



TUGAS AKHIR - RE 184804

**PENGARUH PROSES RESIRKULASI PADA *RECOVERY*
FOSFAT DAN AMMONIUM LIMBAH CAIR INDUSTRI
PUKUP MENGGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED***

FEBRIANDA DAMAYANTI
0321154000046

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

Departemen Teknik Lingkungan
Fakultas Teknik Sipil Lingkungan dan Kebumihan
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019



TUGAS AKHIR - RE 184804

**PENGARUH PROSES RESIRKULASI PADA *RECOVERY*
FOSFAT DAN AMMONIUM LIMBAH CAIR INDUSTRI
PUKUP MENGGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED***

FEBRIANDA DAMAYANTI
0321154000046

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

Departemen Teknik Lingkungan
Fakultas Teknik Sipil Lingkungan dan Kebumihan
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya, 2019

halaman ini sengaja dikosongkan



FINAL PROJECT - RE 184804

**THE EFFECT OF RECIRCULATION PROCESS ON
RECOVERY PHOSPHATE AND AMMONIUM OF
FERTILIZER INDUSTRY WASTE USING FLUIDIZED BED
REACTOR**

FEBRIANDA DAMAYANTI
NRP. 0321154000046

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

Department of Environmental Engineering
Faculty of Civil Environmental and Geo Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya, 2019

halaman ini sengaja dikosongkan

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH PROSES RESIRKULASI PADA *RECOVERY* FOSFAT DAN AMMONIUM LIMBAH CAIR INDUSTRI PUPUK MENGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED*

TUGAS AKHIR

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

Oleh:
FEBRIANDA DAMAYANTI
NRP. 0321154000046

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir



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



PENGARUH PROSES RESIRKULASI PADA *RECOVERY* FOSFAT DAN AMONIUM LIMBAH CAIR INDUSTRI PUPUK MENGGUNAKAN REAKTOR *FLUIDIZED BED*

Nama = Febrianda Damayanti
NRP = 03211540000046
Departemen = Teknik Lingkungan
Dosen Pembimbing = IDAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D

ABSTRAK

Pemanfaatan limbah cair industri pupuk dengan cara *recovery* fosfat dan amonium dapat menjadi salah satu alternatif sumber fosfat terbarukan. Produk dari *recovery* fosfat dan amonium industri pupuk ialah kristal dapat dimanfaatkan kembali menjadi pupuk *slow release*. Teknologi *recovery* fosfat dan amonium yang paling efektif ialah menggunakan reaktor *fluidized bed*. Penggunaan reaktor *fluidized bed* mampu menyisahkan fosfat dan amonium hingga 80-90%. Peningkatan efisiensi penyisihan fosfat dan amonium dapat dilakukan dengan menambahkan proses resirkulasi pada reaktor *fluidized bed*. Peningkatan efisiensi penyisihan fosfat dan amonium menggunakan proses resirkulasi sebesar 5%. Penambahan proses resirkulasi juga dapat meningkatkan proses nukleasi dan pertumbuhan kristal sehingga kemurnian kristal yang terbentuk akan semakin tinggi. Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium serta menentukan morfologi, struktur, dan komposisi kristal yang terbentuk dengan menggunakan reaktor *fluidized bed*.

Penelitian ini menggunakan reaktor *fluidized bed* dengan sistem kontinu untuk menyisahkan fosfat dan amonium pada limbah cair industri pupuk. Presipitan yang digunakan adalah $MgCl_2$ dengan rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ ialah 1,5;1 serta pH larutan $8,5 \pm 0,2$. Hal tersebut ditetapkan berdasarkan penelitian terdahulu. Proses pengambilan sampel berlangsung setiap 2,5 menit untuk waktu induksi. Variabel yang digunakan adalah tiga variasi rasio resirkulasi, yaitu 3, 6, dan 9 serta tiga variasi *hydraulic loading rate*, yaitu 0,39 L/m, 0,59 L/m dan 0,79 L/m. Parameter yang diamati

saat proses kristalisasi adalah tekanan pada reaktor dan kecepatan aliran. Analisis air efluen menggunakan parameter uji, yaitu pH, TSS *residue*, konsentrasi fluor, amonium, fosfat, magnesium, silika, dan COD. Parameter uji kuantitas dan kualitas kristal yang terbentuk ialah berat kristal, morfologi, komposisi, dan struktur.

Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa reaktor *fluidized bed* mampu menyisahkan fosfat dan amonium yang terkandung pada limbah cair industri pupuk. Rasio resirkulasi yang efektif ialah 9 dengan *hydraulic loading rate* sebesar 0,39 L/m. Pada variasi tersebut mampu merecovery fosfat dan amonium sebesar 55,71% dan 49,69%. Penggunaan resirkulasi pada reaktor *fluidized bed* terbukti mampu meningkatkan *recovery* fosfat dan amonium. Pada rasio resirkulasi 9 mampu meningkatkan *recovery* fosfat sebesar 7,31% dan ammonium sebesar 6,62%. Rasio resirkulasi 6 dapat meningkatkan *recovery* fosfat hingga 2,95% dan ammonium hingga 2,72%. Rasio resirkulasi terkecil mampu meningkatkan *recovery* fosfat sebesar 6,04% dan ammonium sebesar 4,56%. Reaktor *fluidized bed* mampu menghasilkan hingga 2,01 g produk per liter menggunakan konfigurasi terbaik. Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa kristal yang paling dominan terbentuk ialah *struvite* dengan bentuk endapan yaitu balok memanjang. Berdasarkan hasil XRD, kadar *struvite* pada produk yang terbentuk ialah 80% pada *hydraulic loading rate* 0,39 dengan rasio resirkulasi 9 dan 54% pada *hydraulic loading rate* 0,39 L/m dengan rasio resirkulasi 6.

Kata kunci: Amonium, *Fluidized Bed Reactor*, Fosfat, Industri Pupuk, Resirkulasi

THE EFFECT OF RECIRCULATION PROCESS ON RECOVERY PHOSPHATE AND AMMONIUM OF FERTILIZER INDUSTRY WASTE USING FLUIDIZED BED REACTOR

Name of Student = Febrianda Damayanti
NRP = 03211540000046
Study Programme = Environmental Engineering
Supervisor = IDAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D

ABSTRACT

Fertilizer-industrial waste utilization using phosphate recovery and ammonium can be one of the renewable phosphate resource. Product from that idea is a crystal that can be formed to be a slow release fertilizer. The most-effective phosphate and ammonium recovery technology is fluidized bed reactor. Fluidized bed reactor can reject phosphate and ammonium up to 80 to 90 percent. To increase phosphate and ammonium rejection efficiency, we used re-circulation process on fluidized bed reactor. After using re-circulation process, we can increase phosphate and ammonium rejection efficiency until 5 percent. And also, those process can increase nucleation process and crystal growth rate that causing formed higher crystal purify. The purpose of this research is to determine re-circulation ratio and optimum hydraulic loading rate in phosphate and ammonium recovery process and determine its morphology, structure and formed crystal composition using fluidized bed reactor.

This research use fluidized bed reactor with continuous system to reject phosphate and ammonium on fertilizer industry liquid waste. Used Precipitant is $MgCl_2$ with molarity ratio $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ is 1,5;1 with 8,5+-0,2 pH level Solution. That instance based on earlier research. Sampling process is taken every 2,5 minutes for induction time. We use three variable, there are 3,6, and 9 and also three hydraulic loading rate variation there are 0,39 L/m, 0,59 L/m and 0,79 L/m. observed parameters on crystallization process are pressure and flow rate on the reactor. For effluent water, we used pH, TSS residue, flour concentration, ammonium,

phosphate, magnesium, silica and COD. Quantity and quality of formed crystal test parameters are crystal weight, morphology, composition, and structure.

The result from this research show that fluidized bed reactor can reject phosphate and ammonium contained on fertilizer industry liquid waste. The effective ratio for re-circulation process is 9 with 0,39 L/m Hydraulic loading rate. By those variation can recover 55,71 percent phosphate and 49,69 percent Ammonium. Re-circulation application on fluidized bed reactor are proved to increase phosphate and ammonium recovery rate. When using 9 on re-circulation ratio, we can increase 7,31 percent phosphate and 6,62 percent ammonium recovery rate. Beside that, using 6 on re-circulation ratios can increase until 2,95 percent phosphate and 2,72 percent ammonium recovery rate. Also, if we use the smallest re-circulation ratio can increase 6,04 per cent phosphate and 4,56 percent ammonium recovery rate. Fluidized bed reactor can produce up to 2,01 g product per liter when using the best configuration. The results of SEM analysis show that the most dominant crystals formed are struvite with beam-shaped deposits. Based on the results of XRD, the level of struvite in the product formed is 80% when using 0,39 L/m on hydraulic loading rate and 54% with the same hydraulic loading rate and 6 on recirculation ratio.

Keyword: Ammonium, Fluidized Bed Reactor, Phosphate, Fertilizer Industry, Re-circulation

KATA PENGANTAR

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

1. Ibu IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan nasihatnya dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Ibu Beiby Vojiant Tangahu, ST., MT., Ph.D, Bapak Arseto Yekti Bagastyo, ST., MT., M.Phill., Ph.D, Bapak Welly Herumurti, ST., M.Sc dan Bapak Dr. Eng. Arie Dipareza Syafe'i, ST., MEPM sebagai dosen pengarah.
3. Laboran Departemen Teknik Lingkungan ITS Laboratorium Teknologi Pengolahan Air dan Remediasi Lingkungan, Laboran Departemen Teknik Mesin ITS, serta Laboran NTUST yang telah membantu dalam proses pengerjaan tugas akhir ini.
4. Orang tua dan kakak penulis yang selalu mendukung, memberi nasihat, memberi saran, serta mendoakan penulis dalam setiap pengerjaan tugas akhir ini.
5. Teman-teman satu asistensi, yaitu Lifa dan Dinda serta teman-teman workshop dan laboratorium teknologi pengolahan air yang telah berjuang bersama-sama, membantu, dan memberikan dukungan dalam penyelesaian tugas akhir ini.
6. Sahabat-sahabat saya, yaitu Loly, Lato, Tika, Nurannisa, Tasya, Aldo, serta adik-adik ristek 2016 yang telah memberikan dukungan dan semangat dalam pengerjaan tugas akhir ini.

Dalam penyusunan laporan ini tentunya masih banyak kekurangan, oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan. Semoga laporan yang penulis susun ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Penulis

halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Ruang Lingkup Penelitian	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Karakteristik Limbah Cair PT Petrokimia Gresik	7
2.2 Baku Mutu Limbah Cair Industri Pupuk	9
2.3 Potensi Recovery Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk	11
2.4 Kristalisasi Fosfat dan Amonium	13
2.5 Faktor yang Mempengaruhi Pembentukan Kristal	17
2.6 Parameter Desain Fluidized Bed Reactor	20
2.6 Software untuk Analisis Data Kristal yang Terbentuk	23
2.6.1 X-Ray Powder Diffraction dan Match (versi 1.1)	23
2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM) – Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX)	23
2.6.3 Wet Analysis	24
2.7 Penelitian Terdahulu	24
BAB 3 METODE PENELITIAN	27
3.1 Kerangka Penelitian	27
3.2 Ide Penelitian	29
3.3 Studi Literatur	30
3.4 Persiapan Penelitian	31
3.4.1 Persiapan Alat dan Bahan	31
3.4.2 Pengambilan Sampel	33
3.4.3 Perhitungan Ulang dan Mekanisme Kerja Reaktor Fluidized Bed	33
3.4.4 Penelitian Pendahuluan	36
3.4.4 Penelitian Utama	37
3.5 Analisa Data dan Pembahasan	45
3.6 Kesimpulan dan Saran	46

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	47
4.1 Penelitian Pendahuluan	47
4.1.1 Uji Karakteristik Air Limbah	47
4.1.2 Uji Kecepatan Fluidisasi Minimum dan Maksimum pada Proses Fluidisasi dalam Fluidized Bed Reactor	48
4.2 Penelitian Utama.....	49
4.2.1 Pengaruh Rasio Resirkulasi.....	49
4.2.2 Pengaruh Hydraulic Loading Rate	58
4.2.3 Pengaruh Hydraulic Loading Rate dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Fluorida.....	66
4.2.4 Pengaruh Hydraulic Loading Rate dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Silika	67
4.2.5 Pengaruh Pengaruh Hydraulic Loading Rate dan Rasio Resirkulasi terhadap TSS	68
4.2.6 Pengaruh Hydraulic Loading Rate dan Rasio Resirkulasi terhadap Konsentrasi COD	69
4.2.7 Operasional Fluidized Bed	70
4.2.8 Produktifitas Reaktor Fluidized Bed	75
4.3 Karakteristik Kristal yang Terbentuk	77
4.3.1 Hasil Analisis SEM dan EDX pada Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9	78
4.3.2 Hasil Analisis SEM dan EDX pada Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 6	79
4.3.3 Hasil Analisis XRD pada Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9 dan 6.....	80
4.3.4 Wet Analysis	84
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	86
5.1 Kesimpulan	87
5.2 Saran.....	87
DAFTAR PUSTAKA.....	89
LAMPIRAN A	97
LAMPIRAN B	99
LAMPIRAN C	105
LAMPIRAN D	126
LAMPIRAN E	129
LAMPIRAN F	131
BIODATA PENULIS.....	133

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Alur proses produksi PT Petrokimia Gresik	7
Gambar 2.2 Inlet Point L	9
Gambar 2.3 Kristal yang berbentuk kubus tidak beraturan (Zhang <i>et al.</i> , 2009)	16
Gambar 2.4 Kristal yang berbentuk tidak beraturan (Rahman <i>et al.</i> , 2014)	16
Gambar 2.5 Kristal yang berbentuk seperti kubus (Cho <i>et al.</i> , 2009)	17
Gambar 3.1 Kerangka penelitian	29
Gambar 3.2 Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	35
Gambar 3.3 Diagram Alir Proses Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	36
Gambar 4.1 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m	50
Gambar 4.3 Resirkulasi pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Hydraulic Loading Rate 0,79 L/m	51
Gambar 4.4 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m	53
Gambar 4.5 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,59 L/m	54
Gambar 4.6 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,79 L/m	54
Gambar 4.7 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Nilai pH Menggunakan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m	56
Gambar 4.8 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Nilai pH Menggunakan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,59 L/m	56
Gambar 4.9 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Nilai pH Menggunakan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,79 L/m	57
Gambar 4.10 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Rasio Resirkulasi 9	59
Gambar 4.11 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Rasio Resirkulasi 6	59

Gambar 4.12 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Rasio Resirkulasi 3	60
Gambar 4.13 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Rasio Resirkulasi 9	62
Gambar 4.14 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Rasio Resirkulasi 6	62
Gambar 4.15 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Rasio Resirkulasi 3	63
Gambar 4.16 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Nilai pH Menggunakan Rasio Resirkulasi 9	64
Gambar 4.17 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Nilai pH Menggunakan Rasio Resirkulasi 6	64
Gambar 4.18 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> pada Nilai pH Menggunakan Rasio Resirkulasi 3	65
Gambar 4.19 Penyisihan Fosfat pada <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9	71
Gambar 4.19 Endapan yang Terbentuk dan Tersaring di dalam Reaktor <i>Fluidized Bed</i> : (a) Saringan Dekat dengan Inlet, (b) Saringan Dekat dengan Badan Reaktor dan (c) Saringan Pada Freeboard	75
Gambar 4.20 Hasil Analisis SEM pada <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9: (a) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 100 Kali (b) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 1000 Kali	78
Gambar 4.21 Hasil Analisis SEM pada <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 6: (a) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 100 Kali (b) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 2000 Kali	79
Gambar 4.22 Grafik Analisis XRD pada Rasio Resirkulasi 9 dengan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m	82
Gambar 4.23 Grafik Analisis XRD pada Rasio Resirkulasi 6 dengan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m	83

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik limbah cair inlet <i>point</i> L PT Petrokimia Gresik	8
Tabel 2.2 Standar baku mutu limbah cair industri pupuk Pergub Jatim No. 72 Tahun 2013	10
Tabel 2.3 Standar bau mutu internal PT Petrokimia Gresik.....	10
Tabel 2.5 Fungsi dari Kristal-kristal yang Terbentuk saat Proses Kristalisasi.....	12
Tabel 2.6 Konstanta Kelarutan Senyawa Potensial yang Terbentuk.....	15
Tabel 3.2 Parameter Uji dan Metoda Analisis Karakteristik Limbah Cair	37
Tabel 3.3 Metode Analisis Waktu Reaksi, Waktu Induksi, dan Kecepatan Fluidisasi	37
Tabel 3.4 Variasi Penelitian.....	42
Tabel 3.5 Parameter Uji dan Metoda Analisis Karakteristik Air Efluen.....	44
Tabel 3.6 Parameter Uji Kuantitas dan Kualitas Kristal yang Dhasilkan	44
Tabel 4.1 Karakteristik Air Limbah Poin L PT Petrokimia Gresik	47
Tabel 4.2 Hasil Uji Kecepatan Fluidisasi Minimum dan Maksimum	48
Tabel 4.3 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap Persentase <i>Recovery</i> Fosfat	52
Tabel 4.4 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap Persentase <i>Recovery</i> Amonium	55
Tabel 4.5 Waktu Induksi Pembentukan Kristal.....	60
Tabel 4.6 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Fluor.....	66
Tabel 4.7 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Silika	67
Tabel 4.8 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan TSS	68
Tabel 4.9 Pengaruh <i>Hydraulic Loading Rate</i> terhadap Penyisihan COD	69
Tabel 4.10 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 9 dengan <i>Hydraulic Loading Rate</i> 0,39 L/m.....	72

Tabel 4.11 Mass Balance Reaktor Fluidized Bed	76
Tabel 4.12 Produktifitas Reaktor <i>Fluidized Bed</i>	77
Tabel 4.13 Persentase dan Berat Senyawa Penyusun Produk ..	84
Tabel 4.14 Hasil <i>Wet Analysis</i>	85

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Fosfat merupakan salah satu unsur hara yang dibutuhkan dalam proses pertumbuhan dan produksi tanaman (Rahman, 2000). Diperkirakan 90% fosfat bersumber dari batuan fosfat yang tidak dapat diperbarui dan ketersediannya hanya akan bertahan hingga 100 tahun kedepan (Reinhard *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2018). Sifat tidak terbarukan dari batuan fosfat telah mengarahkan penelitian yang berkembang sekarang ini pada *recovery* fosfat (Huang *et al.*, 2018). *Recovery* fosfat dilakukan dengan mempertimbangkan upaya yang hemat biaya, hemat energi, dan ramah lingkungan. Hasil dari proses *recovery* fosfat dapat dijadikan sebagai bahan baku pengganti batuan fosfat (Kataki *et al.*, 2016). Salah satu alternatif sumber fosfat terbarukan ialah pengolahan limbah cair dengan proses *recovery* fosfat (Le Corre *et al.*, 2009).

PT Petrokimia Gresik merupakan industri pupuk di Jawa Timur yang menghasilkan limbah cair dalam proses produksinya. Limbah cair yang dihasilkan mempunyai kandungan fosfat dan ammonium yang tinggi. Pengolahan yang dilakukan oleh PT Petrokimia Gresik untuk limbah cair yang dihasilkan dari masing-masing unit menggunakan *primary*, *secondary*, dan *advance treatment*. Proses pengolahan yang dilakukan ialah pengendapan, pengadukan, serta penambahan larutan NaOH dan tawas (Nugraha *et al.*, 2014). Outlet dari *advanced treatment* adalah bak equalizer yang masih memiliki konsentrasi fosfat dan amonium yang tinggi, yaitu 4180,33 mg/L dan 12282,60 mg/L (Iswarani, 2018). Pengolahan limbah cair industri pupuk dengan proses *recovery* fosfat dan amonium berpotensi menghasilkan produk dengan nilai guna yang tinggi (de-Bashan dan Bashan, 2004).

Proses *recovery* fosfat dan amonium dapat dilakukan dengan presipitasi kimia, degradasi biologis, kristalisasi, filtrasi tersier, dan metode pertukaran ion (de Bashan dan Bashan, 2004). Diantara proses *recovery* fosfat dan amonium tersebut, presipitasi kimia dan kristalisasi merupakan proses *recovery* yang banyak digunakan (Chimenos *et al.*, 2006). Pada proses presipitasi kimia,

fosfat yang dihasilkan akan terikat sebagai senyawa dalam lumpur dengan prosentase penyisihan antara 70 – 95%. Proses kristalisasi berbeda dengan presipitasi kimia, dimana fosfat yang dihasilkan berbentuk kristal yang dapat digunakan kembali (Chimenos *et al.*, 2006). Prosentase penyisihan dari proses kristalisasi berkisar antara 80 – 90% (Cornel dan Schaum, 2009). Kekurangan presipitasi kimia ialah adanya potensi peningkatan amonium yang diakibatkan oleh penambahan koagulan, dan terbentuknya senyawa yang berpotensi menimbulkan korosif pada unit pengolahan (Ronteltap, 2009). Menurut Peng *et al.*, (2018) alasan ini yang menyebabkan kristalisasi menghasilkan tingkat *recovery* yang tinggi dan efisiensi ekonomi yang besar (Peng *et al.*, 2018).

Proses kristalisasi antara magnesium dan fosfat akan menghasilkan tiga kemungkinan produk, yaitu *newberryite* ($\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), trimagnesium fosfat ($\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 22\text{H}_2\text{O}$), dan *bobierrite* ($\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) (Musvoto *et al.*, 2000). Kemungkinan lain yang akan terbentuk adalah *struvite* ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) pada konsentrasi magnesium, amonium, dan fosfat yang tepat (Warmadewanthi *et al.*, 2012). Mineral hasil *recovery* fosfat mempunyai kegunaan, antara lain dapat dijadikan pupuk *slow release*, dan pupuk dengan kandungan logam yang rendah dibandingkan dengan batuan fosfat (Wang *et al.*, 2005). Pemanfaatan kristal yang terbentuk sebagai pupuk sangat bergantung pada ukuran partikel kristal. Semakin besar ukuran partikel, maka semakin lama pupuk bertahan didalam tanah (Tarrago *et al.*, 2016).

Faktor yang mempengaruhi proses kristalisasi fosfat antara lain pH, molar rasio antara $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$, kandungan ion pengotor, resirkulasi, dan presipitan yang digunakan (Li *et al.*, 2018). Berdasarkan penelitian Ikhlas (2017), presipitan yang lebih efektif ialah MgCl_2 . Pada penelitian Iswarani (2018) menyatakan bahwa rasio molar efektif $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ ialah 1,5:15:1 dengan pH $8,5 \pm 0,2$. Penelitian-penelitian tersebut dilaksanakan menggunakan sistem *batch*. Pada penelitian ini akan diterapkan menggunakan sistem kontinu.

Recovery fosfat menggunakan sistem kontinu telah dilakukan di beberapa reaktor, diantaranya reaktor *Continuous Stirring Tank Reactor* (CSTR) dan *Fluidized Bed Reactor* (FBR).

Penggunaan reaktor *Fluidized Bed Reactor* (FBR) terbukti lebih unggul dikarenakan dapat melakukan *recovery* fosfat hingga 80 – 95% (Koch *et al.*, 2009). Keunggulan lain dari *Fluidized Bed Reactor* (FBR) ialah lumpur yang terbentuk sedikit, dan produk dapat dimanfaatkan kembali (Aldaco *et al.*, 2007). Pada *Continuous Stirring Tank Reactor* (CSTR) hanya mampu melakukan *recovery* fosfat hingga 80 – 85% (Abma *et al.*, 2010).

Penggunaan reaktor *fluidized bed* dengan proses resirkulasi dapat meningkatkan penyisihan fosfat hingga 40% (Dewi dan Masduqi, 2003). Penambahan proses resirkulasi juga dapat meningkatkan diameter ekivalensi teoritis minimum. Peningkatan diameter ekivalensi teoritis minimum dapat mendorong peningkatan nukleasi heterogen dan pertumbuhan kristal (Warmadewanthi dan Sudarma, 2010). Penggunaan reaktor *fluidized bed* dengan proses resirkulasi dapat mempengaruhi *hydraulic loading rate* influen sehingga kecepatan aliran akan berubah-ubah. Meningkatnya kecepatan aliran akan menyebabkan perpindahan massa yang lebih tinggi dan ukuran kristal yang terbentuk lebih besar (Omar dan Ulrich, 2003). Pengaturan kecepatan aliran dapat dilakukan dengan mengontrol *hydraulic loading rate* influen (Bachtiar, 2018). Berkaitan dengan latar belakang diatas, maka tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* influen optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium menggunakan reaktor *fluidized bed*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Berapa rasio resirkulasi optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* pada limbah cair industri pupuk?
2. Berapa *hydraulic loading rate* influen optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* pada limbah cair industri pupuk?
3. Bagaimana morfologi, komposisi, dan struktur kristal yang terbentuk pada penggunaan rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum?

1.3 Tujuan Penelitian

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

1. Menentukan rasio resirkulasi optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* pada limbah cair industri pupuk.
2. Menentukan *hydraulic loading rate* influen optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* pada limbah cair industri pupuk.
3. Menentukan morfologi, komposisi, dan struktur kristal yang terbentuk pada penggunaan rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat berupa:

1. Informasi dan kriteria desain mengenai rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* influen optimum menggunakan reaktor *fluidized bed*.
2. Bahan pertimbangan industri pupuk dalam mengolah limbah cair yang dihasilkan.

1.5 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup memiliki tujuan untuk membatasi masalah yang akan dibahas pada penelitian ini. Ruang lingkup dalam penelitian ini meliputi:

1. Penelitian ini dilakukan pada skala laboratorium dengan menggunakan reaktor sistem kontinu dengan proses resirkulasi.
2. Sampel limbah yang diuji bersumber dari limbah cair PT Petrokimia Gresik yang diambil pada poin L.
3. Presipitan yang digunakan untuk kristalisasi adalah $MgCl_2$.
4. Rasio molar $[Mg^{2+}] : [PO_4^{3-}]$ ialah 1,5:1.
5. pH yang digunakan dalam proses kristalisasi ialah $8,5 \pm 0,2$.
6. Variabel yang digunakan terdiri atas:
 - a) Rasio resirkulasi.

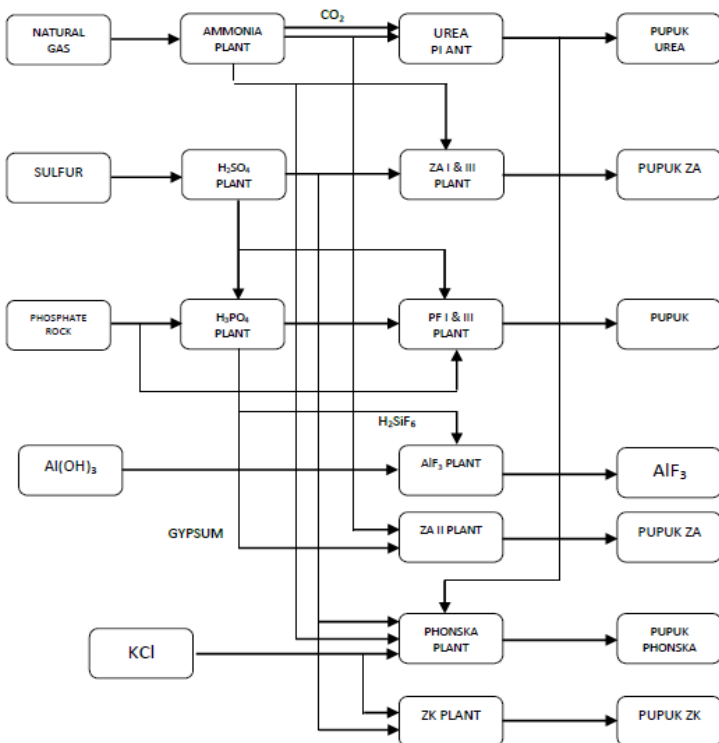
- b) *Hydraulic loading rate* influen yang dihitung berdasarkan kecepatan fluidisasi.
7. Parameter yang diamati saat proses kristalisasi adalah tekanan pada reaktor dan kecepatan aliran. Analisis air efluen menggunakan parameter uji, yaitu pH, TSS *residue*, konsentrasi flourida, amonium, fosfat, magnesium, silika, dan COD. Parameter uji kuantitas dan kualitas kristal yang dihasilkan ialah berat kristal, morfologi, komposisi, dan struktur menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) – *Energy Dispersive X-Ray Analysis* (EDX) dan *X-Ray Powder Diffraction* (XRD)

halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Limbah Cair PT Petrokimia Gresik

PT Petrokimia Gresik adalah perusahaan pupuk majemuk terbesar di Indonesia yang memproduksi berbagai jenis pupuk dan produk non pupuk. Proses produksinya membutuhkan berbagai bahan kimia serta material pertambangan seperti asam amonia, asam fosfat, dan asam sulfat. Material tersebut memiliki risiko yang tinggi untuk mencemari lingkungan hidup. Berikut merupakan alur proses produksi di PT Petrokimia Gresik dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Alur proses produksi PT Petrokimia Gresik
Sumber: Nugraha *et al.*, (2014)

Limbah cair PT Petrokimia Gresik memiliki karakteristik yang berbeda-beda sesuai dengan unit produksinya. Unit produksi I terdiri atas pabrik amonium, urea, CO₂ cair, ZA I/II, dan unit ASP yang memproduksi O₂ dan N₂. Unit produksi II terdiri atas pabrik pupuk phonska I/II/III, SP-36, dan NPK Kebomas. Pada unit produksi III terdiri atas pabrik asam fosfat, asam sulfat, CR, AlF₃, dan ZA II (Nugraha *et al.*, 2014).

Pengolahan limbah cair PT Petrokimia Gresik dibagi berdasarkan unit produksinya. Pada unit produksi I kandungan limbah cair yang dihasilkan di dominasi oleh amonium, sedangkan pada unit II di dominasi oleh fosfat dan fluor. Pada unit I dan II, limbah cair yang dihasilkan dikumpulkan pada unit *collecting pit*. Lalu dari *collecting pit* dipompakan menuju unit pabrik untuk digunakan kembali dan unit *equalizer* untuk diolah lebih lanjut. Kandungan limbah cair pada unit III sama dengan unit II, namun unit pengumpulan dan pengolahannya yang berbeda. Pada unit III limbah cair dikumpulkan dan diolah di unit *effluent treatment*. Unit *effluent treatment* memiliki 3 tahap pengolahan yaitu *primary treatment*, *secondary treatment* (fisik-kimawi), dan *advance treatment (neutralizer)*.

Unit equalizer merupakan unit penampung limbah cair PT Petrokimia Gresik setelah diolah di *advanced treatment*. Pada unit *equalizer* akan menampung limbah cair dari unit I, II, dan III. Unit *equalizer* merupakan unit pengolahan lanjutan yang terdiri dari *open ditch*, injeksi kapur, dan bak pengendap (Pratama, 2015). Unit *equalizer* memiliki titik inlet bernama poin L. Karakteristik limbah cair pada poin L tercantum pada Tabel 2.1 dan inlet poin L dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Tabel 2.1 Karakteristik limbah cair inlet *point* L PT Petrokimia Gresik

Parameter	Satuan	Nilai
COD	mg/L	670,00
DO	mg/L	0,00
pH	-	8,60
Amonium	mg/L	12.282,60
Fosfat	mg/L	4.180,33
Fluor	mg/L	941,97

Parameter	Satuan	Nilai
Magnesium	mg/L	0,11
Kalsium	mg/L	0,06
Silica	mg/L	0,83
Aluminium	mg/L	1,15
Sulfat	mg/L	8.858,00
Alkalinitas	mg/L	5.280,00

Sumber: Iswarani dan Warmadewanthi, (2018)



Gambar 2.2 Inlet Point L

Sumber: Ayu dan Suci, 2017

Berdasarkan Tabel 2.2, karakteristik limbah cair PT Petrokimia Gresik masih belum memenuhi baku mutu. Kandungan fosfat dan amoniumnya masih sangat tinggi, sehingga membutuhkan pengolahan lanjutan untuk menurunkan kandungan limbah cairnya agar tidak mencemari lingkungan.

