



Penerapan *spouted-bed* dalam pembuatan natrium silikat dari abu sekam padi: hidrodinamika, perpindahan massa, dan perolehan silikat

Johnner P. Sitompul^{*}
Chrismono Himawan^{**}
Agus Wanadri^{***}

^{*}Laboratorium Metodika, Perancangan, dan Pengendalian Proses; e-mail : johnner@termo.pauir.itb.ac.id

^{**}Laboratorium Teknologi Keramik; e-mail chris@che.itb.ac.id

^{***}Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung Jl. Ganesha 10 Bandung, 40132; Telp. (022)-250 0989, Fax. (022)-250 1438

Masuk: Februari 1999; revisi masuk: Maret 1999; diterima: April 1999

Sari

Telah dilakukan studi awal penerapan *spouted-bed* untuk menyelenggarakan reaksi cair-padat, NaOH-abu sekam padi guna memperoleh natrium silikat yang mencakup studi hidrodinamika, perpindahan massa, dan perolehan silikat. Korelasi kecepatan minimum *spouting* dan kriteria kestabilan *spouting* telah diperoleh lewat pengamatan sistem tak bereaksi air-abu sekam padi. Korelasi untuk koefisien perpindahan massa pada rezim transisi, Re partikel 7-25 atau Re fluida 19-254, diperoleh lewat penerapan model reaksi cair-padat dengan anggapan laju difusi NaOH dari *bulk* ke permukaan partikel sebagai pengendali. Konversi SiO_2 tertinggi yang diperoleh mencapai 62% dengan pemakaian larutan NaOH yang relatif encer, yaitu 0,8 M. Unjuk kerja ini lebih baik dibandingkan dengan hasil yang telah diperoleh peneliti terdahulu. Tawar-menawar antara konversi SiO_2 dengan perolehan rasio SiO_2/Na_2O dalam produk perlu diperhatikan berdasarkan hasil studi ini.

Kata kunci: spouted-bed, reaktor padat-cair, abu sekam padi, hidrodinamika, korelasi perpindahan massa, perolehan silikat.

Abstract

Spouted-bed reactor in producing sodium silicate from paddy husk ash: Hydrodynamics, mass transfer, and silicate yield

A laboratory-scale spouted bed reactor has been applied for producing sodium silicate from paddy husk ash and NaOH. The study covered hydrodynamics, mass transfer, and silicate-yield in the reactor. The correlation of minimum superficial spouting velocity was determined by using nonreacting paddy ash-water system. Mass transfer correlation in spouted-bed which is valid for transition regime, i.e. Reynold particle range 7-25 or Reynold fluid number 19-254, was derived from a simple model assuming the diffusion rate of NaOH from bulk to the particle surface as a determining step. Conversion of SiO_2 , equivalent to Na-silicate yield, is up to 62% using 0,8 M NaOH. This performance is significantly better than the other previous research. The study found that in producing silicate pay-off between SiO_2 conversion and SiO_2/Na_2O mol ratio should be considered.

Key words: spouted-bed, solid-liquid reactor, paddy husk ash, hydrodynamics, mass-transfer correlation, silicate yield.

1 Pendahuluan

Abu hasil pembakaran sekam padi, yang pada hakikatnya hanyalah limbah, ternyata merupakan sumber silika/karbon yang cukup tinggi. Pirolisis lebih lanjut dari hasil pembakaran sekam padi menunjukkan bahwa kandungan SiO_2 mencapai 80-90%. Yang juga menarik, 15 %-berat abu akan diperoleh dari total berat sekam padi yang dibakar (Chen and Chang, 1991, Mulyono, 1974). Pemanfaatan abu sekam padi, dengan demikian, layak untuk dipikirkan.

Salah satu upaya pemanfaatan abu sekam padi yang telah banyak dicoba adalah mereaksikannya dengan larutan NaOH untuk menghasilkan natrium silikat yang luas penggunaannya dalam industri, seperti sebagai bahan filler dalam pembuatan sabun dan detergen, bahan *adhesive*, dan *silica gel* (Kirk and Orthmer, 1969). Beberapa usaha membuat natrium silikat dari abu sekam padi telah dilakukan oleh Ali and Yi (1968) dan baru-baru ini oleh Tarigan dan Husni (1986). Keduanya menerapkan reaktor *batch* berpengaduk (*Stirred Tank Reactor*, STR) sebagai sarana

pengontakan fasa padat-cair. Permasalahan umum yang terpantau dari hasil penelitian-penelitian tersebut antara lain: (1) Harga rasio SiO_2 terhadap Na_2O dalam produk sangat rendah (lebih kecil dari 2). Padahal, Na-silikat komersial menuntut rasio lebih besar atau sekitar 3 (Kirk and Orthmer, 1969); (2) Waktu konversi yang lama dan konsentrasi larutan NaOH reaktan relatif sangat tinggi.

