

APLIKASI RSM UNTUK OPTIMASI SUHU DAN WAKTU PADA PROSES PELARUTAN SILIKA DARI POMFA DENGAN REAKTOR HIDROTERMAL

Eri Kaiyul¹⁾, Edy Saputra²⁾, Panca Setia Utama²⁾

¹⁾Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia, ²⁾Dosen Teknik Kimia
Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Bina Widya Jl. HR. Soebrantas Km 12,5 Simpang Baru, Panam
Pekanbaru 28293

Email: erikaiyul@gmail.com

ABSTRACT

Response Surface Methodology (RSM) is a set of mathematical and statistical techniques that are useful for analyzing problems where several independent variables influence response. The ultimate goal of RSM is for optimizing response. The aim of this study to determine the optimal process conditions in the silica extraction process from POMFA by using Response Surface Methodology (RSM). Silica was extracted by reacting fly ash with NaOH and aquadest. The optimized variables were temperature of 120°C (low) and 150°C (high) and time of 4 hour (low) and 6 hour (high). The silica extract was precipitated using HCl 10% at temperature of 30°C; stirring speed of 500 rpm and pH 9. The silica gel was analyzed using XRF to determine chemical composition. The silica yield were calculated from the chemical composition obtained. RSM-CCD was applied to optimize the extraction process using software Minitab 16.1.1.

Keywords: extraction, optimum, POMFA, RSM, silica

1. Pendahuluan

Perkebunan kelapa sawit telah berkembang pesat, khususnya di kawasan Asia Tenggara. Sejak tahun 2014, perkiraan produksi minyak sawit di negara Asia Tenggara adalah 54.800 juta ton atau hampir 89% dari produksi minyak sawit dunia dan Indonesia merupakan negara penghasil CPO (*Crude Palm Oil*) terbesar di dunia maupun Asia Tenggara (Utama dkk, 2018).

Menurut Omar dkk (2011) dalam proses produksi CPO menghasilkan limbah padat berupa cangkang (7%), serat (14%) dan tandan kosong (23%). Limbah padat ini digunakan sebagai bahan bakar boiler. Menurut Graille dkk (1985), abu kelapa sawit dari sisa pembakaran serabut buah kelapa sawit mengandung unsur kimia silika (SiO_2) sebanyak $\pm 60\%$. Dengan kandungan silika yang cukup tinggi ini maka dapat dimungkinkan untuk mengolah limbah abu cangkang dan *fiber* kelapa sawit untuk menjadi produk yang bernilai ekonomis

yaitu silika gel, silika presipitasi atau *Industrial Grade Silica (IGS)*.

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 (silikon dioksida) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika banyak digunakan dalam industri barang-barang dari karet, pestisida (insektisida), bahan baku atau bahan tambahan dalam industri kosmetik, makanan/minuman, industri keramik dan penyaring air (Chandra dkk, 2012).

Berdasarkan data BPS (2017) bahwa di Indonesia sejak tahun 2014 tingkat permintaan silika lebih besar dari pada tingkat produksi silika. Indonesia telah mengeksport silika sebanyak 31.606,126 ton dari tahun 2014 hingga 2017 dan kebutuhan impornya sebanyak 136.468,473 ton.

Pada umumnya sebagai sumber *Industrial Grade Silica (IGS)* saat ini dipakai bahan galian kwarsa dan pasir silika, silika dalam kedua jenis bahan baku ini berbentuk kristalin sehingga memerlukan energi proses yang lebih besar. Alternatif untuk memproduksi *Industrial*

Grade Silica (IGS) adalah dengan memanfaatkan abu sawit (*fly ash*) karena limbah *fly ash* adalah sumber potensial untuk memproduksi Silika *Amorphous Sintetis (SAS)* seperti *silica gel*, *precipitated silica* dan *silica fume*. Adapun keunggulan silika dari limbah padat industri sawit yaitu berbentuk *amorphous* yang lebih reaktif (mudah bereaksi) sehingga tidak membutuhkan energi proses yang besar

Pada umumnya, untuk mendapatkan silika terdapat beberapa tahap yang dilakukan yaitu tahap ekstraksi dengan menggunakan pelarut alkali dan selanjutnya dilakukan tahap presipitasi (Subbukrishna dkk, 2007). Beberapa faktor yang memberikan pengaruh yang signifikan terhadap proses ekstraksi silika adalah suhu dan waktu serta konsentrasi NaOH dan rasio massa POMFA terhadap NaOH.

2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Palm Oil Mill Fly Ash (POMFA)* dari pabrik kelapa sawit PT Rohul Sawit Industri, NaOH (MERCK), HCl (MERCK) dan aquades.

Sedangkan alat yang digunakan yaitu reaktor hidrotermal, vakum *filter*, neraca analitis, ayakan 40 mesh, oven, *magnetic stirrer*, erlenmeyer, corong pisah, gelas kimia, gelas ukur, cawan porselin dan termometer.