2.2 Baku Mutu Limbah Cair Industri Pupuk

Pemerintah telah menetapkan baku mutu pengolahan limbah cair industri pupuk, baik itu industri pupuk urea, nitrogen, amoniak, fosfat, dan asam fosfat. Baku mutu tersebut tercantum pada Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 05 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah dan Peraturan Gubernur Jawa Timur No. 72 Tahun 2013 tentang Baku Mutu Air Limbah Industri dan/atau Kegiatan Usaha Lainnya. Berdasarkan letak perusahaan, PT Petrokimia Gresik wajib mematuhi peraturan yang ditetapkan

di Jawa Timur. Pada Tabel 2.2. menjelaskan baku mutu pupuk nitrogen, amoniak, fosfat, dan asam fosfat dengan volume air limbah maksimum 10 m³/ton produk.

Tabel 2.2 Standar baku mutu limbah cair industri pupuk Pergub Jatim No. 72 Tahun 2013

Parameter	Kadar Maksimum (mg/L)			
	Industri Pupuk Nitrogen	Industri Amoniak	Industri Pupuk Fosfat	Industri Asam Fosfat
COD	200	20	200	200
TSS	200	10	200	200
Minyak dan Lemak	20	2	20	20
NH ₃ -N	100	20	-	-
TkN	150	-	-	-
Fluor	-	-	-	-
pH	6 - 9			

PT Petrokimia Gresik juga menerbitkan baku mutu internal untuk semua parameter. Perbedaannya dengan baku mutu pemerintah adalah nilai dan satuan yang digunakan. Untuk baku mutu internal perusahaan menggunakan satuan kg/ton produk. Baku mutu internal dibuat lebih ketat dari Permen LH No. 5 Tahun 2014 tentang baku mutu air limbah, agar efluen yang dihasilkan memenuhi kedua baku mutu yang ada dan tidak mencemari saat dibuang ke laut (Ayu dan Suci, 2017). Baku mutu internal PT Petrokimia Gresik dapat dilihat pada Tabel 2.3.

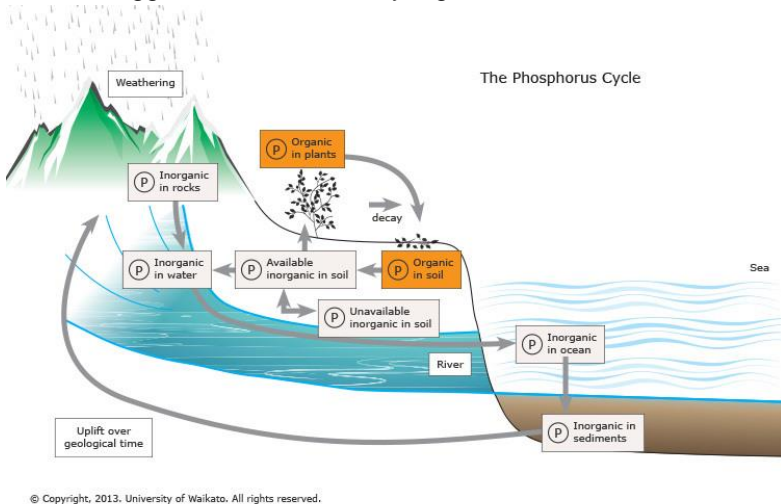
Tabel 2.3 Standar bau mutu internal PT Petrokimia Gresik

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

Sumber: Ayu dan Suci, (2017)

2.3 Potensi *Recovery* Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk

Recovery fosfat penting untuk dilakukan mengingat bahwa fosfat merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui (Huang, *et al.*, 2017). Menurut Tarrago (2016) ketersediaan fosfat akan habis dalam jangka waktu 60 – 70 tahun mendatang, sehingga perlu dilakukan penelitian mengenai *recovery* daripada penyisihan fosfat. Penggunaan batuan fosfat sebagai bahan baku utama dapat menyebabkan kerusakan ekosistem yang berasal dari rantai fosfat. Pada Gambar 2.3 menunjukkan rantai fosfat dari batuan hingga ke tanah kembali yang berbentuk sedimen.



Gambar 2.3 Rantai Fosfat di Alam

Sumber: Sciencelearn.org

Rantai fosfat terjadi akibat hujan dan pelapukan yang menyebabkan batuan melepaskan ion fosfat dan mineral lainnya. Fosfat anorganik ini kemudian didistribusikan dalam tanah dan air. Tanaman mengambil fosfat anorganik dari tanah. Tumbuhan tersebut kemudian dikonsumsi oleh hewan. Fosfat anorganik yang ada didalam tanaman dan hewan akan mempengaruhi molekul organik seperti DNA. Ketika tanaman atau hewan mati, ia membusuk dan fosfat organik akan kembali ke tanah. Kemudian di

dalam tanah, bentuk organik fosfat dapat dibuat tersedia bagi tanaman oleh bakteri yang memecah bahan organik menjadi bentuk fosfor anorganik. Proses ini dikenal dengan mineralisasi. Fosfor yang ada di tanah dapat berakhir di saluran air dan lautan. Sesampainya di sana, hal tersebut dapat menjadi sedimen yang akan bertahan hingga waktu ke waktu. Oleh karena itu penting adanya *recovery* fosfat sehingga fosfat tidak berakhir di lautan yang menjadi sedimen dan merusak ekosistem laut.

Limbah cair yang mengandung fosfat merupakan sumber yang potensial untuk di *recovery*. PT Petrokimia Gresik merupakan salah satu industri yang menghasilkan limbah cair yang mengandung fosfat sebesar 4.180,33 mg/L. *Recovery* fosfat dari limbah cair PT Petrokimia Gresik mempunyai potensi yang besar untuk menghasilkan produk dengan nilai guna yang tinggi.

Meningkatnya kebutuhan untuk penyediaan fosfat, maka konsep *recovery* fosfat mulai dikembangkan di beberapa teknologi pengolahan limbah cair. Teknologi yang digunakan yaitu presipitasi kimia, pengolahan biologis, kristalisasi, pertukaran ion, dan adsorpsi. Berdasarkan Anggrainy *et al* (2014), bahwa proses kristalisasi merupakan teknologi yang terbaik untuk *recovery* fosfat. Hal tersebut dapat dilihat dari efisiensi penyisihan fosfat yang tinggi yaitu 80 – 90% dan produk yang dihasilkan dapat digunakan kembali. Hasil dari kristalisasi dapat berupa *newberryite* ($MgHPO_4 \cdot 3H_2O$), trimagnesium fosfat ($Mg_3(PO_4)_2 \cdot 22H_2O$), *bobierrite* ($Mg_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$), dan *struvite* ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$) (Musvoto *et al.*, 2000). Kristal-kristal tersebut dapat digunakan kembali oleh industri fosfat sebagai bahan baku salah satunya pupuk *slow release* (Huchzermeier and Tao, 2012). Fungsi dari kristal-kristal yang terbentuk saat proses *recovery* fosfat dengan kristalisasi dapat dilihat pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Fungsi dari Kristal-kristal yang Terbentuk saat Proses Kristalisasi

No	Mineral	Fungsi	Pustaka
1	Newberyte	<ul style="list-style-type: none"> Dapat digunakan kembali oleh industri fosfat Pupuk yang dapat melepas nutrisi pada tingkat yang lebih lambat dibandingkan dengan pupuk lainnya 	Warmadewanthi <i>et al.</i> , 2012

No	Mineral	Fungsi	Pustaka
2	<i>Struvite</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Pupuk bersifat <i>slow release</i> dibandingkan dengan kristal dan pupuk yang lain • Mengandung magnesium, nitrogen, dan fosfat yang sangat efektif untuk digunakan tumbuhan dan tidak memiliki pengaruh negatif terhadap akar tanaman • Dapat dijadikan pupuk dengan kandungan logam yang rendah dibandingkan dengan batuan fosfat 	Tarrago <i>et al.</i> , 2016
3	Bobierrite	<ul style="list-style-type: none"> • Dapat digunakan kembali oleh industri pupuk • Merupakan pupuk yang baik untuk digunakan pada tanah yang banyak mengandung besi dan aluminium • Perangsang perkembangan akar, sehingga tanaman lebih tahan terhadap kekeringan 	Normahani, 2015
4	Brucite	<ul style="list-style-type: none"> • Sebagai aktifator berbagai jenis enzim tanaman • Mengatur penyerapan unsur hara lain seperti fosfat dan kalsium 	Saraswati, 2015

Tabel diatas memberikan informasi bahwa produk kristal yang terbaik adalah *struvite*. Hal tersebut sejalan dengan penelitian Pastor *et al* (2010) bahwa produk *recovery* fosfat terbaik dari pengolahan limbah cair adalah *struvite*. *Struvite* merupakan kristal putih yang terdiri dari unsur magnesium, amonium dan fosfat yang merupakan mineral penyusun pupuk (Huchzermeier dan Tao, 2012). Apabila magnesium, amonium, dan fosfat dapat diperoleh tumbuhan secara bersamaan, maka tidak diperlukan lagi komponen artifisial lain dalam pupuk (Bhuiyan *et al.*, 2008).

2.4 Kristalisasi Fosfat dan Amonium

Kristalisasi fosfat adalah kristalisasi yang dilakukan dengan penambahan agen presipitan seperti *magnesium chloride hexahydrate* ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) dalam limbah cair diikuti dengan proses flokulasi dan sedimentasi (Li *et al.*, 2010). Keunggulan utama dari

recovery fosfat melalui proses pembentukan kristal ialah kristal yang dihasilkan dapat digunakan langsung sebagai pupuk (Adnan, 2004). Proses presipitasi dan kristalisasi melalui tahapan yang sama yaitu supersaturasi atau fase larutan lewat jenuh, nukleasi dan pertumbuhan kristal (Bhuiyan *et al.*, 2008). Kristalisasi biasanya dimulai pada supersaturasi tinggi, di mana nukleasi kristal terbentuk dengan cepat pada permukaan asing (seperti permukaan biji tambahan atau permukaan partikel yang sudah di kristalisasi), dan pada dimensi makroskopik (Peng *et al.*, 2018). Fase pertumbuhan kristal terdiri dari dua gabungan proses. Pertama ialah transportasi molekul-molekul atau ion-ion dari bahan yang akan di kristalisasi dalam larutan ke permukaan kristal secara difusi. Proses ini berlangsung semakin cepat apabila derajat kejenuhan larutan semakin besar. Tahap kedua yaitu penempatan molekul atau ion pada kisi kristal. Semakin luas total permukaan kristal maka semakin banyak bahan yang ditempatkan pada kisi kristal persatuan waktu. Terdapat tiga tipe nukleasi, diantaranya adalah nukleasi homogen, nukleasi heterogen, dan auto nukleasi.

Pada kristalisasi homogen, nukleasi terjadi secara spontan dan hanya dalam larutan yang sangat murni atau sangat jenuh. Kemudian untuk kristalisasi heterogen, nukleasi terjadi dalam larutan yang mengandung partikel tidak murni (misalnya, debu dalam suspensi) atau bahan benih. Kristalisasi heterogen yang terjadi dalam larutan yang mengandung partikel tidak murni (misalnya, debu dalam suspensi) atau bahan benih, dan autonukleasi (atau nukleasi permukaan sekunder) yang terjadi atas dasar primer kristal berinti (Ferguson *et al.*, 2014). Kristalisasi fosfat memiliki kelarutan dan pH yang berbeda di setiap kristal-kristal yang terbentuk. Berdasarkan Chimenos *et al* (2006) apabila pH lebih kecil dari 7, kristal yang akan terbentuk adalah kristal *Newberyite* ($MgHPO_4 \cdot 3H_2O$). Pada pH diatas 10, kristal yang akan terbentuk atalah kristal *Brucite* ($Mg(OH)_2$) dan *Bobierrite* ($Mg_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$). Untuk pembentukan kristal *struvite* terjadi pada pH lebih dari 7 dan kurang dari 10. Konstanta kelarutan dari kristal-kristal tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.6

Tabel 2.6 Konstanta Kelarutan Senyawa Potensial yang Terbentuk

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

Sumber: Bhuiyan *et al* (2007)

Faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan kristal antara lain pH, supersaturasi (kejenuhan), penyampuran, temperatur dan kehadiran ion pengganggu (Rahman, 2014). Kondisi supersaturasi sangat dipengaruhi oleh masing masing elemen pembentuk kristal, contohnya *struvite* yaitu [Mg²⁺], [NH₄⁺] dan [PO₄³⁻]. Menurut Ohlinger (2003), dalam menentukan kondisi fase saturasi diperlukan data mengenai fase ekuilibrium kristal yang dapat dihitung melalui persamaan berikut:

$$Q_{sp} = [Mg^{2+}] \times [NH_4^+] \times [PO_4^{3-}] \dots\dots\dots (2.1)$$

Keterangan:

Qsp = solubilitas *struvite*

[Mg₂₊] = ion magnesium

[NH₄₊] = ion amonium

[PO₄₃₋] = ion fosfat

Kondisi saturasi *struvite* ditentukan dengan menghitung indeks saturasi dengan menggunakan persamaan berikut:

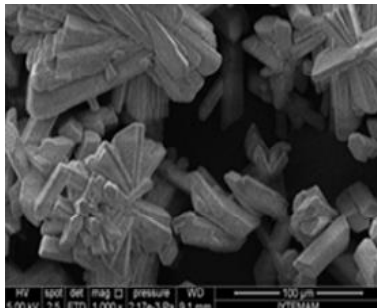
$$S = \frac{Q_{sp}}{K_{sp}} \dots\dots\dots (2.2)$$

(Ohlinger *et al.*, 2000)

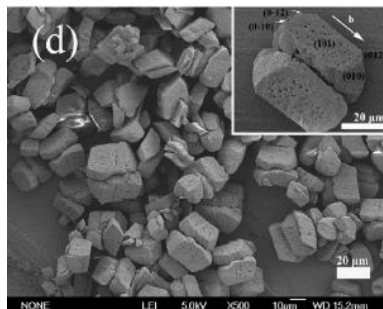
Berdasarkan kinetika kristalisasi, pembentukan kristal terjadi lebih baik pada tempat dengan energi penyampuran yang tinggi. Hal tersebut sesuai dengan keunggulan reaktor *Fluidized Bed Reaktor* (FBR) yaitu memiliki energi pencampuran yang tinggi (Ohlinger *et al.*, 2000). Keunggulan lain dari reaktor *fluidized bed* adalah dapat melakukan pengolahan dengan nilai *hydraulic retention time*/waktu retensi hidrolis yang rendah (Sokol, 2003). Energi pencampuran harus diperhatikan untuk menghasilkan diameter kristal optimum karena semakin besar ukuran kristal akan memudahkan dalam pengambilan kristal. (Adnan *et al.*, 2004).

Morfologi dan struktur kristal yang terbentuk dapat diamati menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Komposisi

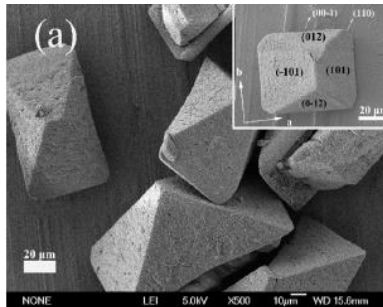
kristal yang terbentuk dapat diamati menggunakan *Energy Diffraction X-ray* (EDX) (Rahman *et al.*, 2014). Menurut Rahman *et al* (2014), kristal yang akan terbentuk berbentuk tidak beraturan. Menurut penelitian Cho *et al* (2009), kristal yang akan terbentuk berbentuk seperti kubus, sedangkan Zhang *et al* (2009) menyatakan bahwa kristal yang terbentuk berbentuk kubus tidak beraturan. Berikut gambar – gambar *struvite* menurut penelitian yang terdahulu ditampilkan pada Gambar 2.4 – Gambar 2.6



Gambar 2.4 Kristal yang berbentuk kubus tidak beraturan (Zhang *et al.*, 2009)



Gambar 2.5 Kristal yang berbentuk tidak beraturan (Rahman *et al.*, 2014)



Gambar 2.6 Kristal yang berbentuk seperti kubus (Cho et al., 2009)

2.5 Faktor yang Mempengaruhi Pembentukan Kristal

Pembentukan kristal dipengaruhi oleh beberapa kondisi dan faktor, diantaranya adalah:

a) pH

pH merupakan salah satu bagian penting selama proses kristalisasi. Proses kristalisasi dapat terjadi dalam kisaran pH yang luas yaitu diantara 6,5 – 10 (Bowers, 2004). Kecepatan penurunan pH berbanding lurus dengan kecepatan pertumbuhan kristal. Kecepatan pertumbuhan kristal dapat mempengaruhi fase nukleasi (Ronteltap, *et al.*, 2009). Peningkatan nilai pH berbanding lurus dengan peningkatan laju pertumbuhan kristal (Matynia *et al.*, 2006; Le Corre *et al.*, 2007). Nilai pH influen juga penting dalam proses pengubahan NH_4^+ ion menjadi gas amonium melalui amonium *stripping*.

Banyak ilmuwan telah menginvestigasi efek dari pH pada efisiensi *recovery* fosfat dan nitrogen. Hasil investigasi menunjukkan bahwa peningkatan efisiensi penyisihan nitrogen dan fosfat berbanding lurus dengan kenaikan pH. Hal tersebut dikarenakan pH larutan mempengaruhi kecepatan pertumbuhan kristal (Rahman, 2014). Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fitriana dan Warmadewanthi (2016), pH optimum dalam proses kristalisasi ialah $8,5 \pm 0,2$.

b) Rasio Molar

Rasio molar dalam larutan memiliki peran penting selama kristalisasi fosfat karena mempengaruhi tingkat kejenuhan larutan (Peng *et al.*, 2018). Penambahan agen presipitan yang berlebihan dapat meningkatkan efisiensi penyisihan proses dan menurunkan kemurnian kristal yang terbentuk (Wang, 2006). Penyisihan amonium akan menurun seiring dengan pertambahan rasio molar. Semakin besarnya penambahan Mg pada pH basa, dapat menyebabkan terbentuknya *bobierrite*. *Bobierrite* menyebabkan penyisihan amonium semakin menurun karena magnesium hanya akan mengikat fosfat saja.

Semakin besar rasio molar Mg, maka semakin besar penyisihan fosfat (Rahaman, 2008). Tingginya kadar magnesium dapat meningkatkan *recovery* fosfat. Setiap penambahan rasio molar dapat meningkatkan derajat saturasi pembentukan kristal sehingga mempengaruhi *recovery* fosfat (Adnan *et al.*, 2004). Berdasarkan Ohlinger (2003), derajat saturasi akan berpengaruh pada jumlah kristal yang terbentuk. Jumlah kristal yang terbentuk dapat diprediksi secara teoritis dengan menggunakan rumus berikut:

$$M = Q \times \Delta Ct \times 0,2454 \times 1000 \dots\dots\dots (2.3)$$

Keterangan:

M = Massa kristal yang terbentuk (kg/hari)

Q = Debit aliran air limbah (m³/hari)

ΔCt = Perubahan konsentrasi fosfat selama proses (mol/L)

0,2454 = Massa molekul *Struvite* (MgNH₄PO₄·6H₂O) (kg/mol)

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

c) Kecepatan aliran influen (Kecepatan *upflow*) dan *Hydraulic Loading Rate* Influen

Berdasarkan Tarrago (2016), kecepatan aliran influen mempengaruhi diameter minimum kristal yang akan terbentuk. Hal tersebut terjadi karena, semakin meningkatnya kecepatan *upflow*, maka massa jenis cairan akan berkurang. Berkurangnya massa jenis cairan dapat menimbulkan aliran resirkulasi yang tinggi dan meningkatkan diameter minimum kristal yang *recovery*. Semakin tinggi kecepatan *upflow*, maka dapat mempercepat nukleasi kristal dan pertumbuhan kristal (Bhuiyan, 2008).

Partikel dengan diameter minimum yang hanya dapat terendapkan pada kolektor, sementara partikel dengan diameter lebih rendah akan tetap mengalami resirkulasi hingga mencapai diameter minimum yang ditentukan. Diameter minimum teoritis (*Minimum Theoretical Diameter*) kristal dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$MTD = \sqrt{\frac{U \times 18 \times \mu}{(\rho_b - \rho_f) \times g}} \dots\dots\dots (2.4)$$

Keterangan:

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

Proes kristalisasi bergantung pada kontrol kecepatan aliran naik (*upflow*) dengan menerapkan *hydraulic loading rate* influen tertentu. Dengan meningkatnya kecepatan dan *hydraulic loading rate* influen, maka diameter ekivalen teoritis minimum juga akan meningkat. Peningkatan *hydraulic loading rate* influen mendorong peningkatan nukleasi heterogen dan pertumbuhan kristal (Tarrago *et al.*, 2016). Penelitian Yu *et al* (2013) menyatakan bahwa diameter optimum yang akan terbentuk dari reaktor tanpa *seed material* adalah 35 – 800 μ m dengan waktu detensi

6 jam. Berdasarkan penelitian Tarrago *et al* (2016), diameter optimum yang akan terbentuk dari reaktor tanpa *seed material* adalah 80 – 1000 μm dengan waktu detensi 13,86 jam. Pada penelitian ini diasumsikan bahwa diameter optimum kristal yang akan terbentuk adalah 100 μm , 200 μm , dan 400 μm .

d) Rasio Resirkulasi

Berdasarkan Dewi dan Masduqi (2003), resirkulasi pada reaktor *fluidized bed* dapat meningkatkan efisiensi hingga 40%. Peningkatan aliran influen berbanding lurus dengan peningkatan aliran resirkulasi dan diameter ekuivalensi teoritis minimum. Peningkatan kecepatan aliran menyebabkan aliran resirkulasi meningkat sehingga mendorong nukleasi heterogen dan pertumbuhan kristal. Berdasarkan penelitian Sudarma dan Warmadewanthi (2010) menyatakan bahwa resirkulasi akan meningkatkan efisiensi namun pada rasio tertentu sesuai dengan stokiometri pembentukannya. Apabila rasio resirkulasi besar dan debit yang masuk menjadi meningkat, maka efisiensi penyisihan fosfat dan amonium akan menurun.

Menurut penelitian Bhuiyan *et al* (2008) rasio resirkulasi pada proses kristalisasi adalah 2-9 dengan rasio optimum yaitu 5-9. Pada rentang rasio resirkulasi tersebut efisiensi penyisihan fosfat akan mencapai 85%. Kemudian jika melebihi rentang tersebut, efisiensi penyisihan akan sama dengan efisiensi penyisihan tanpa resirkulasi. Pada penelitian ini akan digunakan rasio resirkulasi yaitu 3, 6, dan 9.

2.6 Parameter Desain *Fluidized Bed Reactor*

Reaktor *fluidized bed* umumnya digunakan untuk tempat reaksi kimia multifase dan membuat partikel padatan tersuspensi. Sebuah fluida, gas atau cairan dialirkan melalui padatan bergranula pada kecepatan yang cukup tinggi. Hal tersebut bertujuan untuk membuat partikel padatan tersuspensi dan menyebabkan padatan tersebut berperilaku seperti fluida (Sahoo, 2012). Keunggulan dari reaktor *fluidized bed* yaitu pengadukan

partikel yang seragam, gradien temperatur yang seragam dan kemampuan untuk mengoperasikan reaktor dalam bentuk kontinu. Penggunaan reaktor *fluidized bed* bisa menyebabkan erosi pada komponen – komponen dalam reaktor, membutuhkan ukuran bejana yang besar, dan membutuhkan tenaga pompa dan tekanan untuk menjalankan reaktor. Sehingga proses desain reaktor *fluidized bed* harus memperhatikan beberapa parameter, yaitu:

a) Kecepatan Fluidisasi Minimum (u_{mf})

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

$$u_{mf} = \frac{(\psi dp)^2}{150\mu} \times \eta \times \left(\frac{\epsilon_{mf}^2}{1-\epsilon_{mf}}\right) \dots\dots\dots (2.6)$$

Keterangan:

- u_{mf} = Kecepatan fluidisasi minimum (m/s)
- ψ = *Spheresitas*/faktor bentuk
- dp = Diameter partikel rata-rata (m)
- μ = Viskositas fluida kinematik (kg.m/s)
- g = Percepatan gravitasi (m/s²)
- ρ_b = Massa jenis *bed* (kg/m³)
- ρ_f = Massa jenis fluida (kg/m³)
- ϵ_{mf} = Fraksi *void* saat fluidisasi minimum

Sebelum menghitung kecepatan fluidisasi minimum, maka perlu menghitung ϵ_{mf} dengan menggunakan rumus berikut:

$$\epsilon_{mf} = 0,586 \times \psi^{-0,72} \times \left(\frac{\mu^2}{\rho_f \times \eta \times dp^3}\right)^{0,029} \times \left(\frac{\rho_f}{\rho_b}\right)^{0,021} \dots\dots\dots (2.7)$$

$$\eta = g(\rho_b - \rho_f) \dots\dots\dots (2.8)$$

b) Kecepatan Fluidisasi Maksimum (u_t)

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

Ketika $Re < 0,4$,

$$u_t = \eta \times dp^2 / 18\mu \dots\dots\dots (2.9)$$

Ketika $0,4 < Re < 500$

$$u_t = (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / \rho_f \times \mu)^{1/3} \times dp \dots\dots\dots (2.10)$$

c) Ekspansi Bed

Reaktor *Fluidized Bed* harus dioperasikan dengan kecepatan aliran masuk (u) diantara u_{mf} dan u_t agar fluidisasi terjadi dan partikel kristal tidak terlempar keluar dari *bed*. Nilai ϵ bergantung pada kecepatan aliran masuk. Berikut merupakan rumus untuk menghitung ϵ pada nilai tertentu yang disadur dari Richardson dan Zaki (1954):

$$\epsilon^n = \frac{u}{u_t} \dots\dots\dots (2.11)$$

Dengan nilai n sebagai berikut:

$$n = 4,65 \quad \text{ketika } Re_t < 0,2 \dots\dots\dots (2.12)$$

$$n = 4,4 \times (Re_t - 0.03) \quad \text{ketika } 0,2 < Re_t < 1 \dots\dots\dots (2.13)$$

$$n = 4,4 \times (Re_t - 0.03) \quad \text{ketika } 1 < Re_t < 500 \dots\dots\dots (2.14)$$

$$n = 2,4 \quad \text{ketika } 500 < Re_t \dots\dots\dots (2.15)$$

Re ialah bilangan Reynold, sementara huruf kecil t ialah saat kecepatan fluidisasi maksimum. Menurut penelitian Rahaman (2008), untuk menghitung Re_t dapat menggunakan rumus berikut:

$$Re_t = \frac{dp \times \rho_f \times u_t}{\mu} \dots\dots\dots (2.16)$$

Keterangan:

n = Konstanta

u = Kecepatan aliran (m/s)

u_t = Kecepatan aliran maksimum (m/s)

Re_t = Bilangan Reynold partikel saat kecepatan maksimum

d) Efisiensi Reaktor

Berdasarkan Aldaco (2007), efisiensi reaktor *fluidized bed* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.17 berikut:

$$X_r = \frac{w_f \text{ grains}}{w_f \text{ bottom reaktor}} \dots\dots\dots (2.17)$$

Keterangan

X_r = Efisiensi reaktor

<i>Wf grains</i>	= Debit molar fluoride yang menempel pada kristal (mol/menit)
<i>Wf bottom reactor</i>	= Debit molar fluoride yang masuk pada reaktor (mol/menit)

Penelitian yang dilakukan oleh Aldaco (2007) adalah membentuk fluor dengan menggunakan reaktor *fluidized bed*. Hal tersebut sama dengan yang dilakukan pada penelitian ini, namun perbedaannya ialah zat yang akan *direcovery* ialah kristal yang terbentuk. Berdasarkan hal tersebut maka, konstanta fluor dapat digantikan dengan kristal yang terbentuk.

2.6 Software untuk Analisis Data Kristal yang Terbentuk

2.6.1 X-Ray Powder Diffraction dan Match (versi 1.1)

XRD akan menganalisis sampel dengan tingkat akurasi dan rasio sinyal yang paling tinggi. Hasilnya akan diplotkan dalam suatu grafik yang mengandung intensitas dan dua Theta (sudut pembacaan). Identifikasi grafik tersebut menggunakan software Match. Software tersebut akan menganalisis 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.

2.6.2 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. 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 dianalisis.

2.6.3 Wet Analysis

Berdasarkan penelitian Bachtiar (2018), *wet analysis* dilakukan untuk mengetahui elemen utama yang menyusun kristal. Analisis tersebut dilakukan dengan metode titrasi dan spektrofotometri. Unsur-unsur utama yang akan dianalisis ialah magnesium, ammonium, dan fosfat yang merupakan unsur utama penyusun struvite. Berdasarkan analisis tersebut dapat diketahui rasio molar antara tiga elemen penyusun tersebut terhadap kristal yang terbentuk.

