



TESIS - TK185401

SINTESIS SILIKA MENGGUNAKAN METODE *SPRAY DRYING* SERTA PEMODELAN DENGAN *COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS (CFD)*

ABDURRAHMAN ANIS ALBAR
02211850010005

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Widiyastuti, S.T, M.T
Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
2020



TESIS-TK185401

SINTESIS SILIKA MENGGUNAKAN METODE *SPRAY DRYING* SERTA PEMODELAN DENGAN *COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS (CFD)*

ABDURRAHMAN ANIS ALBAR
02211850010005

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Widiyastuti, S.T, M.T
Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Teknik (M.T.)

Di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Abdurrahman Anis Albar

NRP : 02211850010005

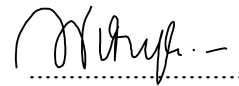
Tanggal Ujian : 3 Agustus 2020

Periode Wisuda : September 2020

Disetujui oleh :

Pembimbing :

1. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
NIP : 1975 03 06 2002 12 2 002




2. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, S.T., M.T.
NIP : 1967 02 03 1991 02 1 001

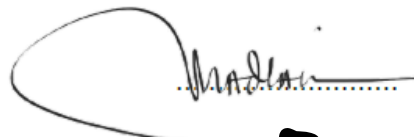


Penguji :

1. Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.Eng
NIP. 1972 05 20 1997 02 1 001



2. Dr. Suci Madhania, S.T., M.Eng
NIP. 1975 02 14 2008 12 2 003



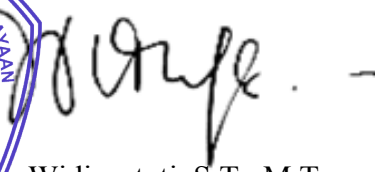
3. Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.Sc
NIP. 1951 08 04 1974 12 1 001



Kepala Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem

Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

NIP : 1975 03 06 2002 12 2 002



SINTESIS SILIKA MENGGUNAKAN *SPRAY DRYING* SERTA PEMODELAN DENGAN *COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS (CFD)*

Mahasiswa : Abdurrahman Anis Albar
NRP : 02211850010005
Pembimbing I : Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
Pembimbing II : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

ABSTRAK

Silika mesopori dewasa ini banyak diminati terutama dalam bidang obat-obatan, pengolahan makanan, katalis maupun sebagai adsorben pada zat pewarna. Agar produk yang dihasilkan berbentuk bubuk halus dengan *surface area* yang besar disertai morfologi yang terkontrol, digunakan metode sintesa berupa *spray drying*. Metode sol-gel digunakan untuk preparasi larutan prekursor dari *waterglass* yang akan diumpangkan menuju alat *spray drying*. Variabel yang digunakan pada penelitian ini yaitu laju volumetrik larutan prekursor dan *flowrate* udara panas. *Computational Fluid Dynamics (CFD)* juga digunakan untuk melihat pola alir serta distribusi suhu yang akan dibandingkan dengan hasil eksperimen. Selain itu, pemodelan juga digunakan untuk melihat profil kecepatan, kecepatan droplet serta fraksi massa air pada udara panas. Berdasarkan hasil eksperimen, didapati untuk variabel laju alir larutan prekursor serta kecepatan udara panas dengan *surface area* terbesar yaitu pada laju alir 1,6 mL/menit dan *flowrate* udara panas 414 L/menit dengan *surface area* 168,234 m²/g. Hasil dari perbandingan pemodelan terhadap kecepatan udara panas diperoleh dengan deviasi sebesar 4,11%-8,97% sementara hasil dari perbandingan pemodelan terhadap suhu udara pans diperoleh dengan deviasi sebesar 28,89%-33,43%

Kata Kunci : CFD, Silika, *Spray Drying*

Halaman ini sengaja dikosongkan

SYNTHESIS OF SILICA USING SPRAY DRYING AND MODELING WITH COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS (CFD)

By : Abdurrahman Anis Albar
Student Identity Number : 02211850010005
Advisor I : Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
Advisor II : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

