

OPTIMASI WAKTU DAN MASSA $\text{Ca}(\text{OH})_2$ PADA PROSES *RECOVERY* NaOH DARI Na_2CO_3 PRODUK SAMPING PRODUKSI SILIKA DARI *FLY ASH* SAWIT

Erliana Nduru¹, Panca Setia Utama²

¹Mahasiswa Program Studi S1 Teknik Kimia, ²Dosen Teknik Kimia
Laboratorium Proses Pemisahan dan Pemurnian
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. H.R. Soebrantas Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293
E-mail: nduruerliana123@gmail.com

ABSTRACT

Sodium hydroxide is one of the basic chemicals that has an important role in the production process such as silica. NaOH is used as a solvent to dissolve the silica present in the palm fly ash. NaOH recovery is an alternative to reduce production costs. This study aims to determine the NaOH recovery process in the manufacture of silica from palm fly ash. NaOH is recovered using the caustification method by reacting the by-product Na_2CO_3 with $\text{Ca}(\text{OH})_2$. The variables studied were 40 minutes (lowest) and 100 minutes (highest); and the mass of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ is 30 gr (lowest) and 50 gr (highest). The fixed variables used were Na_2CO_3 0.5 L; stirring speed of 500 rpm and temperature of 85°C. The caustic solution was analyzed by titration to determine % NaOH and % Na_2CO_3 . RSM-CCD was used to determine the optimum conditions for the NaOH recovery process. The results showed that the optimum operating conditions were 90.2 minute and the mass of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ was 54.14 gr.

Keywords : *NaOH, optimization, palm fly ash, RSM, caustification.*

1. PENDAHULUAN

Kelapa sawit merupakan salah satu komoditas hasil perkebunan yang mempunyai peranan cukup tinggi dalam kegiatan perekonomian Indonesia saat ini. Hal ini dapat dilihat dari perkembangan perkebunan kelapa sawit diikuti dengan tumbuhnya industri pengolahan kelapa sawit dan turunannya. Indonesia saat ini merupakan salah satu produsen minyak sawit mentah terbesar yang memiliki area perkebunan yang sangat luas. Menurut GAPKI produksi CPO (Crude Palm Oil) Indonesia pada tahun 2018 mencapai 43 juta ton naik 12% dibandingkan produksi tahun

2017 yaitu 38 juta ton. Dalam produksi satu ton CPO (Crude Palm Oil) akan menghasilkan tandan kosong sebesar 1,41 ton, serabut 0,9 ton dan cangkang 0,3 ton. Sekitar 85% serabut dan 15% tandan kosong serta cangkang digunakan sebagai bahan bakar diindustri kelapa sawit untuk menghasilkan uap. Diperkirakan 5% bahan bakar tidak ikut terbakar dan menghasilkan abu (Kramanandita, *et al*, 2014).

Perkembangan industri dan perkebunan kelapa sawit akan berdampak pada peningkatan jumlah limbah yang akan dibuang ke lingkungan. Limbah yang dihasilkan yaitu berupa abu sisa pembakaran

sabut dan cangkang kelapa sawit didalam tungku pembakaran (*boiler*). Namun abu sisa pembakaran sabut dan cangkang kelapa sawit dibuang begitu saja ketempat pembuangan belum dimanfaatkan secara optimal. Padahal abu kelapa sawit memiliki kadar silika yang cukup tinggi.

Untuk meminimalkan limbah industri kelapa sawit maka abu kelapa sawit digunakan sebagai bahan baku pembuatan silika. Silika adalah senyawa kimia yang terbentuk dari 1 atom silikon dan 2 atom oksigen. Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatan dan pengaplikasiannya sangat luas dibidang industri terutama silika amorf sintetik. Silika amorf sintetik digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan seperti pelumas, cairan hidrolis, isolator, semikonduktor, perekat, implant medis, alat bantu medis dan bedah, kosmetik, cat, *chip silicon* dan sel surya. Selain itu bahan silika juga dapat dimanfaatkan untuk polimer anorganik yang biasa disebut dengan *geopolimer* (Utama, *et al*, 2006). Untuk memproduksi silika amorf sintetik dari POMFA (*Palm Oil Mill Fly Ash*), silika dapat diekstraksi menggunakan NaOH sebagai pelarut dan kemudian dipresipitasi menggunakan CO₂.