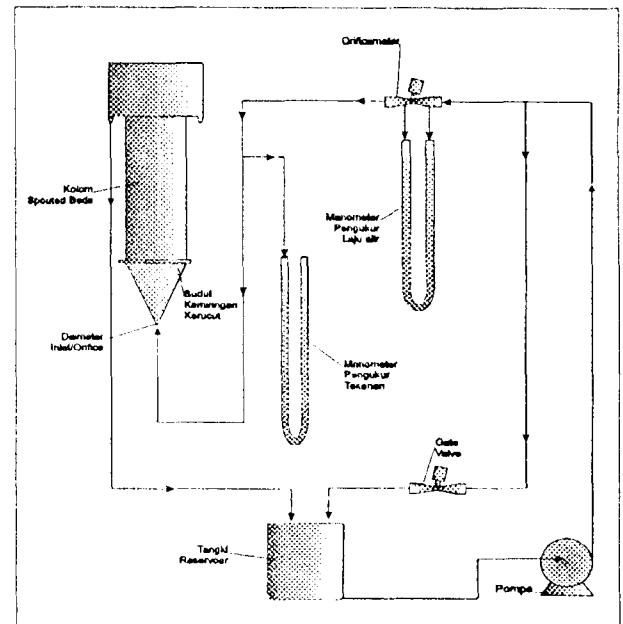
Spouted-bed (SB) merupakan suatu teknologi yang relatif baru untuk mengontakkan fluida dengan partikel kasar (Marthur and Epstein, 1974, Manurung, Saswinadi, dan Sitompul, 1988). *Spouted-bed*, seperti halnya unggun terfluidisasi, memberikan koefisien perpindahan panas dan perpindahan massa yang baik karena distribusi fluida dan partikel yang merata sepanjang reaktor. Studi pemakaian SB untuk sistem cair-padat ternyata masih jarang dilakukan dan beberapa penelitian tentang sistem ini pada umumnya diarahkan untuk mempelajari hidrodinamika, seperti yang dilakukan oleh Grbavcic *et al.* (1976) dan Trisnohadi (1976).

Penelitian ini dirancang dengan landasan dugaan bahwa penerapan SB untuk menyelenggarakan reaksi cair-padat, dalam hal ini abu sekam padi dengan larutan NaOH, diharapkan dapat mengatasi permasalahan yang muncul dalam penelitian terdahulu. Ini berkaitan dengan jaminan lebih intimnya kontak padat-cair dalam SB dibandingkan dengan dalam STR, sekaligus memungkinkan *enhancement* gradien konsentrasi akibat operasi yang bersifat semi-kontinu (fluida tersirkulasi). Parameter-parameter utama keberhasilan penerapan *spouted-bed*, dengan demikian, adalah (1) tingginya konversi SiO_2 menghasilkan Na-silikat, (2) harga rasio SiO_2 terhadap Na_2O yang diharapkan memasuki daerah rasio Na-silikat komersial, (3) waktu konversi yang singkat, dan (4) kemungkinan pemakaian larutan NaOH encer sebagai pereaksi. Hal lain yang ingin dipelajari adalah hidrodinamika SB penyelenggara reaksi padat-cair yang dapat dipastikan cukup rumit mengingat perubahan ukuran partikel setiap waktu akibat reaksi.

Dalam tulisan ini akan ditampilkan hasil penelitian berupa tahap awal penerapan *spouted-bed* sebagai reaktor (diameter kolom 5 cm) untuk melangsungkan reaksi padat-cair sistem abu sekam padi-NaOH. Mula-mula hidrodinamika *spouted-bed* untuk sistem tak bereaksi, abu sekam padi-air, dipelajari sebagai acuan sistem reaksi padat-cair. Peristiwa perpindahan massa dipelajari lewat dinamika harga koefisien perpindahan massa yang diperoleh dari percobaan dengan menerapkan suatu model perpindahan massa dalam reaktor *spouted-bed*. Pada bagian akhir, berbagai parameter keberhasilan yang telah diungkapkan di atas akan diulas.

