

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Reaktor tangki berpengaduk merupakan reaktor yang paling sering dijumpai dalam industri kimia. Pada industri berskala besar, reaktor alir tangki berpengaduk lebih sering diaplikasikan karena kemampuan operasinya yang dapat diatur kapasitasnya. Unjuk kerja reaktor alir berpengaduk perlu dipelajari untuk mengetahui karakteristik aliran fluida, reaksi yang terjadi secara optimasi pengoperasian reaktor.

Pengoperasian reaktor alir tangki berpengaduk meliputi tiga tahap yaitu pengisian reaktor tinggi overflow, kondisi kontinyu, dan kontinyu steady state. Evaluasi variabel-variabel operasi sangat mudah dilakukan pada kondisi steady state.

Pemodelan matematik diperlukan untuk mempermudah analisa permasalahan yang timbul dalam pengoperasian reaktor alir tangki berpengaduk. Model matematika yang diusulkan diuji keakuratannya dengan membandingkan dengan data-data percobaan. Model matematika yang diusulkan diselesaikan dengan cara analisis jika persamaan itu mudah diselesaikan. Namun untuk reaksi yang kompleks akan diperoleh model matematika yang kompleks juga. Penyelesaian numerik sangat dianjurkan untuk memperoleh nilai k , tetapan transfer massa, dan orde reaksi yang merupakan *adjustable parameter*.

1.2 Tujuan Percobaan

1. Menentukan harga orde reaksi penyabunan etil asetat dengan NaOH.
2. Menghitung harga konstanta reaksi (k) penyabunan etil asetat dengan NaOH.
3. Mengetahui pengaruh variabel terhadap konstanta reaksi (k) penyabunan etil asetat dengan NaOH.
4. Membandingkan hasil percobaan dengan perhitungan model matematis metode runge kutta reaksi penyabunan pada reaktor ideal aliran kontinyu.

1.3 Manfaat Percobaan

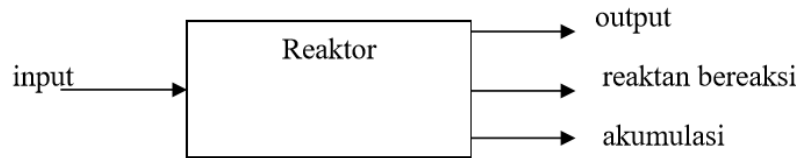
1. Mahasiswa dapat menentukan harga orde reaksi penyabunan etil asetat dengan NaOH.
2. Mahasiswa dapat menghitung harga konstanta reaksi (k) penyabunan etil asetat dengan NaOH.
3. Mahasiswa mampu mengetahui pengaruh variabel terhadap konstanta reaksi (k) penyabunan etil asetat dengan NaOH.
4. Mahasiswa mampu membandingkan hasil percobaan dengan perhitungan model matematis metode runge kutta reaksi penyabunan pada reaktor ideal aliran kontinyu.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Reaktor Batch

Neraca bahan pada reaktor secara simultan



Gambar 2.1 Bagan neraca massa suatu sistem

input = 0

output = 0

Reaktan yang bereaksi = $(-r_A)$

Input = output + reaktan yang bereaksi + akumulasi

$$0 = 0 + v(-r_A) + \frac{d(N_A)}{dt} \quad \dots(1)$$

$$0 = V_i(-r_A) + \frac{d[N_{Ao}(1-X_A)]}{dt} \quad \dots(2)$$

$$0 = V_i(-r_A) - \frac{N_{Ao}dX_A}{dt} \quad \dots(3)$$

$$dt = \frac{N_{Ao}}{V_i(-r_A)} dX_A \quad \dots(4)$$

$$t = N_{Ao} \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{V_i(-r_A)} \quad \dots(5)$$

Pada volume konstan

$$C_A = C_{Ao}(1-X_A)$$

$$dC_A = -C_{Ao}dX_A \quad \dots(6)$$

Pers. (6) masuk ke pers. (5) diperoleh

$$t = C_{Ao} \int_0^{X_A} \frac{dN_A}{-r_A} = - \int_{C_{Ao}}^{C_A} \frac{dC_A}{-r_A} \quad \dots(7)$$

