



TUGAS AKHIR - RE 184804

**KAJIAN PROSES *RECOVERY* FOSFAT DAN AMONIUM
DALAM LIMBAH CAIR DENGAN KEHADIRAN ION SILIKA**

ADINDA LARASATI
03211540000114

DOSEN PEMBIMBING:
IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D

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



TUGAS AKHIR - RE 184804

**KAJIAN PROSES *RECOVERY* FOSFAT DAN AMONIUM
DALAM LIMBAH CAIR DENGAN KEHADIRAN ION SILIKA**

ADINDA LARASATI
0321154000114

DOSEN PEMBIMBING:
IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D

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



FINAL PROJECT - RE 184804

**ASSESSMENT OF PHOSPHATE AND AMMONIUM
RECOVERY PROCESS OF WASTEWATER IN PRESENCE
OF SILICA IONS**

ADINDA LARASATI
NRP. 0321154000114

ADVISOR:
IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D

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

LEMBAR PENGESAHAN

KAJIAN PROSES RECOVERY FOSFAT DAN AMONIUM DALAM LIMBAH CAIR DENGAN KEHADIRAN ION SILIKA

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:

ADINDA LARASATI

NRP. 03211540000114

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir



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

NIP. 19750212 199903 2 001



KAJIAN PROSES *RECOVERY* FOSFAT DAN AMONIUM DALAM LIMBAH CAIR DENGAN KEHADIRAN ION SILIKA

Nama Mahasiswa : Adinda Larasati
NRP : 0321154000114
Departemen : Teknik Lingkungan
Dosen Pembimbing : IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D.

ABSTRAK

Teknologi terapan untuk mengurangi kadar fosfat dan amonium pada air limbah industri telah banyak dikembangkan. Salah satu upaya yang dilakukan yaitu *recovery* fosfat dan amonium menjadi *struvite*. *Struvite* merupakan senyawa yang memiliki banyak kegunaan dan nilai jual yang tinggi. *Struvite* yang memiliki keuntungan besar dihasilkan dari *struvite* dengan tingkat kemurnian tinggi. Beberapa penelitian terdahulu telah mempelajari ion-ion pengotor yang terkandung dalam proses pembentukan *struvite*. Salah satu ion pengotornya ialah silika. Penelitian terdahulu mempelajari bahwa kehadiran ion silika mampu menghambat efisiensi *removal* fosfat dan amonium. Di sisi lain, beberapa penelitian menggunakan silika sebagai teknologi terapan untuk pembentukan kristal *struvite*. Contohnya silika dapat digunakan dalam bentuk pasir silika sebagai *seed material* ataupun teknik pertumbuhan gel silika. Derajat keasaman (pH) menjadi salah satu faktor pada karakteristik silika. Pada rentang pH 7,5-8,5 silika mampu terbentuk menjadi gel. Di sisi lain, pembentukan *struvite* akan optimum pada pH 8-9. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan rasio molar $[Mg^{2+}]:[Si^{2-}]$ optimum dan nilai pH dimana silika memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite*.

Penelitian ini dilakukan secara sistem *batch* dengan menggunakan *jar test* pada kecepatan optimum 158 rpm selama 60 menit. Presipitan yang digunakan adalah $MgCl_2$. Pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan limbah cair sintetik yang dibandingkan dengan limbah cair industri pupuk. Penggunaan limbah cair sintetik untuk mengkondisikan limbah cair ideal yang hanya mengandung fosfat, magnesium, amonium, dan

silika. Limbah sintetik divariasikan pada tiga kondisi rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1 ; 15:1 dan 7:1 yang kemudian diprediksi menggunakan aplikasi PHREEQCi untuk hasil presipitat terbaik. Rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{PO}_4^{3-}]$ yang digunakan untuk penelitian ini adalah 1,5:1. pH pada sampel divariasikan pada kondisi 8; 8,5 dan 9. Konsentrasi silika divariasikan pada rentang 20 mg/L hingga 1000 mg/L. Parameter yang diuji adalah pH, konsentrasi silika, konsentrasi fosfat, konsentrasi amonium, konsentrasi magnesium, *particle size distribution* dan morfologi *struvite*. Analisis morfologi *struvite* dengan adanya ion silika juga diuji menggunakan SEM-EDX dan XRD.

Hasil dari penelitian ini yaitu rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1 digunakan untuk limbah sintetik. Konsentrasi silika yang mampu memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite* dari limbah sintetik ialah 1000 mg/L. Persentase *removal* fosfat turun 12% dari 92% dan persentase *removal* amonium turun 4,6% dari 80%. Massa produk *recovery* yang terbentuk turun 13,64% dari 11,367 g. Limbah cair asli yang digunakan memiliki konsentrasi silika 850 mg/L dan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 5:1. Persentase *removal* fosfat pada air limbah asli hanya mampu mencapai 66% hingga 69%. Sedangkan untuk persentase *removal* amonium limbah asli hanya mampu mencapai 56% hingga 62%. pH yang memberikan pengaruh dalam pembentukan *struvite* dengan kehadiran ion silika adalah pH 9. Morfologi *struvite* yang terbentuk dengan adanya ion silika ialah berbentuk batang seperti jarum dengan diselimuti senyawa berbentuk amorf.

Kata Kunci : Amonium, Fosfat, Magnesium, Silika, Struvite

ASSESSMENT OF PHOSPHATE AND AMMONIUM RECOVERY PROCESS OF WASTEWATER IN PRESENCE OF SILICA IONS

Student Name : Adinda Larasati
NRP : 0321154000114
Department : Environmental Engineering
Advisor : IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D.

ABSTRACT

Application of technology to reduce phosphate and ammonium levels in industrial wastewater has been widely developed. One of the efforts that has been done is recovery of phosphate and ammonium into struvite. Struvite is a compound that has various uses and a high selling value. Struvite that has high value resulted from high purity struvite. Several previous studies have studied precursor ions contained in the process of struvite formation. One of the impurities is silica. Previous studies have learned that the presence of silica ions can inhibit the efficiency of phosphate and ammonium removal. On the other hand, several studies used silica as an applied technology for struvite crystal formation. For example, silica can be used in the form of silica sand as seed material or in silica gel growth technique. The degree of acidity (pH) is one of the factor characteristics of silica. In pH range of 7.5-8.5 silica is able to form a gel. On the other hand, the formation of struvite will be optimum at pH 8-9. This study aims to determine the optimum molar ratio of $[Mg^{2+}]:[Si^{2-}]$ and the pH value in which silica has an influence on the formation of struvite.

This research was conducted in a batch system using jar test at optimum speed of 158 rpm for 60 minutes. The precipitant used is $MgCl_2$. This study was carried out by using synthetic liquid waste compared to the liquid waste from fertilizer industry. The use of synthetic liquid waste is to adjust the ideal liquid waste containing only phosphate, magnesium, ammonium and silica. Synthetic waste is varied in three molar ratio conditions of $[NH_4^+]:[PO_4^{3-}]$ which are 1:1 ; 15:1 and 7:1 which are then predicted

using the PHREEQCi application to produce the best precipitate. Molar ratio of $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{PO}_4^{3-}]$ used in this study is 1,5:1. The pH variations of the sample are 8; 8.5 and 9. The silica concentration is varied in the range of 20 mg/L to 1000 mg/L. The parameters tested are pH, silica concentration, phosphate concentration, ammonium concentration, magnesium concentration, particle size distribution and struvite morphology. The morphological analysis of struvite in the presence of silica ions was also tested using SEM-EDX and XRD.

The result of this study, which is a $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ molar ratio of 7:1 is used for synthetic waste. The concentration of silica that is able to influence the formation of struvite from synthetic wastewater is 1000 mg/L. Phosphate removal efficiency decreased 12% from 92% and ammonium removal efficiency decreased 4,6% from 80%. The recovered mass product is decreased 13,64% from 11,367 g. The actual wastewater with molar ratio of $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 5:1 and contains 850 mg/L of silica is used. Phosphate removal efficiency from actual wastewater could only reach 66% to 69%. Meanwhile the removal efficiency of ammonium could only reach 56% to 62%. The pH that influences the formation of struvite with the presence of silica ions is pH of 9. The morphology of struvite that was formed with the presence of silica ions were rod-like shape covered by amorphous compounds.

Keywords : Ammonium, Magnesium, Phosphate, Silica, Struvite

KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT karena atas limpahan rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini. Dalam proses penyelesaian laporan Tugas Akhir ini tentunya penulis juga ingin menyampaikan terima kasih kepada pihak-pihak terkait antara lain kepada:

1. Ibu IDAA Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam penyelesaian Tugas Akhir penulis.
2. Bapak Arseto Yekti Bagastyo, ST., MT., M.Phil., Ph.D, Ibu Bieby Voijant Tangahu, ST., MT., Ph.D, Bapak Welly Herumurti, ST., MSc.dan Bapak Dr. Eng. Arie Dipareza Syafei, ST., MEPM. selaku dosen pengarah Tugas Akhir penulis
3. Bapak Gembong Pratyakso dan Ibu Erlis Herniyati selaku kedua orangtua penulis serta Mas Akbar dan Kak Ajeng yang tidak henti-hentinya memberi doa dan dukungan kepada penulis
4. Laboran Departemen Teknik Lingkungan, Teknik Mesin, Teknik Material dan LPPM ITS yang telah membantu penyelesaian Tugas Akhir ini
5. Teman-teman terdekat penulis, Prita, Desya, Alda, Azary', Raya, Cita, Haekal dan Abrar yang selalu memberikan support moral kepada penulis
6. Teman-teman Laboratorium Pemulihan Air, Lifa, Febri, Iqoh, Yana, Rahma, Perwit, Nadya, Rudi, Bagas selaku teman seperjuangan Tugas Akhir yang tanpa pamrih memberikan ilmu dan bantuannya.
7. Teman-teman Envinity Teknik Lingkungan angkatan 2015.
8. Seluruh pihak yang telah membantu proses penyelesaian Tugas Akhir penulis.

Laporan Tugas Akhir ini tentunya masih memiliki kekurangan oleh karena itu kritik dan saran sangat penulis harapkan agar ke depannya menjadi lebih bermanfaat dan lebih baik.

Penulis

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
1.5 Ruang Lingkup Penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Limbah Cair PT Petrokimia Gresik	5
2.2 Teknik Presipitasi Kimia	7
2.2.1 Presipitasi Kimia Fosfat	7
2.3 Karakteristik <i>Struvite</i>	9
2.4 Karakteristik Silika	11
2.5 Penelitian Terdahulu	15
2.6 Metode Analisis Terkait	16
2.6.1 SEM-EDX dan XRD	16
BAB 3 METODE PENELITIAN	19
3.1 Kerangka Penelitian	19
3.2 Ide Penelitian	21
3.3 Studi Literatur	21
3.4 Pelaksanaan Penelitian	22
3.4.1 Persiapan Alat dan Bahan	22
3.4.2 Pengambilan Sampel	25

3.4.3 Penelitian Pendahuluan.....	26
3.4.4 Pembuatan Limbah Cair Sintetik.....	27
3.4.5 Penelitian Utama	28
3.5 Analisis Data dan Pembahasan	35
3.6 Kesimpulan dan Saran	35
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Penelitian Pendahuluan.....	37
4.1.1 Uji Karakteristik Air Limbah.....	37
4.1.2 Hasil Aplikasi PHREEQC untuk Penentuan Limbah Cair Sintetik.....	38
4.1.3 Uji Kelarutan Silika.....	43
4.2 Penelitian Utama	44
4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Silika dalam <i>Recovery</i> Fosfat dan Amonium	44
4.2.2 Pengaruh pH dalam Pembentukan <i>Struvite</i> dengan Adanya Ion Silika	61
4.2.3 Karakteristik Morfologi <i>Struvite</i> yang Terbentuk	74
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	85
5.1 Kesimpulan	85
5.2 Saran	85
DAFTAR PUSTAKA.....	87
LAMPIRAN A	95
LAMPIRAN B	99
LAMPIRAN C.....	105
LAMPIRAN D.....	107
BIODATA PENULIS.....	119

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema Unit Produksi PT Petrokimia Gresik.....	5
Gambar 2.2 Struktur Orthorhombic Kristal Struvite.....	10
Gambar 2.3 Kristal <i>Struvite</i> Murni (a), Kristal <i>Struvite</i> dengan Ion Pengotor (b).....	10
Gambar 2.4 Proses Nukleasi.....	11
Gambar 2.5 Struktur Kimiawi Silika.....	12
Gambar 3.1 Kerangka Penelitian	19
Gambar 3.2 Lokasi Pengambilan Sampel.....	25
Gambar 3.3 Reaktor Penelitian	32
Gambar 4.1 Kurva Kelarutan Silika	44
Gambar 4.2 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium dan Magnesium pada pH 8 dengan Rasio Molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1	46
Gambar 4.3 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium dan Magnesium pada pH 8,5 dengan Rasio Molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1	46
Gambar 4.4 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium dan Magnesium pada pH 9 dengan Rasio Molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1	47
Gambar 4.5 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Fosfat di pH 8	48
Gambar 4.6 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Fosfat di pH 8,5	49
Gambar 4.7 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Fosfat di pH 9	49
Gambar 4.8 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Amonium di pH 8	50
Gambar 4.9 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Amonium di pH 8,5	51
Gambar 4.10 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Amonium di pH 9	51
Gambar 4.11 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Magnesium di pH 8.....	52
Gambar 4.12 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Magnesium di pH 8,5.....	53
Gambar 4.13 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Magnesium di pH 9.....	53
Gambar 4.14 Penurunan Konsentrasi Silika pada pH 8	55

Gambar 4.15	Penurunan Konsentrasi Silika pada pH 8,5.....	55
Gambar 4.16	Penurunan Konsentrasi Silika pada pH 9.....	56
Gambar 4.17	Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium, Magnesium dan Silika Limbah Cair Asli pada pH 8 ..	57
Gambar 4.18	Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium, Magnesium dan Silika Limbah Cair Asli pada pH 8,5	57
Gambar 4.19	Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium, Magnesium dan Silika Limbah Cair Asli pada pH 9 ..	58
Gambar 4.20	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 20 mg/L.....	61
Gambar 4.21	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 250 mg/L.....	62
Gambar 4.22	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 450 mg/L.....	62
Gambar 4.23	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 700 mg/L.....	63
Gambar 4.24	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 1000 mg/L.....	63
Gambar 4.25	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 20 mg/L.....	64
Gambar 4.26	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 250 mg/L.....	64
Gambar 4.27	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 450 mg/L.....	65
Gambar 4.28	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 700 mg/L.....	65
Gambar 4.29	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 1000 mg/L.....	66
Gambar 4.30	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 20 mg/L.....	67
Gambar 4.31	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 250 mg/L.....	67
Gambar 4.32	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 450 mg/L.....	68
Gambar 4.33	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 700 mg/L.....	68
Gambar 4.34	Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 1000 mg/L.....	69

Gambar 4.35 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 20 mg/L.....	70
Gambar 4.36 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 250 mg/L.....	70
Gambar 4.37 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 450 mg/L.....	71
Gambar 4.38 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 700 mg/L.....	71
Gambar 4.39 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 1000 mg/L.....	72
Gambar 4.40 Hasil Analisis SEM-EDX Sampel Kontrol Tanpa Silika pH 9	75
Gambar 4.41 Hasil Analisis SEM-EDX Sampel dengan Konsentrasi Silika 1000 mg/L pada pH 9	76
Gambar 4.42 Hasil Analisis SEM Sampel Air Limbah Asli pH 9 .	78
Gambar 4.43 Hasil Analisis XRD Sampel Kontrol pada pH 9	81
Gambar 4.44 Hasil Analisis XRD Sampel dengan Konsentrasi Silika 1000 mg/L pada pH 9	82

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik Air Limbah Poin L PT Petrokimia Gresik ..	6
Tabel 2.2 Solubilitas Produk Senyawa Recovery Fosfat	8
Tabel 2.3 Struktur Utama Silika.....	13
Tabel 3.1 Parameter Uji dan Metode Analisis Karakteristik Air Limbah.....	26
Tabel 3.2 Variasi Limbah Cair Sintetik	27
Tabel 3.3 Perhitungan Jumlah Bahan Kimia Limbah Cair Sintetik	31
Tabel 3.4 Variasi Penelitian.....	33
Tabel 4.1 Karakteristik Air Limbah Inlet Poin L PT Petrokimia Gresik	37
Tabel 4.2 Prediksi Presipitat yang Terbentuk pada Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1	39
Tabel 4.3 Prediksi Presipitat yang Terbentuk pada Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 15:1	40
Tabel 4.4 Prediksi Presipitat yang Terbentuk pada Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1	41
Tabel 4.5 Massa Produk Ter- <i>recovery</i>	60
Tabel 4.6 Hasil Rekapitulasi pH	73
Tabel 4.7 Persentase Berat Unsur Sampel Tanpa Silika (Kontrol) pH 9	75
Tabel 4.8 Persentase Berat Unsur Sampel Konsentrasi Silika 1000 mg/L pH 9	78
Tabel 4.9 Persentase Berat Unsur Sampel Limbah Asli pada pH 9	79
Tabel 4.10 Hasil <i>Wet Analysis</i>	84

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berbagai upaya untuk memperbaiki efluen yang dihasilkan oleh air limbah industri pupuk telah dilakukan. Salah satu bentuk upayanya yaitu dalam mengurangi kadar fosfat dan amonium yang masih tersisa. Sebagai contoh, PT Petrokimia Gresik telah mencoba menerapkan metode pengendapan menggunakan kalsium guna mengolah air limbahnya (Ikhlas, 2017). Dengan penerapan metode tersebut, efluen yang dihasilkan belum mencapai hasil optimum. Tingginya konsentrasi fosfat dan amonium secara berturut-turut masih tersisa pada Unit IPAL (poin L) yaitu sebesar 9.815,04 mg/L dan 2.558,31 mg/L (Pratama, 2015; Bachtiar, 2018). PT Petrokimia Gresik memiliki 3 pabrik dalam sistem operasinya yaitu Pabrik Pupuk Nitrogen, Pabrik Pupuk Fosfat dan Pabrik Asam Fosfat (Ibrahim, 2016). Pada Pabrik III salah satu prosesnya adalah *cement retarded* yang menghasilkan silika di dalam air limbahnya dengan rentang konsentrasi 31 mg/L – 937,79 mg/L (Fitriana dan Warmadewanthi, 2016; Ikhlas, 2017). Limbah cair dari ketiga pabrik akan diolah dan dimonitoring hasil efluennya pada Unit IPAL Poin L. Tidak hanya fosfat dan amonium yang masih tersisa, terdapat pula silika dengan konsentrasi sebesar 19,8 mg/L pada poin L (Bachtiar, 2018).

Pembentukan *struvite* merupakan salah satu cara untuk *recovery* fosfat dari air limbah. *Struvite* memiliki banyak kegunaan, salah satunya sebagai pupuk yang efektivitasnya tinggi (Tarrago *et al.*, 2016). Menurut Le Corre *et al.* (2009), penelitian terhadap pembentukan *struvite* kini sudah dipelajari dan diterapkan secara luas. Contohnya yaitu untuk menghindari pengerakan pada pipa, alternatif penghilangan dan *recovery* fosfat dari efluen air limbah, serta potensi keuntungan bagi air limbah industri menghasilkannya sebagai pupuk. *Struvite* yang memiliki keuntungan besar dihasilkan dari *struvite* dengan tingkat kemurnian tinggi. Hal inilah yang belum mendapatkan perhatian dan studi yang cukup. *Struvite*

yang memiliki zat pengotor akan menurunkan nilai jualnya dan membatasi kegunaannya dalam segi agrikultural (Li *et al.*, 2018; Hutnik *et al.*, 2016). Ikhlas (2017) mempelajari pengaruh beberapa ion pengganggu dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan metode presipitasi *struvite* sistem *batch*. Hasil dari penelitian tersebut menunjukkan bahwa kehadiran silika sebagai ion pengotor akan menurunkan efisiensi *removal* fosfat dan amonium. Silika di dalam air limbah dapat bereaksi dengan magnesium membentuk presipitat magnesium silikat dan kalsium karbonat pada pH 10-11 (Zeng *et al.*, 2007). Berdasarkan penelitian Damen dan Ten Cate (1992), kehadiran silika mampu mengakselerasi presipitasi kalsium fosfat. Penelitian Salsabili *et al.* (2016), Suguna *et al.* (2011) dan Chauhan *et al.* (2011) menggunakan metode pembentukan kristal *struvite* melalui teknik pertumbuhan gel dengan menggunakan media gel silika. Kristal *struvite* yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki struktur yang kuat. Kekuatan struktur *struvite* tersebut bergantung terhadap densitas media gel yang digunakan. Silika mampu menjadi gel pada rentang pH 7,5-8,5 (Sulastri dan Kristianingrum, 2010). pH pada silika menjadi salah satu faktor yang cukup penting. Pada pH di bawah 8, solubilitas silika konstan dan rendah sedangkan pada pH di atas 8 akan berubah secara drastis solubilitasnya. Berdasarkan Baumann dan Beitr (1955), nilai minimum disolubilitas silika terjadi pada pH 7-8. Selain itu, pH pada silika juga mempengaruhi tingkat kejenuhan silika dan polimerisasinya (Wilhelm dan Kind, 2015). Hingga saat ini belum ada penelitian yang melihat pengaruh silika terhadap presipitasi *struvite* pada konsentrasi dan rasio molar berapa silika akan memberikan pengaruh dalam pembentukan *struvite*.

Adanya silika pada proses pembentukan *struvite* masih perlu diteliti lebih lanjut. Berdasarkan data penelitian terdahulu, perlu diteliti lebih lanjut rasio molar $[Mg^{2+}]:[Si^{2-}]$ terhadap pengaruh pembentukan *struvite*. Selain pada rasio molar berapa silika dapat memberikan pengaruh, pengaturan pH dalam pembentukan *struvite* dengan adanya silika juga perlu diteliti. Silika cenderung memiliki fluktuasi konfigurasi yang signifikan terhadap pH. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi silika dan nilai pH tertentu terhadap pembentukan *struvite*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, dapat dirumuskan masalah penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Berapa besarnya variasi konsentrasi silika yang memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite*?
2. Berapa nilai pH yang memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite* dengan adanya ion silika?
3. Bagaimana konfigurasi morfologi *struvite* dengan adanya ion silika?

1.3 Tujuan Penelitian

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

1. Menentukan konsentrasi silika yang memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite*
2. Menentukan nilai pH yang memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite* dengan adanya ion silika.
3. Menentukan konfigurasi morfologi *struvite* dengan adanya ion silika di dalam air limbah.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini dapat dijadikan rekomendasi untuk PT Petrokimia Gresik dalam mengoptimalkan pengolahan limbah cairnya dari IPAL Poin L untuk merecovery fosfat dan amonium dengan mempertimbangkan zat-zat pengganggu lainnya serta teknologi terapan yang terbaik. Selain itu juga untuk bahan literasi penelitian-penelitian selanjutnya terhadap optimalisasi pembentukan *struvite*.

1.5 Ruang Lingkup Penelitian

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

1. Sampel air limbah yang digunakan ialah limbah cair sintetik dan limbah cair PT Petrokimia Gresik yang diambil pada poin L sebagai sumber asli

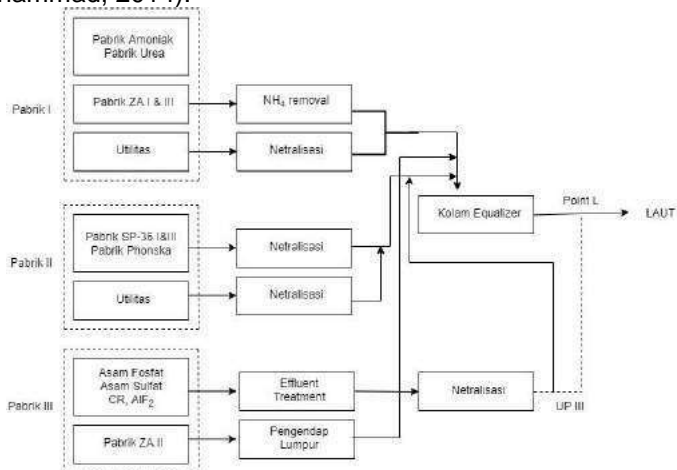
2. Rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{PO}_4^{3-}]$ yang digunakan 1,5:1
3. Variabel yang digunakan terdiri atas:
 - a. Variasi rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ dalam limbah cair sintetik
 - b. Variasi pH yaitu 8 ; 8,5 ; 9
 - c. Variasi konsentrasi silika yaitu 20, 250, 450, 700, dan 1000 mg/L
4. Parameter utama yang diukur dalam penelitian ini adalah:
 - konsentrasi silika,
 - konsentrasi fosfat,
 - konsentrasi amonium,
 - konsentrasi magnesium,
 - *particle size distribution*, dan
 - morfologi *struvite*.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Cair PT Petrokimia Gresik

PT Petrokimia Gresik merupakan industri pupuk terbesar dan terlengkap di Indonesia yang juga menghasilkan limbah dalam proses produksinya. Salah satu limbah yang dihasilkan ialah limbah cair yang apabila tidak diinventarisasikan dan dikelola dengan baik dapat menimbulkan dampak lingkungan (Pratama, 2015). Limbah cair PT Petrokimia Gresik mengandung senyawa yang tinggi diantaranya amonium dan fosfat yang berasal dari pabrik amonia dan pabrik asam fosfat (Ikhlas, 2017).

Berdasarkan proses produksinya, PT Petrokimia Gresik memiliki tiga lokasi pabrik. Tiap pabrik memiliki proses produksi yang berbeda-beda. Limbah yang dihasilkan dari ketiga pabrik tersebut juga berbeda-beda. Pabrik I (pabrik pupuk nitrogen) terdiri atas unit produksi amonium, urea, ZA I&III, CO₂, dan dry ice. Pabrik II (pabrik pupuk fosfat) terdiri atas unit produksi SP-36 I&III, Phonska, Tank Yard Amoniak, dan Phosphat. Pabrik III (pabrik asam fosfat) terdiri atas unit produksi asam fosfat, asam sulfat, CR, AIF₃, ZA II dan utilitas batu bara (Ibrahim, 2016; Hanani dan Muhammad, 2014).



Gambar 2.1 Skema Unit Produksi PT Petrokimia Gresik
Sumber: Su'udi, 2015

Pengolahan terhadap limbah yang dihasilkan oleh PT Petrokimia Gresik telah dilakukan. Berdasarkan Ikhlas (2017), sistem instalasi pengolahan air limbah yang telah dilakukan oleh PT Petrokimia Gresik meliputi IPAL melalui *segregation line* dan *zero waste phonska*.

Berdasarkan Ayu dan Suci (2017), Unit Pabrik I dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah amonium dan Unit Pabrik II dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah fosfat dan fluor, memiliki unit pengolahan *Collecting Pit* sebagai unit pengumpul limbah cair yang selanjutnya dipompakan menuju unit pabrik untuk digunakan kembali dan Unit *Equalizer* untuk pengolahan lebih lanjut. Unit Pabrik III dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah fosfat dan fluor, memiliki unit pengolahan *Effluent Treatment* yang memiliki pengolahan lebih kompleks. Unit *Effluent Treatment* memiliki 3 tahap pengolahan yaitu *pre-treatment* (penampungan), *primary treatment* dan *secondary treatment* (fisik-kimawi), setelah itu, seluruh limbah akan dikumpulkan pada Unit *Equalizer*. Unit *Equalizer* merupakan unit pengolahan lanjut yang terdiri dari *open ditch*, injeksi kapur, dan bak pengendap (Pratama, 2015). Pengolahan Unit *Equalizer* memiliki titik inlet bernama poin L. Poin L menerima limbah dari Unit Produksi I, II, dan III yang sebelumnya diproses dengan reaktor elektrodialisis untuk menghilangkan ion-ion pengotor (Bachtiar, 2018).

Tabel 2.1 Karakteristik Air Limbah Poin L PT Petrokimia Gresik

No	Parameter Uji	Satuan	Nilai
1	pH	-	8
2	Magnesium	mg/L	0
3	Fosfat	mg/L	9815,04
4	Amonium	mg/L	2558,31
5	Fluor	mg/L	220
6	Kalsium	mg/L	137,49
7	TSS	mg/L	9,66
8	COD	mg/L	100
9	Silika	mg/L	19,80

Sumber: Bachtiar, 2018

2.2 Teknik Presipitasi Kimia

Presipitasi adalah salah satu teknik pengolahan limbah cair yang sering digunakan. Dalam prosesnya, terdapat mekanisme kompleks yang melibatkan banyak parameter termasuk derajat keasaman, derajat supersaturasi, produk kelarutan, kekuatan ionik, suhu dan kehadiran ion pengganggu (Chang dan Liu, 2007). Presipitasi terjadi pada tiga tahapan berbeda yaitu: nukleasi, pertumbuhan kristal, dan flokulasi. Nukleasi dimulai dengan larutan yang tersupersaturasi dan di bawah kondisi tersebut kondensasi ion-ion akan terjadi membentuk partikel kecil. Proses ini diikuti oleh pertumbuhan partikel kecil hingga tahapan supersaturasi dan pembentukan fase padat (Stumm dan Morgan, 1996).

Presipitasi dilakukan dengan cara menurunkan kelarutan senyawa yang terlarut di dalam air limbah melalui penambahan *precipitating agent* sehingga senyawa tersebut akan mengendap. Dalam reaksi presipitasi juga diperlukan penjenuhan larutan yang pada umumnya dilakukan dengan meningkatkan pH larutan. Proses presipitasi sangat terkait dengan kelarutan, hasil kali kelarutan (K_{sp}) dan *precipitating agent* yang digunakan.

2.2.1 Presipitasi Kimia Fosfat

Proses presipitasi *struvite* sangat dikontrol oleh beberapa faktor yaitu konsentrasi $Mg^{2+}/NH_4^+/PO_4^{3-}$, pH, temperatur (Hao *et al.*, 2009) alkalinitas dan kekuatan ionik (Metcalf dan Eddy, 2014). Magnesium merupakan salah satu alternatif reagen untuk *recovery* fosfat yang sangat baik karena memiliki solubilitas yang sangat rendah yaitu 25,2 (Chimenos *et al.*, 2006). Dengan menggunakan magnesium sebagai reagen, presipitat yang akan terbentuk ialah magnesium fosfat. Terdapat 4 kemungkinan magnesium fosfat yang dapat terkristalisasi dalam larutan mengandung Mg, NH_4 dan PO_4 yaitu *struvite*, *newberyite*, *trimagnesium fosfat*, dan *bobierrite* (Musvoto *et al.*, 2000). Senyawa-senyawa yang terbentuk menjadi co-presipitat dalam *recovery* fosfat dipengaruhi oleh pH larutan (Pratama, 2015).