Prosedur Penelitian

Limbah *fly ash* diayak menggunakan ayakan -40 mesh untuk mendapatkan diameter partikel yang lebih kecil dan seragam. Kemudian *fly ash* dikalsinasi didalam *furnace* pada suhu 500°C selama 4 jam. Selanjutnya hasil kalsinasi dianalisis menggunakan XRF dan XRD untuk menentukan komposisi kimia dan bentuk silika yang terdapat dalam *fly ash* tersebut.

Fly ash hasil kalsinasi diekstraksi dengan NaOH dan aquades pada suhu dan waktu yang divariasikan. Setelah itu, campuran disaring agar padatan dan filtrat terpisah.

Filtrat yang didapat kemudian dipresipitasi dengan HCl 10% sampai membentuk gel dan pH filtrat mencapai 9.

Reaksi dilakukan pada suhu 30°C disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 500 rpm. Hasil pengadukan kemudian di endapkan. Kemudian gel dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C sampai beratnya konstan. Gel yang kering dianalisa menggunakan XRF untuk menentukan komposisi kimia yang terdapat dalam gel.

Pada penelitian ini optimasi proses ekstraksi silika dilakukan menggunakan *Response Surface Method-Central Composite Design (RSM-CCD)*.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karakterisasi Fly Ash

Fly ash yang digunakan pada penelitian ini dianalisa menggunakan XRF. Analisa XRF (*X-Ray Fluorescence spectrometry*) bertujuan untuk mengidentifikasi komposisi kimia yang terdapat dalam *fly ash*. Tabel 1 menunjukkan bahwa Silika dan Kalsium Oksida (CaO) merupakan komponen utama yang terdapat dalam *fly ash* yaitu sebesar 40,196% dan 22,226%.

Tabel 1. Komposisi Kimia *Fly Ash*

No.	Komponen	Konsentrasi (%)
1.	SiO ₂	78,66
2.	SO ₃	2,641
3.	K ₂ O	7,116
4.	CaO	9,358
5.	TiO ₂	0,319
6.	MnO	0,094

3.2 Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu terhadap Yield Silika

Pada penelitian ini variabel berubah dan data hasil eksperimen diolah menggunakan desain eksperimental RSM-CCD Minitab 16 yang ditunjukkan pada Tabel 2. Penelitian ini dilakukan 13 *run* dengan suhu 113-156°C dan waktu 3,5-6,4 jam. *Yield* silika tertinggi yaitu 80,387% diperoleh pada suhu 150°C dan waktu 4 jam.

Tabel 2. Pengaruh Variasi Temperatur dan Waktu terhadap Yield Silika

Run	Coded Variables		Responses
	X ₁	X ₂	η (%)
1	α	0	47,648
2	1	1	75,493
3	0	0	71,337
4	-1	1	60,331
5	0	α	78,038
6	0	0	61,528
7	α	0	73,278
8	0	α	75,362
9	0	0	62,974
10	0	0	65,437
11	1	-1	80,387
12	-1	-1	54,244
13	0	0	67,942

Keterangan :

X1 = Kode Temperatur (°C)

X2 = Kode Waktu (Jam)

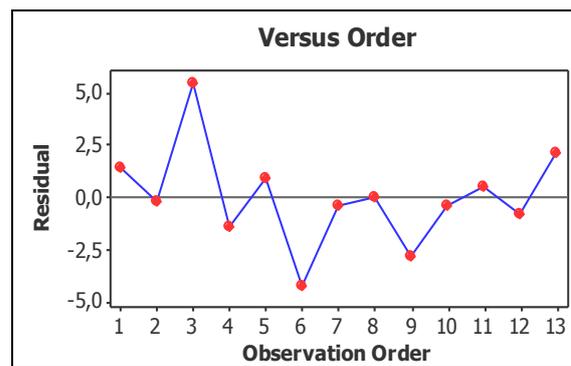
η = Yield silika

Berdasarkan analisa terhadap model yang didapat dari RSM-CCD menunjukkan bahwa temperatur dan kuadrat untuk temperatur dan waktu memiliki pengaruh yang signifikan terhadap *yield* silika. Namun, waktu dan interaksi untuk kedua variabel tidak memiliki pengaruh signifikan. Hubungan persamaan regresi empiris antara *yield* silika (%) terhadap suhu dan waktu diberikan oleh persamaan 1:

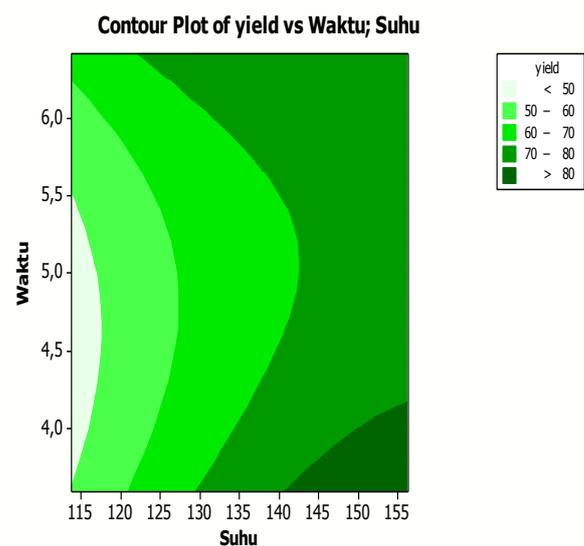
$$\eta = -255,920 + 5,08026x_1 - 26,5327x_2 - 0,01303318 x_1^2 + 5,18616x_2^2 - 0,183011 x_1x_2 \dots\dots\dots(1)$$