2.7 Penelitian Terdahulu

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian mengenai kristalisasi *struvite*, diantaranya:

No	Penelitian yang dilakukan	Hasil Penelitian	Sumber
1	<i>Recovery</i> Amonium dan Fosfat Limbah Cair Petrokimia Gresik melalui Proses Presipitasi menggunakan Magnesium	Berdasarkan penelitian ini, presipitasi <i>Struvite</i> optimum terjadi pada saat rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 2:1:1$ dan pH 8,5	Pratama (2015)
2	Penurunan Kadar Amonium dan Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk	Berdasarkan penelitian ini, presipitasi <i>struvite</i> optimum terjadi pada saat, pH 8,5; rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 1:1:1$; dan kecepatan pengadukan 158 rpm	Fitriana dan Warmadewanthi (2016)
3	Pengaruh pH, Rasio Molar, Jenis Presipitan, dan Ion Pengganggu dalam <i>Recovery</i> Amonium dan Fosfat Pada Limbah Cair PT	Berdasarkan penelitian ini presipitasi <i>Struvite</i> optimum terjadi pada saat, pH 9; rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 3:1:1$. Selain itu juga terbukti bahwa kalsium dan silika memiliki pengaruh negatif	Ikhlas (2017)

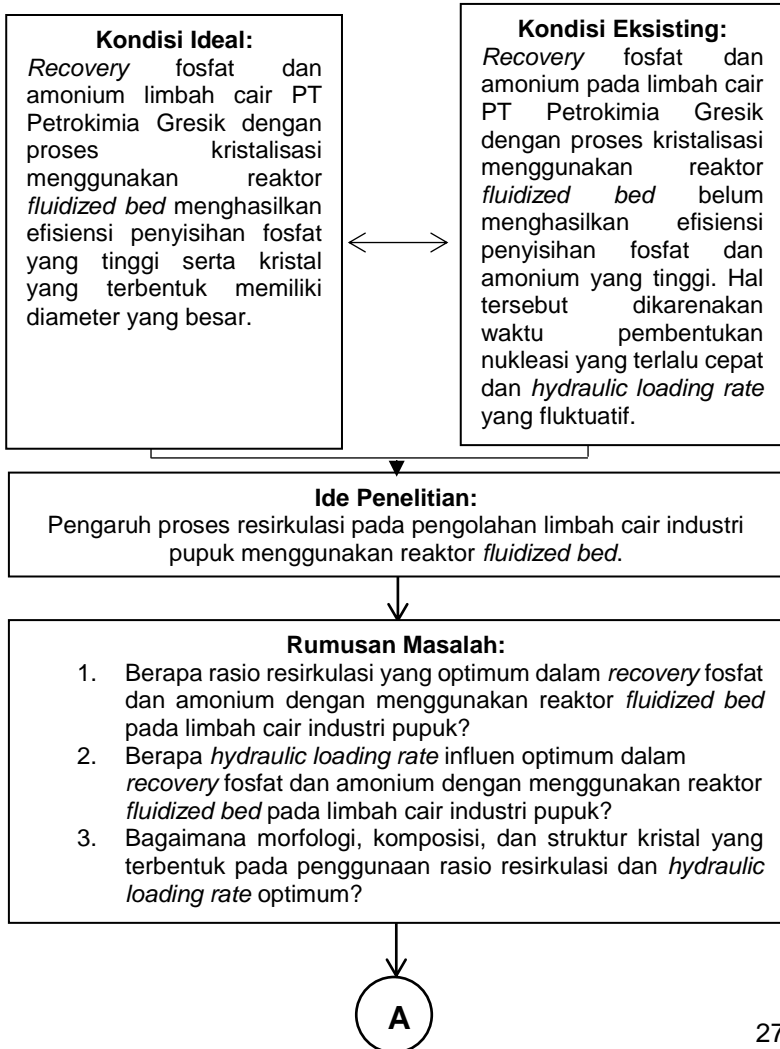
No	Penelitian yang dilakukan	Hasil Penelitian	Sumber
	Petrokimia Gresik dengan Metode Presipitasi <i>Struvite</i>	terhadap presipitasi <i>struvite</i>	
4	<i>Pengolahan Ammonium Nitrogen (NH₄⁺-N) pada Lindi TPA Benowo dengan Presipitasi Struvite (Magnesium Ammonium Phosphate) Menggunakan Continuous Flow Stirred Tank Reactor</i>	Berdasarkan penelitian ini, proses kontinu diperoleh penyisihan amonium dan fosfat sebesar 89,2% dan 93,8%. Kondisi tersebut diperoleh dengan pH 9 dan waktu pengadukan 45 menit. Sedangkan apabila digunakan resirkulasi, maka rasio yang optimum adalah 10%-20% dengan peningkatan penyisihan sebesar 5%	Warmadewanthi dan Sudarma. (2010)
5	Pengaruh Aerasi Terhadap <i>Recovery</i> Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik Menggunakan Teknik Presipitas	Berdasarkan penelitian ini debit aerasi optimum ialah 16 L/M, dengan pH sebesar 8,5±0,2 dan rasio molar [Mg ²⁺]:[NH ₄ ⁺]:[PO ₄ ³⁻] = 1,5:15:1	Iswarani (2018)
6	<i>Phosphorus Recovery from Wastewater through Struvite Formation in Fluidized Bed Reactors</i>	Berdasarkan penelitian ini <i>Struvite</i> dapat diperoleh secara optimum pada pH 8,0-8,2; <i>recycle ratio</i> 2-9; kecepatan aliran sebesar 400-410 cm/menit dapat <i>merecovery</i> fosfat sebesar 75-85%	Bhuiyan <i>et al.</i> (2008)

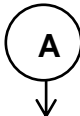
No	Penelitian yang dilakukan	Hasil Penelitian	Sumber
7	Phosphate Recovery by Crystallization Process Using Magnesium Ammonium Phosphate Crystals as Seed Material	Berdasarkan penelitian ini <i>struvite</i> yang dihasilkan berdasarkan SEM teruji murni dengan prosentase 74%	De Luna <i>et al.</i> (2014)
8	Phosphorous recovery through <i>struvite</i> crystallization: Challenges for future design	Berdasarkan penelitian ini pembentukan <i>struvite</i> dipengaruhi oleh pH, suhu, konsentrasi ion yang membentuk kristal <i>struvite</i> , serta kehadiran ion lain	Li <i>et al.</i> (2018)
9	Studi kristalisasi <i>struvite</i> pada air limbah industri pupuk dengan menggunakan reaktor <i>fluidized bed</i>	Berdasarkan penelitian ini <i>struvite</i> dihasilkan pada kecepatan optimum 0,014 m/s dan kadar <i>struvite</i> yang terbentuk adalah 60,2%	Bachtiar (2018)

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Kerangka Penelitian

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





Tujuan:

1. Menentukan rasio resirkulasi optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* pada limbah cair industri pupuk
2. Menentukan *hydraulic loading rate* influen optimum dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* pada limbah cair industri pupuk
3. Menentukan morfologi, komposisi, dan struktur kristal yang terbentuk pada penggunaan rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum



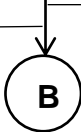
Studi Literatur

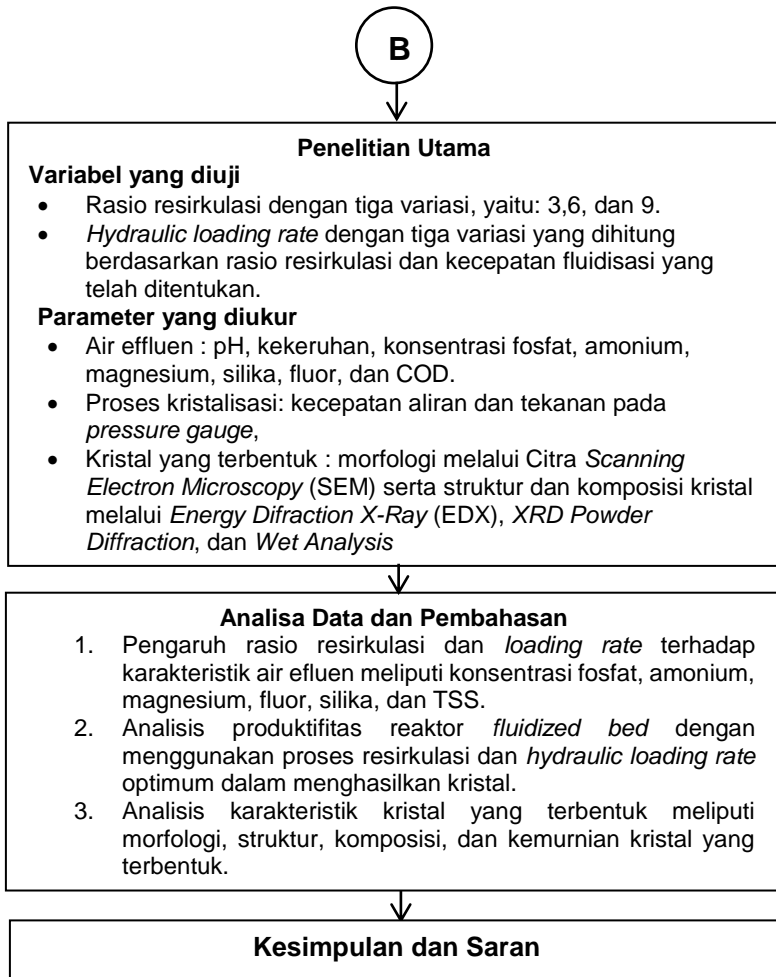
- a. Karakteristik limbah cair PT Petrokimia Gresik
- b. Potensi *recovery* fosfat pada limbah cair industri pupuk
- c. Kristalisasi fosfat, amonium, dan magnesium
- d. Faktor yang mempengaruhi pembentukan kristal
- e. Parameter desain reaktor *fluidized bed*
- f. Software untuk analisa data kristal yang terbentuk
- g. Penelitian terdahulu

Penelitian Pendahuluan

1. Uji karakteristik limbah cair pada *point* L PT Petrokimia Gresik.
2. Uji waktu reaksi pembentukan kristal optimum pada rasio resirkulasi tertinggi dan *hydraulic loading rate* terbesar.
3. Uji kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum dalam proses kristalisasi menggunakan reaktor *fluidized bed*.

Perhitungan ulang reaktor





Gambar 3.1 Kerangka penelitian

3.2 Ide Penelitian

Limbah cair PT Petrokimia Gresik pada *point L* (titik effluen dari bak *equalizer*) memiliki kandungan amonium dan fosfat yang tinggi, yaitu 4180,33 mg/L dan 12282,6 mg/L (Iswarani, 2018). Pengolahan yang telah dilakukan oleh PT Petrokimia Gresik

terhadap limbah cair yang dihasilkan dengan tiga tahapan yaitu, *primary*, *secondary*, dan *advanced treatment* (Nugraha *et al.*). Berdasarkan kondisi eksisting, limbah cair dari hasil olahan masih belum memenuhi baku mutu yang ditetapkan oleh Pergub Jatim No. 72 Tahun 2013 (Ayu dan Suci, 2017). Menurut Bachtiar (2018), pengolahan limbah cair industri pupuk dengan *recovery* fosfat dan amonium menjadi kristal *struvite* menggunakan reaktor *fluidized bed* dapat menyisihkan 73% fosfat dan 57% amonium. Hasil yang didapatkan saat pembentukan *struvite* tanpa menggunakan *seed material* kurang efektif. Hal tersebut disebabkan oleh waktu pembentukan nukleasi yang terlalu cepat dan *hydraulic loading rate* influen yang fluktuatif. Nukleasi heterogen dan pembentukan kristal menjadi kurang optimum.

Peningkatan diameter optimum kristal yang terbentuk dapat meningkatkan fungsi dari kristal tersebut. Kristal yang dihasilkan dapat digunakan sebagai pupuk tanaman yang dapat melepaskan nutrisi dengan kecepatan yang lambat dibandingkan dengan pupuk lainnya. Pupuk *slow release* dapat dengan cepat menyerap nutrisi sebelum nutrisi tersebut hanyut dan menghemat pemakaian pupuk (Rahaman, 2008). Penggunaan reaktor *fluidized bed* dengan resirkulasi dapat meningkatkan efektifitasnya hingga 5% menggunakan lindi TPA Benowo (Warmadewanthi dan Sudarma, 2010) dan dapat memulihkan fosfat hingga 80- 95% (Koch *et al.*, 2009). Berdasarkan potensi tersebut, dilakukan penelitian untuk mengetahui kondisi optimum dalam pembentukan kristal dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* dengan proses resirkulasi.

3.3 Studi Literatur

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

mempengaruhi kristalisasi, morfologi, struktur, dan komposisi dari kristal yang terbentuk serta penelitian terdahulu.

3.4 Persiapan Penelitian

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

3.4.1 Persiapan Alat dan Bahan

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

a. Instrumen

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

1. pH meter, alat ini digunakan untuk mengukur pH pada limbah cair sebelum dan sesudah pengolahan dengan menggunakan reaktor *fluidized bed*.
2. *Spectroquant Nova 60A*, alat ini digunakan untuk menganalisis kandungan fosfat, amonium, magnesium, silika, dan fluor pada limbah cair sebelum dan sesudah pengolahan dengan menggunakan reaktor *fluidized bed*.
3. Kuvet, alat ini digunakan untuk wadah sampel yang akan dianalisis menggunakan *spectrophotometer*.
4. Neraca Analitik, alat ini digunakan untuk mengukur berat zat analisis dan berat kristal yang terbentuk.
5. Pipet ukur dan pipet tetes, alat ini digunakan untuk memindahkan larutan dengan volume tertentu secara presisi.
6. Spatula dan pengaduk kaca, alat ini digunakan untuk mengambil reagen presipitan dan melarutkannya.
7. Labu ukur, alat ini digunakan untuk mengencerkan larutan sampai volume tertentu secara akurat dan membuat larutan dengan konsentrasi tertentu.
8. Gelas ukur, digunakan untuk mengukur volume larutan.
9. *Furnace, oven, cawan porselen, cawan petridis, desikator, dan vacuum pump*, alat ini digunakan untuk mengukur kadar TSS pada limbah cair sebelum dan sesudah pengolahan dengan menggunakan reaktor *fluidized bed*.

10. Buret, *erlenmeyer* COD, kondensor, dan *beaker glass*, alat ini digunakan untuk mengukur kadar COD pada limbah cair sebelum dan sesudah pengolahan dengan menggunakan reaktor *fluidized bed*.
11. Reaktor *Fluidized Bed*, alat ini digunakan sebagai tempat reaksi utama kristalisasi dari limbah cair PT Petrokimia Gresik.

b. Instrumen dari luar

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

1. *Scanning Electron Microscopy- Energy Diffraction XRay* (SEM-EDX) (ZEISS EVO® MA 10). Alat ini digunakan untuk mengetahui karakteristik kristal yang terbentuk melalui pengukuran morfologi dan struktur kristal yang terbentuk.
2. *X-Ray Diffraction* (XRD) (*Philips Xpert Powder Diffractometer*) digunakan untuk menganalisis karakteristik komposisi kristal yang terbentuk.

c. Bahan

Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini ialah sebagai berikut:

1. Magnesium Klorida ($MgCl_2$)
Magnesium Klorida digunakan sebagai sumber magnesium dalam proses kristalisasi. Magnesium klorida berfungsi sebagai presipitan amonium dan fosfat yang terkandung pada limbah cair. $MgCl_2$ dipilih berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ikhlas (2016), yang mengatakan bahwa $MgCl_2$ memiliki sifat mudah larut dalam air, harga terjangkau dan sesuai dengan karakteristik limbah cair.
2. Limbah cair PT Petrokimia Gresik
Limbah cair ini digunakan sebagai sumber amonium dan fosfat dalam proses kristalisasi. Limbah cair yang diambil berasal dari *point* L PT Petrokimia Gresik. Limbah cair tersebut akan diambil dengan teknik *time composite sampling*, dengan menggunakan jerigen.

3. H_2SO_4 dan NaOH 1 N, zat ini digunakan untuk mengatur pH limbah cair menjadi pH yang ditetapkan.
4. Kertas saring (Whatman), bahan ini digunakan untuk menyaring limbah cair.
5. Larutan dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), kristal perak sulfat (Ag_2SO_4), asam sulfat (H_2SO_4), kristal merkuri sulfat (Hg_2SO_4), ferro amonium sulfat, dan fenantrolin ferro sulfat, zat ini digunakan untuk analisis COD.
6. Aquades, bahan ini digunakan sebagai pelarut/blanko.
7. Reagen kit digunakan sebagai reagen untuk analisis fosfat, amonium, magnesium, silika, dan *fluoride*.

3.4.2 Pengambilan Sampel

Sampel diambil di IPAL (inlet *point* L) PT Petrokimia Gresik yang merupakan unit pengolahan akhir limbah cair PT Petrokimia Gresik. Unit pengolahan pada *point* L terdiri dari tangki ekualisasi dan kolam pengendapan yang diujungnya terdapat pintu air untuk membuang air limbah ke laut. Titik pengambilan sampel sudah ditentukan oleh pihak PT Petrokimia Gresik. Pengambilan sampel menggunakan jerigen. Sampel yang diambil pada tiap waktunya sebanyak 35 L dengan menggunakan teknik *composite sampling*. Teknik *composite sampling* adalah pengambilan campuran beberapa sampel yang diambil pada titik yang sama tetapi pada waktu yang berbeda. Pada penelitian ini sampel akan diambil pada pagi (pukul 8), siang (pukul 11), dan sore (pukul 14).

Sampel yang dikumpulkan akan dikompositkan sehingga didapatkan 105 L sampel komposit. Pengawetan sampel pada uji parameter penelitian ini disesuaikan dengan *standard method*.

3.4.3 Perhitungan Ulang dan Mekanisme Kerja Reaktor *Fluidized Bed*

Penelitian ini menggunakan reaktor *fluidized bed* pada penelitian sebelumnya. Terdapat 2 bagian pada reaktor, yaitu bagian bawah dengan ketinggian 1,5 m dan diameter 0,05 m, yang berfungsi sebagai tempat berjalannya reaksi kristalisasi. Pada bagian atas reaktor berfungsi sebagai penangkap kristal sehingga tidak ada kristal yang terbawa menuju bak efluen dan sebagai *freeboard*. Ketinggian pada bagian atas ialah 0,25 m dan diameter 0,1 m. Reaktor *fluidized bed* tersebut akan direncanakan dengan

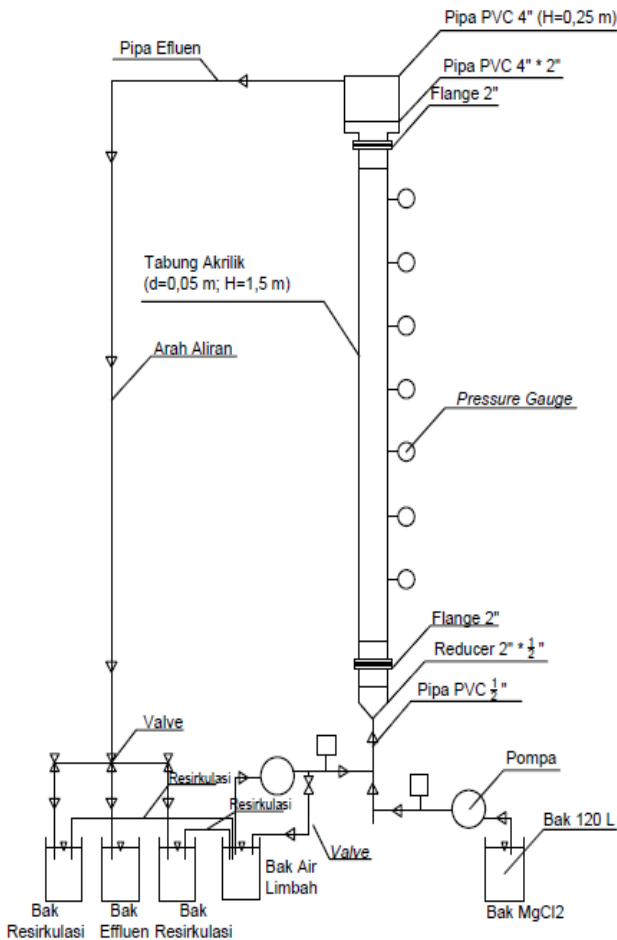
proses resirkulasi. Proses resirkulasi dilakukan dengan mengalirkan air limbah sebanyak 3, 6, dan 9 kali. Waktu detensi setiap aliran resirkulasi ditentukan berdasarkan penelitian pendahuluan

Pada Gambar 3.2 dapat dilihat reaktor *fluidized bed* yang akan digunakan. Reaktor yang digunakan terdiri dari dua kompartemen. Kompartemen yang pertama berfungsi sebagai tempat berlangsungnya reaksi. Pada kompartemen kedua berfungsi sebagai *freeboard* dan penangkap kristal. Pada reaktor tersebut akan ada 2 inlet menuju reaktor, yaitu inlet bak air limbah, dan inlet dari bak $MgCl_2$. Bak air limbah akan berisikan campuran limbah cair PT Petrokimia Gresik yang telah dikondisikan pH nya hingga mencapai pH reaksi optimum dengan penambahan larutan NaOH atau H_2SO_4 . Pada bak air limbah juga akan dimasukkan limbah dari resirkulasi. Kemudian pada bak $MgCl_2$ akan berisi padatan $MgCl_2$ yang telah dilarutkan menggunakan air. Jumlah kebutuhan padatan $MgCl_2$ yang dibutuhkan dapat dilihat pada Lampiran A.

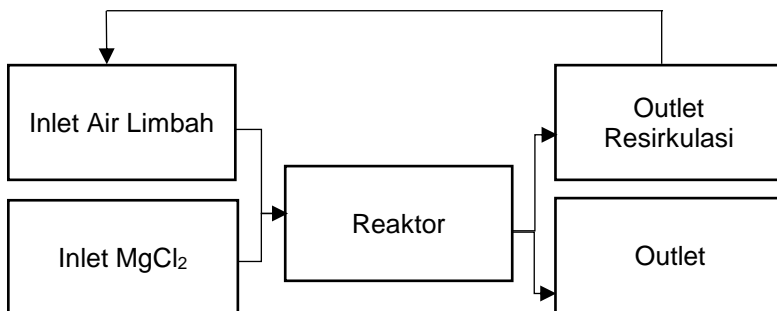
Mekanisme kerja reaktor ialah dengan memompakan air limbah dari bak air limbah menuju reaktor dengan menggunakan pompa diafragma. Secara bersamaan larutan $MgCl_2$ dipompa dengan menggunakan pompa diafragma menuju reaktor. Pompa diafragma dilengkapi dengan pengaturan debit dan *flowmeter*. Volume air yang dipompakan dari bak influen dan bak $MgCl_2$ memiliki perbandingan 1:1. Sebelum memasuki reaktor, air limbah melewati *flowmeter* atau alat pengukur debit. Sepanjang chamber 1 juga terdapat *pressure gauge* sebagai alat pengukur tekanan, yang merupakan indikator telah tercapainya kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum serta *clogging*. Ketika air yang telah terolah berada pada bagian atas reaktor, selanjutnya ia akan mengalir menuju pipa efluen.

Air limbah dari pipa efluen kemudian di resirkulasi kembali masuk kedalam reaktor. Pengulangan dilakukan sebanyak variasi resirkulasi yang ditetapkan. Sebelum masuk kedalam reaktor, aliran resirkulasi diambil untuk dicek kandungan fosfat, amonium, dan magnesium. Hal tersebut dilakukan guna menentukan mass balance dari reaksi. Pengambilan sampel dilakukan setiap pergantian resirkulasi selama proses resirkulasi. Setelah melewati batas resirkulasi, air limbah yang keluar dari efluen kemudian di

alirkan ke bak efluen. Air limbah mengalir ke bak efluen dengan menutup valve yang ada di pipa resirkulasi. Pada bak efluen, kandungan air limbah akan di cek dengan rentang waktu 2,5 menit untuk waktu induksi dan 10 menit untuk waktu reaksi. Diagram alir proses reirkulasi dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.2 Reaktor *Fluidized Bed*



Gambar 3.3 Diagram Alir Proses Reaktor *Fluidized Bed*

3.4.4 Penelitian Pendahuluan

Pada penelitian pendahuluan dilakukan tiga analisis. Analisis yang dilakukan yaitu mengetahui karakteristik limbah cair PT Petrokimia Gresik, menguji kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum perhitungan teoritis, menentukan lama waktu operasi dan waktu induksi pada proses kristalisasi, serta menentukan waktu detensi untuk setiap rasio resirkulasi. Parameter uji dan metode yang digunakan untuk analisis karakteristik limbah cair PT Petrokimia Gresik dapat dilihat pada Tabel 3.2 yang sesuai dengan *standard method*. Pada uji kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum dilakukan dengan menggunakan air PDAM sebagai uji tahap awal. Pengujian kecepatan dilakukan untuk menentukan kecepatan minimum agar terjadi proses fluidisasi dan kecepatan maksimum agar air masuk tidak langsung keluar ke bak effluen.

Pengujian kecepatan fluidisasi dilakukan dengan menggunakan media pasir berukuran 100 μm , 200 μm , dan 400 μm untuk rasio resirkulasi 3, 6, dan 9. Percobaan dilakukan dengan meletakkan media pasir kedalam reaktor. Kemudian air PDAM dialirkan kedalam reaktor melewati media pasir hingga terjadi fluidisasi di dalam reaktor. Kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum yang telah dihitung disesuaikan dengan kondisi di lapangan. Penelitian ini ditujukan untuk mengecek kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum perhitungan teoritis dengan kondisi di lapangan.

Penelitian pendahuluan terakhir, yaitu penentuan waktu induksi dan waktu operasi. Penentuan waktu induksi dilakukan

pada variasi rasio resirkulasi tertinggi dan *hydraulic loading rate* terbesar. Pada variasi tersebut, proses nukleasi akan berlangsung lebih lama sehingga waktu reaksi yang berlangsung juga akan menjadi lama (Tarrago *et al.*, 2016). Data waktu induksi dan waktu operasi diperoleh dari penurunan konsentrasi fosfat dan amonium pada air efluen serta waktu *clogging*. Data tersebut disajikan dengan menggunakan metode statistika sederhana. Metode yang digunakan untuk parameter uji waktu operasi, waktu induksi, dan kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Tabel 3.2 Parameter Uji dan Metoda Analisis Karakteristik Limbah Cair

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

Sumber: APHA, (1999)

Tabel 3.3 Metode Analisis Waktu Reaksi, Waktu Induksi, dan Kecepatan Fluidisasi

No	Parameter Uji	Metoda
1	Waktu Operasi dan pH	SNI 06-6989.11-2004 ^a
2	Waktu induksi	Spektrofotometri ^a
3	Kecepatan Fluidisasi Minimum dan Pengaliran secara hidrolika ^b Maksimum	

Sumber: ^a APHA, (1999)

^b Rahaman, (2008)

3.4.4 Penelitian Utama

Pada tahap penelitian utama, dilakukan perhitungan variabel penelitian, pengaturan variasi penelitian, pelaksanaan penelitian, dan pengukuran parameter uji. Penjelasan mengenai masing-masing tahapan dijelaskan pada subbab 3.4.4.1 sampai dengan 3.4.4.4.

3.4.4.1 Perhitungan Variabel Penelitian

Pada penelitian ini digunakan dua variabel, yaitu rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate*. Rasio resirkulasi yang digunakan yaitu 2, 4, dan 6 sedangkan *hydraulic loading rate* dihitung berdasarkan kecepatan fluidisasi yang telah ditentukan dari perhitungan. Berdasarkan hal tersebut, maka perhitungan untuk menghitung kecepatan fluidisasi minimum dan kecepatan fluidisasi maksimum sebagai berikut:

a. Rasio resirkulasi 3

Diketahui:

$$\psi = 0,75$$

$$\rho_b = 1711 \text{ kg/m}^3$$

$$dp = 100 \text{ } \mu\text{m} = 10^{-4} \text{ m}$$

$$\rho_f = 1000 \text{ kg/m}^3$$

$$\mu = 8,18 \times 10^{-4} \text{ kg/ms (pada suhu } 29^\circ\text{C)}$$

Perhitungan

• Menghitung η

$$\eta = g (\rho_b - \rho_f)$$

$$= 9,81 \text{ m/s}^2 (1711 - 1000) \text{ kg/m}^3$$

$$\eta = 6974,91 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2$$

• Menghitung ϵ_{mf}

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

$$= 0,586 \times (0,75)^{-0,72} \times$$

$$\left(\frac{(8,18 \times 10^{-4})^2}{(1000) \times (6974,91) \times (10^{-4})^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{1000}{1711} \right)^{0,021}$$

$$\epsilon_{mf} = 0,665$$

• Menghitung umf (kecepatan minimum)

$$umf = \frac{(\psi dp)^2}{150\mu} \times \eta \times \left(\frac{\epsilon_{mf}^2}{1 - \epsilon_{mf}} \right)$$

$$= \frac{(0,75 \times 10^{-4})^2}{150 \times 8,18 \times 10^{-4}} \times 6974,91 \times \left(\frac{(0,665)^2}{1 - 0,665} \right)$$

$$umf = 4,22 \times 10^{-4} \text{ m/s}$$

• Menghitung ut dengan menggunakan rumus saat $0,4 < Re < 500$

$$ut = (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / \rho_f \times \mu)^{1/3} \times dp$$

$$= (1,78 \times 10^{-2} \times (6974,91)^2 / 1000 \times 8,18 \times 10^{-4})^{1/3} \times 10^{-4}$$

$$ut = 9,73 \times 10^{-3} \text{ m/s}$$

- Mengecek Nre

$$\begin{aligned} \text{Nre} &= \frac{dp \times \rho f \times ut}{\mu} \\ &= \frac{10^{-4} \times 1000 \times 9,73 \times 10^{-3}}{8,18 \times 10^{-4}} \end{aligned}$$

$$\text{Nre} = 1,189 \text{ (OK, dikarenakan masuk dalam range } 0,4 < \text{Nre} < 500)$$

- b. Rasio resirkulasi 6

Diketahui:

$$\psi = 0,75$$

$$\rho b = 1711 \text{ kg/m}^3$$

$$dp = 200 \text{ } \mu\text{m} = 2 \times 10^{-4} \text{ m}$$

$$\rho f = 1000 \text{ kg/m}^3$$

$$\mu = 8,18 \times 10^{-4} \text{ kg/ms (pada suhu } 29^\circ\text{C)}$$

Perhitungan

- Menghitung η

$$\begin{aligned} \eta &= g (\rho b - \rho f) \\ &= 9,81 \text{ m/s}^2 (1711 - 1000) \text{ kg/m}^3 \\ \eta &= 6974,91 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2 \end{aligned}$$

- Menghitung ϵmf

$$\begin{aligned} \epsilon mf &= 0,586 \times \psi^{-0,72} \times \left(\frac{\mu^2}{\rho f \times \eta \times dp^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{\rho f}{\rho b} \right)^{0,021} \\ &= 0,586 \times (0,75)^{-0,72} \times \\ &\quad \left(\frac{(8,18 \times 10^{-4})^2}{(1000) \times (6974,91) \times (2 \times 10^{-4})^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{1000}{1711} \right)^{0,021} \\ \epsilon mf &= 0,627 \end{aligned}$$

- Menghitung umf (kecepatan minimum)

$$\begin{aligned} \text{umf} &= \frac{(\psi dp)^2}{150 \mu} \times \eta \times \left(\frac{\epsilon mf^2}{1 - \epsilon mf} \right) \\ &= \frac{(0,75 \times 2 \times 10^{-4})^2}{150 \times 8,18 \times 10^{-4}} \times 6974,91 \times \left(\frac{(0,627)^2}{1 - 0,627} \right) \\ \text{umf} &= 1,35 \times 10^{-3} \text{ m/s} \end{aligned}$$

- Menghitung ut dengan menggunakan rumus saat $0,4 < \text{Re} < 500$

$$ut = (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / \rho f \times \mu)^{1/3} \times dp$$

$$= (1,78 \times 10^{-2} \times (6974,91)^2 / 1000 \times 8,18 \times 10^{-4})^{1/3} \times 2 \times 10^{-4}$$

$$ut = 0,019 \text{ m/s}$$

- Mengecek Nre

$$\begin{aligned} Nre &= \frac{dp \times \rho_f \times ut}{\mu} \\ &= \frac{2 \times 10^{-4} \times 1000 \times 0,019}{8,18 \times 10^{-4}} \end{aligned}$$

$$Nre = 4,31 \text{ (OK, dikarenakan masuk dalam range } 0,4 < Nre < 500)$$

- c. Rasio resirkulasi 9

Diketahui:

$$\psi = 0,75$$

$$\rho_b = 1711 \text{ kg/m}^3$$

$$dp = 400 \text{ } \mu\text{m} = 4 \times 10^{-4} \text{ m}$$

$$\rho_f = 1000 \text{ kg/m}^3$$

$$\mu = 8,18 \times 10^{-4} \text{ kg/ms (pada suhu } 29^\circ\text{C)}$$

Perhitungan

- Menghitung η

$$\begin{aligned} \eta &= g (\rho_b - \rho_f) \\ &= 9,81 \text{ m/s}^2 (1711 - 1000) \text{ kg/m}^3 \\ \eta &= 6974,91 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}^2 \end{aligned}$$