Solubilitas *struvite* bergantung terhadap pH dan juga konsentrasi fosfat. Ketika pH dan konsentrasi fosfat naik, maka solubilitas *struvite* akan menurun (Le Corre *et al.*, 2009). Pada pH

Tabel 2.2 Solubilitas Produk Senyawa Recovery Fosfat

Senyawa	Reaksi	Pksp pada suhu 25°C
Struvite	$Mg^{2+} + NH_4^+ + PO_4^{3-} + 6H_2O \leftrightarrow MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$	13,15
Newberyite	$Mg^{2+} + HPO_4^{2-} + 3H_2O \leftrightarrow MgHPO_4 \cdot 3H_2O$	5,8
Bobierrite	$3 Mg^{2+} + 2 PO_4^{3-} + 8H_2O \leftrightarrow Mg_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$	25,2
Trimagnesium fosfat	$3 Mg^{2+} + 2 PO_4^{3-} + 22H_2O \leftrightarrow Mg_3(PO_4)_2 \cdot 22H_2O$	23,1
Brucite	$Mg^{2+} + 2OH^- \leftrightarrow Mg(OH)_2$	11,16

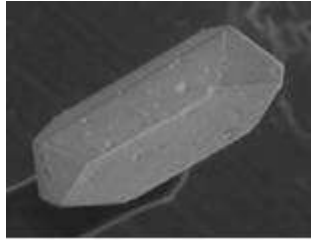
Sumber: Warmadewanthi dan Liu, 2009

8 hingga 10 akan terbentuk presipitat *bobierrite* yang stabil (Warmadewanthi dan Liu, 2009). *Bobierrite* memiliki beberapa kegunaan salah satunya yaitu dapat digunakan kembali oleh industri pupuk. Untuk tanah yang mengandung banyak besi dan alumunium, *bobierrite* sangat baik untuk digunakan sebagai media pupuk. Selain itu, *bobierrite* juga mampu menjadi perangsang perkembangan akar sehingga tanaman lebih tahan terhadap kekeringan (Normahani, 2015). *Newberyite* akan terbentuk pada pH yang lebih kecil daripada 7 (Chimenos *et al.*, 2006) pada konsentrasi magnesium yang berlebih (Babic-Ivanic *et al.*, 2006). Kegunaan dari *newberyite* sendiri dapat digunakan kembali oleh industri fosfat sebagai pupuk *slow-released* (Warmadewanthi *et al.*, 2012). Senyawa lainnya yang mungkin terbentuk ialah *brucite*. Pada pH di atas 10 *brucite* akan terbentuk (Chimenos *et al.*, 2006). *Brucite* mampu berfungsi sebagai aktivator berbagai jenis enzim tanaman. Selain itu *brucite* juga berfungsi untuk mengatur penyerapan unsur hara (Saraswati, 2015). Trimagnesium fosfat akan cenderung terbentuk pada pH di atas 9 (Le Corre *et al.*, 2007). *Struvite* memiliki banyak kegunaan, salah satunya sebagai pupuk yang efektivitasnya tinggi (Tarrago *et al.*, 2016). Kemampuan pelepasan nutrisi pada senyawa *struvite* sangat lambat dengan memiliki 3 ion di dalamnya yaitu magnesium, fosfat dan amonium. Hal inilah yang menjadi keuntungan utama pada senyawa *struvite*. Namun, untuk memperoleh keuntungan tinggi haruslah dihasilkan *struvite* dengan kemurnian tinggi.

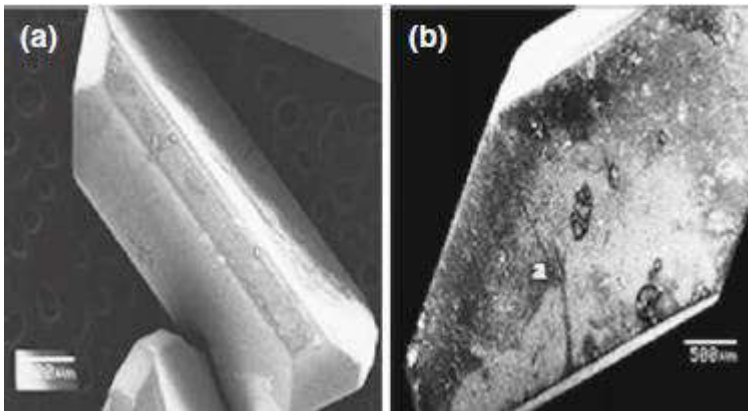
2.3 Karakteristik *Struvite*

Berdasarkan Bassett dan Bedwell (1933), *struvite* merupakan senyawa orthophosphate yang mengandung magnesium, amonium dan fosfat dalam rasio molar yang seimbang. Rumus senyawa kimia untuk *struvite* $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ dengan nama kimianya *Magnesium Ammonium Phosphate Hexahydrate*. Massa molekular relatif dari *struvite* adalah 245,43 g/mol (Rahman *et al.*, 2014). Nilai solubilitas *struvite* pada suhu 25°C di air adalah 0,018 g/100 mL (Le Corre *et al.*, 2009). *Struvite* memiliki *specific gravity* yang terbilang rendah yaitu 1,7 (Lee *et al.*, 2009). Kristal *struvite* pada air limbah industri dapat menjadi potensial penyebab penggerakan pipa, selain itu dapat juga ditemukan pada kotoran sapi dan ginjal manusia. Tanpa penanganan yang tepat *struvite* cenderung memberikan permasalahan daripada kebermanfaatannya. Namun dewasa ini, *struvite* mampu dikembangkan sebagai teknik *recovery* fosfat dari efluen air limbah dan hasilnya digunakan untuk komersial dengan nilai jual tinggi (Li *et al.*, 2018). *Struvite* dapat digunakan sebagai pupuk yang efektif karena memiliki kecepatan rendah dalam melepas nutriennya (Tarrago *et al.*, 2016). Mekanisme pembentukan kristal *struvite* melalui 3 tahap yaitu nukleasi, pertumbuhan kristal dan agregasi (Burns, 2017).

Pengamatan morfologi, komposisi, dan kemurnian *struvite* secara berturut-turut menggunakan analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Energy Diffraction X-ray* (EDX) dan *X-ray Diffraction* (XRD) (Suguna *et al.*, 2011). *Struvite* yang terbentuk sebagai kristal memiliki bentuk struktur *orthorhombic* yang dapat dilihat pada Gambar 2.2 (Le Corre *et al.*, 2009). *Struvite* murni hadir dalam berbagai bentuk seperti bubuk kristal putih, kristal besar, kristal kecil, dadih atau bergelatin (Munch dan Barr, 2001). Kristal *struvite* murni memiliki permukaan yang bersih dan tidak ada kecacatan. Apabila terdapat kehadiran ion pengotor dalam pembentukan *struvite* maka akan sangat mempengaruhi permukaan morfologi kristal (Suguna *et al.*, 2011). Kristal *struvite* murni berbentuk persegi kubus teratur berbeda dengan kristal *struvite* yang mengandung ion pengotor, seperti pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Struktur Orthorhombic Kristal Struvite
Sumber: Le Corre et al., 2009



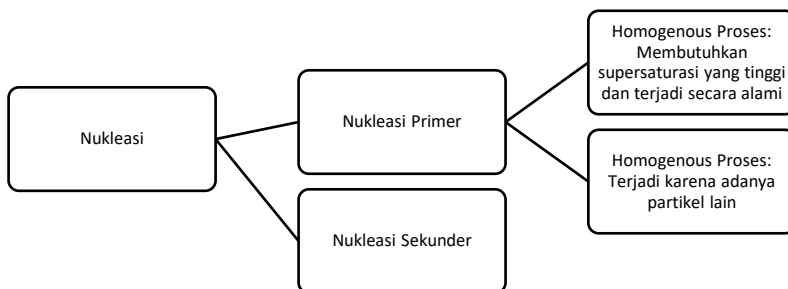
Gambar 2.3 Kristal *Struvite* Murni (a), Kristal *Struvite* dengan Ion Pengotor (b)

Sumber: Suguna et al., 2011

Pembentukan kristal *struvite* merupakan suatu teknik yang kompleks karena membutuhkan kemampuan untuk mampu mengatasi beberapa faktor pembentukan. Faktor-faktornya ialah senyawa awal yang terkandung dalam kristal, kesetaraan termodinamika, kemampuan transfer senyawa zat padat-cair dan reaksi kinetik. Parameter fisik-kimia juga mampu mempengaruhi pembentukan *struvite* yaitu pH, supersaturasi, kemampuan pengadukan, suhu, dan ion pengotor (Burns, 2017). *Struvite* yang terbentuk harus dalam kualitas yang baik, bentuk *struvite* prismatic atau seperti jarum, homogen dalam bentuk yang besar dan tidak

mengandung banyak ion pengotor dari air limbah (Hutnik *et al.*, 2016)

Untuk meningkatkan besarnya partikel *struvite* dapat dilakukan dengan meningkatkan nukleasi sekunder atau meningkatkan waktu induksi. Meningkatkan nukleasi sekunder dapat dilakukan dengan *seeding* kristal menggunakan material inert (Tarrago *et al.*, 2016). Proses nukleasi dapat dipercepat dengan penambahan *seed material*, karena dapat menyediakan luas permukaan yang cukup untuk pembentukan kristal *struvite*. Ukuran kristal *struvite* dapat bertambah semakin lamanya waktu induksi. Berdasarkan penelitian Li *et al.* (2018), *seeding* dapat dilakukan tanpa adanya *seed material* melainkan dengan influen air limbah itu sendiri sudah dapat terjadi *seeding*.



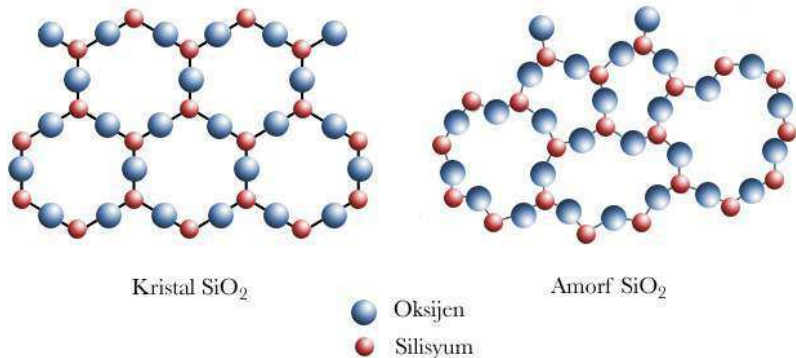
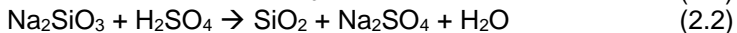
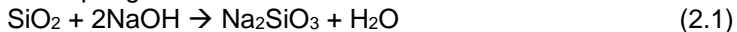
Gambar 2.4 Proses Nukleasi
Sumber: Le Corre *et al.*, 2009

2.4 Karakteristik Silika

Silika merupakan salah satu senyawa oksida yang ketersediaannya melimpah di alam, secara spesifik di permukaan kerak bumi. Struktur dan rumus kimia silika sangat beragam. Struktur atomik silika sangat dipengaruhi oleh rumus kimia, temperatur, dan tekanan (Liebau, 1985). Silika memiliki rumus kimia SiO_2 dan paling banyak ditemukan dalam bentuk pasir yang biasa disebut pasir silika atau pasir kuarsa. Bentuk lain dari silika yang biasa ditemukan di alam yaitu batuan beku dan batuan metamorf. Silika didapat dari batuan tersebut melalui proses pelapukan yang kemudian mengalami transportasi dan

pengendapan. Bentuk silika lainnya di alam dapat diperoleh dengan cara penampangan, namun cara ini tergolong sulit untuk dilakukan. Penggolongan bentuk-bentuk silika terbagi menjadi dua yaitu bentuk amorf dan bentuk polikristal. Bentuk amorf dideskripsikan sebagai bentuk yang tidak beraturan, sedangkan bentuk polikristal sebagai bentuk kristal yang beragam (Trianasari, 2017; Azhari dan Aziz, 2016).

Selain secara alami, silika juga bisa didapat melalui cara sintesis. Silika yang berbentuk polikristal lebih banyak ditemukan di alam, sedangkan yang berbentuk amorf lebih banyak didapat melalui cara sintesis (Sulastri dan Kristianingrum, 2010). Beberapa contoh silika sintesis adalah silika gel dan serbuk silika. Untuk mendapatkan silika murni dalam bentuk serbuk silika perlu mensintesis silika dari batu apung (Mourhly *et al.*, 2015). Batu apung direaksikan dengan natrium hidroksida akan menghasilkan natrium silikat. Setelahnya natrium silikat direaksikan dengan asam sulfat hingga mendapatkan endapan silika murni berupa pasir melalui proses kalsinasi (Trianasari, 2017). Berikut adalah reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis serbuk silika pada batu apung.



Gambar 2.5 Struktur Kimiawi Silika
Sumber: Hakkinda, 2018

Struktur kristal dapat berubah dalam kondisi metastabil ketika mencapai temperatur di luar rentang stabilitas normal seperti pada penjelasan di Tabel 2.3

Tabel 2.3 Struktur Utama Silika

Bentuk	Rentang stabilitas (°C)	Modifikasi	Kerapatan (kgm ⁻³)
Kristobalt	1470-1723 (t.l.)	β_(kubik)	2210
		α_(tetragonal)	2330
Tridimit	870-1470	β_(heksagonal)	2300
		u_(ortorombik)	2270
Kuarsa	<870	β_(heksagonal)	2600
		u_(trigonal)	2650

Sumber: Smallman dan Bishop, 1999

Silika memiliki salah satu kegunaan yang paling sering digunakan yaitu sebagai adsorben. Sifat silika yang sangat inert, hidrofilik, non konduktor, memiliki kestabilan termal dan mekanik yang tinggi, serta resisten sebagai pelarut organik mendukung kemampuannya sebagai adsorben. Adsorpsi pada silika memiliki kemungkinan terjadi interaksi dengan ion logam. Ion logam yang bersifat ionik akan teradsorb dengan cara pertukaran ion. Hal ini dapat menjadi pertimbangan untuk penerapan pemisahan ion logam dari suatu larutan, seperti limbah industri atau badan air. Kualitas yang berkaitan dengan pemanfaatannya ditentukan oleh berbagai faktor. Faktor-faktornya yaitu struktur internal seperti yang dijelaskan pada Tabel 2.3, ukuran partikel, porositas, luas permukaan, ketahanan dan polaritasnya (Sulastris dan Kristianingrum, 2010). Kegunaan lain dari silika yaitu sebagai unsur hara yang dibutuhkan tanaman, terutama untuk padi dan tanaman yang bersifat akumulator Si (Trianasari, 2017).

pH pada silika menjadi salah satu faktor yang cukup penting. Silika mampu terlarut pada pH yang tinggi (Zeng *et al.*, 2007). Pada pH di bawah 8, solubilitas silika konstan dan rendah. Namun pada pH di atas 8 akan berubah secara drastis solubilitasnya. Selain itu, pH pada silika juga mempengaruhi tingkat kejenuhan silika dan polimerisasinya (Wilhelm dan Kind, 2015). Menurut Warmadewanthi *et al.* (2012) silika berfase *aqueous* akan dominan pada pH 7 hingga 10. Silika mampu menjadi gel pada rentang pH 7,5-8,5 (Sulastris dan Kristianingrum, 2010). Penelitian Zeng *et al.*

(2007) mempelajari penyisihan silika dari limbah cair terkontaminasi minyak. Reagen yang digunakan untuk menghilangkan silika salah satunya adalah $MgCl_2$. Magnesium klorida mampu menyisihkan silika pada pH 10-11 dengan hasil sampingan endapan $CaCO_3$ dan $MgSiO_3$.

Teknik presipitasi silika dapat terjadi dengan adanya kehadiran ion-ion lain seperti kalsium, magnesium, besi dan aluminium (Bremere *et al.*, 2000). Kesadahan magnesium lebih efektif daripada kesadahan kalsium dalam meningkatkan laju polimerisasi dan mengurangi solubilitas silika dalam larutan (Sheikholeslami *et al.*, 2001). Silikat memiliki 2 konfigurasi bentuk pada larutan yaitu silika endapan (SiO_2) dan silika terlarut (SiO_3^{2-}). Proses presipitasi silika dengan magnesium akan membentuk asam magnesium silikat ($MgSiO_3$) dalam keadaan alkalin. Magnesium silikat yang terbentuk merupakan endapan SiO_2 yang telah tersisihkan (Zeng *et al.*, 2007). Rumus kimia yang terbentuk dapat dilihat pada persamaan berikut (Warmadewanthi *et al.*, 2012):



Permukaan $Mg(OH)_2$ selalu memiliki muatan positif (McLaughlin *et al.*, 1992). Senyawa $Mg(OH)_2$ memiliki permukaan aktif yang besar sehingga potensi adsorpsi terhadap silika menjadi kuat. Silika pada beberapa konfigurasi air limbah akan teradsorpsi membentuk magnesium silikat semu (Zeng *et al.*, 2007).

Presipitasi silika sangat bergantung kepada temperatur. Semakin meningkat temperatur larutan, solubilitas silika juga akan meningkat. Temperatur juga memberikan pengaruh terhadap mineral lain yang akan terbentuk pada presipitat. Penggunaan kembali presipitat silika melalui proses presipitasi dapat digunakan kembali sebagai bahan baku dalam kegiatan industri. (Warmadewanthi *et al.*, 2012). Selain dengan cara presipitasi, untuk menghilangkan silika dari air dapat dilakukan dengan cara adsorpsi, penambahan kapur, flokulasi dan sedimentasi (Sheikholeslami dan Bright, 2002; Gallup *et al.*, 2003).

2.5 Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian yang telah dilakukan terkait dengan pembentukan *struvite*, dan penyisihan fosfat dengan penggunaan ion silika yaitu:

1. Dewi dan Masduqi (2003) dengan judul Penyisihan Fosfat dengan Proses Kristalisasi dalam Reaktor Terfluidasi Menggunakan Media Pasir Silika. Berdasarkan penelitian ini, keadaan optimum untuk mendapatkan efisiensi penyisihan fosfat terbesar dalam reaktor yaitu pada pH 10 dengan persentase penyisihan fosfat 76,5%. Perbandingan rasio molar $[Ca^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ optimum yaitu 19:5 dengan efisiensi penyisihan 72,11%.
2. Pratama (2015) dengan judul *Recovery Amonium dan Fosfat Limbah Cair PT Petrokimia Gresik melalui Proses Presipitasi menggunakan Magnesium*. Berdasarkan penelitian ini, presipitasi *Struvite* optimum terjadi pada saat rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 2:1:1$ dan pH 8,5.
3. Salsabili *et al.* (2016) dengan judul *Morphological Properties of Struvite Grown Through Gel-Growth Technique in Silica Gel*. Berdasarkan penelitian ini, metode pembentukan kristal *struvite* dapat digunakan melalui teknik pertumbuhan gel dengan menggunakan media gel silika. Kristal *struvite* yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki bentuk runcing seperti kristal dengan panjang 6 mm-25 mm dan ketebalan 0,3 mm-4,8mm. Struktur yang dimiliki kuat tetapi memiliki ketergantungan yang tinggi terhadap media gel.
4. Fitriana dan Warmadewanthi (2016) dengan judul Penurunan Kadar Amonium dan Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk. Berdasarkan penelitian ini, presipitasi *Struvite* optimum terjadi pada saat, pH 8,5; rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 1:1:1$; dan kecepatan pengadukan 158 rpm.
5. Ikhlas (2017) dengan judul Pengaruh pH, Rasio Molar, Jenis Presipitan, dan Ion Pengganggu dalam *Recovery Amonium dan Fosfat Pada Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Metode Presipitasi Struvite*. Berdasarkan penelitian ini presipitasi *struvite* optimum terjadi pada saat, pH 9; rasio molar $[Mg^{2+}]:[NH_4^+]:[PO_4^{3-}] = 3:1:1$; dan dengan menggunakan presipitan $MgCl_2$, selain itu juga

terbukti bahwa kalsium dan silika memberikan pengaruh terhadap presipitasi *struvite*.

6. Iswarani (2018) dengan judul Pengaruh Aerasi Terhadap Recovery Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik Menggunakan Teknik Presipitasi. Berdasarkan penelitian ini debit aerasi optimum ialah 16 LPM, dengan pH sebesar $8,5 \pm 0,2$ dan rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}] = 1,5:15:1$

7. Bachtiar (2018) dengan judul Studi Kristalisasi *Struvite* pada Air Limbah Industri Pupuk dengan Menggunakan Reaktor *Fluidized Bed*. Berdasarkan penelitian ini, kandungan *struvite* yang terbentuk ialah 60,2% dengan unsur penyusun N,O,P,Mg dan Si. *Seed material* yang digunakan adalah pasir, silika dan tanpa *seed*. *Seed material* yang paling efektif yaitu pasir mampu merecovery 73% fosfat dan 57% amonium pada kecepatan aliran 0,014 m/s.

2.6 Metode Analisis Terkait

2.6.1 SEM-EDX dan XRD

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan pengujian analisis untuk morfologi permukaan kristal *struvite* yang terbentuk. SEM mampu memberikan gambaran bentuk dan morfologi kristal secara detail dan akurat. Hasil dari uji analisis SEM berupa gambar dengan resolusi tinggi yang dapat dilihat pada level perbesaran yang berbeda-beda (Salsabili *et al.*, 2016). Kemampuan perbesaran SEM dalam menganalisis ialah dari 20 hingga 500.000 kali. Spesimen yang dianalisis harus memiliki konduktivitas elektrik yang baik, sehingga untuk itu perlu dilakukan *coating* atau pelapisan metal untuk menghindari adanya muatan elektrostatistik (Vida-Simiti *et al.*, 2004).

Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX) merupakan sebuah pengujian analisis untuk mengetahui unsur yang terkandung pada sampel. EDX dapat dilakukan pada daerah yang kecil (titik), garis, dan kotak. Selain itu EDX dapat digunakan untuk mengetahui sebaran unsur pada sampel (mapping). Sistem EDX pada umumnya menjadi satu atau melekat pada SEM.

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan sebuah pengujian analisis untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dalam sebuah sampel. XRD akan menganalisis sampel dengan tingkat akurasi dan rasio sinyal yang paling tinggi. Hasilnya akan diplotkan dalam

suatu grafik yang mengandung intensitas dan 2θ (sudut pembacaan). Selanjutnya, untuk mengidentifikasi grafik tersebut digunakan software Match. Software tersebut akan 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.

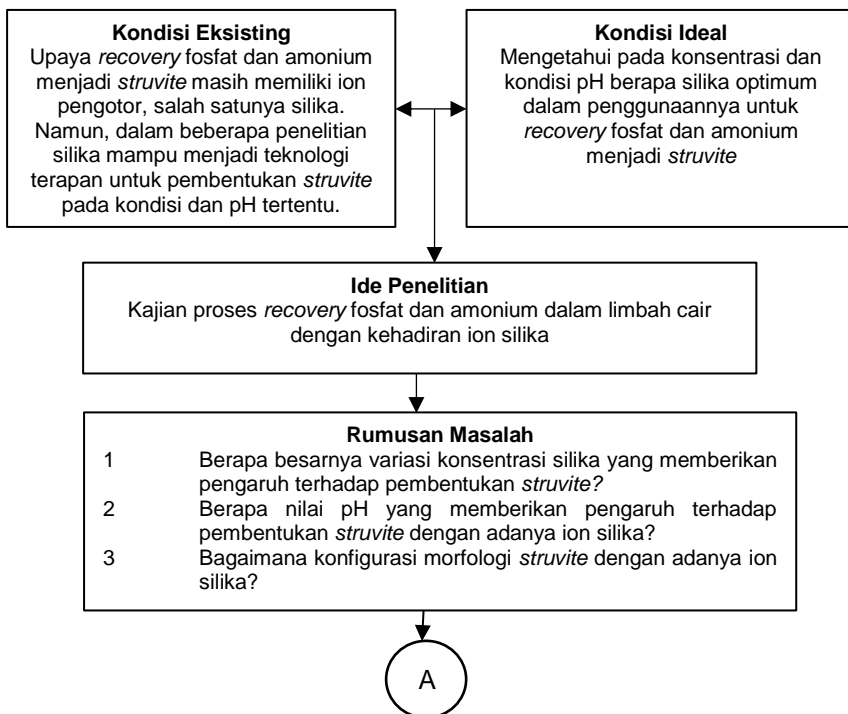
“ Halaman ini sengaja dikosongkan ”

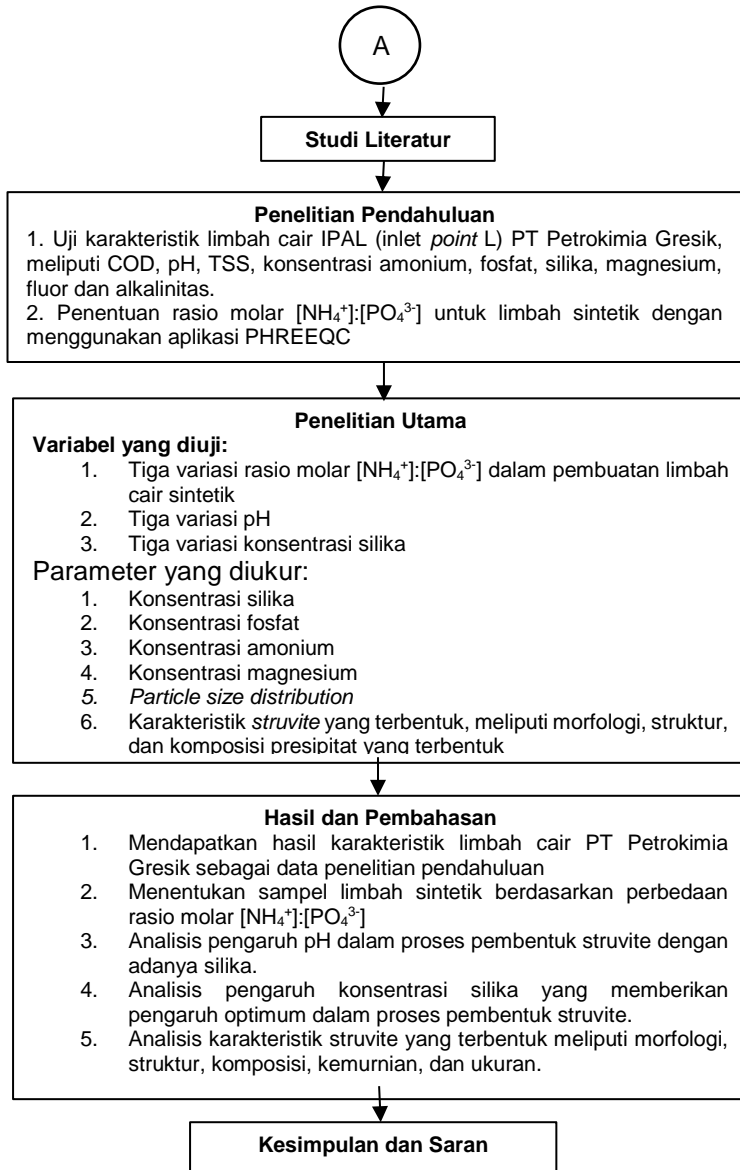
BAB 3 METODE PENELITIAN

Metode penelitian merupakan rangkaian kegiatan untuk melaksanakan penelitian. Metode penelitian dapat dijadikan sebagai acuan langkah-langkah penelitian yang akan dilaksanakan. Selain sebagai acuan, tujuan dari pembuatan metode penelitian ialah untuk mempermudah pelaksanaan penelitian yang berisi rancangan alur penelitian.

3.1 Kerangka Penelitian

Kerangka penelitian merupakan kerangka acuan yang berisi rangkaian pokok kegiatan yang akan dilakukan dalam penelitian ini. Pembuatan kerangka penelitian memiliki tujuan agar penelitian berjalan sesuai dengan rencana dan dapat memenuhi tujuan yang telah ditetapkan. Berikut adalah kerangka penelitian yang dapat dilihat pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1 Kerangka Penelitian

3.2 Ide Penelitian

Pemanfaatan *struvite* dalam proses *recovery* fosfat dan amonium serta sebagai alternatif pupuk dengan harga jual tinggi mulai banyak dipelajari. *Struvite* memiliki banyak kegunaan, salah satunya sebagai pupuk yang efektivitasnya tinggi (Tarrago *et al.*, 2016). *Struvite* yang memiliki keuntungan besar dihasilkan dari *struvite* dengan tingkat kemurnian tinggi, hal inilah yang belum mendapatkan perhatian dan studi yang cukup.

Berdasarkan penelitian terdahulu oleh Ikhlas (2017) mempelajari pengaruh beberapa ion pengganggu dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan metode presipitasi *struvite* sistem *batch*. Hasil dari penelitian tersebut menunjukkan bahwa kehadiran silika sebagai ion pengotor akan menurunkan efisiensi *removal* fosfat dan amonium. Penelitian Salsabili *et al.* (2016), Suguna *et al.* (2011) dan Chauhan *et al.* (2011) menggunakan metode pembentukan kristal *struvite* melalui teknik pertumbuhan gel dengan menggunakan media gel silika. Silika mampu menjadi gel pada rentang pH 7,5-8,5 (Sulastri dan Kristianingrum, 2010). pH pada silika menjadi salah satu faktor yang cukup penting. Pada pH di bawah 8, solubilitas silika konstan dan rendah sedangkan pada pH di atas 8 akan berubah secara drastis solubilitasnya. Selain itu, pH pada silika juga mempengaruhi tingkat kejenuhan silika dan polimerisasinya (Wilhelm dan Kind, 2015). Adanya ion silika pada proses pembentukan *struvite* masih perlu diteliti lebih lanjut. Berdasarkan data penelitian terdahulu, perlu diteliti lebih lanjut rasio molar $[Mg^{2+}]:[Si^{2-}]$ beserta kinematikanya terhadap pengaruh pembentukan *struvite*. Selain pada rasio molar berapa silika dapat memberikan pengaruh, pengaturan pH dalam pembentukan *struvite* dengan adanya silika juga perlu diteliti. Silika cenderung memiliki fluktuasi konfigurasi yang signifikan terhadap pH. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kadar silika tertentu terhadap presipitasi *struvite*.

3.3 Studi Literatur

Studi literatur dilaksanakan untuk memperluas dan mempertajam wawasan peneliti terkait penelitian. Studi literatur yang digunakan pada penelitian ini berupa jurnal penelitian internasional maupun nasional, *textbook*, disertasi, thesis, laporan

tugas akhir, laporan kerja praktik, peraturan pemerintah, *website*, serta makalah dan seminar yang berhubungan dengan penelitian ini.

Literatur yang diperlukan dalam penelitian ini yaitu karakteristik limbah cair PT Petrokimia Gresik, teknik presipitasi kimia, presipitasi kimia fosfat, karakteristik *struvite*, karakteristik silika, dan penelitian terdahulu yang berhubungan dengan penelitian ini.

3.4 Pelaksanaan Penelitian

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. Alat

1. pH meter (Eco Tester pH 2 Eutech Instruments), digunakan untuk mengukur pH limbah cair sebelum, saat, dan setelah eksperimen.
2. *Spectroquant Nova 60A*, alat ini digunakan untuk menganalisis kandungan fosfat, amonium, magnesium, silika dan fluor pada air limbah sebelum dan sesudah eksperimen.
3. Neraca Analitik, alat ini digunakan untuk mengukur berat zat analisis dan berat *struvite* yang dihasilkan.
4. *Furnace*, oven, desikator, *vacuum pump*, cawan porselen, dan cawan petridis. Alat-alat ini digunakan untuk mengukur kadar TSS pada air limbah.
5. *Buret*, *Erlenmeyer COD*, kondensor dan *beaker glass*. Alat-alat ini digunakan untuk mengukur kadar COD pada air limbah.
6. *Jar test*, digunakan untuk mengaduk sampel pada saat proses presipitasi.
7. Reaktor akrilik, reaktor 1L yang akan digunakan untuk pelaksanaan presipitasi yang dilengkapi dengan kran untuk mengeluarkan presipitat.
8. Mikropipet dan makropipet, digunakan untuk memindahkan sampel limbah cair, reaktan, atau supernatan hasil presipitasi dari suatu wadah ke wadah lain dengan volume tertentu.