2.2 Reaktor Ideal Aliran Kontinu/Reaktor Alir Tangki Berpengaduk (CSTR)

Tahapan yang terjadi pada reaktor CSTR ini terbagi dalam 3 tahap proses, yaitu :

a. Tahap Pertama

Tahap pertama dimulai saat $t = 0$ sampai terjadi overflow

Dari hukum kekekalan massa

Akumulasi = input - output

$$\rho \frac{dv}{dt} = \rho F_o - 0 \quad \dots(8)$$

$$dV = F_o dt, \text{ pada } t = 0 \rightarrow V = 0$$

karena densitas laju alir dianggap konstan maka volumenya hanya merupakan fungsi dari waktu.

$$V = F_o \cdot T \quad \dots(9)$$

Sedangkan dari neraca komponen :

Akumulasi = input – output – laju konsumsi karena reaksi

$$\frac{d}{dt}(V \cdot C) = F_o \cdot C_o - 0 - V (-r_A) \quad \dots(10)$$

Dalam hal ini :

V = volume bahan dalam reaktor (l)

C = konsentrasi molar reaktan dalam reaktor (mol/l)

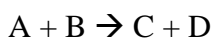
F_o = laju alir reaktan masuk (l/ menit)

C_o = konsentrasi molar reaktan dalam feed (mol/l)

t = waktu reaksi (menit)

$-r_A$ = kecepatan reaksi (mol/menit)

Reaksi yang terjadi:



$-r_A = k C_A C_B$, karena $C_A = C_B$ maka

$$-r_A = k C_A^2 = k C^2 \quad \dots(11)$$

Pers. (11) \rightarrow Pers. (10)

$$\frac{d}{dt}(V \cdot C) = F_o \cdot C_o - V \cdot k \cdot C^2$$

$$V \frac{dC}{dt} + C \frac{dV}{dt} = F_o \cdot C_o - V \cdot k \cdot C^2 \quad \dots(12)$$

Pers. (9) \rightarrow pers. (12)

$$F_o \cdot t \cdot \frac{dC}{dt} + C \cdot F_o = F_o \cdot C_o - F_o \cdot t \cdot k \cdot C^2 \quad \dots(13)$$

$$\frac{dC}{dt} = \frac{C_o}{t} - \frac{C}{t} - k \cdot C^2 \quad \dots(14)$$

Dengan menggunakan boundary condition pada $t = 0$, $C = C_o$ dan substitusi $U = \exp [k C d t]$ maka pers. (14) menjadi :

$$t^2 \frac{d^2 U}{dt^2} + t \frac{dU}{dt} - k \cdot U \cdot C_o \cdot t = 0 \quad \dots(15)$$

Pers. (15) diubah menjadi fungsi Bessel dengan substitusi $z = t^{0.5}$, menjadi:

$$z^2 \frac{d^2 U}{dz^2} + z \frac{dU}{dz} - 4 \cdot k \cdot C_o \cdot z^2 \cdot u = 0 \quad \dots(16)$$

Pers. (16) merupakan modifikasi pers. Bessel yang mempunyai bentuk umum sebagai berikut:

$$x^2 \frac{d^2 y}{dx^2} + x(a + 2bx^r) \frac{dy}{dx} + [c + dx^{2s} - b(1 - a - r)x \cdot r + b^2 \cdot x^2 \cdot r].y = 0 \quad \dots(17)$$

Dari pers.(5) didapatkan :

$$a = 1$$

$$r = 0$$

$$p = \frac{1}{s} \sqrt{\frac{(1 - a)^2}{2} - c} = 0$$

$$\begin{array}{lll} b = 0 & s = 0 & p = 0 \\ c = 0 & d = -4.k.Co & \sqrt{\frac{d}{s}} = \text{imajiner} \end{array}$$

