nova Science Publisher, Inc., New York.
- Warmadewanthi dan Liu, J.C. (2009). *Recovery of Phosphate and Ammonium as Struvite from Semiconductor Wastewater*. Separation and Purification Technology. Vol. 64, hal. 368-373.
- Yi, W. (2003). *Phosphorus Recovery from Greenhouse Wastewater Through Crystallization*. Master Thesis. Department of Chemical and Biological Engineering. The University of British Columbia, Canada.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIOGRAFI PENULIS



Penulis menyelesaikan pendidikan Sarjana di Jurusan Teknik Lingkungan ITS Surabaya tahun 2005, dengan tugas akhir tentang pemanfaatan biomassa sampah sebagai energi. Beberapa pelatihan yang pernah diikuti penulis, antara lain ISO 14001:2014 (2005), kursus online bersertifikasi “*Solid Waste Management in Developing Country*” dengan UNESCO-IHE (2011), serta Seminar Nasional dan Internasional (2013-2014). Selama 3 tahun, penulis bekerja di sebuah perusahaan konsultan yang menangani proyek-proyek pemerintah tentang pengelolaan air bersih di beberapa daerah di Jawa Timur. Kemudian pada 2 tahun terakhir, disamping menempuh pendidikan Magister di Jurusan Teknik Lingkungan ITS, penulis mulai bekerja sebagai konsultan lepas dalam bidang pengelolaan air limbah domestik dan industri.