9. Spatula dan pengaduk kaca, digunakan untuk mengambil reagen presipitan dan melarutkannya.
10. Kuvet, digunakan untuk wadah sampel yang akan dianalisis menggunakan *spectrophotometer*.
11. *Timer* dan peralatan penunjang lainnya, digunakan untuk membantu dalam analisis karakteristik supernatan.
12. Labu ukur, digunakan untuk mengencerkan larutan sampai volume tertentu secara akurat dan untuk membuat larutan dengan konsentrasi tertentu.
13. Gelas ukur, digunakan untuk mengukur volume larutan.
14. Scanning Electron Microscopy- Energy Diffraction X-Ray (SEM-EDX) (ZEISS EVO® MA 10). Alat ini digunakan untuk mengetahui karakteristik struvite melalui pengukuran morfologi, struktur struvite.
15. X-Ray Diffraction (XRD) (Philips Xpert Powder Diffractometer) digunakan untuk menganalisis karakteristik komposisi senyawa yang terbentuk.
16. Particle Size Distribution (LA-960 Laser Diffraction) digunakan untuk menganalisis persebaran ukuran partikel yang terbentuk.

b. Bahan

1. Monopotasium fosfat (KH_2PO_4)
Monopotasium fosfat digunakan sebagai sumber fosfat untuk pembuatan sampel limbah sintetis. Jumlah penambahan KH_2PO_4 disesuaikan dengan kondisi konsentrasi fosfat aktual pada air limbah PT Petrokimia Gresik.
2. Amonium hidroksida (NH_4OH)
Amonium hidroksida digunakan sebagai sumber amonium dalam pembuatan sampel limbah sintetis. Jumlah penambahan NH_4OH disesuaikan dengan kondisi konsentrasi amonium aktual pada air limbah PT Petrokimia Gresik.
3. Magnesium klorida (MgCl_2)

Magnesium Klorida digunakan sebagai sumber magnesium dalam proses kristalisasi *Struvite*. Magnesium klorida berfungsi sebagai presipitan amonium dan fosfat yang terkandung pada air limbah. $MgCl_2$ dipilih berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ikhlas (2017), yang mengatakan bahwa $MgCl_2$ memiliki sifat mudah larut dalam air dan efektif dalam proses *recovery* fosfat.

4. Silika dioksida (SiO_2)
Silika dioksida dibutuhkan dalam bentuk bubuk sebagai sumber silika yang akan menjadi variabel pada penelitian ini. Kadar silika akan dicari pada rasio molar berapa yang memiliki hubungan paling signifikan dalam pembentukan *struvite*.
5. Limbah Cair PT Petrokimia Gresik
Limbah cair ini digunakan sebagai sumber amonium dan fosfat dalam proses kristalisasi *Struvite*. Limbah cair yang diambil berasal dari poin L PT Petrokimia Gresik. Limbah cair tersebut akan diambil dengan teknik *time composite sampling*, dengan menggunakan jerigen.
6. *Aquadest*
Aquadest digunakan untuk mengencerkan sampel air limbah dan blanko dalam analisis karakteristik air limbah menggunakan *spectrophotometer*.
7. H_2SO_4 dan $NaOH$ 1 N
Zat ini digunakan untuk mengatur pH limbah cair menjadi pH yang ditetapkan.
8. Natrium Bikarbonat ($NaHCO_3$)
Natrium bikarbonat digunakan sebagai pengatur alkalinitas yang akan ditambahkan ke dalam sampel limbah sintesis. Penambahan $NaHCO_3$ pada limbah sintesis ditujukan untuk mengkondisikan limbah cair dalam kondisi alkalin seperti limbah aktual di lapangan.

9. Kertas saring (whatman)
Kertas saring digunakan untuk menyaring presipitat yang terbentuk, yang kemudian presipitatnya diuji menggunakan SEM-EDX dan XRD. Kertas saring ditimbang terlebih dahulu menggunakan metode gravimetri (APHA, 1999) untuk mendapatkan berat konstan. Selain itu, kertas saring juga digunakan untuk analisis TSS.
10. Reagen Kit
Reagen kit digunakan sebagai reagen untuk analisis fosfat, amonium, dan silika.
11. Larutan dikromat ($K_2Cr_2O_7$), Kristal Perak Sulfat (Ag_2SO_4), Asam Sulfat (H_2SO_4), Kristal Merkuri Sulfat (Hg_2SO_4), Fero Amonium Sulfat, dan Fenantrolin Fero Sulfat
Zat-zat di atas digunakan sebagai bahan untuk analisis COD.

3.4.2 Pengambilan Sampel

Sampel diambil pada IPAL (inlet poin L) PT Petrokimia Gresik. Poin L adalah unit pengolahan akhir limbah PT Petrokimia Gresik yang terdiri atas tangki ekuilisasi dan kolam pengendapan serta di ujungnya terdapat pintu air untuk membuang air limbah ke laut. Sampel diambil pada inlet poin L. Hal yang melatar belakangi pengambilan sampel di inlet poin L adalah karakteristik air limbah pada inlet poin L memiliki konsentrasi fosfat dan amonium yang tinggi, sehingga sesuai untuk dimanfaatkan dalam *recovery* fosfat menggunakan teknik presipitasi.



Gambar 3.2 Lokasi Pengambilan Sampel
Sumber: Iswarani, 2018

Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam pengambilan sampel adalah lokasi, frekuensi, teknik yang digunakan, dan pengawetan sampel. Titik pengambilan sampel sudah ditentukan oleh pihak PT Petrokimia Gresik. Sampel diambil menggunakan jerigen. Sampel yang diambil setiap kali pengambilan sampel adalah sebanyak 50 L menggunakan teknik *composite sampling*. Teknik *composite sampling* adalah pengambilan campuran beberapa sampel yang diambil pada titik yang sama pada waktu yang berbeda. Berdasarkan penelitian Iswarani (2018), waktu yang digunakan untuk mengambil sampel yaitu pada pukul 8.00, 11.00 dan 14.00. Teknik pengawetan sampel setelah pengambilan sampel yaitu disimpan pada *freezer* dengan suhu 4°C (APHA, 1999).

3.4.3 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan yang dilakukan yaitu mencakup: Analisis karakteristik dari limbah cair poin L PT Petrokimia Gresik dilakukan parameter uji dan metode yang digunakan disebutkan pada Tabel 3.1. Pertimbangan dalam menentukan metode analisis mengacu pada Standard Methods for Examination of Water and Wastewater oleh APHA (1999).

Tabel 3.1 Parameter Uji dan Metode Analisis Karakteristik Air Limbah

No	Parameter Uji	Metode
1	pH	SNI 06-6989.11-2004 (pH meter)
2	Magnesium	Titrimetri
3	Fosfat	Spektrofotometri
4	Amonium	Spektrofotometri
5	Silika	Spektrofotometri
6	TSS	Gravimetri
7	COD	Open Reflux Method
8	Fluor	Spektrofotometri
9	Alkalinitas	Titrimetri

Metode spektrofotometri yang digunakan untuk analisis konsentrasi parameter magnesium, fosfat, amonium, silika dan fluor akan dilakukan dengan menggunakan reagen kit (MERCK). Hal ini bertujuan untuk mendapatkan hasil analisis yang lebih akurat dan melakukan teknik penelitian yang lebih efektif. Langkah-langkah untuk analisis parameter pH, TSS dan COD secara detail dapat dilihat pada Lampiran B.

3.4.4 Pembuatan Limbah Cair Sintetik

Sampel limbah cair sintetik digunakan dalam penelitian ini guna mempersiapkan limbah cair dalam kondisi ideal tanpa adanya ion pengotor lain. Komposisi limbah cair sintetik yaitu mengandung PO_4^{3-} dan NH_4^+ disesuaikan dengan komposisi limbah cair aktual yang diinginkan. Berdasarkan penelitian Iswarani (2018) dan Bachtiar (2018), konsentrasi fosfat dan amonium pada poin L PT Petrokimia Gresik cukup fluktuatif. Fosfat dan amonium pada poin L secara berturut-turut ialah sebesar 4.180,328 mg/L – 9.815,04 mg/L dan 2.558,31 mg/L – 12.282,6 mg/L. Dengan fluktuasi yang cukup signifikan, maka pembuatan sampel limbah sintetik perlu divariasikan berdasarkan kondisi pada saat amonium tinggi, fosfat tinggi, dan keduanya sama.

Persiapan pembuatan sampel yaitu dengan menambahkan KH_2PO_4 sebagai PO_4^{3-} dan NH_4OH sebagai NH_4^+ . Variasi sampel limbah cair sintetik pada 3 kondisi yang disebutkan sebelumnya beracuan pada Tabel 3.2. Perhitungan molar dan jumlah penambahan KH_2PO_4 dan NH_4OH dihitung berdasarkan konsentrasi yang ditentukan.

Tabel 3.2 Variasi Limbah Cair Sintetik

Variasi	Amonium (mg/L)	Fosfat (mg/L)	Sumber	Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$
Limbah Sintetik 1	2.558,31	9.815,04	Bachtiar, 2018	1:1
Limbah Sintetik 2	12.282,6	4.180,328	Iswarani, 2018	15:1
Limbah Sintetik 3	7.000	5000	-	7:1

Berdasarkan Tabel 3.2, maka terdapat 3 jenis sampel variasi limbah cair sintetik. Ketiga sampel tersebut akan ditambahkan

NaHCO₃ untuk mengkondisikan limbah cair sintetik menjadi alkalin sesuai dengan kondisi limbah cair aktual (Le Corre *et al.*, 2005). Alkalinitas pada limbah cair poin L PT Petrokimia Gresik ialah 5.280 mg/L (Iswarani, 2018). Penambahan NaHCO₃ 5,3 g 0,0135 mol ke dalam ketiga sampel limbah cair sintetik dengan perlakuan dan jumlah yang sama. Setelah pencampuran KH₂PO₄, NH₄OH dan NaHCO₃ ketiga sampel diaduk selama 30 detik pada suhu ruangan (Bagastyo *et al.*, 2017).

Variasi rasio molar [NH₄⁺]:[PO₄³⁻] limbah cair sintetik kemudian dimasukkan ke dalam aplikasi permodelan PHREEQC Interactive 3.4.0-12927. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan prediksi presipitat yang mampu membentuk hasil *recovery* fosfat dan amonium terbaik serta mampu melihat kemungkinan terbentuknya presipitat lain dengan adanya ion silika.

3.4.5 Penelitian Utama

Pada tahap ini dilakukan uji coba dalam mengetahui kehadiran konsentrasi silika pada proses pembentukan *struvite* dengan proses presipitasi sistem *batch*. Reaktor yang digunakan adalah *jar test apparatus* dan reaktor akrilik bervolume 1,2 L seperti yang diilustrasikan pada Gambar 3.3. Langkah pertama ialah memasukkan sampel limbah cair sintetik sebanyak 1 L ke dalam reaktor akrilik bervolume 1,2 L. Variasi larutan silika ditambahkan ke dalam limbah cair sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan. Kemudian menambahkan presipitan MgCl₂ ke dalam sampel sebagai sumber Mg²⁺ pada penelitian ini. Penambahan MgCl₂ berdasarkan ruang lingkup yang telah ditetapkan yaitu pada rasio [Mg²⁺]:[PO₄³⁻] 1,5:1. Perhitungan untuk jumlah magnesium yang ditambahkan mengacu pada konsentrasi fosfat tiap sampel yang digunakan, berikut merupakan contoh perhitungan kebutuhan magnesium.

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

Kadar magnesium dalam air limbah sebesar 0 mg/L maka magnesium yang perlu ditambahkan sebanyak (378,9x) mg/L. Air sampel yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 1 L. Maka $MgCl_2$ yang ditambahkan sebanyak:

$$\begin{aligned}\text{Berat } MgCl_2 \text{ yang dibutuhkan} &= \text{Kebutuhan} \times V \times (\text{Mr } MgCl_2 \cdot 6H_2O / \text{Mr } Mg) \\ &= 378,9x \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} \times (203,3/24) \\ &= 3209,6x \text{ mg}\end{aligned}$$

Pengaturan pH dilakukan dengan cara penambahan H_2SO_4 dan $NaOH$ 1 N. pH yang digunakan sebagai variasi ialah pH 8; 8,5; dan 9 berdasarkan kondisi optimum *struvite* akan terbentuk. Pengaturan pH dilakukan sebagai *initial* pH sehingga tidak ada pengaturan pH pada saat pengadukan berlangsung.

Penambahan bubuk SiO_2 sebagai sumber ion Si^{2+} bertujuan untuk mengetahui pengaruh silika pada konsentrasi tertentu, pada kondisi pH tertentu mampu memberikan efek yang terburuk terhadap pembentukan *struvite*. Konsentrasi yang digunakan dalam penambahan silika berdasarkan rentang konsentrasi 19,8 mg/L – 937,79 mg/L (Bachtiar, 2018; Fitriana dan Warmadewanthi, 2016) yang terkandung pada poin L PT Petrokimia Gresik, sehingga penambahan konsentrasi silika yang akan digunakan dibagi pada 5 rentang kondisi yaitu:

- 20 mg/L, yaitu pada kondisi sangat rendah.
- 250 mg/L, yaitu pada kondisi cukup rendah.
- 450 mg/L, yaitu pada kondisi sedang.
- 700 mg/L, yaitu pada kondisi cukup tinggi.
- 1000 mg/L, yaitu pada kondisi sangat tinggi.

Penggunaan bubuk silika yang merupakan silika dalam bentuk amorf, perlu diuji terlebih dahulu kelarutannya. Uji kelarutan silika dilakukan untuk membuktikan silika larut paling optimum pada pH berapa. Sebanyak 1 gram bubuk SiO_2 dilarutkan dalam 1 L aquades kemudian diaduk selama 60 menit menggunakan *magnetic stirrer* dan dianalisis menggunakan metode spektrofotometri. Sampel dikondisikan pada rentang pH 4 hingga 10 dengan menggunakan $NaOH$ 1 N dan H_2SO_4 1 N.

Setiap satu kali *running*, sampel limbah yang digunakan merupakan sampel dengan jenis variasi rasio molar $[NH_4^+]:[PO_4^{3-}]$ yang sama, pH yang diatur pada kondisi yang sama dan konsentrasi silika yang ditambahkan juga pada nilai yang sama.

Dengan perlakuan demikian maka jumlah bahan kimia yang perlu ditambahkan untuk satu jenis limbah mengikuti pada perhitungan berikut. Untuk kebutuhan jumlah bahan kimia yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Contoh perhitungan pada Limbah Cair Sintetik 3

$$\text{Konsentrasi NH}_4^+ = 7000 \text{ mg/L}$$

$$\text{Jumlah NH}_4\text{OH} = \text{Konsentrasi NH}_4^+ \times \text{Volume} \times (\text{Mr NH}_4\text{OH} / \text{Mr NH}_4)$$

$$= 7000 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} \times (35/18) / 1000$$

$$= 13,61 \text{ g}$$

$$\text{Konsentrasi PO}_4^{3-} = 5000 \text{ mg/L}$$

$$\text{Jumlah KH}_2\text{PO}_4 = \text{Konsentrasi PO}_4^{3-} \times \text{Volume} \times (\text{Mr KH}_2\text{PO}_4 / \text{Mr PO}_4)$$

$$= 5000 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} \times (139/95) / 1000$$

$$= 7,32 \text{ g}$$

Rasio molar $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{PO}_4^{3-}]$ adalah 1,5:1

$$\text{Konsentrasi Mg}^{2+} = 1,5 \times (\text{konsentrasi PO}_4^{3-} / \text{Mr PO}_4^{3-}) \times \text{Mr Mg}^{2+}$$

$$= 1,5 \times (9.815,04 \text{ mg/L} / 95 \text{ g/mol}) \times 24$$

$$\text{g/mol} \times 1000$$

$$= 3.719,384 \text{ mg/L}$$

$$\text{Jumlah MgCl}_2 = \text{Konsentrasi Mg}^{2+} \times \text{Volume} \times (\text{Mr MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} / \text{Mr Mg})$$

$$= 3.719,384 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} \times (203,3/24) /$$

$$1000$$

$$= 31,51 \text{ g}$$

$$\text{Konsentrasi Si}^{2-} = 937,8 \text{ mg/L}$$

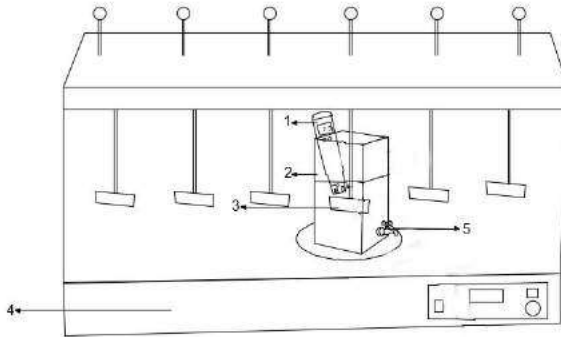
$$\text{Jumlah SiO}_2 = \text{Konsentrasi Si}^{2-} \times (\text{Mr SiO}_2 / \text{Mr Si})$$

$$= 937,8 \text{ mg/L} \times (60/28) / 1000$$

$$= 2,01 \text{ g}$$

Tabel 3.3 Perhitungan Jumlah Bahan Kimia Limbah Cair Sintetik

No	Jenis Air Limbah	Jumlah NH ₄ OH (gram)	Jumlah KH ₂ PO ₄ (gram)	Mg ²⁺ (mg/L)	Jumlah MgCl ₂ (gram)	Si ²⁻ (mg/L)	Jumlah SiO ₂ (gram)
1	Air Limbah Sintetik 1	4,86	14,63	5544,5 98	46,97	19,8	0,04
2		4,86	14,63	5544,5 98	46,97	249,3	0,53
3		4,86	14,63	5544,5 98	46,97	478,8	1,03
4		4,86	14,63	5544,5 98	46,97	708,3	1,52
5		4,86	14,63	5544,5 98	46,97	937,8	2,01
6	Air Limbah Sintetik 2	23,33	6,22	2356,4 54	19,96	19,8	0,04
7		23,33	6,22	2356,4 54	19,96	249,3	0,53
8		23,33	6,22	2356,4 54	19,96	478,8	1,03
9		23,33	6,22	2356,4 54	19,96	708,3	1,52
10		23,33	6,22	2356,4 54	19,96	937,8	2,01
11	Air Limbah Sintetik 3	13,61	7,32	2772,2 99	23,48	19,8	0,04
12		13,61	7,32	2772,2 99	23,48	249,3	0,53
13		13,61	7,32	2772,2 99	23,48	478,8	1,03
14		13,61	7,32	2772,2 99	23,48	708,3	1,52
15		13,61	7,32	2772,2 99	23,48	937,8	2,01



Gambar 3.3 Reaktor Penelitian

Keterangan Gambar 3.3:

- 1 = pH meter tipe pH pen
- 2 = reaktor akrilik dengan volume 1,2 L
- 3 = *paddle jar test*
- 4 = *jar test aparatus*
- 5 = kran untuk mengeluarkan presipitat

Sampel diaduk menggunakan *jar test* pada kecepatan optimum yang ditentukan berdasarkan penelitian Fitriana dan Warmadewanthi (2016), yaitu 158 rpm selama 60 menit. Selanjutnya dilakukan proses sedimentasi selama 30 menit. Dalam proses pengadukan selama 60 menit, dilakukan pengambilan sampel setiap 10 menit untuk mengetahui penurunan pH dalam larutan. Hasil analisis akan diambil sampel dengan silika yang memberikan pengaruh negatif terbesar terhadap pembentukan *struvite* pada setiap sampel limbah sintetik dan pada setiap pengaturan pH. Hasil dengan pengaruh terbesar akan dibandingkan dengan hasil dengan pengaruh terkecil dan sampel limbah cair aktual dari poin L PT Petrokimia Gresik. Untuk itu variasi penelitian yang akan dilakukan dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Variasi Penelitian

Perlakuan		pH								
		Air Limbah Sintetik 1			Air Limbah Sintetik 2			Air Limbah Sintetik 3		
		(A) 8	(B) 8,5	(C) 9	(A) 8	(B) 8,5	(C) 9	(A) 8	(B) 8,5	(C) 9
Konsentrasi Silika (mg/L)	(1) 20	AL1 -A- 1	AL1 -B- 1	AL1 -C- 1	AL2 -A- 1	AL2 -B- 1	AL2 -C- 1	AL3 -A- 1	AL3 -B- 1	AL3 -C- 1
	(2) 250	AL1 -A- 2	AL1 -B- 2	AL1 -C- 2	AL2 -A- 2	AL2 -B- 2	AL2 -C- 2	AL3 -A- 2	AL3 -B- 2	AL3 -C- 2
	(3) 450	AL1 -A- 3	AL1 -B- 3	AL1 -C- 3	AL2 -A- 3	AL2 -B- 3	AL2 -C- 3	AL3 -A- 3	AL3 -B- 3	AL3 -C- 3
	(4) 700	AL1 -A- 4	AL1 -B- 4	AL1 -C- 4	AL2 -A- 4	AL2 -B- 4	AL2 -C- 4	AL3 -A- 4	AL3 -B- 4	AL3 -C- 4
	(5) 1000	AL1 -A- 5	AL1 -B- 5	AL1 -C- 5	AL2 -A- 5	AL2 -B- 5	AL2 -C- 5	AL3 -A- 5	AL3 -B- 5	AL3 -C- 5

Keterangan

A : pH 8

B : pH 8,5

C : pH 9

1 : konsentrasi silika 20 mg/L

2 : konsentrasi silika 250 mg/L

3 : konsentrasi silika 450 mg/L

4 : konsentrasi silika 700 mg/L

5 : konsentrasi silika 1000 mg/L

Berdasarkan Tabel 3.4 maka jumlah sampel yang dibutuhkan sebanyak 45 sampel. Pada penelitian ini akan dilakukan duplo sehingga yang dibutuhkan sebanyak 90 sampel.

Setelah selesai dilakukan eksperimen, hal yang selanjutnya dilakukan adalah pengukuran parameter uji. Parameter yang akan diuji adalah pH, konsentrasi silika, konsentrasi fosfat, konsentrasi amonium, konsentrasi magnesium, *particle size distribution* dan morfologi *struvite*. Untuk parameter pH, konsentrasi silika, konsentrasi magnesium, konsentrasi fosfat dan konsentrasi

amonium akan diuji sesuai dengan metode yang telah tertera pada Tabel 3.1. Untuk menganalisis morfologi, struktur, dan jenis presipitat maka presipitat dipisahkan dari supernatannya. Presipitat disaring menggunakan kertas saring Whatman kemudian dikeringkan pada suhu ruangan. Presipitat ditimbang sampai didapat berat konstan sekitar 1 - 5 g untuk tiap sampel. Sampel yang sudah dikeringkan dan digerus di bawa ke Laboratorium SEM Departemen Teknik Mesin ITS untuk dilakukan analisis SEM-EDX dan XRD. Unsur EDX yang diamati adalah Mg, N, P, Si dan untuk XRD mineral yang mungkin terbentuk dalam analisis ialah *struvite*, *bobierite*, magnesium silikat, *chrysotile* dan *talc*.

Untuk mengetahui efek dari silika akan dilakukan analisis *particle size distribution* (LA-960 Laser Diffraction). Menurut Le Corre *et al.* (2009), rata-rata ukuran partikel dari *struvite* murni adalah 100 μM . Berdasarkan penelitian Le Corre *et al.* (2005), dengan adanya ion kalsium pada rasio Mg:Ca 1:2, maka ukuran partikel *struvite* berkisar 3,958 – 4,472 μM . Pada penelitian ini, dampak negatif dari silika juga akan diukur berdasarkan perbandingan ukuran partikel size distribution antara limbah sintetik tanpa silika, dengan pengaruh kehadiran silika yang mempunyai dampak paling negatif dalam pembentukan *struvite*.

Untuk menentukan kemurnian dan komposisi *struvite* yang terbentuk juga dilakukan *wet analysis*, presipitat dengan berat konstan ditambah 2,5 mL HNO_3 1 N dan diencerkan dengan aquades hingga volumenya 500 mL. Larutan dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* selama 60 menit, kemudian dianalisis kandungan fosfat, amonium dan magnesium. Kandungan fosfat dan amonium dianalisis menggunakan metode spektrofotometri, sedangkan magnesium menggunakan metode titrasi EDTA.

Rumus yang digunakan untuk menghitung kemurnian *struvite* menurut Kruk *et al.* (2014) adalah sebagai berikut:

$$\text{Purity struvite} = \text{NH}_4\text{-N presipitat} / \text{NH}_4\text{-N struvite teoritis} \dots\dots (3.1)$$

$$\text{Purity struvite} = \text{NH}_4\text{-N presipitat} / 57 \text{ mg/g}$$

Dimana:

$\text{NH}_4\text{-N presipitat}$ = kandungan amonium dalam presipitat (mg/g)

$\text{NH}_4\text{-N struvite teoritis}$ = kandungan amonium teoritis dalam *struvite* murni.

3.5 Analisis Data dan Pembahasan

Hasil yang akan dibahas pada bab ini merupakan data-data yang diperoleh dari penelitian. Dasar teori dan penelitian terdahulu menjadi acuan dalam membahas data-data yang diperoleh. Berikut adalah sub-bab yang akan dibahas pada bab analisis data dan pembahasan:

1. Mendapatkan hasil karakteristik limbah cair PT Petrokimia Gresik sebagai data penelitian terdahulu.
2. Menentukan sampel limbah sintetik berdasarkan perbedaan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$
3. Analisis pengaruh pH dalam proses pembentuk *struvite* dengan adanya silika.
4. Analisis pengaruh konsentrasi silika yang memberikan pengaruh optimum dalam proses pembentuk *struvite*.
5. Analisis karakteristik *struvite* yang terbentuk meliputi morfologi, struktur, komposisi, kemurnian, dan ukuran.

3.6 Kesimpulan dan Saran

Kesimpulan merupakan pernyataan yang menjawab tujuan penelitian. Hasil dari kesimpulan didapat dari data-data hasil analisis dan pembahasan yang telah dilaksanakan. Saran penelitian mampu menjelaskan gap yang memungkinkan untuk penelitian selanjutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penelitian Pendahuluan

4.1.1 Uji Karakteristik Air Limbah

Air limbah yang diuji diambil dari inlet poin L PT Petrokimia Gresik yang mana merupakan inlet unit pengolahan terakhir dari unit-unit produksi di PT Petrokimia Gresik. Poin L menerima limbah dari Unit Produksi I, II, dan III sehingga komposisi pencemarnya merupakan campuran dari ketiga unit produksi tersebut. Unit Produksi I dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah amonium dan Unit Produksi II dan III dengan mayoritas kandungan air limbahnya ialah fosfat dan fluor. Pada Unit Produksi III, atas prosesnya yaitu *Cement Retarder* dan Asam Fosfat dapat menghasilkan kandungan silika yang tinggi yaitu hingga 937,79 mg/L (Fitriana, 2016).

Kandungan air limbah pada inlet poin L PT Petrokimia Gresik sangat fluktuatif setiap harinya, tergantung pada aktivitas unit produksi yang sedang beroperasi dan menyalurkan limbahnya (Iswarani, 2018). Berikut adalah karakteristik air limbah inlet poin L yang telah disampling pada tanggal 18-19 Februari 2019 dan dikompositkan setelahnya dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Karakteristik Air Limbah Inlet Poin L PT Petrokimia Gresik

No	Parameter uji	Satuan	Nilai
1	pH	-	8,63
2	Magnesium	mg/L	312,9
3	Fosfat	mg/L	1.500-2.700
4	Amonium	mg/L	1470-1.710
5	Fluor	mg/L	23,8-122
6	Kalsium	mg/L	101,2
7	TSS	mg/L	102-128
8	COD	mg/L	70,24-84,29
9	Silika	mg/L	650-910

Sumber: Hasil Penelitian, 2019

Berdasarkan Tabel 4.1, terlihat jelas bahwa konsentrasi air limbah pada inlet poin L PT Petrokimia Gresik sangat fluktuatif apabila dibandingkan dengan data karakteristik air limbah pada Tabel 2.1. Konsentrasi silika yang terkandung cukup tinggi yaitu

pada *range* 650 – 910 mg/L. Hal ini diperkirakan Unit Produksi III sedang berproduksi sehingga kandungan silika tinggi. Konsentrasi amonium dan fosfat yang terkandung dalam air limbah memiliki rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 5:1.

4.1.2 Hasil Aplikasi PHREEQC untuk Penentuan Limbah Cair Sintetik

Karakteristik air limbah PT Petrokimia Gresik yang mengalami fluktuasi tinggi tiap harinya tidak dapat diprediksi. Pada penelitian Iswarani (2018), konsentrasi amonium yang terkandung dalam air limbah inlet poin L PT Petrokimia Gresik sangat tinggi dengan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 15:1. Berbeda lagi dengan penelitian Bachtiar (2018), air limbah inlet poin L PT Petrokimia Gresik memiliki rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1. Pada penelitian Kusuma (2019), rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ pada inlet poin L PT Petrokimia Gresik adalah 1:1,7. Dengan kondisi air limbah yang fluktuatif, maka untuk pembuatan limbah cair sintetik perlu ditentukan pada rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ yang bervariasi sesuai kondisi limbah di lapangan.

Variasi rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ yang telah ditentukan pada Tabel 3.2 dapat diprediksi hasil presipitat-presipitat yang akan terbentuk dengan menggunakan Aplikasi PHREEQC *Interactive* 3.4.0-12927. Cara pengoperasiannya yaitu memasukkan nilai log K presipitat yang mungkin terbentuk, karakteristik limbah beserta pH-nya. Pada penelitian ini, nilai yang diinput ke dalam PHREEQC adalah tiap variasi limbah sintetik untuk setiap variasi pH dan variasi konsentrasi silika. Hasil prediksi PHREEQC yang dipilih adalah hasil yang masih mampu memiliki nilai *recovery* fosfat dan amonium yang tinggi serta terlihat pengaruh silika dalam reaksi di dalamnya. Gambar 4.1 hingga 4.5 merupakan hasil presipitat yang terbentuk pada rasio limbah $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1.

Tabel 4.2 Prediksi Presipitat yang Terbentuk pada Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1

Silika	pH	Konsentrasi Presipitat (mol/L)			
		Bobierite	Chrysotile	Struvite	Talc
20 mg/L	8	0,0089	0,0000	0,0892	0,0001
	8,5	0,0104	0,0002	0,0861	0,0000
	9	0,0153	0,0002	0,0764	0,0000
250 mg/L	8	0,0082	0,0000	0,0906	0,0011
	8,5	0,0089	0,0021	0,0892	0,0000
	9	0,0135	0,0021	0,0801	0,0000
450 mg/L	8	0,0075	0,0000	0,0921	0,0020
	8,5	0,0074	0,0041	0,0923	0,0000
	9	0,0116	0,0041	0,0839	0,0000
700 mg/L	8	0,0068	0,0000	0,0935	0,0030
	8,5	0,0057	0,0060	0,0956	0,0000
	9	0,0096	0,0060	0,0880	0,0000
1000 mg/L	8	0,0060	0,0000	0,0950	0,0040
	8,5	0,0040	0,0079	0,0991	0,0000
	9	0,0075	0,0079	0,0922	0,0000

Tabel 4.3 Prediksi Presipitat yang Terbentuk pada Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 15:1

Silika	pH	Konsentrasi Presipitat (mol/L)		
		Chrysotile	Struvite	Talc
20 mg/L	8	0,0000	0,0456	0,0001
	8,5	0,0002	0,0456	0,0000
	9	0,0002	0,0456	0,0000
250 mg/L	8	0,0000	0,0456	0,0011
	8,5	0,0021	0,0456	0,0000
	9	0,0021	0,0456	0,0000
450 mg/L	8	0,0000	0,0456	0,0020
	8,5	0,0041	0,0456	0,0000
	9	0,0041	0,0456	0,0000
700 mg/L	8	0,0000	0,0456	0,0030
	8,5	0,0032	0,0456	0,0014
	9	0,0060	0,0456	0,0000
1000 mg/L	8	0,0000	0,0456	0,0040
	8,5	0,0013	0,0456	0,0033
	9	0,0060	0,0456	0,0010

Tabel 4.4 Prediksi Presipitat yang Terbentuk pada Rasio Molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1

Silika	pH	Konsentrasi Presipitat (mol/L)		
		Chrysotile	Struvite	Talc
20 mg/L	8	0,0000	0,0534	0,0001
	8,5	0,0002	0,0534	0,0000
	9	0,0002	0,0534	0,0000
250 mg/L	8	0,0000	0,0534	0,0011
	8,5	0,0021	0,0534	0,0000
	9	0,0021	0,0534	0,0000
450 mg/L	8	0,0000	0,0534	0,0020
	8,5	0,0040	0,0534	0,0000
	9	0,0040	0,0534	0,0000
700 mg/L	8	0,0000	0,0534	0,0030
	8,5	0,0060	0,0534	0,0000
	9	0,0060	0,0534	0,0000
1000 mg/L	8	0,0000	0,0534	0,0040
	8,5	0,0079	0,0535	0,0000
	9	0,0079	0,0535	0,0000

Pada Tabel 4.2, di seluruh variasi konsentrasi silika memiliki 4 presipitat yang mungkin terbentuk yaitu *bobierrite*, *chrysotile*, *struvite* dan *talc*. Terbentuknya senyawa *bobierrite* disebabkan oleh rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ limbah yaitu 1:1. Dengan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ sekian, amonium yang terkandung dalam limbah tidak berlebih sehingga memungkinkan pembentukan *bobierrite* selain *struvite* (Warmadewanthi dan Liu, 2009). *Bobierrite* memang dapat terbentuk dalam pH di atas 7 seperti pada hasil prediksi di atas yang kondisi pH dalam rentang 8-9 (Chimenos *et al.*, 2006). Konsentrasi mol presipitat *struvite* dari tiap variasi masih merupakan konsentrasi yang terbesar. Hal ini

dikarenakan pada saat menginput data PHREEQC, konsentrasi limbah cair dikondisikan untuk mencapai *recovery* fosfat dan amonium dengan hasil terbaik yaitu *struvite*.

