



## Pembentukan *Struvite* dari Limbah Cucian Garam Industri Menggunakan Reaktor Kolom Bersekat Miring

Firhan Adam Zulfian<sup>1</sup>, Kholifatul Mubin<sup>1\*</sup>, dan Sutiyono<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur

Email Korespondensi: [kmubin915@gmail.com](mailto:kmubin915@gmail.com)

**Diterima:** 13-07-2022  
**Disetujui:** 15-07-2022  
**Diterbitkan:** 30-06-2023

### Kata Kunci:

Limbah Cucian Garam, Reaktor Sekat, *Struvite*, Temperatur

### ABSTRAK

Industri garam merupakan salah satu industri yang memegang peranan penting di Indonesia. Proses produksinya melibatkan proses pencucian untuk mengeliminasi kandungan material non NaCl demi memenuhi ketetapan baku mutu, sehingga banyak kandungan yang terbuang salah satunya ion Mg. Ion Mg dalam limbah cucian garam bisa digunakan untuk menghasilkan mineral *struvite*. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk memperoleh *struvite* sebagai bahan baku pupuk dengan memanfaatkan sumber ion Mg dari limbah cucian garam. Metode yang digunakan adalah proses kristalisasi dengan mereaksikan limbah cucian garam, NH<sub>4</sub>OH dan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dengan rasio molar 1:1:1 di dalam reaktor kolom bersekat miring secara kontinyu. Kondisi yang digunakan yakni pH 9, laju aerasi 0,5 – 1,5(L/min) dan suhu 20 – 60°C. Hasil analisis EDX diperoleh komposisi Magnesium dan fosfor terbaik sebesar 9,1% dan 12,5% saat variable suhu 20°C dan laju aerasi 1(L/min). Hasil analisis XRD dan SEM diperoleh mineral *struvite* berbentuk kristal ortorombik.

**Received:** 13-07-2022  
**Accepted:** 15-07-2022  
**Published:** 30-06-2023

### Keywords:

Salt Washing Waste, Bulkhead Reactor, *Struvite*, Temperature

### ABSTRACT

The salt industry is one of the industries that plays an important role in Indonesia. The production process involves a washing process to eliminate the content of non-NaCl materials in order to meet the quality standard provisions, so that a lot of content is wasted, one of which is magnesium ion. The Mg ion in salt washing waste can be used to produce the mineral *struvite*. Therefore, this study aims to obtain *struvite* as a fertilizer raw material by utilizing magnesium ion sources from salt washing waste. The method used is the precipitation process by reacting the washing waste of salt, NH<sub>4</sub>OH and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> with a molar ratio of 1:1:1 continuously. The conditions used are pH 9, aeration rate of 0.5 – 1.5(L/min) and temperature of 20 – 60°C. The results of EDX analysis showed that the best composition of magnesium and phosphorus was 9.1% and 12.5% when the variable temperature was 20°C and aeration rate was 1(L/min). The results of XRD analysis and SEM obtained *struvite* mineral in the form of orthorhombic crystals.

## 1. PENDAHULUAN

Industri garam merupakan salah satu industri yang di dukung perkembangannya oleh pemerintah Indonesia. Kebutuhan garam di Indonesia baik untuk kebutuhan industri maupun konsumsi terus meningkat sejak tahun 2016 hingga 2020. Kebutuhan garam pada tahun 2020 mencapai 4,5 juta ton. Proses produksi garam tergolong sederhana baik disisi peralatan maupun pengendalian prosesnya. Salah satu tahapan produksi garam konsumsi beryodium yakni proses pencucian. Garam kasar/krosok yang berasal dari petani garam dicuci untuk melarutkan kandungan material non NaCl dengan maksud memenuhi ketetapan baku mutu SNI 3556:2010.