Ada beberapa penelitian yang memanfaatkan abu kelapa sawit untuk memproduksi silika yaitu: Zaki, (2017) meneliti mengenai pengaruh pertukaran kation dalam pembuatan silika dari abu kelapa sawit dan penelitian yang dihasilkan konsentrasi silika yang belum melalui proses pertukaran ion diperoleh sebesar 92,28%. Namun setelah melalui proses pertukaran ion diperoleh silika dengan kemurnian tinggi 96,28%. Utama *et al.*,

(2018) melakukan penelitian mengenai pemanfaatan *fly ash* kelapa sawit untuk pembuatan silika amorf dan sintesis komposit zeolite karbon. Ekstraksi NaOH dan presipitasi sol-gel menggunakan asam sulfat diikuti fragmentasi mekanik telah berhasil diterapkan untuk mendapatkan silika amorf dari POMFA (*Palm Oil Mill Fly Ash*). Utama *et al.*, (2019) melakukan penelitian presipitasi sol-gel menggunakan impregnasi CO₂ dan fragmentasi secara mekanis menghasilkan silika yang memiliki luas permukaan spesifik antara 50 – 140 m²/gr. Penggunaan CO₂ pada penelitian tersebut memungkinkan *recovery* natrium hidroksida.

Larutan natrium karbonat sebagai produk samping presipitasi silika pada penelitian Utama *et al.*, (2019) dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan natrium hidroksida, natrium karbonat tersebut direaksikan dengan Ca(OH)₂. Ca(OH)₂ merupakan kapur padam yang berupa kristal tak berwarna atau bubuk putih. Pengambilan NaOH kembali merupakan solusi yang tepat untuk menurunkan biaya dalam memproduksi silika.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan baku pada penelitian ini adalah *fly ash* sawit yang diperoleh dari PTPNV Sei Pagar Provinsi Riau. Bahan-bahan yang digunakan antara lain NaOH, gas CO₂, Na₂CO₃ sintesis, HCl dan akuades.

2.2 Prosedur Penelitian

Proses pembuatan natrium hidroksida dari produk samping pembuatan silika

dengan metode kustifikasi dilakukan dengan tinjauan variabel yaitu waktu kontak dan masa $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap antara lain tahap persiapan bahan baku dan ekstraksi, tahap presipitasi, tahap *recovery* dengan metode kaustifikasi dan tahap analisa hasil.

2.2.1 Persiapan Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah pengolahan kelapa sawit yaitu berupa *fly ash* sawit yang diperoleh dari PTPN V Sei Pagar Provinsi Riau. Diayakan untuk menyeragamkan ukuran. Ukuran yang digunakan adalah 100 mesh. Kemudian *fly ash* dipanaskan menggunakan *oven* selama 24 jam dengan temperature 200 °C untuk menghilangkan uap air dan karbon.

Fly ash sawit hasil *pretreatment* kemudian di ekstraksi selama 4 jam dan filtrat yang dihasilkan adalah natrium silikat.

2.2.2 Presipitasi Dan Kaustifikasi

Pada proses ini filtrat hasil ekstraksi kemudian dialiri gas CO_2 selama 1 jam sampai larutan membentuk endapan (*slurry*). *Slurry* yang terbentuk disaring untuk memisahkan padatan dan filtrat. Padatan yang dihasilkan berupa silika dan filtrate berupa natrium karbonat (Utama, *et al.*, 2010).

Recovery NaOH pada penelitian ini dilakukan dengan metode kaustifikasi. Larutan natrium karbonat 0,5 liter dimasukan ke dalam gelas kimia kemudian di panaskan hingga suhu 85 °C. Setelah larutan mencapai suhu tersebut di masukan kalsium hidroksida sambil di aduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm.