Presipitat lain yang terbentuk dari hasil permodelan PHREEQC pada Tabel 4.2 adalah di setiap variasi terdapat *chrysotile* dan *talc*. *Chrysotile* yang memiliki rumus kimia $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ dapat terbentuk dalam kondisi basa (Awadalla *et al.*, 1990). Hal ini terlihat pada konsentrasi silika 20 mg/L bahwa *chrysotile* pada pH 9 sedikit lebih besar daripada pH 8,5. Pada penelitian Lafay *et al.* (2013), pembentukan *chrysotile* yang optimum terjadi pada pH 13 dan setelah direaksikan selama 8-30 jam dengan rasio optimum Si/Mg 0,67. Berdasarkan prediksi PHREEQC di atas, hasil presipitat *chrysotile* masih tergolong kecil yaitu dibawah 10^{-2} mol/L. Semakin besar konsentrasi silika yang terkandung, semakin besar juga hasil presipitat *chrysotile*. Untuk presipitat *talc* akan optimum terbentuk pada rasio Si/Mg 0,75 (Claverie *et al.*, 2017). Hal ini yang menjelaskan hasil prediksi PHREEQC di atas bahwa presipitat *talc* lebih kecil daripada *chrysotile*. Selain itu, *chrysotile* lebih optimum terbentuk dalam kondisi basa sehingga pada pH 8,5 dan 9 presipitat *chrysotile* lah yang terbentuk.

Pada *range* konsentrasi silika 450-1000 mg/L, hasil prediksi menunjukkan pembentukan *struvite* paling optimum terjadi pada pH 8,5. Sedangkan dengan kehadiran ion silika pada *range* konsentrasi 20-250 mg/L *struvite* paling optimum terbentuk pada pH 8.

Tabel 4.3 menunjukkan prediksi presipitat yang terbentuk pada limbah dengan rasio molar $[NH_4^+]:[PO_4^{3-}]$ 15:1. Pada variasi limbah rasio molar $[NH_4^+]:[PO_4^{3-}]$ 15:1 ini, presipitat yang terbentuk sedikit berbeda dengan variasi limbah 1:1. Presipitat yang terbentuk berdasarkan hasil permodelan PHREEQC untuk rasio molar $[NH_4^+]:[PO_4^{3-}]$ 15:1 adalah *struvite*, *talc*, dan *chrysotile*. Dibandingkan dengan variasi sebelumnya, hasil presipitat *struvite* yang terbentuk memiliki konsentrasi yang lebih kecil. Pada pH 8 untuk variasi konsentrasi silika 20-450 mg/L, terdapat presipitat *talc* yang terbentuk. Sedangkan pada pH 8,5 dan 9 untuk variasi silika yang sama terbentuk presipitat *chrysotile*. Hal ini merupakan kondisi yang sama terjadi pada variasi limbah rasio molar

$[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 1:1. Pada variasi konsentrasi silika 700 mg/L presipitat *talc* dapat terbentuk pada pH 8,5. Pada variasi konsentrasi silika 1000 mg/L presipitat *talc* terbentuk pada pH 8, 8,5 dan 9.

Pada Tabel 4.4 di atas menunjukkan prediksi presipitat yang terbentuk dalam limbah dengan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1. Presipitat yang terbentuk beserta trennya hampir mirip dengan limbah dengan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 15:1. Perbedaannya untuk konsentrasi silika 700 mg/L dan 1000 mg/L presipitat *talc* hanya terbentuk di pH 8. Konsentrasi presipitat-presipitat yang terbentuk pada rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1 lebih besar dibandingkan rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 15:1.

Berdasarkan ketiga variasi rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ limbah yang akan dibuat, dipilih variasi yang mampu menghasilkan presipitat *struvite* sebagai produk *recovery* fosfat dan amonium yang paling besar konsentrasinya. Selain itu juga dilihat kemungkinan terbentuknya presipitat lain yang paling berpengaruh. Atas pertimbangan tersebut, maka variasi rasio molar $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1 dipilih sebagai rasio untuk limbah sintetik yang dibuat.

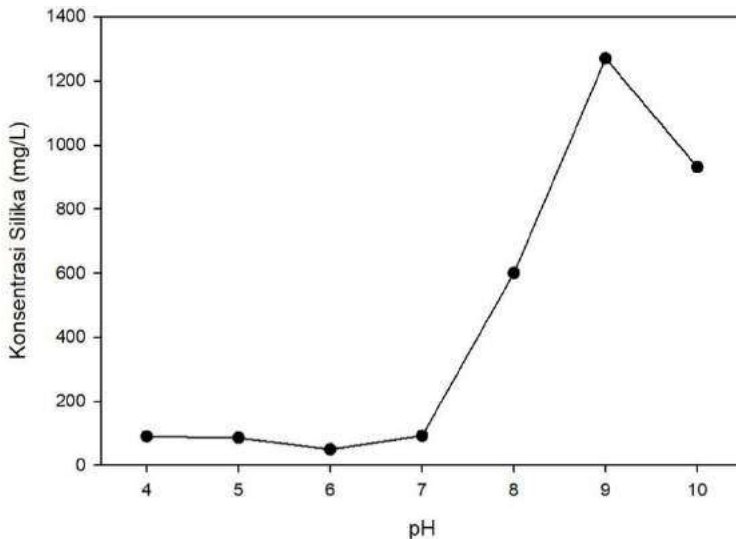
4.1.3 Uji Kelarutan Silika

Silika dalam bentuk amorf memiliki kelarutan yang lebih tinggi daripada dalam bentuk quartz (Alexander *et al.*, 1954). Pada penelitian ini sumber silika yang digunakan adalah silika bubuk yang merupakan silika amorf. Faktor-faktor yang mempengaruhi kelarutan silika adalah temperatur dan pH (Alexander, 1957). Temperatur yang digunakan dalam penelitian ini adalah konstan pada suhu 25°C. Variasi pH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 8; 8,5 dan 9.

Untuk uji kelarutan silika, pH dikondisikan dari rentang pH 4 hingga 10. Silika memiliki kemungkinan kelarutan tinggi pada pH rendah karena $\text{Si}(\text{OH})_4$ bereaksi dengan asam dan pada pH tinggi karena terbentuknya ion silikat atas bertambahnya $\text{Si}(\text{OH})_4$ (Alexander *et al.*, 1954). Sebanyak 1 gram bubuk SiO_2 dilarutkan dalam 1 L aquades, kemudian ditambahkan NaOH atau H_2SO_4 1N untuk mengkondisikan pH. Larutan diaduk menggunakan *magnetic*

stirrer selama 1 jam kemudian dianalisis konsentrasi silika yang terkandung dengan metode spektrofotometri.

Berdasarkan Gambar 4.16 dapat dilihat bahwa kelarutan silika paling tinggi pada pH 9. Hal ini sesuai dengan penelitian Alexander *et al.* (1954) bahwa pada pH basa silika memiliki kelarutan yang tinggi yaitu pada penelitian ini ialah pada pH 9. Oleh karena itu dapat ditentukan pada pH 9 ke atas silika memiliki kemampuan larut yang tinggi.



Gambar 4.1 Kurva Kelarutan Silika

4.2 Penelitian Utama

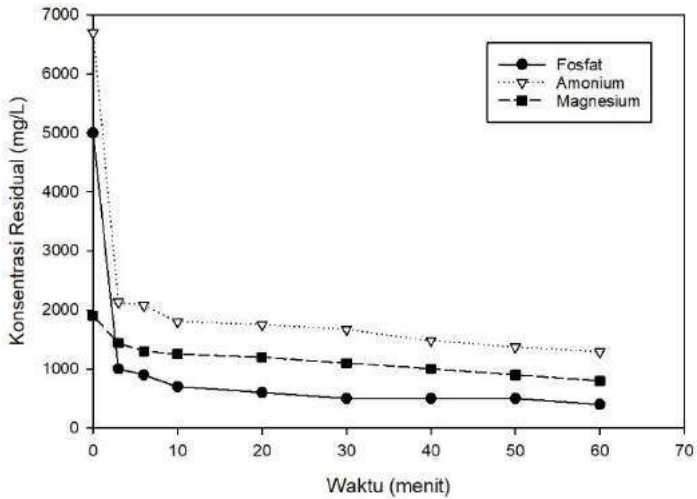
4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Silika dalam *Recovery* Fosfat dan Amonium

Pada penelitian ini, kehadiran ion silika yang terlarut dalam proses *recovery* fosfat dan amonium diamati dalam kondisi rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1. Nilai rasio tersebut digunakan karena merupakan rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ optimum dalam menghasilkan produk *recovery* fosfat dan amonium terbaik yaitu *struvite* (Iswarani, 2018). Reaksi dikondisikan pada pH 8-9 yang

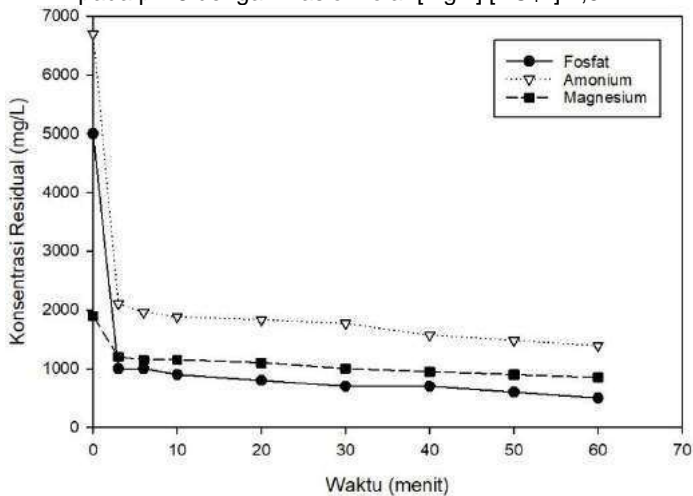
merupakan *range* pH optimum untuk *removal* fosfat dan amonium (Wang *et al.*, 2006).

Perlakuan terhadap sampel kontrol dilakukan dengan karakteristik konsentrasi inisial fosfat dan amonium dan pH yang sama tanpa adanya tambahan konsentrasi silika ditampilkan pada Gambar 4.2 hingga Gambar 4.4. Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa konsentrasi fosfat turun dari 5000 mg/L hingga 400 mg/L dan amonium turun dari 6700 mg/L hingga 1290 mg/L pada pH 8. Persentase *removal* yang didapat untuk parameter fosfat dan amonium secara berturut-turut pada pH 8 adalah 92% dan 80,7%. Pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa konsentrasi fosfat turun dari 5000 mg/L hingga 500 mg/L dan amonium turun dari 6700 mg/L hingga 1390 mg/L pada pH 8,5. Persentase *removal* yang didapat untuk parameter fosfat dan amonium secara berturut-turut pada pH 8,5 adalah 90% dan 79,25%. Sedangkan pada pH 9 konsentrasi fosfat turun dari 5000 mg/L hingga 600 mg/L dan amonium turun dari 6700 mg/L hingga 1400 mg/L ditunjukkan pada Gambar 4.4. Persentase *removal* yang didapat untuk parameter fosfat dan amonium secara berturut-turut pada pH 9 adalah 88% dan 79,1%. Hal ini sesuai dengan penelitian Fitriana (2016) bahwa pada pH 8-8,5 dengan rasio molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1 presipitasi *struvite* di kecepatan pengadukan 158 rpm mampu menghasilkan persentase *removal* fosfat pada kisaran 90% dan amonium pada kisaran 70%.

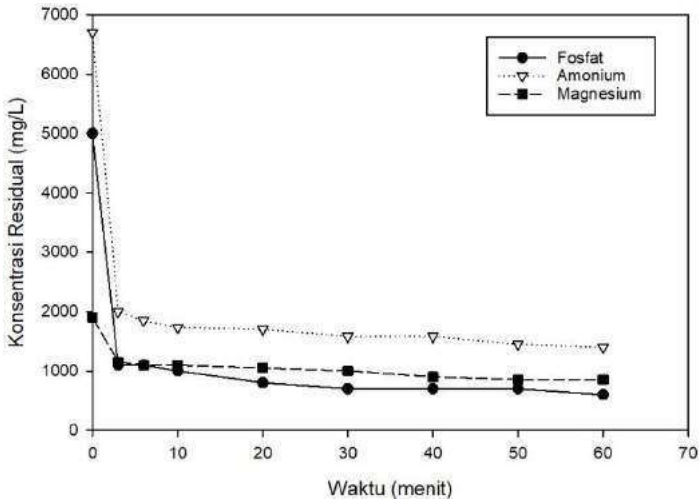
Penurunan konsentrasi magnesium pada sampel kontrol ini memiliki konsentrasi inisial sebesar 1900 mg/L. Pada pH 8 konsentrasi akhir magnesium mencapai 800 mg/L. Pada pH 8,5 dan 9 konsentrasi akhir magnesium mencapai angka yang sama yaitu 850 mg/L. Ketiga sampel kontrol ini dijadikan acuan terhadap variabel lain dalam pengaruh silika terhadap penurunan konsentrasi fosfat, amonium dan magnesium.



Gambar 4.2 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium dan Magnesium pada pH 8 dengan Rasio Molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1



Gambar 4.3 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium dan Magnesium pada pH 8,5 dengan Rasio Molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1



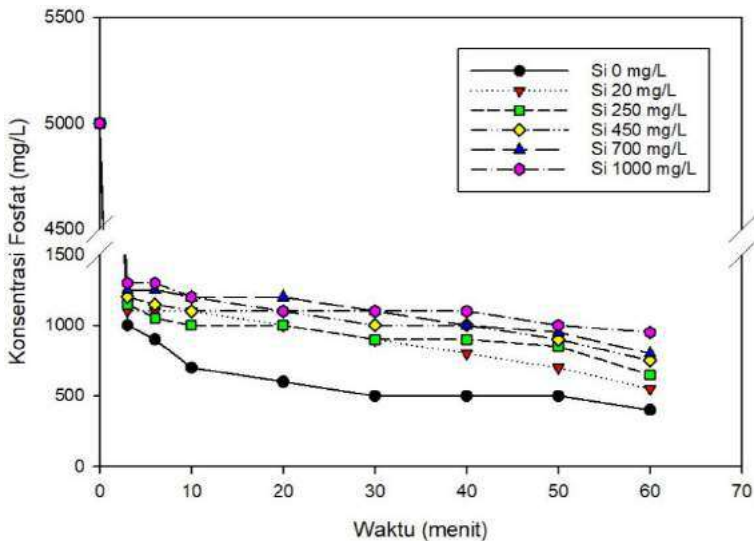
Gambar 4.4 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium dan Magnesium pada pH 9 dengan Rasio Molar $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1

Penurunan konsentrasi fosfat dan amonium yang cukup signifikan pada menit ke-3 menunjukkan waktu induksi yang sangat cepat dalam proses ini. Hal ini dapat disebabkan oleh supersaturasi yang terjadi dalam sistem. Menurut Le Corre *et al.* (2007), faktor-faktor yang mempengaruhi waktu induksi pada presipitasi *struvite* ialah tingkat supersaturasi, pengadukan, dan konsentrasi magnesium. Semakin tinggi konsentrasi magnesium, waktu induksi yang terjadi semakin cepat. Selain itu, faktor pengadukan dalam volume yang kecil seperti pada penelitian ini yaitu 1 L juga berpengaruh dalam mempercepat waktu induksi. Konstanta kinetika pada presipitasi *struvite* pun terakselerasi dengan semakin cepat waktu induksi yang terjadi dalam sistem.

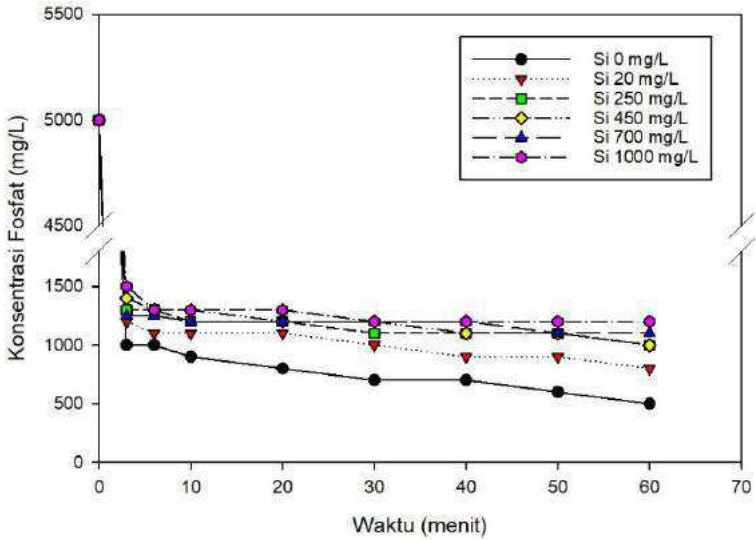
Untuk melihat pengaruh silika dalam *recovery* fosfat dan amonium, dilakukan pengamatan dari penurunan konsentrasi fosfat dan amonium. Hasil penurunan konsentrasi diamati pada menit ke-3, menit ke-6, menit ke-10 dan selanjutnya diamati setiap 10 menit. Gambar 4.5 hingga Gambar 4.7 menunjukkan pengaruh ion silika pada penurunan konsentrasi fosfat. Konsentrasi silika yang ditambahkan sebagai variasi sebesar 20 mg/L hingga 1000

mg/L. Hasil penurunan konsentrasi fosfat ini dibandingkan dengan penurunan konsentrasi pada sampel kontrol di pH yang sama.

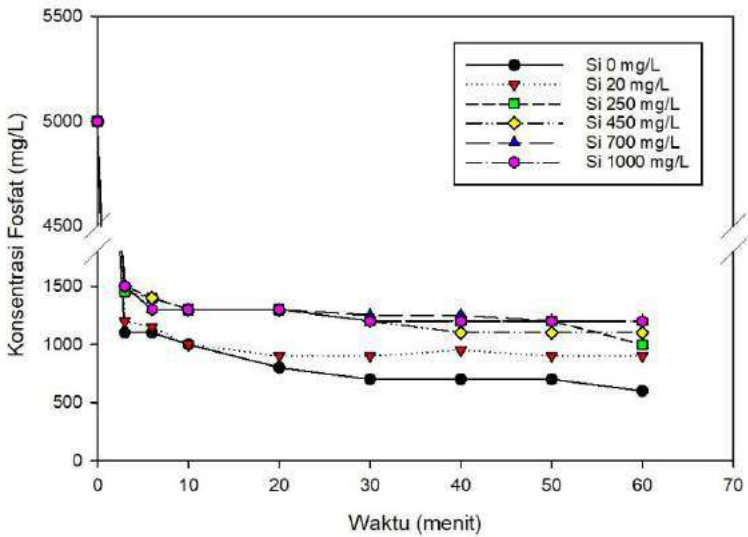
Gambar 4.5 menunjukkan bahwa konsentrasi fosfat pada pH 8 dengan pengaruh konsentrasi silika 20 mg/L memiliki hasil akhir konsentrasi yang tidak jauh dari sampel kontrol yaitu 550 mg/L. Namun penurunan konsentrasi fosfat pada konsentrasi silika 20 mg/L tidak secepat pada kontrol. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan nukleus inti dengan adanya silika menjadi terhambat. Sedangkan pada konsentrasi silika 250 mg/L hingga 1000 mg/L secara berturut-turut memiliki konsentrasi akhir fosfat yang lebih besar daripada konsentrasi akhir fosfat kontrol. Konsentrasi residual fosfat akhir yang paling besar pada pH 8 terdapat pada variabel silika 1000 mg/L yaitu sebesar 950 mg/L. Dibandingkan dengan sampel kontrol, variabel silika 1000 mg/L memiliki persen removal sebesar 81% sedangkan sampel kontrol memiliki persen removal sebesar 92%. Pada pH 8,5 dan 9 konsentrasi residual fosfat akhir paling besar juga terdapat pada variabel silika 1000 mg/L yaitu sebesar 1000 mg/L pada pH 8,5 dan 1200 mg/L pada pH 9.



Gambar 4.5 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Fosfat di pH 8



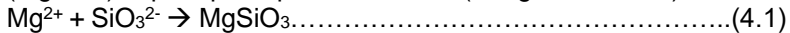
Gambar 4.6 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Fosfat di pH 8,5



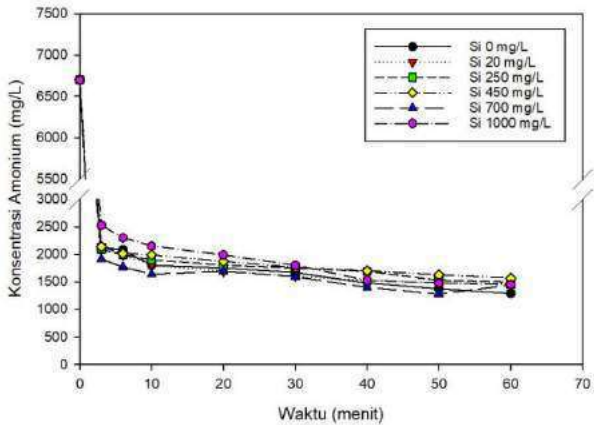
Gambar 4.7 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Fosfat di pH 9

Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 menunjukkan tren penurunan konsentrasi fosfat yang sama, yaitu pada variabel konsentrasi silika paling tinggi 1000 mg/L memiliki sisa konsentrasi fosfat paling besar dibandingkan dengan konsentrasi silika lainnya. Pada menit ke-60, persentase *removal* fosfat untuk variabel konsentrasi silika 1000 mg/L berkurang sebesar 11% dari *removal* variabel kontrol di pH 8. Pada pH 8,5 persentase *removal* fosfat untuk variabel konsentrasi silika 1000 mg/L berkurang sebesar 10% dan pada pH 9 berkurang sebesar 12%. Hal ini menunjukkan bahwa silika memiliki kelarutan yang tinggi pada pH 9 seperti pada penelitian pendahuluan. Oleh karena itu persentase *removal* menjadi lebih kecil pada pH tersebut.

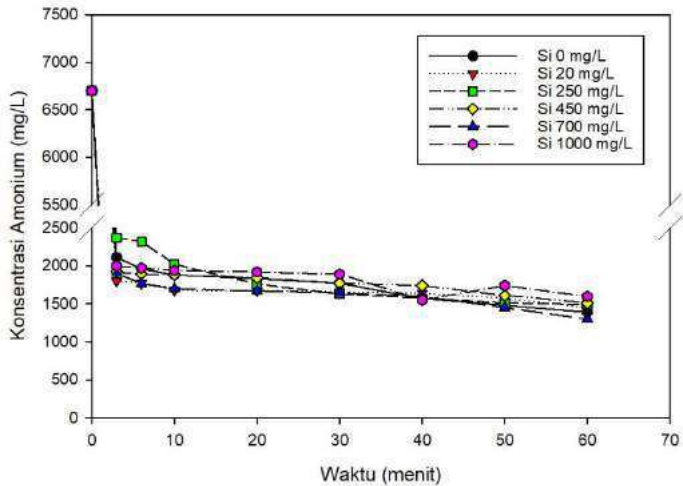
Silika dalam keadaan terlarut akan memiliki konfigurasi berupa SiO_3^{2-} , sehingga ketika di dalam reaksi SiO_3^{2-} bertemu dengan Mg^{2+} maka akan membentuk asam magnesium silikat (MgSiO_3) seperti pada persamaan 4.1 (Zeng *et al.*, 2007).



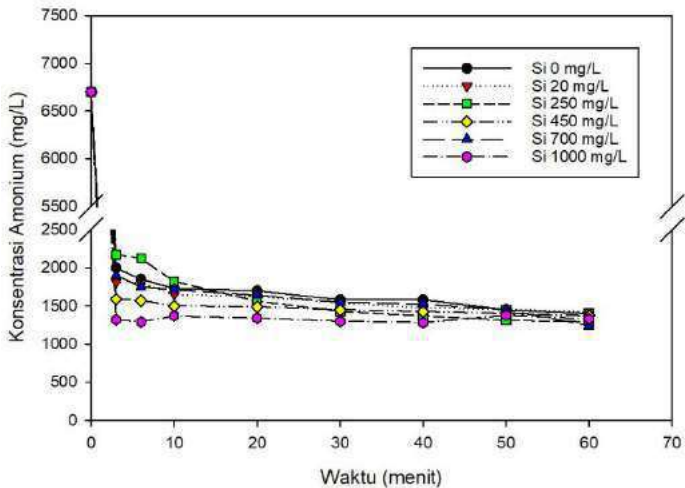
Dengan menggunakan MgCl_2 sebagai presipitan, maka ion Mg^{2+} yang terlepas memiliki kemungkinan untuk mengikat SiO_3^{2-} . Berdasarkan penjelasan di atas pada Gambar 4.5 hingga Gambar 4.7 menunjukkan semakin besar konsentrasi silika maka persentase *removal* fosfat semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa ion Mg^{2+} mengikat ion silika sehingga proses ion Mg^{2+} mengikat ion fosfat menjadi terganggu.



Gambar 4.8 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Amonium di pH 8



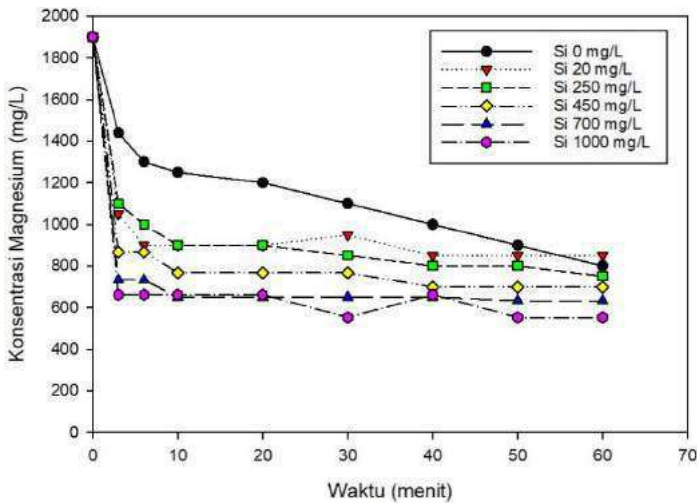
Gambar 4.9 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Amonium di pH 8,5



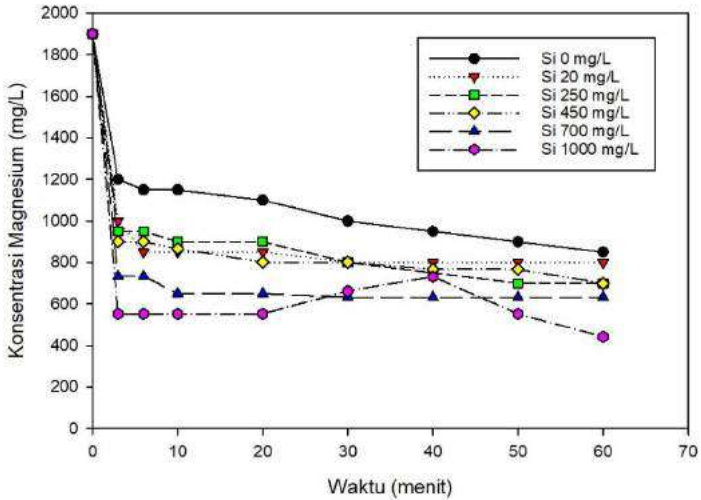
Gambar 4.10 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Amonium di pH 9

Gambar 4.8 hingga Gambar 4.10 menunjukkan pengaruh ion silika pada penurunan konsentrasi amonium. Penurunan konsentrasi amonium ini juga dibandingkan dengan sampel

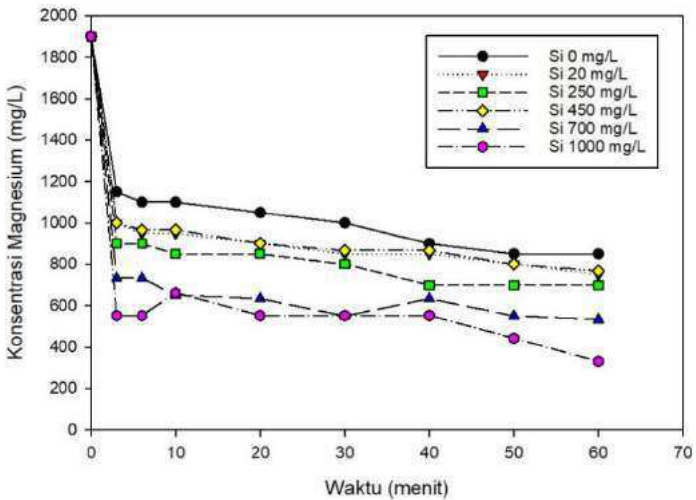
kontrol. Gambar 4.8 hingga Gambar 4.10 menunjukkan bahwa penurunan konsentrasi amonium pada pH 8, 8,5, dan 9 dengan adanya silika tidak memberikan pengaruh yang cukup signifikan. Namun dengan adanya ion silika tetap mengurangi persentase *removal* amonium dibandingkan dengan sampel kontrol. Contoh ion pengotor yang dapat mempengaruhi *removal* amonium secara signifikan dalam pembentukan *struvite* adalah kalium. Penelitian Huang *et al.* (2011) mempelajari pengaruh ion K^+ dalam pembentukan *struvite*, hasilnya yaitu kalium mampu membentuk MPP (*Magnesium Potassium Phosphate*) dan mengurangi terbentuknya MAP (*Magnesium Ammonium Phosphate*). Hasil penurunan konsentrasi amonium dan fosfat secara lengkap dapat dilihat pada Lampiran A. Berdasarkan Gambar 4.5 hingga Gambar 4.10, terbukti bahwa persentase *removal* fosfat dan amonium menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi silika. Hal ini disebabkan oleh kemampuan Mg^{2+} untuk mengikat SiO_3^{2-} menjadi $MgSiO_3$ yang mengakibatkan ion PO_4^{3-} dan NH_4^+ berkompetisi untuk berikatan dengan Mg^{2+} .



