

**PENANGANAN BAHAN PADAT**  
**S1 TEKNIK KIMIA**  
**Sperisa Distantina**

**KRISTALISASI**

**Pustaka:**

1. Geankoplis, 3th. ed., chap.12
2. Hougen and Watson, 1954, "Chemical Process Principles, part I", chap.6.
3. Chopey and Hicks, 1984, "Handbook of Chemical Engineering Calculations", chap.10.
4. Perry, 1999, chap. 18.

**Materi:**

- a. definisi.
- b. Keseimbangan fase.
- c. Teori kristalisasi.
- d. Alat-alat kristalisasi.
- e. Perhitungan neraca massa, neraca panas, dan rendemen.
- f. Kecepatan pertumbuhan Kristal.
- g. Perancangan sederhana kristaliser.

**a. DEFINISI**

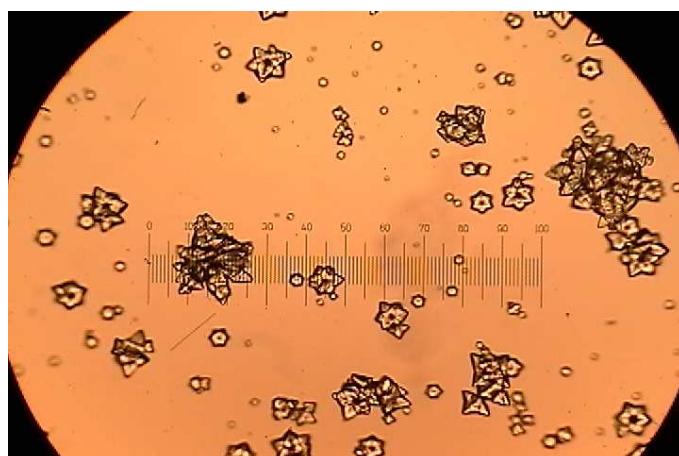
⇒ Pemisahan padat-cair dimana terjadi transfer massa solute dari larutan ke padatan.

⇒ Partikel padatan terbentuk dari suatu fase homogen (larutan).

Dalam industri kristalisasi, beberapa hal yang perlu diketahui :

1. rendemen,
2. kemurnian,
3. bentuk dan ukuran ( tergantung data keseimbangan fase padat – cair),
4. keseragaman ukuran (ada distribusi ukuran produk kristaliser).

Distribusi ukuran dan bentuk merupakan sifat yang mempengaruhi kualitas produk.



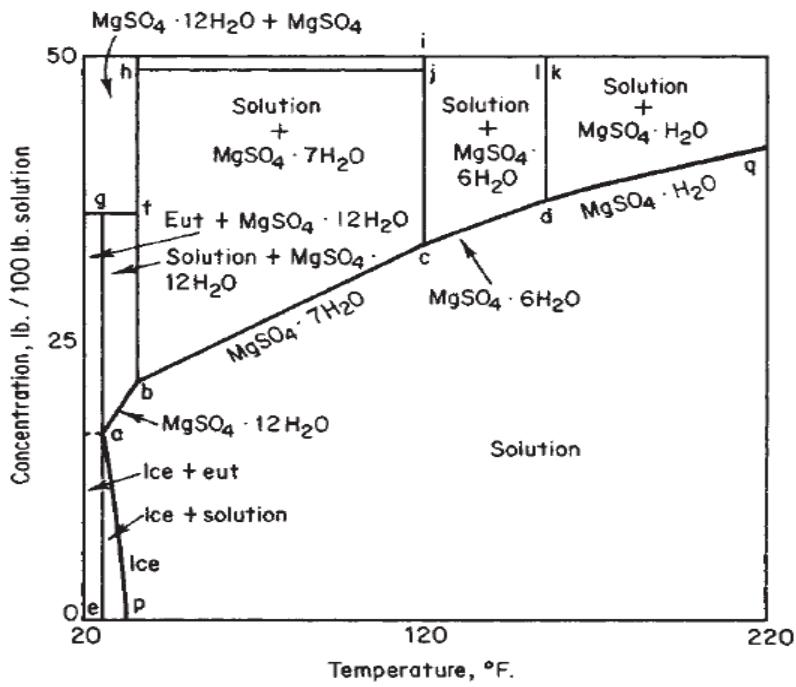
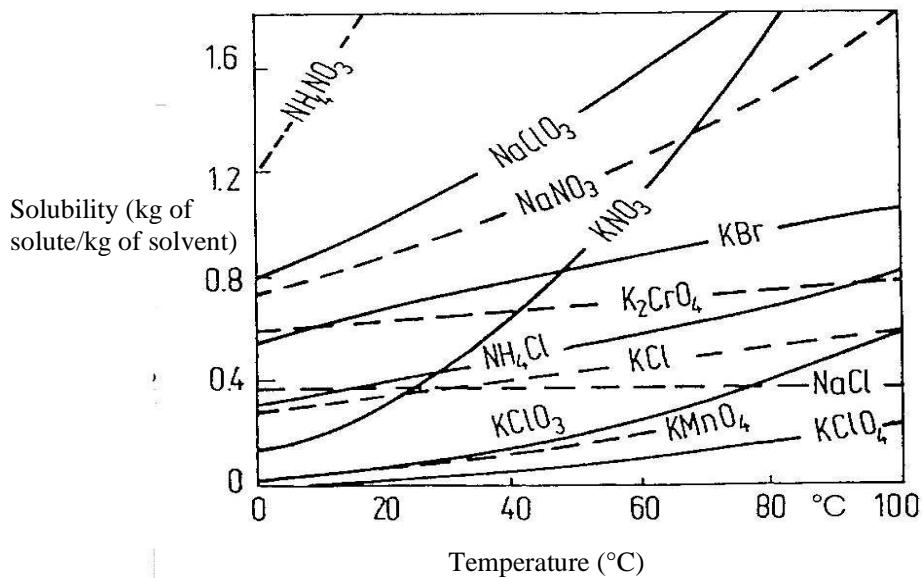
## b. KEJENUHAN SEIMBANG/keseimbangan fase

Keseimbangan kristalisasi tercapai jika larutan induk (mother liquor) dalam keadaan jenuh.