2 Metodologi penelitian

Skema rangkaian peralatan percobaan yang dipakai dalam penelitian ini ditampilkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Skema rangkaian alat *spouted-bed* sistem padat-cair

Kolom *spouted-bed* berdiameter 5 cm memiliki bagian bawah berbentuk kerucut terpancung dan dilengkapi dengan orifice. Perbandingan diameter orifice terhadap diameter kolom bervariasi antara 0,1 dan 0,2. Sudut kerucut yang dipakai adalah 60° dan 45° . Kolom *spouted bed* dilengkapi dengan manometer pengukur beda tekanan sepanjang kolom dan kran untuk buangan padatan di bagian bawah. Laju alir fluida masuk ke kolom diatur oleh *needle valve*. Tangki penampung (*reservoir*) berkapasitas 1 liter, dilengkapi dengan pemanas dan pengendali temperatur.

Ukuran partikel abu sekam padi yang dipakai berkisar antara 28 dan 40 mesh, yang merupakan rentang abu sekam padi dari lapangan. Konsentrasi NaOH yang diujikan bervariasi dari 0,2 M sampai dengan 0,8 M.

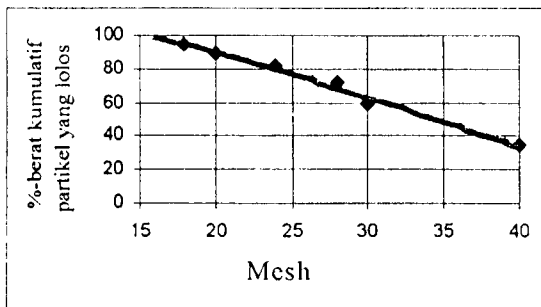
Hidrodinamika *spouted-bed* dipelajari terlebih dahulu dengan mengalirkan air (fluida) ke unggun abu sekam padi. Untuk sistem dengan reaksi, abu sekam padi mengalami perlakuan awal (*pretreatment*) terlebih dahulu, baik dalam bentuk pemanasan untuk menghilangkan sisa-sisa karbon dan perlakuan secara kimiawi untuk penghilangan oksida selain SiO_2 (Alex dan Wanadri, 1996). Kestabilan *spouting* diamati untuk berbagai variasi geometri peralatan (perbandingan diameter orifice dan diameter kolom, sudut kerucut) dan ukuran partikel padatan. Profil laju superficial minimum saat terjadinya *spouting* akan diperoleh dari rangkaian pengamatan ini.

Untuk sistem bereaksi, temperatur dipertahankan pada sekitar 80 °C. Selanjutnya, dipelajari konversi SiO₂ dan rasio SiO₂/Na₂O, sebagai fungsi variabel geometri alat, ukuran partikel, dan konsentrasi NaOH. Tempuhan pembeding berupa penyeclegaraan reaksi di dalam STR dilaksanakan selama 2 jam pada temperatur 80 °C dan putaran 200 rpm dengan jumlah sekam padi 10 gram dan konsentrasi NaOH 0,8 M.

Analisis sampel untuk mengetahui NaOH yang bereaksi dilakukan dengan metode titrimetri asam-basa, sedangkan analisis terhadap gugus SiO₂ dilaksanakan lewat metode spektrometri (Alex dan Wanadri, 1996).

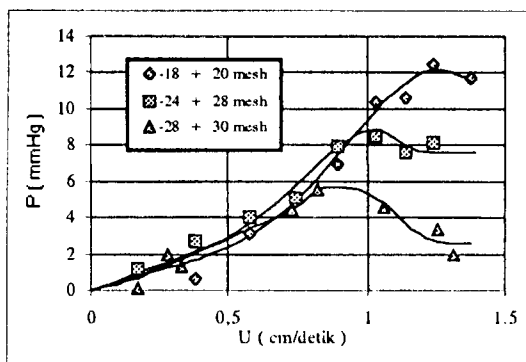
3 Hasil dan pembahasan

Distribusi ukuran partikel abu sekam padi dari lapangan yang digunakan dalam penelitian ini ditampilkan dalam Gambar 2. Hasil ini menunjukkan bahwa partikel padi didominasi oleh ukuran 20-30 mesh, dan hasil fraksi berat kumulatif di atas juga hampir sama dengan hasil peneliti terdahulu (Tarigan dan Husni, 1986).