Gambar 4.11 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Magnesium di pH 8



Gambar 4.12 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Magnesium di pH 8,5

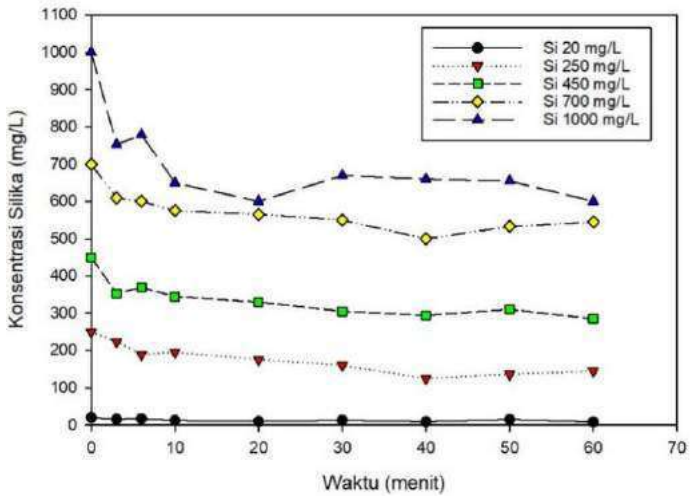


Gambar 4.13 Pengaruh Silika pada Penurunan Konsentrasi Magnesium di pH 9

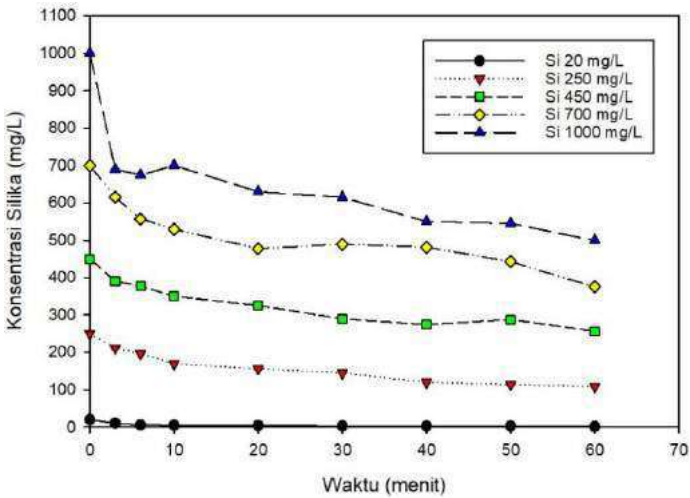
Berdasarkan Gambar 4.11 hingga Gambar 4.13 dapat terlihat bahwa konsentrasi residual magnesium dengan adanya ion silika menjadi semakin kecil. Hal ini dapat disebabkan oleh kemampuan magnesium untuk berikatan dengan silika semakin besar sehingga penggunaan ion magnesium dalam proses menjadi lebih banyak. Silika dalam keadaan terlarut akan memiliki konfigurasi berupa SiO_3^{2-} , sehingga ketika di dalam reaksi SiO_3^{2-} bertemu dengan Mg^{2+} maka akan terbentuk asam magnesium silikat (MgSiO_3) seperti pada persamaan 4.1 (Zeng *et al.*, 2007).

Dengan menggunakan MgCl_2 sebagai presipitan, maka ion Mg^{2+} yang terlepas memiliki kemungkinan untuk mengikat SiO_3^{2-} . Hal ini dapat disebabkan oleh solubilitas dari magnesium silikat yang masih cukup tinggi. Solubilitas magnesium silikat akan semakin menurun dengan semakin tingginya pH, optimumnya pada pH 11 (Rashid *et al.*, 2011). Pada penelitian ini, variabel pH hanya mencapai pH 9 dimana memungkinkan tidak semua senyawa magnesium silikat yang berikatan ikut terbentuk sebagai presipitat.

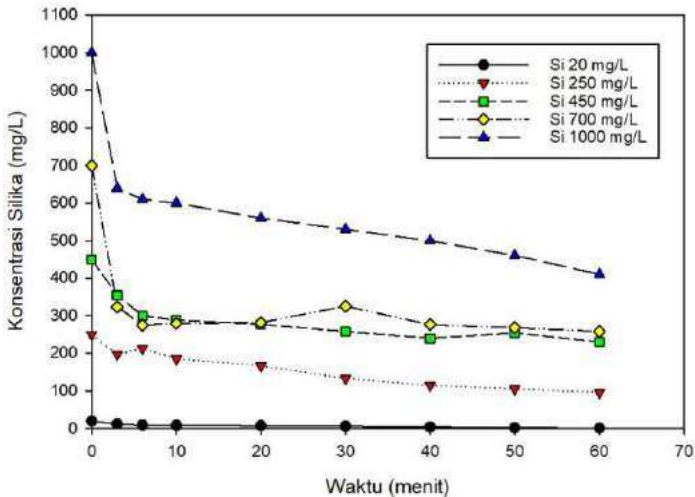
Gambar 4.14 hingga 4.16 menunjukkan penurunan tiap variabel konsentrasi silika terhadap waktu yang ditentukan. Pada variabel silika 20 mg/L memiliki residual konsentrasi akhir di pH 8 sebesar 8,7 mg/L, di pH 8,5 sebesar 1,7 mg/L dan di pH 9 sebesar 0,95 mg/L. Pada variabel silika 250 mg/L memiliki residual konsentrasi akhir di pH 8 sebesar 145 mg/L, di pH 8,5 sebesar 109 mg/L dan di pH 9 sebesar 96 mg/L. Pada variabel silika 450 mg/L memiliki residual konsentrasi akhir di pH 8 sebesar 285 mg/L, di pH 8,5 sebesar 256 mg/L dan di pH 9 sebesar 230 mg/L. Pada variabel silika 700 mg/L memiliki residual konsentrasi akhir di pH 8 sebesar 545 mg/L, di pH 8,5 sebesar 375 mg/L dan di pH 9 sebesar 258 mg/L. Pada variabel silika 1000 mg/L memiliki residual konsentrasi akhir di pH 8 sebesar 600 mg/L, di pH 8,5 sebesar 500 mg/L dan di pH 9 sebesar 410 mg/L. Dapat dilihat bahwa pada pH 9 penurunan konsentrasi silika paling signifikan dibandingkan dengan pH yang lainnya. Penurunan signifikan ini berlaku untuk setiap variabel konsentrasi silika. Hal ini disebabkan oleh *solubility* silika yang tinggi pada pH 9 yang telah dibuktikan pada penelitian pendahuluan. Silika yang lebih larut pada pH 9 memiliki kecenderungan untuk berikatan dengan magnesium sehingga memiliki konsentrasi residual yang lebih kecil.



Gambar 4.14 Penurunan Konsentrasi Silika pada pH 8



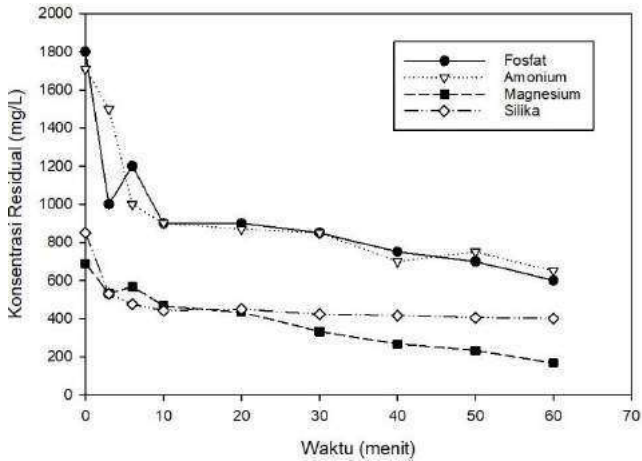
Gambar 4.15 Penurunan Konsentrasi Silika pada pH 8,5



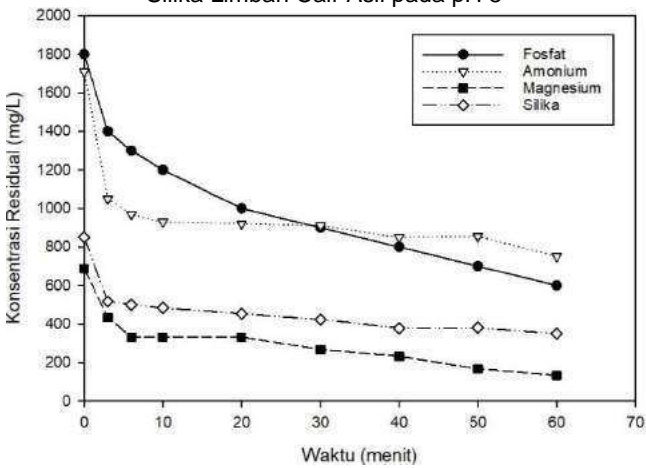
Gambar 4.16 Penurunan Konsentrasi Silika pada pH 9

Pengaruh ion silika juga dianalisis terhadap air limbah PT Petrokimia Gresik. Karakteristik air limbah memiliki konsentrasi fosfat sebesar 1800 mg/L, amonium 1710 mg/L dan silika 850 mg/L. Rasio molar antara magnesium yang ditambahkan dengan fosfat dikondisikan pada rasio yang sama yaitu 1,5:1. Air limbah asli dikondisikan pada pH 8, 8,5 dan 9 seperti pada sampel air limbah sintetik. Gambar 4.17 hingga 4.19 menunjukkan penurunan konsentrasi fosfat, amonium, magnesium dan silika pada air limbah asli.

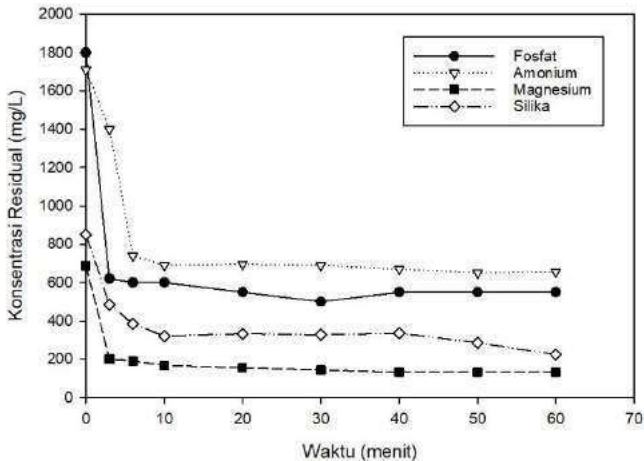
Persentase *removal* fosfat pada air limbah asli hanya mencapai 66% hingga 69%. Sedangkan untuk persentase *removal* amonium hanya mampu mencapai 56% hingga 62%. Hal ini disebabkan oleh rasio molar $[Mg^{2+}]:[Si^{2-}]$ pada air limbah asli sebesar 1:1,3. Dengan kondisi rasio $[Mg^{2+}]:[PO_4^{3-}]$ 1,5:1, maka konsentrasi magnesium yang harus ditambahkan yaitu sebesar 688 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan *struvite* dipengaruhi oleh ion pengotor yang terkandung dalam air limbah.



Gambar 4.17 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium, Magnesium dan Silika Limbah Cair Asli pada pH 8



Gambar 4.18 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium, Magnesium dan Silika Limbah Cair Asli pada pH 8,5



Gambar 4.19 Penurunan Konsentrasi Fosfat, Amonium, Magnesium dan Silika Limbah Cair Asli pada pH 9

Penelitian Ikhlas (2017) menyatakan bahwa kalsium dan silika mampu menurunkan efisiensi removal fosfat dan amonium hingga menjadi 40%. Konsentrasi kalsium dalam air limbah yaitu 101,2 mg/L, dengan begitu rasio $[Mg^{2+}]:[Ca^{2+}]$ adalah 1:0.07. Dengan demikian, sesuai pernyataan Le Corre *et al.* (2005) bahwa kalsium dapat mempengaruhi pembentukan *struvite* pada rasio molar $[Mg^{2+}]:[Ca^{2+}]$ lebih besar dari 1:1 maka kalsium bukanlah ion pengotor utama dalam reaksi ini. Konsentrasi fluor yang terkandung dalam air limbah yaitu sebesar 122 mg/L sedangkan fluor akan berdampak pada pembentukan *struvite* pada konsentrasi di atas 600 mg/L (Ryu *et al.*, 2008). Dengan pernyataan tersebut maka fluor juga bukan merupakan ion pengotor utama dalam reaksi ini.

Berdasarkan hasil analisis yang telah didapat, maka dapat dihitung massa produk *ter-recover* menggunakan perhitungan stoikiometri. Perhitungan ini bertujuan untuk mengetahui kemungkinan *recovery* fosfat dan amonium sebagai *struvite* pada seluruh variabel di tiap waktu uji. Berikut adalah contoh perhitungan untuk variabel konsentrasi silika 1000 mg/L pada pH 8 pada menit ke-3:

Perhitungan massa produk ter-recovery

Konsentrasi awal fosfat	: 5000 mg/L
Konsentrasi residual fosfat	: 1300 mg/L
Selisih konsentrasi fosfat	: 3700 mg/L
Mol fosfat	: Selisih konsentrasi/Mr PO ₄
	: 3,7 g/L / 95 g/mol
	: 0,039 mol
Konsentrasi awal amonium	: 6700 mg/L
Konsentrasi residual amonium	: 2530 mg/L
Selisih konsentrasi amonium	: 4170 mg/L
Mol amonium	: Selisih konsentrasi/Mr NH ₄
	: 4,17 g/L / 18 g/mol
	: 0,232 mol
Konsentrasi awal magnesium	: 1900 mg/L
Konsentrasi residual magnesium	: 662 mg/L
Selisih konsentrasi magnesium	: 1238 mg/L
Mol magnesium	: Selisih konsentrasi/Mr Mg
	: 1,238 g/L / 24,3 g/mol
	: 0,051 mol



Mengikuti persamaan 4.2, mol fosfat habis bereaksi sehingga dijadikan pembatas dalam reaksi. Oleh karena itu mol *struvite* sama dengan mol fosfat

Mol <i>struvite</i>	: 0,039 mol
Mr <i>struvite</i>	: 245,43 g/mol
Massa <i>struvite</i>	: Mol x Mr
	: 0,039 mol x 245,43 g/mol
	: 9,559 gram

Perhitungan di atas dilakukan untuk setiap variabel pada tiap waktu, sehingga didapat perkiraan massa produk *recovery struvite* pada setiap waktunya. Hasil dari keseluruhan *recovery* produk beserta perhitungannya dapat dilihat secara lengkap pada Lampiran D. Tabel 4.5 menunjukkan hasil akhir massa *recovery* pada waktu akhir proses untuk setiap variabel.

Tabel 4.5 Massa Produk Ter-recovery

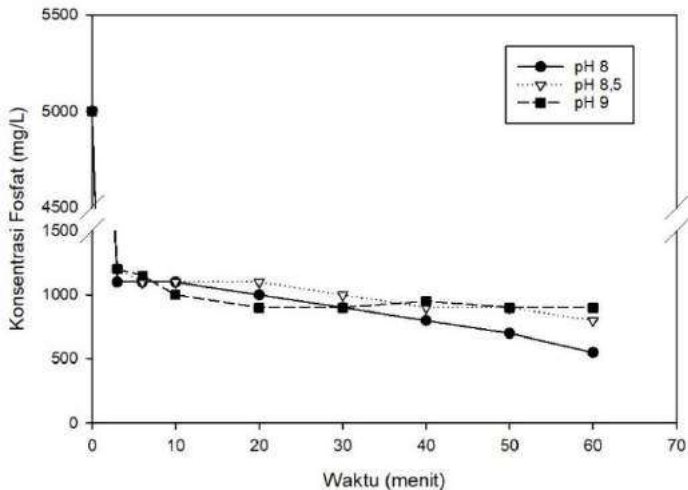
pH	Massa Produk Ter-recovery (gram/L)						Limbah Asli
	Kontrol	Si 20	Si 250	Si 450	Si 700	Si 1000	
8	11,884	11,496	11,238	10,980	10,851	10,463	3,100
8,5	11,626	10,334	10,334	10,334	10,076	10,334	3,100
9	11,367	10,334	10,334	10,076	9,817	9,817	3,229

Hasil massa produk yang ter-recover berdasarkan perhitungan stoikiometri di atas kemudian dicocokkan dengan massa produk yang dihasilkan secara langsung. Hasil menunjukkan massa produk secara hitungan dan secara langsung memiliki perbedaan selisih $\pm 1,5$ g. Berdasarkan Tabel 4.6 maka dapat ditunjukkan bahwa pada pH 8 %massa produk *struvite* ter-recover berkurang sebesar 11,96% dengan adanya konsentrasi silika 1000 mg/L. Sedangkan pada pH 8,5 %massa produk *struvite* ter-recover berkurang sebesar 11,11% untuk konsentrasi silika 1000 mg/L. Pada pH 9 untuk konsentrasi silika 1000 mg/L penurunan %massa *struvite* ter-recover mencapai angka paling besar yaitu turun hingga 13,64%. Air limbah asli memiliki massa produk yang kecil dikarenakan inisial konsentrasi fosfat dan amonium berbeda dengan limbah sintetik.

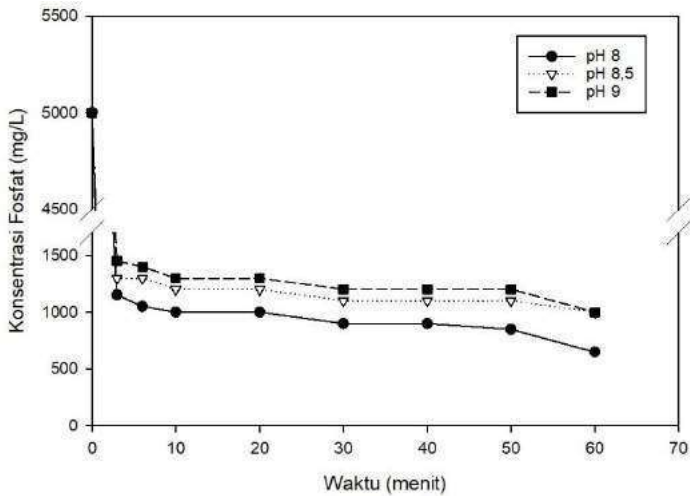
Pengaruh ion silika terhadap pembentukan *struvite* perlu dianalisis lebih lanjut dengan menggunakan *particle size distribution*. Hasil analisis dibandingkan dengan *particle size distribution* pada sampel kontrol. Morfologi kristal *struvite* yang terbentuk juga perlu dianalisis lebih lanjut. Ion pengotor dalam reaksi pembentukan *struvite* akan cenderung mudah teradsorb pada permukaan kristal *struvite* dan memperlambat pertumbuhan kristal (Huang *et al.*, 2016). Untuk mengetahui bentuk morfologi, jenis dan komposisi presipitat yang terbentuk perlu dilakukan analisis SEM-EDX, XRD dan *wet analysis*. Analisis ini sekaligus mendukung hasil prediksi permodelan PHREEQC yang telah dibahas pada subbab 4.1.2. *Wet analysis* juga dapat menunjukkan lebih akurat massa produk yang ter-recover sebagai *struvite*.

4.2.2 Pengaruh pH dalam Pembentukan *Struvite* dengan Adanya Ion Silika

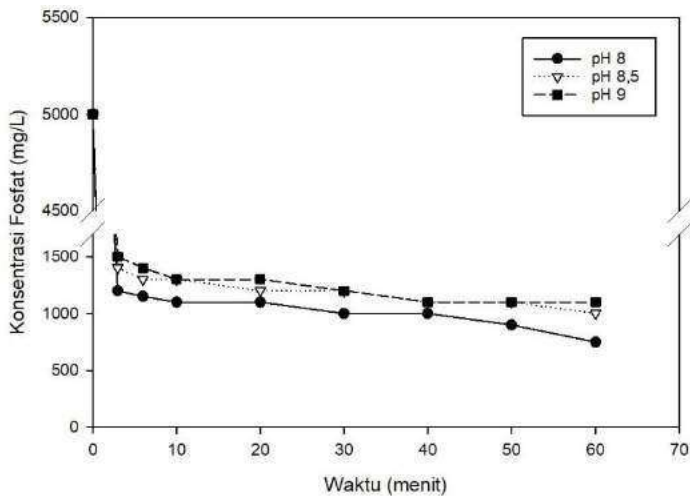
Derajat keasaman atau pH merupakan salah satu faktor penting dalam pembentukan *struvite*. Solubilitas *struvite* bergantung terhadap pH dan juga konsentrasi fosfat. Ketika pH dan konsentrasi fosfat naik, maka solubilitas *struvite* akan menurun (Le Corre *et al.*, 2009). pH pada silika menjadi salah satu faktor yang cukup penting. Silika mampu terlarut pada pH yang tinggi (Zeng *et al.*, 2007). Reaksi dikondisikan pada pH 8-9 yang merupakan *range* pH optimum untuk *removal* fosfat dan amonium (Wang *et al.*, 2006).



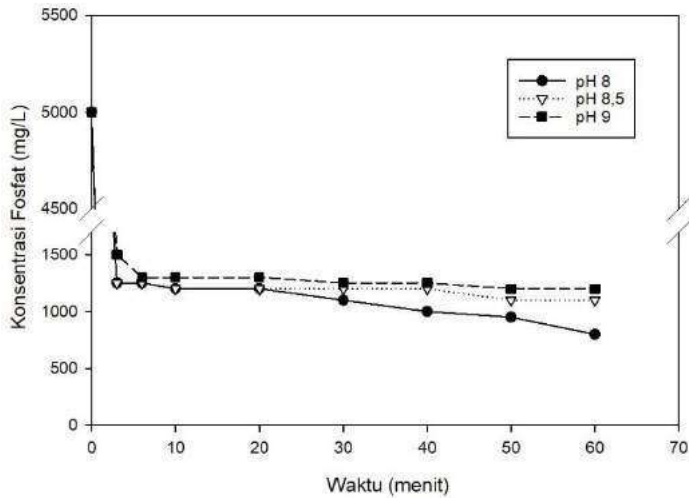
Gambar 4.20 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 20 mg/L



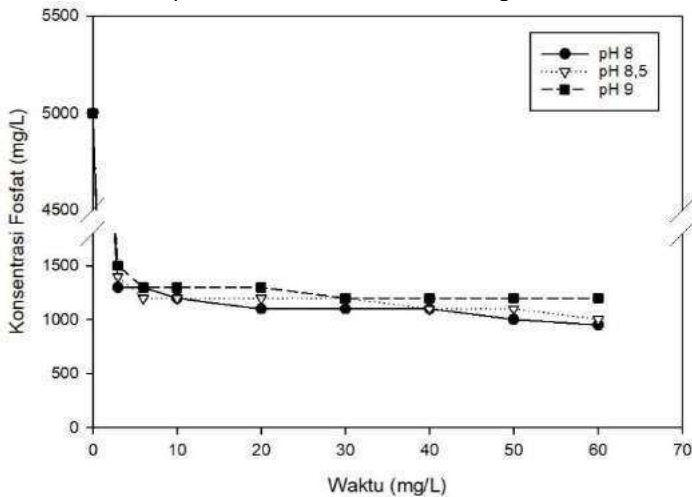
Gambar 4.21 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 250 mg/L



Gambar 4.22 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 450 mg/L



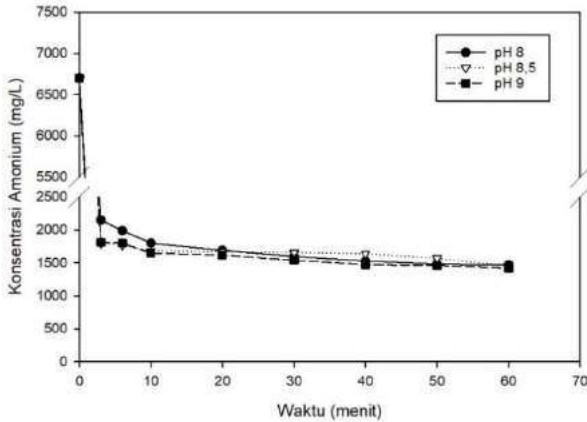
Gambar 4.23 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 700 mg/L



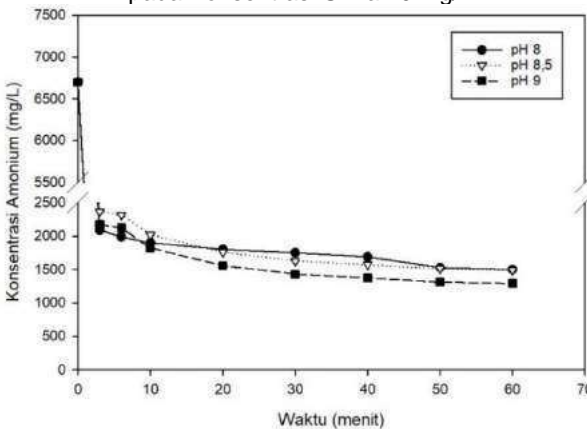
Gambar 4.24 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Fosfat pada Konsentrasi Silika 1000 mg/L

Pengaruh pH terhadap penurunan konsentrasi fosfat dengan adanya ion silika dapat dilihat pada Gambar 4.20 hingga 4.24.

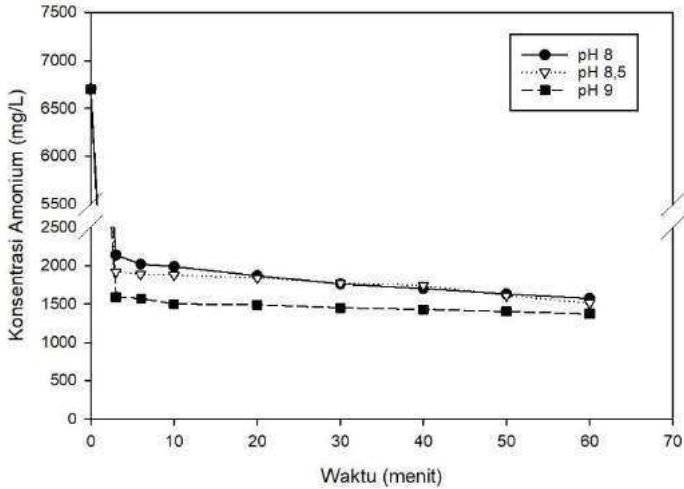
Pada semua variabel konsentrasi silika, kondisi pH yang paling baik dalam menurunkan konsentrasi fosfat dengan adanya ion silika adalah pH 8. Sedangkan pada pH 9, seluruh variabel silika mampu menghambat penurunan konsentrasi fosfat. Hal ini disebabkan pada pH basa, yaitu 9 ke atas silika memiliki kelarutan yang tinggi sehingga kemungkinan untuk dapat berkompetisi untuk berikatan dengan ion Mg^{2+} menjadi lebih tinggi (Alexander *et al.*, 1954 ; Rashid *et al.*, 2011)



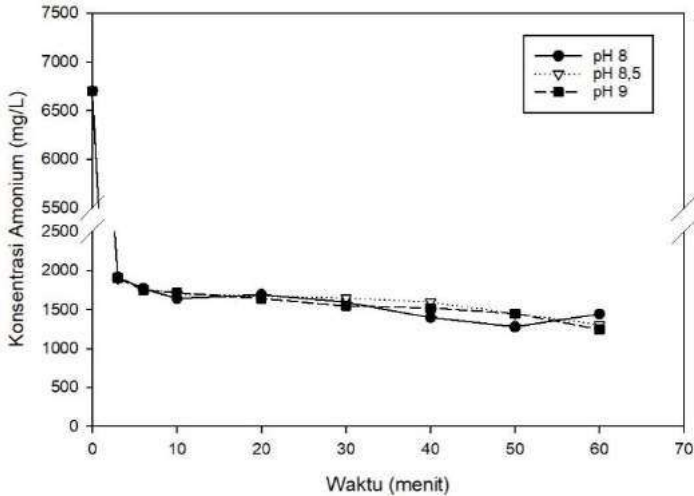
Gambar 4.25 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 20 mg/L



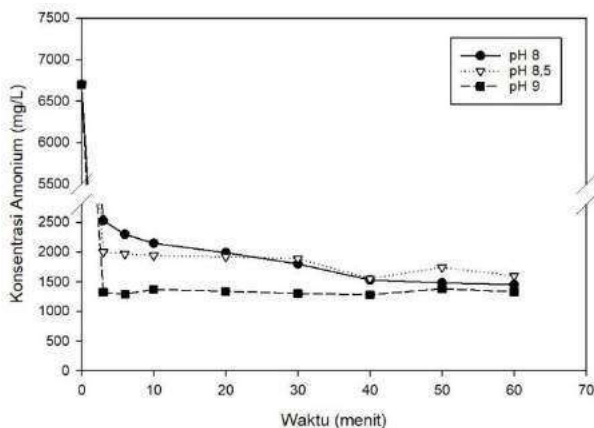
Gambar 4.26 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 250 mg/L



Gambar 4.27 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 450 mg/L



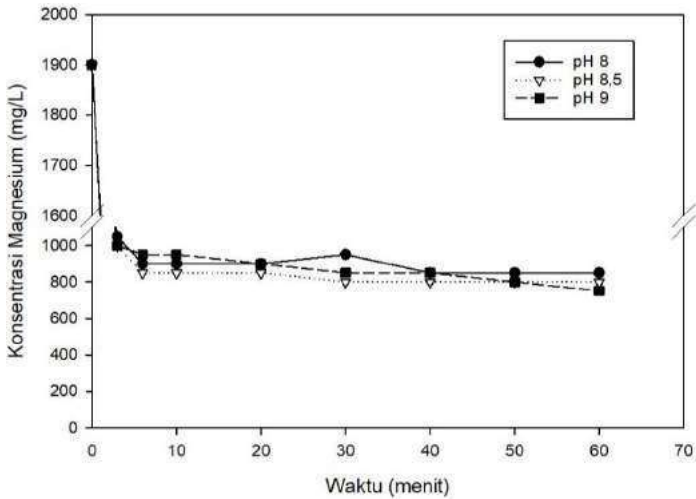
Gambar 4.28 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 700 mg/L



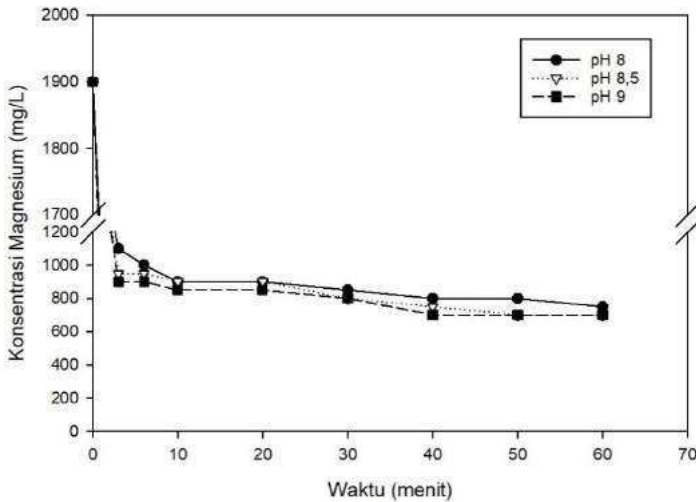
Gambar 4.29 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Amonium pada Konsentrasi Silika 1000 mg/L

Gambar 4.25 hingga 4.29 menunjukkan pengaruh pH terhadap penurunan konsentrasi amonium untuk setiap variabel konsentrasi silika. Peran pH dalam penurunan konsentrasi amonium ternyata tidak terlalu signifikan. Persentase *removal* amonium dengan adanya konsentrasi silika masih berada pada *range* 76%-81%. Hal ini masih sama dengan persentase *removal* amonium pada sampel kontrol dimana memiliki *range* penyisihan 76%-81%. Sedangkan untuk persentase *removal* fosfat, semakin basa pH maka semakin menurun persentase *removal* fosfatnya.