Konsentrasi larutan induk terletak di kurva solubility (kelarutan).

$$\text{Klarutan} = f(T) \neq f(P).$$

Contoh sumber data solubility dapat dilihat di table 2-120, Perry (1999).



**FIG. 18-56** Phase diagram.  $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . To convert pounds to kilograms, divide by 2.2;  $K = (\text{°F} + 459.7)/1.8$ .

Solubility meningkat dengan naiknya suhu, tetapi perlu diperhatikan perbedaan kristal yang terbentuk.

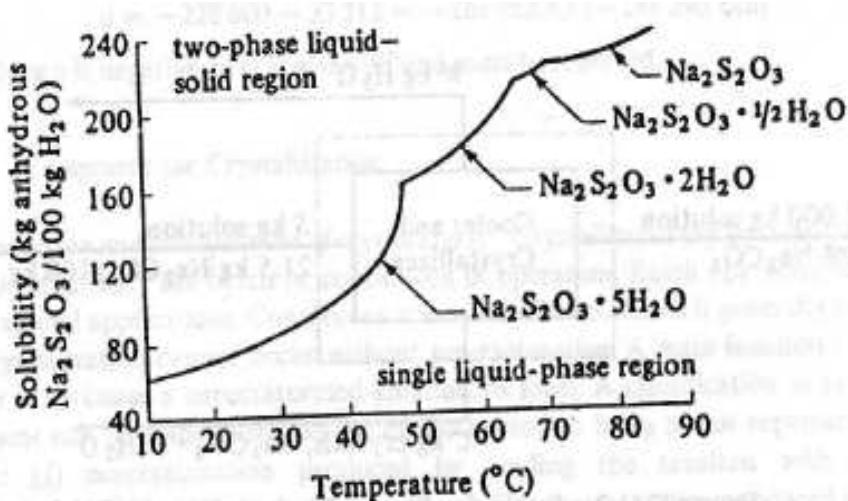


FIGURE 12.11-1. Solubility of sodium thiosulfate,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , in water.

(sumber : Geankoplis, 3th ed. , p.739).

Contoh ( dari figure di atas):

s/d  $T = 48,2^\circ\text{C}$ , fase stabil adalah  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , terbentuk kristal ini.

Dari  $T = 48,2^\circ\text{C}$  s/d  $T = 65^\circ\text{C}$  , terbentuk kristal  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

### c. TEORI KRISTALISASI

Kristal terbentuk dari larutan lewat jenuh (supersaturated) melalui 2 langkah, yaitu :

1. nukleasi, pembentukan inti kristal.
2. pertumbuhan kristal.

- ✚ Jika semula larutan tidak berisi padatan, pembentukan inti terjadi sebelum kristal tumbuh.
- ✚ Inti-inti baru secara kontinyu terbentuk, sementara inti-inti yang sudah ada tumbuh menjadi kristal.

Driving force kedua langkah di atas adalah supersaturasi, artinya kedua langkah tersebut tidak dapat terjadi pada larutan jenuh atau undersaturated.

#### TEORI NUKLEASI

Mekanisme nukleasi pada sistem padat-cair dibagi dalam 2 kategori, yaitu:

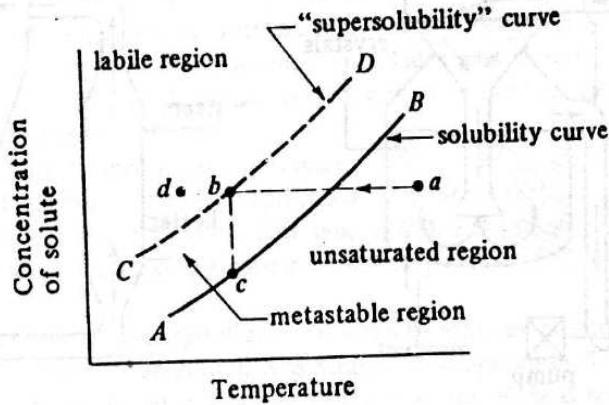
1. primary nucleation.

Nukleasi akibat penggabungan molekul-molekul solut membentuk clusters yang kemudian tumbuh menjadi kristal.

Dalam larutan supersaturasi, terjadi penambahan solut sehingga mendifusi ke clusters dan tumbuh menjadi lebih stabil.

Ukuran kristal besar, maka solubility kecil, sebaliknya ukuran kristal kecil maka solubility besar. Oleh karenanya, jika ada kristal yang berukuran lebih besar maka kristal akan tumbuh, sedangkan kristal kecil akan terlarut lagi.

Teori yang menjelaskan hal ini adalah teori MIERS.



**FIGURE 12.12-1. Miers' qualitative explanation of crystallization: solubility curve (AB) and "supersolubility" curve (CD).**

Ditinjau: pendinginan larutan ( mempunyai kondisi di titik a).

Selama pendinginan sampai melewati kurva solubility belum terbentuk kristal. Pendinginan diteruskan sampai titik b, dan kristal mulai terbentuk, dan konsentrasi larutan menjadi di titik c ( sebagai larutan induk / mother liquor).

Kurva solubility merupakan batas dimana pembentukan inti dimulai secara spontan, dan kristalisasi mulai terbentuk.

Ada kecenderungan: pada kurva supersolubility sebagai sebuah daerah dimana kecepatan nukleasi meningkat tajam.

## 2. Secondary nucleation (contact nucleation)

Nukleasi terjadi jika kristal bertabrakan dengan bahan lain, pengaduk, dinding/pipa tangki.

Nukleasi dapat dipercepat dengan adanya bibit kristal, energi aktivasinya lebih kecil dari pada primary nucleation.

Seeding : menambah bibit kristal (berukuran kecil) pada awal sintesa.

## d. ALAT-ALAT KRISTALISASI

Kristaliser : batch dan kontinyu.