Garam krosok dicuci dengan air garam dimana dilakukan sirkulasi air pencuci yang membawa efek semakin pekatnya air pencuci tersebut dengan material magnesium (Mg), kalsium (Ca) maupun natrium (Na) itu sendiri. Pada umumnya dilakukan pembatasan konsentrasi air pencuci untuk dapat digunakan sebagai air pencuci garam krosok, setelah air cucian tidak lagi memenuhi persyaratan sebagai air pencuci, maka dilakukan pembuangan air cucian ke sungai (Yuliastuti, 2020)

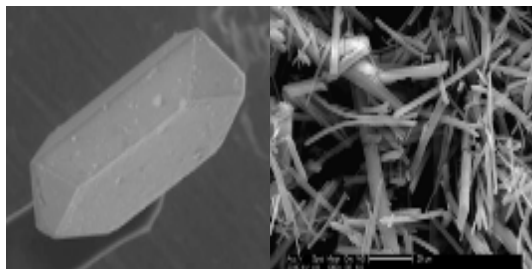
Limbah cucian garam mengandung banyak ion magnesium. Ion magnesium merupakan salah satu impuritas yang banyak menempel dipermukaan kristal garam kasar/ krosok. Hasil analisa limbah cucian garam disalah satu industri garam beryodium di Surabaya memiliki kandungan ion magnesium

sebesar 24.955 mg/L. Tingginya konsentrasi ion terlarut dalam limbah cucian garam yang dibuang ke sungai dapat menyebabkan menurunnya kualitas air, menyebabkan kekeruhan, mengurangi cahaya yang masuk sehingga biota mati dan merusak ekosistem (Cahyono, 2020). Oleh karena itu, untuk mengurangi pencemaran lingkungan serta supaya ion magnesium ada limbah cucian garam tidak terbuang percuma, maka bisa menggunakan limbah tersebut dengan tujuan untuk memperoleh *struvite* sebagai bahan baku pupuk dengan memanfaatkan sumber ion magnesiumnya

*Struvite* merupakan mineral yang memiliki nama kimia magnesium amonium fosfat heksahidrat ( $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ ). *Struvite* berbentuk padatan kristal yang berwarna putih (lihat Gambar 1) dan struktur kristalnya ortorombik (lihat Gambar 2) yaitu prisma lurus dengan alas persegi panjang). *Struvite* adalah mineral yang memiliki kelarutan rendah dalam air yakni sebesar 0.018g.100 ml-1 saat 25°C didalam air.



Gambar 1: Penampakan makroskopis struvite



Gambar -2: Penampakan mikroskopis struvite

*Struvite* tersusun dari unsur magnesium, nitrogen, *hydrogen*, fosfor, oksigen dengan komposisi tertentu (lihat Tabel 1).

Tabel 1: Komposisi Struvite

Unsur	% berat
Magnesium	9
Fosfor	12,62
Nitrogen	5,7
Hidrogen	6,57
Oksigen	65,2

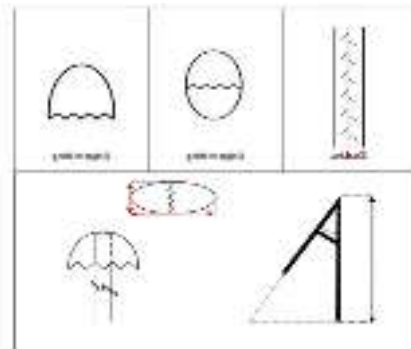
*Struvite* mengendap dalam rasio molar 1:1:1 apabila konsentrasi magnesium, amonium dan fosfat (MAP) dalam larutan melebihi *solubility product* (KSP)



*Struvite* dibentuk dengan proses kristalisasi sebagai pupuk yang membantu petani. Pupuk *struvite* ini memiliki beberapa manfaat dan kelebihan dibandingkan dengan pupuk yang lain. Pupuk *struvite* disebut juga sebagai pupuk yang tidak mudah larut atau pelepasan nutrisinya secara perlahan (*slow release fertilizer*) tanpa merusak akar tanaman. Oleh karena itu, *struvite* yang dipergunakan sebagai pupuk hanya perlu ditambahkan sesekali pada tanaman karena sifatnya yang *slow release* (Fitriana 2016) mempunyai daya larut yang rendah

terhadap air sehingga tidak mudah tercuci ketika hujan. *Struvite* juga digunakan sebagai pupuk dengan kandungan logam rendah dibandingkan dengan batuan fosfat yang ditambang dan dipasok ke industri pupuk. Selain dapat digunakan sebagai pupuk *struvite* juga berdampak positif terhadap pelestarian lingkungan karena dapat memanfaatkan material yang ada di dalam air limbah (Edahwati, 2021)