ABSTRACT

Mesoporous silica is currently in great demand, especially in the fields of medicine, food processing, catalysts or as an adsorbent in dyes. In order for the resulting product to be in the form of a fine powder with a large surface area and controlled morphology, a synthetic method in the form of spray drying is used. The sol-gel method is used for the preparation of precursor solutions from the waterglass which will be fed to the spray drying apparatus. The variables used in this study were the volumetric rate of the precursor solution and the flow rate of hot air. Computational Fluid Dynamics (CFD) is also used to see the flow pattern and temperature distribution to be compared with the experimental results. In addition, modeling is also used to see the profile velocity, droplet velocity, and air mass fraction in hot air. Based on the experimental results, it was found that the variables of the precursor solution flow rate and the hot air velocity with the largest surface area were for the flow rate of 1.6 mL/minute and the hot air flow rate of 414 L / min with a surface area of 168.234 m²/g. The results of the comparison of modeling to hot air velocity obtained with a deviation of 4.11% -8.97% while the results of the comparison of modeling to air temperature obtained with a deviation of 28.89% - 33.43%

Key Words : CFD, Silica, Spray Drying

Halaman ini sengaja dikosongkan

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT atas segala karunia dan rahmatnya kepada semesta alam, shalawat dan salam semoga selalu tercurahkan kepada junjungan kita Rasulullah SAW pemimpin Nabi dan Rasul. Rasa syukur kepada Allah SWT kami haturkan sehingga penulis dapat melaksanakan penelitian tesis yang berjudul **“SINTESIS SILIKA MENGGUNAKAN *SPRAY DRYING* SERTA PEMODELAN DENGAN *COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS (CFD)*”** dan menyelesaikan laporan tesis sebagai syarat kelulusan bagi mahasiswa pascasarjana Departemen Teknik Kimia FTIRS-ITS Surabaya. Penulis juga menyampaikan rasa terima kasih sebesar-besarnya kepada :

1. Ayahanda M. Anis Albar serta Ibunda Ragwan Albaar; Kakak Thoha Muhajir Albaar serta Adik Syarifah Alwiyah Albar yang telah memberikan dukungan semangat, doa serta dukungan moral dan material lainnya sejak awal sampai laporan tesis ini dapat diselesaikan.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng. dan Ibu Dr. Widiyastuti, ST., M.T. selaku dosen pembimbing yang banyak memberikan arahan, masukan, dan dukungan selama proses pengerjaan tesis.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.Sc.; Bapak Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.Eng., Ibu Dr. Suci Madhania, S.T., M.Eng. selaku dosen penguji atas masukannya selama proses pengerjaan tesis.
4. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia ITS atas ilmu dan fasilitas yang diberikan selama penulis menempuh pendidikan di Departemen Teknik Kimia FTIRS ITS.
5. Rekan-rekan seperjuangan S2, rekan-rekan mahasiswa laboratorium Elektrokimia dan Korosi khususnya Hendrix Abdul Aziz, Mas Muhamad Nirwan dan Mbak Ervina Rumpakwakra serta Mbak Lailatul Qomariyah dan Mas Mahardika F.R (Puma) atas segala diskusi, dukungan dan kerjasamanya.

Sebagai penutup, penulis memohon maaf atas segala kekurangan dalam proses penyusunan tesis ini. Semoga tesis ini dapat memberikan manfaat kepada pembaca khususnya dalam bidang *spray drying* serta CFD. Kritik dan saran yang membangun akan diharapkan oleh penulis sebagai masukan kedepannya.