Sehingga penyelesaian pers. (16) adalah :

$$U = C_1 Z_p(\sqrt{4.k.Co.z}) + C_z Z_p(\sqrt{4.k.Co.z}) \quad \dots(18)$$

Pada $t = 0, z = 0 \rightarrow z_p = \sim$

Sehingga $C_z = 0$

$$U = C_1 Z_p(\sqrt{4.k.Co.z})$$

Karena $p = 0$ dan $\sqrt{d/s} = \text{imajiner}$

$$\text{Maka } U = C_1 I_0(\sqrt{4.k.Co.z})$$

$$\frac{dU}{dt} = \frac{d}{dz} C_1 I_0(\sqrt{4.k.Co.z}) \quad \dots(19)$$

Dari Sherwood halaman 178 pers. (5.83) didapatkan

$$\frac{dU}{dt} = C_1(\sqrt{4.k.Co.z}) I_0(\sqrt{4.k.Co.z}) \quad \dots(20)$$

Dari substitusi semula, diperoleh :

$$\frac{dU}{dt} = 2.k.C_z.C_1.I_0(\sqrt{4.k.Co.z}) \quad \dots(21)$$

Maka pers. (14) dan (15) diperoleh :

$$\begin{aligned} C_1.(\sqrt{4.k.Co.z}) I_0(\sqrt{4.k.Co.z}) &= k.C.C_1.I_0(\sqrt{4.k.Co.z}) \\ C &= \frac{(\sqrt{4.k.Co.z}) I_0(\sqrt{4.k.Co.z})}{k.C.C_2.I_0(\sqrt{4.k.Co.z})} \\ C &= \frac{C_0 T_1 (2\sqrt{k.Co.T})}{k.t.T_0 (2\sqrt{k.Co.T})} \quad \dots(22) \end{aligned}$$

b. Tahap Kedua

Pada tahap ini proses berjalan kontinyu, namun belum tercapai kondisi *steady state*.

Dapat dinyatakan dengan :

$$C = f(t) \text{ dan } V = \text{konstan} \rightarrow \frac{dV}{dt} = 0$$

Dari neraca massa komponen diperoleh :

$$\frac{d}{dt}(V.C) = F.Co - F.C - k.V.C^2 \quad \dots(23)$$

$$V \frac{dC}{dt} - C \frac{dV}{dt} = F.Co - F.C - k.V.C^2 \quad \dots(24)$$

Apabila $T = t - \check{T}$ waktu, menit

$$\check{T} = \frac{V}{F} \text{ konstanta waktu}$$

Pers. (24) menjadi

$$\frac{dC}{dt} = \frac{Co}{\check{T}} - \frac{C}{\check{T}} - k.C^2 \quad \dots(25)$$

Pada keadaan *steady state* $C = Co$

Penyelesaian partikular pers. (25) adalah $C - C_s$, dimana C_s adalah konsentrasi pada keadaan *steady*.

Substitusikan $C = C_s + 1/s$

Pers. (25) berubah menjadi pers.differential orde 1 yang mana dapat diselesaikan dengan metode factor integrasi

$$C - C_o = \frac{1}{B.sxp(AT)-\frac{K}{A}} \quad \dots(26)$$

C1 adalah konsentrasi awal tiap tahap kedua yaitu pada saat $t = \check{T}$ yang diperoleh dengan pengukuran konsentrasi contoh.

c. Tahap Ketiga

Pada tahap ini proses berjalan dalam keadaan *steady state* dan akumulasi = 0 Dari neraca komponen , diperoleh :

$$F - C_o = F.C + Vr \quad \dots(27)$$

$$F - C_o = F.C + V.k.C_s^2 \quad \dots(28)$$

$$C_o = C_s + \frac{V}{F}.k.C_s^2 \quad \dots(29)$$

$$k.\check{T}.Cs^2 + Cs - Co = 0 \quad \dots(30)$$

Apabila k diketahui maka Cs dapat diprediksikan. Sebaliknya apabila Cs diukur maka nilai k dapat dihitung. Pers. (30) merupakan persamaan aljabar biasa dan dapat diselesaikan dengan mudah.