Reaktor yang digunakan dalam proses pembentukan *struvite* yaitu reaktor kolom bersekat miring yang prosesnya berjalan secara kontinyu. Reaktor sekat yang digunakan ini berbentuk vertikal dengan dimensi yakni bervolume 498,75 ml, tinggi 50 cm, diameter luar 5 cm dan diameter dalam 2,5 cm (Edahwati, 2018). Kolom bersekat dalam penelitian digunakan sebagai alat alternatif untuk proses kristalisasi yang digunakan sebagai pengganti tangki berpengaduk. Bagian dalam reaktor terdapat sekat – sekat yang terbuat dari plastik yang di iris melengkung dan dilengkapi dengan gigi kecil sepanjang lengkungan (lihat Gambar 4). Gigi – gigi itu dimaksudkan sebagai pemecah gelembung – gelembung air yang berasal dari udara, dari gelembung besar menjadi gelembung kecil. Pada kolom bersekat juga dilengkapi dengan jaket untuk tempat mengalirnya air panas serta labu leher 3 dengan kapasitas 500 ml sebagai penampung kristal *struvite* (Sutiyono, 2017)



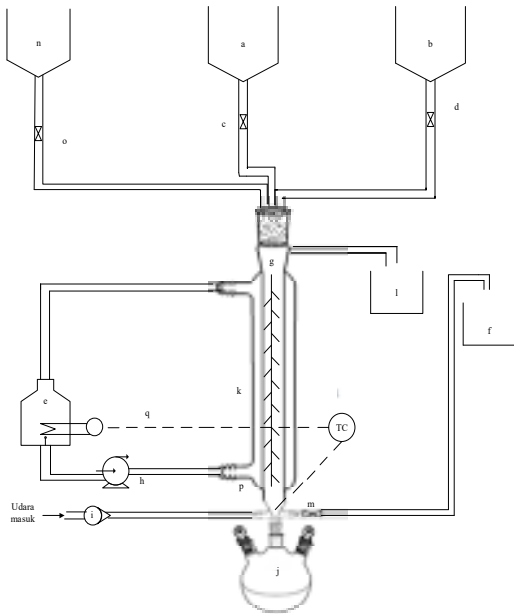
Gambar 3: Komponen Reaktor Bersekat Miring

## 2. METODE

### 2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian antara lain limbah cucian garam sebagai sumber magnesium yang diperoleh dari PT. Susanti Megah, sedangkan bahan lainnya yang diperoleh dari toko Kimia Tidar Surabaya yaitu  $H_3PO_4$  85% sebagai sumber  $PO_4$ ,  $NH_4OH$  25% sebagai sumber  $NH_4$  dan  $KOH$  90% sebagai pengatur pH basa.

### 2.2 Alat



**Gambar 4:** Alat Proses Pembuatan *Struvite*

Keterangan :

- a. Tangki penampung Amonium fosfat
- b. Tangki penampung KOH
- c. Kran pengatur laju Amonium fosfat
- d. Kran pengatur laju KOH
- e. Thermocontrol
- f. Tangki penampung larutan keluar
- g. Reaktor Kolom Sekat
- h. Pompa air
- i. Rotameter
- j. Labu leher tiga
- k. Pemanas jaket
- l. Tangki penampung larutan overflow
- m. Kran pengatur laju larutan keluar
- n. Tangki penampung limbah
- o. Kran pengatur laju limbah
- p. Termometer
- q. Arus listrik

**2.3 Pembuatan Struvite**

Limbah cucian garam dan larutan ammonium fosfat dengan rasio mol 1:1:1 serta larutan KOH 1N disiapkan pada tangki penampung. Limbah cucian garam dan larutan ammonium fosfat dimasukkan ke dalam reaktor hingga mencapai ketinggian ¾ reaktor serta masukkan larutan KOH sebagai pengatur pH di dalam reaktor 9 dengan menyesuaikan laju aliran masuk. Kemudian melakukan pengaturan suhu dengan menggunakan TC (temperature control) sebesar 20°C; 30°C; 40°C; 50°C; dan 60°C dan mengalirkan udara ke dalam reaktor. Atur rate udara melalui rotameter ketika proses berlangsung sebesar 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 (L/menit). Proses itu dijalankan sampai kondisi steady state. Setelah proses selesai, endapan struvite yang terbentuk disaring, kemudian dikeringkan pada suhu kamar hingga kering. Struvite kering di analisis menggunakan EDX untuk mengetahui komposisi material struvite serta XRD dan SEM untuk mengetahui karakteristik kristal.