Pemanasan dilakukan dengan variasi waktu sesuai dengan RSM . campuran kemudian di didinginkan untuk mengendapkan endapan di dasar gelas kimia, sehingga akan di peroleh larutan dengan endapan putih. Setelah larutan tersebut dingin endapan kemudian di saring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan merupakan larutan NaOH kemudian larutan di analisa (Edawati, 2007).

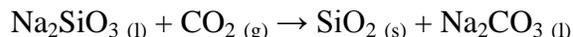
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Proses Recovery NaOH

Natrium hidroksida pada proses pembuatan silika yaitu digunakan untuk melarutkan senyawa silika yang ada pada *fly ash* sawit. Perlakuan awal yang dilakukan dalam penelitian ini adalah preparasi bahan, dan ekstraksi. Reaksi yang terjadi:



Proses selanjutnya yaitu proses presipitasi. Reaksi yang terjadi selama proses :



Kaustifikasi adalah proses produksi NaOH dengan cara mereaksikan natrium karbonat dengan kalsium hidroksida. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Pada proses kaustifikasi ion Na^+ akan berikatan dengan OH^- yang ada pada $\text{Ca}(\text{OH})_2$ membentuk NaOH dan Ca^{2+} terlarut bereaksi dengan CO_3^{2-} membentuk CaCO_3 (Azkiya, *et al*, 2016). 0-100 menit). Kemudian NaOH yang diperoleh dari hasil penelitian di titrasi untuk menganalisa % NaOH dan % Na_2CO_3 . Kadar NaOH dan Na_2CO_3 dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil % NaOH dengan % Na₂CO₃

	Waktu (menit)	Massa (Ca(OH) ₂) (gram)	% NaOH	% Na ₂ CO ₃
1	40,00	30	16,40	39,22
2	100,00	30	21,60	34,98
3	40,00	50	30,00	31,80
4	100,00	50	69,20	18,02
5	27,57	40	16,00	53,00
6	112,42	40	23,60	22,26
7	70,00	26	10,00	47,70
8	70,00	54	59,60	22,26
9	70,00	40	51,20	26,50
10	70,00	40	51,16	26,71
11	70,00	40	51,52	26,71
12	70,00	40	51,56	26,50
13	70,00	40	51,00	27,56

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa semakin tinggi % NaOH maka impuritis yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu kontak antar zat partikel maka laju reaksi perpindahan massa akan semakin besar sehingga kontak zat antar partikel berlangsung lama dan semakin banyak massa Ca(OH)₂ maka semakin banyak partikel yang bertumbukan dan berikatan (Levenspiel, 1972).

3.2 Optimasi Waktu dan Massa Ca(OH)₂

Kadar NaOH hasil titrasi dianalisa menggunakan minitab 18.1. Dimana X_1 = waktu kontak, X_2 = massa Ca(OH)₂ dan η (%) = kadar NaOH. Berdasarkan analisa RSM-CCD menggunakan MINITAB 18.1 didapatkan *output* ANOVA *full quadratic response surface* dapat dilihat pada Tabel 2:

ANOVA digunakan untuk menentukan signifikan masing masing variabel. Dari Tabel 2 dapat dilihat P-value waktu dan massa yang diperoleh lebih kecil dari taraf signifikan yang digunakan yaitu sebesar $\alpha = 0,05$ dengan demikian disimpulkan bahwa berpengaruh signifikan terhadap perubahan respon, sehingga model

orde II dapat diterima). Dari Tabel 2 diatas pendugaan model orde kedua untuk % NaOH dapat dilakukan beberapa uji :