Surabaya, Agustus 2020

Penulis

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	3
2.1 Silika.....	3
2.2 Waterglass	4
2.3 Resin Penukar Ion	5
2.4 Metode Sol-Gel	6
2.5 Spray Drying	7
2.6 Atomisasi.....	7
2.7 <i>Computational Fluid Dynamics</i> (CFD).....	8
2.8 Persamaan yang Digunakan pada CFD	9
2.9 Proses Pengeringan Droplet yang Mengandung Padatan Terlarut.....	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	15
3.1 Bahan dan Alat Penelitian	15
3.1.1 Bahan	15
3.1.2 Alat.....	15
3.2 Variabel dan Kondisi Operasi	15
3.3 Prosedur Percobaan	16
3.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor.....	16
3.3.2 Pembentukan <i>Droplet</i> dan Pengendapan Partikel Silika	18

3.3.3 Pengeringan <i>Droplet</i>	18
3.3.4 Karakterisasi Produk	18
3.3.5 Pemodelan menggunakan <i>Computational Fluid Dynamics (CFD)</i>	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Pengaruh Kecepatan Volumetrik Larutan terhadap Karakteristik Partikel .	25
4.2 Pengaruh <i>Flowrate</i> Udara Panas terhadap Karakteristik Partikel	31
4.3 Pemodelan Spray Drying Menggunakan CFD	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	49
5.1 Kesimpulan	49
5.2 Saran	50
DAFTAR PUSTAKA	xiii
RIWAYAT HIDUP PENULIS	xvii

DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1 Skema Peralatan <i>Spray Drying</i>	16
Gambar 3.2 <i>Flowchart</i> Pembuatan Larutan Prekursor	17
Gambar 3.3 Domain Komputasi CFD.....	19
Gambar 3.4 <i>Boundary Condition</i>	20
Gambar 3. 5 Titik Pengamatan yang Dipilih untuk Mengamati Profil Kecepatan pada <i>Spray Dryer</i>	23
Gambar 4.1 Morfologi Partikel pada berbagai Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor	26
Gambar 4. 2 Distribusi Ukuran Partikel pada berbagai Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor	28
Gambar 4.3 Plot Data Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen pada berbagai Variabel Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor	28
Gambar 4.4 Klasifikasi Data Adsorpsi <i>Isotherm</i>	29
Gambar 4.5 Distribusi Ukuran Pori pada berbagai Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor	30
Gambar 4.6 Morfologi Partikel pada berbagai <i>Flowrate</i> Udara Panas.....	31
Gambar 4.7 Distribusi Ukuran Partikel pada berbagai Variabel <i>Flowrate</i> Udara Panas.....	33
Gambar 4.8 Plot Data Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen pada berbagai Variabel <i>Flowrate</i> Udara Panas.....	34
Gambar 4.9 Distribusi Ukuran Pori pada berbagai <i>Flowrate</i> Udara Panas .	35
Gambar 4.10 <i>Grid Independence Test Temperature</i>	36
Gambar 4.11 <i>Grid Independence Test Pressure</i>	36
Gambar 4.12 <i>Grid Independence Test Velocity</i>	37
Gambar 4.13 Distribusi Temperatur pada Berbagai Kecepatan Udara Panas (a) 8,32 m/s (b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s.....	37
Gambar 4.14 Distribusi Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Kecepatan Udara Panas (a) 8,32 m/s (b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s	39

Gambar 4.15 Profil Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Jarak Ketinggian dari <i>Inlet</i> (a) 2,4 cm (b) 13,2 cm (c) 24,7 cm (d) 46,2 cm	41
Gambar 4.16 Distribusi Kecepatan <i>Spray Liquid</i> pada Berbagai Kecepatan Udara Panas (a) 8,32 m/s (b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s	43
Gambar 4.17 Distribusi Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Kecepatan Udara Panas (a) 8,32 m/s (b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s	45
Gambar 4.18 Perbandingan Data <i>Flowrate</i> Udara Eksperimen dan CFD	47
Gambar 4.19 Perbandingan Data Suhu Udara Eksperimen dan CFD	47

DAFTAR TABEL

Tabel 3. 1 <i>Skewness</i>, Standard Deviasi, Jumlah <i>Node</i> dan Elemen <i>Mesh</i>.....	20
Tabel 3. 2 Kondisi yang Digunakan untuk Pemodelan CFD	21
Tabel 4.1 Hasil Perhitungan <i>Surface Area</i>, Ukuran dan Volume Pori untuk Berbagai Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor	30
Tabel 4.2 Hasil Perhitungan <i>Surface Area</i>, Ukuran dan Volume Pori untuk Berbagai Laju Alir Udara Panas	35