- Menghitung ϵmf

$$\begin{aligned} \epsilon mf &= 0,586 \times \psi^{-0,72} \times \left(\frac{\mu^2}{\rho_f \times \eta \times dp^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{\rho_f}{\rho_b} \right)^{0,021} \\ &= 0,586 \times (0,75)^{-0,72} \times \\ &\quad \left(\frac{(8,18 \times 10^{-4})^2}{(1000) \times (6974,91) \times (4 \times 10^{-4})^3} \right)^{0,029} \times \left(\frac{1000}{1711} \right)^{0,021} \\ \epsilon mf &= 0,590 \end{aligned}$$

- Menghitung umf (kecepatan minimum)

$$\begin{aligned} umf &= \frac{(\psi dp)^2}{150 \mu} \times \eta \times \left(\frac{\epsilon mf^2}{1 - \epsilon mf} \right) \\ &= \frac{(0,75 \times 4 \times 10^{-4})^2}{150 \times 8,18 \times 10^{-4}} \times 6974,91 \times \left(\frac{(0,590)^2}{1 - 0,590} \right) \end{aligned}$$

$$umf = 4,34 \times 10^{-3} \text{ m/s}$$

- Menghitung ut dengan menggunakan rumus saat $0,4 < Re < 500$

$$ut = (1,78 \times 10^{-2} \times \eta^2 / \rho_f \times \mu)^{1/3} \times dp$$

$$= (1,78 \times 10^{-2} \times (6974,91)^2 / 1000 \times 8,18 \times 10^{-4})^{1/3} \times 4 \times 10^{-4}$$

$$ut = 0,025 \text{ m/s}$$

- Mengecek Nre

$$\begin{aligned} \text{Nre} &= \frac{dp \times \rho f \times ut}{\mu} \\ &= \frac{4 \times 10^{-4} \times 1000 \times 0,025}{8,18 \times 10^{-4}} \end{aligned}$$

$$\text{Nre} = 12,22 \text{ (OK, dikarenakan masuk dalam range } 0,4 < \text{Nre} < 500)$$

Berdasarkan perhitungan diatas maka dapat disimpulkan nilai umf dan ut dari masing-masing rasio resirkulasi adalah sebagai berikut:

Rasio resirkulasi	umf (m/s)	ut (m/s)
3	$4,22 \times 10^{-4}$	$9,73 \times 10^{-3}$
6	$1,35 \times 10^{-3}$	0,019
9	$4,34 \times 10^{-3}$	0,025

Kemudian tiga kecepatan aliran yang diambil harus memasuki rentang nilai umf dan ut dari masing-masing rasio resirkulasi. Namun sebelumnya dilakukan pengecekan untuk tiap aliran maksimum dan minimum apakah sudah sesuai dengan nilai perhitungan teoritis dengan pelaksanaan di tempat. Berdasarkan hal tersebut, nilai v yang diambil ialah:

- Rasio resirkulasi 3 = $3.32 \times 10^{-3} \text{ m/s}$
- Rasio resirkulasi 6 = $5.017 \times 10^{-3} \text{ m/s}$
- Rasio resirkulasi 9 = $6.72 \times 10^{-3} \text{ m/s}$

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

- a. Rasio resirkulasi 3

$$\begin{aligned} Q &= u \times A_c \\ &= 3.32 \times 10^{-3} \text{ m/s} \times 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \end{aligned}$$

$$Q = 0.39 \text{ L/m}$$

b. Rasio resirkulasi 6

$$\begin{aligned} Q &= u \times A_c \\ &= 5.017 \times 10^{-3} \text{ m/s} \times 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \\ Q &= 0.59 \text{ L/m} \end{aligned}$$

c. Rasio resirkulasi 9

$$\begin{aligned} Q &= u \times A_c \\ &= 6.72 \times 10^{-3} \text{ m/s} \times 1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \\ Q &= 0.79 \text{ L/m} \end{aligned}$$

Perhitungan volume reaktor *fluidized bed* yang digunakan sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Volume reaktor} &= (A1 \times H1) + (A2 \times H2) \\ &= (0,0196 \times 1,5) + (0,00785 \times 0,25) \\ \text{Volume reaktor} &= 0,004906 \text{ m}^3 = 4,906 \text{ L} \end{aligned}$$

3.4.4.2 Variasi Penelitian

Pada penelitian ini terdapat dua variabel dengan tiga variasi, yaitu rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate*. Penelitian ini menggunakan reaktor dengan sistem kontinu, yaitu *fluidized bed reactor*. Penentuan variasi setiap variabel didasarkan pada perhitungan dan penelitian terdahulu. Variasi rasio resirkulasi didasarkan pada penelitian terdahulu yaitu pada rasio 2-6 karena kristal yang terbentuk akan optimum. Penentuan variasi *hydraulic loading rate* didapatkan dengan perhitungan teoritis. Perhitungan tersebut dapat dilihat pada Lampiran A. Berdasarkan hal tersebut maka variasi yang akan diteliti dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Variasi Penelitian

Rasio resirkulasi	I	II	III
A	AI	AII	AIII
B	BI	BII	BIII
C	CI	CII	CIII

Keterangan:

I	0.39 L/m	A	3
II	0.59 L/m	B	6
III	0.79 L/m	C	9

Berdasarkan Tabel 3.4, maka jumlah sampel yang dibutuhkan sebanyak 9 sampel. Pada penelitian ini akan dilaksanakan secara duplo perlakuan, sehingga total perlakuan yang dibutuhkan sebanyak 18 perlakuan.

3.4.4.3 Pelaksanaan Penelitian

Pada tahap awal sebelum memulai penelitian utama, hal yang harus dilakukan adalah mengondisikan air limbah yang digunakan. Air limbah yang digunakan disesuaikan rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ agar mencapai 1,5:1. Rasio molar ini didapatkan dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Iswarani (2018). Penyesuaian molar dilakukan dengan cara penambahan $MgCl_2$. Jumlah zat yang ditambahkan diperoleh dari perhitungan molaritas zat. Kebutuhan $MgCl_2$ yang ditambahkan dapat dilihat pada Lampiran A. Kemudian dilakukan penyesuaian pH larutan pada kisaran $8,5 \pm 0,2$. Penyesuaian dapat dilakukan dengan cara menambahkan basa kuat NaOH atau asam kuat H_2SO_4 dengan dosis sesuai perhitungan netralisasi.

Proses pengolahan air limbah dilaksanakan secara kontinu dan melalui proses resirkulasi dengan waktu dari masing masing variabel menyesuaikan dengan penelitian pendahuluan.

3.4.4.4 Pengukuran Parameter Uji

Selama jalannya proses pengolahan air limbah, setiap 2,5 menit (untuk waktu induksi) dan 10 menit (setelah waktu induksi selesai) dilakukan pengamatan terhadap kuantitatif karakteristik air efluen dan reaktor *fluidized bed*. Parameter uji kuantitatif karakteristik air efluen meliputi pH, fosfat, amonium, dan magnesium. Parameter uji kuantitatif reaktor *fluidized bed* meliputi tekanan pada *pressure gauge* dan kecepatan aliran. Konsentrasi TSS, COD, *fluoride*, dan silika dianalisis pada saat awal dan akhir proses fluidisasi. Hal tersebut dilakukan untuk menganalisis endapan yang terbentuk di bak efluen, pengaruh penambahan zat kimia pada air limbah efluen, dan pengaruh proses kristalisasi terhadap ion pengotor. Pada setiap 2,5 menit proses resirkulasi, sebelum air limbah masuk kedalam reaktor, diambil 5 mL air limbah untuk diuji konsentrasi fosfat, amonium, dan magnesium. Data tersebut digunakan untuk menghitung *mass balance* reaksi pembentukan kristal. Data analisis tersebut disajikan

menggunakan metode statistika sederhana. Pada analisis konsentrasi fosfat, amonium, magnesium, silika, dan *fluoride* menggunakan spektrofotometri dengan reagen kit. Metode untuk uji kuantitas karakteristik air efluen dapat dilihat pada Tabel 3.5.

Tabel 3.5 Parameter Uji dan Metoda Analisis Karakteristik Air Efluen

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

Sumber: APHA, (1999)

Tahap selanjutnya ialah menganalisis morfologi, struktur, dan komposisi dari kristal yang terbentuk. Komposisi kristal yang terbentuk digunakan untuk mengetahui produktifitas reaktor *fluidized bed*. Morfologi dan struktur kristal yang terbentuk digunakan untuk mengetahui kualitas dari kristal yang dihasilkan. Parameter uji morfologi, struktur, dan komposisi kristal yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 3.6. Proses *wet analysis* dilakukan dengan menimbang kristal yang didapatkan kemudian ditambahkan HNO_3 1 N sebanyak 2,5 ml. Larutan tersebut diencerkan hingga 500 ml dan diaduk selama 60 menit menggunakan *stirrer*. Analisis kandungan penyusun kristal ialah magnesium, ammonium, dan fosfat. Berdasarkan analisis tersebut dapat diketahui rasio molar antara tiga elemen penyusun tersebut terhadap kristal yang terbentuk.

Tabel 3.6 Parameter Uji Kuantitas dan Kualitas Kristal yang Dihasilkan

No	Parameter Uji	Metoda
1	Morfologi dan Struktur	<i>Scanning Electron Microscopy-Energy Diffraction X-Ray (SEM-EDX), Particle Size Distribution</i>

No	Parameter Uji	Metoda
2	Komposisi	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>
3	Kandungan Fosfat, Ammonium, dan Magnesium	<i>Wet Anaysis</i>

3.5 Analisa Data dan Pembahasan

Hasil dari penelitian ini akan didapatkan rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* yang paling optimum untuk pembentukan kristal menggunakan reaktor *fluidized bed*. Data tersebut didukung dari hasil penelitian pendahuluan dan penelitian utama. Data yang diperoleh kemudian dibahas sesuai dengan dasar teori dan penelitian terdahulu. Hasil yang diperoleh dari penelitian pendahuluan adalah:

1. Mendapatkan karakteristik limbah cair pada inlet *point* L PT Petrokimia Gresik. Data karakteristik limbah cair yang disajikan berupa konsentrasi fosfat, amonium, magnesium, silika, fluor, COD, TSS, alkalinitas, dan pH.
2. Mendapatkan waktu reaksi dan waktu induksi untuk pembentukan kristal dan nukleasi.
3. Mendapatkan kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum dari reaktor *fluidized bed*.
4. Mendapatkan waktu detensi untuk setiap variasi rasio resirkulasi.

Sementara itu, hasil yang diperoleh dari penelitian utama adalah:

1. Pengaruh rasio resirkulasi dan *loading rate* terhadap karakteristik air efluen meliputi konsentrasi fosfat, amonium, magnesium, fluor, silika, dan TSS. Data tersebut disajikan dalam bentuk grafik hubungan antara waktu reaksi dan induksi dengan konsentrasi senyawa yang dianalisis. Kemudian dikorelasikan dengan variabel dan variasi yang digunakan dalam penelitian.
2. Analisis produktifitas reaktor *Fluidized Bed* dengan menggunakan proses resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum dalam menghasilkan kristal.
3. Analisis karakteristik kristal yang terbentuk meliputi morfologi, struktur, komposisi, dan kemurnian kristal yang terbentuk.

3.6 Kesimpulan dan Saran

Dari hasil analisis data dan pembahasan yang dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan dan saran. Kesimpulan harus menjawab rumusan masalah dan sesuai dengan tujuan penelitian. Saran diperlukan sebagai penyempurnaan penelitian dan rekomendasi terhadap penelitian terkait untuk memberi masukan bagi penelitian yang lebih lanjut.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan yang dilakukan pada penelitian ini ada tiga, yaitu mengetahui karakteristik awal limbah inlet poin L PT Petrokimia Gresik, waktu Induksi dan waktu operasi pada proses fluidisasi, dan menentukan kecepatan fluidisasi minimum dan maksimum. Penelitian pendahuluan digunakan untuk proses fluidisasi pada *Fluidized Bed Reactor*. Hasil dari penelitian pendahuluan dapat dilihat pada sub-bab dibawah.

4.1.1 Uji Karakteristik Air Limbah

Air limbah yang digunakan dalam penelitian ini ialah air limbah yang diambil dari inlet poin L PT Petrokimia Gresik. Pada poin L, limbah yang masuk akan melalui proses pengolahan yaitu penambahan koagulan kapur dan pengendapan. Poin L menerima limbah dari unit produksi I, II, dan III (Pratama, 2015). Air limbah dari poin L PT Petrokimia Gresik diambil berdasarkan jam operasional unit produksinya agar karakteristik limbah yang didapatkan representatif. Air limbah diambil pada pukul 8, 11, dan 14 WIB. Kemudian air limbah dikompositkan dengan volume yang sama yaitu 35 L, sehingga didapatkan 105 L air limbah. Karakteristik air limbah yang telah dikompositkan dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Karakteristik Air Limbah Poin L PT Petrokimia Gresik

No	Parameter Uji	Satuan	Nilai
1	pH		8,63
2	Magnesium	mg/L	312,9
3	Fosfat	mg/L	1500 - 2700
4	Amonium	mg/L	1470 - 1710
5	Florida	mg/L	23,8 - 122
6	TSS	mg/L	102 - 128
7	COD	mg/L	70,24 – 84,29
8	Silika	mg/L	650 - 910
9	Kalsium	mg/L	101,2

Hasil analisis menunjukkan bahwa air limbah PT Petrokimia Gresik memiliki kandungan fosfat dan ammonium yang tinggi. Kandungan fosfat yang tinggi berasal dari unit produksi III, sementara kandungan ammonium yang tinggi berasal dari unit produksi I (Bachtiar, 2018). Kandungan fosfat dan ammonium pada air limbah tersebut fluktuatif bergantung pada unit operasi yang bekerja dan bahan baku yang tersedia. Berdasarkan hasil analisis tersebut dapat diketahui rasio molar antara $[\text{PO}_4^{3-}]$: $[\text{NH}_4^+]$ ialah 1 : 5,02. Berdasarkan Wang (2006) bahwa kandungan ammonium yang berlebih akan meningkatkan kemurnian *struvite* yang terbentuk. Air limbah yang digunakan juga akan ditambahkan MgCl_2 dengan rasio molar $[\text{PO}_4^{3-}]$: $[\text{Mg}^{2+}]$ ialah 1 : 1,5 yang merupakan rasio molar terbaik berdasarkan penelitian Iswarani (2018).

4.1.2 Uji Kecepatan Fluidisasi Minimum dan Maksimum pada Proses Fluidisasi dalam *Fluidized Bed Reactor*

Percobaan ini dilakukan untuk membuktikan kecepatan fluidisasi setiap rasio resirkulasi dengan kondisi di lapangan. Data hasil percobaan untuk kecepatan fluidisasi setiap rasio resirkulasi dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Uji Kecepatan Fluidisasi Minimum dan Maksimum

No	Diameter Optimum	Kecepatan Minimum (m/s)	Kecepatan Maksimum (m/s)
1	100 μm	0,003	0,0097
2	200 μm	0,005	0,019
3	400 μm	0,007	0,025

Berdasarkan hasil pengujian kecepatan aliran fluidisasi minimum dan maksimum diketahui bahwa kecepatan fluidisasi untuk 100 μm ialah 0,003 – 0,0097 m/s; 200 μm ialah 0,005 – 0,019 m/s dan 400 μm ialah 0,007 – 0,025 m/s. Pada penelitian ini digunakan kecepatan fluidisasi minimum dikarenakan semakin kecil kecepatan *upflow*, maka akan meningkatkan nukleasi dan pertumbuhan kristal (Bhuiyan *et al.*, 2008). Semakin kecil kecepatan *upflow* maka kristal yang terbentuk tidak banyak yang keluar menuju bak outlet (Bachtiar, 2018).

4.2 Penelitian Utama

Pada penelitian ini terdapat dua variabel yang digunakan, yaitu variabel *hydraulic loading rate* dan rasio resirkulasi. *Hydraulic loading rate* yang digunakan ialah $3,32 \times 10^{-3}$ m/s, $5,017 \times 10^{-3}$ m/s, dan $6,72 \times 10^{-3}$ m/s. variabel rasio resirkulasi yang digunakan ialah 3, 6, dan 9 kali, sehingga terdapat 9 macam perlakuan yang akan dilakukan pada penelitian ini.

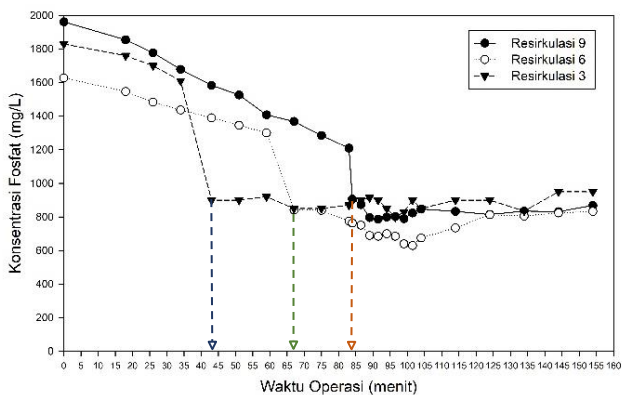
4.2.1 Pengaruh Rasio Resirkulasi

Berdasarkan penelitian Bhuiyan *et al* (2008), proses resirkulasi dapat meningkatkan efisiensi penyisihan fosfat. Hal tersebut dikarenakan terjadinya proses nukleasi homogen dalam reaktor. Meningkatnya aliran resirkulasi juga dapat meningkatkan diameter minimum kristal yang terbentuk. Teori tersebut sesuai dengan penelitian Aldaco *et al* (2005) bahwa resirkulasi akan meningkatkan pembentukan nuklei secara homogen. Hal tersebut dikarenakan nuklei yang telah terbentuk di dalam reaktor akan lebih mudah berikatan dengan nuklei yang sejenis. Meningkatnya nukleasi homogen sejalan dengan meningkatnya kristal yang terbentuk dan kemurniannya.

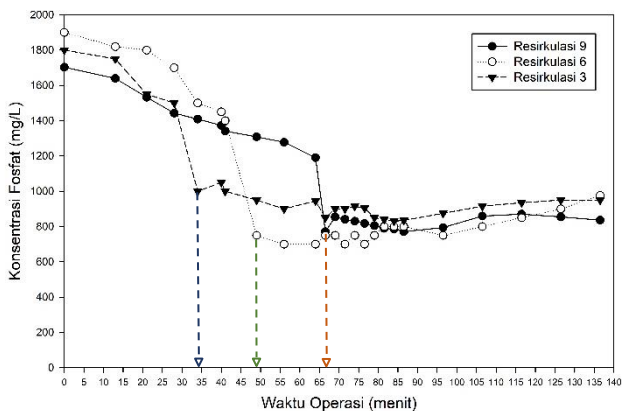
Menurut penelitian Bhuiyan *et al* (2008), rasio resirkulasi optimum dari proses kristalisasi adalah 2-9 dengan *hydraulic loading rate* 400-410 cm³/jam. Pada rentang rasio resirkulasi tersebut efisiensi penyisihan fosfat akan mencapai 85%. Kemudian jika melebihi rentang tersebut, efisiensi penyisihan akan sama dengan efisiensi penyisihan tanpa resirkulasi. Pada penelitian ini menggunakan rasio resirkulasi 3, 6, dan 9. Rasio tersebut dipilih untuk menentukan rasio resirkulasi optimum dengan *hydraulic loading rate* 0,39, 0,59, dan 0,79 L/m. Dalam sub bab berikut akan dijabarkan pengaruh berbagai rasio resirkulasi dengan *hydraulic loading rate* yang berbeda.

4.2.1.1 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap *Recovery Fosfat*

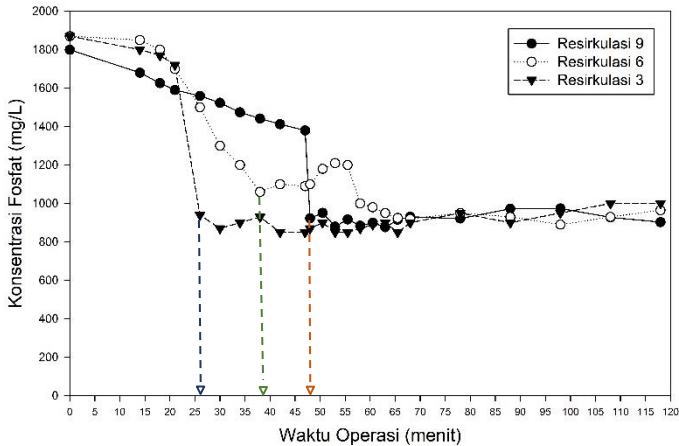
Hasil analisis kadar fosfat pada air limbah dengan rasio resirkulasi yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.1 – 4.3



Gambar 4.1 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m



Gambar 4.2 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Hydraulic Loading Rate 0,59 L/m



Gambar 4.3 Resirkulasi pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Hydraulic Loading Rate 0,79 L/m

Hasil analisis konsentrasi fosfat diatas menunjukkan bahwa, konsentrasi fosfat akan menurun secara signifikan setelah resirkulasi kemudian relatif konstan untuk waktu operasi selanjutnya. Hal ini menunjukkan bahwa saat proses resirkulasi terjadi nukleasi homogen dalam reaktor (Aldaco *et al.*, 2005). Berakhirnya proses resirkulasi diikuti dengan berakhirnya nukleasi homogen dan awal dari nukleasi sekunder. Nukleasi Sekunder merupakan proses perbesaran diameter kristal akibat kontak antara unsur – unsur dalam air limbah dengan nuklei kristal dalam reaktor. Meningkatnya proses nukleasi sekunder dapat meningkatkan diameter kristal yang terbentuk (Piekema dan Giesen, 2001).

Berdasarkan gambar diatas maka dapat dilihat bahwa peningkatan rasio resirkulasi pada reaktor *fluidized bed* dapat meningkatkan penyisihan fosfat. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Chen dan Yu (2008) dan Bhuiyan *et al* (2008). Perbandingan persentase *recovery* kandungan fosfat pada berbagai macam rasio resirkulasi dengan variasi *hydraulic loading rate* dapat dilihat pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap Persentase Recovery Fosfat

<i>Hydraulic Loading Rate</i>	Rasio Resirkulasi		
	3	6	9
0,39 L/m	48,09%	48,80%	55,71%
0,59 L/m	47,22%	48,63%	50,90%
0,79 L/m	46,52%	48,40%	49,81%

Dapat dilihat pada Tabel 4.3 bahwa peningkatan rasio resirkulasi dapat meningkatkan efisiensi penyisihan fosfat. Menurut penelitian Chen dan Yu (2000), peningkatan rasio resirkulasi akan mengurangi indeks supersaturasi. Hal tersebut dikarenakan saat tingkat saturasi menurun maka pembentukan nuklei kristal meningkat. Peningkatan nuklei kristal akan meningkatkan terjadi nuklei homogen. Hal tersebut akan menghambat kristal yang terbentuk berikatan dengan ion logam yang ada di dalam air limbah.

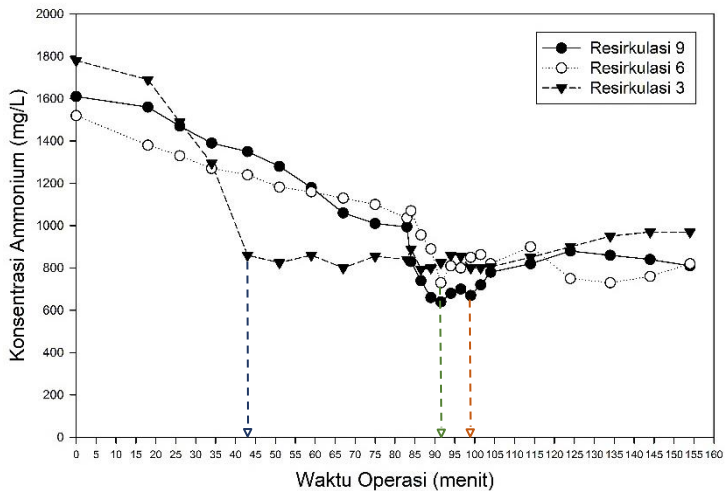
Berdasarkan penelitian Bachtiar (2018) yang menggunakan air limbah PT Petrokimia Gresik, penurunan *hydraulic loading rate* sebesar 1,2 L/m akan menurunkan penyisihan fosfat sebesar 1%. Pada *hydraulic loading rate* sebesar 0,39, 0,59, dan 0,79 L/m penyisihan fosfat tanpa resirkulasi sebesar 48,4%, 48,5%, dan 48,62%. Penggunaan rasio resirkulasi 9 dapat meningkatkan efisiensi sebesar 7,31% pada *hydraulic loading rate* 0,39 L/m; 2,4% pada *hydraulic loading rate* 0,59 L/m dan 1,19% pada *hydraulic loading rate* 0,79 L/m. Rasio resirkulasi 6 dapat meningkatkan efisiensi penyisihan sebesar 0,40% pada *hydraulic loading rate* 0,39 L/m; 2,95% pada *hydraulic loading rate* 0,59 L/m dan 0% pada *hydraulic loading rate* 0,79 L/m. Pada rasio resirkulasi 3 dapat meningkatkan 6,04% pada *hydraulic loading rate* 0,39 L/m. Berdasarkan data tersebut maka rasio resirkulasi terbaik yang dapat digunakan ialah rasio resirkulasi 9 karena mampu meningkatkan *recovery* fosfat lebih besar.

4.2.1.2 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap Recovery Ammonium

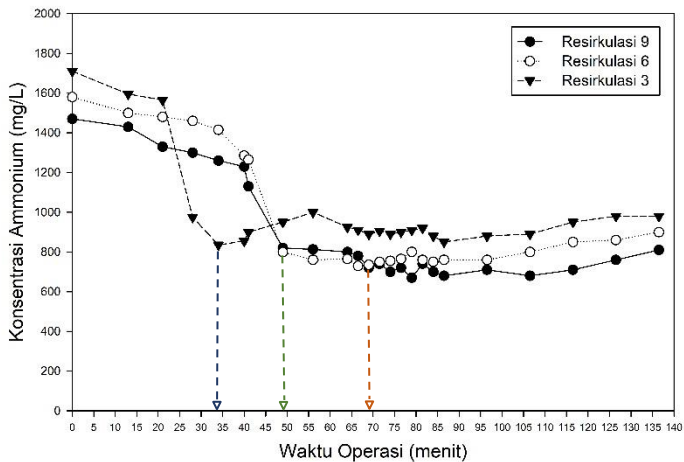
Hasil analisis konsentrasi amonium pada air limbah dengan rasio resirkulasi yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.4 – 4.6. Berdasarkan hasil analisis tersebut maka dapat dilihat bahwa,

penyisihan konsentrasi amonium terjadi secara bertahap. Peningkatan rasio resirkulasi akan meningkatkan *recovery* amonium. Hal ini sejalan dengan konsentrasi fosfat yang meningkat dengan meningkatnya rasio resirkulasi, karena ammonium akan bergabung dengan magnesium untuk membentuk *struvite*.

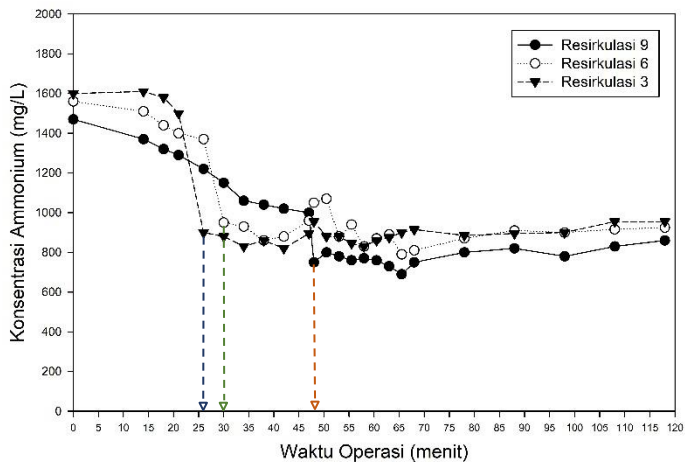
Peningkatan rasio resirkulasi akan meningkatkan diameter kristal yang terbentuk. Meningkatnya diameter kristal yang terbentuk sejalan dengan meningkatnya persentase penyisihan amonium. Berdasarkan penelitian Tarrago *et al* (2016), diameter optimum yang akan terbentuk dari reaktor tanpa *seed material* adalah 80 – 1000 μm . Diameter optimum yang terbentuk akan meningkat seiring dengan meningkatnya rasio resirkulasi dan kemudian akan menurun pada resirkulasi optimum.



Gambar 4.4 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m



Gambar 4.5 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan *Hydraulic Loading Rate* 0,59 L/m



Gambar 4.6 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan *Hydraulic Loading Rate* 0,79 L/m

Perbandingan persentase *recovery* konsentrasi amonoum pada berbagai macam rasio resirkulai dengan variasi *hydraulic loading rate* dapat dilihat pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap Persentase Recovery Amonium

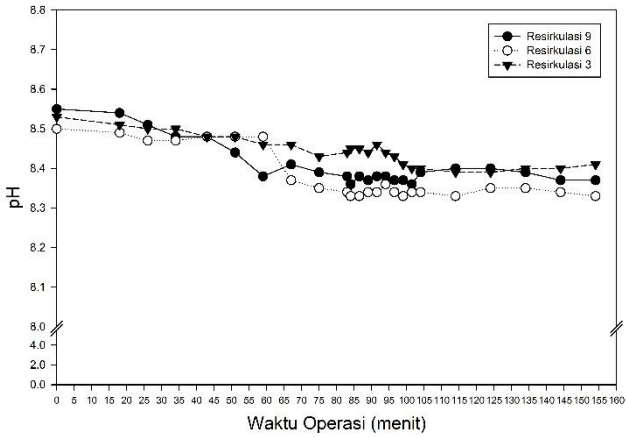
<i>Hydraulic Loading Rate</i>	Rasio Resirkulasi		
	3	6	9
0,39 L/m	45,51%	46,06%	49,96%
0,59 L/m	42,69%	43,06%	44,90%
0,79 L/m	40,31%	40,70%	41,50%

Dapat dilihat pada Tabel 4.3 bahwa meningkatnya rasio resirkulasi maka efisiensi penyisihan amonium juga meningkat. Berdasarkan penelitian Bachtiar (2018), penurunan *hydraulic loading rate* sebesar 1,2 L/m akan menurunkan penyisihan ammonium sebesar 1%. Pada *hydraulic loading rate* sebesar 0,39, 0,59, dan 0,79 L/m penyisihan ammonium tanpa resirkulasi sebesar 43,34%, 43,5%, dan 43,6%. Penggunaan rasio resirkulasi 9 dengan *hydraulic loading rate* 0,39 L/m dapat meningkatkan efisiensi sebesar 6,62% dan 1,40% pada *hydraulic loading rate* 0,59 L/m. Resirkulasi 6 dapat meningkatkan efisiensi penyisihan sebesar 2,72% pada *hydraulic loading rate* 0,39 L/m dan 0,2% pada *hydraulic loading rate* 0,59 L/m. Pada rasio resirkulasi 3 dapat meningkatkan efisiensi penyisihan sebesar 4,56% dengan *hydraulic loading rate* 0,39 L/m. Sehingga berdasarkan data pada Tabel 4.4, rasio resirkulasi terbaik yang dapat digunakan ialah rasio resirkulasi 9.