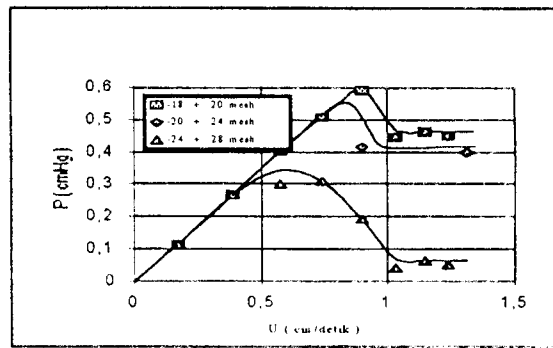


Gambar 2 Kurva distribusi partikel abu sekam padi

Hasil studi hidrodinamika abu sekam padi-air untuk variasi diameter partikel ditampilkan dalam Gambar 3 dan 4, yang berturut-turut untuk sudut kerucut 60° dan 45°. Kedua gambar tersebut menunjukkan karakteristik *spouted-bed* (Marthur and Epstein, 1974, Trisnohadi, 1976).



Gambar 3 Penentuan laju *spouting* minimum (U_{ms}) untuk sudut kerucut 60°



Gambar 4 Penentuan U_{ms} untuk sudut kerucut 45°

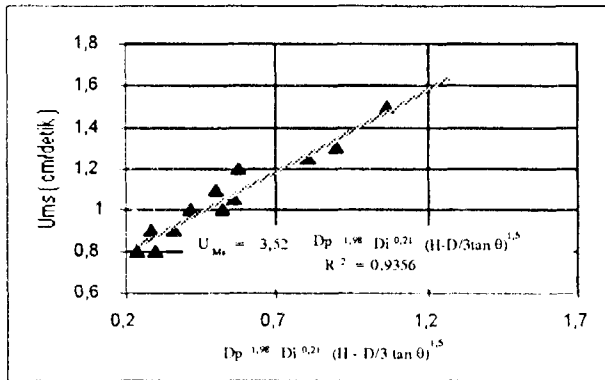
Gambar 3 dan 4 juga mengungkapkan bahwa diameter partikel kecil akan memberikan penurunan tekanan unggun (ΔP) yang besar. Ini disebabkan berkurangnya fraksi lowong unggun pada ukuran partikel yang lebih kecil. Hasil percobaan lain tentang hidrodinamika yang signifikan adalah bahwa unggun dengan ukuran partikel 30-40 mesh (0,72 mm) mengalami *spouting* untuk rentang kecepatan yang sangat kecil. Hal ini mendukung penemuan Marthur and Epstein (1974) yang menyatakan bahwa ukuran partikel minimum untuk menghasilkan *spouting* yang baik adalah partikel dengan diameter (D_p) > 1 mm.

Studi hidrodinamika ini selanjutnya dirangkum dalam bentuk persamaan kecepatan minimum *spouting* yang menampilkan harga laju superficial minimum sebagai fungsi variabel yang berkaitan dengan geometri kolom, ukuran partikel, dan tinggi unggun. Keputusan untuk memilih variabel yang berpengaruh diperoleh lewat diskriminasi berbagai persamaan yang mungkin cocok, seperti diungkapkan oleh peneliti terdahulu (Alex dan Wanadri, 1996). Metode kuadrat terkecil (*least square*) diterapkan sebagai kriteria pencocokan persamaan beserta parameternya dengan hasil eksperimen (Gambar 5). Persamaan yang diperoleh adalah sebagai berikut:

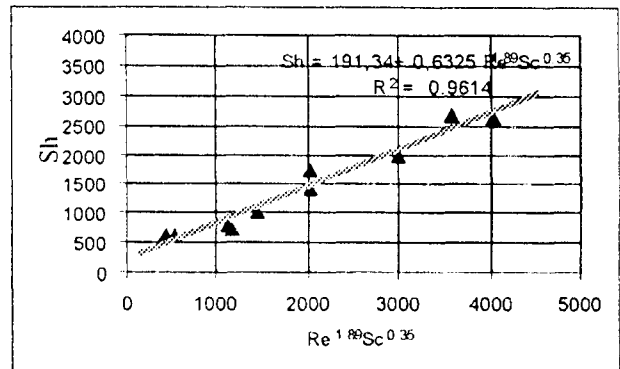
$$U_{ms} = 3,52 D_p^{1,98} D_o^{0,21} (H - \frac{D_o}{3} \tan \theta)^{1,5} \text{ (dalam cgs)} \dots (1)$$

dengan D adalah diameter kolom, D_p diameter partikel, D_o diameter *orifice*, H tinggi unggun, dan θ sudut kerucut (*cone*).