**3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Tabel 2.** Karakteristik Limbah Cucian Garam Industri

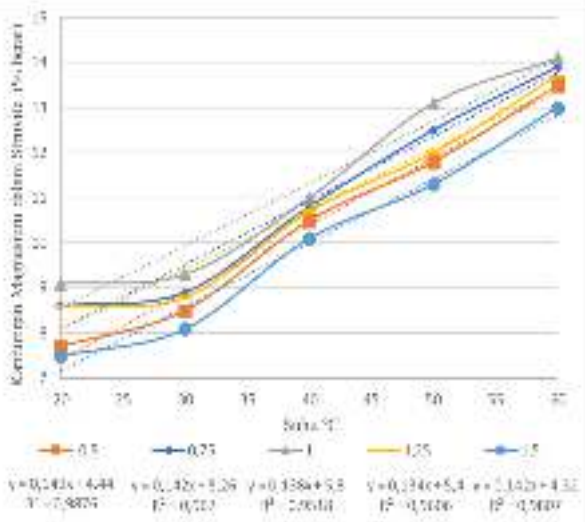
Parameter	Satuan	Hasil Uji
Magnesium (Mg)	mg/L	24955
Amonia (NH <sub>3</sub> )	mg/L	36.9
Phospat (PO <sub>4</sub> )	mg/L	3.82
Natrium (Na)	mg/L	7335
Cloride (Cl)	mg/L	3311
Kalium (K)	mg/L	4683

Hasil penelitian *struvite* dari limbah cucian garam yang telah diperoleh dilakukan analisa untuk mengetahui kandungan (% berat) unsur magnesium dan fosfor dengan metode EDX (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*).

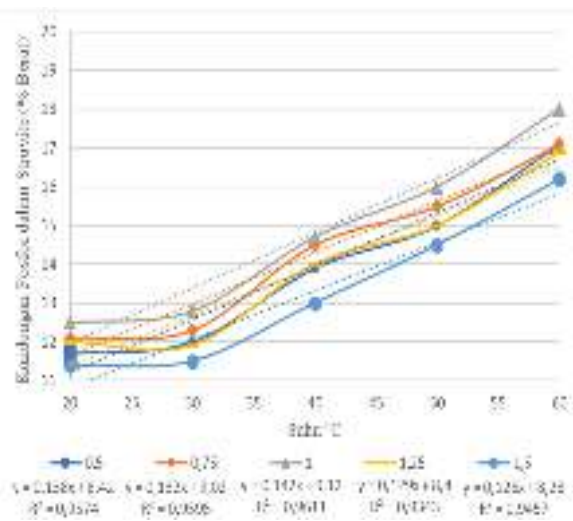
**Tabel 3.** Hasil Analisa EDX

Suhu °C	Komponen (%) Berat	Laju Aerasi (Liter/ menit)				
		0,5	0,75	1	1,25	1,5
20	Mg	7,7	8,6	9,1	8,6	7,5
	P	11,7	12,1	12,5	12	11,4
30	Mg	8,5	8,9	9,3	8,8	8,1
	P	12	12,3	12,8	11,9	11,5
40	Mg	10,5	10,8	11	10,7	10,1
	P	13,9	14,5	14,7	14	13
50	Mg	11,8	12,5	13,1	12	11,3
	P	15	15,5	16	15	14,5
60	Mg	13,5	13,9	14,1	13,7	13
	P	17,1	17,1	18	16,9	16,2

Pada Tabel 3, tampak bahwa kondisi operasi terbaik dalam pembentukan kristal struvite dari limbah cucian garam menggunakan reaktor kolom sekat miring adalah pada suhu 20°C dengan laju aerasi 1 (Liter/menit). Hal tersebut dikarenakan saat kondisi operasi tersebut, *struvite* yang didapatkan memiliki kandungan (% berat) magnesium dan (% berat) fosfor terbaik, di mana kandungan tersebut secara berturut-turut adalah 9,1% dan 12,5%. Kandungan (% berat) magnesium dan (% berat) fosfor *struvite* sendiri berdasarkan *Excalibur Mineral Company's standart mineral struvite* secara berturut-turut sebesar 9 % dan 12,62% (Prismasella, 2020). Maka apabila (% berat) magnesium dan (% berat) fosfor dari *struvite* yang telah diperoleh dari hasil penelitian dibandingkan dengan *Excalibur Mineral Company's standart mineral struvite* sudah memenuhi standart *struvite* yang ada. Data kandungan (% berat) magnesium dan (% berat) fosfor *struvite* dari hasil analisa EDX (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) diperjelas dengan menggunakan grafik.