2.3 Tinjauan Termodinamika



Untuk menentukan sifat reaksi apakah berjalan eksotermis / endotermis maka perlu membuktikan dengan menggunakan panas pembentukan standart (ΔH_f) pada 1 atm dan 298 K dari reaktan dan produk

$$\Delta H_{298} = \Delta H_{\text{reaktan}} - \Delta H_{\text{produk}}$$

Diketahui data sebagai berikut (Smith *et al*, 2011) :

$$\Delta H \text{ CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 = -444.500 \text{ J/mol}$$

$$\Delta H \text{ NaOH} = -425.609 \text{ J/mol}$$

$$\Delta H \text{ CH}_3\text{COONa} = -726.100 \text{ J/mol}$$

$$\Delta H \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH} = -235 \text{ J/mol}$$

Sehingga

$$\begin{aligned} \Delta H \text{ reaksi} &= (\Delta H \text{ CH}_3\text{COONa} + \Delta H \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH}) - (\Delta H \text{ CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 + \Delta H \text{ NaOH}) \\ &= (-726.100 + -235.609) - (-444.500 - 425.609) \\ &= -91600 \text{ J/mol} \end{aligned}$$

Karena ΔH bernilai negatif maka reaksi yang berlangsung adalah reaksi eksotermis yang menghasilkan panas.



Untuk menentukan sifat reaksi apakah berjalan searah atau bolak balik dapat diketahui dari nilai konstanta keseimbangan reaksi. Pada suhu kamar diperoleh data (Smith *et al*, 2011):

$$\Delta G \text{ CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 = -328\,000 \text{ J/mol}$$

$$\Delta G \text{ NaOH} = -379\,494 \text{ J/mol}$$

$$\Delta G \text{ CH}_3\text{COONa} = -631\,200 \text{ J/mol}$$

$$\Delta G \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH} = -168\,490 \text{ J/mol}$$

Sehingga,

$$\begin{aligned} \Delta G \text{ reaksi} &= \Delta G \text{ produk} - \Delta G \text{ reaktan} \\ &= [\Delta G \text{ CH}_3\text{COONa} + \Delta G \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH}] - [\Delta G \text{ CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 + \Delta G \text{ NaOH}] \\ &= [-631\,200 - 168\,490] \text{ J/mol} - [-328\,000 - 379\,494] \\ &= -92196 \text{ J/mol} \end{aligned}$$

$$\frac{d}{dT}(\Delta G/RT) = \frac{\Delta H}{RT^2}$$

$$\Delta G = RT \ln K$$

$$K \text{ pada standar } 298^\circ\text{K} = e^{(\Delta G/RT)}$$

Dari data di atas diperoleh nilai konstanta keseimbangan pada temperature 298 K adalah $4,179 \times 10^{67}$. Pada temperatur operasi, harga K dihitung dengan persamaan:

$$\ln\left(\frac{K}{k'}\right) = -\frac{\Delta H^\circ}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_1}\right)$$

$$T = 27^\circ\text{C} \text{ (suhu ruang)} = 300 \text{ K}$$

$$\ln\left(\frac{4,19 \cdot 10^{-67}}{k'}\right) = \frac{91091}{1,987}\left(\frac{1}{298} - \frac{1}{300}\right)$$

$$k' = 1.168 \times 10^{-66}$$

Karena harga konstanta keseimbangan kecil, maka reaksi berlangsung searah (*irreversible*).

2.4 Tinjauan Kinetika

Ditinjau dari kinetika reaksi, kecepatan reaksi saponifikasi etil asetat dengan NaOH akan makin besar dengan kenaikan suhu, adanya pengadukan dan perbedaan konsentrasi. Hal ini dapat dijelaskan oleh persamaan Arrhenius yaitu

$$k = k_0 \cdot e^{-E_A/RT}$$

Dengan:

k = konstanta laju reaksi

k₀ = faktor pre eksponensial atau frekuensi

T = suhu

E_A = Energi aktivasi

R = konstanta gas ideal

$$= 1,98 \text{ cal/gm-mol.}^\circ\text{K}$$

$$= 1,98 \text{ Btu/lb-mol.}^\circ\text{R}$$

$$=82,06 \text{ cm}^3 \cdot \text{atm} / \text{gm} \cdot \text{mol} \cdot ^\circ \text{K}$$

Berdasarkan persamaan Arrhenius dapat dilihat bahwa konstanta laju reaksi dipengaruhi oleh nilai faktor frekuensi atau faktor eksponensial, suhu, dan energi aktivasi (Levenspiel, 1999).

2.5 Sifat Fisis dan Kimia Reagen

1) NaOH

Sifat fisis :

- Berat Molekul = 40 gr/mol
- Titik didih = 134 °C
- Titik lebur = 318, 4 °C
- Berat jenis = 2, 130 gr/mol
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin 10 °C = 42
- Kelarutan dalam 100 bagian air panas 100°C = 32

Sifat kimia :

- Dengan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ membentuk endapan $\text{Pb}(\text{OH})_2$ yang larut dalam reagen excess, merupakan basa kuat, mudah larut dalam air.