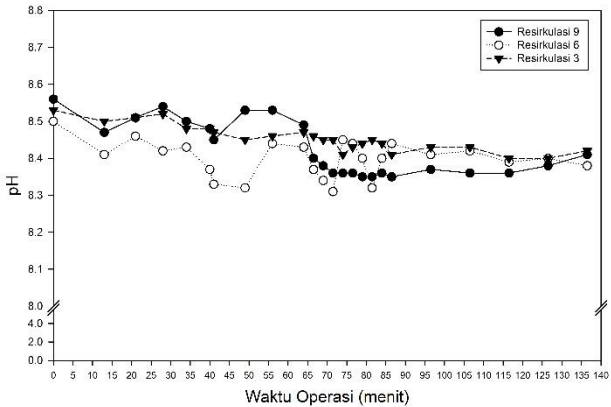
4.2.1.3 Pengaruh Rasio Resirkulasi terhadap pH pada Air Limbah

Derajat keasaman atau pH merupakan faktor penting dalam pembentukan *struvite*. pH akan mempengaruhi kelarutan *struvite* dan sifat termodinamikanya (Ronteltap *et al.*, 2007). Kenaikan pH dapat meningkatkan laju nukleasi kristal *struvite* (Hutnik *et al.*, 2013). Namun apabila pH udah mencapai nilai optimum (pH presipitasi), maka pH di dalam larutan akan menurun, hal tersebut dikarenakan pelepasan proton dalam larutan

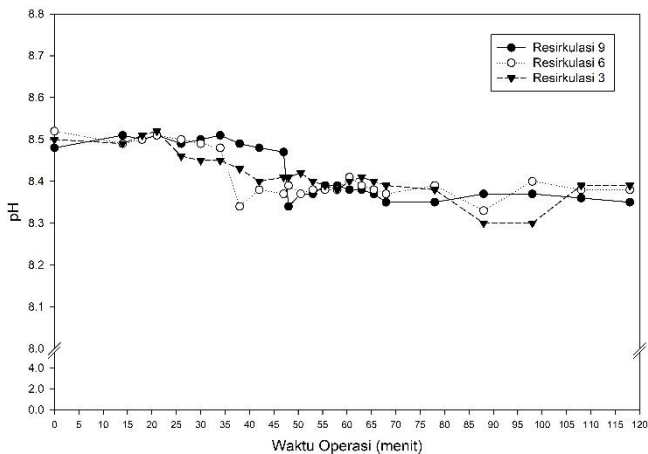
bersamaan dengan presipitasi struvite (Korchef *et al.*, 2011). Data pH dapat proses kristalisasi dapat dilihat pada Gambar 4.7 – 4.9



Gambar 4.7 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Nilai pH Menggunakan *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m



Gambar 4.8 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Nilai pH Menggunakan *Hydraulic Loading Rate* 0,59 L/m



Gambar 4.9 Pengaruh Rasio Resirkulasi pada Nilai pH Menggunakan *Hydraulic Loading Rate* 0,79 L/m

Pada awal resirkulasi hingga akhir resirkulasi pH air limbah di dalam reaktor meningkat. Pada akhir resirkulasi nilai pH cenderung menurun. Penurunan pH pada air limbah disebabkan oleh hilangnya ion karbonat di dalam air limbah. Nilai pH kemudian akan meningkat setelah akhir resirkulasi. Hal ini dikarenakan menurunnya kelarutan maksimum kristal yang terbentuk (Hutnik et al., 2013). Pada resirkulasi 3 dan 9 terlihat perbedaan peningkatan nilai pH pada akhir proses. Pada resirkulasi 9 nilai pH cenderung stabil. Sedangkan pada resirkulasi 3, pH meningkat seiring dengan berakhirnya proses. Hal tersebut diperkirakan akibat masih tersisa alkalinitas ion-ion bikarbonat dalam air sehingga persentase penyisihan fosfat yang menurun.

Alkalinitas memiliki peran penting dalam *removal* fosfat. Adanya alkalinitas dapat menurunkan efisiensi *removal* fosfat dalam presipitasi *struvite* (Liu, et al., 2015). Selain itu peningkatan pH juga dapat mengakibatkan supersaturasi akan meningkat dan menyebabkan persentase *recovery* akan berfluktuasi. Tingkat supersaturasi yang tinggi dapat mempengaruhi proses kristalisasi dalam reaktor *fluidized bed*.

4.2.2 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate*

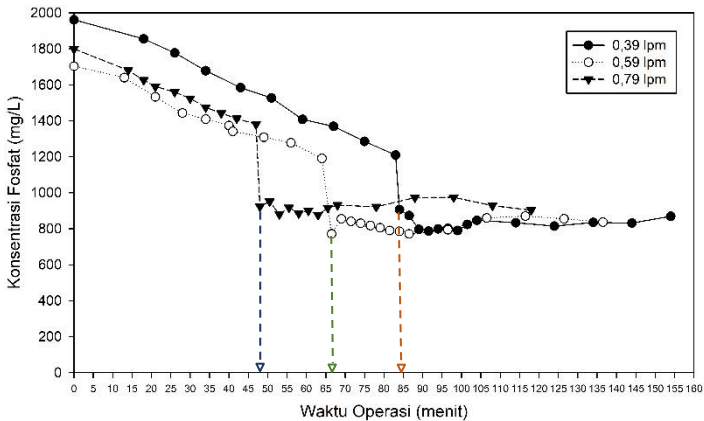
Berdasarkan Tarrago (2016), salah satu faktor yang menentukan diameter minimum kristal yang terbentuk adalah *hydraulic loading rate*. Diameter minimum kristal akan meningkat seiring meningkatnya *hydraulic loading rate*. Meningkatnya *hydraulic loading rate* akan mempengaruhi nukleasi sekunder dalam pembentukan kristal (Piekema dan Giesen, 2001). Dalam sub bab berikut akan dijabarkan pengaruh kecepatan aliran dengan dengan macam macam rasio resirkulasi yang berbeda.

4.2.2.1 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* terhadap *Recovery Fosfat*

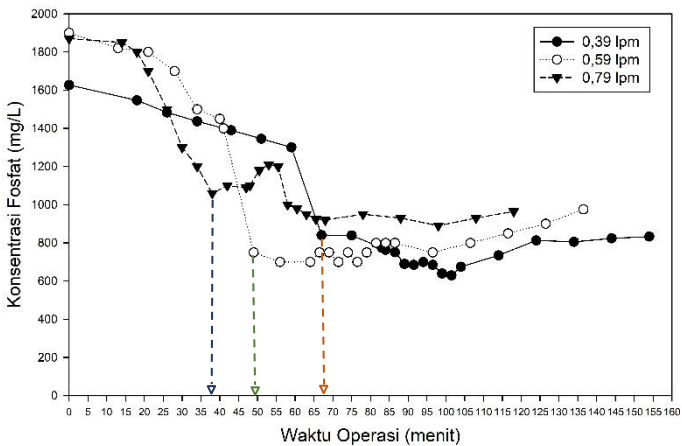
Hasil analisis kadar fosfat pada air limbah dengan *hydraulic loading rate* yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.10 – 4.12. Berdasarkan gambar tersebut maka dapat dilihat bahwa waktu induksi kristal berbeda pada setiap *hydraulic loading rate*. Waktu induksi kristal pada masing-masing perlakuan dapat dilihat pada Tabel 4.5. Hasil analisis konsentrasi fosfat menunjukkan bahwa penurunan fosfat pada awal proses terjadi secara berkala, dengan induksi yang relatif lebih lama.

Penurunan secara berkala sejalan dengan terbentuknya kristal secara perlahan diawal yang disebut nukleasi kristal. Nukleasi yang terbentuk akan berkembang hingga menjadi kristal berukuran lebih besar. Pembentukan kristal diawal memberikan luas permukaan reaksi bagi kristal selanjutnya, sehingga *recovery fosfat* secara perlahan akan meningkat. Hal ini disebut dengan metode *self seeding* (Zhi *et al.*, 2018). Waktu yang dibutuhkan untuk membentuk kristal pertama kali disebut dengan waktu induksi (Tang dan Ma, 2016).

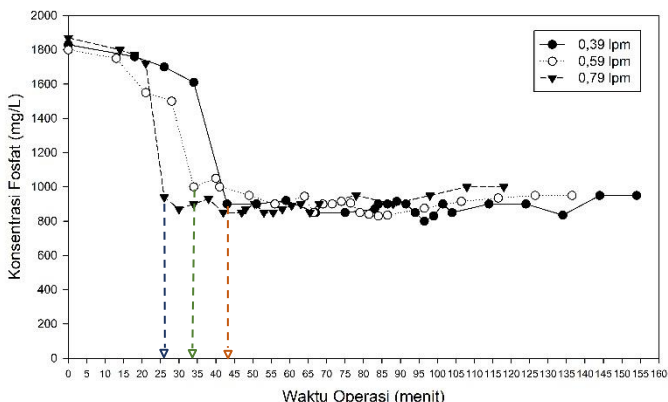
Menurut Tarrago (2006), waktu induksi akan menurun seiring dengan penambahan debit influen hingga mencapai debit influen optimum. Waktu induksi akan meningkat setelah melampaui debit influen optimum dikarenakan peningkatan energi pengadukan dan turbulensi (Bhuiyan, 2008). Waktu induksi tiap variasi dapat dilihat pada Tabel 4.5.



Gambar 4.10 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Rasio Resirkulasi 9



Gambar 4.11 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Rasio Resirkulasi 6



Gambar 4.12 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Konsentrasi Fosfat Menggunakan Rasio Resirkulasi 3

Tabel 4.5 Waktu Induksi Pembentukan Kristal

<i>Hydraulic Loading Rate</i>	Waktu Induksi Kristal (menit)		
	Resirkulasi 9	Resirkulasi 6	Resirkulasi 3
0,39 L/m	84	67,5	42,5
0,59 L/m	66	49	34
0,79 L/m	48	38	26

Berdasarkan Gambar 4.10 – 4.12, dapat dilihat bahwa peningkatan *hydraulic loading rate* dapat menurunkan waktu induksi, hal tersebut sesuai dengan penelitian Tarrago (2006). Pada Tabel 4.5, *hydraulic loading rate* optimum berdasarkan waktu induksi ialah 0,39 L/m untuk semua rasio resirkulasi. Menurut penelitian Guardi dan Xia (2012), semakin tinggi waktu detensi air limbah dalam reaktor maka efisiensi *recovery* fosfat semakin besar. Hal tersebut disebabkan karena waktu detensi air limbah di dalam reaktor terlalu lama, sehingga penyerapan kandungan fosfat untuk pembentukan kristal secara sempurna telah terjadi sebelum air limbah mencapai effluen. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Tarrago (2016), ukuran kristal yang terbentuk akan meningkat pada waktu reaksi yang lama tanpa menggunakan *seed material* dengan mengontrol *hydraulic loading rate*.

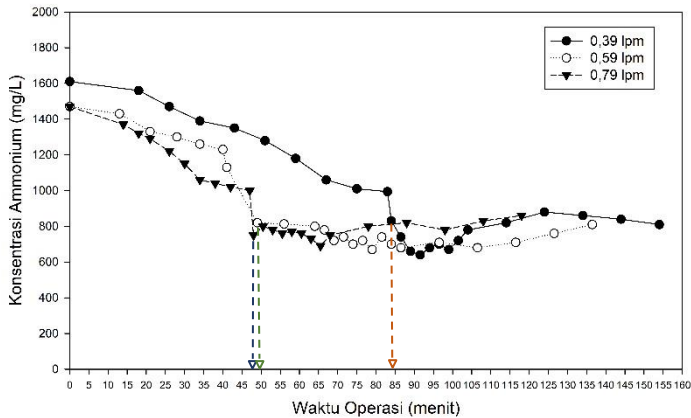
Dapat dilihat pada Tabel 4.3 bahwa semakin meningkat *hydraulic loading rate* maka persentase *recovery* fosfat berkurang sebanyak 1-5% setiap peningkatan *hydraulic loading rate* sebesar 0,20 L/m untuk rasio resirkulasi 9. Penurunan *hydraulic loading rate* sebesar 0,20 L/m pada rasio resirkulasi 6 dapat menurunkan efisiensi penyisihan fosfat sebesar 2-3%. Oleh karena itu, penggunaan *hydraulic loading rate* yang terbaik adalah 0,39 L/m.

4.2.2.2 Pengaruh Hydraulic Loading Rate terhadap Recovery Ammonium

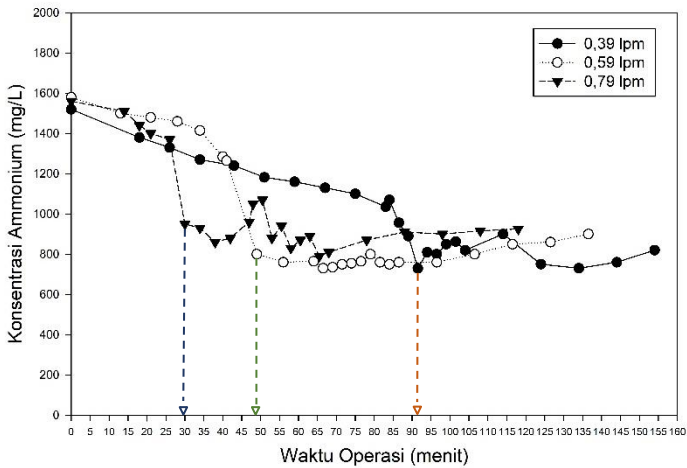
Hasil konsentrasi amonium pada air limbah dengan *hydraulic loading rate* yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.13 – 4.15. Berdasarkan gambar tersebut dapat dilihat bahwa meningkatnya *hydraulic loading rate* menyebabkan meningkatnya konsentrasi amonium yang tersisa di dalam air limbah. Meningkatnya konsentrasi amonium yang tersisa maka kristal *struvite* yang terbentuk juga semakin sedikit.

Perbandingan persentase penyisihan konsentrasi amonium pada berbagai *hydraulic loading rate* dengan variasi rasio resirkulasi dapat dilihat pada Tabel 4.4 pada sub bab 4.2.1.2. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa dengan meningkatnya *hydraulic loading rate* maka persentase penyisihan amonium juga ikut menurun. Meskipun tidak semua mengalami penurunan, tetapi mayoritas data menunjukkan bahwa semakin besar *hydraulic loading rate* maka persentase penyisihan amonium semakin kecil.

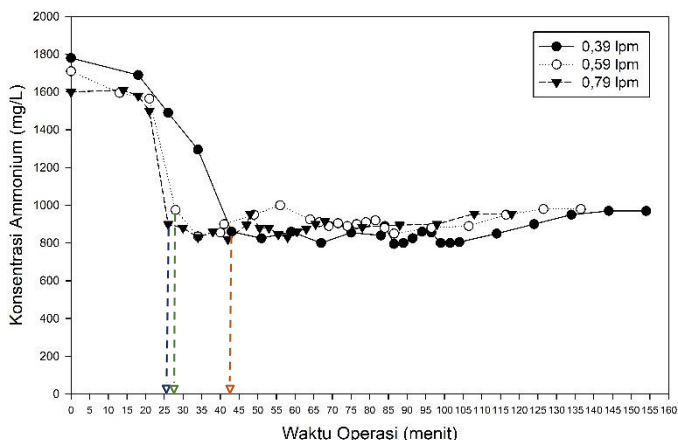
Reaksi pembentukan *struvite* tersebut terjadi jika *Ion Activity Product* (IAP) dari Mg^{2+} , NH_4^+ dan PO_4^{3-} lebih besar dari *Solubility Product* (Ksp) (Ariyanto *et al.*, 2013). Peningkatan pH akan meningkatkan nilai IAP larutan dengan konsentrasi yang sama. Selain itu, peningkatan pH akan menyebabkan kelarutan *struvite* berkurang. Kelarutan minimum dapat menyebabkan pembentukan kristal *struvite* lebih potensial. Hal ini menjadi salah satu penyebab konsentrasi amonium pada supernatan menurun (Fitriana dan Warmadewanthi, 2016).



Gambar 4.13 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Rasio Resirkulasi 9



Gambar 4.14 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Rasio Resirkulasi 6

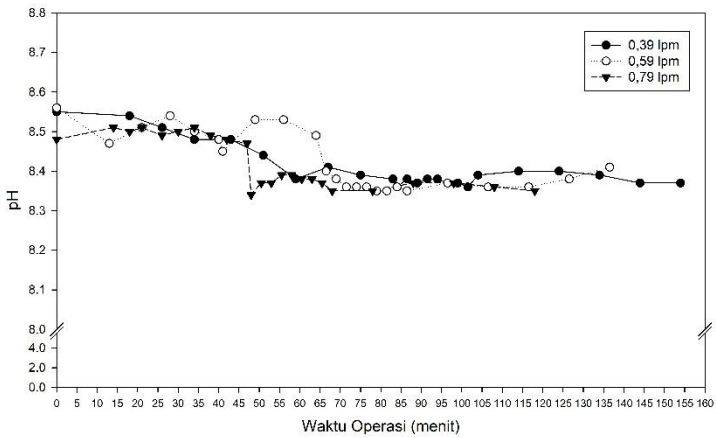


Gambar 4.15 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Konsentrasi Ammonium Menggunakan Rasio Resirkulasi 3

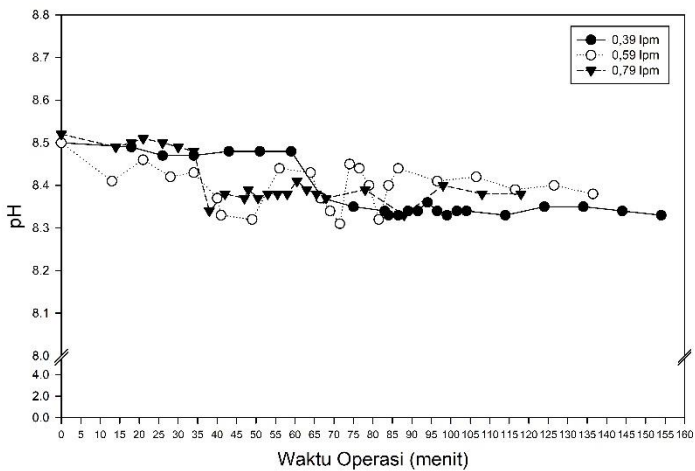
Pada setiap rasio resirkulasi dengan variasi *hydraulic loading rate* 0,79 L/m, penyisihan amonium tidak lebih besar daripada tanpa resirkulasi. Hal tersebut terjadi karena partikel yang terbentuk terlalu kecil sehingga massa jenis partikel yang terbentuk rendah. Saat partikel dengan massa jenis yang rendah difluidisasikan dengan kecepatan yang tinggi maka partikel yang terbentuk lebih banyak terdapat di dalam bak effluen. Hal ini sesuai dengan penelitian Bachtiar (2018) dan Tarrago (2016). Persentase *recovery* amonium lebih rendah dikarenakan berat atom amonium lebih rendah dibanding dengan fosfat, sehingga massa amonium pembentuk *struvite* lebih sedikit dibanding dengan fosfat.

4.2.2.3 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* terhadap Nilai pH pada Air Limbah

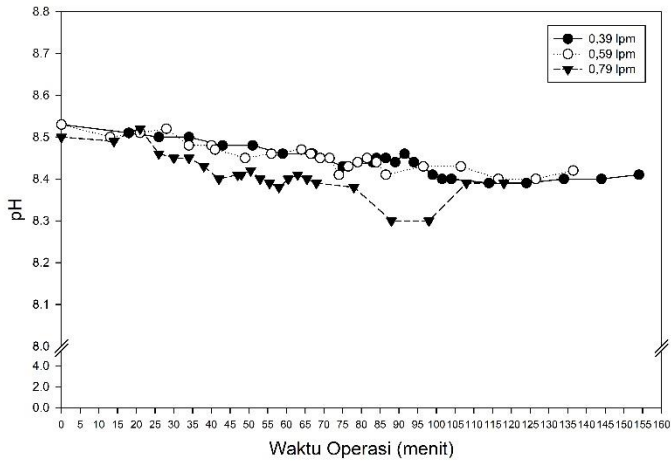
Kenaikan pH dapat meningkatkan laju nukleasi kristal *struvite* (Hutnik *et al.*, 2013). Meningkatnya nilai pH menandakan bahwa tingkat supersaturasi di dalam air limbah juga meningkat (Anggrainy *et al.*, 2014). Data nilai pH dapat proses kristalisasi dapat dilihat pada Gambar 4.16 – 4.18.



Gambar 4.16 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Nilai pH Menggunakan Rasio Resirkulasi 9



Gambar 4.17 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Nilai pH Menggunakan Rasio Resirkulasi 6



Gambar 4.18 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* pada Nilai pH Menggunakan Rasio Resirkulasi 3

Berdasarkan Gambar 4.16 – 4.18 dapat dilihat bahwa nilai pH saat proses kristalisasi di dalam reaktor *fluidized bed* yaitu $8,5 \pm 0,2$. pH tersebut didapatkan tanpa menambahkan NaOH atau H_2SO_4 ke dalam reaktor saat proses berlangsung. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Iswarani (2018) bahwa proses pembentukan *struvite* akan efektif pada $pH\ 8,5 \pm 0,2$. Semakin tinggi pH maka efisiensi penyisihan ammonium juga akan meningkat. Kenaikan pH larutan (semakin besarnya konsentrasi ion OH^-) berperan dalam memberikan kondisi alkali untuk oksidasi ammonium. Pada saat kondisi basa, ion ammonium akan mengalami volatilisasi. Semakin tinggi pH akan menggeser kesetimbangan ammonium menjadi fase ammonium aqueous ($NH_3(aq)$) yang bersifat volatil (Chimenos *et al.*, 2003).

4.2.3 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Fluorida

Ion fluorida merupakan salah satu ion pengganggu dalam proses pembentukan kristal terutama *struvite* (Fitriana, 2016). Berdasarkan Huang *et al* (2017), kandungan ion fluor dalam air limbah dapat berkompetisi dengan ion amonium dan fosfat dalam berikatan dengan magnesium untuk membentuk MgF_2 . Terbentuknya MgF_2 dapat mengurangi kadar magnesium untuk membentuk kristal *struvite*. Fluor dapat dengan mudah terserap dalam permukaan kristal yang dapat mengakibatkan penurunan kecepatan pertumbuhan kristal. Data penurunan kandungan ion fluorida pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Fluor

No	Rasio Resirkulasi	<i>Hydraulic Loading Rate</i>	Konsentrasi F (mg/L)		Persentase Penyisihan Fluor
			Awal	Akhir	
1	9	0,39 L/m	56,5	7,71	86,40%
2		0,59 L/m	56,29	22,87	59,40%
3		0,79 L/m	35,23	15,94	54,80%
1	6	0,39 L/m	60,4	21,2	65,10%
2		0,59 L/m	74,5	23,9	67,90%
3		0,79 L/m	74,5	29,7	60,10%
1	3	0,39 L/m	65,5	32,3	50,68%
2		0,59 L/m	70	43,2	38,28%
3		0,79 L/m	70	47,8	31,71%

Dapat dilihat pada tabel diatas bahwa semakin rendah *hydraulic loading rate* maka semakin tinggi kadar fluorida yang terikat. Hal tersebut terjadi karena semakin rendah *hydraulic loading rate* maka semakin tinggi waktu reaksi sehingga semakin banyak ion-ion pada air limbah yang terikat pada nuklei kristal. Kandungan fluor yang ada pada air limbah PT Petrokimia Gresik tidak menghambat pembentukan kristal salah satunya *struvite*. Berdasarkan penelitian Ryu *et al* (2008), kadar fluor dalam air limbah dibawah 600 mg/L tidak menghambat pembentukan *struvite* secara signifikan. Menurut Bagastyo *et al* (2017), konsentrasi fluor dalam air limbah harus dibawah 985 mg/L

sehingga tidak berikatan dengan fosfat dan mengganggu pembentukan kristal.

Perbedaan konsentrasi fluorida disebabkan oleh perbedaan pH disetiap variasi dan penyimpanan air limbah. Pada kondisi pH yang tinggi, konsentrasi fluor pada air limbah semakin menurun. Bertambahnya durasi penyimpanan air limbah menyebabkan semakin menurunnya kandungan fluor pada air limbah. Berdasarkan tabel diatas dapat dilihat bahwa penggunaan rasio resirkulasi yang tinggi mengakibatkan meningkatnya penyerapan/reaksi antara air limbah dengan fluor.

4.2.4 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Silika

Penurun konsentrasi silika dalam air limbah dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan Silika

No	Rasio Resirkulasi	HLR (L/m)	Konsentrasi Silika (mg/L)		Persentase Penyisihan Silika
			Awal	Akhir	
1	9	0,39	850	730	14,12%
2		0,59	850	750	11,76%
3		0,79	850	765	10,00%
1	6	0,39	850	730	12,94%
2		0,59	850	760	10,59%
3		0,79	850	780	8,24%
1	3	0,39	850	745	12,35%
2		0,59	850	780	8,24%
3		0,79	850	800	5,88%

Dapat dilihat pada tabel diatas bahwa semakin tinggi *hydraulic loading rate* maka semakin sedikit silika yang bereaksi dengan magnesium membentuk $MgSiO_3$. Magnesium akan berikatan dengan silika sehingga akan mengurangi rekatifitas fosfat dengan magnesium. Hal tersebut akan menyebabkan lamanya pembentukan kristal (Zhang *et al.*, 2007). Silika juga akan mempengaruhi pembentukan kristal dengan menjadikan ukurannya lebih kecil, homogenitas menjadi rendah, menghasilkan

bentuk geometris kristal menjadi beragam sehingga bentuk menjadi tidak beraturan (Kozik *et al.*, 2014).

Namun pada konsentrasi silika 850 mg/L hanya mengikat silika paling besar sebesar 14,12%. Kristal yang terbentuk dari konfigurasi optimum masih didominasi oleh kristal fosfat, magnesium, dan amonium. Oleh karena itu, silika dalam air limbah tidak terlalu berpengaruh terhadap pembentukan kristal fosfat dan amonium.

4.2.5 Pengaruh Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap TSS

TSS merupakan salah satu faktor penting menurunnya kualitas perairan sehingga menyebabkan perubahan secara fisika, kimia, dan biologi. Padatan tersuspensi terdiri dari beberapa komponen diantaranya komponen terendapkan, bahan melayang, dan tersuspensi koloid. Kandungan TSS yang tinggi akan menyebabkan kekeruhan pada air yang selanjutnya akan menghambat penetrasi cahaya matahari ke badan air. Penetrasi cahaya yang berkurang akan berpengaruh terhadap proses fotosintesis yang dilakukan oleh tumbuhan air sehingga kehidupan perairan akan terganggu (Rinawati *et al.*, 2016). Data kandungan TSS pada air limbah PT Petrokimia Gresik sebelum dan sesudah pengolahan di dalam reaktor *fluidized bed* dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap Penyisihan TSS

No	Rasio Resirkulasi	HLR (L/m)	Konsentrasi TSS (mg/L)		Persentase Penyisihan TSS
			Awal	Akhir	
1		0,39	122,02	92,98	23,8%
2	9	0,59	122,01	92,07	24,5%
3		0,79	122,03	95,14	22,0%
4		0,39	123,00	96,00	22,0%
5	6	0,59	122,03	97,00	20,5%
6		0,79	101,84	88,94	12,7%
7	3	0,39	100,19	90,10	10,1%

No	Rasio Resirkulasi	HLR (L/m)	Konsentrasi TSS (mg/L)		Persentase Penyisihan TSS
			Awal	Akhir	
8		0,59	100,10	89,95	10,1%
9		0,79	100,81	90,38	10,3%

Berdasarkan Tabel 4.8 dapat dilihat bahwa pada rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum dapat menyisihkan TSS paling besar. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Aldaco *et al* (2005) bahwa TSS yang ada di dalam air limbah akan membantu proses nukleasi di dalam reaktor. Nukleasi heterogen akan terjadi saat resirkulasi dengan partikel di dalam reaktor. Oleh karena itu proses nukleasi heterogen di dalam reaktor menjadi lebih kecil. Menurunnya nukleasi heterogen di dalam reaktor maka akan meningkatkan nukleasi homogen di dalam reaktor saat proses resirkulasi.

4.2.6 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* dan Rasio Resirkulasi terhadap Konsentrasi COD

Chemical Oxygen Demand (COD) merupakan jumlah oksigen yang diperlukan untuk mengkonversi senyawa organik yang tidak terurai yang terdapat pada air limbah (Suharto, 2011). Penurunan konsentrasi COD dalam air limbah dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Pengaruh *Hydraulic Loading Rate* terhadap Penyisihan COD

No	Rasio Resirkulasi	HLR (L/m)	Konsentrasi COD (mg/L)		Persentase Penyisihan COD
			Awal	Akhir	
1		0,39	84,288	56,192	33,3%
2	9	0,59	84,29	56,19	16,7%
3		0,79	84,29	70,24	12,0%
4		0,39	70,24	61,81	24,3%
5	6	0,59	81,60	61,81	20,0%
6		0,79	70,24	56,19	13,3%
7	3	0,39	84,29	73,05	21,9%

No	Rasio Resirkulasi	HLR (L/m)	Konsentrasi COD (mg/L)		Persentase Penyisihan COD
			Awal	Akhir	
8		0,59	89,91	70,24	14,3%
9		0,79	98,34	84,29	10,0%

Dapat dilihat pada tabel diatas bahwa semakin tinggi *hydraulic loading rate* maka semakin kecil penyisihan COD. Namun konsentrasi COD yang ada pada efluen air limbah sudah memenuhi baku mutu Baku Mutu Air Limbah dan Peraturan Gubernur Jawa Timur No. 72 Tahun 2013 tentang Baku Mutu Air Limbah Industri dan/atau Kegiatan Usaha Lainnya, dimana konsentrasi COD yang diperbolehkan yaitu 200 mg/L. Efluen dari proses fluidisasi dapat dibuang ke lingkungan secara langsung karena tidak akan mencemari lingkungan dan mengakibatkan *algae bloom*.

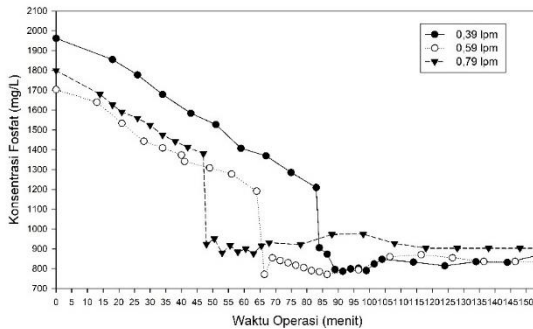
4.2.7 Operasional *Fluidized Bed*

Pada percobaan ini terdapat beberapa parameter operasional yang diamati, yaitu *hydraulic loading rate*, tekanan pada reaktor, dan pH. *Hydraulic Loading Rate* diamati untuk mengetahui fluktuasi debit inlet yang masuk ke dalam reaktor. Debit yang diamati ialah debit air limbah dan $MgCl_2$. Pengamatan terhadap tekanan dalam reaktor bertujuan untuk mengetahui titik jenuh dari kristal yang terbentuk dalam reaktor. Pengontrolan pH juga diperlukan agar pH berada pada kisaran $8,5 \pm 0,2$.

Sebelum melakukan percobaan, dilakukan uji waktu maksimum operasional reaktor dan waktu induksi terlebih dahulu. Pengujian waktu maksimum dilakukan pada variasi rasio resirkulasi yang tinggi dan *hydraulic loading rate* yang rendah. Variasi tersebut terpilih karena akan menghasilkan produk terbaik dan *recovery* tertinggi. Hasil tersebut berdasarkan penelitian Sudarma dan Warmadewanthi (2010). Langkah pertama untuk melakukan pengujian ialah mengalirkan air limbah dan larutan $MgCl_2$ kedalam reaktor hingga terjadi penurunan debit aliran. Penurunan debit aliran disebabkan karena terjadinya *clogging* pada saringan reaktor akibat penumpukan kristal. Hasil dari percobaan ini menunjukkan bahwa waktu operasional reaktor maksimum ialah 150 menit. Pada rasio resirkulasi 3 dan 6, waktu

operasional lebih pendek yaitu 120 menit dan 140 menit. Hal tersebut dikarenakan debit inlet mulai turun dan recovery fosfat sama untuk waktu setelahnya.