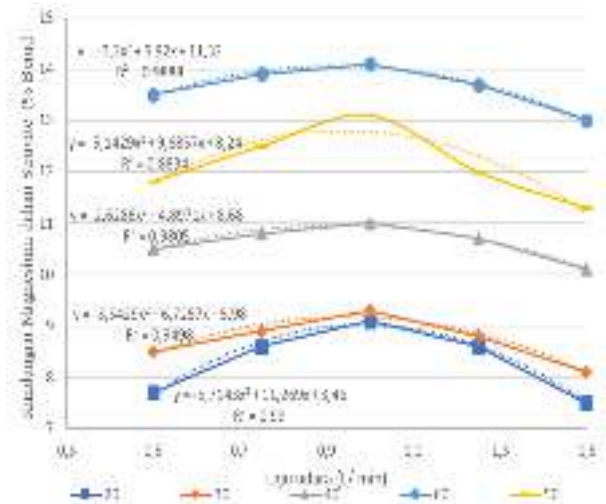
**Grafik 1.** Pengaruh suhu (°C) terhadap (% berat) unsur magnesium dengan berbagai perbandingan Laju aerasi (Liter/ menit)



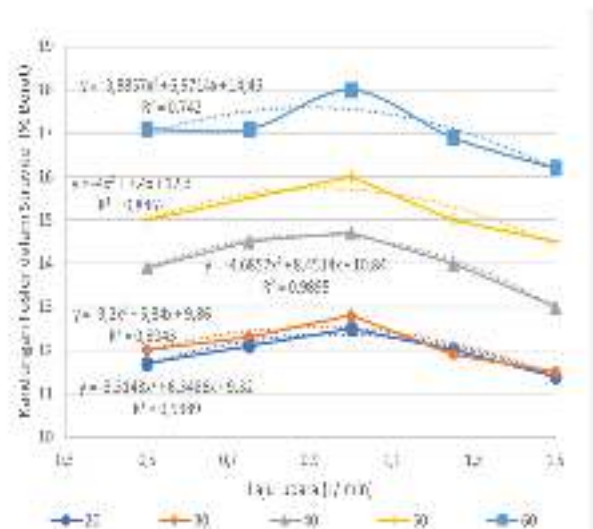
**Grafik 2.** Pengaruh suhu (°C) terhadap (% berat) unsur fosfor dengan berbagai perbandingan Laju aerasi (Liter/ menit)

Pada Grafik 1 dan Grafik 2 diatas dapat dinyatakan hubungan antara suhu (°C) versus kandungan unsur Magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) dengan laju aerasi 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 (Liter/ menit) yakni berbanding lurus. Semakin besar suhu (°C) maka kandungan unsur Magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) pada *struvite* akan mengalami kenaikan. Menurut Jones (2012) suhu berpengaruh terhadap hasil kali kelarutan (Ksp) struvite, dimana Ksp *struvit* meningkat dari  $0,3 \cdot 10^{-14}$  menjadi  $3,73 \cdot 10^{-14}$  antara suhu 10°C hingga 50°C. Karena hasil kali kelarutan (Ksp) berhubungan dengan keadaan lewat jenuh (*supersaturation*) dari larutan di mana kristal dapat terbentuk, maka pengendapan struvite sulit diperoleh pada suhu tinggi. Karena hal tersebutlah mengapa kisaran suhu antara 20°C sampai 35°C cocok digunakan untuk pengendapan *struvite*. Menurut Babic (2012) suhu tinggi juga dapat mempengaruhi sifat kristal yang terbentuk, *struvite* ( $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ ) berubah lebih cepat menjadi mineral *newberit* ( $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ ) ketika suhu tinggi. Hal

tersebutlah yang menyebabkan kandungan unsur Mg (% berat) dan P (% berat) meningkat seiring meningkatnya suhu. Oleh karena itu, setiap suhu mempunyai kelarutan yang berbeda serta mempengaruhi sifat kristal sehingga terjadi perbedaan terhadap jumlah kandungan unsur magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) yang dihasilkan.