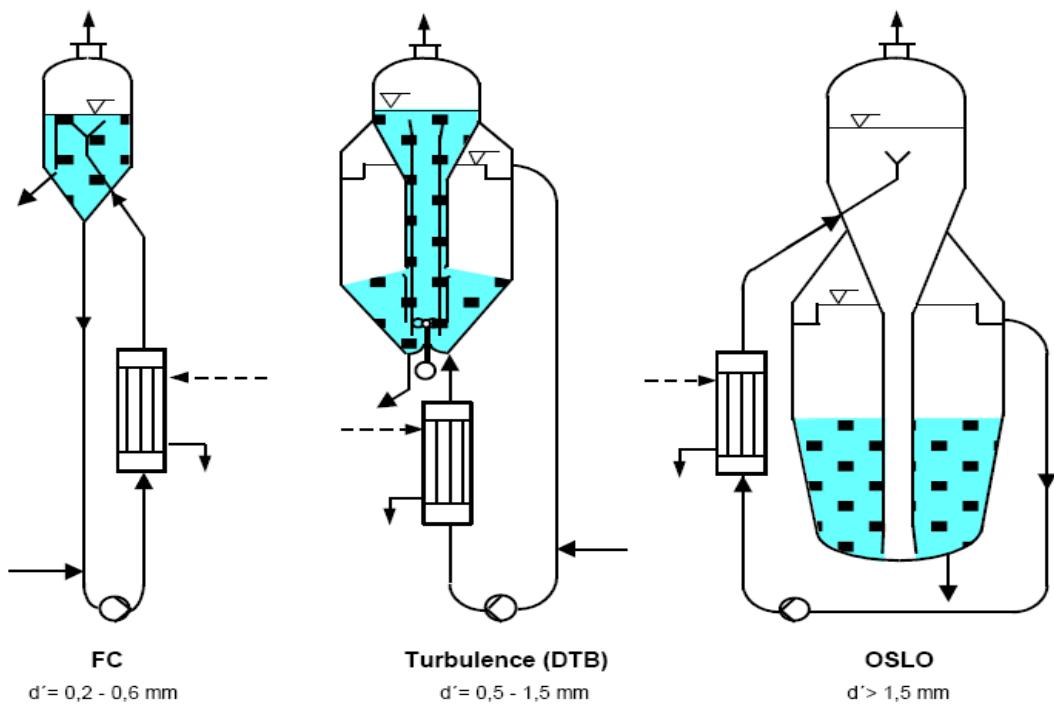
Dengan dasar bahwa kristalisasi terjadi jika kondisi larutan supersaturasi, maka kristaliser harus berfungsi tempat membuat larutan supersaturasi.

Klasifikasi alat dalam membuat kondisi ini:

1. mendinginkan larutan tanpa penguapan. Contoh : tank and batch type.
2. menguapkan solven dengan sedikit atau tanpa pendinginan. Contoh: rangkaian evaporator-kristaliser dan crystalizing evaporator.
3. kombinasi pendinginan dan evaporation dalam adibatic evaporator vacuum crystalizer. Contoh : vacuum crystalizer.

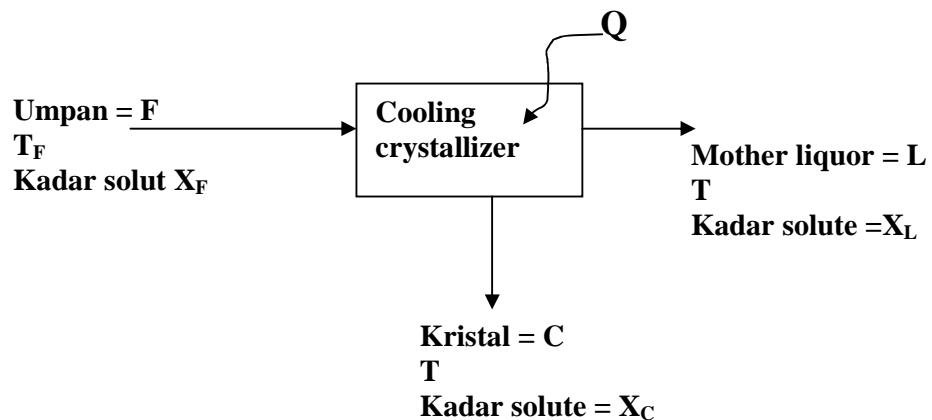
**TUGAS :** meringkas beberapa jenis kristaliser dan cara kerjanya, tulis sumber pustakanya (min. dari 3 sumber).

**Basic types of crystallizers:**



**e. RENDEMEN, NERACA MASSA DAN NERACA PANAS**

Ditinjau: 1. cooling crystallizer.



$$\text{Rendemen} = \frac{\text{solut dalam kristal}}{\text{solut dalam umpan}}$$

Neraca massa Total di sekitar kristaliser :  
 $F = L + C$

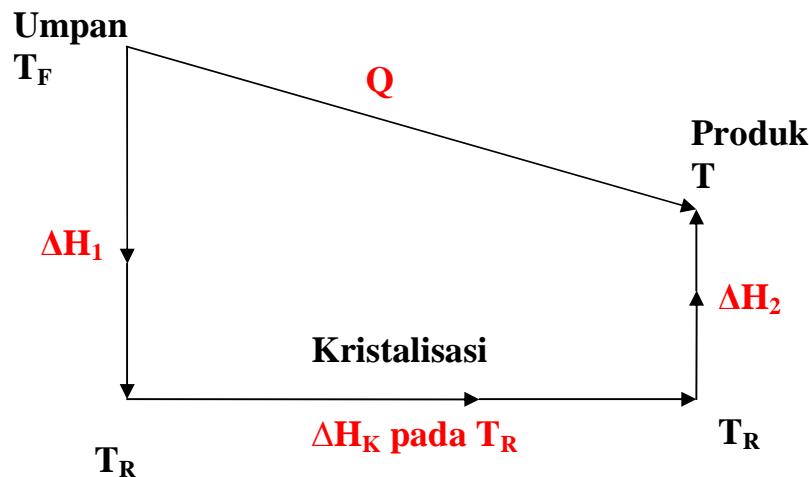
Neraca massa solut di sekitar kristaliser :  
 $X_F \cdot F = X_L \cdot L + X_C \cdot C$

Keseimbangan :  
 Mother liquor berkeimbangan dengan kristal.