Waktu induksi untuk variasi rasio resirkulasi yang tinggi dan *hydraulic loading rate* yang rendah berakhir pada 83 menit atau setelah waktu resirkulasi. Berdasarkan penelitian Bactiar (2018), range waktu induksi untuk variasi *hydraulic loading rate* yang kecil ialah 50 – 100 menit. Oleh karena itu, pada 20 menit setelah resirkulasi diambil sampel setiap 2,5 menit untuk melihat grafik penurunan fosfatnya. Data penyisihan fosfat untuk variasi *hydraulic loading rate* 0,39 L/m dan rasio resirkulasi 9 dapat dilihat pada Gambar 4.19.



Gambar 4.19 Penyisihan Fosfat pada *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9

Berdasarkan Gambar 4.16 dapat diketahui bahwa waktu induksi berakhir pada akhir resirkulasi dan relatif konstan untuk waktu setelahnya. Pengambilan sampel dilakukan setiap 2,5 menit pada 20 menit awal dan 10 menit untuk waktu setelahnya hingga waktu reaksi berakhir. Hal tersebut dilakukan agar dapat melihat fluktuasi penyisihan fosfat hingga waktu operasional berakhir.

Hasil pengamatan terhadap debit inlet dan tekanan dalam reaktor dapat dilihat pada Tabel 4.10 dan Lampiran C. Debit aliran masuk berfluktuasi sebesar $\pm 0,1$ L/m yang mana tidak memberikan perbedaan signifikan yang terjadi pada *fluidized bed*. Pengamatan terhadap tekanan dalam reaktor dengan menggunakan *pressure gauge*. Tekanan dalam reaktor ditentukan oleh tinggi reaktor.

Tabel 4.10 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 9 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	18	0,19	0,18	0,18	0,15	0,15	0,05	0,01	0,37	0,4
R2	26	0,2	0,2	0,19	0,15	0,15	0,05	0,01	0,38	0,4
R3	34	0,2	0,2	0,19	0,18	0,17	0,1	0,02	0,38	0,39
R4	43	0,2	0,2	0,2	0,19	0,18	0,12	0,05	0,38	0,39
R5	51	0,21	0,21	0,21	0,2	0,19	0,12	0,05	0,39	0,4
R6	59	0,21	0,21	0,21	0,2	0,19	0,12	0,05	0,39	0,38
R7	67	0,22	0,21	0,21	0,2	0,2	0,12	0,05	0,38	0,38
R8	75	0,22	0,21	0,21	0,2	0,2	0,12	0,05	0,39	0,39
R9	83	0,22	0,21	0,21	0,2	0,2	0,13	0,05	0,39	0,38
0	84	0,2	0,2	0,19	0,19	0,18	0,12	0,05	0,4	0,39
2,5	86,5	0,2	0,2	0,19	0,19	0,18	0,12	0,05	0,39	0,38
5	89	0,2	0,19	0,19	0,19	0,18	0,12	0,05	0,4	0,4
7,5	91,5	0,21	0,2	0,19	0,19	0,18	0,12	0,05	0,4	0,39
10	94	0,21	0,2	0,19	0,19	0,18	0,12	0,05	0,4	0,39
12,5	96,5	0,22	0,2	0,19	0,19	0,18	0,1	0,05	0,38	0,4
15	99	0,22	0,21	0,2	0,19	0,18	0,11	0,05	0,39	0,38

No	Waktu (menit)	Tekananan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
17,5	101,5	0,22	0,21	0,2	0,19	0,18	0,11	0,05	0,39	0,39
20	104	0,22	0,21	0,2	0,19	0,18	0,11	0,05	0,4	0,39
30	114	0,2	0,19	0,19	0,18	0,15	0,1	0,05	0,39	0,39
40	124	0,2	0,19	0,19	0,18	0,15	0,1	0,05	0,39	0,39
50	134	0,2	0,19	0,19	0,18	0,15	0,1	0,04	0,39	0,39
60	144	0,19	0,18	0,18	0,18	0,11	0,1	0,03	0,39	0,39
70	154	0,18	0,17	0,17	0,17	0,11	0,1	0,03	0,39	0,39

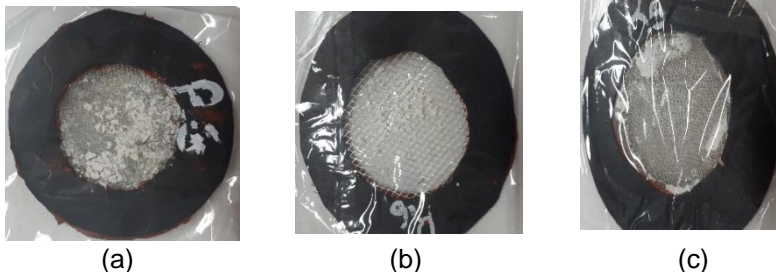
Berdasarkan Tabel 4.10 dapat dilihat bahwa setelah proses resirkulasi nilai tekanan yang ditunjukkan *pressure gauge* menurun. Kemudian nilai tekanan di *pressure gauge* meningkat setelah proses resirkulasi berakhir. Hal tersebut disebabkan karena kristal yang terbentuk setelah resirkulasi meningkat. Kristal yang terbentuk akan tersaring di dalam reaktor. Meningkatnya jumlah kristal yang tersaring akan meningkatkan tekanan pada *pressure gauge*. Pada waktu 114 menit, tekanan pada *pressure gauge* menurun secara bertahap. Hal tersebut dikarenakan endapan yang telah tersaring atau tertangkap di dalam saringan dan *freeboard* sudah mencapai maksimum dari kapasitas reaktor. Kapasitas maksimum tersebut ditandai dengan *clogging* pada reaktor.

Tekanan pada *pressure gauge* akan meningkat seiring bertambahnya waktu operasional *fluidized bed*. Hal tersebut dikarenakan meningkatnya *headloss* di dalam reaktor. Peletakkan *pressure gauge* juga mempengaruhi pembacaan tekanan. Semakin tinggi peletakkan *pressure gauge* maka semakin kecil tekanan yang akan terbaca. Tekanan dalam reaktor kemudian akan menurun atau kosntan setelah waktu induksi. Hal tersebut menandakan bahwa kristal telah terbentuk dan kemudian akan terjadi *clogging* karena endapan sudah menumpuk di dalam saringan.

4.2.8 Produktifitas Reaktor *Fluidized Bed*

Reaktor *fluidized bed* mampu menjadi solusi terhadap masalah kekurangan fosfat di masa mendatang. Penggunaan reaktor *fluidized bed* mampu menyisihkan kandungan fosfat di dalam air limbah hingga 85%. Berdasarkan hasil penelitian ini, konfigurasi reaktor terbaik ialah dengan menggunakan rasio resirkulasi 9 dengan *hydraulic loading rate* sebesar 0,39 L/m. *Recovery* kandungan fosfat dan amonium dengan menggunakan reaktor *fluidized bed* akan menghasilkan beberapa jenis kristal, diantaranya *newberyite*, *bobierrite*, *brucite*, *struvite*, dan *fluoroapatite* yang akan menempel pada dinding freeboard, saringan, dan bak outlet. Pengendapan pada bak outlet disebabkan karena kristal yang terbentuk belum mencapai diameter saringan yang dipasang namun sudah terdorong oleh aliran masuk menuju ke bak outlet.

Pada tabel 4.11 dapat dilihat data *mass balance* reaktor *fluidized bed* dalam menghasilkan kristal. Dalam mengevaluasi kinerja reaktor, perlu ditinjau kemampuan reaktor dalam menghasilkan produk yang diinginkan. Produk yang diinginkan ialah produk yang menempel pada saringan dan dinding reaktor. Berdasarkan Tabel 4.12 dapat diketahui bahwa dengan penggunaan rasio resirkulasi optimum, produk yang dihasilkan oleh reaktor *fluidised bed* ialah 2,01 g per liter. Gambar endapan yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.19.



Gambar 4.19 Endapan yang Terbentuk dan Tersaring di dalam Reaktor *Fluidized Bed* : (a) Saringan Dekat dengan Inlet, (b) Saringan Dekat dengan Badan Reaktor dan (c) Saringan Pada Freeboard

Tabel 4.11 Mass Balance Reaktor Fluidized Bed

No	Rasio Resirkulasi	Hydraulic Loading rate (L/m)	Masuk (g/L)			Terecovery (g/L)	Outlet (g/L)	Sisa (g/L)		
			PO ₄	NH ₄	Mg			PO ₄	NH ₄	Mg
1	9	0,39 L/m	1.96	1.61	1.01	2.01	0.28	0.87	0.81	0.61
2		0,59 L/m	1.83	1.78	0.81	1.85	0.14	0.95	0.97	0.50
3		0,79 L/m	1.80	1.47	1.00	1.64	0.20	0.90	0.86	0.66
1	6	0,39 L/m	1.80	1.71	0.84	1.71	0.12	0.95	0.98	0.59
2		0,59 L/m	1.87	1.60	0.81	1.66	0.10	1.00	0.96	0.56
3		0,79 L/m	1.87	1.56	0.59	1.58	0.11	0.97	0.93	0.44
1	3	0,39 L/m	1.63	1.52	0.65	1.46	0.19	0.83	0.82	0.49
2		0,59 L/m	1.90	1.58	0.50	1.48	0.16	0.98	0.90	0.47
3		0,79 L/m	1.70	1.47	0.83	1.31	0.22	0.84	0.81	0.83

Keterangan

1. Masuk (mg/L) = Massa Kandungan fosfat, ammonium, dan magnesium yang masuk ke dalam reaktor
2. Terecovery (mg/L) = Massa kristal yang terbentuk di dalam reaktor
3. Outlet (mg/L) = Massa kristal yang tidak Terecovery dan hanyut dalam bak efluen
4. Sisa (mg/L) = Massa kandungan fosfat, ammonium, dan magnesium yang tersisa pada air efluen

Tabel 4.12 Produktifitas Reaktor *Fluidized Bed*

No	Rasio Resirkulasi	HLR (L/m)	Berat Produk yang Diperoleh (g)	V Air Limbah (L)	Produktifitas (g produk/L)
1	9	0,39	120.61	60	2.01
2		0,59	153.77	83	1.85
3		0,79	156.00	95	1.64
1	6	0,39	102.70	60	1.71
2		0,59	137.93	83	1.66
3		0,79	149.63	95	1.58
1	3	0,39	87.68	60	1.46
2		0,59	122.44	83	1.48
3		0,79	124.31	95	1.31

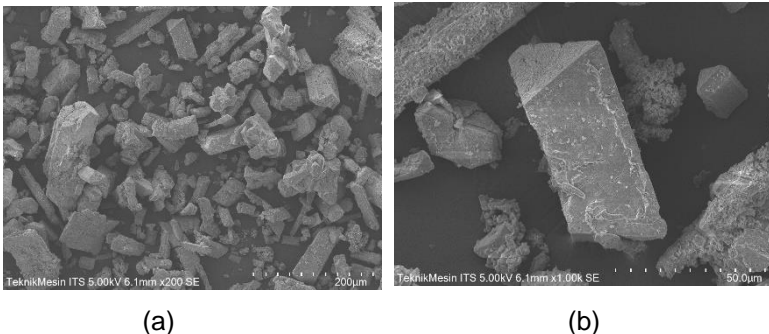
Berdasarkan Tabel 4.12 dapat diketahui bahwa dengan meningkatnya rasio resirkulasi dan menurunnya *hydraulic loading rate* produk yang dihasilkan akan lebih banyak. Hal tersebut dikarenakan proses nukleasi dan pembentukan kristal yang terjadi jauh lebih lama. lama waktu induksi tiap variasi telah dibuktikan pada Tabel 4.5.

4.3 Karakteristik Kristal yang Terbentuk

Karakteristik kristal yang terbentuk dapat dilakukan dengan tiga analisis. Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) digunakan untuk mengamati karakteristik permukaan atau morfologi kristal yang terbentuk. Analisis EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) digunakan untuk menganalisis unsur-unsur penyusun kristal yang terbentuk. Analisis XRD (*X-Ray Powder Diffractions*) untuk mengetahui senyawa penyusun kristal yang terbentuk. Sampel yang dianalisis ialah kristal yang terbentuk pada rasio resirkulasi dan *hydraulic loading rate* optimum, yaitu 9 dan 0,39 L/m. Rasio resirkulasi 6 dan *hydraulic loading rate* 0,39 L/m dianalisis untuk dijadikan sebagai pembanding.

4.3.1 Hasil Analisis SEM dan EDX pada *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9

Analisis SEM dan EDX dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material, Departemen Teknik Mesin, ITS. Sebelum dilakukan proses analisis SEM dan EDX dilakukan proses *coating* pada Laboratorium Energi, LPPM ITS. *Coating* dilakukan untuk menambah konduktivitas sampel, sehingga gambar yang dihasilkan akan lebih jelas. Sebelum dianalisis, sampel dikeringkan terlebih dahulu di dalam desikator selama 48 Jam. Sampel dianalisis menggunakan perbesaran 100x dan 1000x.



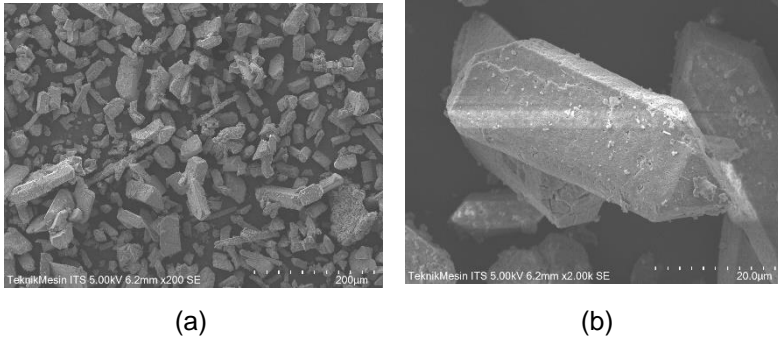
(a) (b)
Gambar 4.20 Hasil Analisis SEM pada *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9: (a) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 100 Kali (b) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 1000 Kali

Berdasarkan Gambar diatas dapat dilihat bahwa, kristal yang terbentuk menyerupai kubus memanjang. Bentuk presipitat yang diamatin menyerupai bentuk kristal *struvite* pada penelitian Cho *et al* (2009) dan Zhang *et al* (2009). Pada permukaan kristal yang terbentuk terdapat sedikit endapan yang menempel dan lubang. Hal tersebut dikarenakan ada kandungan ion pengotor yang ikut bereaksi dengan *struvite*. Beberapa ion pengotor yang ikut bereaksi ialah silika, fluor, dan kalsium.

Bentuk *struvite* yang menyerupai kubus memanjang ini disebabkan oleh kandungan kalsium dan sulfat. Hal tersebut disesuaikan dengan penelitian Cho *et al* (2009) dan Zhang *et al* (2009) yang memiliki kandungan kalsium dan sulfat yang tinggi di dalam air limbahnya.

4.3.2 Hasil Analisis SEM dan EDX pada *Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m* dengan Rasio Resirkulasi 6

Hasil analisis SEM pada *hydraulic loading rate 0,39 L/m* dengan rasio resirkulasi 6 dapat dilihat pada Gambar 4.21



(a) (b)
Gambar 4.21 Hasil Analisis SEM pada *Hydraulic Loading Rate 0,39 L/m* dengan Rasio Resirkulasi 6: (a) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 100 Kali (b) Hasil Analisis SEM dengan Perbesaran 2000 Kali

Pada Gambar 4.21 (a) dan (b) dapat dilihat bahwa, kristal yang terbentuk hampir sama dengan kristal yang terbentuk pada rasio resirkulasi 9. Hanya saja diameter kristal yang terbentuk jauh lebih besar pada rasio resirkulasi 9. Hal tersebut sesuai dengan teori proses resirkulasi, bahwa semakin banyak proses resirkulasi yang dilakukan maka semakin besar pula diameter kristal yang dihasilkan. Pada resirkulasi 9, pertumbuhan kristal yang terjadi lebih lama karena nuklei yang terbentuk lebih banyak. Nuklei yang terbentuk memberikan luas permukaan reaksi untuk ion-ion yang ada di dalam air limbah. Pada rasio resirkulasi 6, kristal yang terbentuk lebih banyak lubang pada kristal yang terbentuk dan endapan. Hal tersebut dikarenakan adanya gangguan dari ion fluor. Ion pengotor yang menempel dengan kristal *struvite* dapat dibuktikan persentasenya dari analisis EDS.

Bentuk kristal pada rasio resirkulasi 9 dan 6 cenderung sama namun ukuran kristal yang terbentuk jauh lebih besar pada rasio resirkulasi 9. Dapat dilihat dari perbesaran yang lebih kecil, hasil dihasilkan pada rasio resirkulasi 9 jauh lebih besar. Hal

tersebut sesuai dengan penelitian Tarrago *et al* (2016) yang menyatakan bahwa dengan meningkatkan waktu reaksi dan nukleasi di dalam reaktor dapat meningkatkan ukuran kristal yang terbentuk. Pada rasio resirkulasi 9 waktu reaksi dan waktu induksi jauh lebih lama dibandingkan dengan rasio resirkulasi 6. Secara teori dan kondisi lapangan, kristal yang terbentuk dengan rasio resirkulasi 9 lebih besar dan lebih murni dibandingkan dengan rasio resirkulasi 6

4.3.3 Hasil Analisis XRD pada *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m dengan Rasio Resirkulasi 9 dan 6

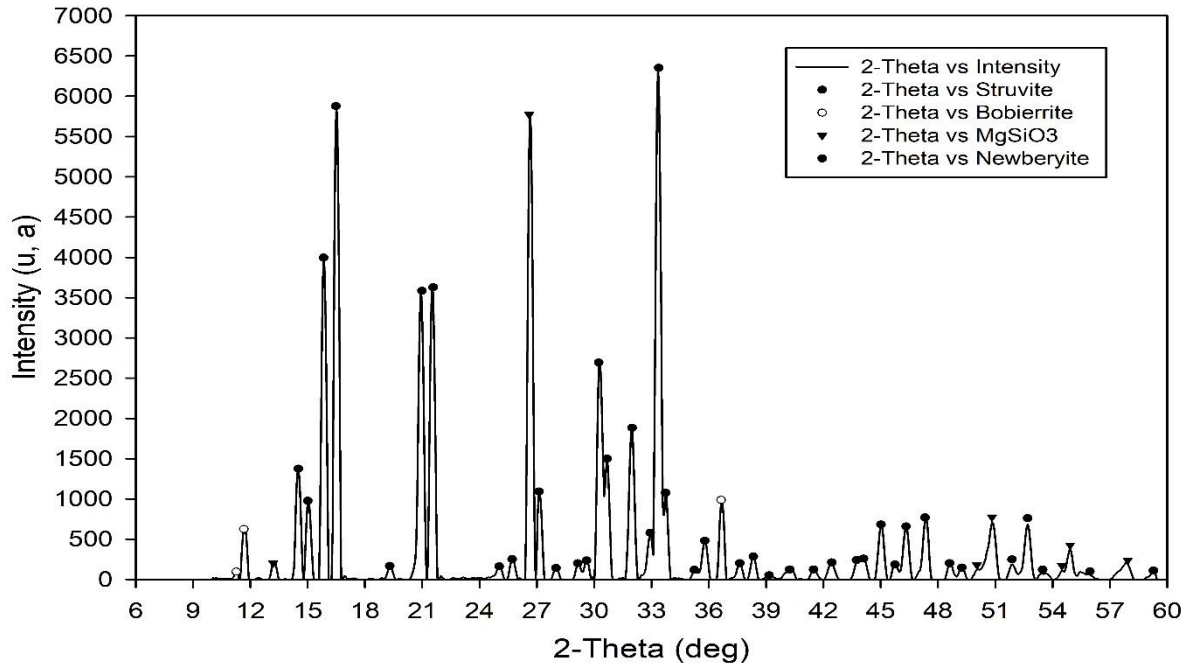
Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi zat yang terkandung pada produk yang dihasilkan. Sampel yang dianalisis XRD ialah sampel rasio resirkulasi 9 dan 6 dengan *Hydraulic Loading Rate* ialah 0,39 L/m. Analisis XRD dilakukan di NTUST Taiwan. Dalam analisis XRD ini sudut yang digunakan ialah 60 derajat.

Hasil analisis XRD ini kemudian diolah dengan menggunakan aplikasi "*Match! Phase Identification from Powder Diffraction*" versi 3.6.2.121. Prosedur penggunaan aplikasi *Match* dapat dilihat pada Lampiran F. Aplikasi tersebut menganalisis komposisi penyusun zat berdasarkan titik puncak intensitas yang dipantulkan pada sampel. Aplikasi "*Match! Phase Identification from Powder Diffraction*" juga dapat diketahui persentase komposisi dari masing masing zat. Pada Tabel 4.13 dapat dilihat komposisi penyusun dari produk yang dihasilkan dan beratnya.

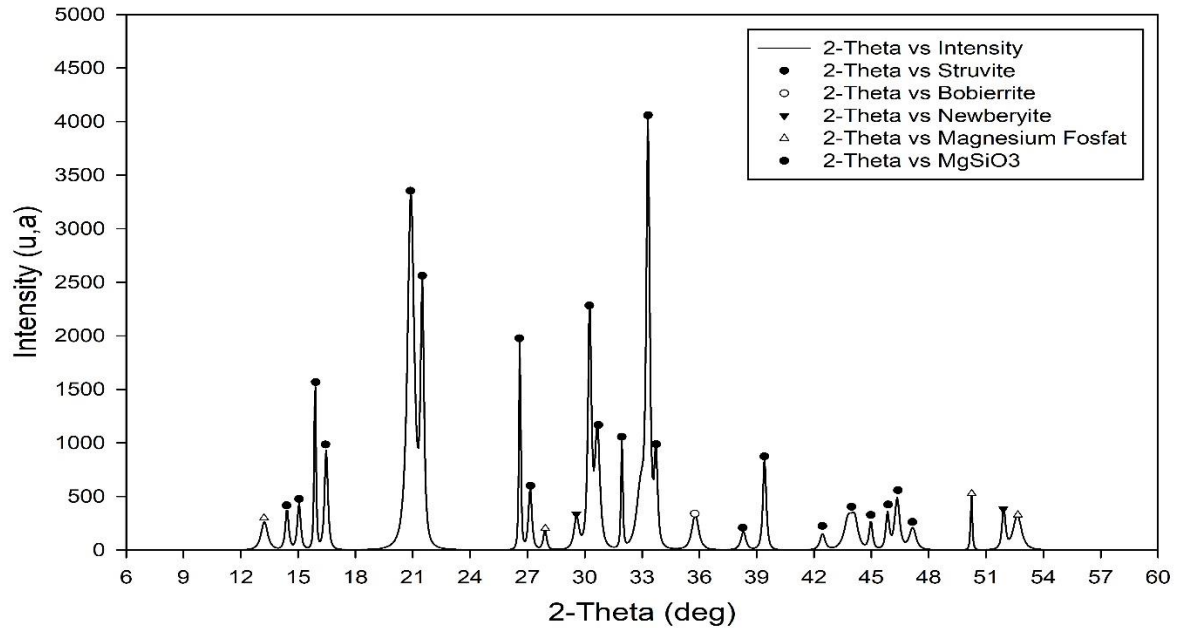
Berdasarkan gambar 4.22 dan 4.23 dapat dilihat bahwa komposisi kristal pada rasio resirkulasi 9 lebih murni daripada rasio resirkulasi 6. Pada rasio resirkulasi 9, kristal yang terbentuk yaitu *struvite* dengan sedikit kristal lain yaitu *newberyite*, *bobierite* dan $MgSiO_3$. Sedangkan pada rasio resirkulasi 6, kristal yang terbentuk ialah *struvite*, *bobierite*, *newberyite*, $MgSiO_3$ dan magnesium phosphate hydrate. Namun tetap kadar *struvite* yang dihasilkan masih tetap yang paling tinggi. Beberapa kristal *struvite* yang terbentuk merupakan kristal murni. Hal tersebut disesuaikan dengan penelitian Lu *et al* (2016) dan Diwani *et al* (2006) yang menyebutkan bahwa *struvite* murni akan terbentuk pada sudut 2-theta 17, 21, 30, 31, 33, 45, dan 60. Beberapa sudut tersebut terbaca pada hasil XRD rasio resirkulasi 9 dan 6. *Struvite* dengan

sudut 2-theta yang sama banyak ditemukan pada rasio resirkulasi 9. Oleh karena itu, *struvite* yang dihasilkan pada rasio resirkulasi 9 akan lebih murni daripada rasio resirkulasi 6.

Pada rasio resirkulasi 6 terbentuk senyawa magnesium fosfat yang tidak terbentuk pada rasio resirkulasi 6. Terbentuknya magnesium fosfat terjadi pada kondisi pH 8.6 – 9 atau pada kondisi basa (Fitriana dan Warmadewanthi, 2016). Pada saat resirkulasi, pH pada saat proses memang akan meningkat. Peningkatan pada rasio resirkulasi 6 lebih tinggi dibandingkan dengan rasio resirkulasi 9. Proses resirkulasi yang meningkat akan menjaga pH pada kondisi yang stabil. Hasil tersebut sesuai dengan perhitungan kemurnian *struvite* pada produk di Lampiran E. Persentase kemurnian *struvite* pada produk yang dihasilkan untuk rasio resirkulasi 9 lebih tinggi daripada rasio resirkulasi 6, yaitu 98,7%.



Gambar 4.22 Grafik Analisis XRD pada Rasio Resirkulasi 9 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m



Gambar 4.23 Grafik Analisis XRD pada Rasio Resirkulasi 6 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m

Tabel 4.13 Persentase dan Berat Senyawa Penyusun Produk

No	Rasio Resirkulasi	Zat	Persentase	Total Produk (g)	Berat Zat (g)
1	9	<i>Struvite</i>	80%	1542	1233,60
2		MgSiO ₃	13%		200,46
3		<i>Newberyite</i>	5%		77,10
4		<i>Bobierite</i>	2%		30,84
1	6	<i>Struvite</i>	54%	1032	557,28
2		Mg ₂ (PO ₂) ₂	14%		144,48
3		MgSiO ₂	15%		156,86
4		<i>Bobierite</i>	9%		91,85
5		<i>Newberyite</i>	8%		83,59

Berdasarkan Tabel 4.13 persentase kristal *struvite* pada produk yang dihasilkan ialah 54% untuk rasio resirkulasi 6. Kadar *struvite* yang dihasilkan rendah namun ion pengotor yang menempel dengan kristal jauh lebih kecil. Hal ini disebabkan oleh adanya proses resirkulasi sehingga nuklei yang terbentuk jauh lebih cepat bereaksi dengan nuklei lain yang sejenis. Sehingga terjadi kompetisi antara ion pengotor dengan magnesium, ammonium, dan fosfat untuk membentuk *struvite*.

Berdasarkan hasil analisis XRD, *hydraulic loading rate* dan rasio resirkulasi optimum yang terbaik ialah 0,39 L/m dan 9. Pada penggunaan rasio resirkulasi 9, kandungan *Struvite* pada produk ialah 80%. Persentase *recovery* kandungan fosfat lebih tinggi 6,91%, sementara amonium lebih tinggi 3,9% jika dibandingkan dengan rasio resirkulasi 6. Persentase *recovery* amonium yang lebih tinggi menunjukkan bahwa lebih banyak amonium yang bereaksi membentuk produk. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Wang (2006), kandungan amonium yang lebih tinggi dapat meningkatkan kemurnian kristal yang dihasilkan.

4.3.4 *Wet Analysis*

Produk yang terbentuk dari penggunaan kecepatan aliran terbaik pada setiap variabel *seed material* dianalisa kandungan Mg, NH₄⁺ dan PO₄³⁻ dengan metoda *wet analysis*. Analisa ini

bertujuan untuk mengetahui kandungan 3 elemen utama pembentuk *Struvite* tersebut. Hasil *wet analysis* untuk kristal yang terbentuk pada *hydraulic loading rate* optimum yaitu 0,39 L/m dapat dilihat pada Tabel 4.14.

Tabel 4.14 Hasil *Wet Analysis*

HLR (L/m)	Rasio Resirkulasi	Fosfat	Ammonium	Magnesium
0,39	9	1,00	0,92	1,72
	6	1,00	0,82	2,45
	3	1,00	0,79	2,51

Berdasarkan Tabel 4.21, dapat dilihat bahwa rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]:[\text{Mg}^{2+}]$ tidak bernilai 1:1:1 seperti rasio molar ideal *struvite*. Hal tersebut disebabkan produk yang dihasilkan mengandung zat pengotor atau senyawa pengotor yang terbentuk selama proses pengolahan. Kandungan magnesium yang cenderung tinggi disebabkan, magnesium tidak bereaksi sepenuhnya menjadi *Struvite* karena senyawa lain ikut terbentuk.

Pada resirkulasi 9, molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]:[\text{Mg}^{2+}]$ paling, mendekati 1:1:1. Hal tersebut sesuai dengan analisis XRD pada Gambar 4.19 yang menyatakan bahwa *struvite* paling banyak terbentuk pada variasi tersebut. Selain *struvite* beberapa kristal lain yang terbentuk yaitu MgSiO_3 , *bobierrite*, *magnesium phosphate*, serta *newberyite* dalam jumlah yang kecil. Perbandingan molar dari hasil *wet analysis*, dapat digunakan untuk menghitung kemurnian *struvite* pada produk yang terbentuk. Perhitungan kemurnian *struvite* pada produk yang terbentuk dapat dilihat pada lampiran E. Kemurnian *struvite* pada rasio resirkulasi 9 ialah 98,7%; rasio resirkulasi 6 ialah 85,6% dan rasio resirkulasi 3 ialah 74,3%

halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka kesimpulan yang diperoleh ialah:

1. Rasio resirkulasi optimum dalam proses pengolahan limbah cair industri pupuk ialah 9. Penggunaan rasio resirkulasi 9 dapat menyisihkan konsentrasi fosfat dalam limbah cair sebesar 55,71% dan konsentrasi ammonium sebesar 49,69%.
2. *Hydraulic loading rate* optimum dalam proses pengolahan limbah cair industri pupuk ialah 0,39 L/m. Semakin kecil *hydraulic loading rate* maka semakin besar efisiensi penyisihan fosfat dan ammonium.
3. Berdasarkan hasil analisis SEM, kristal yang terbentuk pada konfigurasi optimum berbentuk kubus memanjang. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa kadar *struvite* pada produk yang terbentuk ialah 80%.

