

KINETIKA HIDROLISIS MINYAK BIJI KAPUK DENGAN LARUTAN NATRIUM KARBONAT DALAM REAKTOR ALIR TANGKI BERPENGADUK

REACTION KINETICS OF HYDROLYSIS OF KAPUK SEED OIL
USING SODIUM CARBONATE SOLUTION IN A CONTINUOUS
STIRRED TANK REACTOR

Tuty Emilia Agustina¹, Ida Bagus Agra², dan M. Fahrurrozie²

Program Studi Teknik Kimia
Program Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada

ABSTRACT

Kapuk (*Ceiba pentandra*) seed oil can be hydrolyzed to produce soap and glycerol. The hydrolysis of kapuk seed oil has been studied using a heterogeneous reaction approach.

Hydrolysis of kapuk seed oil with sodium carbonate solution was carried out in a continuous stirred tank reactor. The experiment was started with filling the reactor with sodium carbonate solution and heated to the desired temperature. At the same time, the kapuk seed oil was heated to the desired temperature in a flask. Then, the heated kapuk seed oil was added into the reactor at a certain ratio value so that the total volume of the liquid was 1000 mL. The feed of sodium carbonate solution and the feed of kapuk seed oil were added separately with a certain volumetric flowrate into the reactor. During the process, the temperature of the reaction was kept constant using a waterbath. After steady state condition was reached, the sample was taken to determine the the glycerol content.

The mass transfer coefficient (k_2) and reaction rate constant (k_1) values, were calculated using regression and least square methods. Based on the value of k_1 , k_2 , and Reynolds index, it was found that chemical reaction and mass transfer steps, both controlled the hydrolysis process. The chemical reaction constant could be expressed as Arrhenius equation :

$$k_1 = (1,6002 \times 10^{-6}) \exp -715,2623/T$$

with an experimental error of $\pm 1,26\%$, and the relationship between the mass transfer coefficient with the speed of agitation (N), could be presented as :

$$k_2 = (3,7525 \times 10^{-3}) N^{0,0996}$$

with an experimental error of $\pm 0,04\%$.

The relative favorable process condition was 50 minutes of resident time, temperature of 55°C , speed of agitation of 260 rpm, and sodium carbonate-oil equivalent ratio of 2,31. Under this condition the glyceride conversion was 33,41%.

Keywords : kapuk seed oil - sodium carbonate - kinetics

¹ Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya, Palembang

² Fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

PENGANTAR

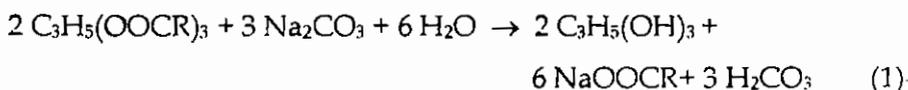
Tanaman kapuk (*Ceiba pentandra*) merupakan salah satu tanaman yang mudah tumbuh di daerah tropis seperti Indonesia. Hasil utama yang dipungut dari tanaman ini adalah serat kapuknya yang bisa digunakan sebagai pengisi kasur, isolator, peredam suara, alat-alat pelampung, baju dingin, alat-alat olahraga, boneka, dan lain-lain. Kayu pohon kapuk dapat digunakan sebagai kayu bakar, tetapi biji kapuk belum banyak dimanfaatkan, bahkan sering hanya dibuang begitu saja. Biji kapuk bisa diambil minyaknya dengan cara pengempaan. Karena susunannya tidak banyak berbeda dengan minyak biji kapas, maka minyak biji kapuk bisa dipakai sebagai pengganti minyak biji kapas pada pembuatan sabun dan minyak makan setelah melalui pengolahan secara khusus.

Pembuatan sabun sudah dikenal sejak dahulu kala, yang prinsip dasarnya sampai sekarang belum berubah, yaitu penyabunan asam lemak dengan alkali, baik asam lemak yang terdapat dalam keadaan bebas maupun asam lemak yang terikat sebagai minyak atau lemak (gliserid). Hidrolisis gliserid dengan alkali disebut juga saponifikasi yang menghasilkan sabun dan gliserol, yang banyak digunakan dalam industri *alkyd resins*, makanan, obat-obatan, kosmetik, bahan peledak, minyak pelumas, dan lain-lain (Austin, 1984).