Neraca Panas di sekitar kristaliser:

$$F \cdot h_F + Q = C \cdot h_C + L \cdot h_L$$

Atau jika tersedia data panas pelarutan, maka NP dibayangkan seperti di bawah ini :



NP:

$$Q = \Delta H_1 + \Delta H_K \cdot C + \Delta H_2$$

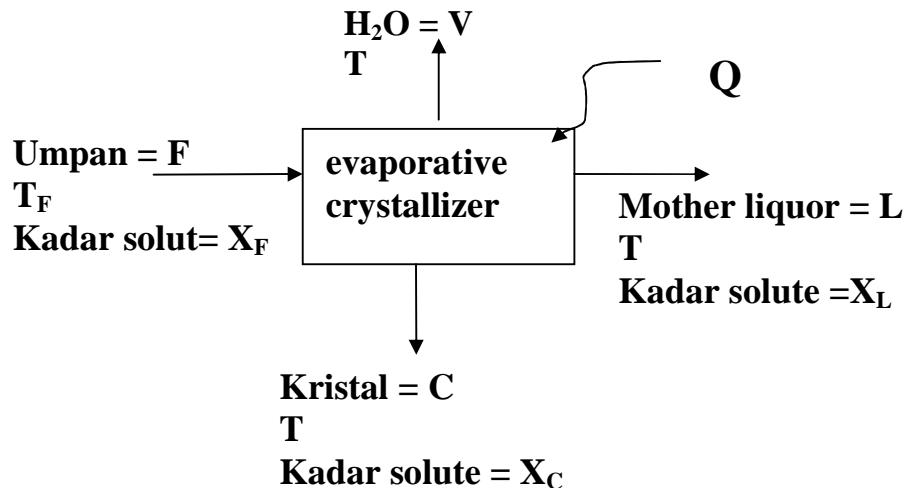
Dianggap pada konsentrasi dan suhu yang sama:

$$\Delta H \text{ kristalisasi} = - \Delta H \text{ pelarutan}$$

$$= - \text{heat of solution} = - \Delta H_s$$

Data panas pelarutan banyak tersedia.

Ditinjau : 2. evaporative crystallizer.

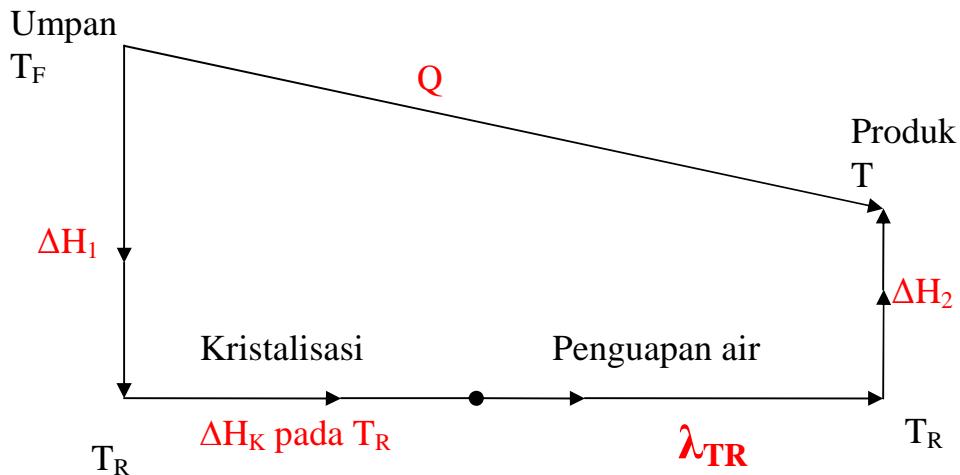


NM total: ??

NM solut : ??

Keseimbangan : ??

NP :??



SOAL :

1. Solid-phase generation of a hydrated salt by cooling.

Larutan 35% MgSO<sub>4</sub> mula-mula bersuhu 200°F. Larutan tersebut didinginkan (tanpa penguapan) menjadi 70°F. Jika kristaliser dioperasikan pada 10.000 lb/jam, tentukan rendemen MgSO<sub>4</sub>.

2. Solid-phase generation of hydrated salt by boiling.

Empat puluh ribu lb/jam larutan 25% MgSO<sub>4</sub> diumpulkan pada suhu 200°F ke evaporative crystallizer sehingga air teruapkan dengan kecepatan 15.000 lb/jam. Kristaliser beroperasi pada 130°F dan tekanan vakum. Tentukan komposisi Kristal dan kecepatannya, rendemen dan panas yang dibutuhkan.

3. Supersaturation by cooling.

Larutan umpan berisi  $\frac{48,2 \text{ Kg MgSO}_4}{100 \text{ Kg H}_2\text{O}}$  sebanyak 268 Kg didinginkan dari 54,4°C sampai dengan 20°C, sehingga terbentuk Kristal MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O. Diketahui :

$$\text{Klarutan pada } 20^\circ\text{C} = \frac{35,5 \text{ Kg MgSO}_4}{100 \text{ Kg H}_2\text{O}}$$

Cp rerata larutan = 2,93 KJ/Kg/K.

Panas pelarutan pada 291,2 K adalah = - 13,31 K J/gmol.

Tentukan berapa panas yang harus diserap?

4. Suatu larutan 10.000 Kg dengan 30% (%berat Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) didinginkan sampai 293K dan kristal yang terbentuk Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.10H<sub>2</sub>O. Berapa rendemen kristal jika solubility pada suhu itu =  $\frac{21,5 \text{ Kg Na}_2\text{CO}_3}{100 \text{ Kg H}_2\text{O}}$

Contoh soal dapat dilihat di:

- a. Geankoplis, 3th. ed., chap.12
- b. Hougen and Watson, 1954, "Chemical Process Principles, part I", chap.6.
- c. Chopey and Hicks, 1984, "Handbook of Chemical Engineering Calculations", chap.10.
- d. Perry, 1999, chap. 18.

## **f. KECEPATAN NUKLEASI DAN PERTUMBUHAN KRISTAL**

### **A. KECEPATAN PERTUMBUHAN KRISTAL**

Kristal tumbuh :

Proses layer by layer.

Pertumbuhan di permukaan Kristal.

Difusi dari badan utama cairan ke permukaan Kristal.