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silikon dioksida (silika) adalah salah satu material nano yang paling banyak digunakan karena dapat digunakan dalam berbagai aplikasi, dengan permintaan sebesar 2,9 juta ton seharga 6,9 miliar dolar pada 2018 dan diproyeksikan terus meningkat sebesar 5 persen setiap tahunnya [1]. Sebagai bahan fungsional, silika umumnya tersedia di pasaran sebagai partikel berpori. Silika dengan ukuran pori 2-50 mikrometer (didefinisikan sebagai silika mesopori) telah dikenal secara luas sebagai salah satu topik utama penelitian bahan berpori karena keseragaman dan luas permukaan spesifik yang tinggi [2],[3].

Silika dalam industri memiliki banyak kegunaan, seperti industri perawatan kulit, pasta gigi, pelapisan kertas bahkan dapat dimanfaatkan sebagai pendukung katalis, *antiblocking agent* maupun dalam bidang farmasi. Silika banyak dijumpai dalam bentuk bubuk, *flake* atau gel sesuai dengan masing-masing fungsinya. Salah satu morfologi yaitu bola berongga memiliki peran penting karena berpotensi untuk diaplikasikan dalam enkapsulasi, pelepasan obat terkontrol, katalisis dan pemisahan [4].

Pada umumnya alkil ortosilikat digunakan untuk persiapan nanopartikel silika. Namun, bahan tersebut bukan sumber komersial terbaik dari silika karena menghabiskan biaya yang tinggi, mudah terbakar, dan sulit untuk penanganan serta penyimpanannya. Sodium silikat (*waterglass*) adalah sumber silika yang hemat biaya dibandingkan dengan *tetraethoxysilane* (TEOS) atau *tetramethoxysilane* (TMOS) yang lebih umum digunakan. Selain itu, dengan menggunakan media berair murni, pelarut yang mahal dan sangat beracun dapat dihindari. Sodium silikat dapat menjadi sumber silika yang baik untuk produksi bubuk endapan silika skala besar pada industri.

Spray drying adalah unit operasi yang populer untuk memproses bubuk kering dari bahan padat. *Spray drying* banyak digunakan dalam industri farmasi dan makanan dikarenakan memiliki waktu tinggal yang singkat, yang merupakan

keuntungan besar terutama untuk bahan yang sensitif terhadap suhu. Selain itu, bentuk produk akhir yang berupa bubuk padat adalah hal yang diinginkan dalam aplikasi industri khususnya farmasi dan makanan.

CFD (*Computational Fluid Dynamics*) merupakan aplikasi yang dapat digunakan untuk memodelkan proses *spray drying*. Proses yang dapat dikomputasikan dalam *spray drying* antara lain profil laju alir dan distribusi suhu, dengan menyesuaikan kondisi operasi seperti saat melakukan eksperimen. Komputasi kerap dilakukan untuk membantu memahami proses *spray drying* yang kemudian divalidasi dengan hasil eksperimen.

1.2 Rumusan Masalah

Untuk mempelajari sintesa silika mesopori dengan morfologi yang terkontrol, perlu dicari parameter-parameter yang optimal pada metode *spray drying* serta dilakukan pemodelan menggunakan *computational fluid dynamics*. Fenomena yang terjadi saat peristiwa *spray drying* tidak dapat teramati saat eksperimen sehingga diperlukan komputasi untuk membantu mengamati fenomena yang terjadi.

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian adalah untuk mengetahui kondisi operasi optimum pada alat *spray drying* ditinjau dari *surface area* partikel silika, disertai pemodelan menggunakan *Computational Fluid Dynamics* untuk mengamati fenomena yang terjadi dan membandingkan hasil eksperimen terhadap komputasi

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah memberikan kontribusi dalam penelitian mengenai nanopartikel dalam sintesa silika serta pemodelannya dalam teknologi *spray drying*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika

Silika digunakan sebagai sebutan singkat untuk "silikon dioksida" dalam semua bentuk kristal, amorf, dan terhidrasi atau terhidroksilasi. Sejauh ini bentuk kristal yang paling umum adalah kuarsa, unsur utama dari pasir biasa. Namun dalam kondisi tertentu di alam atau di laboratorium, bentuk lain diproduksi. Bentuk-bentuk ini dapat dibagi menjadi yang berikut :

1. Kristal anhidrat SiO_2
2. Kristal terhidrasi $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
3. Silika amorf anhidrat dalam bentuk *microporous anisotropic* seperti serat atau lembaran
4. Silika amorf anhidrat dan hidrat dari subdivisi koloid atau dalam bentuk *microporous isotropic* seperti sol, gel, dan bubuk halus
5. Silika kaca amorf padat.

Dari pembagian diatas, nomor 2, 3 dan 4 memperlihatkan permukaan eksternal atau internal yang luas sehingga menarik untuk diteliti [5]

Frondel [6] menyatakan bahwa silika amorf tidak benar-benar amorf tetapi terdiri dari daerah *local atomic order*, atau kristal berukuran sangat kecil, yang memiliki struktur kristobalit melalui penelitian difraksi sinar-X yang hati-hati. Namun, dengan prosedur difraksi biasa, bahan ini hanya memberikan pita lebar, tanpa beberapa puncak seperti yang biasanya diperoleh dengan kristal makroskopik, dan disebut sebagai "amorf."

Dari proses alami, silika mikroamorf diperoleh dari kondensasi fase uap yang dikeluarkan dalam letusan gunung berapi atau diendapkan dari larutan super jenuh di perairan alami dan pada organisme hidup. Kecuali untuk silika yang disimpan di tanaman atau diatom, silika mikroamorf alami umumnya terlalu tidak murni untuk memungkinkan studi kelarutan. Sementara untuk proses silika mikroamorf buatan laboratorium terbagi menjadi 3 kelas :

1. Mikroskopis seperti lembaran, pita, dan bentuk seperti serat yang diperoleh dengan proses khusus
2. Bentuk amorf umum yang terdiri dari partikel bola SiO_2 dengan diameter kurang dari 1000 \AA diameter dan permukaan dari SiO_2 anhidrat atau kelompok SiOH .
3. Silika amorf terhidrasi, yang ditetapkan dalam kelas terpisah di mana sebagian besar atom silikon masing-masing mempertahankan satu atau lebih gugus hidroksil dalam struktur silika. Jenis struktur polimer ini diperoleh jika asam monosilikat atau asam oligosilikat dalam air yang dipekatkan dan dipolimerisasi pada suhu biasa atau rendah dan dalam larutan yang sedikit asam. Kondisi tersebut diyakini menyebabkan silika berpolimerisasi menjadi unit bola yang sangat kecil dengan diameter kurang dari $20\text{-}30 \text{ \AA}$, yang ketika dipekatkan menyebabkan terikat menjadi massa gel tiga dimensi, memerangkap air pada bagian celah yang memiliki dimensi molekuler dan menahan air yang dapat diserap namun hanya di atas sekitar $60 \text{ }^\circ\text{C}$.

Biasanya struktur seperti itu tidak dipertahankan karena dalam membuat sol dan gel, pH tidak dijaga tetap cukup asam maupun suhu tidak dijaga di bawah $60 \text{ }^\circ\text{C}$ selama pemrosesan hingga menghasilkan produk akhir [5].

2.2 Waterglass

Sodium silikat merupakan garam yang larut dalam air dan umumnya dikenal sebagai *waterglass* atau *soluble glass*. Secara kimia, *waterglass* adalah sodium metasilicate dari komposisi Na_2SiO_3 atau $\text{NaSiO}_3 \cdot 9 \text{ H}_2\text{O}$. Dua bentuk silikat lain juga tersedia, sodium sequisilikat, $3 \text{ Na}_2\text{O} \cdot 2 \text{ SiO}_2$, dan sodium ortosilikat, $2 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$. Semua bentuk tersebut terkenal karena sifat deterjen dan pengemulsi yang kuat serta daya suspensinya. Bahan ini memiliki daya rekat yang baik, dan digunakan dalam jumlah besar pada larutan air untuk perekat industri. Bahan ini juga digunakan untuk menghambat korosi pada sistem air minum dan air industri, membentuk lapisan tahan oksidasi pada dinding pipa. Jika korosi telah dimulai, larutan rekondisi pH-netral dapat menghilangkan karat atau kerak tanpa penyesuaian pH *flush water*. Ketika padat, natrium silikat terlihat seperti kaca dan