Asam lemak yang bergabung dengan satu gliserol membentuk minyak netral yang disebut trigliserid. Asam lemak yang biasanya bergabung dengan gliserol adalah asam laurat, asam miristat, asam palmitat, asam stearat, dan asam oleat. Ketika molekul minyak atau lemak terputus dengan salah satu dari gugus OH, saponifikasi dikatakan telah terjadi dan terbentuk senyawa baru, yaitu sabun dan gliserol (Thomssens and McCutcheon, 1949).

Kebanyakan sabun dibuat dengan reaksi saponifikasi ini. Lemak atau minyak dimasak dalam natrium hidroksid encer sampai terhidrolisis sempurna. Penambahan natrium klorid ke dalam campuran menyebabkan sabun terpisah membentuk lapisan cairan dan lapisan padatan. Setelah sabun dipisahkan, gliserol dapat dipisahkan dari fase cairan, antara lain dengan destilasi (Solomons, 1990).

Pada penelitian ini digunakan larutan natrium karbonat untuk menyabunkan minyak, sehingga reaksi yang terjadi adalah :



Menurut Walas (1959) pembentukan sabun dari larutan alkali encer dengan lemak atau asam lemak merupakan reaksi heterogen fase cair-cair. Minyak dan air merupakan dua zat yang tidak bisa bercampur dengan baik pada suhu lingkungan, sehingga hidrolisis alkali ini melibatkan dua proses yang terjadi secara seri, yaitu perpindahan massa dan reaksi kimia. Untuk menentukan langkah yang mengendalikan proses, maka diajukan model reaksi heterogen. Kemungkinan langkah-langkah reaksi yang terjadi selengkapnya adalah sebagai berikut.

Perpindahan massa volumetris larutan Na_2CO_3 dari fase air ke antarfase :

$$N_B = k_{B1a}(C_B - C_{B1i1}) \quad (2)$$

Keseimbangan pada antarfase :

$$C_{B1i1} = mC_{B1i2} \quad (3)$$

Perpindahan massa volumetris larutan Na_2CO_3 dari antarfase ke fase minyak :

$$N_B = k_{B2a}(C_{B1i2} - C_{B2}) \quad (4)$$

Bila persamaan (3) disubstitusi ke persamaan (2), diperoleh :

$$N_B = k_{B1a}(C_B - mC_{B1i2}) \quad (5)$$

Penggabungan persamaan (4) dengan persamaan (5), memberikan :

$$N_B = \frac{\left(\frac{C_B}{m} - C_{B2}\right)}{\left(\frac{1}{mk_{B1a}} + \frac{1}{k_{B2a}}\right)} \quad (6)$$

Jika $\frac{1}{Ka} = \frac{1}{mk_{B1a}} + \frac{1}{k_{B2a}}$

dengan Ka = koefisien perpindahan massa volumetris menyeluruh, maka persamaan (6) menjadi :

$$N_B = Ka\left(\frac{C_B}{m} - C_{B2}\right) \quad (7)$$

Reaksi larutan Na_2CO_3 dengan minyak dalam fase minyak :

$$r = k_r C_A C_{B2} \quad (8)$$

Pada keadaan ajeg, N_B dari persamaan (7) = r pada persamaan (8).

$$Ka\left(\frac{C_B}{m} - C_{B2}\right) = k_r C_A C_{B2}$$

$$C_{B2} = \frac{\frac{C_B}{m} Ka}{k_r C_A + Ka} \quad (9)$$

Dengan mensubstitusikan persamaan (9) ke persamaan (8), didapat :

$$r = \frac{C_A C_B}{\left(\frac{m}{k_r} + \frac{m C_A}{Ka}\right)} \quad (10)$$

Persamaan (17) dapat ditulis dalam bentuk :

$$r_o = k_o C_A C_B \quad (11)$$

dengan r_o = kecepatan menyeluruh, dan

$$\frac{1}{k_o} = \frac{m}{k_r} + \frac{m C_A}{Ka} \quad (12)$$

Persamaan (12) dapat disederhanakan menjadi :

$$\frac{1}{k_o} = \frac{1}{k_1} + \frac{C_A}{k_2} \quad (13)$$

dengan $k_1 = \frac{k_r}{m}$ dan $k_2 = \frac{Ka}{m}$

Neraca massa minyak dalam reaktor :