McCabe (1929) Hukum delta L:

$$G \equiv \lim_{\Delta L \rightarrow 0} \frac{\Delta L}{\Delta t} = \frac{dL}{dt}$$

G = kecepatan pertumbuhan kristal selama interval waktu ( $\Delta t$  ).

$\Delta L$  = pertambahan ukuran kristal.

Ukuran : tebal atau panjang karakteristik.

### **B. KECEPATAN NUKLEASI (B<sup>0</sup>)**

Berdasarkan data lapangan, kecepatan nukleasi adalah gabungan dari :

1. nukleasi homogen ( karena supersaturasi)
2. nukleasi karena kontak antar kristal.
3. nukleasi karena kontak antara kristal dengan dinding alat.
4. nukleasi karena kontak antara kristal dengan pengaduk.

$$B^0 = B_{SS} + B_C + B_E$$

B<sup>0</sup> = total kecepatan nukleasi.

B<sub>SS</sub> = supersaturasi.

B<sub>C</sub> = crystals.

B<sub>E</sub> = equipment.

Tetapi nilai B<sup>0</sup> sulit dievaluasi.

Hubungan kecepatan nukleasi dengan kecepatan pertumbuhan kristal secara umum :

$$B^0 = ka \cdot G^i \cdot M_T^j$$

$k_a = \text{kontanta} = f$  ( jenis kristal dan kondisi alat).

$$M_T = \text{densitas slurry} = \frac{\text{massa kristal}}{\text{volum slurry}}$$

Korelasi di atas untuk beberapa produk kristal disajikan di table 18-6 (Perry, 1999).

Tampak bahwa :

1. nukleasi mempengaruhi jumlah kristal.
2. pertumbuhan mempengaruhi ukuran kristal.

**TABLE 18-6 Growth Rates and Kinetic Equations for Some Industrial Crystallized Products**

| Material crystallized                     | $G, \text{ m/s} \times 10^8$ | Range $t, \text{ h}$ | Range $M_T, \text{ g/L}$ | Temp., $^\circ\text{C}$ | Scale <sup>a</sup> | Kinetic equation for $B_0 \text{ no./(L·s)}$                           |
|---|------------------------------|----------------------|--------------------------|-------------------------|--------------------|--|
| $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$              | 1.67                         | 3.83                 | 150                      | 70                      | P                  | $B_0 = 6.62 \times 10^{-25} G^{0.82} p^{-0.92} m_{\frac{1}{2}}^{3.05}$ |
| $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$              | 0.20                         | 0.25                 | 38                       | 18                      | B                  | $B_0 = 2.94(10^{10})G^{1.03}$  |
| $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$              | —                            | 0.20                 | —                        | 34                      | B                  | $B_0 = 6.14(10^{-11})S_R^{7.84} M_T^{0.98} G^{1.22}$                   |
| $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 3.0–7.0                      | —                    | —                        | 25                      | B                  | $B_0 = 9.65(10^{12})M_T^{0.67} G^{1.24}$                               |
| $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | —                            | —                    | Low                      | 29                      | B                  | $B_0 = f(N, L^4, N^{4.2}, S^{2.5})$                                    |
| KCl                                       | 2–12                         | —                    | 200                      | 32                      | P                  | $B_0 = 7.12(10^{39})M_T^{0.14} G^{4.99}$                               |
| KCl                                       | 3.3                          | 1–2                  | 100                      | 37                      | B                  | $B_0 = 5.16(10^{22})M_T^{0.91} G^{2.77}$                               |
| KCl                                       | 0.3–0.45                     | —                    | 50–147                   | 25–68                   | B                  | $B_0 = 5 \times 10^{-3} G^{2.78} (M_T TIP^2)^{1.2}$                    |
| $\text{KCr}_2\text{O}_7$                  | 1.2–9.1                      | 0.25–1               | 14–42                    | —                       | B                  | $B_0 = 7.33(10^4)M_T^{0.6} G^{0.5}$                                    |
| $\text{KCr}_2\text{O}_7$                  | 2.6–10                       | 0.15–0.5             | 20–100                   | 26–40                   | B                  | $B_0 = 1.59(10^{-3})S_R^3 M_T G^{0.48}$                                |
| $\text{KNO}_3$                            | 8.13                         | 0.25–0.050           | 10–40                    | 20                      | B                  | $B_0 = 3.85(10^{16})M_T^{0.5} G^{2.06}$                                |
| $\text{K}_2\text{SO}_4$                   | —                            | 0.03–0.17            | 1–7                      | 30                      | B                  | $B_0 = 2.62(10^3)S_R^{2.5} M_T^{0.5} G^{0.54}$                         |
| $\text{K}_2\text{SO}_4$                   | 2–6                          | 0.25–1               | 2–20                     | 10–50                   | B                  | $B_0 = 4.09(10^6) \exp\left(\frac{10900}{RT}\right) M_T G^{0.5}$       |
| $\text{K}_2\text{SO}_4$                   | 0.8–1.6                      | —                    | —                        | —                       | B                  | $\frac{G}{G_0} = 1 + 2L^{2/3}$ ( $L$ in $\mu\text{m}$ )                |
| NaCl                                      | 4–13                         | 0.2–1                | 25–200                   | 50                      | B                  | $B_0 = 1.92(10^{10})S_R^2 M_T G^2$                                     |
| NaCl                                      | —                            | 0.6                  | 35–70                    | 55                      | P                  | $B_0 = 8 \times 10^{10} N^2 G^2 M_T$                                   |
| NaCl                                      | 0.5                          | 1–2.5                | 70–190                   | 72                      | P                  | $B_0 = 1.47(10^2) \left(\frac{I^2}{P}\right) m_4^{0.84} G^{0.98}$      |
| Citric acid                               | 1.1–3.7                      | —                    | —                        | 16–24                   | B                  | $B_0 = 1.09(10^{10})m_4^{0.084} G^{0.84}$                              |
| Fructose                                  | 0.1–0.25                     | —                    | —                        | 50                      | B                  | —  |
| Sucrose                                   | —                            | —                    | —                        | 80                      | B                  | $B_0 = 5 \times 10^6 N^{0.7} M_T^{0.3} G^{0.4}$                        |
| Sugar                                     | 2.5–5                        | 0.375                | 50                       | 45                      | B                  | $B_0 = 4.38(10^6)M_T^{1.01} (\Delta C - 0.5)^{1.42}$                   |
| Urea                                      | 0.4–4.2                      | 2.5–6.8              | 350–510                  | 55                      | P                  | $B_0 = 5.48(10^{-1})M_T^{3.87} G^{1.66}$                               |
| Urea                                      | —                            | —                    | —                        | 3–16                    | B                  | $B_0 = 1.49(10^{-31})S_R^{2.3} M_T^{1.07} G^{-3.54}$                   |

<sup>a</sup>B = bench scale; P = pilot plant.