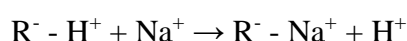
larut dalam air panas serta meleleh pada 1864 °F (1018 °C). Natrium silikat dapat diperoleh dengan mencairkan natrium karbonat dengan silika, atau dengan melelehkan pasir, arang, dan soda. Produk yang menyatu ditumbuk dan dilarutkan dalam air dengan dididihkan dalam waktu yang lama [7].

2.3 Resin Penukar Ion

Resin penukar ion merupakan polimer yang mempunyai berat molekul tinggi yang terangkai silang, mengandung gugus fungsional, karboksilat, fenolat dan lini-lini sebagai suatu bagian integral serta mengandung sejumlah kation yang ekuivalen [8]. Resin merupakan media pertukaran ion yang mempunyai batas kemampuan dalam melakukan pertukaran sehingga pada akhirnya mengalami kejenuhan sehingga perlu diregenerasi agar resin bisa digunakan kembali [9].

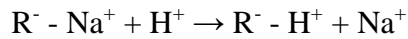
Struktur resin penukar ion disebut matrik yang tidak beraturan dan merupakan ikatan hidrokarbon. Untuk resin penukar ion asam kuat matriknya berikatan dengan grup ionik seperti $-SO_3H$ (sulfonat), sedangkan untuk resin penukar ion asam lemak matriknya berikatan dengan $-COOH$ (karboksilat) [10]. Sifat-sifat penting yang diharapkan dari pertukaran ion antara lain : daya pengambilan (kapasitas) besar, pertukaran cepat, tahan terhadap suhu serta pengaruh fisik, kimia dan pengikisan [11].

Reaksi yang berlangsung pada penukar ion secara sederhana dapat dirumuskan :



Waktu kontak larutan yang diperlukan dalam pertukaran ditentukan oleh waktu untuk pertukaran pada setiap partikel penukar. Apabila waktu kontak terlalu singkat, maka tidak semua ion yang akan dipisahkan dapat ditukar sehingga syarat kemurnian cairan yang diinginkan tidak tercapai [11].

Regenerasi adalah suatu proses peremajaan, penginfeksian, dengan kekuatan baru terhadap resin penukar ion yang telah jenuh. Regenerasi penukar ion dapat dilakukan dengan mudah karena pertukaran ion merupakan suatu proses yang sangat reversibel. Dalam regenerasi, diusahakan terjadi reaksi dalam arah yang berkebalikan dari pertukaran ion sebagai berikut [9] :

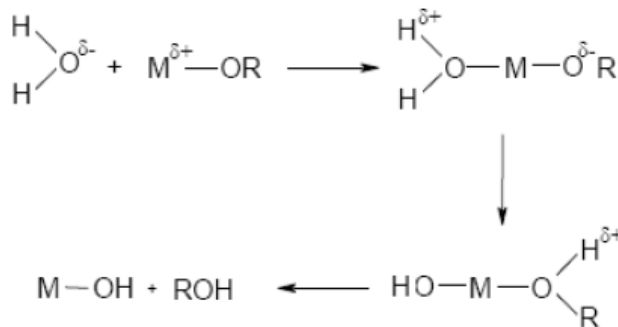


2.4 Metode Sol-Gel

Koloid adalah suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μ m) yang terdispersi dalam suatu pelarut. Untuk membentuk koloid, prekursor atau bahan awal diperoleh dari alkoksida logam dan klorida logam yang mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi polikondensasi. Prekursor juga dapat disimpan pada suatu substrat untuk membentuk *film* (seperti melalui *dip-coating* atau *spin-coating*), yang kemudian dimasukkan kedalam suatu wadah yang sesuai dengan bentuk yang diinginkan, misalnya untuk menghasilkan suatu keramik monolitik, gelas, fiber atau serat, membran, aerogel, atau juga untuk membentuk bubuk, baik butiran mikro maupun nano [12]