2) Etil Asetat

Sifat fisis :

- | | |
|---------------|-----------------|
| Berat jenis | = 1, 356 gr/mol |
| Titik didih | = 85 °C |
| Berat molekul | = 88 gr/mol |
| Titik lebur | = -111 °C |

Sifat kimia:

Bereaksi dengan Hg^+ membentuk endapan Hg_2Cl_2 putih yang tidak larut dalam air panas dan asam encer tetapi larut dalam ammonia encer dan KCN tiosulfat, beraksi dengan Pb^{2+} membentuk PbCl_2 putih, mudah menguap apabila dipanaskan.

3) HCl

Sifat Fisika :

1. Massa atom : 36,45
2. Massa jenis : 3,21 gr/cm³.
3. Titik leleh : -101°C
4. Energi ionisasi : 1250 kj/mol
5. Kalor jenis : 0,115 kal/gr°C
6. Pada suhu kamar, HCl berbentuk gas yang tak berwarna
7. Berbau tajam.

Sifat Kimia :

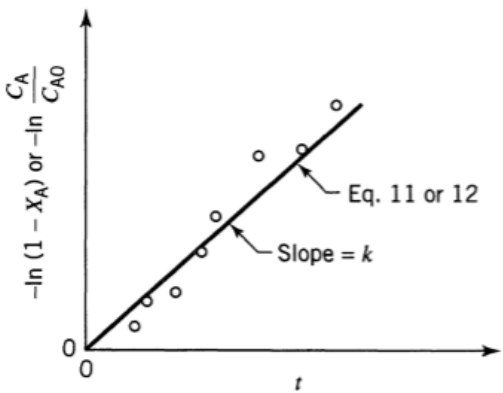
1. HCl akan berasap tebal di udara lembab.

2. Gasnya berwarna kuning kehijauan dan berbau merangsang.
3. Dapat larut dalam alkali hidroksida, kloroform, dan eter.
4. Merupakan oksidator kuat.
5. Berafinitas besar sekali terhadap unsur-unsur lainnya, sehingga dapat
5. Racun bagi pernapasan.

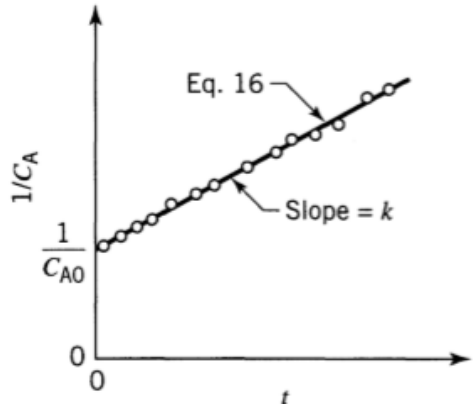
2.6 Menentukan Orde Reaksi

Trial orde reaksi pada reaktor batch

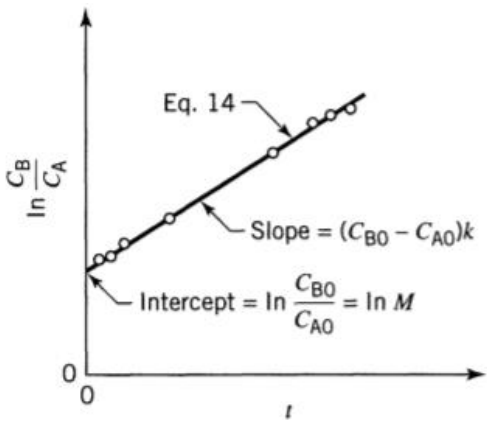
1. Diberikan data waktu (t) dan C_A , C_{A0} adalah C_A pada $t=0$
2. Membuat data $-\ln(C_A/C_{A0})$ dan $1/C_A$
3. Pertama menebak “orde reaksi pertama” dengan membuat grafik $\ln(C_A/C_{A0})$ vs t, hasil grafik harus lurus
 - A. Jika hasil grafik tidak lurus, maka menebak “orde reaksi kedua” dari grafik antara $1/C_A$ vs t, hasil grafik harus lurus. (Apabila $C_{A0} = C_{B0}$)
 - B. Jika hasil grafik tidak lurus, maka menebak “orde reaksi kedua” dari grafik antara $\ln C_B/C_A$ vs t, hasil grafik harus lurus. (Apabila $C_{A0} \neq C_{B0}$)
4. Membentuk persamaan $y = a + bx$, a = intercept dan b = slope dari grafik $\log t$ vs $\ln C_{A0}$