Rate of input - Rate of output - Rate of reaction = Rate of accumulation

$$Fv C_{AO} - Fv C_A - V_R (-r_A) = 0 \quad (14)$$

atau setelah diatur persamaan (14) menjadi :

$$\frac{V_R}{Fv} = \frac{C_{AO} - C_A}{(-r_A)} \quad (15)$$

Pada konversi X_A bagian, yaitu perbandingan antara mol A yang bereaksi dengan jumlah mol A mula-mula, maka konsentrasi A dapat dinyatakan :

$$C_A = C_{AO} (1 - X_A) \quad (16)$$

Jika $M = \frac{C_{BO}}{C_{AO}}$, maka dari persamaan reaksi (1) didapat :

$$C_B = C_{AO} (M - X_A) \quad (17)$$

Kalau persamaan (11) disubstitusikan ke persamaan (15), diperoleh :

$$\frac{V_R}{FV} = \frac{C_{AO} - C_A}{k_0 C_A C_B} \quad (18)$$

Substitusi persamaan (13), (16), dan (17) ke persamaan (18), menghasilkan :

$$\frac{V_R}{FV} = \left(\frac{1}{k_1} + \frac{C_{AO}(1 - X_A)}{k_2} \right) \left(\frac{X_A}{C_{AO}(1 - X_A)(M - X_A)} \right) \quad (19)$$

Dengan data hubungan antara konversi X_A dengan berbagai kecepatan alir umpan Fv dan persamaan (19), nilai k_1 dan k_2 dapat dihitung dengan cara regresi.

Pada saponifikasi minyak ini, kecepatan reaksi keseluruhan dipengaruhi oleh kecepatan difusi dan kecepatan reaksi kimia. Jika salah satu langkah berlangsung cepat, sedangkan langkah yang lain berlangsung lambat, maka kecepatan reaksi heterogen ditentukan oleh langkah yang sangat lambat (Warnijati, 1986).

Dengan konsep bahwa kecepatan sebanding dengan kebalikan tahanan, maka tahanan yang terbesar lah yang akan menentukan atau mengontrol jalannya proses keseluruhan. Tahanan keseluruhan (R_t) suatu proses merupakan penjumlahan tahanan konversi atau reaksi kimia (R_k) dan tahanan difusi (R_d). Dengan demikian persamaan (13) dapat dinyatakan dengan :

$$R_t = R_k + R_d \quad (20)$$

dengan :

$$R_t = \frac{1}{k_0}, \quad R_k = \frac{1}{k_1}, \quad \text{dan} \quad R_d = \frac{C_A}{k_2}$$

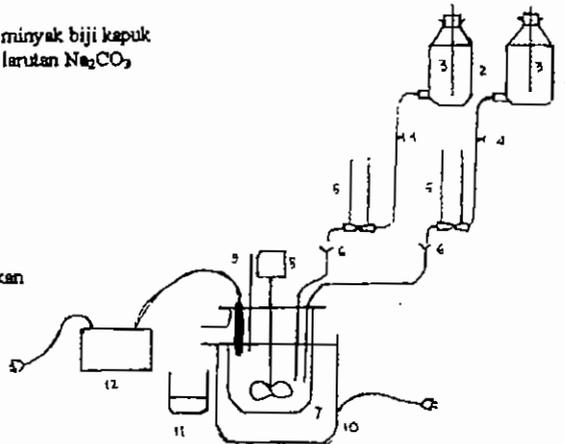
CARA PENELITIAN

Bahan baku penelitian berupa minyak biji kapuk dibeli dari PT Subali Makmur di Semarang. Dari analisis diketahui rapat rata-rata minyak 0,9160 g/mL, kadar air, 0,97%, bilangan iodium 94,0811 mg l/g minyak, ekuivalen asam lemak total 3,3479 mgek/g minyak, dan ekuivalen asam lemak bebas 0,1123 mgek/g minyak.