Tabel 2 ANOVA untuk model *full quadratic*

Source	DF	Adj SS	AdjMS	F-Value	P-Value
Regression	5	4323,57	864,71	24,25	0,000
Linear	2	2536,63	1268,31	35,57	0,000
X_1	1	380,16	380,16	10,66	0,014
X_2	1	2156,44	2156,44	60,48	0,000
Square	2	1497,97	748,99	21,01	0,001
$X_1 * X_1$	1	1347,99	1347,99	37,80	0,000
$X_2 * X_2$	1	286,72	286,72	8,04	0,025
2-Way Interaction	1	289,00	289,00	8,11	0,025
$X_1 * X_2$	1	289,00	289,00	8,11	0,025
Error	7	249,59	35,66		
Lack-of-Fit	3	249,56	83,19	10398,27	0,000
Pure Error	4	0,03	0,01		
Total	12	4573,1			

Uji koefisien regresi secara serentak

Dapat dilihat dari *regression* pada Tabel 1 dimana *p-value* untuk regresi linier maupun kuadratik lebih kecil dari nilai α . Hal ini menunjukkan bahwa terdapat variabel dari waktu dan massa yang memberikan kontribusi signifikan terhadap model yang terbentuk.

Uji Lack of Fit

Hasil analisis yang ditunjukkan pada Tabel 2 ANOVA menunjukkan pula hasil uji *Lack of Fit* yang dapat digunakan untuk

menguji kecukupan model, dengan hipotesis (Syafaat, 2015):

- a. H_0 : tidak ada *lack of fit*
- b. H_1 : ada *lack of fit*

Berdasarkan tabel ANOVA didapatkan *lack of fit* memiliki *p-value* $0,000 < 0,05$ yang artinya gagal tolak H_0 (H_0 diterima). Uji parameter model menunjukkan variabel waktu kontak dan massa mempunyai pengaruh terhadap % NaOH.

Uji Koefisien Determinasi (R^2)

R square (R^2) atau kuadrat R menunjukkan koefisien determinasi, berkisar antara 0-1. Semakin kecil R^2 hubungan semakin lemah, sebaliknya jika R^2 semakin mendekati 1 maka, hubungan antara variabel semakin kuat (Ernawati, 2013). Berdasarkan Tabel 3 persentasi dari total variasi yang dapat diterangkan oleh mode (R^2) sebesar $90,64\% = 0,9064$. Nilai 0,9064 ini nilai yang mendekati 1, yang berarti bahwa pendugaan model polynomial orde kedua terpenuhi.

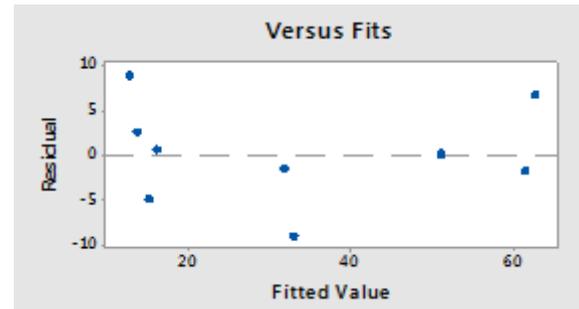
Tabel 4.5 Uji Koefisien Determinasi (R^2)

Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	51,14	2,67	19,15	0,000	
$X1$	6,89	2,11	3,27	0,014	1,00
$X2$	16,42	2,11	7,78	0,000	1,00
$X1*X1$	-13,92	2,26	-6,15	0,000	1,02
$X2*X2$	-6,42	2,26	-2,84	0,025	1,02
$X1*X2$	8,50	2,99	2,85	0,025	1,00
S=	R-Sq= 94,54%		R-Sq(adj)= 90,64%		
5,971					

Uji identik

Pengujian asumsi identik bertujuan untuk memeriksa apakah varians residual dari model yang diperoleh sama penyebarannya (*homokedastisitas*). Pada

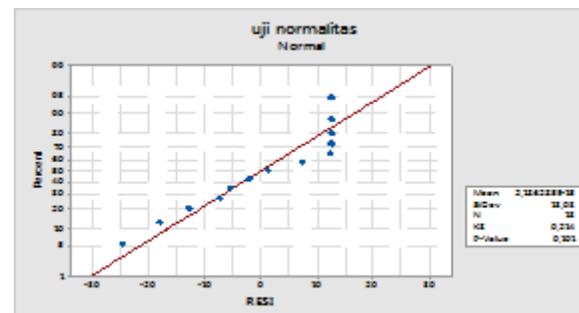
Gambar 1 dibawah, dapat dilihat hubungan plot residual dengan *fitted value*. Residual tersebar secara acak dan tidak membentuk pola tertentu. Hal ini menunjukkan bahwa asumsi residual identik terpenuhi (Ernawati, 2013).