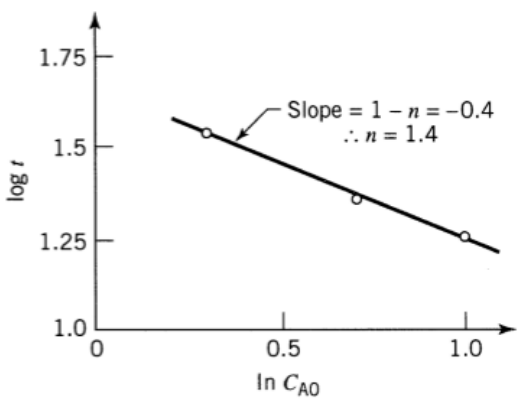
Gambar 2.2 Grafik Trial Reaksi Orde 1



Gambar 2.3 Grafik Trial Orde 2 ($C_{A0} = C_{B0}$)

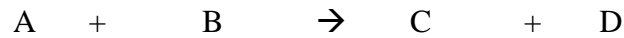
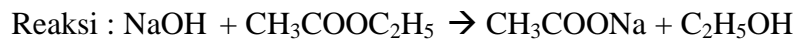


Gambar 2.4 Grafik Trial Reaksi Orde 2 ($C_{A0} \neq C_{B0}$)



Gambar 2.5 Grafik Trial Orde n
(Levenspiel, 1999)

2.7 Menghitung Harga Konstanta Reaksi Penyabunan (k) Etil Asetat Dengan NaOH



Orde reaksi 2

Persamaan kecepatan reaksi:

$$-r_a = -\frac{dC_a}{dt} = k \cdot C_a \cdot C_b \text{ dimana } C_a = C_b$$

$$-\frac{dC_a}{dt} = k \cdot C_a^2$$

$$-\frac{dC_a}{C_a^2} = k \cdot dt$$

$$\int_{C_{ao}}^{C_a} -\frac{dC_a}{C_a^2} = \int_0^t k \cdot dt$$

$$\left[\frac{1}{C_a} \right]_{C_{ao}}^{C_a} = k \cdot t$$

$$\frac{1}{C_a} - \frac{1}{C_{ao}} = k \cdot t$$

$$\frac{1}{C_a} = k \cdot t + \frac{1}{C_{ao}}$$

$$y = mx + c$$

Harga k didapat dari least square. Dimana harga k merupakan nilai dari m.

(Levenspiel, 1999)

Orde reaksi 1

$$-r_a = -\frac{dC_a}{dt} = k \cdot C_a$$

$$\int_{C_{ao}}^{C_a} -\frac{dC_a}{C_a} = \int_0^t k \cdot dt$$

$$-\ln[C_a]_{C_{ao}}^{C_a} = k \cdot t$$

$$-(\ln C_a - \ln C_{ao}) = k \cdot t$$

$$-\ln \frac{C_a}{C_{ao}} = k \cdot t$$

$$y = mx$$

BAB III

METODE PERCOBAAN

3.1 Bahan dan Alat yang Digunakan

3.1.1 Bahan

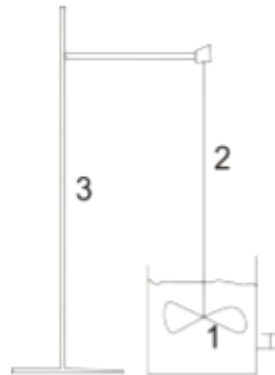
1. NaOH
2. Etil asetat
3. HCl
4. Indikator MO 3 tetes
5. Aquadest