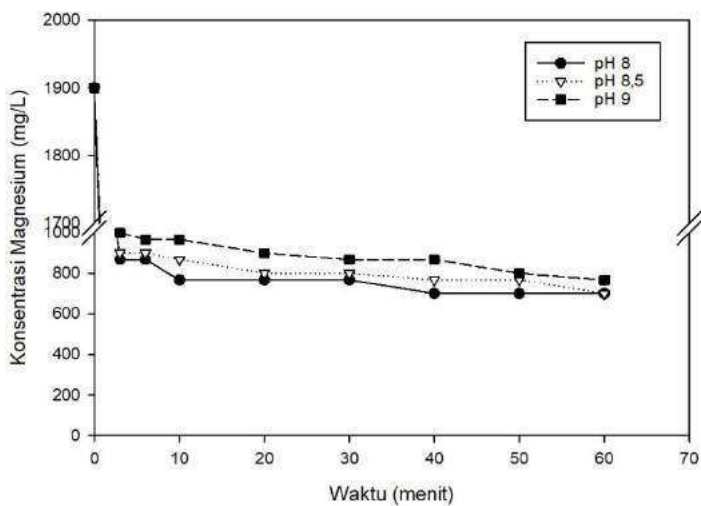
Pengaruh pH terhadap penurunan konsentrasi magnesium ditunjukkan pada Gambar 4.30 hingga Gambar 4.34. Berdasarkan gambar dapat dilihat bahwa pengaruh pH terhadap penurunan konsentrasi magnesium tidak memiliki pengaruh yang signifikan. Namun pada variabel konsentrasi silika 1000 mg/L terlihat sedikit jelas perbedaan penurunan konsentrasi magnesium terhadap fungsi pH. Pada pH 9 memiliki konsentrasi residual magnesium paling kecil dibandingkan dengan pH yang lainnya. Hal ini didukung dengan pernyataan Rashid *et al.* (2011) yaitu solubilitas magnesium silikat akan semakin menurun dengan semakin tingginya pH, optimumnya pada pH 11.



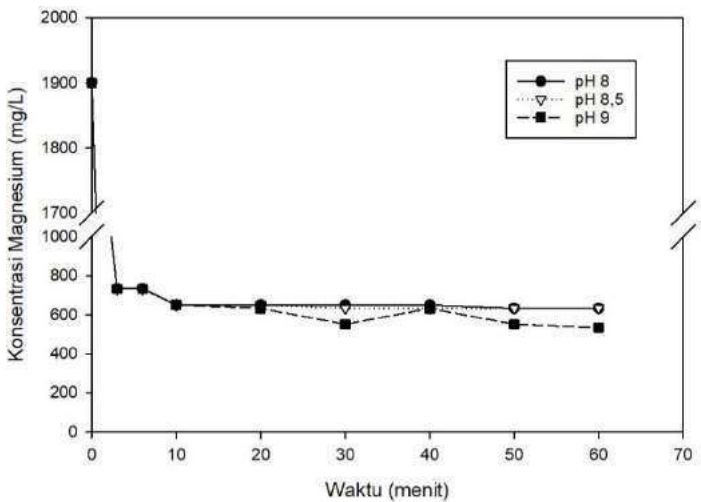
Gambar 4.30 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 20 mg/L



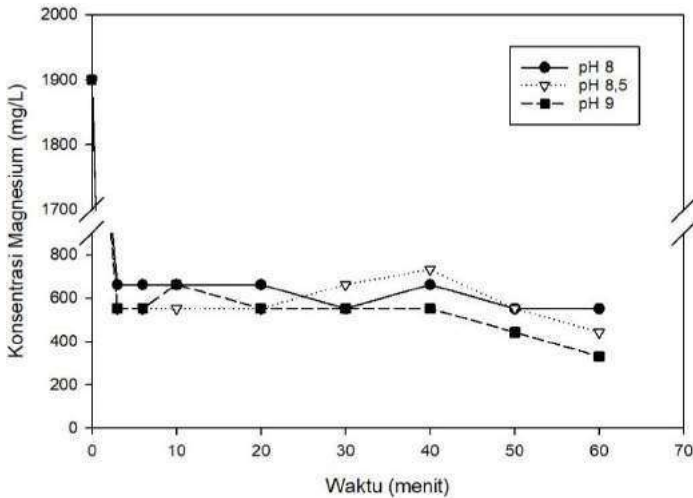
Gambar 4.31 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 250 mg/L



Gambar 4.32 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 450 mg/L



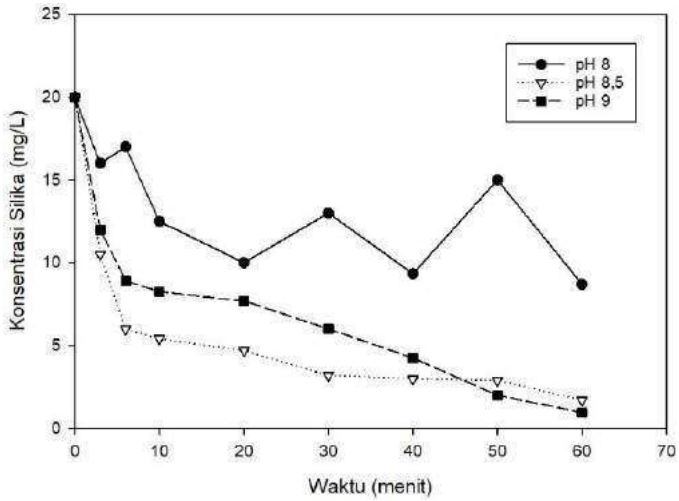
Gambar 4.33 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 700 mg/L



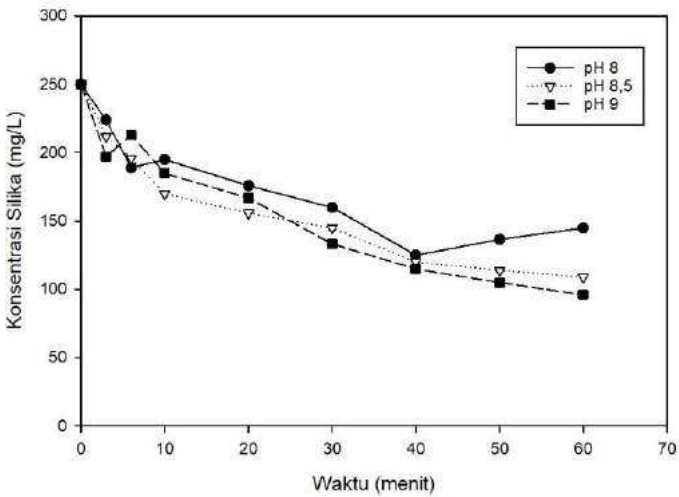
Gambar 4.34 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Magnesium pada Konsentrasi Silika 1000 mg/L

Pengaruh pH terhadap penurunan konsentrasi silika selama proses reaksi juga dianalisis dan ditunjukkan pada Gambar 4.35 hingga Gambar 4.39. Pada variabel konsentrasi silika 20 mg/L hingga 1000 mg/L dapat terlihat jelas perbedaan dari penurunan konsentrasi silika terhadap fungsi pH. Seperti yang telah dibahas pada sub bab 4.2.1 bahwa pada pH 9 penurunan konsentrasi silika paling signifikan dibandingkan dengan pH yang lainnya. Penurunan signifikan ini berlaku untuk setiap variabel konsentrasi silika. Hal ini disebabkan oleh *solubility* silika yang tinggi pada pH 9 yang telah dibuktikan pada penelitian pendahuluan. Silika yang lebih larut pada pH 9 memiliki kecenderungan untuk berikatan dengan magnesium sehingga memiliki konsentrasi residual yang lebih kecil.

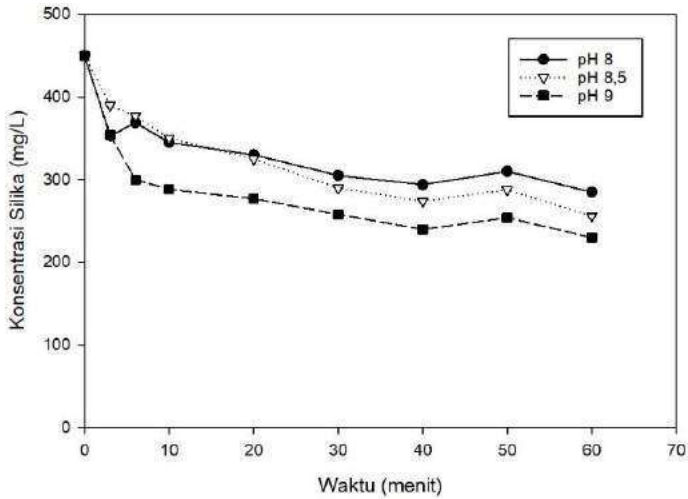
Dengan demikian dapat ditentukan bahwa pH yang paling berpengaruh dalam *recovery* fosfat dan amonium dengan adanya ion silika adalah pH 9.



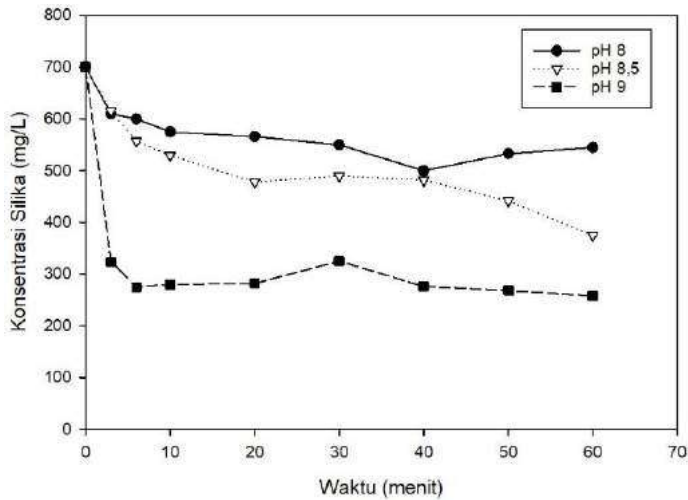
Gambar 4.35 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 20 mg/L



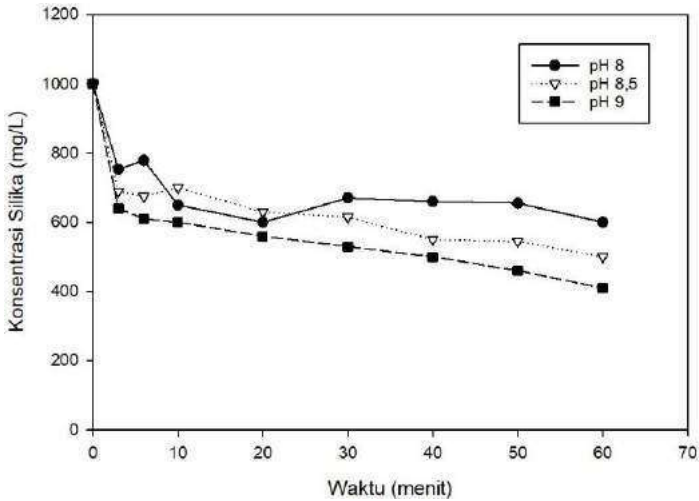
Gambar 4.36 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 250 mg/L



Gambar 4.37 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 450 mg/L



Gambar 4.38 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 700 mg/L



Gambar 4.39 Pengaruh pH terhadap Penurunan Konsentrasi Silika 1000 mg/L

Selama proses *running*, pH yang dikondisikan hanyalah pH inisial. Setiap waktu analisis dicek penurunan atau peningkatan pH sampel. Tabel 4.6 menunjukkan data pH selama *running* di tiap waktu analisis. pH cenderung konstan selama *running* dan apabila terjadi penurunan atau peningkatan masih pada *range* $\pm 0,2$. Pada konsentrasi silika yang rendah, pH akan cenderung menurun. Hal ini menunjukkan bahwa pelepasan ion H^+ terjadi untuk pembentukan *struvite* (Iswarani, 2018). Sedangkan pada konsentrasi silika yang tinggi, pH cenderung naik. Hal ini menunjukkan adanya unsur silika yang melepaskan ion OH^- sehingga mampu meningkatkan pH (Alexander, 1954 ; Awadalla *et al.*, 1990).

Tabel 4.6 Hasil Rekapitulasi pH

Variabel	pH								
	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
Silika 20 mg/L pH 8	8,05	8,04	8,04	8,04	8,04	8,03	8	8	7,9
Silika 250 mg/L pH 8	8,03	8,03	8,05	8,05	8,04	8,07	8,08	8,1	8,09
Silika 450 mg/L pH 8	8,03	8,02	8,07	8,04	8,06	8,05	8,04	8,07	8,08
Silika 700 mg/L pH 8	8	8,02	8,07	8,05	8,04	8,05	8	8,1	8,06
Silika 1000 mg/L pH 8	8,05	8,07	8,07	8,08	8,1	8,15	8,17	8,2	8,21
Silika 20 mg/L pH 8,5	8,5	8,5	8,5	8,5	8,51	8,52	8,52	8,52	8,5
Silika 250 mg/L pH 8,5	8,51	8,51	8,52	8,53	8,55	8,55	8,56	8,57	8,55
Silika 450 mg/L pH 8,5	8,5	8,5	8,51	8,52	8,55	8,54	8,58	8,57	8,59
Silika 700 mg/L pH 8,5	8,52	8,52	8,52	8,54	8,56	8,55	8,57	8,58	8,59
Silika 1000 mg/L pH 8,5	8,5	8,52	8,53	8,54	8,55	8,56	8,59	8,6	8,65
Silika 20 mg/L pH 9	9	9,02	9,03	9,08	9,06	9,07	9,05	9,04	9,01
Silika 250 mg/L pH 9	9,06	9,05	9,07	9,08	9,08	9,07	9,06	9,06	9,05
Silika 450 mg/L pH 9	9,07	9,04	9,05	9,06	9,06	9,07	9,07	9,08	9,08
Silika 700 mg/L pH 9	9,03	9,06	9,04	9,05	9,05	9,07	9,08	9,1	9,12
Silika 1000 mg/L pH 9	9,07	9,05	9,08	9,08	9,08	9,07	9,05	9,04	9,02

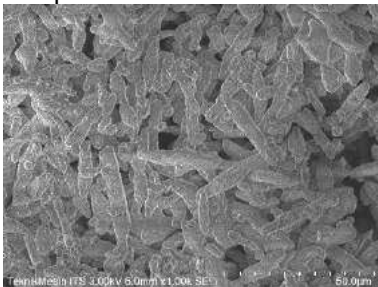
4.2.3 Karakteristik Morfologi *Struvite* yang Terbentuk

Untuk melihat pengaruh kehadiran ion silika dalam pembentukan *struvite*, perlu dianalisis lebih lanjut dengan melihat produk *struvite* yang terbentuk. Pengujian yang dilakukan untuk analisis morfologi ialah dengan menggunakan SEM-EDX dan XRD. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan pengujian analisis untuk morfologi permukaan kristal *struvite* yang terbentuk. SEM mampu memberikan gambaran bentuk dan morfologi kristal pada level perbesaran yang berbeda-beda. *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX) merupakan sebuah pengujian analisis untuk mengetahui unsur-unsur penyusun pada sampel. *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan sebuah pengujian analisis untuk mengetahui senyawa yang terbentuk dalam sebuah sampel.

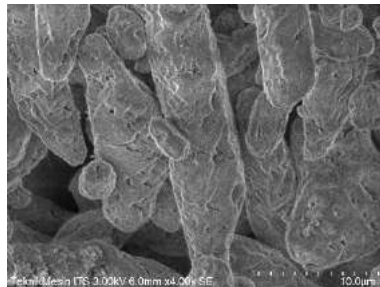
Sampel yang dianalisis adalah endapan yang telah disaring menggunakan kertas saring whatman. Pada pengujian ini, sampel endapan yang dianalisis ialah sampel pada pH 9 dimana kehadiran silika paling berpengaruh dan pada konsentrasi silika 1000 mg/L. Selain itu pengujian juga dilakukan pada sampel kontrol tanpa silika pada pH 9 dan sampel limbah asli pada pH 9.

4.2.3.1 Analisis SEM-EDX

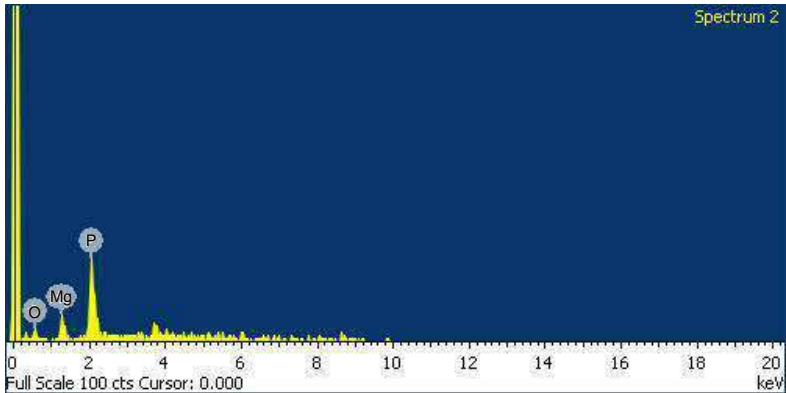
Pengujian SEM-EDX dilakukan di Laboratorium NTUST Taiwan, Laboratorium Karakterisasi Material Teknik Mesin ITS, dan Laboratorium Energi LPPM ITS. Untuk pengujian ini diperlukan proses pendahuluan yaitu proses *coating* yang bertujuan untuk menambah konduktivitas sampel agar hasil yang didapat baik.



(a)



(b)



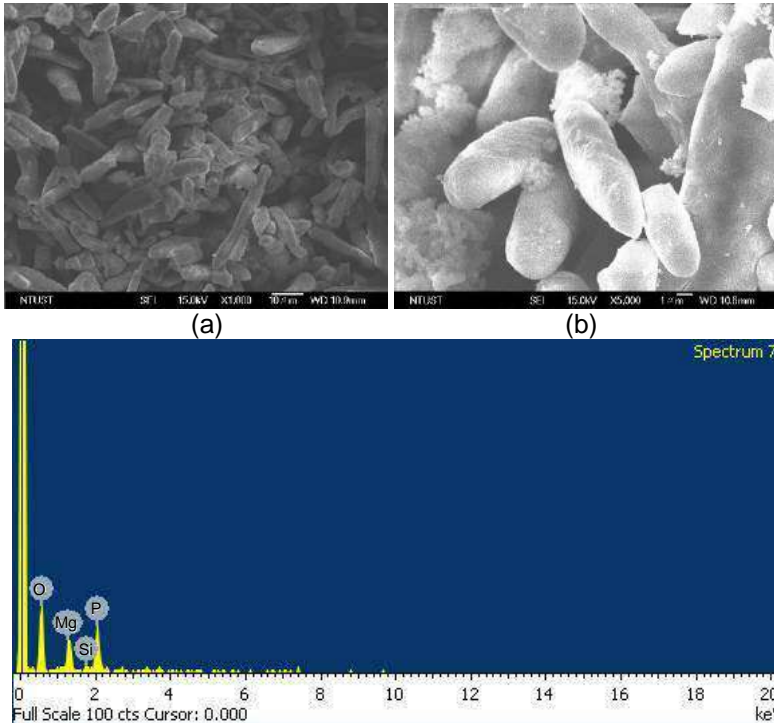
(c)

Gambar 4.40 Hasil Analisis SEM-EDX Sampel Kontrol Tanpa Silika pH 9
 (a) Hasil SEM perbesaran 1000x (b) Hasil SEM perbesaran 5000x (c) Hasil analisis EDX

Berdasarkan Gambar 4.40 (a) dapat dilihat secara jelas bahwa pada sampel yang terbentuk menyerupai bentuk *struvite* yaitu berbentuk seperti jarum atau batang seperti menurut penelitian Hutnik *et al.* (2016) dan Huang *et al.* (2006). Faktor yang mempengaruhi bentuk *struvite* salah satunya adalah karakteristik limbah yang digunakan. Penelitian Huang *et al.* (2018) menggunakan limbah sintetik untuk presipitasi *struvite* menghasilkan bentuk *struvite columnar* dan seperti batang jarum. Hal ini memiliki kesamaan pada Gambar 4.40 (a) dimana pada penelitian ini menggunakan limbah sintetik yang menghasilkan bentuk *struvite* seperti jarum. Sampel yang tidak mengandung konsentrasi silika memiliki bentuk yang bersih tanpa pengotor pada permukaannya ataupun pada sekelilingnya. Analisis EDX menunjang hasil unsur penyusun pada sampel ini ialah P, Mg dan O dengan %berat ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Persentase Berat Unsur Sampel Tanpa Silika (Kontrol) pH 9

Unsur	%Berat
O	16,51
Mg	15,15
P	68,34



(c)
 Gambar 4.41 Hasil Analisis SEM-EDX Sampel dengan Konsentrasi Silika 1000 mg/L pada pH 9
 (a) Hasil SEM perbesaran 1000x (b) Hasil SEM perbesaran 5000x (c) Hasil Analisis EDX

Sampel dengan konsentrasi silika 1000 mg/L secara kasat mata memiliki karakteristik fisik yang hampir sama dengan sampel tanpa adanya silika. Dengan menggunakan analisis SEM secara mikroskopik dapat dilihat perbedaannya. Pada Gambar 4.41 (b) dapat dilihat bahwa terdapat silika yang berbentuk amorf menyelubungi *struvite*. Hasil analisis SEM perlu didukung dengan analisis EDX yang mampu menunjukkan unsur-unsur terkandung pada gambar sampel. Gambar 4.41 (c) menunjukkan unsur-unsur yang terdapat pada sampel ialah O, Mg, P dan Si. Dari hasil analisis EDX tersebut dapat pula diketahui % berat dari tiap unsur

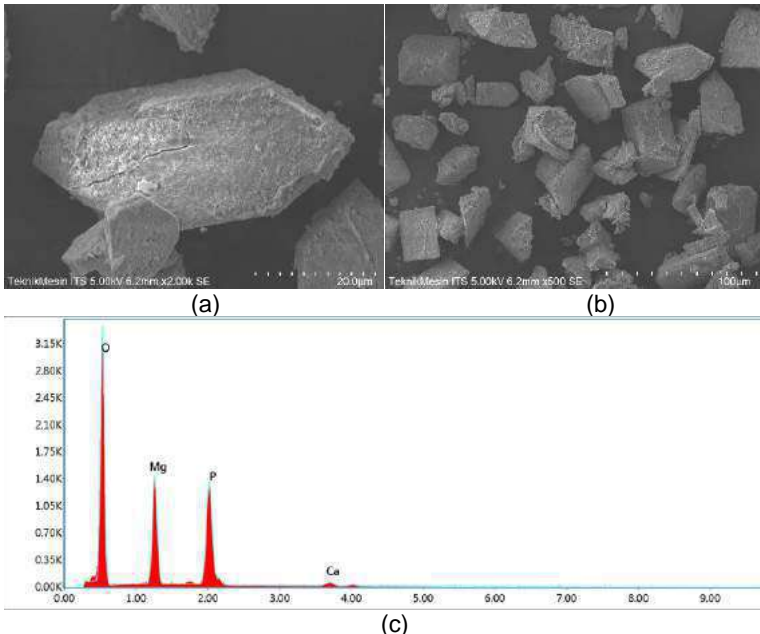
yang terkandung. Tabel 4.8 menunjukkan persentase berat dari hasil EDX Gambar 4.41 (c).

Silika yang terkandung pada sampel dapat berupa senyawa magnesium silikat. Magnesium silikat dapat terbentuk menjadi presipitat apabila terdapat silika terlarut dan garam magnesium dalam larutan. Presipitat magnesium silikat yang terbentuk dapat berupa amorf atau koloid. Presipitat yang berbentuk amorf dapat terbentuk dari SiO_2 amorf dan magnesium (Rashid *et al.*, 2011). Sumber silika yang digunakan pada penelitian ini adalah bubuk SiO_2 yang merupakan silika amorf, maka hal itulah yang menyebabkan terbentuknya senyawa magnesium silikat amorf pada presipitat sampel. Penelitian Ciesielczyk *et al.* (2004), hasil SEM untuk pembentukan magnesium silikat sintetik menunjukkan berbentuk agregat *amorphous*. Sesuai dengan Gambar 4.41 yang menunjukkan adanya senyawa *amorphous* menyelimuti senyawa *struvite*, hal tersebut merupakan magnesium silikat yang juga terbentuk. Hal ini juga sesuai dengan pernyataan Zeng *et al.* (2007) bahwa kation Mg^{2+} dengan SiO_3^{2-} dalam larutan akan membentuk MgSiO_3 seperti pada persamaan 4.1.

Sebagai ion pengotor dalam pembentukan *struvite*, kehadiran ion silika tidak mempengaruhi struktur utama pada bentuk *struvite*. Silika hanya menyelubungi permukaan *struvite* tanpa mengubah bentuk *struvite*. Berbeda dengan pengaruh ion pengotor lain seperti kalsium dan fluorida yang mempengaruhi bentuk utama *struvite*. Pada penelitian Le Corre *et al.* (2005), kalsium dengan rasio $[\text{Mg}^{2+}]:[\text{Ca}^{2+}]$ 1:2 mampu merubah total bentuk kristal *struvite* menjadi amorf. Penelitian Huang *et al.* (2016) menyatakan dengan adanya florida dalam pembentukan *struvite* mampu mengubah bentuk kristal *struvite* menjadi balok tak beraturan dengan bercak dan bentuk amorf pada permukaan. Hal ini dapat disebabkan oleh solubilitas dari magnesium silikat yang masih cukup tinggi. Solubilitas magnesium silikat akan semakin menurun dengan semakin tingginya pH, optimumnya pada pH 11 (Rashid *et al.*, 2011). Pada penelitian ini, variabel pH hanya mencapai pH 9 dimana memungkinkan tidak semua senyawa magnesium silikat yang berikatan ikut terbentuk sebagai presipitat.

Tabel 4.8 Persentase Berat Unsur Sampel Konsentrasi Silika 1000 mg/L pH 9

Unsur	%Berat
O	52,93
Mg	15,73
Si	1,57
P	29,77



Gambar 4.42 Hasil Analisis SEM Sampel Air Limbah Asli pH 9
 (a) Hasil Perbesaran SEM 2000x (b) Hasil Perbesaran SEM 500x (c) Hasil Analisis EDX

Pada Gambar 4.42 (b) di atas menunjukkan bahwa senyawa *struvite* yang terbentuk dari sampel air limbah asli menyerupai bentuk kubus. Bentuk *struvite* yang terbentuk pada sampel limbah asli berbeda dengan sampel limbah sintetik. Penelitian Kusuma (2019) yang menggunakan air limbah industri

pupuk sebagai sumber untuk pembentukan *struvite* juga menghasilkan bentuk *struvite* yang seperti kubus. Hal ini membuktikan bahwa karakteristik limbah memang mempengaruhi kristal *struvite* yang terbentuk. Contoh lain bentuk kristal *struvite* yang berbeda adalah, penelitian Rahman *et al.* (2011) menghasilkan bentuk kristal *irregular* menggunakan air limbah hewan. Pada Gambar 4.42 (a) dapat terlihat permukaan kristal *struvite* tidak mulus, hal ini disebabkan karena terdapat ion pengotor pada karakteristik air limbah yang digunakan seperti kalsium, silika, dan fluor.

Tabel 4.9 Persentase Berat Unsur Sampel Limbah Asli pada pH 9

Unsur	%Berat
O	55,85
Mg	19,15
P	23,18
Ca	1,81

4.2.3.2 Analisis XRD

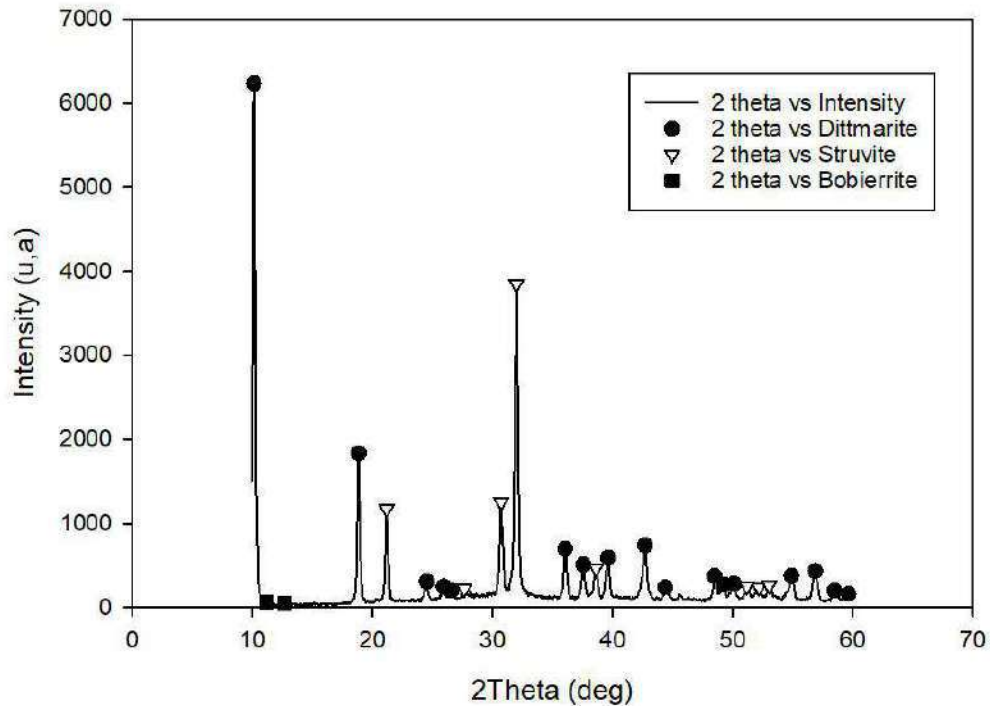
Pengujian XRD dilakukan di Laboratorium NTUST Taiwan dan Laboratorium Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui senyawa-senyawa yang terbentuk pada sampel. Pada pengujian EDX telah diketahui unsur-unsur yang terkandung, pengujian XRD mengkonfirmasi senyawa yang terbentuk dari unsur yang ada pada sampel. Dalam analisis XRD ini sudut pembacaan yang digunakan adalah 60 derajat.

Hasil yang didapat dari pengujian XRD tidak langsung menunjukkan senyawa-senyawa yang terbentuk tetapi berupa fasa dalam sampel ditunjukkan dengan titik puncak intensitas. Hasil tersebut perlu diolah terlebih dahulu agar dapat terbaca senyawa yang terdapat dalam sampel. Aplikasi *Match! Phase Identification from Powder Diffraction* versi 3.8.0 digunakan untuk membaca senyawa yang terbentuk atas titik puncak intensitas data kasar XRD.