Korelasi ini memasukkan parameter sudut kerucut ($\tan \theta$) seperti halnya korelasi Brunello *et. al.* dan Manurung (Marthur and Epstein, 1974), untuk percobaan yang menggunakan sistem udara-partikel. Penelitian oleh Ronney and Horison (Marthur and Epstein, 1974) untuk sistem air-partikel tidak menurunkan korelasi U_{ms} . Dengan demikian, korelasi U_{ms} di atas, sepanjang pengetahuan penulis merupakan korelasi pertama untuk sistem padat-cair.



Gambar 5 Penentuan laju minimum *spouting* (dalam cgs)



Gambar 6 Penentuan korelasi perpindahan massa

Upaya mempelajari peristiwa perpindahan massa dilakukan dengan terlebih dahulu membangun model perpindahan massa untuk sistem reaksi yang ditinjau. Penurunan persamaan ini dapat ditemukan dalam tulisan terdahulu (Sitompul dan Wanadri, 1996). Anggapan utama yang diterapkan dalam model ini adalah reaksi di permukaan partikel padat dan laju difusi produk dari permukaan partikel berlangsung sedemikian cepat hingga laju difusi NaOH dari *bulk* ke permukaan fluida bertindak sebagai pengendali. Hal lain yang perlu diperhatikan adalah bahwa berbagai reaksi yang mungkin terjadi dalam peristiwa ini diwakili oleh satu reaksi sederhana. Ini berkaitan dengan tujuan penelitian yang difokuskan kepada pengamatan perolehan silikat. Penerapan model yang melibatkan banyak reaksi akan memunculkan lebih banyak parameter yang harus dicari. Tentu saja hal ini akan menuntut pengukuran-pengukuran yang lebih rinci.

Korelasi perpindahan massa yang diperoleh dari serangkaian percobaan adalah sebagai berikut (Lihat Gambar 6 untuk aluran regresinya).

$$Sh = 191,34 + 0,6325 Sc^{0,35} Re^{1,89} \quad (2)$$

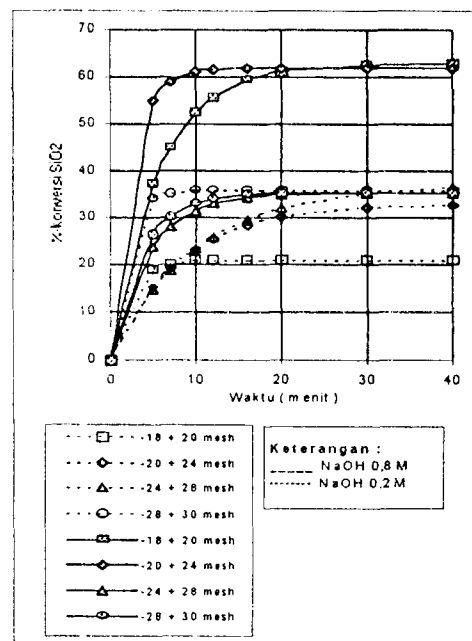
Korelasi ini berlaku untuk rentang Re partikel 7-25 atau untuk bilangan Re fluida (Re_f) 19-254. Rentang bilangan Re ini merupakan daerah aliran transisi. Rowe dan Claxton (Marthur dan Epstein, 1974) menurunkan korelasi perpindahan massa untuk *spouted-bed* dari analogi perpindahan panas dan diperoleh

$$Sh = A + 0,6325 Sc^{0,33} Re_f^{0,55} \text{ untuk aliran turbulen dan}$$

$$Sh = 0,42 + 0,35 Re_f^{0,8} \text{ untuk aliran transisi } (Re_f < 100)$$

Korelasi dari hasil penelitian ini memberikan faktor yang cukup besar pada keadaan tanpa aliran, yang mungkin diakibatkan oleh adanya efek reaksi yang dominan.