Natrium karbonat teknis diperoleh dari toko bahan kimia Asia Lab di Yogyakarta.

Rangkaian alat selengkapnya dapat dilihat pada gambar 1.

1. Botol pengumpulan minyak biji kapuk
2. Botol pengumpulan larutan Na_2CO_3
3. Pipa kapiler
4. Kran
5. Orificemeter
6. Corong
7. Reaktor
8. Motor pengaduk
9. Termometer
10. Pemanas air
11. Penampung cuplikan
12. PHmeter elektrik



Gambar 1. Rangkaian alat pembuatan sabun secara sinambung

Mula-mula reaktor diisi dengan umpan awal larutan Na_2CO_3 sejumlah yang diinginkan.. Berikutnya pemanas air diatur pada suhu yang diinginkan dan pengaduk dihidupkan. Setelah larutan Na_2CO_3 mencapai suhu yang diinginkan, dimasukkan umpan awal minyak biji kapuk yang sebelumnya telah dipanaskan sampai suhu yang sama dengan suhu umpan awal larutan Na_2CO_3 . Jumlah minyak biji kapuk dan larutan Na_2CO_3 diatur agar volum totalnya 1000 mL. Bersamaan dengan itu dialirkan umpan minyak biji kapuk dan larutan Na_2CO_3 dengan kecepatan volum tertentu. yang diatur dengan kran. Selama reaksi, pengadukan terus dijalankan dan suhu dipertahankan tetap memakai pemanas air. Setelah proses dijalankan kurang lebih satu jam, dicapai keadaan ajeg yang ditandai dengan bilangan pada penunjuk pH meter elektrik yang relatif konstan. Percobaan diteruskan selama 15 menit, kemudian diambil cuplikan.

Cuplikan yang diperoleh membentuk lapisan cairan dan lapisan padatan yang berupa sabun. Mula-mula sabun dipisahkan dari cuplikan dengan menggunakan corong pemisah. Setelah sabun dipisahkan, fase cairan dianalisis kadar gliserolnya dengan metode oksidasi natrium periodat (Official Methods and Recommended Practise, AOCS, 1990).

Peubah-peubah yang dipelajari meliputi waktu, suhu, dan kecepatan pengadukan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh waktu tinggal dan suhu reaksi

Tabel 1. menunjukkan bahwa konversi gliserol semakin besar dengan bertambahnya waktu tinggal dan suhu reaksi.

Tabel 1. Pengaruh waktu tinggal dan suhu reaksi
(kecepatan pengadukan 260 ppm, perbandingan umpan 2,31 mgek larutan Na_2CO_3 /mgek minyak)

Waktu tinggal, menit	Konversi, bagian, pada suhu, K				
	308	313	318	323	328
39,5	0,2335	0,2391	0,2415	0,2467	0,2591
41,7	0,2423	0,2476	0,2509	0,2522	0,2647
43,1	0,2588	0,2592	0,2612	0,2706	0,2749
45,5	0,2753	0,2791	0,2820	0,2851	0,2895
47,2	0,3130	0,3143	0,3167	0,3178	0,3193
50,0	0,3266	0,3272	0,3292	0,3320	0,3341
$k_1 \times 10^3$	1,5804	1,6358	1,6669	1,7150	1,8433
$k_2 \times 10^3$	6,5197	6,7550	6,8873	7,0903	7,6347
Rk	632,7512	611,3217	599,9160	583,0904	542,5053
Rd	341,0561	327,9620	320,4836	308,9911	285,0843
Ralat rerata, %	3,72	2,86	2,79	3,48	2,15

Waktu tinggal yang makin panjang memberikan kesempatan yang lebih luas kepada molekul-molekul zat pereaksi untuk saling bertumbukan, dan begitu juga dengan meningkatnya suhu, gerakan molekul-molekul bertambah, sehingga kecepatan reaksi bertambah. Dengan demikian konversi menjadi makin besar.