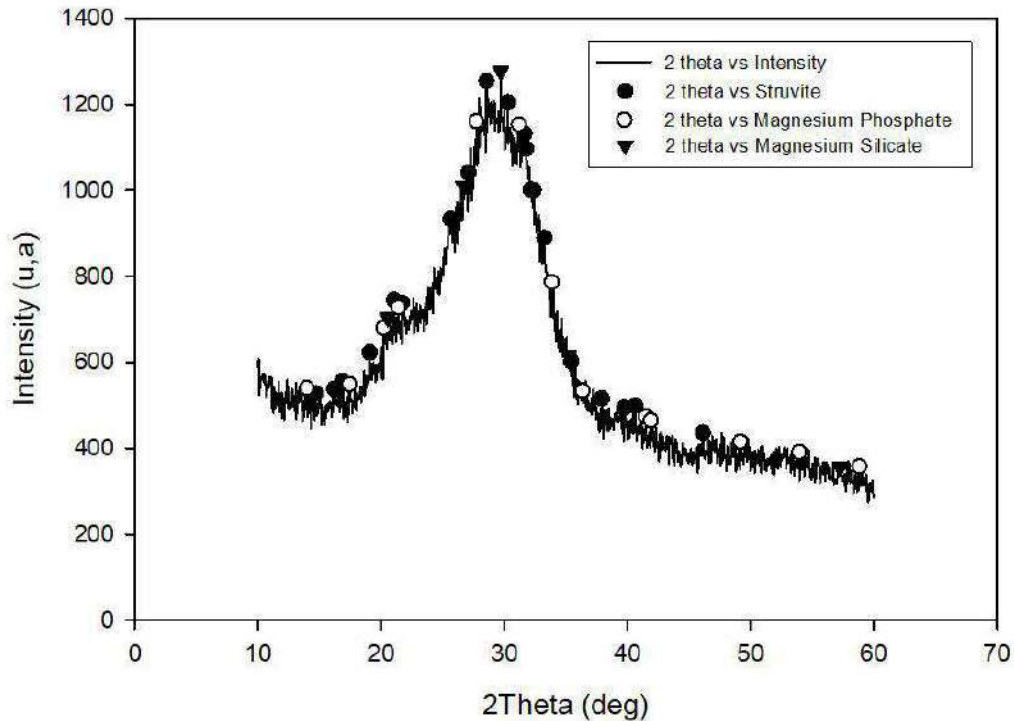
Berdasarkan Gambar 4.43 dan Gambar 4.44 dapat dilihat perbedaan yang sangat signifikan pada hasil XRD. Gambar 4.43 menunjukkan fasa titik puncak atau *peak* yang jelas dalam sampel. Menurut Bezjak *et al.* (1979), fasa yang titik puncaknya tergambar jelas dan tajam merupakan sampel kristal. Pada sampel kontrol dimana tidak ada perlakuan penambahan variabel silika, terbukti bahwa senyawa yang terbentuk adalah *struvite*, *bobierite* dan *dittmarite*. *Dittmarite* merupakan senyawa yang terbentuk dari Magnesium, Ammonium dan Phosphate (MAP) seperti *struvite* namun memiliki hidrat yang lebih rendah yaitu monohidrat (Kruk *et al.*, 2014). Kemungkinan adanya senyawa *dittmarite* disebabkan oleh pemanasan sampel endapan di dalam oven sebelum analisis XRD. Sampel dalam kondisi cukup lembab sebelum dianalisis sehingga diputuskan untuk dipanaskan dalam oven sehingga terjadi penurunan level hidrat pada senyawa. Fungsi temperature mempengaruhi senyawa *struvite*, di atas temperature 50°C *struvite* cenderung tidak stabil. *Dittmarite* memiliki kegunaan sebagai *slow released fertilizer* yang stabil (Sarkar, 1991).

Gambar 4.44 menunjukkan hasil XRD untuk endapan sampel dengan kehadiran ion silika 1000 mg/L. Terlihat jelas perbedaannya dengan Gambar 4.43, fasa yang tergambar tidak beraturan titik puncaknya. Hal ini menggambarkan bahwa senyawa yang terbentuk berupa amorf karena titik puncak yang tergambar tidak tajam dan tersebar merata dengan *peak* yang pendek (Bates, 2010). Pada pola XRD seperti itu menunjukkan bahwa tidak ada kristal berukuran besar yang terbentuk (Le Corre *et al.*, 2005). Senyawa-senyawa yang terbentuk pada sampel adalah magnesium silikat, magnesium fosfat dan *struvite*. Hasil ini menunjukkan walau dengan kehadiran ion silika, *struvite* masih dapat terbentuk. Pengaruh yang diberikan silika adalah bentuk *struvite* yang seharusnya kristal menjadi amorf.

Pada pembahasan sub bab 4.1.2, melalui permodelan PHREEQC prediksi presipitat yang terbentuk dalam rasio limbah $[\text{NH}_4^+]:[\text{PO}_4^{3-}]$ 7:1 ialah *struvite*, *talca*, dan *chrysotile*. Terbentuknya senyawa *struvite* memiliki kesamaan dengan prediksi permodelan



Gambar 4.43 Hasil Analisis XRD Sampel Kontrol pada pH 9



Gambar 4.44 Hasil Analisis XRD Sampel dengan Konsentrasi Silika 1000 mg/L pada pH 9

PHREEQC yang telah dilakukan. Senyawa *talca* dan *chrysotile* merupakan bentuk dari magnesium silikat yang terhidrasi. *Chrysotile* merupakan salah satu varian dari asbestos yang memiliki sifat karsinogenik terhadap tubuh manusia. *Talc* dalam bidang industri memiliki kegunaan sebagai bahan baku kosmetik, bahan baku cat, dan bahan baku material konstruksi (Claverie *et al.*, 2017; Lafay *et al.*, 2013).

4.2.3.3 Analisis *Particle Size Distribution*

Pengujian *Particle Size Distribution* pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium NTUST Taiwan. Dengan melakukan analisis ini dapat diketahui ukuran rata-rata partikel pada sampel. Ukuran partikel sampel yang diuji adalah sampel dengan konsentrasi silika 1000 mg/L dan dibandingkan dengan sampel tanpa adanya silika.

Berdasarkan data yang didapat, sampel tanpa silika (kontrol) di pH 9 memiliki rata-rata luasan partikel $127 \mu\text{m}^2$ dengan rata-rata diameter partikel $4,27 \mu\text{m}$. Sedangkan sampel dengan konsentrasi silika 1000 mg/L di pH 9 memiliki rata-rata luasan partikel sebesar $172 \mu\text{m}^2$ dengan rata-rata diameter partikel $4,91 \mu\text{m}$. Perbedaan yang cukup signifikan antara sampel kontrol dan konsentrasi silika 1000 mg/L ini menunjukkan terjadinya penggumpalan pada sampel. Gumpalan tersebut merupakan silika yang menyelimuti partikel *struvite* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.27. Hal inilah yang menyebabkan peningkatan ukuran rata-rata partikel yaitu adanya silika yang berbentuk amorf pada sampel. Walau terjadi peningkatan ukuran rata-rata partikel, namun bentuk *struvite* masih dapat terlihat jelas dan tidak berubah secara struktural.

4.2.3.4 *Wet Analysis*

Pengujian *wet analysis* ditujukan untuk mengetahui komposisi presipitat yang terbentuk dengan pendekatan rasio molar. Mol fosfat yang didapat dari hasil *wet analysis* dijadikan pembagi sehingga rasio molar untuk fosfat adalah 1. Sampel kontrol memiliki rasio molar yang hampir mendekati 1:1:1 yaitu rasio ideal senyawa *struvite*. Pada sampel konsentrasi silika 1000 mg/L rasio molar magnesium sebesar 0,59 dimana berkurang

hampir setengahnya dari rasio molar magnesium pembentuk *struvite* seharusnya. Hal ini dapat disebabkan karena sebagian dari magnesium berikatan membentuk senyawa lain selain *struvite*. Pada sampel air limbah asli tidak memiliki rasio molar 1:1:1 dikarenakan terdapat ion-ion pengotor dalam senyawanya.

Tabel 4.10 Hasil *Wet Analysis*

Sampel	Rasio Molar		
	Magnesium	Amonium	Fosfat
Kontrol pH 9	0,91	1,11	1
Silika 1000 mg/L	0,59	1,18	1
Air Limbah Petro	1,69	1,44	1

Setelah mendapatkan hasil dari *wet analysis*, dapat dilakukan menghitung *purity struvite* untuk mengetahui tingkat kemurnian *struvite* pada presipitat yang terbentuk. Rumus menghitung *purity struvite* mengacu pada persamaan 4.3 sebagai berikut

$$Purity\ struvite = \frac{NH_4-N\ presipitat}{NH_4-N\ struvite\ teoritis} \dots\dots (4.3)$$

$$Purity\ struvite = \frac{NH_4-N\ presipitat}{57\ mg/g}$$

$$\text{Berat atom relatif N (Ar N)} = 14\ g/mol$$

$$NH_4-N\ struvite\ presipitat = Ar\ N \times mol\ NH_4-N$$

a.) *Purity struvite* sampel kontrol

$$NH_4-N\ struvite\ presipitat = 14 \times 0,00367\ mol/mg = 51,31\ mg/g$$

$$Purity\ struvite = \frac{51,31\ mg/g}{57\ mg/g} \times 100\% = 90\%$$

b.) *Purity struvite* sampel silika

$$NH_4-N\ struvite\ presipitat = 14 \times 0,00194\ mol/mg = 27,188\ mg/g$$

$$Purity\ struvite = \frac{27,188\ mg/g}{57\ mg/g} \times 100\% = 47,57\%$$

c.) *Purity struvite* sampel limbah asli

$$NH_4-N\ struvite\ presipitat = 14 \times 0,00187\ mol/mg = 26,22\ mg/g$$

$$Purity\ struvite = \frac{26,22\ mg/g}{57\ mg/g} \times 100\% = 46\%$$

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan analisis yang dilakukan, kesimpulan yang dapat diambil adalah:

1. Konsentrasi silika yang mampu memberikan pengaruh terhadap pembentukan *struvite* adalah 1000 mg/L. Massa produk *recovery* yang terbentuk turun sebesar 13,64% dari 11,367 gram menjadi 9,817 gram
2. pH yang memberikan pengaruh dalam pembentukan *struvite* dengan kehadiran ion silika adalah pH 9.
3. Morfologi *struvite* yang terbentuk dengan adanya ion silika ialah berbentuk batang seperti jarum dengan diselimuti senyawa berbentuk amorf.

5.2 Saran

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian berikutnya terkait penelitian ini adalah:

1. Menggunakan variabel lain dalam meneliti pengaruh ion silika dalam pembentukan *struvite*, variabel kecepatan dan lama pengadukan dapat dilakukan untuk penelitian lebih lanjut.
2. Menggunakan molar rasio antara $[Mg^{2+}]$ dan $[Si^{2-}]$ pada rasio yang lebih besar daripada 1:1

“ Halaman ini sengaja dikosongkan ”

DAFTAR PUSTAKA

- Alexander, G. B., Heston, W. M., dan Iler, R. K. 1954. *The Solubility of Amorphous Silica in Water*. Journal of Water Chemistry 58:453-455.
- Alexander, G. B. 1957. *The Effect of Particle Size on The Solubility of Amorphous Silica in Water*. Journal of Water Chemistry 61:1563-1564.
- APHA. 1999. *Standar Methods for Examination of Water and Wastewater, 22nd Edition*. Washington DC.: APHA, AWWA, WPCF.
- Awadalla, F. T., Habashi, F., dan Page, M. 1990. *Reaction of Chrysotile Asbestos with Phosphate Ion in Relation to Toxicity*. Journal of Chemical Technology Biotechnology 49:183-196.
- Ayu, A. P. dan Suci, A. C. P. W. 2017. *Evaluasi Pengolahan Limbah Cair pada Unit Equalizer PT Petrokimia Gresik*. Laporan Kerja Praktik. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Azhari dan Aziz, M. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi Material Berpori Berbasis Mineral Silika Pulau Belitung*. Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara 12 (3):161-170.
- Babic-Ivanic, V., Kontrec, J., Brecevic, L., dan Kralj, D. 2006. *Kinetics of Struvite to Newberyite Transformation in the Precipitation System $MgCl_2-NH_4H_2PO_4-NaOH-H_2O$* . Water Research 40 (18):3447-3455.
- Bachtiar, Y. F. R. 2018. *Studi Kristalisasi Struvite pada Air Limbah Industri Pupuk dengan Menggunakan Reaktor Fluidized Bed*. Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Bagastyo, A. Y., Anggrainy, A. D., dan Hermana, J. 2017. *Effect of Precursor Ions on the Removal of Phosphate from Low Strength Wastewater by Precipitation*. International Journal of ChemTech Research 10 (2): 140-149.
- Bassett, H. dan Bedwell, W. L. 1933. *Studies of Phosphates Part I, Ammonium Magnesium Phosphate and Related Compounds*. Journal of Chemical Society 210:854-871.

- Bates, S. 2010. *Amorphous Solid Forms: The Use of X-Ray Powder Diffraction (XRPD)*. Pharmaceutical Powder X-Ray Diffraction Symposium. ICDD.
- Baumann, H. dan Beitr. 1955. *Silikose-Forsch.* Desalination 37:47-52.
- Bezjak, A., Smit, I., dan Alujevic, V. 1979. *Determination of the X-Ray Diffraction Curve of Amorphous Phase*. Croatia Chemica Acta 54(1):61-68.
- Bremere, I., Kennedy, M., Mhyio, S., Jaljuli, A., Witkamp, G. -J., dan Schippers, J. 2000. *Prevention of Silica Scale in Membrane Systems: Removal of Monomer and Polymer Silica*. Desalination 132 (1-3):89-100.
- Burns, M. W. 2017. *Kinetic Investigations of Struvite Crystallisation in Poiseuille Flow Using Discretised Population Balance Methods*. PhD Thesis. James Cook University.
- Chang, M. F. dan Liu, J. C. 2007. *Precipitation Removal of Fluoride from Semiconductor Wastewater*. Journal of Environmental Engineering 133 (4):419-425.
- Chauhan, C. K., Vyas, P. M., dan Joshi, M. J. 2011. *Growth and Characterization of Struvite-K Crystals*. Crystal Research and Technology 46 (2):187-194.
- Chimenos, J. M., Fernandez, A. I., Hernandez, A., Haurie, L., Espiell, F., dan Ayora, C. 2006. *Optimization of Phosphate Removal in Anodizing Aluminium Wastewater*. Water Research 40:147-143.
- Ciesielczyk, F., Krysztalkiewicz, A., dan Jesionowski, T. 2004. *Influence of Precipitation Parameters on Physicochemical Properties of Magnesium Silicates*. Physicochemical Problems of Mineral Processing 38:197-205.
- Claverie, M., Dumas, A., Careme, C., Poirier, M., Le Roux, C., Micoud, P., Martin, F., dan Aymonier, C. 2017. *Synthetic Talc and Talc-Like Structures: Preparation, Features and Applications*. Chemistry A European Journal Review 24:519-542.
- Damen J. J. M. dan Ten Cate, J. M. 1992. *Silica-induced Precipitation of Calcium Phosphate in the Presence of Inhibitors of Hydroxyapatite Formation*. J Cent Res 71 (3):453-457.

- Dewi, D. F. dan Masduqi, A. 2003. *Penyisihan Fosfat dengan Proses Kristalisasi dalam Reaktor Terfluidasi Menggunakan Media Pasir Silika*. Jurnal Purifikasi 4 (4):151-156.
- Fitriana, A. dan Warmadewanthi, IDAA. 2016. *Penurunan Kadar Amonium dan Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk*. Jurnal Teknik ITS 5 (2):107-111.
- Gallup, D. L., Sugiaman, F., Capuno, V., dan Manceau, A. 2003. *Laboratory Investigation of Silica Removal from Geothermal Brines to Control Silica Scaling and Produce Useable Silicates*. Applied Geochemistry 18(10):1597-1612.
- Hanani, K. R. dan Muhammad, A. F. 2014. *Studi Pengolahan Limbah Cair Unit Produksi III PT Petrokimia Gresik*. Laporan Kerja Praktik. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Hakkinda. 2018. <https://muhendishane.org/> (diakses pada tanggal 26 November 2018).
- Hao, X. -D., Wang, C. -C, Lan, L., dan van Loosdrecht, M. C. M. 2009. *Struvite Formation, Analytical Methods and Effects of pH and Ca²⁺*. Water Science & Technology 59 (6):1077-1083.
- Huang, H., Mavinic, D.S., Lo, K.V., dan Koch, F.A. 2006. *Production and Basic Morphology of Struvite Crystals from Pilot Scale Crystallisation Process*. Environmental Technology 27(3):233-245.
- Huang, H., Liu, J., Zhang, P., Zhang, D., dan Gao, F. 2016. *Investigation on the Simultaneous Removal of Fluoride, Ammonia Nitrogen and Phosphate from Semiconductor Wastewater using Chemical Precipitation*. Chemical Engineering Journal.
- Huang, H., Xu, C., dan Zhang, W. 2011. *Removal of Nutrients from Piggery Wastewater Using Struvite Precipitation and Pyrogenation Technology*. Bioresource Technology 102:2523-2528.
- Hutnik, N., Wierzbowska, B., Piotrowski, K., dan Matynia, A. 2016. *Effect of Continuous Crystallizer Performance on Struvite Crystals Produced in Reaction Crystallization from Solutions Containing Phosphate (V) and Zinc (II) Ions*.

- Brazilian Journal of Chemical Engineering 33 (02):301-317.
- Ibrahim, R. H. 2016. *Evaluasi Penggunaan Kompresor untuk Proses Refrigerasi pada Unit Produksi Amonia*. Laporan Kerja Praktik. Universitas Indonesia.
- 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*. Tesis. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Iswarani, W. P. 2017. *Pengaruh Aerasi Terhadap Recovery Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik Menggunakan Teknik Presipitasi*. Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Iswarani, W. P. dan Warmadewanthi, IDAA. 2018. *Recovery Fosfat dan Amonium Menggunakan Teknik Presipitasi Struvite*. Jurnal Teknik ITS 7 (1):2337-3520.
- Kruk, D. K., Elektorowicz, M., dan Oleoszkiewicz, J. A. 2014. *Struvite Precipitation Using Magnesium Sacrificial Anode*. Journal of Chemosphere 101:23-28.
- Kusuma, Y. A. 2019. *Recovery Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Proses Kristalisasi Menggunakan Reaktor Fluidized Bed*. Tesis. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Lafay, R., Montes-Hernandez, G., Janots, E., Chiriach, R., Findling, N., dan Toche, F. 2013. *Nucleation and Growth of Chrysotile Nanotubes in $H_2SiO_3/MgCl_2/NaOH$ Medium at 90 to 300°C*. Chemistry A European Journal 19:5417-5424.
- Le Corre, K. S., Hobbs, P., Valsami-Jones, E., dan Parsons, S. A. 2005. *Impact of Calcium on Struvite Crystal Size, Shape and Purity*. Journal of Crystal Growth 283 (3-4): 514-522.
- Le Corre, K. S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P., dan Parsons, S. A. 2007. *Impact of Reactor Operation on Success of Struvite Precipitation from Synthetic Liquors*. Environmental Technology 28 (11):1245-1256.
- Le Corre, K. S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P., dan Parsons, S. A. 2009. *Phosphorus Recovery from Wastewater by Struvite Crystallization: A Review*. Critical Reviews in Environmental Science and Technology 39:433-477.

- Lee, J. E., Rahman, M. M., dan Ra, C. S. 2009. *Dose Effects of Mg and PO₄ Sources on the Composting of Swine Manure*. Journal Hazardous Material 169:801-807.
- Li, B., Boiarkina, I., Yu, W., Huang, H. M., Munir, T., Wang, G. Q., dan Young, B. R. 2018. *Phosphorous Recovery Through Struvite Crystallization: Challenges for Future Design*. Science of the Total Environment 648:1244-1256.
- Liebau, F. 1985. *Structural Chemistry of Silicates: Structure, Bonding, and Classification*. Berlin: Springer-Verlag.
- McLaughlin, J. K., Jing-Qiong, C., Dosemeci, M., Rong-An, C., Rexing, S. H., Zhien, W., Hearl, F. J., McCawley, M. A., dan Blot, W. J. 1992. *A Nested Case-Control Study of Lung Cancer among Silica Exposed Workers in China*. British Journal of Industrial Medicine 49:167-171.
- Metcalf dan Eddy. 2014. *Wastewater Engineering: Treatment and Resource Recovery, Fifth Edition*. New York: McGraw-Hill Education.
- Mourhly, A., Khachani, M., Hamidi, E. A., Kacimi, M., Halim, M., dan Arsalane, S. 2015. *The Synthesis and Characterization of Low-Cost Mesoporous Silica (SiO₂) from Local Pumice Rock*. Nanomaterials and Nanotechnology. Morocco.
- Munch, E. V. dan Barr, K. 2001. *Controlled Struvite Crystallisation for Removing Phosphorus from an Aerobic Digestion Sidestreams*. Water Research 35:151-159.
- Musvoto, E. V., Wentzel, M. C., dan Ekama, G. A. 2000. *Integrated Chemical-Physical Processes Modelling-II. Stimulating 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.
- 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.
- Pratama, R. R. P. 2015. *Recovery Amonium dan Fosfat Limbah Cair PT Petrokimia Gresik melalui Proses Presipitasi menggunakan Magnesium*. Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

- Rahman, M.M., Liu, Y.H., Kwag, J.H., Ra, C.S., 2011. *Recovery of struvite from animal wastewater and its nutrient leaching loss in soil*. Journal of Hazard. Material. 186:2026–2030.
- Rashid, I., Daraghmeh, N. H., Al Omari, M. M., Chowdhry, B. Z., Leharne, S. A., Hodali, H. A., dan Badwan, A. A. 2011. *Profile of Drug Substances, Excipients and Related Methodology*. Elsevier vol. 6.
- Ryu, H., Kim, D., dan Lee, S. 2008. *Application of Struvite Precipitation in Treating Ammonium Nitrogen from Semiconductor Wastewater*. Journal of Hazardous Materials 156:163-163
- Salsabili, A., Salleh, M. A. M., Idris, A., Yunus, R., dan Suraya, A. R. 2016. *Morphological Properties of Struvite Crystals Grown Through Gel-Growth Technique in Silica Gel*. Journal of Purity, Utility Reaction and Environment 5 (3):73-86.
- Saraswati, 2015. <http://kttsaraswati.blogspot.com/> (diakses pada tanggal 7 Januari 2019).
- Sarkar, A.K. 1991. *Hydration/dehydration Characteristic of Struvite and Dittmarite Pertaining to Magnesium Ammonium Phosphate Cement Systems*. Journal of Materials Science 26:2514-2518.
- Sheikholeslami, R., dan Bright, J. 2002. *Silica and Metals Removal by Pretreatment to Prevent Fouling of Reverse Osmosis Membranes*. Desalination 143(3):83-95.
- Sheikholeslami, R., Al-Mutaz, I. S., Koo, T., dan Young, A. 2001. *Pretreatment and the Effect of Cations and Anions on Prevention of Silica Fouling*. Desalination 139 (1-3):83-95.
- Smallman, R. E. dan Bishop, R. J. 1999. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering 6th Edition*. Oxford: Butterworth Heinemann.
- Stumm, W. dan Morgan, J. J. 1996. *Aquatic Chemistry, 3rd edition*. New York: John Wiley and Sons Inc.
- Suguna, K., Thenmozhi, M., dan Sekar, C. 2011. *Growth, Spectral, Structural and Mechanical Properties of Struvite Crystal Grown in Presence of Sodium Fluoride*. Indian Academy of Sciences 35 (4):701-706.
- Sulastri, S dan Kristianingrum, S. 2010. *Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakteristik dan Pemanfaatan*. Prosiding

- Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Su'udi, M. 2015. *Penyisihan Fosfat dari Limbah Cair PT Petrokimia Gresik dengan Pemanfaatan Limbah Gypsum*. Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Tarrago, E., Puig, S., Ruscalleda, M., Balaguer, M. D., dan Colprim, J. 2016. *Controlling Struvite Particles' Size Using the Up-Flow Velocity*. Chemical Engineering Journal 302:819-827.
- Trianasari. 2017. *Analisis dan Karakterisasi Kandungan Silika (SiO₂) sebagai Hasil Ekstraksi Batu Apung (Pumice)*. Skripsi. Universitas Lampung.
- Vida-Simiti, I., Jumate, N., Chicinas, I., dan Batin, G. 2004. *Application of Scanning Electron Microscopy (SEM) in Nanotechnology and Nanoscience*. Rom. Journ. Phys. 49 (9-10): 955-965.
- Wang, J., Burken, J.G., dan Zhang, X.Q. 2006. *Effect of seeding materials and mixing strength on struvite precipitation*. Water Environment Research 78: 125–132.
- Warmadewanthi, Citraningrum, H. M., dan Liu, J. C. 2012. *Precipitation of Anions: Chemistry, Prediction, and Environmental Application*. Nova Science Publishers.
- Warmadewanthi dan Liu, J. C. 2009. *Recovery of Phosphate and Ammonium as Struvite from Semiconductor Wastewater*. Separation and Purification Technology 64:368-373.
- Wilhelm, S dan Kind, M. 2015. *Influence of pH, Temperature and Sample Size on Natural and Enforced Syneresis of Precipitated Silica*. Polymers 7:2504-2521.
- Zeng, Y., Yang, C., Pu, W., dan Zhang, X. 2007. *Removal of Silica from Heavy Oil Wastewater to be Reused in a Boiler by Combining Magnesium and Zinc Compounds with Coagulation*. Desalination 216:147-159.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A
HASIL PENURUNAN KONSENTRASI FOSFAT, AMONIUM,
MAGNESIUM DAN SILIKA

Parameter	Silika	pH	Konsentrasi (mg/L)									
			t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60	
FOSFAT	Kontrol	8	5000	1000	900	700	600	500	500	500	400	
		8.5	5000	1000	1000	900	800	700	700	600	500	
		9	5000	1100	1100	1000	800	700	700	700	600	
	Si 20 mg/L	8	5000	1100	1100	1100	1000	900	800	700	550	
		8.5	5000	1200	1100	1100	1100	1000	900	900	800	
		9	5000	1200	1150	1000	900	900	950	900	900	
	Si 250 mg/L	8	5000	1150	1050	1000	1000	900	900	850	650	
		8.5	5000	1300	1300	1200	1200	1100	1100	1100	1000	
		9	5000	1450	1400	1300	1300	1200	1200	1200	1000	
	Si 450 mg/L	8	5000	1200	1150	1100	1100	1000	1000	900	750	
		8.5	5000	1400	1300	1300	1200	1200	1100	1100	1000	
		9	5000	1500	1400	1300	1300	1200	1100	1100	1100	
	Si 700 mg/L	8	5000	1250	1250	1200	1200	1100	1000	950	800	
		8.5	5000	1250	1250	1200	1200	1200	1200	1100	1100	
		9	5000	1500	1300	1300	1300	1250	1250	1200	1200	
	Si 1000 mg/L	8	5000	1300	1300	1200	1100	1100	1100	1000	950	
		8.5	5000	1400	1200	1200	1200	1200	1100	1100	1000	
		9	5000	1500	1300	1300	1300	1200	1200	1200	1200	
AMONIUM	Kontrol	8	6700	2130	2080	1800	1750	1670	1480	1370	1290	
		8.5	6700	2110	1960	1880	1830	1770	1570	1480	1390	
		9	6700	2000	1850	1730	1700	1580	1580	1450	1400	
	Si 20 mg/L	8	6700	2150	1990	1800	1690	1600	1530	1480	1470	
		8.5	6700	1800	1770	1680	1670	1660	1640	1570	1450	
		9	6700	1810	1800	1650	1620	1540	1470	1460	1420	
			8	6700	2090	1990	1900	1800	1750	1690	1530	1500

	Si 250 mg/L	8.5	6700	2370	2320	2020	1760	1630	1570	1510	1490
		9	6700	2170	2120	1820	1560	1430	1370	1310	1290
	Si 450 mg/L	8	6700	2140	2020	1990	1870	1760	1700	1630	1570
		8.5	6700	1920	1890	1880	1840	1770	1740	1610	1510
		9	6700	1590	1570	1500	1490	1450	1430	1400	1370
	Si 700 mg/L	8	6700	1911	1766	1640	1690	1595	1395	1275	1440
		8.5	6700	1900	1766	1700	1670	1645	1595	1450	1300
		9	6700	1900	1750	1715	1640	1545	1520	1450	1240
	Si 1000 mg/L	8	6700	2530	2300	2150	1990	1800	1530	1480	1450
		8.5	6700	2000	1970	1940	1920	1890	1550	1740	1600
		9	6700	1320	1290	1370	1340	1300	1280	1380	1330
	MAGN ESIUM	Kontrol	8	1900	1440	1300	1250	1200	1100	1000	900
8.5			1900	1200	1150	1150	1100	1000	950	900	850
9			1900	1150	1100	1100	1050	1000	900	850	850
Si 20 mg/L		8	1900	1050	900	900	900	950	850	850	850
		8.5	1900	1000	850	850	850	800	800	800	800
		9	1900	1000	950	950	900	850	850	800	750
Si 250 mg/L		8	1900	1100	1000	900	900	850	800	800	750
		8.5	1900	950	950	900	900	800	750	700	700
		9	1900	900	900	850	850	800	700	700	700
Si 450 mg/L		8	1900	867	867	767	767	767	700	700	700
		8.5	1900	900	900	867	800	800	767	767	700
		9	1900	1000	967	967	900	867	867	800	767
Si 700 mg/L		8	1900	733	733	650	650	650	650	633	633
		8.5	1900	733	733	650	650	633	633	633	633
		9	1900	733	733	650	633	550	633	550	533
Si 1000 mg/L		8	1900	662	662	662	662	552	662	552	552
		8.5	1900	552	552	552	552	662	662	552	442
		9	1900	552	552	662	552	552	552	442	331

Silika	Si 20 mg/L	8	20	16	17	12.5	10	13	9.33	15	8.7
		8.5	20	10.5	6	5.4	4.7	3.2	3	2.9	1.7
		9	20	12	8.9	8.25	7.7	6	4.25	2	0.95
	Si 250 mg/L	8	250	224	189	195	176	160	125	136.6	145
		8.5	250	212	196	170	156	145	120	114	109
		9	250	197.3	213	185	167	133.3	115	105	96
	Si 450 mg/L	8	450	353	369	345	330	305	294	310	285
		8.5	450	390	377	350	325	290	274	288	256
		9	450	354	300	288.3	277	258	240	254	230
	Si 700 mg/L	8	700	610	600	575	566	550	500	533	545
		8.5	700	615	557	530	478	490	482	442	375
		9	700	324	275	280	282	325	276	268	258
	Si 1000 mg/L	8	1000	753	779	650	600	670	660	655	600
		8.5	1000	690	675	700	630	615	550	545	500
		9	1000	640	610	600	560	530	500	460	410

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN B

ANALISIS pH, TSS, dan COD

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 kedalam larutan yang akan diukur pHnya, tunggu hingga pH meter menunjukkan angka yang stabil.
3. Setiap penggunaan pH meter pada larutan yang berbeda, hendaknya dicuci terlebih dahulu dengan aquades.