Konversi SiO_2 sebagai indikator perolehan Na-silikat ditampilkan pada Gambar 7 dan 8 untuk kemiringan kerucut 60° dan 45° . Diameter partikel dan konsentrasi NaOH ditampilkan sebagai parameter. Konsentrasi NaOH sekitar 0,6-0,8 M memberikan perolehan Na-silikat sekitar 60% untuk diameter partikel 18-24 mesh. Ukuran partikel yang lebih kecil, 24-28 mesh, ternyata menurunkan konversi untuk konsentrasi NaOH yang sama. Hal ini memperkuat dugaan bahwa hidrodinamika SB terganggu akibat pengurangan ukuran partikel selama reaksi, dan mungkin daerah *spouting* lebih banyak dibandingkan dengan daerah anulus, yang menyerupai *fixed bed*. Pengamatan visual menunjukkan bahwa penerapan diameter kecil mengakibatkan banyaknya partikel abu di bagian atas reaktor (*fountain*). Efek *backmixing* sangat dominan yang menyerupai STR dan juga faktor sirkulasi NaOH yang sangat kurang ternyata mendukung fenomena ini.

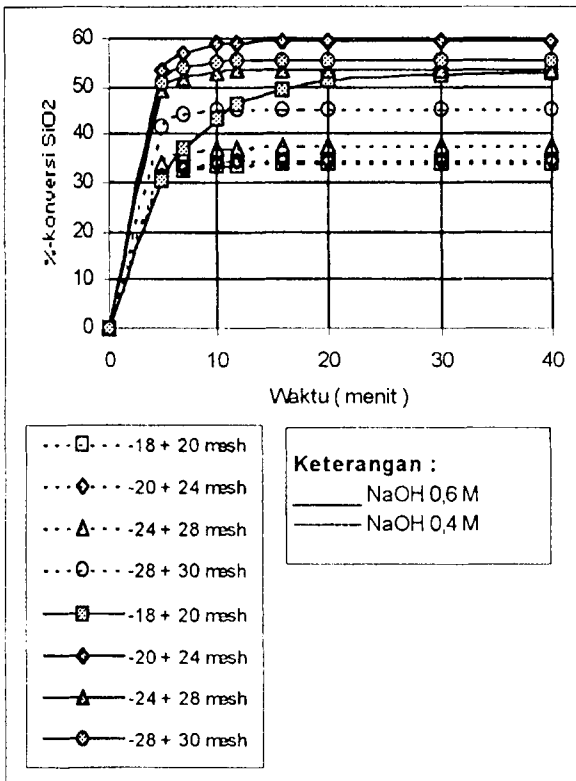


Gambar 7 Kurva konversi abu sekam padi untuk sudut kerucut 60°

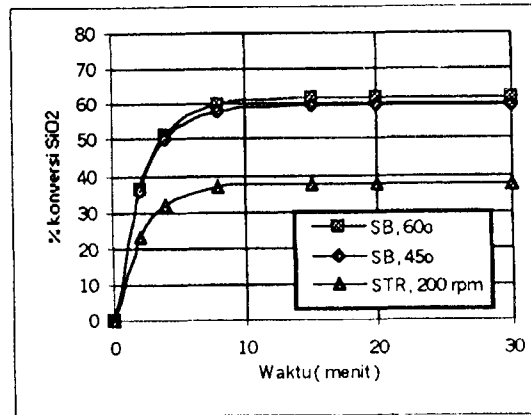
%-konversi SiO_2

Gam

Perolehan untuk mesh. konsentrasi yang 0, Yi, 19 tersebut dicapai Reynol Keunggulan dengan sekam nyata pembawa 2 kali ternyata fluida terhadap *backmixing* koefisien dibantu konversi Hasil rasio ditamp



Gambar 8 Kurva konversi abu sekam padi untuk sudut kerucut 45°

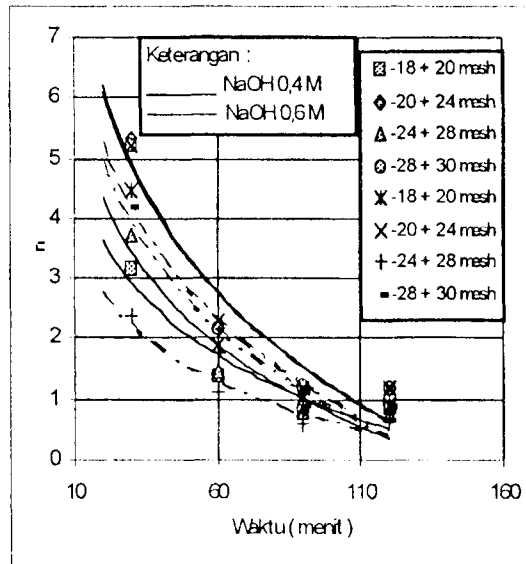


Gambar 9 Perbandingan perolehan silikat dalam SB dan STR untuk ukuran partikel sama