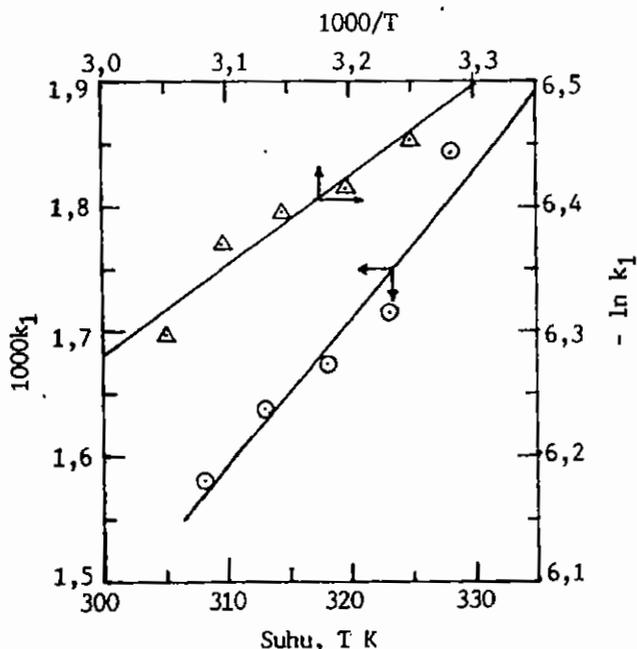
Konstante kecepatan reaksi (k_1) bertambah besar dengan meningkatnya suhu (Tabel 1). Peningkatan suhu 10°C memperbesar nilai k_1 1,0588-1,0625 kali. Hubungan antara konstante kecepatan reaksi dengan suhu dilukiskan pada gambar 2 dan kaitan antara $-\ln k_1$ dengan $1/T$ dinyatakan dengan persamaan :

$$-\ln k_1 = 714,3/T + 4,1387 \quad (21)$$

atau setelah diubah menjadi :

$$k_1 = 0,015954 \exp.(-714,3/T) \quad (22)$$

Apabila persamaan (21) digunakan untuk menghitung nilai k_1 maka kesalahan rata-rata k_1 hasil penelitian adalah $\pm 1,29\%$.



Gambar 2. Pengaruh suhu

Jelas tampak bahwa pengaruh suhu terhadap konstante kecepatan reaksi mengikuti persamaan Arrhenius dengan nilai faktor frekuensi (A) 0,01594 mL/[(mgek)(menit)] dan tenaga pengaktif 1419,3 cal/gmol. Menurut Westerterp dan kawan-kawan (1984), reaksi kimia pada umumnya mempunyai tenaga pengaktif antara 10.000 dengan 60.000 cal/gmol. Pada penelitian ini ternyata diperoleh nilai tenaga pengaktif di bawah batas itu. Hal ini terjadi karena ada kemungkinan mekanisme reaksi hidrolisis minyak dengan larutan Na_2CO_3 berlangsung lebih kompleks daripada mekanisme yang diajukan pada penelitian ini.

Pengaruh waktu tinggal dan kecepatan pengadukan

Pada Tabel 2. dapat disaksikan bahwa konversi semakin naik dengan bertambahnya kecepatan putaran pengaduk, karena gerakan molekul-molekul zat pereaksi bertambah cepat, sehingga tumbukan juga bertambah.

Tabel 2. Pengaruh waktu tinggal dan kecepatan pengadukan (suhu reaksi 35°C, perbandingan umpan 2,31 mg/larutan Na₂CO₃/mg minyak)