**Grafik 3.** Pengaruh laju aerasi (liter/ menit) terhadap (% berat) magnesium dengan berbagai suhu (°C)

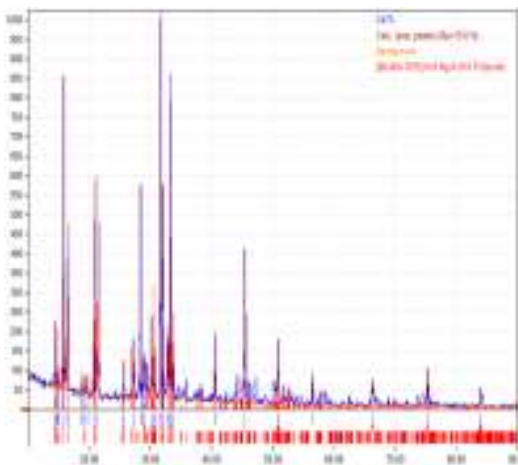


**Grafik 4.** Pengaruh laju aerasi (liter/ menit) terhadap (% berat) fosfor dengan berbagai suhu (°C)

Pada Grafik 3 dan Grafik 4 di atas dapat dinyatakan hubungan antara laju aerasi (liter/ menit) versus kandungan unsur magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) dengan suhu 20; 30; 40; 50; 60 (°C) yakni berbentuk parabola. Pada saat laju aerasi 0,5 (liter/ menit) kandungan magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) rendah, ketika laju aerasi ditingkatkan, maka kandungan magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) akan semakin meningkat hingga mencapai puncak grafik yang disebut kondisi optimum, yaitu saat laju aerasi 1 (liter/ menit). Apabila laju aerasi ditingkatkan lagi melebihi laju aerasi optimum yaitu 1 (liter/ menit), maka kandungan magnesium (% berat) dan fosfor (% berat)

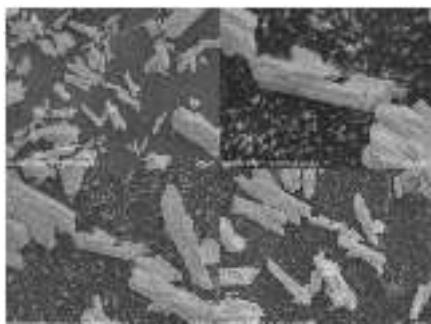
akan mengalami penurunan kembali. Menurut Ohlinger (2008) hal tersebut dikarenakan tahap nukleasi pembentukan kristal *struvite* dipengaruhi oleh proses turbulensi fluida. Jika laju aerasi bertambah, maka proses turbulensi fluida didalam reaktor semakin tinggi yang menyebabkan waktu induksi berkurang dan proses nukleasi kristal *struvite* menjadi cepat. Namun, menurut Rahman (2016) apabila laju aerasi melebihi laju aerasi optimum maka kandungan magnesium (% berat) dan fosfor (% berat) akan menurun karena proses turbulensi fluida yang terlalu tinggi direaktor sehingga menyebabkan pemecahan kristal dan menurunkan stabilitas kristal *struvite*.

Hasil penelitian *struvite* dari limbah cucian garam yang telah didapat mempunyai penampilan fisik yakni kristal berwarna putih dan bau sedikit menyengat.



**Grafik 5.** Hasil analisa XRD kristal *struvite* pada suhu 20°C dengan laju aerasi 1 (liter/ menit)

Menurut hasil XRD diatas dapat dilihat bahwa adanya puncak grafik merah (pola difraksi *struvite*) dan biru (pola difraksi endapan yang diuji) menunjukkan terbentuknya kristal *struvite*. Adapun puncak difraksi *struvite* telah diisi oleh pola difraksi endapan dan ada sedikit beberapa pola difraksi yang tidak sesuai. Berdasarkan hasil analisa diatas didapati bahwasanya *struvite* yang dihasilkan masih terdapat impuritis (pengotor). Artinya kristal *struvite* yang didapatkan tidaklah 100% murni. Hal tersebut terjadi karena kandungan limbah cucian garam masih mengandung ion-ion yang selain MAP.