5.2 Saran

Saran yang diberikan untuk penelitian lanjutan ialah sebagai berikut:

1. Diperlukan pengontrolan pH secara otomatis pada reaktor agar pH selama proses fluidisasi tetap pada pH 8.5.
2. Diperlukannya pengaturan inlet resirkulasi yang berbeda dengan inlet air limbah agar kristal yang terbentuk saat resirkulasi tidak mengendap pada bak inlet air limbah.
3. Diperlukannya analisis potasium pada awal dan akhir proses karena potasium mampu menghambat magnesium dalam pembentukan kristal.
4. Peningkatan kandungan *struvite* dalam air limbah dapat dilakukan dengan menggunakan *struvite* sebagai *seed material* dengan proses resirkulasi.

halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Abma, W. R., Driessen, W., & Haarhuis, R. (2010). Upgrading of Sewage Treatment Plant by Sustainable and Cost Effective Separate Treatment of Industrial Wastewater. *Water Science and Technology*, 61(7), 1715-1722.
- Adnan, A., Dastur, M., Mavinic, D.S., & Koch, F.A. (2004). Preliminary Investigation into Factors Affecting Controlled Struvite Crystallization at The Bench Scale. *Environmental Engineering Journals*, 3, 195-202.
- Anggrainy, A.D. Bagastyo, A.Y., & Hermana, J. (2014). Pengaruh pH dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Proses Kristalisasi Fosfat Berkonsentrasi Rendah dalam Air Limbah. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Lingkungan XI*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Aldaco, R., Garea, A., & Irabien, A. (2007). Particle Growth Kinetics of Calcium Fluoride in a Fluidized Bed Reactor. *Chemical Engineering Science*, 62, 2958 – 2966.
- Aldaco, R., Irabien, A., & Luis, P. (2005). Fluidized Bed Reactor for Fluoride Removal. *Chemical Engineering Journal*, 107, 113-117.
- APHA, AWWA, & WPCF. (1999). Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 22nd edition. Washington: APHA, AWWA, WPCF.
- Ariyanto, E., Ang, H.M., Sen, T.K. (2013). Impact of Various Physico-Chemical Parameters on Spontaneous Nucleation of Struvite Formation in a Wastewater Treatment Plant: Kinetics and Nucleation Mechanism. *Desalination and Water Treatment*, 52, 6620-6631.
- Ayu, A. P & Suci, A. C. P. W. (2017). Evaluasi Pengolahan Limbah Cair pada Unit Equalizer PT Petrokimia Gresik. Surabaya: *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Bachtiar, Y.F.R. (2018). Studi Kristalisasi Struvite pada Air Limbah Industri Pupuk dengan Menggunakan Reaktor Fluidized Bed. Surabaya: *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Bhuiyan, M. I. H., Mavinic, D. S., & Kochl, F. A. (2008). Phosphorus Recovery from Wastewater Through Struvite Formation in Fluidized Bed Reactors. *A Sustainable Approach*.

- Bowers, K. E. & Westerman, P.W. (2005). Performance of Cone-Shaped Fluidized Bed Struvite Crystallizers in Removing Phosphorus from Wastewater. *Chemical Engineering Science*, 48(3), 1-8.
- Chen, J.P., & Yu, H. (2008). Lead Removal from Synthetic Wastewater By Crystallization in a Fluidized bed Reactor. *Journal of Environmental Science and Health*, A35(6), 817-835.
- Chimenos, J.M., Fernandes, A., Hernandez, L., Haurie, F., Espiell, & Ayora, C. (2006). Optimization of Phosphate Removal in Anodizing Aluminium Wastewater. *Water Research*, 40(1), 137 – 143.
- Cho, J.H., Lee, J.E., & Ra, C.S. (2009). Microwave Irradiation as A Way to Reutilize the Recovered Struvite Slurry and to Enhance System Performance. *J. Anim. Sci. Technol.*, 51, 337–342.
- Cornel, P. & Shaum, C. (2009). Phosphorus Recovery from Wastewater: Needs, Technologies and Cost. *Water Science and Technology*, 59(6), 1069-1076.
- de-Bashan, L.E., & Bashan, Y. (2004). Recent Advances in Removing Phosphorus from Wastewater and Its Future Use as Fertilizer (1997–2003). *Water Res.*, 38(19), 4222–4246.
- Dewi, F.D., & Masduqi, A. (2003). Penyisihan Fosfat dengan Proses Kristalisasi dalam Reaktor Terfluidisasi Menggunakan Media Pasir Silika. *Jurnal Purifikasi*, 4(4), 151-156.
- Diwani, G.E., Rafie, S.E., Ibiari, N.N.E., dan El-Aila, H.I. (2006). Recovery of Ammonium Nitrogen from Industrial Waste Treatment as Struvite Slow Releasing Fertilizer. *Science Direct: Desalination*, 214, 200-214.
- Ferguson, S., Morris, G., Hao, H., Barrett, M., & Glennon, B. (2014). Automated Self Seeding of Batch Crystallizations Via Plug Flow Seed Generation. *Chemical Engineering Research*, 92, 2534-2541.
- Fogler, H.S. & Gurmen, M.N. (2008). Elements of Chemical Reaction Engineering 4th Edition. Michigan: *University of Michigan*.

- Guardie, A., & Xia, S. (2012). Evaluating Factors Affecting Phosphorus Recovery and Recovery from Wastewater using Fluidized Bed Reactor. *Proceeding of the 12th Symposium on Sustainable Water Resources Development*. 26 – 27 Juni 2012, Arba Minch.
- Huang, H., Liu, J., & Zhang, P. (2017). Investigation on the Simultaneous Recovery of Fluoride, Amonium Nitrogen and Phosphate from Semiconductor Wastewater Using Chemical Precipitation. *Chemical Engineering Journal*, 307, 696-706.
- Huang, H., Zhang, D., Guom, G., Jiang, Y., Wang, M., Zhang, P., & Ling, J. (2018). Dolomite Application for The Removal of Nutrients from Synthetic Swine Wastewater by A Novel Combined Electrochemical Process. *Chem. Eng. J.*, 335, 665–675.
- Huchzermeier, M.P., & Tao, W.D. (2012). Overcoming Challenges to Struvite Recovery from Anaerobically Digested Dairy Manure. *Water Environ. Res.*, 84(1), 34–41.
- Ikhlas, N. (2017). Pengaruh Ph, Rasio Molar, Jenis Presipitan, dan Ion Pengganggu dalam Recovery Amonium dan Fosfat Pada Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Metode Presipitasi Struvite. Surabaya: *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Iswarani, W. (2018). Recovery Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik menggunakan Teknik Aerasi dan Presipitasi. Surabaya: *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Koch, F. A., Mavinic, S. & Yonemitsu, N. (2009). Fluidized Bed Wastewater Treatment. US: *United States Patent US*.
- Kozik, A., Elektorowicz, M., dan Oleoszkiewicz. (2014). Continuous Reaction Crystalization of Struvite from Diluted Aqueous Solution of Fosfat (V) Ions in the Presence of Magneisum Ion Excess. *Chemical Engineering Research and Design*, 92, 481-490.
- Le Corre, K.S., Jones, E.V., Hobbs, P., Jefferson, B., & Parsons, S.A. (2007). Struvite Crystallisation and Recovery Using a Stainlesssteel Structure as a Seed Material. *Water Res.*, 41, 2449-2456.

- Le Corre, K.S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P., & Parshon, S.A. (2009). Phosphorus Recovery from Wastewater by Struvite Crystallization: A Review. *Environ. Sci. Technol.*, 39(6), 433–477.
- Li, B., Boiarkina, I., Young, B., Yu, W., & Singhal, N. (2018). Prediction of Future Phosphate Rock: A Demand Based Model. *J. Environ. Inf.*, 1, 41–53.
- Li, B., Bioarkina, I., Yu, W., Huang, H.M., Munir, T., Wang, G.Q., & Young, B.R. (2018). Phosphorus Recovery Through Struvite Crystallization: Challenges for Future Design. *Science of the Total Environment*, 1244 – 1256.
- Li, Y., Wang, J., Luan, Z., & Liang, Z. (2010). Arsenic Removal from Aqueous Solution Using Ferrous Based Red Mud Sludge. *Journal of Hazardous Material*, 177(1-3), 131-137.
- Lu, X., Shih, K., Li, X., Liu, G., Zeng, E.Y., dan Wang, F. (2016). Accuracy and Application of Quantitative X-ray Diffraction on The Precipitation of struvite Product. *Sciebcce Direct: Water Research*, 90, 9-14.
- Matynia, A., Koralewska, J., Wierzbowska, B., & Piotrowski, K. (2006). The Influence of Process Parameters on Struvite Continuous Crystallisation Kinetics. *Chem. Eng. Commun*, 193, 160-176.
- Morse, G.K., Brett, S.W., Guy, J.A. & Lester, J.N. (1998). Review: Phosphorus Removal and Recovery Technologies. *The Science of the Total Environment*, 212, 69-81.
- Mustovo, M., Wentzel, M.C., & Ekama, G.A. (2000). Integrated Chemical-physical Processes Modelling II: Simulating Aeration Treatment of Anaerobic Digester Supernatants. *Water Research*, 34(6), 1868 – 1880.
- Normahani. (2015). Mengenal Pupuk Fosfat dan Fungsinya Bagi Tanaman. Jakarta: *Balai Penelitian dan Pengembangan Pertanian*.
- Nugraha, Candra., Yamardi, Denis., & Khodi, M.S. (2014). Laporan Kerja Pratik di Bagian Ammonium Sulfat II (ZA II) Departemen Produksi III PT Petrikimia Gresik. Jakarta: *Universitas Indonesia*.
- Ohlinger, K.N., Young, T.M., & Schroeder, E.D. (2000). Postdigestion Struvite Precipitation Using A Fluidized Bed

- Reactor. *Journal of Environmental Engineering*, 126, 361:368.
- Ohlinger, K.N. & Mahmood, R.J. (2003). Struvite Scale Potential Determination Using a Computer Model. *World Water & Environmental Resources Congress in Philadelphia*, 32(12), 3607-3614.
- Omar, W., & Ulrich, J. (2003). Influence of Crystallization Conditions on The Mechanism and Rate of Crystal Growth of Potassium Sulphate. *Cryst. Res. Technol.*, 38(1), 34–41.
- Panasiuk, O. (2010). Phosphorus Removal and Recovery from Wastewater Using Magnetite. Stockholm: *KTH Royal Institute of Technology*.
- Pastor, L., Mangin, D., Ferrer, J., & Seco, A. (2010). Struvite Formation from The Supernatants of An Anaerobic Digestion Pilot Plant. *Bioresour. Technol.*, 101(1), 118–125.
- Peng, L., Dai, H., Wu, Y., Peng, Y., & Lu, X. (2018). A Comprehensive Review of Phosphorus Recovery from Wastewater by Crystallization Processes. *Chemosphere*, 197, 768 – 781.
- Piekema, P., & Giesen, A. (2001). Phosphate Recovery By The Crystallisation Process: Experience and developments. Netherlands: *DHV Water BV*.
- Pratama, R.R.P. (2015). Recovery Amonium dan Fosfat Limbah Cair PT Petrokimia Gresik melalui Proses Presipitasi menggunakan Magnesium. Surabaya: *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Rahaman, M. S., Ellis, N. & Mavinic, D.S. (2008). Effects of Various Process Parameters on Struvite Precipitation Kinetics and Subsequent Determination of Rate Constants. *Wat. Sci. Tech.*, 57(5), 647 – 654.
- Rahman, M. M. (2014). Production of slow release crystal fertilizer from wastewaters through Struvite crystallization – A review. *Arabian Journal of Chemistry*, 7, 139-155.
- Rahman, T. (2000). *Nutrisi dan Energi Tumbuhan*. Bandung: *Universitas Pendidikan Indonesia*.
- Reinhard, C., Planavsky, N., Gill, B.C., Ozaki, K., Robbins, L., Lyons, T.W., Fischer, W.W., Wang, C., Cole, D.B., &

- Konhauser, K. (2017). Evolution of The Global Phosphorus Cycle. *Nature*, 541, 386–389.
- Rinawati, H.D., Mauren, M., & Gujer, W. (2007). Struvite Precipitation Thermodynamics in Source-Separated Urine. *Water Research*, 5, 977-984.
- Ronteltap, M. (2009). Phosphorus Recovery from Source Separated Urine through the Precipitation of Struvite. Zurich: *Swiss Federal Institute of Technology Zurich*.
- Rusli, P. R. (2011). Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida Fasa Anatase dengan Metode Sol Gel. Medan: *Universitas Negeri Medan*.
- Ryu, H.D., Kim, D., & Lee, S.I. (2008). Application of Struvite Precipitation in Treating Ammonium Nitrogen from Semiconductor Wastewater. *Journal of Hazardous Materials*, 156, 163-169.
- S. Katak, H., West, M., Clarke, & Baruah, D.C. (2016). Phosphorus Recovery as Struvite: Recent Concerns for Use of Seed, Alternative Mg Source, Nitrogen Conservation and Fertilizer Potential. *Resource Conservation Recycle*, 107, 142–156.
- Sahoo, S. (2012). Fluidized Bed Reactor: Design and Application for Abatement of Fluoride. Rourkela: *Institut Teknologi Nasional Rourkela*.
- Saraswati. (2015). <http://kttssaraswati.blogspot.com> (diakses pada tanggal 4 Januari 2018).
- Sokol, W. (2003). Digested Wastewater Treatment by Using 3 Step od Fluidized Bed Reactor by Using Low Density. *Biochemical Engineering Journal*, 15, 1-10.
- Suharto. (2011). Limbah Kimia dalam Pencemaran Udara dan Air. Yogyakarta: *Andi Offset*.
- Tang, P., & Ma, H. (2016). Effects of Solution pH and Seed Material on MAP. *International Journal of Environmental Protection and Policy*, 4(6), 171-177.
- Tarrago, E. (2016). Controlling Struvite Particles Size Using the Up-Flow Velocity. *Chemical Engineering Journal*, 302, 819-827.
- Wang, J., Burken, J.G., Zhang, X., & Surampali, R. (2005). Engineered Struvite Precipitation: Impact of Component-

- Ion Molar Ratios and pH. *Journal of Environmental Engineering*, 13J(10), 1433-1440.
- Wang, J., Burken, J.G., & Zhang, X.Q. (2006). Efek Seeding Materials dan Kecepatan Pengadukan pada Presipitasi Struvite. *Penelitian Lingkungan Air*, 78, 125–132.
- Warmadewanthi, Citraningrum, H.M., & Liu, J.C. (2012). Prediction, Formation, Environmental Impact Chapter 1: Presipitation of Anions: Chemistry, Prediction, and Environmental Application. *Nova Science Publishers, Inc.*
- Warmadewanthi & Sudarma, W. (2010). Pengolahan Ammonium Nitrogen ($\text{NH}_4^+\text{-N}$) pada Lindi TPA Benowo dengan Presipitasi Struvite (Magnesium Ammonium Phosphat) Menggunakan Continous Flow Stirred Tank Reactor. Surabaya: *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Yu, R., Geng, J., Ren, H., Wang, Y., & Xu, K. (2013). Struvite Pyrolysate Recycling Combined with Dry Pyrolysis for Ammonium Removal from Wastewater. *Bioresour. Technol.*, 132, 154-159.
- Zhang, L., Zheng, P., & Jin, R. (2009). Anaerobic Ammonium Oxidation for Treatment of Ammonium Rich Wastewater. *Journal of Environmental Engineering*, 9(5), 418-426.
- Zhi, L., Ye, X., & Lou, Y. (2018). Occurrence of Veterinary Antibiotics in Struvite Recovery from Swine Wastewater By Using A Fluidized Bed. 12 (3).

halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN A PERHITUNGAN KEBUTUHAN $MgCl_2$

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

$$\begin{aligned} Mg^{2+} &= 1,5 \times [PO_4^{3-}] \\ &= 1,5 \times (x/Mr PO_4^{3-}) \\ &= 1,5 \times (x/95 \text{ g/mol}) \\ &= 0,0158x \text{ mol} \\ Mg^{2+} \text{ (mg/L)} &= 0,0158x \text{ mol} \times Mr Mg \\ &= 0,0158x \text{ mol} \times 24 \text{ g/mol} \\ Mg^{2+} \text{ (mg/L)} &= 0,3789x \text{ g/L} = 378,9x \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Kadar magnesium dalam limbah cair sebesar y mg/L, maka magnesium yang perlu ditambahkan sebanyak $(378,9x - y)$ mg/L. Air sampel yang digunakan menggunakan volume sampel pada penelitian sebeumnya sebanyak 259,638 L. Hal itu dilakukan untuk peneitian pendahuluan. Kemudian setelah mendapatkan waktu detensi, kebutuhan $MgCl_2$ disesuaikan dengan waktu tersebut. Maka $MgCl_2$ yang ditambahkan sebanyak:

$$\begin{aligned} \text{Berat } MgCl_2 \text{ yang dibutuhkan} &= \text{Kebutuhan} \times 259,638 \times (Mr MgCl_2 \cdot 6H_2O / Mr Mg) \\ &= (378,9x - y) \text{ mg/L} \times 259,638 \text{ L} \times (203,3/24) \\ &= (378,9x - y) \text{ mg/L} \times 2199,35 \text{ L} \\ \text{Berat } MgCl_2 \text{ yang dibutuhkan} &= 833333,715x - 2199,35y \end{aligned}$$

halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN B

PROSEDUR ANALISIS LABORATORIUM

1. Analisis pH

Alat dan Bahan

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

Prosedur Percobaan

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

2. Analisis TSS

Alat dan Bahan

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

Prosedur Percobaan

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

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

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

Keterangan:

e = cawan kosong setelah di furnace 550°C dan di oven 105°C

f = cawan dan residu setelah di oven 105°C

g = volume sampel (mL)

3. Analisis COD

Alat dan Bahan

1. Larutan Kalium Dikromat K₂Cr₂O₇
2. Kristal Perak Sulfat (Ag₂SO₄) dicampur dengan Asam Sulfat (H₂SO₄)
3. Kristal Merkuri Sulfat (Hg₂SO₄)
4. Larutan Standart Ferro Amonium Sulfat 0,05 N
5. Larutan Indikator Fenantrolin Ferro Sulfat (Feroin)
6. Buret 50 mL 1 buah
7. Erlenmeyer COD 2 buah
8. Alat refluks dan pemanasnya
9. Pipet 10 mL, 5 mL
10. Beker glass 50 mL 1 buah

Prosedur Percobaan

1. Masukkan 0,4 g kristal Hg₂SO₄ ke dalam masing-masing erlenmeyer COD.

2. Tuangkan 20 mL air sampel dan 20 mL air aquadest (sebagai blanko) ke dalam masing masing erlenmeyer COD.
3. Tambahkan 10 mL larutan Kalium Dikromat ($K_2Cr_2O_7$) 0,1 N.
4. Tambahkan 30 mL larutan campuran H_2SO_4 dan Ag_2SO_4 .
5. Alirkan air pendingin pada kondenser dan pasang erlenmeyer COD.
6. Nyalakan alat pemanas dan refluks larutan tersebut selama 2 jam.
1. Biarkan erlenmeyer dingin dan tambahkan air aquadest melalui kondensor sampai volume 150 mL.
2. Lepaskan erlenmeyer dari kondensor dan tunggu sampai dingin.
3. Tambahkan 3-4 tetes indikator feroin.
4. Titrasi kedua larutan di erlenmeyer tersebut dengan larutan standart Fero
5. Amonium Sulfat 0,05 N hingga warna menjadi merah-coklat.
6. Hitung COD sampel dengan rumus berikut:

$$COD (mg/L O_2) = \frac{(a-b) \times N \times 8000}{vol\ sampel} \times f \times p$$

Dimana :

- a = mL FAS tirtrasi blanko
- b = mL FAS tirtrasi sampel
- N = Normalitas larutan FAS
- f = faktor (20/tirtran blanko kedua)
- p = pengenceran

4. Analisis Fluor

Alat dan Bahan

1. Spektrofotometer dan kuvet
2. Neraca analitik
3. *Aquadest*
4. NaF
5. HCl pekat
6. Zirkonil klorida oktahidrat ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$)

7. Garam SPADNS atau Natrium 2-(para sulfofenilazo) 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat
8. Natrium arsenit (NaAsO_2)

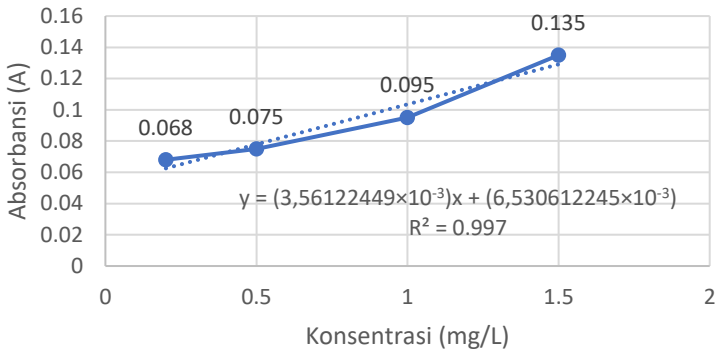
Prosedur Percobaan

1. Menyiapkan 2 buah erlenmeyer untuk sampel dan juga untuk blanko.
2. Blanko dibuat dengan cara mengencerkan 10 mL larutan SPADNS dengan aquadest sampai dengan volumenya 100 mL kemudian menambahkan 7 mL HCl pekat yang telah diencerkan menjadi 10 mL. Larutan tersebut selanjutnya dihomogenkan dan ditambahkan dengan 5 g NaAsO_2 , lalu diencerkan hingga volume 1000 mL.
3. Mengambil 50 mL sampel dan juga 50 mL blanko.
4. Menambahkan 10 mL larutan SPADNS-Asam zirkonil klorida ke dalam sampel dan blanko, lalu dikocok hingga homogen.
5. Membaca konsentrasi sampel pada panjang gelombang 450 nm.

Tabel Kurva Kalibrasi Fluorida

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (A)
0.2	0.068
0.5	0.075
1	0.095
1.5	0.135

Kurva Kalibrasi Fluor



halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN C HASIL ANALISIS

A. Konsentrasi Fosfat

1. Konsentrasi Fosfat Percobaan 1

td	Resirkulasi 9			td	Resirkulasi 6			td	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
0	1962	1703	1799	0	1627	1900	1870	0	1830	1800	1870
18	1855	1640	1680	13	1547	1820	1850	14	1760	1750	1800
26	1777	1533	1626	21	1483	1800	1800	18	1700	1550	1770
34	1678	1443	1590	28	1437	1700	1700	21	1610	1500	1720
43	1584	1409	1559	34	1390	1500	1500	26	900	1000	940
51	1527	1373	1524	40	1346	1450	1300	30	900	1050	870
59	1407	1341	1474	41	1301	1400	1200	34	920	1000	900
67	1369	1308	1442	49	841	750	1060	38	850	950	930
75	1285	1277	1412	56	839	700	1100	42	850	900	850
83	1209	1191	1380	64	774	700	1090	47	870	945	850
84	906	771	923	67	764	750	1100	48	900	850	870
87	873	855	951	69	751	750	1180	51	900	900	900
89	796	841	880	72	690	700	1210	53	915	900	850
92	787	830	917	74	685	750	1200	56	900	915	850
94	799	818	884	77	700	700	1000	58	850	905	870
97	802	805	900	79	685	750	980	61	800	850	890
99	790	790	877	82	640	800	950	63	830	840	900

td	Resirkulasi 9			td	Resirkulasi 6			td	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
102	824	785	915	84	630	800	925	66	900	830	850
104	847	771	931	87	675	800	920	68	850	835	900
114	833	794	922	97	735	750	950	78	900	875	950
124	815	859	973	107	813	800	930	88	900	915	900
134	835	870	974	117	805	850	890	98	835	935	950
144	832	855	928	127	824	900	930	108	950	950	1000
154	869	836	903	137	833	976	965	118	950	950	1000

B. Konsentrasi Ammonium

1. Konsentrasi Ammonium Percobaan 1

td	Resirkulasi 9			td	Resirkulasi 6			td	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
0	1610	1470	1470	0	1520	1580	1560	0	1780	1710	1600
18	1560	1430	1370	13	1380	1500	1510	14	1690	1595	1610
26	1470	1330	1320	21	1330	1480	1440	18	1490	1565	1580
34	1390	1300	1290	28	1270	1460	1400	21	1295	975	1500
43	1350	1260	1220	34	1240	1415	1370	26	860	835	900
51	1280	1230	1150	40	1182	1285	950	30	825	855	880
59	1180	1130	1060	41	1160	1265	930	34	860	900	830
67	1060	820	1040	49	1130	800	860	38	800	950	860
75	1010	813	1020	56	1100	760	880	42	855	1000	820

td	Resirkulasi 9			td	Resirkulasi 6			td	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
83	994	800	1000	64	1036	765	960	47	840	925	895
84	830	780	750	67	1070	730	1050	48	890	910	955
87	740	720	800	69	956	735	1070	51	795	890	880
89	660	740	780	72	890	750	880	53	800	905	880
92	640	700	760	74	730	755	940	56	825	890	845
94	680	720	770	77	810	765	830	58	860	900	830
97	700	670	760	79	800	800	870	61	855	910	860
99	670	740	730	82	850	760	890	63	800	920	875
102	720	700	690	84	863	750	790	66	800	880	900
104	780	680	750	87	820	760	810	68	805	850	915
114	820	710	800	97	900	760	870	78	850	880	885
124	880	680	820	107	750	800	910	88	900	890	895
134	860	710	780	117	730	850	900	98	950	950	900
144	840	760	830	127	760	860	916	108	970	980	955
154	810	810	860	137	820	900	925	118	970	980	955

C. Konsentrasi Magnesium

1. Konsentrasi Magnesium

Ket.	Resirkulasi 9			Ket.	Resirkulasi 6			Ket.	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
Awal	1012.0	833.3	999.8	Awal	649.0	507.0	585.5	Awal	550.3	844.1	805.7
1	368.9	760.1	491.8	1	424.8	329.8	424.8	1	134.1	279.5	162.1
2	364.4	646.1	478.4	2	364.4	273.9	409.1	2	190.0	335.3	162.1
3	362.2	536.5	435.9	3	330.9	340.9	386.8	3	229.1	380.1	145.3
4	357.7	525.4	424.8	4	313.0	313.0	368.9	Akhir	503.0	592.4	558.9
5	353.2	514.2	406.9	5	296.2	357.7	353.2				
6	346.5	496.3	391.2	6	282.8	357.7	339.8				
7	335.3	480.7	368.9	Akhir	491.8	469.5	440.4				
8	324.2	469.5	335.3								
9	313.0	458.3	324.2								
Akhir	335.3	831.6	664.0								

D. Nilai pH

1. Nilai pH pada Air Limbah selama Proses Fluidisasi

td	Resirkulasi 9			td	Resirkulasi 6			td	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
0	8.55	8.56	8.48	0	8.43	8.50	8.52	0	8.53	8.53	8.50
18	8.54	8.47	8.51	13	8.42	8.41	8.49	14	8.51	8.50	8.49
26	8.51	8.51	8.50	21	8.40	8.46	8.50	18	8.50	8.51	8.51
34	8.48	8.54	8.51	28	8.40	8.42	8.51	21	8.50	8.52	8.52
43	8.48	8.50	8.49	34	8.41	8.43	8.50	26	8.48	8.48	8.46
51	8.44	8.48	8.50	40	8.41	8.37	8.49	30	8.48	8.48	8.45
59	8.38	8.45	8.51	41	8.41	8.33	8.48	34	8.46	8.47	8.45
67	8.41	8.53	8.49	49	8.30	8.32	8.34	38	8.46	8.45	8.43
75	8.39	8.53	8.48	56	8.28	8.44	8.38	42	8.43	8.46	8.40
83	8.38	8.49	8.47	64	8.27	8.43	8.37	47	8.44	8.47	8.41
84	8.36	8.40	8.34	67	8.26	8.37	8.39	48	8.45	8.46	8.41
87	8.38	8.38	8.37	69	8.26	8.34	8.37	51	8.45	8.45	8.42
89	8.37	8.36	8.37	72	8.27	8.31	8.38	53	8.44	8.45	8.40
92	8.38	8.36	8.39	74	8.27	8.45	8.38	56	8.46	8.41	8.39
94	8.38	8.36	8.39	77	8.29	8.44	8.38	58	8.44	8.43	8.38
97	8.37	8.35	8.38	79	8.27	8.40	8.41	61	8.43	8.44	8.40
99	8.37	8.35	8.38	82	8.26	8.32	8.39	63	8.41	8.45	8.41
102	8.36	8.36	8.37	84	8.27	8.40	8.38	66	8.40	8.44	8.40
104	8.39	8.35	8.35	87	8.27	8.44	8.37	68	8.40	8.41	8.39

td	Resirkulasi 9			td	Resirkulasi 6			td	Resirkulasi 3		
	0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m		0,39 L/m	0,59 L/m	0,79 L/m
114	8.40	8.37	8.35	97	8.26	8.41	8.39	78	8.39	8.43	8.38
124	8.40	8.36	8.37	107	8.28	8.42	8.33	88	8.39	8.43	8.30
134	8.39	8.36	8.37	117	8.28	8.39	8.40	98	8.40	8.40	8.30
144	8.37	8.38	8.36	127	8.27	8.40	8.38	108	8.40	8.40	8.39
154	8.37	8.41	8.35	137	8.26	8.38	8.38	118	8.40	8.40	8.39

E. Tekanan pada *Pressure Gauge*

1. Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 9 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,59 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	13	0.2	0.19	0.18	0.12	0.1	0.03	0.01	0.59	0.58
R2	21	0.21	0.17	0.18	0.12	0.11	0.03	0.01	0.61	0.59
R3	28	0.21	0.19	0.18	0.12	0.11	0.04	0.01	0.59	0.58
R4	34	0.21	0.19	0.18	0.12	0.11	0.04	0.01	0.58	0.58
R5	40	0.21	0.19	0.19	0.13	0.12	0.08	0.01	0.6	0.59
R6	41	0.21	0.19	0.19	0.13	0.12	0.08	0.02	0.58	0.59

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R7	49	0.22	0.2	0.19	0.14	0.12	0.08	0.02	0.6	0.59
R8	56	0.22	0.2	0.19	0.14	0.12	0.08	0.02	0.59	0.59
R9	64	0.22	0.2	0.19	0.14	0.12	0.08	0.02	0.59	0.6
0	66.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.12	0.08	0.02	0.6	0.59
2.5	69	0.22	0.2	0.19	0.14	0.13	0.1	0.03	0.6	0.59
5	71.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.61	0.6
7.5	74	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.61	0.59
10	76.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.59	0.6
12.5	79	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.59	0.61
15	81.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.58	0.6
17.5	84	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.59	0.6
20	86.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.59	0.6
30	96.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.6	0.59
40	106.5	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.1	0.03	0.6	0.6
50	116.5	0.21	0.2	0.18	0.14	0.14	0.1	0.03	0.59	0.59
60	126.5	0.21	0.19	0.18	0.13	0.12	0.1	0.02	0.59	0.59
70	136.5	0.2	0.18	0.17	0.12	0.11	0.08	0.02	0.6	0.59

2. Tabel 4.12 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 9 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,79 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	14	0.19	0.18	0.18	0.1	0.1	0.05	0.01	0.78	0.79
R2	18	0.19	0.18	0.18	0.11	0.1	0.05	0.01	0.8	0.79
R3	21	0.19	0.18	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.81	0.79
R4	26	0.19	0.18	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.8
R5	30	0.19	0.18	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.78
R6	34	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.8
R7	38	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.8
R8	42	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.78	0.79
R9	47	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.78	0.79
0	48	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.78	0.79
2.5	50.5	0.21	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.81	0.8
5	53	0.21	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.79	0.78
7.5	55.5	0.21	0.19	0.19	0.11	0.1	0.05	0.03	0.78	0.77
10	58	0.21	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.79	0.78
12.5	60.5	0.21	0.2	0.18	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.79