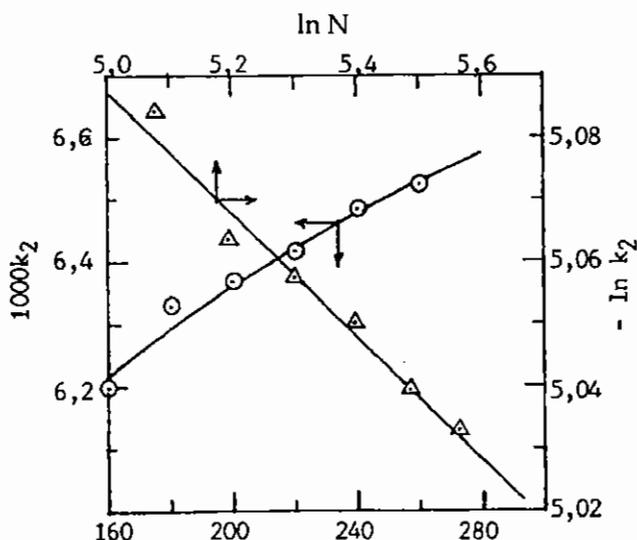
Waktu tinggal, Menit	Konversi, bagian, pada N, ppm					
	160	180	200	220	240	260
39,5	0,2272	0,2289	0,2297	0,2303	0,2318	0,2335
41,7	0,2364	0,2391	0,2403	0,2413	0,2421	0,2423
43,1	0,2502	0,2515	0,2524	0,2548	0,2561	0,2588
45,5	0,2687	0,2698	0,2709	0,2717	0,2746	0,2753
47,2	0,2812	0,2828	0,2873	0,2891	0,3114	0,3130
50,0	0,3184	0,3194	0,3209	0,3221	0,3258	0,3266
$k_1 \times 10^3$	1,5045	1,5347	1,5442	1,5553	1,5711	1,5804
$k_2 \times 10^3$	6,1953	6,3255	6,3653	6,4125	6,4801	6,5197
Rk	664,6726	651,5931	647,5845	642,9628	636,4967	632,7512
Rd	364,4779	356,2169	353,1884	349,9649	343,7524	341,0561
Ralat rerata, %	2,95	2,32	2,60	2,84	3,52	3,72

Hubungan antara k_2 dengan N, titik-titiknya membentuk garis lengkung yang dilukiskan pada gambar 3, dan persamaannya dapat dinyatakan dengan :

$$\ln k_2 = -5,5853 + 0,0996 \ln N \quad (23)$$

atau setelah diubah menjadi :

$$k_2 = (3,7525 \times 10^{-3})N^{0,0996} \quad (24)$$



Gambar 3. Pengaruh kecepatan pengaduk

Kalau persamaan (23) dipakai untuk menghitung nilai k_2 , maka diperoleh penyimpangan rata-rata nilai k_2 hasil percobaan $\pm 0,04\%$.

Karena diameter pengaduk, berat jenis, dan kekentalan cairan tidak berubah jika suhu konstan, maka bilangan Reynolds (Re), sebanding dengan kecepatan pengaduk (N). Dengan demikian nilai indeks Reynolds pada persamaan (24) adalah 0,0996.

Secara keseluruhan nilai konstante kecepatan reaksi relatif tidak berbeda banyak dengan konstante perpindahan massa ($k_1 \sim k_2$), yang berarti keduanya ikut mengendalikan jalannya proses. Dari Tabel 1. dan 2. terlihat bahwa nilai-nilai hambatan reaksi kimia (R_k) besarnya relatif sama dengan hambatan difusi (R_d). Dengan demikian, dapat disimpulkan langkah yang mengendalikan proses hidrolisis minyak biji kapuk ini adalah perpindahan massa dan reaksi kimia bersama-sama, dan berlaku regim campuran.

KESIMPULAN

Berdasarkan uraian di atas dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut.

1. Reaksi hidrolisis minyak biji kapuk dengan larutan natrium karbonat berlangsung secara heterogen, yang dikendalikan oleh perpindahan massa dan reaksi kimia, dan berlaku regim campuran.