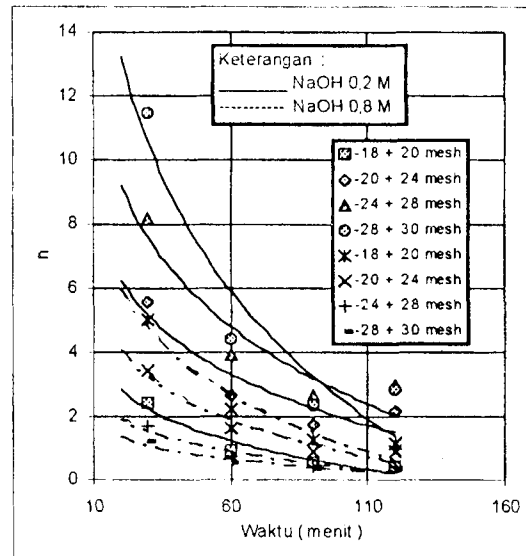
Perolehan Na-silikat maksimum adalah sebesar 62% untuk sudut kerucut 60° dan ukuran partikel 20-40 mesh. Konversi maksimum ini dicapai dengan konsentrasi NaOH 0,8 M. Ini lebih baik daripada hasil yang dicapai peneliti terdahulu dengan STR (Ali and Yi, 1968, Tarigan dan Husni, 1986). Pada penelitian tersebut konversi maksimum sebesar ini hanya dapat dicapai dengan konsentrasi NaOH 1,5 M dan bilangan Reynold fluida yang sangat tinggi (di atas 10.000).

Keunggulan pencrapan *spouted-bed* dibandingkan dengan STR untuk memperoleh Na-silikat dari abu sekam padi, ditinjau dari aspek konversi SiO₂, tampak nyata dengan memperhatikan unjuk kerja tempuhan pambanding. Perolehan Na-silikat di dalam SB hampir 2 kali perolehan silikat dalam STR (Gambar 9). Jadi, ternyata benar dugaan tentang keefektifan sirkulasi fluida dalam SB yang memungkinkan *enhancement* terhadap gradien konsentrasi serta pengurangan efek *backmixing*. Secara kuantitatif diperoleh bahwa koefisien perpindahan massa 12,0 g/cm².menit dibandingkan dengan 22,5 g/cm².menit untuk SB pada konversi maksimum.

Hasil eksperimen penting yang lain adalah dinamika rasio SiO₂/Na₂O selama percobaan berlangsung yang ditampilkan pada Gambar 10.



(A)



(B)

Gambar 10 Dinamika rasio SiO₂ terhadap Na₂O untuk sudut kerucut 60° (A) dan 45° (B)

Rasio tinggi (yang diinginkan) terjadi bila reaksi terselesaikan pada waktu kurang dari 60 menit, pada saat perolehan silikat sudah hampir konstan. Rasio tinggi, sekitar 3,2, ternyata diperoleh pada pemakaian larutan NaOH encer 0,2 M. Sayangnya, konversi untuk pemakaian NaOH encer ini rendah, yaitu sekitar 35% seperti yang ditampilkan dalam Gambar 7.

5 Kesimpulan

Studi hidrodinamika abu sekam padi dengan fluida air menunjukkan bahwa *spouting* yang baik dengan rentang Reynold partikel yang cukup besar diperoleh bila diameter partikel abu sekam padi lebih besar dari 0,72 mm (30-40 mesh). Kecepatan minimum *spouting* untuk studi hidrodinamika abu sekam padi-air telah terangkum dalam bentuk persamaan.

Pemodelan perpindahan massa dalam rezim transisi, Re partikel 7 sampai 25, memberikan korelasi perpindahan massa yang mendekati korelasi Rowe and Claxton (Marthur and Epstein, 1974) untuk aliran transisi, dengan catatan bahwa harga perpindahan massa tanpa aliran ($Re=0$) cukup tinggi sebagai akibat adanya reaksi dalam sistem ini. Penelitian untuk rentang Re yang lebih besar (rezim turbulen) perlu dilakukan untuk penelitian yang akan datang. Selain itu, sangat diperlukan upaya mendapatkan kejelasan tentang reaksi yang sebenarnya terjadi.