<sup>†</sup>Additional data on many components are in Garside and Shah, *Ind. Eng. Chem. Proc. Design Dev.*, **19**, 509 (1980).

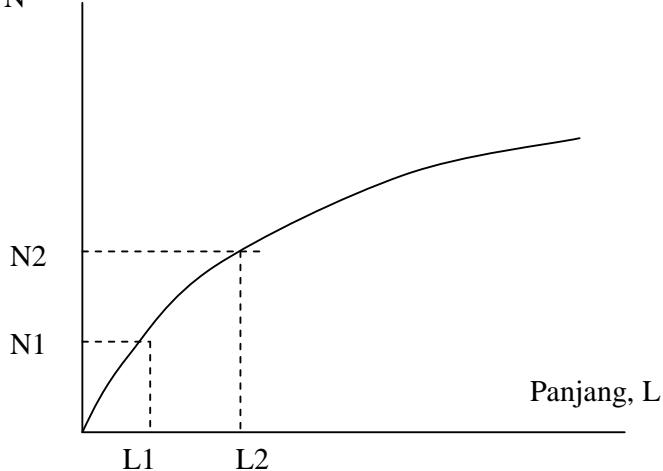
## HUBUNGAN G DAN B<sup>0</sup>

Hubungan kecepatan nukleasi dengan kecepatan pertumbuhan dikembangkan oleh Randolph & Larson (1962), digambarkan bahwa:

$$N = f(L)$$

N = jumlah kristal.

Cumulative number of crystals, N



Slope garis itu = densitas populasi kristal = n

$$n \equiv \lim_{\Delta L \rightarrow 0} \frac{\Delta N}{\Delta L} = \frac{dN}{dL}$$

Distribusi ukuran kristal digambarkan sebagai populasi.

Neraca populasi di sekitas suatu kristaliser saat steady state (tanpa seeding) :

$$\frac{dn}{dL} + \frac{n}{Gt} = 0$$

t = waktu tinggal kristal dalam kristaliser

$$t = \frac{V}{Q}$$

V = volum alat

Q = debit, laju alir.

$$\frac{dn}{dL} + \frac{n}{Gt} = 0$$

BC : L = 0; n = n<sup>0</sup> = populasi nuklei.

L = L; n = n = populasi kristal berukuran L.

Integrasi PD di atas : ????

Buktikan :

$$\ln n = -\frac{L}{Gt} + \ln n^0$$

$$n = n^0 \exp\left(-\frac{L}{Gt}\right)$$

Hubungan n<sup>0</sup> dengan B<sup>0</sup> dan G disajikan di tabel 18-5 (Perry 1999).

TABLE 18-5 Common Equations for Population-Balance Calculations

| Name                                 | Symbol | Units             | Systems without fines removal  | Systems with fines removal  |   | References |
|--------------------------------------|--------|-------------------|--|---|---|------------|
|                                      |        |                   |  | Fines stream  | Product stream  |            |
| Drawdown time (retention time)       | $t$    | h                 | $t = V/Q$  | $t_F = V_{liquid}/Q_F$  | $t = V/Q$   |            |
| Growth rate                          | $G$    | mm/h              | $G = dL/dt$  | $G = dL/dt$   | $G = dL/dt$   |            |
| Volume coefficient                   | $K_e$  | 1/no. (crystals)  | $K_e = \frac{\text{volume of one crystal}}{L^3}$                         | $K_e = \frac{\text{volume of one crystal}}{L^3}$  | $K_e = \frac{\text{volume of one crystal}}{L^3}$  |            |
| Population density                   | $n$    | No. (crystals)/mm | $n = dN/dL$  | $n = dN/dL$   | $n = dN/dL$   | 1          |
| Nuclei population density            | $n^o$  | No. (crystals)/mm | $n^o = K_M M^i G^{i-1}$  |   |   | 2          |
| Population density                   | $n$    | No. (crystals)/mm | $n = n^o e^{-L/Gt}$  | $n_F = n^o e^{-L/Gt}$   | $n = n^o e^{-L_e/Gt} e^{-L/L_e}$  | 1, 3       |
| Nucleation rate                      | $B_0$  | No. (crystals)/h  | $B_0 = G n^o = K_M M^i G^i$  | $B_0 = G_n^o$   |   | 4          |
| Dimensionless length                 | $x$    | None              | $x = \frac{L}{Gt}$   | $x_F = \frac{L}{Gt_F}, L_0 \rightarrow L_f$   | $x = \frac{L}{Gt}, L_f \rightarrow L$   | 1          |
| Mass/unit volume (slurry density)    | $M_T$  | g/L               | $M_t = K_e \rho \int_0^\infty n L^3 dL$<br>$M_t = K_e \rho 6 n^o (Gt)^4$ | $M_{T_f} = K_e \rho \int_0^{L_f} n^o e^{-L/Gt} L^3 dL$                                  | $M_T = K_e \rho \int_{L_f}^\infty n^o e^{-L/Gt} e^{-L/Gt} L^3 dL$   | 1          |
| Cumulative mass to $x$<br>Total mass | $W_x$  | None              | $W_x = 1 - e^{-x} \left( \frac{x^3}{6} + \frac{x^2}{2} + x + 1 \right)$  | $W_F = \frac{e^{-x} (x^3 + 3x^2 + 6x + 6) - 6}{e^{-x} (x_e^3 + 3x_e^2 + 6x_e + 6) - 6}$ | $W = \frac{6K_e \rho n^o e^{-L_e/Gt} Gt^4 \left[ 1 - e^{-x} \left( \frac{x^3}{6} + \frac{x^2}{2} + x + 1 \right) \right]}{\text{Slurry density } M, \text{ g/L}}$<br>when $L_e \approx 0$ , compared with $L_a$ | 5          |
| Dominant particle                    | $L_d$  | mm                | $L_d = 3Gt$  |   |   |            |
| Average particle, weight             | $L_a$  | mm                | $L_a = 3.67 Gt$  |   |   | 6          |
| Total number of crystals             | $N_T$  | No./L             | $N_T = \int_0^\infty n dl$   | $N_F = \int_0^{L_f} n_F dl$   | $N_T = \int_{L_f}^\infty n dl$  | 1, 3       |