Analisis Anova menunjukkan *Lack-of-Fit* (LoF) yang dapat digunakan untuk menginvestigasi ketidaktepatan model. Selain *Lack-of-Fit* (LoF), kesesuaian model juga bisa dikonfirmasi dengan melakukan analisis residual.

Gambar 1 menunjukkan bahwa data membentuk pola acak yang tersebar disekitar garis horizontal 0 residual. Dapat disimpulkan bahwa model regresi sesuai untuk data eksperimen (Iriawan dan Astuti, 2006).



Gambar 1. Plot Residual terhadap Data Penelitian



Gambar 2. Plot *Contour* antara Suhu dan Waktu Terhadap *Yield* Silika

Berdasarkan Gambar 2 menunjukkan bahwa *yield* silika semakin meningkat dengan meningkatnya temperatur pada proses ekstraksi, meskipun efisiensi ekstraksi rendah. Hal ini disebabkan karena didalam *fly ash* terdapat silika dalam bentuk kristal. Silika dalam bentuk kristal adalah silika yang stabil sementara silika amorf adalah silika yang mudah larut (Sjoberg, 1996).

Yield semakin tinggi dengan peningkatan waktu reaksi namun pada waktu yang lama *yield* silika bisa mengalami penurunan yaitu ketika waktu optimum *yield* tercapai. Setelah tercapainya waktu optimum, berat silika yang terambil

oleh NaOH akan mengalami penurunan dan dengan waktu ekstraksi yang terlalu lama mengakibatkan sebagian besar silika yang sudah terlarut sebelumnya terserap kembali oleh abu sehingga tidak terikat dalam filtrat.

3.3 Optimasi Kondisi Proses terhadap Respon

Proses optimasi dilakukan menggunakan Minitab 16.1.1. Optimasi menggunakan istilah *target* (T), *upper* (U), dan *lower* (L). Nilai *desirability* (d_i) bervariasi pada range $0 \leq d_i \leq 1$.

Langkah-langkah optimasi bertujuan untuk mendapatkan *desirability* untuk setiap respon *desirability* gabungan, pengaturan variabel yang optimal serta memaksimalkan *desirability* gabungan. Untuk mendapatkan *desirability* setiap respon, dirumuskan dalam 3 golongan yaitu meminimumkan respon, target respon, dan memaksimalkan respon.

Hasil prediksi untuk kondisi operasi optimum temperatur dan waktu adalah *yield* silika sebesar 79,976% dengan nilai *desirability* 1,0000.

4. Kesimpulan

Kondisi operasi optimal diperoleh dari proses optimasi adalah temperatur 150°C dan waktu 6,4 jam.

Daftar Pustaka

- BPS. 2018. *Perkembangan Ekspor-Impor Komoditas Silika Tahun 2013 – 2017*. Dilihat pada 20 juli 2018. <http://www.bps.go.id>
- Chandra, A., Miryanti, A., Widjaja, L.B dan Pramudita, A. 2012. Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi. Universitas Katolik Prahayangan.
- Montgomery, C.D. 1991. *Design and Analysis of Experiments*. edisi ke 5. John Wiley & Sons Inc. New York.
- Omar, R., Idris, A., Yunus, R., Isma, A.M.I dan Khalid, K. 2011. Characterization of Empty Fruit Bunch for Microwave-Assisted Pyrolysis. *Journal Fuel*. 90, 1536-1544.

- Sjoberg, S. 1996. Silica in Aqueous Enviroments. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 196, 51-57.
- Subbukrishna, D.N., Suresh, K.C dan Paul,P.J. 2007. Precipitated Silica from Rice Husk Ash by Ipsit Process. *European Biomass Conference & Exhibition*, Bangalore. India.
- Sumardi. 1999. Producing Ethyl Silicate Polimer from Tetra Ethyl Ortho Silicate (TOES). *Indonesian Polymer Journal*. 2, 7-11.
- Tangchirapat, W., Saeting, T., Kiattikomol, K., Siripanichgorn, A dan Jaturapitakkul, C. 2007. Use of Waste Ash from Palm Oil Industry in Concrete, Elviesier Limited. *Waste Management*. 27, 81-88.
- Utama, P,S Yamsaensung, R dan C. Sangwichien.2018.Silica Gel Derived From Palm Oil Mill Fly Ash, *Songklanakar J. Sci. Technol*, 40 (1), 121-126