Gambar 4.1 Hubungan residual dengan *fitted value* untuk % NaOH

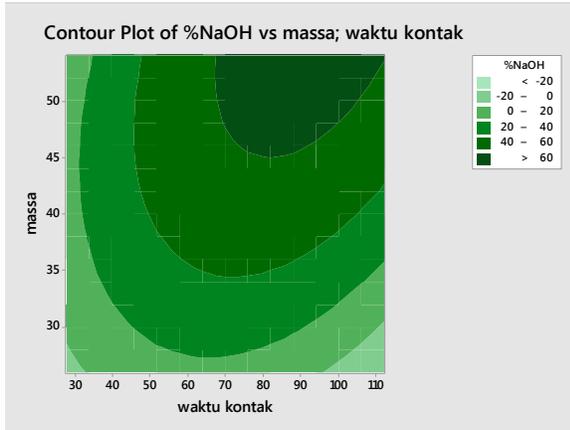
Uji Distribusi Normal

Uji distribusi normal dilakukan untuk mengamati penyimpangan model. Residual dikatakan telah mengikuti distribusi normal jika pada plot kenormalan residual, titik residual yang dihasilkan telah sesuai atau mendekati garis lurus yang ditentukan (Ernawati, 2012). Berdasarkan Gambar 2 dapat dilihat titik residual mendekati garis lurus yang artinya bahwa uji distribusi normal terpenuhi.

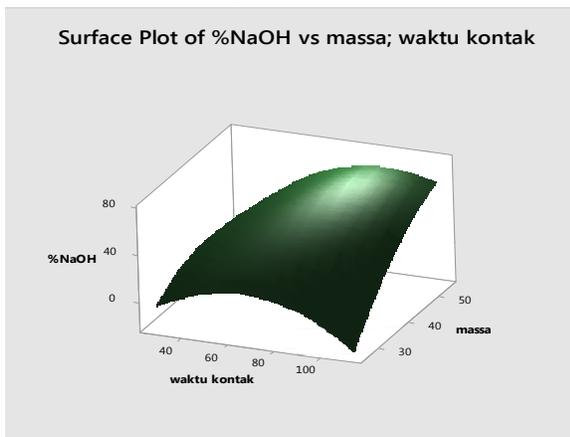


Gambar 2 Uji kenormalan residual model *response surface*

Analisis Karakteristik Permukaan Respon



Gambar 3a Plot Contour % NaOH vs Massa, Waktu kontak

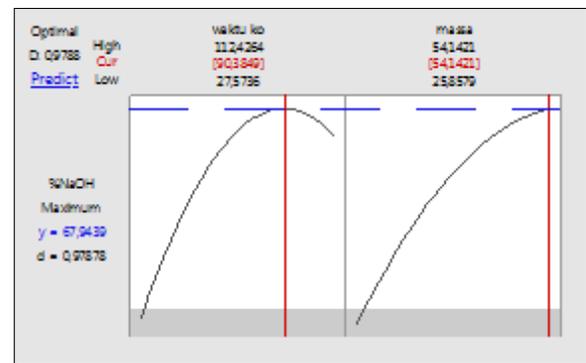


Gambar 3b Plot permukaan respon

Gambar 3a menunjukan *plot countour* yang dihasilkan terdiri dari berbagai variasi warna. Dimana masing-masing variasi menunjukkan *range* besarnya respon yang dihasilkan. Berdasarkan Gambar 3a diatas, respon % NaOH akan semakin besar di *range* waktu kontak 70 – 100 menit dan massa Ca(OH)_2 berkisar antara 40- 50 gram keatas. Dengan mengambil *range* waktu kontak dan massa Ca(OH)_2 pada level tersebut, maka akan diperoleh % NaOH melebihi 60%. Penentuan kondisi optimum dari faktor diatas dibuktikan dengan bentuk kurva tiga dimensi yang membentuk puncak

optimum seperti ditunjukkan pada Gambar 3b. Sama halnya dengan *plot countour*.