Aplikasi tahap awal reaktor *spouted-bed* (diameter kolom 5 cm) untuk reaksi padat-cair menunjukkan hasil yang cukup menggembirakan, seperti perolehan silikat yang relatif tinggi sekitar 62% untuk konsentrasi NaOH 0,8 M. Ini adalah tampilan unjuk kerja yang lebih baik daripada hasil-hasil penelitian sebelumnya dan ditegaskan ulang oleh tempuhan perbandingan.

Dugaan sangat kuat mengenai terganggunya hidrodinamika partikel (sehingga jauh dari sifat *spouting*) akibat perubahan ukuran diameter partikel selama reaksi diperoleh secara tidak langsung dari catatan tentang konversi SiO_2 untuk berbagai ukuran partikel dan konsentrasi NaOH. Pemakaian partikel pendukung yang tepat untuk menjaga kehomogenan unggun dan/atau pemakaian *draft tube* akan memberikan daerah *spouting* yang stabil (Nitta and Morgan III, 1992)

Rasio SiO_2/Na_2O yang tinggi dalam produk tercapai saat perolehan silikat hampir konstan. Rasio semakin kecil bila waktu reaksi semakin lama. Sayangnya, ditemui bahwa kondisi untuk mendapatkan rasio SiO_2/Na_2O yang tinggi mengakibatkan perolehan silikat rendah dalam reaktor *spouted-bed*. Tawar-menawar untuk kedua parameter ini selanjutnya perlu mendapat perhatian.

6 Ucapan terima kasih

Penelitian ini terlaksana atas bantuan dana dari Lembaga Penelitian ITB melalui kontrak No. 1398/PT07.08/N/ 1995.

7 Daftar pustaka

- Alex, J. dan Wanadri, A., *Perolehan Natrium Silikat dari Abu Sekam Padi dalam Spouted-Bed, Laporan Penelitian, Jurusan Teknik Kimia ITB, 1996.*
- Ali, R. and Yi, M-K, Production of Sodium Silicate from Paddy Husk, Union Burma, *J. Sci. Technology*, pp. 149-153, 1968.
- Chen, J-M and Chang, F-W, The Chlorination Kinetics of Rice Hull, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **30**, pp. 2241-2247, 1991.
- Grbavcic Z.B., Vukovic, D.V., Zdanski, F.K., and Litmann, H., The Fluid Flow Pattern, Minimum Spouting Velocity and Pressure Drop in Spouted-Beds, *Can. J. Chem. Eng.*, **54**, pp.33-40, 1976.
- Kirk and Orthmer, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 2nd Ed., 18, John Wiley and Son Inc., USA, 1969.
- Manurung, R., Sasmojo, S., Sitompul, J., *Sistem Pengerian Unggun Pancar dengan Sumber Pemanas Energi Biomassa, Laporan Penelitian No 9407188 ITB, 1988*
- Marthur, K.B. and Epstein, N., *Spouted Beds*, Academic Press, NY, 1974.
- Mulyono H.A., Studi Termo-Ekonomi terhadap Pengolahan Natrium Silikat dari Sekam Padi, *Laporan Penelitian Kerja Utama, Departemen Teknologi Kimia, 1974.*
- Nitta, E.V. and Morgan III, M.H., Particle Circulation and Liquid Bypassing in Three Phase Draft Tubed Spouted Beds, *Chem. Eng. Sci.*, **47**, pp. 3459-3466, 1992
- Sitompul, J.P. dan Wanadri, A., Perolehan Silikat dari Abu Sekam Padi dalam Spouted-Bed: Efek Perpindahan Massa, *Jurnal Mesin*, **XI**, no.2, 1996.
- Tarigan, R. dan Husni, M., *Pemanfaatan Abu Sekam Padi Limbah Pedesaan untuk Pembuatan Sodium Silikat, Laporan Penelitian, Jurusan Teknik Kimia ITB, 1986.*
- Trisnohadi, A., *Suatu Percobaan Spouted-Beds Sistem Cair-Padat, Laporan Kerja Utama, Departemen Teknologi Kimia ITB, 1976.*