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
15	63	0.21	0.2	0.18	0.11	0.11	0.05	0.03	0.79	0.79
17.5	65.5	0.21	0.2	0.18	0.11	0.11	0.05	0.03	0.79	0.8
20	68	0.21	0.2	0.18	0.11	0.11	0.06	0.03	0.8	0.81
30	78	0.21	0.19	0.18	0.12	0.12	0.08	0.04	0.78	0.78
40	88	0.19	0.19	0.18	0.12	0.1	0.08	0.04	0.79	0.8
50	98	0.19	0.18	0.18	0.11	0.1	0.08	0.04	0.79	0.79
60	108	0.19	0.18	0.18	0.1	0.1	0.05	0.03	0.79	0.8
70	118	0.18	0.18	0.16	0.1	0.1	0.03	0.03	0.79	0.79

3. Tabel 4.13 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 6 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	18	0.2	0.19	0.18	0.1	0.09	0.05	0.01	0.41	0.4
R2	26	0.2	0.19	0.18	0.1	0.09	0.05	0.01	0.4	0.39
R3	34	0.21	0.2	0.19	0.1	0.09	0.05	0.01	0.39	0.38
R4	43	0.21	0.2	0.19	0.1	0.09	0.05	0.01	0.39	0.39
R5	51	0.21	0.2	0.19	0.11	0.1	0.05	0.02	0.4	0.39
R6	59	0.21	0.19	0.19	0.12	0.11	0.1	0.02	0.39	0.39
0	60	0.21	0.19	0.19	0.12	0.11	0.1	0.02	0.39	0.39
2.5	62.5	0.21	0.2	0.195	0.12	0.11	0.1	0.02	0.4	0.39
5	65	0.21	0.2	0.195	0.12	0.11	0.1	0.02	0.4	0.39
7.5	67.5	0.22	0.2	0.195	0.12	0.12	0.1	0.02	0.4	0.39
10	70	0.22	0.2	0.195	0.12	0.12	0.1	0.02	0.39	0.38
12.5	72.5	0.22	0.2	0.195	0.12	0.12	0.1	0.02	0.39	0.39
15	75	0.22	0.2	0.195	0.12	0.12	0.1	0.03	0.39	0.39
17.5	77.5	0.22	0.2	0.195	0.12	0.12	0.1	0.03	0.4	0.39
20	80	0.22	0.2	0.195	0.12	0.12	0.1	0.03	0.4	0.39

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
30	90	0.22	0.21	0.2	0.12	0.12	0.1	0.05	0.4	0.39
40	100	0.21	0.2	0.2	0.11	0.11	0.1	0.05	0.38	0.39
50	110	0.2	0.19	0.19	0.1	0.1	0.09	0.03	0.38	0.39
60	120	0.2	0.19	0.19	0.1	0.1	0.09	0.03	0.38	0.39
70	130	0.2	0.19	0.18	0.1	0.1	0.09	0.03	0.38	0.39
80	140	0.19	0.18	0.18	0.1	0.1	0.08	0.02	0.39	0.39
90	150	0.19	0.18	0.17	0.1	0.1	0.05	0.02	0.39	0.39
100	160	0.18	0.17	0.16	0.1	0.09	0.05	0.01	0.39	0.39

4. Tabel 4.14 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 6 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,59 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	13	0.19	0.18	0.15	0.12	0.1	0.03	0.01	0.6	0.58
R2	21	0.19	0.19	0.15	0.12	0,1	0.03	0.01	0.61	0.59
R3	28	0.19	0.19	0.15	0.12	0,11	0.03	0.01	0.58	0.6
R4	34	0.19	0.19	0.15	0.12	0.11	0.05	0.01	0.61	0.59
R5	40	0.19	0.19	0.15	0.12	0.11	0.1	0.03	0.6	0.58
R6	41	0.2	0.19	0.15	0.12	1.11	0,1	0.03	0.6	0.59
0	42	0.2	0.19	0.15	0.12	0.11	0.1	0.03	0.6	0.59
2.5	44.5	0.21	0.19	0.19	0.12	0.12	0.1	0.02	0.61	0.58
5	47	0.21	0.19	0.19	0.12	0.11	0.11	0.02	0.58	0.57
7.5	49.5	0.2	0.18	0.18	0.12	0.12	0.1	0.01	0.6	0.58
10	52	0.2	0.18	0.19	0.12	0.12	0.1	0.01	0.6	0.58
12.5	54.5	0.22	0.19	0.19	0.13	0.12	0.12	0.02	0.6	0.59
15	57	0.22	0.19	0.19	0.12	0.12	0.12	0.02	0.58	0.59
17.5	59.5	0.22	0.19	0.19	0.12	0.12	0.12	0.02	0.59	0.59
20	62	0.23	0.19	0.19	0.12	0.12	0.12	0.02	0.58	0.59

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
30	72	0.22	0.19	0.19	0.12	0.12	0.12	0.02	0.59	0.58
40	82	0.22	0.2	0.19	0.13	0.12	0.12	0.02	0.58	0.59
50	92	0.22	0.2	0.19	0.13	0.12	0.11	0.02	0.59	0.6
60	102	0.22	0.2	0.19	0.13	0.11	0.11	0.02	0.59	0.58
70	112	0.22	0.19	0.18	0.12	0.11	0.1	0.02	0.58	0.59
80	122	0.21	0.19	0.17	0.11	0.1	0.1	0.01	0.58	0.59
90	132	0.21	0.19	0.17	0.11	0.1	0.1	0.01	0.59	0.59
100	142	0.2	0.19	0.17	0.11	0.1	0.1	0.01	0.59	0.59

5. Tabel 4.15 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 6 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,79 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	14	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.01	0.79	0.78
R2	18	0.2	0.19	0.18	0.11	0.1	0.05	0.01	0.78	0.79
R3	21	0.21	0.19	0.19	0.12	0.11	0.06	0.02	0.78	0.8
R4	26	0.21	0.2	0.19	0.12	0.11	0.06	0.02	0.79	0.8
R5	30	0.21	0.2	0.19	0.13	0.12	0.07	0.03	0.79	0.8
R6	34	0.22	0.21	0.2	0.14	0.12	0.07	0.03	0.8	0.79
0	35	0.22	0.21	0.2	0.14	0.12	0.07	0.03	0.8	0.79
2.5	37.5	0.23	0.22	0.21	0.15	0.13	0.1	0.05	0.79	0.78
5	40	0.23	0.22	0.21	0.15	0.13	0.1	0.06	0.8	0.79
7.5	42.5	0.23	0.22	0.21	0.15	0.14	0.11	0.07	0.78	0.81
10	45	0.23	0.22	0.21	0.16	0.14	0.11	0.07	0.79	0.8
12.5	47.5	0.23	0.22	0.21	0.16	0.14	0.12	0.08	0.79	0.78
15	50	0.23	0.22	0.21	0.16	0.14	0.12	0.08	0.78	0.79
17.5	52.5	0.23	0.22	0.21	0.16	0.14	0.12	0.08	0.8	0.8
20	55	0.23	0.22	0.21	0.16	0.14	0.12	0.08	0.79	0.8

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
30	65	0.22	0.2	0.19	0.13	0.14	0.1	0.08	0.79	0.78
40	75	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.11	0.08	0.78	0.79
50	85	0.22	0.2	0.19	0.14	0.14	0.11	0.08	0.79	0.78
60	95	0.21	0.19	0.18	0.13	0.13	0.11	0.07	0.78	0.8
70	105	0.2	0.18	0.18	0.13	0.13	0.1	0.07	0.78	0.8
80	115	0.19	0.17	0.17	0.12	0.12	0.1	0.07	0.79	0.79
90	125	0.18	0.17	0.16	0.12	0.11	0.09	0.05	0.78	0.78
100	135	0.18	0.17	0.16	0.12	0.11	0.09	0.05	0.78	0.78

6. Tabel 4.16 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 3 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,39 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	18	0.19	0.18	0.18	0.12	0.11	0.05	0.01	0.4	0.38
R2	26	0.2	0.19	0.19	0.12	0.11	0.05	0.01	0.4	0.39
R3	34	0.2	0.19	0.19	0.12	0.11	0.05	0.01	0.39	0.38
0	35	0.2	0.19	0.19	0.12	0.11	0.05	0.01	0.39	0.38
2.5	37.5	0.2	0.19	0.18	0.13	0.11	0.05	0.01	0.39	0.39
5	40	0.2	0.19	0.18	0.13	0.12	0.06	0.03	0.38	0.39
7.5	42.5	0.21	0.2	0.19	0.13	0.12	0.06	0.03	0.39	0.4
10	45	0.21	0.2	0.19	0.13	0.12	0.06	0.03	0.4	0.4
12.5	47.5	0.21	0.2	0.19	0.13	0.12	0.06	0.03	0.4	0.39
15	50	0.21	0.2	0.2	0.14	0.13	0.08	0.04	0.39	0.39
17.5	52.5	0.21	0.2	0.2	0.14	0.13	0.08	0.04	0.4	0.39
20	55	0.22	0.21	0.2	0.14	0.13	0.08	0.05	0.39	0.38
30	65	0.22	0.21	0.2	0.14	0.13	0.08	0.05	0.39	0.4
40	75	0.22	0.21	0.2	0.14	0.13	0.08	0.05	0.4	0.39
50	85	0.22	0.21	0.2	0.15	0.14	0.1	0.06	0.39	0.38

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
60	95	0.21	0.2	0.2	0.14	0.13	0.1	0.06	0.38	0.39
70	105	0.21	0.2	0.2	0.14	0.13	0.1	0.06	0.39	0.38
80	115	0.2	0.19	0.19	0.13	0.12	0.1	0.06	0.4	0.38
90	125	0.2	0.19	0.18	0.12	0.12	0.1	0.06	0.39	0.39
100	135	0.2	0.19	0.18	0.12	0.11	0.1	0.05	0.4	0.38
110	145	0.19	0.18	0.17	0.12	0.11	0.09	0.05	0.39	0.39
120	155	0.19	1.8	0.17	0.11	0.1	0.08	0.03	0.39	0.39

7. Tabel 4.17 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 3 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,59 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	13	0.19	0.19	0.17	0.17	0.12	0.08	0.03	0.6	0.59
R2	21	0.2	0.19	0.17	0.17	0.12	0.08	0.03	0.61	0.6
R3	28	0.2	0.19	0.17	0.17	0.12	0.08	0.03	0.59	0.6
0	29	0.2	0.19	0.17	0.17	0.12	0.08	0.03	0.59	0.6
2.5	31.5	0.2	0.2	0.18	0.17	0.14	0.1	0.03	0.59	0.6
5	34	0.21	0.2	0.18	0.17	0.14	0.1	0.05	0.59	0.6
7.5	36.5	0.21	0.2	0.19	0.18	0.14	0.1	0.05	0.6	0.59
10	39	0.21	0.2	0.19	0.18	0.14	0.1	0.05	0.6	0.6
12.5	41.5	0.21	0.2	0.19	0.18	0.14	0.1	0.05	0.59	0.59
15	44	0.21	0.2	0.19	0.18	0.14	0.1	0.05	0.6	0.59
17.5	46.5	0.22	0.2	0.19	0.18	0.15	0.11	0.06	0.6	0.59
20	49	0.22	0.21	0.19	0.18	0.15	0.11	0.06	0.6	0.59
30	59	0.22	0.21	0.19	0.18	0.15	0.11	0.06	0.6	0.59
40	69	0.22	0.21	0.19	0.18	0.15	0.11	0.06	0.59	0.6
50	79	0.22	0.21	0.19	0.18	0.15	0.11	0.06	0.59	0.61
60	89	0.21	0.21	0.19	0.18	0.15	0.11	0.06	0.59	0.6

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
70	99	0.21	0.21	0.18	0.18	0.15	0.11	0.06	0.6	0.59
80	109	0.2	0.2	0.18	0.18	0.15	0.1	0.06	0.6	0.59
90	119	0.2	0.2	0.18	0.18	0.15	0.1	0.06	0.59	0.6
100	129	0.2	0.19	0.18	0.17	0.14	0.1	0.06	0.6	0.59
110	139	0.19	0.19	0.17	0.17	0.13	0.09	0.04	0.59	0.6
120	149	0.19	0.19	0.17	0.17	0.12	0.08	0.03	0.59	0.59

8. Tabel 4.18 Pengamatan Debit Aliran dan Tekanan pada Rasio Resirkulasi 3 dengan *Hydraulic Loading Rate* 0,79 L/m

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
R1	8	0.18	0.18	0.16	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.78
R2	13	0.19	0.18	0.17	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.79
R3	18	0.19	0.18	0.17	0.11	0.1	0.05	0.03	0.8	0.79
0	19	0.19	0.18	0.17	0.12	0.11	0.05	0.03	0.81	0.8
2.5	21.5	0.19	0.18	0.17	0.12	0.11	0.05	0.03	0.79	0.78
5	24	0.2	0.19	0.17	0.13	0.12	0.06	0.04	0.78	0.79
7.5	26.5	0.2	0.19	0.17	0.13	0.12	0.06	0.04	0.79	0.78
10	29	0.2	0.19	0.18	0.14	0.13	0.06	0.04	0.8	0.8
12.5	31.5	0.2	0.19	0.18	0.14	0.13	0.08	0.04	0.8	0.78
15	34	0.21	0.2	0.18	0.14	0.13	0.1	0.06	0.8	0.8
17.5	36.5	0.21	0.2	0.18	0.14	0.13	0.1	0.06	0.79	0.8
20	39	0.21	0.2	0.18	0.14	0.13	0.1	0.06	0.79	0.8
30	49	0.21	0.2	0.19	0.15	0.14	0.1	0.07	0.8	0.8
40	59	0.21	0.2	0.19	0.15	0.14	0.1	0.07	0.79	0.8
50	69	0.21	0.2	0.19	0.15	0.14	0.11	0.08	0.79	0.8
60	79	0.21	0.2	0.19	0.16	0.15	0.12	1	0.79	0.8

No	Waktu (menit)	Tekanan (kg/cm ²)							Kecepatan (L/m)	
		1	2	3	4	5	6	7	Air Limbah	MgCl ₂
70	89	0.2	0.19	0.18	0.16	0.14	0.1	0.08	0.8	0.8
80	99	0.2	0.19	0.18	0.14	0.13	0.1	0.07	0.8	0.79
90	109	0.19	0.18	0.17	0.14	0.13	0.1	0.06	0.8	0.8
100	119	0.19	0.19	0.17	0.13	0.12	0.08	0.05	0.79	0.79
110	129	0.19	0.18	0.16	0.12	0.11	0.08	0.05	0.79	0.79
120	139	0.18	0.18	0.16	0.11	0.1	0.06	0.03	0.79	0.79

halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN D
DOKUMENTASI PENELITIAN



Gambar 1. Proses Analisis Kalsium



Gambar 2. Proses Analisis Kesadahan Total



Gambar 3. Proses Analisis dengan Menggunakan Spektrofotometer



Gambar 4. Proses Analisis COD



Gambar 5. Prosedur Analisis TSS



Gambar 6. Reaktor *Fluidized Bed* yang digunakan

LAMPIRAN E PERHITUNGAN KEMURNIAN *STRUVITE*

Berat atom relatif N (Ar N)	= 14 g/mol
Berat molekul relatif <i>struvite</i>	
MgNH ₄ PO ₄ ·6H ₂ O (Mr <i>struvite</i>)	= 245,41 g/mol
Mol 1 g <i>struvite</i>	= 1 g / Mr <i>struvite</i>
Mol 1 g <i>struvite</i>	= 1 g / 245,41 g/mol
Mol 1 g <i>struvite</i>	= 0,00407 mol/g
NH ₄ -N <i>struvite</i> teoritis	= Ar N x mol 1 g <i>struvite</i>
NH ₄ -N <i>struvite</i> teoritis	= 14 g/mol x 0,00407 mol/g
NH ₄ -N <i>struvite</i> teoritis	= 0,057 g/g
NH ₄ -N <i>struvite</i> teoritis	= 57 mg/g

Berat atom relatif N (Ar N)	= 14 g/mol
Berat molekul relatif <i>dittmarite</i>	
MgNH ₄ PO ₄ ·H ₂ O (Mr <i>dittmarite</i>)	= 155,33 g/mol
Mol 1 g <i>dittmarite</i>	= 1 g / Mr <i>dittmarite</i>
Mol 1 g <i>dittmarite</i>	= 1 g / 155,33 g/mol
Mol 1 g <i>dittmarite</i>	= 0,006437 mol/g
NH ₄ -N <i>dittmarite</i> teoritis	= Ar N x mol 1 g <i>dittmarite</i>
NH ₄ -N <i>dittmarite</i> teoritis	= 14 g/mol x 0,006437 mol/g
NH ₄ -N <i>dittmarite</i> teoritis	= 0,09 g/g
NH ₄ -N <i>dittmarite</i> teoritis	= 90 mg/g

Karena tidak dapat dipastikan bahwa seluruh presipitat yang terbentuk mengandung 6 molekul H₂O, maka perhitungan didasarkan pada NH₄-N *dittmarite* teoritis.

Perhitungan kemurnian *struvite* pada rasio resirkulasi 9

Kandungan NH₄-N dalam presipitat adalah sebanyak 88,85 mg/g, maka kemurnian presipitat adalah:

$$Purity = \text{NH}_4\text{-N presipitat} / \text{NH}_4\text{-N teoritis}$$

$$Purity = (88,85 \text{ mg/g} / 90 \text{ mg/g}) \times 100\%$$

$$Purity = 98,7 \%$$

Perhitungan kemurnian *struvite* pada rasio resirkulasi 6

Kandungan NH₄-N dalam presipitat adalah sebanyak 77,05 mg/g, maka kemurnian presipitat adalah:

$Purity = \text{NH}_4\text{-N presipitat} / \text{NH}_4\text{-N teoritis}$

$Purity = (77,05 \text{ mg/g} / 90 \text{ mg/g}) \times 100\%$

$Purity = 85,6 \%$

Perhitungan kemurnian *struvite* pada rasio resirkulasi 3

Kandungan $\text{NH}_4\text{-N}$ dalam presipitat adalah sebanyak 66,87 mg/g, maka kemurnian presipitat adalah:

$Purity = \text{NH}_4\text{-N presipitat} / \text{NH}_4\text{-N teoritis}$

$Purity = (66,87 \text{ mg/g} / 90 \text{ mg/g}) \times 100\%$

$Purity = 74,3 \%$

LAMPIRAN F

PROSEDUR PENGGUNAAN APLIKASI *MATCH!*

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

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

halaman ini sengaja dikosongkan

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Febrianda Damayanti. Penulis lahir di Kota Surabaya, Jawa Timur pada tanggal 21 Februari 1997. Penulis telah selesai menempuh pendidikan di SD Muhammadiyah 6 Surabaya (2003-2009), SMPN 22 Surabaya (2009-2012), dan SMAN 15 Surabaya Program IPA (2012-2015). Pada tahun 2015, penulis melanjutkan studi S1 di Departemen Teknik Lingkungan ITS dan diterima melalui jalur SNMPTN dengan nomor registrasi pokok 0321154000046. Selama kuliah penulis aktif

mengikuti beberapa organisasi yaitu Himpunan Mahasiswa Teknik Lingkungan (HMTL) ITS dan Ikatan Mahasiswa Teknik Lingkungan Indonesia (IMTLI). Selain itu penulis juga mengikuti beberapa lomba karya tulis seperti Pekan Keilmiah Remaja (PKM). Bagi pembaca yang ingin menyampaikan kritik, saran, dan berdiskusi dapat menghubungi penulis melalui email febriandadamayanti@gmail.com



PROGRAM SARJANA DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL, LINGKUNGAN DAN KEBUMIHAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111. Telp: 031-5948886, Fax: 031-5928387
Kode/SKS : RE184804 (0/6/0)
No. Revisi: 02

PTA-S1-TL-03

TUGAS AKHIR

periode: Genap 2018/2019

FORMULIR TUGAS AKHIR PTA-03
Formulir Ringkasan dan Saran Dosen Pembimbing
Seminar Proposal Tugas Akhir

Hari, tanggal Jumat, 25 Januari 2019

Nilai TOEFL 427

Pukul 09.00 - 10.30 WIB

Ruang TL-101

Judul : Pengaruh Proses Resirkulasi pada Recovery Fosfat dan Amonium Limbah Cair Industri Pupuk
Menggunakan Reaktor Fluidized Bed

Nama : Febrianda Damayanti

Tanda Tangan

NRP. : 0321154000046

Topik : Penelitian

No./Hal.	Ringkasan dan Saran Dosen Pembimbing Seminar Proposal Tugas Akhir
1.	Bale effluent → injeksi ptt
2.	Resirkulasi → bagaimana? dipergelar.
3.	Sampling → diperhatikan → brutama duplo → ditcondisikan awal.
4.	Desinfeksi monconnya terkait pengambilan sampling dan mengukur volume.
5.	Aktivitas diukur dan dicek terkait perubahan ptt.
6.	Mg, NH ₄ , PO ₄ . (Analisa)

Dosen Pembimbing menyerahkan formulir PTA-03 ke Sekretariat Program Sarjana
Formulir ini harus mahasiswa dibawa saat asistensi kepada Dosen Pembimbing
Formulir dikumpulkan bersama revisi buku setelah mendapat persetujuan Dosen Pembimbing

Berdasarkan hasil evaluasi Dosen Pengarah dan Dosen Pembimbing, dinyatakan :

1. Proposal Tugas Akhir diterima
2. Seminar Tugas Akhir harus diulang
3. Proposal Tugas Akhir ditolak/ganti judul



KEGIATAN ASISTENSI TUGAS AKHIR

Nama : Febrianda Damayanti
NRP : 03211542000046
Judul : Pengaruh Proses Resirkulasi pada Recovery Fosfat dan Ammonium Limbah Cair Industri pupuk menggunakan Reaktor Fluidized Bed

No	Tanggal	Keterangan Kegiatan / Pembahasan	Paraf
1.	4 Januari	* Pengumpulan awal proposal * Asistensi konsep alat	
2.	10 Januari	* Revisi Proposal tugas akhir * Asistensi Konsep Resirkulasi pada reaktor	
3.	22 Januari	* Latihan Presentasi Sibang Proposal * Asistensi PPT Seminar	
4.	13 Februari	* Asistensi Perbaikan setelah Proposal Asistensi untuk pengambilan Sampel di PT Petrokimia Gresik	
5.	26 Maret	* Asistensi Hasil Forminteristik Awal limbah dan Variasi pertama dalam penelitian utama	
6.	6 April	* Asistensi Revisi Konsep resirkulasi dan perbaikan alat	
7.	29 Mei	* Asistensi Perbaikan setelah Sibang Progress * Konsultasi mengenai pengulangan beberapa variasi dan data analisis * Asistensi Perhitungan mass balance.	
8.	10 Juni	* Konsultasi Hasil Analisis XRD di Taiwan dan SEM di Mesin ITS * Perbaikan Laporan tugas Akhir	

Surabaya, 10 Juni 2019
Dosen Pembimbing

IDAA warmadewanti ST, MT, Ph.D.



PROGRAM SARJANA DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL, LINGKUNGAN DAN KEBUMIHAN - ITS
Kampus ITS Sukoharjo, Surabaya 60111. Telp: 031-5945886, Fax: 031-5928387

UTA-01-TL-02 TUGAS AKHIR
Periode: Genap 2018-2019

Kode/BKG : RE184804 (0/0/0)
No. Revisi: 01

FORMULIR TUGAS AKHIR UTA-02
Formulir Ringkasan dan Saran Dosen Pembimbing
Ujian Tugas Akhir

Hari, tanggal : Senin, 16 Juli 2019

Nilai TOEFL 403

Pukul : 09.30 - 11.30 WIB

Lokasi : TL-100

Judul : Pengaruh Proses Resirkulasi pada Recovery Fosfat dan Ammonium Limbah Cair Industri Pupuk Menggunakan Reaktor Fluidized Bed

Nama : Febrinda Damayanti

Tanda Tangan

NRP. : 0321164000946

Topik : Penelitian

No./Hal.	Ringkasan dan Saran Dosen Pembimbing Ujian Tugas Akhir
1.	Kesimpulan diperbaiki
2.	Perbaiki kesalahan ketik dan kesimpulan diperbaiki
3.	Saran diperbaiki

Dosen Pembimbing akan menyerahkan formulir UTA-02 ke Sekretariat Program Sarjana
Formulir ini harus dibawa mahasiswa saat anatansi kepada Dosen Pembimbing
Formulir dikumpulkan bersama revisi buku setelah mendapat persetujuan Dosen Pembimbing

Berdasarkan hasil evaluasi Dosen Penguji dan Dosen Pembimbing, dinyatakan mahasiswa tersebut:

1. Lulus Ujian Tugas Akhir
2. harus mengulang Ujian Tugas Akhir semester berikutnya
3. Tugas Akhir dinyatakan gagal atau harus mengganti Tugas Akhir (lebih dari 2 semester)

Dosen Pembimbing

IDAA Warnadewanthi, ST., MT., Ph.D

()



PROGRAM SARJANA DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL LINGKUNGAN DAN KEBUMAHAN - ITS
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111, Telp: 031-5948836, Fax: 031-5928287

UTA-01-TL-03 TUGAS AKHIR
Periode: Genap 2019-2019

Kode/SKS : RE104204 (0/4/0)
No. Revisi: 01

FORMULIR TUGAS AKHIR UTA-03B
Formulir Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji
Ujian Tugas Akhir

Hari, tanggal Rabu, 17 Juli 2019
Pukul 09.30 - 11.30 WIB
Lokasi TL-105
Judul Pengaruh Proses Resirkulasi pada Recovery Fosfat dan Ammonium Limbah Cair Industri Pupuk Menggunakan Reaktor Fluidized Bed
Nama Fitrianda Demayanti
NRP. 0321154000046
Topik Penelitian

No./Hal.	Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji Ujian Tugas Akhir
1	• (2) Pembuat absimat bisa diganti (2) karakteristik air limbah dalam skala? atau range. (2) Berapa faktor? apa? ukuran? kaitan terhadap resirkulasi.
2	• (2) Satuan ppm?
3	• (2) uji analisis → metode Lab?
4	• (2) Pribadi kesalahan cetak.

25/19
A/

Formulir UTA-03 diserahkan kepada Dosen Pembimbing setelah sesi Seminar Kamajuan selesai.
Dosen Pembimbing akan menyerahkan formulir UTA-03 ke Sekretariat Program Sarjana
Formulir ini harus mahasiswa dibawa saat asistensi kepada Dosen Penguji
Formulir dikumpulkan bersama revisi buku setelah mendapat persetujuan Dosen Penguji dan Dosen Pembimbing

Dosen Penguji Arseto Yekti Bagastyo, ST., MT., M.Phil., Ph.D

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

(*[Signature]*)
(*[Signature]*)



PROGRAM SARJANA DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL LINGKUNGAN DAN KEBUMIHAN - ITS
Kampus ITB Sukralilo, Surabaya 60111 Telp: 031-5940000, Fax: 031-5920307

UTA-01-TL-03 TUGAS AKHIR
Periode: Genap 2018-2019

Kode/BKS : RE104504 (016/0)
No. Revisi: 01

FORMULIR TUGAS AKHIR UTA-03A
Formulir Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji
Ujian Tugas Akhir

Hari, tanggal : Senin, 15 Juli 2019
Pukul : 09.30 - 11.30 WIB
Lokasi : TL-100
Judul : Pengaruh Proses Resolusi pada Recovery Fosfat dan Ammonium Limbah Cair Industri Pupuk Menggunakan Reaktor Fluidized Bed
Nama : Febrinda Damayanti
NRP. : 0321154000040
Topik : Penelitian

No./Hal.	Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji Ujian Tugas Akhir
1	• Jelaskan mekanisme/proses/prosedur struktur
2	• Mengapa dan bagaimana proses tersebut?
3	• Apa dan bagaimana jika proses beres?
4	• Bagaimana sama / mengapa ke (rotasi) dan juga dibelak ke dalam penentuan hasil?
5	• Sajikan P

Formulir UTA-03 diserahkan kepada Dosen Pembimbing setelah sesi Seminar Kelayakan setelah

Dosen Pembimbing akan menyerahkan formulir UTA-03 ke Sekretaris Program Sarjana

Formulir ini harus mahasiswa dibawa saat asistensi kepada Dosen Penguji

Formulir dikumpulkan bersama revisi buku setelah mendapat persetujuan Dosen Penguji dan Dosen Pembimbing

Dosen Penguji : Dr. Eng. Arlo Djipareza Syafa'i, ST., MEPM

()

Dosen Pembimbing : IDAA Warmadewanti, ST., MT., Ph.D

()



PROGRAM SARJANA DEPARTEMEN TEKNIK LINGKUNGAN
FAKULTAS TEKNIK SIPIL LINGKUNGAN DAN KEBUMAHAN - ITS
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111, Telp: 031-8343331, Fax: 031-8323337

UTA-S1-TL-03 TUGAS AKHIR
Periode: Ganap 2018-2019

Kode/SKS : PE184804 (0/0/0)
No. Revisi: 01

FORMULIR TUGAS AKHIR UTA-03C
Formulir Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji
Ujian Tugas Akhir

Hari, tanggal : Rabu, 17 Juli 2019
Pukul : 09.30 - 11.30 WIB
Lokasi : TL-105
Judul : Pengaruh Proses Resirkulasi pada Recovery Fosfat dan Ammonium Limbah Cair Industri Pupuk Menggunakan Reaktor Fluidized Bed
Nama : Febrianda Damayanti
NRP. : 0321154000046
Topik : Penelitian

9

No./Hal.	Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji Ujian Tugas Akhir
1	Tabel landscape chapter
2	Tabel mining on main chapter
3	Hasil XRD ditabulas lebih rinci

Welly 27/7

Formulir UTA-03 diserahkan kepada Dosen Pembimbing setelah saat Seminar Kemajuan sesuai.
Dosen Pembimbing akan menyerahkan formulir UTA-03 ke Sekretariat Program Sarjana
Formulir ini harus mahasiswa dibawa saat absensi kepada Dosen Penguji
Formulir dikumpulkan bersama revisi buku setelah mendapat persetujuan Dosen Penguji dan Dosen Pembimbing

Dosen Penguji : Welly Harumurti, ST., M.Sc

Welly

Dosen Pembimbing : IDAA Warmadewartha, ST., MT., Ph.D

IDAA



FORMULIR PERBAIKAN LAPORAN TUGAS AKHIR

Nama : FEBRIANDA DAMAYANTI
NRP : 03211540000046
Judul Tugas Akhir : Pengaruh Proses Reduksi pada Recovery Fosfat dan Ammonium
Limbah Cair Industri Pupuk Menggunakan Reaktor Fluidized Bed

No	Saran Perbaikan (sesuai Form UTA-02)	Tanggapan / Perbaikan (bila perlu, sebutkan halaman)
1.	Arseto Uekti Bagastya, ST, MT, M.Phi / Ph.D → Perbaiki Abstrak bhs Inggris → Karakteristik Air Limbah Di rata-rata atau range → wet analysis Airpan ke bab 3 → Perbaiki Kesalahan ketik	→ Sudah diperbaiki
2.	Dr. Eng. Arie. Dipareza Syape'i, ST, MEPM → Masukan siklus P ke dalam Latar belakang → Saran ditambahkan untuk menganalisis Potasium → Masukan Kelebihan dan Kekurangan FBR → Masukan ke pembahasan step Ammonium recovery	→ Sudah diperbaiki
3.	Welly Herumukti, ST, M.Sc → Tabel Landscape di Peta → Keseimbangan massa diperbaiki → XRD diperbaiki	→ Sudah diperbaiki

Dosen Pembimbing,

IDAA Warmadewanti ST, MT, Ph.D

Mahasiswa, Ybs.,

Febrianda Damayanti