Proses optimasi dilakukan menggunakan Minitab 18.1. Optimasi menggunakan istilah *target* (T), *upper* (U), dan *lower* (L). nilai *desirabilitas* (*di*) bervariasi pada range $0 \leq di \leq 1$. Hasil prediksi untuk kondisi operasi optimum waktu dan massa adalah % *recovery* NaOH sebesar 67,909% dengan nilai *desirabilitas* 1,000. Dapat dilihat pada Gambar dibawah ini:



Gambar 4.4 Grafik Hasil Optimasi Menggunakan Minitab 18.1

4. KESIMPULAN

1. Massa Ca(OH)_2 dan waktu pengadukan sangat mempengaruhi hasil kadar natrium hidroksida dimana, semakin banyak Ca(OH)_2 dan lama waktu pengadukan maka akan semakin tinggi % kadar NaOH yang diperoleh.
2. Kondisi operasi optimal diperoleh dari proses optimasi adalah waktu 90,2 menit dan 54,14 gram Ca(OH)_2 .

5. DAFTAR PUSTAKA

Azkiya, N. I; Prasetya, F; Putri, E.D; Rosiana, A. and Wardhani, S. 2016. *Sintesis precipitated calcium carbonate* (PPC) dari batuan kapur

- alam dengan metode kaustifikasi soda. *Jurnal Ilmu Dasar*, No.1, Vol. 17(hal 31-34)
- Edawati, L. 2007. Reaksi pembuatan NaOH dari *soda ash* dan $Ca(OH)_2$. *Jurnal Penelitian Ilmu Teknik* vol.7, No 2, hal 55-63.
- Ernawati. 2012. Identifikasi pengaruh variabel proses dan penentuan kondisi optimum dekomposisi katalitik metana dengan metode respon permukaan. *Skripsi*. Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- GAPKI. Optimis Industri Kelapa sawit menjadi lebih baik *news*. <https://gapki.id/news/14272/gapki-optimis-industri-kelapa-sawit-2019-menjadi-lebih-baik>.
- Kramanandita, R., Bantacut, T., Romli, M. and Makmoen, M. 2014. *Utilization of palm oil mills wastes as source of energy and water in the production process of crude palm oil*. *Chemistry and Materials Research*. 6(8), 46-53
- Levenspiel, Octave, 1972, “*Chemical Reaction Engineering*”, 2 nd ed., John Willey and Sons Inc., Singapore.
- Syafaat, W. U. 2015. Optimasi produksi roti menggunakan metode rancangan percobaan response surface pada industri rumahan 2015. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatulah. Jakarta.
- Utama, P.,S , Fermi, M., I, Sopian. 2010. Pengaruh ph dan waktu aging terhadap proses presipitasi silika dari *fly ash* sawit dengan menggunakan CO_2 . *Jurnal Teknik Kimia*.
- Utama, P.S. and Saputra, E., 2018, April. Effective utilizations of palm oil mill *Fly ash* for synthetic amorphous silica and carbon zeolite composite synthesis. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 345, No. 1, p. 012009). IOP Publishing.
- Utama, P. S., Yamsaengsung, R., & Sangwichien, C. (2019). Production and characterization of precipitated silica from palm oil mill fly ash using CO_2 impregnation and mechanical fragmentation. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 36(1), 523-530.
- Zaki, A. 2017. Pembuatan silika *high grade* dari *fly ash* sawit dengan proses ekstraksi dan *cation exchange*. *Skripsi*. Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau. Pekanbaru