2. Analisis TSS

Alat dan Bahan

1. Furnace dengan suhu 550°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 kedalam 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 dioven 105°C

f = cawan dan residu setelah dioven 105°C

g = volume sampel (mL)

3. Analisis COD

Alat dan Bahan

1. Larutan Kalium Dikromat $K_2Cr_2O_7$
2. Kristal Perak Sulfat (Ag_2SO_4) dicampur dengan Asam Sulfat (H_2SO_4)
3. Kristal Merkuri Sulfat (Hg_2SO_4)
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 Hg_2SO_4 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:

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

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 Fluorida secara Spektrofotometri dengan SPADNS

(Untuk air dan air imbah dengan konsentrasi maksimal 1,4 mg/L)

1. Pembuatan Reagen

a) Larutan Induk Fluorida 100 mg F/L

❖ Larutkan 221,0 mg natirum fluorida anhidrat (NaF) dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tambahkan aquades sampai 1000 mL dan homogenkan

- ❖ Ambil 100 mL larutan induk fluorida 100 mg F/L menggunakan pipet, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tambahkan aquades sampai 1000 mL

- b) Larutan Baku Fluorida 10 mg F/L
 - ❖ Ambil 50 mL larutan induk fluorida 100 mg F/L menggunakan pipet dan masukkan ke labu ukur 500 mL
 - ❖ Tambahkan aquades sampai 500 mL dan homogenkan

- c) Larutan Kerja Fluorida
 - ❖ Ambil 0 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, dan 15 mL larutan baku fluorida yang mengandung fluorida 10 mg F/L menggunakan pipet dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL
 - ❖ Tambahkan aquades sampai 100 mL kemudian homogenkan sehingga diperoleh kadar fluorida 0 mg F/L, 0,2 mg F/L, 0,5 mg F/L, 1,0 mg F/L, dan 1,5 mg F/L

- d) Larutan SPADNS
 - ❖ Larutkan 958 mg SPADNS, *4,5 - dihydroxy - 3 - (parasulfophenylazo) - 2,7 - naphthalenedisulfonic acid trisodium salt* dalam aquades, kemudian encerkan menjadi 500 mL

- e) Larutan Asam Zirkonil
 - ❖ Larutkan 133 mg zirkonil klorida oktahidrat, $ZrOCl_2$ dalam 25 mL aquades
 - ❖ Tambahkan 350 mL HCl pekat dan diencerkan menjadi 500 mL dengan aquades

- f) Larutan Campuran Asam Zirkonil – SPADNS
 - ❖ Campurkan larutan asam zirkonil dan larutan SPADNS dengan volume yang sama

- g) Larutan Natrium Arsenit 0,5%
 - ❖ Larutkan 0,5 gr $NaAsO_2$ dengan aquades pada labu ukur 100 mL, kemudian homogenkan

- h) Larutan Blanko

- ❖ Ambil 10 mL larutan SPADNS ke dalam labu ukur 100 mL menggunakan pipet. Kemudian encerkan dengan aquades hingga 100 mL
- ❖ Encerkan 7 mL HCl dengan aquades hingga 10 mL
- ❖ Campurkan larutan HCl dengan larutan SPADNS

2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- a) Optimalkan spektrofotometer untuk pengujian kadar fluorida sesuai dengan pengoperasian alat yaitu dengan panjang gelombang 510 nm
- b) Tambahkan larutan campuran SPADNS dan asam zirkonil ke dalam masing-masing larutan kerja fluorida
- c) Atur spektrofotometer hingga nilai serapan 0 dengan larutan blanko
- d) Ukur masing-masing larutan baku dan catat
- e) Buat kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan antara kadar fluorida dengan pembacaan serapannya dan tentukan persamaan garis lurusnya

3. Prosedur Analisis Fluor

- a) Ambil 50 mL sampel uji menggunakan pipet
- b) Tambahkan 10 mL larutan campuran SPADNS-asam zirkonil, kocok hingga homogen
- c) Ukur serapannya dan catat

4. Perhitungan

$$\text{Kadar fluorida (mg/L)} = C \times fp$$

Dengan pengertian:

C = kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)

Fp = faktor pengenceran

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

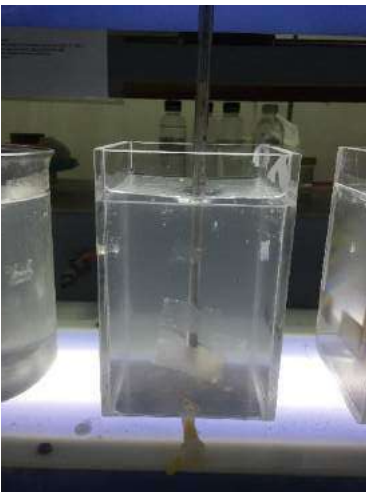
LAMPIRAN C
DOKUMENTASI PENELITIAN



Hasil endapan sampel kontrol



Hasil endapan Silika 1000mg/L



Hasil endapan air limbah asli



Proses presipitasi dengan jartest

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN D
PERHITUNGAN MASSA PRODUK TERECOVERY TIAP
RUNNING

a.) Konsentrasi silika 0 mg/L pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	4000	4100	4300	4400	4500	4500	4500	4600
NH4 (mg/L)	6700	4570	4620	4900	4950	5030	5220	5330	5410
Mg (mg/L)	1900	460	600	650	700	800	900	1000	1100
mol po4	0.05 3	0.04 2	0.04 3	0.04 5	0.04 6	0.04 7	0.04 7	0.04 7	0.04 8
mol nh4	0.37 2	0.25 4	0.25 7	0.27 2	0.27 5	0.27 9	0.29 0	0.29 6	0.30 1
mol mg	0.07 8	0.01 9	0.02 5	0.02 7	0.02 9	0.03 3	0.03 7	0.04 1	0.04 5
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.0	5.9	6.0	5.9	5.9	6.1	6.3	6.2
rasio	0.7	2.2	1.7	1.7	1.6	1.4	1.3	1.2	1.1
massa (gram)	12.9 17	10.3 34	10.5 92	11.1 09	11.3 67	11.6 26	11.6 26	11.6 26	11.8 84

b.) Konsentrasi silika 0 mg/L pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	4000	4000	4100	4200	4300	4300	4400	4500
NH4 (mg/L)	6700	4590	4740	4820	4870	4930	5130	5220	5310
Mg (mg/L)	1900	700	750	750	800	900	950	1000	1050
mol po4	0.05 3	0.04 2	0.04 2	0.04 3	0.04 4	0.04 5	0.04 5	0.04 6	0.04 7
mol nh4	0.37 2	0.25 5	0.26 3	0.26 8	0.27 1	0.27 4	0.28 5	0.29 0	0.29 5
mol mg	0.07 8	0.02 9	0.03 1	0.03 1	0.03 3	0.03 7	0.03 9	0.04 1	0.04 3
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.1	6.3	6.2	6.1	6.1	6.3	6.3	6.2

rasio	0.7	1.5	1.4	1.4	1.3	1.2	1.2	1.1	1.1
massa (gram)	12.9 17	10.3 34	10.3 34	10.5 92	10.8 51	11.1 09	11.1 09	11.3 67	11.6 26

c.) Konsentrasi silika 0 mg/L pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3900	3900	4000	4200	4300	4300	4300	4400
NH4 (mg/L)	6700	4700	4850	4970	5000	5120	5120	5250	5300
Mg (mg/L)	1900	750	800	800	850	900	1000	1050	1050
mol po4	0.05 3	0.04 1	0.04 1	0.04 2	0.04 4	0.04 5	0.04 5	0.04 5	0.04 6
mol nh4	0.37 2	0.26 1	0.26 9	0.27 6	0.27 8	0.28 4	0.28 4	0.29 2	0.29 4
mol mg	0.07 8	0.03 1	0.03 3	0.03 3	0.03 5	0.03 7	0.04 1	0.04 3	0.04 3
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.4	6.6	6.6	6.3	6.3	6.3	6.4	6.4
rasio	0.7	1.3	1.2	1.3	1.3	1.2	1.1	1.0	1.1
massa (gram)	12.9 17	10.0 76	10.0 76	10.3 34	10.8 51	11.1 09	11.1 09	11.1 09	11.3 67

d.) Konsentrasi silika 20 mg/L pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3900	3900	3900	4000	4100	4200	4300	4450
NH4 (mg/L)	6700	4550	4710	4900	5010	5100	5170	5220	5230
Mg (mg/L)	1900	1000	1000	1000	950	1050	1050	1050	1100
mol po4	0.05 3	0.04 1	0.04 1	0.04 1	0.04 2	0.04 3	0.04 4	0.04 5	0.04 7
mol nh4	0.37 2	0.25 3	0.26 2	0.27 2	0.27 8	0.28 3	0.28 7	0.29 0	0.29 1
mol mg	0.07 8	0.04 1	0.04 1	0.04 1	0.03 9	0.04 3	0.04 3	0.04 3	0.04 5
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

rasio	7.1	6.2	6.4	6.6	6.6	6.6	6.5	6.4	6.2
rasio	1.5	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
massa (gram)	12.9 17	10.0 76	10.0 76	10.0 76	10.3 34	10.5 92	10.8 51	11.1 09	11.4 96

e.) Konsentrasi silika 20 mg/L pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3700	3700	3800	3800	3900	3900	3900	4000
NH4 (mg/L)	6700	4900	4930	5020	5030	5040	5060	5130	5250
Mg (mg/L)	1900	1050	1050	1050	1100	1100	1100	1100	1150
mol po4	0.053	0.03 9	0.03 9	0.04 0	0.04 0	0.041	0.041	0.041	0.042
mol nh4	0.372	0.27 2	0.27 4	0.27 9	0.27 9	0.280	0.281	0.285	0.292
mol mg	0.078	0.04 3	0.04 3	0.04 3	0.04 5	0.045	0.045	0.045	0.047
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	7.0	7.0	7.0	7.0	6.8	6.8	6.9	6.9
rasio	1.5	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1
mass a (gram)	12.91 7	9.55 9	9.55 9	9.81 7	9.81 7	10.07 6	10.07 6	10.07 6	10.33 4

f.) Konsentrasi silika 20 mg/L pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	355 0	360 0	370 0	370 0	380 0	380 0	380 0	4000
NH4 (mg/L)	6700	489 0	490 0	505 0	508 0	516 0	523 0	524 0	5280
Mg (mg/L)	1900	950	950	100 0	105 0	105 0	110 0	115 0	1200

mol po4	0.053	0.037	0.038	0.039	0.039	0.040	0.040	0.040	0.042
mol nh4	0.372	0.272	0.272	0.281	0.282	0.287	0.291	0.291	0.293
mol mg	0.078	0.039	0.039	0.041	0.043	0.043	0.045	0.047	0.049
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	7.3	7.2	7.2	7.2	7.2	7.3	7.3	7.0
rasio	1.5	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	1.1	1.2	1.2
massa (gram)	12.917	9.171	9.301	9.559	9.559	9.817	9.817	9.817	10.334

g.) Konsentrasi silika 250 mg/L pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3850	3950	4000	4000	4100	4100	4150	4350
NH4 (mg/L)	6700	4610	4710	4800	4900	4950	5010	5170	5200
Mg (mg/L)	1900	900	1000	1000	1050	1100	1100	1150	1150
mol po4	0.053	0.041	0.042	0.042	0.042	0.043	0.043	0.044	0.046
mol nh4	0.372	0.256	0.262	0.267	0.272	0.275	0.278	0.287	0.289
mol mg	0.078	0.037	0.041	0.041	0.043	0.045	0.045	0.047	0.047
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.3	6.3	6.3	6.5	6.4	6.4	6.6	6.3
rasio	1.5	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0
massa (gram)	12.917	9.946	10.205	10.334	10.334	10.592	10.592	10.721	11.238

h.) Konsentrasi silika 250 mg/L pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3700	3700	3800	3800	3900	3900	3900	4000
NH4 (mg/L)	6700	4330	4380	4680	4940	5070	5130	5190	5210
Mg (mg/L)	1900	950	950	1000	1000	1100	1150	1200	1200
mol po4	0.053	0.039	0.039	0.040	0.040	0.041	0.041	0.041	0.042
mol nh4	0.372	0.241	0.243	0.260	0.274	0.282	0.285	0.288	0.289
mol mg	0.078	0.039	0.039	0.041	0.041	0.045	0.047	0.049	0.049
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.2	6.2	6.5	6.9	6.9	6.9	7.0	6.9
rasio	1.5	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.2	1.2	1.2
massa (gram)	12.97	9.559	9.559	9.817	9.817	10.076	10.076	10.076	10.334

i.) Konsentrasi silika 250 mg/L pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3550	3600	3700	3700	3800	3800	3800	4000
NH4 (mg/L)	6700	4530	4580	4880	5140	5270	5330	5390	5410
Mg (mg/L)	1900	1000	1000	1050	1050	1100	1200	1200	1200
mol po4	0.053	0.037	0.038	0.039	0.039	0.040	0.040	0.040	0.042
mol nh4	0.372	0.252	0.254	0.271	0.286	0.293	0.296	0.299	0.301
mol mg	0.078	0.041	0.041	0.043	0.043	0.045	0.049	0.049	0.049
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.7	6.7	7.0	7.3	7.3	7.4	7.5	7.1
rasio	1.5	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.2	1.2	1.2
massa (gram)	12.97	9.171	9.301	9.559	9.559	9.817	9.817	9.817	10.334

j.) Konsentrasi silika 450 mg/L pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	380 0	385 0	3900	3900	4000	4000	4100	4250
NH4 (mg/L)	6700	456 0	468 0	4710	4830	4940	5000	5070	5130
Mg (mg/L)	1900	103 3	103 3	1133	1133	1133	1200	1200	1200
mol po4	0.05 3	0.04 0	0.04 1	0.04 1	0.04 1	0.04 2	0.04 2	0.04 3	0.04 5
mol nh4	0.37 2	0.25 3	0.26 0	0.26 2	0.26 8	0.27 4	0.27 8	0.28 2	0.28 5
mol mg	0.07 8	0.04 3	0.04 3	0.04 7	0.04 7	0.04 7	0.04 9	0.04 9	0.04 9
rasio	1	1	1	1	1	1	1	1	1
rasio	7.1	6.3	6.4	6.4	6.5	6.5	6.6	6.5	6.4
rasio	1.5	1.1	1.0	1.1	1.1	1.1	1.2	1.1	1.1
massa (gram)	12.9 17	9.81 7	9.94 6	10.0 76	10.0 76	10.3 34	10.3 34	10.5 92	10.9 80

k.) Konsentrasi silika 450 mg/L pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	360 0	370 0	370 0	380 0	380 0	3900	3900	4000
NH4 (mg/L)	6700	478 0	481 0	482 0	486 0	493 0	4960	5090	5190
Mg (mg/L)	1900	100 0	100 0	103 3	110 0	110 0	1133	1133	1200
mol po4	0.053	0.03 8	0.03 9	0.03 9	0.04 0	0.04 0	0.041	0.041	0.042
mol nh4	0.372	0.26 6	0.26 7	0.26 8	0.27 0	0.27 4	0.276	0.283	0.288
mol mg	0.078	0.04 1	0.04 1	0.04 3	0.04 5	0.04 5	0.047	0.047	0.049
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	7.0	6.9	6.9	6.8	6.8	6.7	6.9	6.8
rasio	1.5	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.2
massa (gram)	12.91 7	9.30 1	9.55 9	9.55 9	9.81 7	9.81 7	10.07 6	10.07 6	10.33 4

l.) Konsentrasi silika 450 mg/L pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	350 0	360 0	370 0	370 0	380 0	3900	3900	3900
NH4 (mg/L)	6700	511 0	513 0	520 0	521 0	525 0	5270	5300	5330
Mg (mg/L)	1900	900	933	933	100 0	103 3	1033	1100	1133
mol po4	0.053	0.03 7	0.03 8	0.03 9	0.03 9	0.04 0	0.041	0.041	0.041
mol nh4	0.372	0.28 4	0.28 5	0.28 9	0.28 9	0.29 2	0.293	0.294	0.296
mol mg	0.078	0.03 7	0.03 8	0.03 8	0.04 1	0.04 3	0.043	0.045	0.047
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	7.7	7.5	7.4	7.4	7.3	7.1	7.2	7.2
rasio	1.5	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.0	1.1	1.1
massa (gram)	12.91 7	9.04 2	9.30 1	9.55 9	9.55 9	9.81 7	10.07 6	10.07 6	10.07 6

m.) Konsentrasi silika 700 mg/L pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3967	3967	3967	3967	4034	4034	4034	4034
NH4 (mg/L)	6700	4789	4934	5060	5010	5105	5305	5425	5460
Mg (mg/L)	1900	1167	1167	1250	1250	1250	1250	1267	1267
mol po4	0.05 3	0.04 2	0.04 2	0.04 2	0.04 2	0.04 2	0.04 2	0.04 2	0.04 2
mol nh4	0.37 2	0.26 6	0.27 4	0.28 1	0.27 8	0.28 4	0.29 5	0.30 1	0.30 3
mol mg	0.07 8	0.04 8	0.04 8	0.05 1	0.05 1	0.05 1	0.05 1	0.05 2	0.05 2
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.4	6.6	6.7	6.7	6.7	6.9	7.1	7.1
rasio	1.5	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
massa (gram)	12.9 17	10.2 49	10.2 49	10.2 49	10.2 49	10.4 22	10.4 22	10.4 22	10.4 22

n.) Konsentrasi silika 700 mg/L pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3750	3750	3800	3800	3800	3800	3900	3900
NH4 (mg/L)	6700	4800	4934	5000	5030	5055	5105	5250	5400
Mg (mg/L)	1900	1167	1167	1250	1250	1267	1267	1267	1267
mol po4	0.053	0.039	0.039	0.040	0.040	0.040	0.040	0.041	0.041
mol nh4	0.372	0.267	0.274	0.278	0.279	0.281	0.284	0.292	0.300
mol mg	0.078	0.048	0.048	0.051	0.051	0.052	0.052	0.052	0.052
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.8	6.9	6.9	7.0	7.0	7.1	7.1	7.3
rasio	1.5	1.2	1.2	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
massa (gram)	12.917	9.688	9.688	9.817	9.817	9.817	9.817	10.076	10.076

o.) Konsentrasi silika 700 mg/L pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3700	3700	3700	3700	3750	3750	3800	3800
NH4 (mg/L)	6700	4800	4950	4985	5060	5155	5180	5250	5260
Mg (mg/L)	1900	1167	1167	1250	1267	1350	1267	1350	1367
mol po4	0.053	0.039	0.039	0.039	0.039	0.039	0.039	0.040	0.040
mol nh4	0.372	0.267	0.275	0.277	0.281	0.286	0.288	0.292	0.292
mol mg	0.078	0.048	0.048	0.051	0.052	0.056	0.052	0.056	0.056
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.8	7.1	7.1	7.2	7.3	7.3	7.3	7.3
rasio	1.5	1.2	1.2	1.3	1.3	1.4	1.3	1.4	1.4
massa (gram)	12.917	9.559	9.559	9.559	9.559	9.688	9.688	9.817	9.817

p.) Konsentrasi silika 1000 mg/L pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3700	3700	3800	3900	3900	3900	4000	4200
NH4 (mg/L)	6700	4170	4400	4550	4710	4900	5170	5220	5250
Mg (mg/L)	1900	1238	1238	1238	1238	1348	1238	1348	1348
mol po4	0.053	0.039	0.039	0.040	0.041	0.041	0.041	0.042	0.044
mol nh4	0.372	0.232	0.244	0.253	0.262	0.272	0.287	0.290	0.292
mol mg	0.078	0.051	0.051	0.051	0.051	0.055	0.051	0.055	0.055
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	5.9	6.3	6.3	6.4	6.6	7.0	6.9	6.6
rasio	1.5	1.3	1.3	1.3	1.2	1.4	1.2	1.3	1.3
massa (gram)	12.917	9.559	9.559	9.817	10.076	10.076	10.076	10.334	10.851

q.) Konsentrasi silika 1000 mg/L pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3600	3800	3800	3800	3800	3900	3900	4000
NH4 (mg/L)	6700	4700	4730	4760	4780	4810	5150	4960	5100
Mg (mg/L)	1900	1348	1348	1348	1348	1238	1169	1348	1458
mol po4	0.053	0.038	0.040	0.040	0.040	0.040	0.041	0.041	0.042
mol nh4	0.372	0.261	0.263	0.264	0.266	0.267	0.286	0.276	0.283
mol mg	0.078	0.055	0.055	0.055	0.055	0.051	0.048	0.055	0.060
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	6.9	6.6	6.6	6.6	6.7	7.0	6.7	6.7
rasio	1.5	1.5	1.4	1.4	1.4	1.3	1.2	1.4	1.4
massa (gram)	12.917	9.301	9.817	9.817	9.817	9.817	10.076	10.076	10.334

r.) Konsentrasi silika 1000 mg/L pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	5000	3500	3700	3700	3700	3800	3800	3800	3800
NH4 (mg/L)	6700	5380	5410	5330	5360	5400	5420	5320	5370
Mg (mg/L)	1900	1348	1348	1238	1348	1348	1348	1458	1569
mol po4	0.053	0.037	0.039	0.039	0.039	0.040	0.040	0.040	0.040
mol nh4	0.372	0.299	0.301	0.296	0.298	0.300	0.301	0.296	0.298
mol mg	0.078	0.055	0.055	0.051	0.055	0.055	0.055	0.060	0.065
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	7.1	8.1	7.7	7.6	7.6	7.5	7.5	7.4	7.5
rasio	1.5	1.5	1.4	1.3	1.4	1.4	1.4	1.5	1.6
massa (gram)	12.917	9.042	9.559	9.559	9.559	9.817	9.817	9.817	9.817

s.) Air limbah petrokimia pH 8

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	1800	800	600	900	900	950	1050	1100	1200
NH4 (mg/L)	1710	210	710	810	840	860	1010	960	1060
Mg (mg/L)	688	155	121	221	255	355	421	455	521
mol po4	0.019	0.008	0.006	0.009	0.009	0.010	0.011	0.012	0.013
mol nh4	0.095	0.012	0.039	0.045	0.047	0.048	0.056	0.053	0.059
mol mg	0.028	0.006	0.005	0.009	0.010	0.015	0.017	0.019	0.021
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	5.0	1.4	6.2	4.8	4.9	4.8	5.1	4.6	4.7
rasio	1.5	0.8	0.8	1.0	1.1	1.5	1.6	1.6	1.7
massa (gram)	4.650	2.067	1.550	2.325	2.325	2.454	2.713	2.842	3.100

t.) Air limbah petrokimia pH 8,5

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	180 0	400	500	600	800	900	100 0	110 0	120 0
NH4 (mg/L)	171 0	660	740	780	790	800	860	855	960
Mg (mg/L)	688	255	355	355	355	421	455	521	555
mol po4	0.01 9	0.00 4	0.00 5	0.00 6	0.00 8	0.00 9	0.01 1	0.01 2	0.01 3
mol nh4	0.09 5	0.03 7	0.04 1	0.04 3	0.04 4	0.04 4	0.04 8	0.04 8	0.05 3
mol mg	0.02 8	0.01 0	0.01 5	0.01 5	0.01 5	0.01 7	0.01 9	0.02 1	0.02 3
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	5.0	8.7	7.8	6.9	5.2	4.7	4.5	4.1	4.2
rasio	1.5	2.5	2.8	2.3	1.7	1.8	1.8	1.9	1.8
massa (gram)	4.65 0	1.03 3	1.29 2	1.55 0	2.06 7	2.32 5	2.58 3	2.84 2	3.10 0

u.) Air limbah petrokimia pH 9

	t0	t3	t6	t10	t20	t30	t40	t50	t60
PO4 (mg/L)	180 0	118 0	120 0	120 0	125 0	130 0	125 0	125 0	125 0
NH4 (mg/L)	171 0	310	970	102 0	101 5	102 0	104 0	106 0	105 5
Mg (mg/L)	688	488	498	521	533	544	555	555	555
mol po4	0.01 9	0.01 2	0.01 3	0.01 3	0.01 3	0.01 4	0.01 3	0.01 3	0.01 3
mol nh4	0.09 5	0.01 7	0.05 4	0.05 7	0.05 6	0.05 7	0.05 8	0.05 9	0.05 9
mol mg	0.02 8	0.02 0	0.02 0	0.02 1	0.02 2	0.02 2	0.02 3	0.02 3	0.02 3
rasio	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
rasio	5.0	1.4	4.3	4.5	4.3	4.1	4.4	4.5	4.5
rasio	1.5	1.6	1.6	1.7	1.7	1.6	1.7	1.7	1.7
massa (gram)	4.65 0	3.04 8	3.10 0	3.10 0	3.22 9	3.35 9	3.22 9	3.22 9	3.22 9

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Adinda Larasati. Penulis lahir di Jakarta pada tanggal 20 Desember 1996. Penulis telah selesai menempuh pendidikan di SD An-Nisaa', SMP Labschool Kebayoran, dan SMA Labschool Kebayoran. Pada tahun 2015 penulis melanjutkan S1 di Departemen Teknik Lingkungan ITS dengan nomor registrasi pokok 03211540000114. Selama berkuliah di ITS, penulis aktif mengikut beberapa organisasi yaitu sebagai Staff Bakti Lingkungan KPPL HMTL ITS 16/17, Kepala Biro Aksi KPPL HMTL ITS17/18, Staff Badan

Koordinasi Pemandu BEM FTSP ITS 16/17, Sekretaris dan Bendahara Badan Koordinasi Pemandu BEM FTSLK ITS 17/18, Kepemanduan ITS, Staff Pengurus Besar Pendidikan dan Keprofesional Ikatan Mahasiswa Teknik Lingkungan Indonesia (IMTLI). Selain itu penulis juga pernah mengikuti beberapa lomba karya tulis seperti Pekan Keilmiah Remaja (PKM) pada tahun 2015 dan 2016, serta menjadi *top 12 finalist* di International Paper Competition PGD Universitas Indonesia pada tahun 2018. Bagi pembaca yang ingin menyampaikan kritik, saran dan berdiskusi dapat menghubungi penulis melalui email adindalrst20@gmail.com



KEGIATAN ASISTENSI TUGAS AKHIR

Nama : Adinda Larasati
NRP : 0321154000114
Judul : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah cair dengan Kehadiran Ion Silika

No	Tanggal	Keterangan Kegiatan / Pembahasan	Paraf
1.	4-01-19	-Pengumpulan awal proposal -Asistensi konsep awal	
2.	10-01-19	-Revisi proposal tugas akhir -Menyerjakan proposal	
3.	22-01-19	-Asistensi PPT -Latihan presentasi sidang proposal	
4.	13-02-19	-Asistensi perbaikan setelah seminar proposal -Asistensi untuk pengambilan sampel di PT Petrokimia Gresik	
5.	26-03-19	-Asistensi hasil karakteristik awal limbah	
6.	6-04-19	-Asistensi trial running pertama	
7.	29-05-19	-Asistensi perbaikan setelah sidang proposal -Diskusi prosedur pembuatan limbah sintetis	
8.	19-06-19	-Konsultasi hasil analisis XRD dan SEM -Perbaikan laporan tugas akhir	

Surabaya, 1 Mei 2019
Dosen Pembimbing



KTA-S1-TL-03 TUGAS AKHIR
Periode: Genap 2018/2019

Kode/SKS : RE 184804 (0/6/0)
No. Revisi: 01

FORMULIR TUGAS AKHIR KTA-02
Formulir Ringkasan dan Saran Dosen Pembimbing
Seminar Kemajuan Tugas Akhir

Nilai TOEFL : 513

Hari, tanggal : Rabu, 8 Mei 2019
Pukul : 15.00-16.00
Lokasi : TL 101
Judul : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah Cair dengan Kehadiran Ion Silika
Nama : Adinda Larasati
NRP. : 03211540000114
Topik : Penelitian

Tanda Tangan

No./Hal.	Ringkasan dan Saran Dosen Pembimbing Seminar Kemajuan Tugas Akhir
1.	Laporan diperbaiki.
2.	

Dosen Pembimbing akan menyerahkan formulir KTA-02 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 mahasiswa tersebut:

1. Dapat melanjutkan ke Tahap Ujian Tugas Akhir
2. Tidak dapat melanjutkan ke Tahap Ujian Tugas Akhir

Dosen Pembimbing

IAA Warmadewanthi ST., MT., Ph.D.



UTA-S1-TL-02 TUGAS AKHIR
Periode: Genap 2018-2019

Kode/SKS : RE184804 (0/6/0)
No. Revisi: 01

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

Nilai TOEFL 513

Hari, tanggal : Rabu, 17 Juli 2019
Pukul : 13.00-15.00
Lokasi : TL 105
Judul : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah Cair dengan Kehadiran Ion Silika

Nama : Adinda Larasati
NRP. : 03211540000114
Topik : Penelitian

Tanda Tangan


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

Dosen Pembimbing akan menyerahkan formulir UTA-02 ke Sekretariat Program Sarjana
Formulir ini harus dibawa mahasiswa saat asistensi 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 Warmadewanthi, ST., MT., Ph.D.

()



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

Kode/SKS : RE184804 (0/6/0)
No. Revisi: 01

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

Hari, tanggal : Rabu, 17 Juli 2019
Pukul : 13.00-15.00
Lokasi : TL 105
Judul : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah Cair dengan Kehadiran Ion Silika
Nama : Adinda Larasati
NRP. : 03211540000114
Topik : Penelitian

No./Hal.	Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji Ujian Tugas Akhir
1.	Kenapa konsentrasi fosfat menurun tajam di awal menulis?
2.	Apa pengaruh media penyangkutan Mg?
3.	Apa efek ke pada pembentukan Struvite
4.	Tahap pembentukan Struvite

Formulir UTA-03 diserahkan kepada Dosen Pembimbing setelah sesi Seminar Kemajuan 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 Dr. Eng. Arie Dipareza Syafei, ST., MEPM.

()

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

()



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

Kode/SKS : RE184804 (0/6/0)
No. Revisi: 01

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

Hari, tanggal : Rabu, 17 Juli 2019
Pukul : 13.00-15.00
Lokasi : TL 105
Judul : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah Cair dengan Kehadiran Ion Silika

Nama : Adinda Larasati
NRP. : 0321154000114
Topik : Penelitian

No./Hal.	Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji Ujian Tugas Akhir
⑧	Perbaiki kesalahan ketik.
⑨	" Cara penulisan sitasi / referensi ✓
⑩	Data? di lampiran?
⑪	Konsentrasi ammonium & fosfat awal sesuai logi datanya (hasil pengujian setelah adjustment pH) → Pembahasan proses/ mekanisme km. adanya perbedaan pH. ✓
⑫	konsentrasi silika di uji lanjutan (pH) berbeda dgn. yg. di penelitian utama.

AB 25/19
A

Formulir UTA-03 diserahkan kepada Dosen Pembimbing setelah sesi Seminar Kemajuan selesai.
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 Arseto Yekti Bagastyo, ST., MT., MPhil., Ph.D.

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

()
()



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

Kode/SKS : RE184804 (0/6/0)
No. Revisi: 01

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

Hari, tanggal : Rabu, 17 Juli 2019
Pukul : 13.00-15.00
Lokasi : TL 105
Judul : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah Cair dengan Kehadiran Ion Silika

Nama : Adinda Larasati
NRP. : 03211540000114
Topik : Penelitian

No./Hal.	Pertanyaan dan Saran Dosen Penguji Ujian Tugas Akhir
1.	Hasil optimum ditabelkan dan dirangkum ditabel dalam %
2.	Hasil running met analisis, XRD, EDX dan running model dibandingkan
3.	Hasil EDX diperbaiki dan dilengkapi, dibahas.
4.	Hasil optimum pada kesimpulan diberi pembahasan. lebih detail.
	Bangale halaman ke-5 only
	26/7 2019 <i>Welly</i>

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

Welly Herumurti, ST., MSc.

(*Welly*)

Dosen Pembimbing

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

(*IDAA*)



FORMULIR PERBAIKAN LAPORAN TUGAS AKHIR

Nama : Adinda Larasati
NRP : 0221154000114
Judul Tugas Akhir : Kajian Proses Recovery Fosfat dan Amonium dalam Limbah Cair dengan Kehadiran Ion Silika

No	Saran Perbaikan (sesuai Form UTA-02)	Tanggapan / Perbaikan (bila perlu, sebutkan halaman)
1.	Penjelasan penurunan konsentrasi fosfat yang tajam di awal menit.	sudah diperbaiki / ditambahkan
2.	Pembahasan pengaruh peningkatan konsentrasi Mg.	sudah ditambahkan
3.	Penjelasan efek K dalam pembentukan struvite.	sudah ditambahkan
4.	Penjelasan pembentukan struvit.	sudah ditambahkan
5.	Perbaiki salah ketik dan cara penulisan sitasi.	sudah diperbaiki
6.	Perbaiki data lampiran.	sudah diperbaiki
7.	Pembahasan proses mekanisme karena adanya perbedaan pH.	sudah ditambahkan
8.	Perbaiki grafik kelarutan silika.	sudah diperbaiki
9.	Pembahasan perbandingan antara permodelan PHREEQC dan hasil XRD	sudah ditambahkan
10.	Perbaiki dan lengkapi hasil EDX.	sudah diperbaiki
11.	Pembahasan hasil optimum	sudah ditambahkan
12.	Perbaiki kesimpulan	sudah diperbaiki

Dosen Pembimbing,

10AA W. M. Dewanti, ST, MT, Ph.D

Mahasiswa Ybs.

Adinda Larasati