1. Randolph and Larson, *Am. Inst. Chem. Eng. J.*, **8**, 639 (1962).

2. Timm and Larson, *Am. Inst. Chem. Eng. J.*, **14**, 452 (1968).

3. Larson, private communication.

4. Larson, Timm, and Wolff, *Am. Inst. Chem. Eng. J.*, **14**, 448 (1968).

5. Larson and Randolph, *Chem. Eng. Prog. Symp. Ser.*, **65**(95), 1 (1969).

6. Schoen, *Ind. Eng. Chem.*, **53**, 607 (1961).

### Contoh 1 . Desain kristaliser : Penentuan ukuran alat dan distribusi ukuran kristal jika ditentukan:

bahan yang dikristalkan,  
waktu tinggal ( $t$ ),  
kapasitas ( $Q$ ), dan  
kecepatan pertumbuhan kristal.

**Diketahui :**  $t$  dan  $G$

**Dicari :** distribusi ukuran produk kristaliser.

**Penyelesaian:**

Jumlah/fraksi kristal kumulatif yang berukuran  $L$  diprediksi dengan korelasi :

$$W_F = \frac{\text{cumulative mass untuk ukuran } L}{\text{total mass}}$$

= fraksi akumulasi ukuran kristal yang lolos  $L$  mesh

Contoh korelasi di tabel 18-5 (Perry, 1999).

$$wf = 1 - e^{-x} \left( \frac{x^3}{6} + \frac{x^2}{2} + x + 1 \right)$$

dengan,

$$x = \frac{L}{G.t}$$

Contoh Desain kristaliser urea. Tentukan ukuran alat dan distribusi ukuran kristal jika ditentukan:

waktu tinggal ( $t$ ),  
kapasitas ( $Q$ ), dan  
kecepatan pertumbuhan kristal.

Untuk preliminary design dapat mengambil data dari table 18-6 (Perry, 1999).

Untuk urea:

| variabel                    | kisaran   | design |
|-----------------------------|-----------|--------|
| $G, \text{ m/s} \cdot 10^8$ | 0,4 - 4,2 | 0,9    |
| $t, \text{ jam}$            | 2,5 - 6,8 | 3,38   |

Data diketahui :  $Q \text{ m}^3/\text{jam} = \text{kapasitas}$ .

Data ditentukan :

$$t = 3,38 \text{ jam}$$

$$G = 0,9 \cdot 10^{-8} \text{ m/s} = 0,0324 \text{ mm/jam}$$

Data dicari : a. Volum alat.

b. distribusi ukuran produk.

Penyelesaian:

a. Volum alat =  $V = Q/t$

b. Distribusi ukuran:

$$wf = 1 - e^{-x} \left( \frac{x^3}{6} + \frac{x^2}{2} + x + 1 \right)$$

dengan,

$$x = \frac{L}{G \cdot t} = \frac{L}{0,0324 \cdot 3,38} = \frac{L}{0,1095}$$

Prediksi kisaran  $L$  :

- Ukuran kristal disesuaikan dengan ukuran screen shaker.
- Dimulai  $x \geq 1,0$ .

Jika  $x = 1$ , maka  $L = 0,1095 \text{ mm}$ . Ukuran screen yang paling mendekati adalah 0,147 mm (100 mesh).

Revisi nilai  $x$ , jika  $L = 0,147 \text{ mm}$ ; diperoleh :

$$X = 1,342.$$

Maka,  $wf = 0,048$

Nilai  $wf$  ini adalah total akumulasi ukuran kristal yang lolos 100 mesh.

Selanjutnya dicari nilai-nilai  $wf$  untuk  $L$  yang lain dengan  $\Delta L = \sqrt{2}$ , perhitungan berhenti jika total fraksi akumulasi mendekati 1,0.

Tabulasi hasil perhitungan :

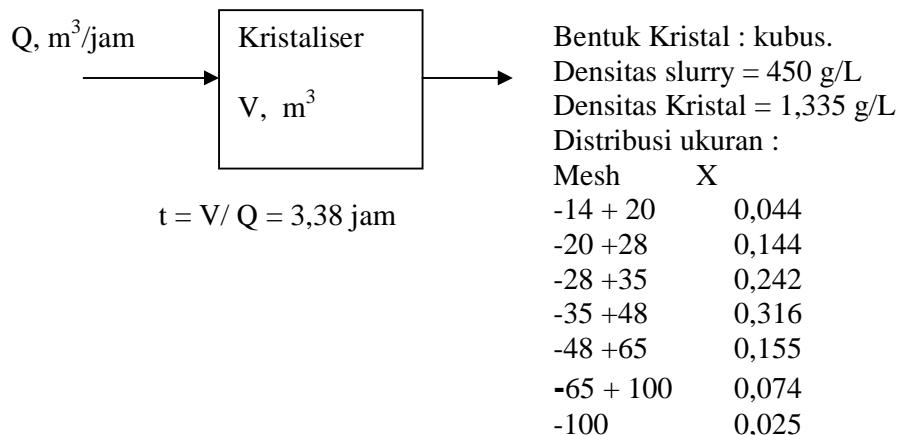
| mesh | $L, \text{ mm}$                   | X    | Wf             |
|------|-----------------------------------|------|----------------|
| 100  | 0,147                             | 1,34 | 0,048          |
| 65   | $= 0,147 \times \sqrt{2} = 0,208$ | 1,90 | 0,125          |
|      | 0,294                             |      |                |
|      | 0,417                             |      |                |
|      | 0,589                             |      |                |
|      | 0,833                             |      | <u>+</u> 1,000 |

Data kumulatif disajikan dalam distribusi ukuran kristal :

| mesh         | Fraksi massa           |
|--------------|------------------------|
| - 20 + 28    |                        |
| -28 + 35     |                        |
| -35 + 48     |                        |
| -48 + 65     |                        |
| -65 +100     | =0,125 - 0,048 = 0,077 |
| -100         | 0,048                  |
| Total fraksi | 1,000                  |

**Contoh 2. Penentuan kecepatan nukleasi dan kecepatan pertumbuhan kristal** berdasarkan data suatu percobaan atau data suatu kristaliser di pabrik.