**Gambar 4.** Hasil analisa SEM kristal *struvite* pada suhu 20°C dengan laju aerasi 1 (liter/ menit)

Analisis SEM ini dilakukan pada perbesaran 250x, 500x, 1000x dan 2000x. Perbesaran tersebut dipilih agar struktur kristal dapat terlihat dengan jelas. Menurut Suguna (2012) kristal *struvite* murni akan memiliki bentuk batang dengan ujung runcing dan permukaannya bersih tanpa cacat. Kristal *struvite* yang diperoleh dari hasil penelitian ini berbentuk batang ujungnya runcing dan terdapat gumpalan kecil pada permukaannya. Gumpalan tersebut merupakan unsur-unsur pengotor pada limbah cucian garam yang terbentuk selama proses presipitasi *struvite*. Unsur-unsur tersebut seperti natrium, klorida, kalium, calcium. Menurut Kabdasli (2006) apabila kehadiran ion-ion pengotor cukup banyak, hal tersebut dapat menghambat laju pertumbuhan karena ion tersebut memblokir bagian pertumbuhan yang aktif, sehingga kristal berukuran kecil. Kehadiran ion pengotor juga akan menyebabkan terganggunya kristalisasi *struvite*, mengurangi ukuran kristal dan menghambat pertumbuhan kristal *struvite*.

#### 4. SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka kondisi terbaik pada pembentukan *struvite* dari limbah cucian garam pada suhu 20°C dan laju aerasi 1 (liter/menit) memiliki kandungan Mg 9,1% dan P 12,5% dengan bentuk kristal berwarna putih dan struktur kristal orthorombik.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Babic Ivančić, V., Kontrec, J., Kralj, D. & Brečević, L. (2012). Precipitation Diagrams Of Struvite Dissolution Kinetics Of Different Struvite Morphologies. *Croatica Chemica Acta* 75, 89-106.
- Cahyono, B. H., & Yulastuti, R. (2020). Kajian Pengelolaan Limbah Cair Pada Industri Garam Konsumsi Beryodium. *Prosiding 4th Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian Kepada Masyarakat*, 72- 73.
- Edahwati Luluk, & Sutiyono. (2018). Kinetics Analysis of Synthesis Reaction of Struvite With Air Flow Continous Vertical Reactors. *Journal of Physics: Conference Series* 953, 2-3.
- Edahwati Luluk, & Sutiyono. (2021). The Formation of Struvite Fertilizer from Tempeh Industrial Wastewater by Aeration Process. *Jurnal Teknologi Lingkungan* 22(2), 215-221.
- Fitriana, A. R., & Warmadewanthi, I. (2016). Penurunan Kadar Amonium dan Fosfat pada Limbah Cair Industri Pupuk. *Jurnal Teknik ITS*, 5(2). 107-110.
- Sutiyono & Edahwati, L. (2018). Synthesis Of Struvite Using A Vertical Canted Reactor With Continuous Laminar Flow Process. *Journal of Physics: Conference Series* 953, 2-3.
- Jones, A. G. (2002). *Crystallization process system*. Butterworth/ Heinemann. London (UK). <https://www.elsevier.com/books/crystallization-process-systems/jones/978-0-7506-5520-0>

- Kabdasli, I., Parson, S. A., dan Tunay, O. (2006). Effect Of Major Ions On Induction Time Of Struvite Precipitation. *Croatica Chemica Acta* 79(2), 243-251.
- Ohlinger, K. N., Young, T. M., dan Schroeder, E. D. (2008). Kinetics effects on preferential struvite accumulation in wastewater. *Journal of Environmental Engineering* 125(8), 730-737.
- Prismasella Exsellin. (2020). Sintesa Limbah Biogas Sebagai Bahan Pembentuk Struvite Menggunakan Reaktor Sekat Secara Sinambung. *Seminar Nasional Teknik Kimia Soebardjo Brotohardjono XVI*, 2-3.
- Rahman, M. S., Ellis, N. dan Mavinic, D.S. (2016). Effects of Various Process Parameters on Struvite Precipitation Kinetics and Subsequent Determination of Rate Constants. *Wat. Sci. tech.* 57(5), 647 – 654.  
<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/18401133/>
- Suguna, K., Thenmozhi, M., dan Sekar, C. (2012). Growth, spectral, structural and mechanical properties of struvite crystal grown in presence of sodium fluoride. *Bull. Mater. Sci.*, 35 (4), 701–706.
- Sutiyono & Edahwati Luluk. (2017). Synthesis Of Struvite Using A Vertical Canted Reactor with Continous Laminar Flow Process. *Journal of Physics: Conference Series* 953, 2-3.
- Yuliasuti, R., & Cahyono, B. H. (2020). Pemanfaatan Limbah Cair Cucian Industri Garam Sebagai Mg(OH). *Jurnal Teknologi Lingkungan* 21(2), 213-214