3.1.2 Alat

- | | |
|------------------|---|
| 1. Pipet | 5. Buret |
| 2. Thermometer | 6. Statif dan Klem |
| 3. Reaktor Batch | 7. Erlenmeyer |
| 4. Gelas Ukur | 8. Rangkaian alat reaktor aliran kontinyu |

3.2 Gambar Rangkaian Alat Percobaan

a. Proses Batch

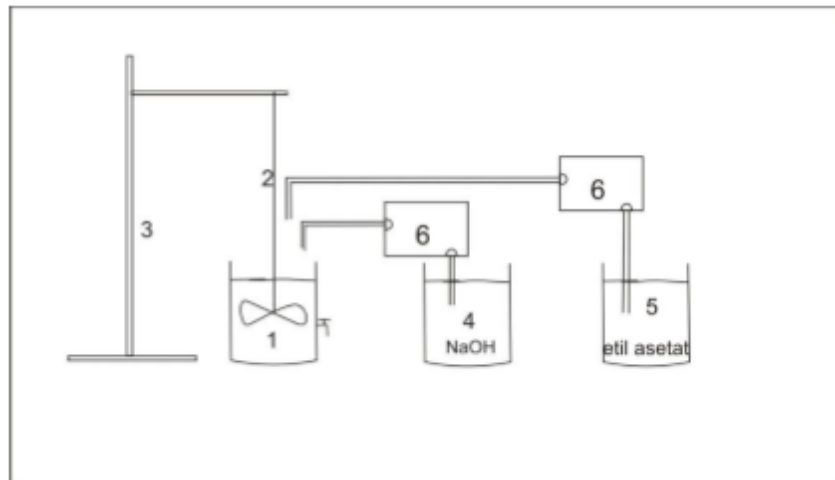


Gambar 3.1 Gambar Alat Utama Proses Batch

Keterangan :

1. Reaktor Batch
2. Stirer
3. Statif

b. Proses Kontinyu



Gambar 3.3 Gambar Alat Utama Proses Kontinyu

Keterangan :

1. Reaktor Kontinyu
2. Stirrer
3. Statif
4. Tangki Reaktor

3.3 Variabel Operasi

- a. Variabel Tetap
- b. Variabel Berubah

3.4 Respon Uji Hasil

Konsentrasi NaOH sisa yang dapat diamati dengan konsentrasi titran HCl sampai TAT.

3.5 Prosedur Percobaan

Percobaan Batch

1. Siapkan reagen yang dibutuhkan: etil asetat 0.1 N, HCl 0.05 N, dan NaOH 0.1 N.
2. Masukkan etil asetat 0.1 N dan NaOH 0.1 N dengan volume masing masing 1 liter
3. Ambil sampel 5 ml tiap 1,5 menit, kemudian tambahkan indikator MO 3 tetes ke dalam sampel dan titrasi dengan HCl 0.1 N sampai warna merah orange. Titrasi dihentikan sampai volume titran yang digunakan 3 kali konstan.
4. Dengan perhitungan dapat diperoleh nilai Ca (konsentrasi NaOH sisa).
5. Lakukan langkah 1 sampai 4 dengan variabel yang berbeda

Percobaan Kontinyu

1. Siapkan reagen yang dibutuhkan: etil asetat 0.1 N, HCl 0.1 N, dan NaOH 0.1N.
2. Masukkan etil asetat dan NaOH ke dalam tangki umpan masing-masing.

3. Pompa masing-masing reaktan ke dalam CSTR yang kosong dan menjaga konstan laju alirnya serta mereaksikannya.
4. Ambil sampel 5 ml tiap 1 menit, kemudian tambahkan indikator MO 3 tetes ke dalam sampel dan titrasi dengan HCl 0.1 N sampai warna merah orange. Titrasi dihentikan sampai volume titran yang digunakan 3 kali konstan.
5. Dengan perhitungan dapat diperoleh nilai Ca (konsentrasi NaOH sisa).
6. Lakukan langkah 1 sampai 5 dengan pengadukan sedang dan pengadukan cepat.

DAFTAR PUSTAKA

- Levenspiel. O., 1999. Chemical reaction Engineering 3rded, Mc. Graw Hill Book Kogakusha Ltd, Tokyo.
- Smith, J. M. , VanNess, H. C., Abbott, M. M. 2011. Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics, 6th ed., McGraw-HillCo., Singapore.