Diketahui:



Dicari : G dan B°.

Penyelesaian :

Neraca populasi :

$$n = n^0 \exp\left(-\frac{L}{G t}\right)$$

atau

$$\ln n = -\frac{1}{G t} L + \ln n^0$$

Contoh perhitungan populasi yang berukuran ΔL antara -14 + 20 mesh :

$$14 \text{ mesh} = 1,168 \text{ mm}$$

$$20 \text{ mesh} = 0,833 \text{ mm}$$

$$D_{avg.} = (1,168 + 0,833)/2 = 1,000 \text{ mm}$$

$$\text{Dan pertambahan ukuran} = \Delta L$$

$$= 1,168 - 0,833 = 0,335 \text{ mm}$$

$$\begin{aligned}
n_{20} &= \frac{\text{jumlah kristal yang tertahan 20 mesh}}{(\text{volum slurry}) (\Delta L)} \\
&= \frac{\left( \frac{\text{massa kristal 20 mesh}}{\text{volum slurry}} \right)}{(\text{massa sebuah kristal } - 14 + 20 \text{ mesh}) (\Delta L)} \\
&= \frac{[(\rho_{slurry}) (\text{fraksi massa})]}{[(\rho_{kristal}) (\text{volum sebuah kristal}) (\Delta L)]} \\
&= \frac{M_T \cdot X_{(-14+20)}}{\rho_c \cdot V_c \cdot \Delta L} \\
&= \frac{450 \text{ g/L} \cdot 0,044}{1,335 \text{ g/L} \cdot (1 \text{ mm})^3 \cdot (0,335 \text{ mm})} \\
n_{20} &= 44.270 \frac{\text{partikel}}{\text{L slurry} \cdot \text{mm}}
\end{aligned}$$

Perhitungan n untuk ukuran yang lain adalah analog.

Ditabulasikan:

| mesh      | X     | L = Davg., mm | n      | Ln( n ) |
|-----------|-------|---------------|--------|---------|
| -14 + 20  | 0,044 | 1,000         | 44.270 | 18.099  |
| -20 + 28  | 0,144 |               |        |         |
| -28 + 35  | 0,242 |               |        |         |
| -35 + 48  | 0,316 |               |        |         |
| -48 + 65  | 0,155 |               |        |         |
| -65 + 100 | 0,074 |               |        |         |

Kembali ke persamaan neraca populasi :

$$n = n^0 \exp\left(-\frac{L}{G t}\right)$$

atau

$$\ln n = -\frac{1}{G t} L + \ln n^0$$

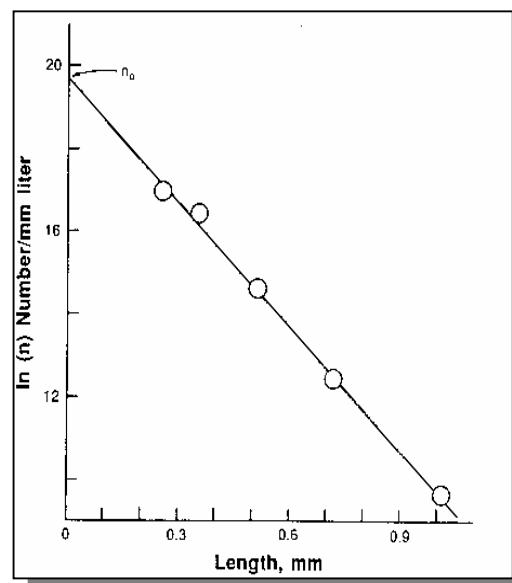
Jika:  $Y = \ln(n)$

$$X = L$$

Maka, garis ini mempunyai:

$$\text{slope} = -\frac{1}{G t}$$

$$\text{intersep} = \ln n^0$$



Dengan data tabel di atas, maka slope dan intersep dapat dievaluasi, misal menggunakan metode regresi linier.

Akhirnya diperoleh :

Nilai  $G = \dots \text{mm/jam}$ .

Nilai  $n^0 = \dots$

Nilai  $B_0 = G \cdot n^0 = \dots \frac{\text{jumlah nuklei}}{\text{volum.waktu}}$

**Problem 1 : The analysis of Sucrose crystallization.**

The following screen analysis is for a product prepared during a study of sucrose crystallization :

Product Size, mesh    Cumulative Percent

|      |    |
|------|----|
| + 20 | 3  |
| + 28 | 14 |
| + 35 | 38 |
| + 48 | 76 |
| + 65 | 92 |

Sucrose has density of  $1.588 \text{ g/cm}^3$ . The slurry density and retention time were given as 355 g/liter and 2.5 hr, respectively. From those data, determine :

- (a) the crystal growth rate
- (b) the nucleation rate
- (c) the dominant crystal size, and
- (d) the slurry concentration.

**Problem 2 : Characterizing an Ammonium sulfate crystallization.**

A continuous crystallization vessel containing 100 liters of ammonium sulfate slurry is fed with 50 liters/hr of supersaturated solution. The withdrawal rate of product slurry is also 50 liters/hr. A nucleation rate  $B$  of  $7.18 \times 10^7$  nuclei/liters.hr, and growth rate  $G$  of 0.056 mm/hr are expected. Determine the following:

- (a) the dominant crystal size,
- (b) the number of crystals equal to or smaller than this size,
- (c) the fraction of crystals in this range, and
- (d) the product slurry concentration.
- (e) crystal size distribution of the slurry

In these calculations, assume cubic crystals with a density of  $1.769 \text{ g/cm}^3$ .