2. Konstante kecepatan reaksi, k_1 , mengikuti persamaan Arrhenius membentuk kurva eksponensial terhadap suhu, dan dapat dinyatakan dengan persamaan :

$$k_1 = 1,6002 \times 10^{-6} e^{-715,2623/T}$$

3. Hubungan konstante perpindahan massa, k_2 dengan kecepatan pengadukan, N , dapat dinyatakan dengan persamaan :

$$k_2 = 3,7525 \times 10^{-3} N^{0,0996}$$

4. Keadaan yang relatif baik dicapai pada waktu tinggal 50 menit, suhu 35°C , perbandingan larutan natrium karbonat-minyak 2,31 mg/kg larutan Na_2CO_3 /mg/kg minyak, dan kecepatan pengadukan 260 ppm. Pada keadaan ini diperoleh konversi 33,41%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penyusun mengucapkan terima kasih kepada Bapak Ir. I Made Bendiyasa, M.Sc, Ph.D dan Ir. Rochmadi, SU, Ph.D yang telah memberikan saran-saran perbaikan dalam seminar penelitian. Terima kasih juga penyusun sampaikan kepada seluruh karyawan

Laboratorium Proses Kimia, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, dan semua pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian dan penyusunan naskah ini.

ARTI LAMBANG

- a = luas permukaan antarfasa/volum cairan, cm^2/cm^3
 C_A = konsentrasi minyak, mgek/mL
 C_{A0} = konsentrasi minyak mula-mula, mgek/mL
 C_B = konsentrasi larutan Na_2CO_3 , mgek/mL
 C_{B0} = konsentrasi larutan Na_2CO_3 mula-mula, mgek/mL
 F_v = debit total umpan, mL/menit
 K_a = koefisien perpindahan massa volumetris menyeluruh, menit^{-1}
 k, k_r = konstante kecepatan reaksi, $\text{mL}/(\text{mgek})(\text{menit})$
 k_o = konstante menyeluruh, $\text{mL}/(\text{mgek})(\text{menit})$
 k_1 = konstante kecepatan reaksi dibagi konstante Nerst, $\text{mL}/(\text{mgek})(\text{menit})$
 k_2 = koefisien perpindahan massa dibagi konstante Nerst, menit^{-1}
 k_{B1a} = koefisien perpindahan massa volumetris di fase 1, menit^{-1}
 k_{B2a} = koefisien perpindahan massa volumetris di fase 2, menit^{-1}
 M = perbandingan antara konsentrasi larutan Na_2CO_3 mula-mula dengan konsentrasi minyak mula-mula
 m = konstante Nerst
 N = kecepatan pengadukan, putaran per menit
 N_B = kecepatan volumetris, $\text{mgek}/(\text{cm}^3)(\text{menit})$
 N_{NaOH} = normalitas larutan NaOH , mgek/mL
 R = konstante gas umum, $\text{cal}/\text{gmol K}$
 R_d = tahanan difusi, $(\text{mgek})(\text{menit})/\text{mL}$
 R_k = tahanan reaksi kimia, $(\text{mgek})(\text{menit})/\text{mL}$
 R_t = tahanan keseluruhan, $(\text{mgek})(\text{menit})/\text{mL}$
 r, r_A = kecepatan reaksi, $\text{mgek}/(\text{mL})(\text{menit})$
 r_o = kecepatan menyeluruh, $\text{mgek}/(\text{mL})(\text{menit})$
 T = suhu absolut, K
 V_R = volum cairan dalam reaktor, mL

Subscript 1,2 = fase 1,2

in = antarfasa

DAFTAR PUSTAKA

- American Oil Chemists' Society, 1990, "Official Methods and Recommended Practise of the American Oil Chemists' Society", 4 ed., Illinois, Ea 6-51.
- Austin, G.T., 1984, "Shreve's Chemical Process Industries", 5 ed., pp. 615-629, McGraw-Hill Book Company, Inc., New York
- Solomons, G.T.W., 1990, "Fundamentals of Organic Chemistry", 3 ed., pp 894-902, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- Thomssens, E.G. and McCutcheon, J.W., 1949, "Soap and Detergent", pp 155-163, Macnair-Dorland Company, New York.
- Walas, S.M., 1959, "Reaction Kinetics for Chemical Engineers", pp 126-144, McGraw-Hill Book Company, Inc., New York.
- Warnijati, S., 1986, "Diktat Kinetika dan Katalisis", Bagian II dan III, hl 9-1, Fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Westertep, K.R., Van Swaij, W.P., and Beenackers, A.A.C.M., 1984, "Chemical Reactor Design and Operation", p. 16, John Wiley and Sons Inc., New York.