Dari beberapa tahapan proses sol-gel, terdapat dua tahapan umum dalam pembuatan metal oksida melalui proses sol-gel, yaitu hidrolisis dan polikondensasi. Ada dua tahapan reaksi dalam Sol Gel :

1. Hidrolisis metal oksida



2. Kondensasi



Menurut Iler [5][5], polimerisasi sol-gel terjadi dalam tiga tahap :

1. Polimersasi monomer untuk membentuk partikel
2. Penumbuhan partikel

3. Pengikatan partikel menjadi rantai bercabang, lalu jaringan, yang kemudian memanjang ke seluruh medium cairan, dan akhirnya mengental menjadi gel.

2.5 Spray Drying

Spray drying melibatkan atomisasi dan pengeringan (pembentukan partikel) dari larutan encer atau organik untuk menghasilkan bahan padat dalam satu unit operasi menggunakan udara panas atau gas inert. Teknologi ini cocok untuk konversi secara kontinyu untuk larutan yang encer atau organik dalam bentuk partikel kering. *Spray drying* mudah diaplikasikan baik pada larutan, emulsi, suspensi, slurry dan pasta asalkan dapat dipompa dan mampu diatomisasi [13]. Bergantung pada komposisi *feed* dan kondisi operasi, partikulat akhir dapat berupa bubuk nano berukuran sangat halus (210-280 nm), serbuk halus dalam ukuran mikron (10-50 μm) atau aglomerat (hingga 3mm) [14], [15].

Penampilan, properti aliran, kompresibilitas, densitas *bulk*, dispersibilitas, kelarutan, nilai gizi dan stabilitas penyimpanan dari serbuk hasil *spray drying* tergantung pada sifat bahan dan parameter *spray drying*. Salah satu keuntungan paling luar biasa dari *spray drying* adalah kapasitasnya untuk memproses beberapa jenis bahan untuk menghasilkan produk yang cukup kering dengan sifat yang telah ditentukan sebelumnya. Oleh karena itu, teknologi ini banyak digunakan di beberapa sektor industri termasuk industri makanan, farmasi, bioteknologi dan kimia. Banyak bahan biologis dan sensitif terhadap suhu seperti susu, jus buah dan *pulp*, ekstrak herbal, enzim, minyak esensial, senyawa aroma dan berbagai obat-obatan farmasi telah dikeringkan dengan proses ini [16]. Dalam pemrosesan buah dan sayuran, *spray drying* biasanya cocok untuk memproduksi bubuk dari jus buah dan sayuran atau konsentrat [17].

2.6 Atomisasi

Atomisasi adalah langkah pertama dalam *spray drying*. Hal ini melibatkan atomisasi dan pendistribusian *feed* menjadi jutaan tetesan halus untuk sangat meningkatkan luas permukaan dan dengan demikian sangat meningkatkan panas dan perpindahan massa [18]. Semakin tinggi energi yang digunakan untuk mencapai atomisasi, semakin kecil tetesan / partikelnya [14].

Atomisasi juga merupakan langkah paling penting untuk mencapai operasional yang ekonomis dan kualitas produk yang tinggi. Distribusi ukuran tetesan cair dan distribusi ukuran bubuk kering tergantung pada jenis *atomizer* yang digunakan dan parameter operasi seperti kecepatan rotasi, *pressure drop* dan laju aliran zat cair yang akan dikeringkan [19], [20].

Ada tiga jenis *atomizer* tersedia secara komersial dan digunakan dalam operasi *spray drying*, yaitu:

- (a) *Single fluid pressure nozzle*
- (b) *Two-fluid nozzle* (juga dikenal sebagai *atomizer* pneumatik)
- (c) *Rotary atomizer* (juga dikenal sebagai piringan berputar atau atomizer sentrifugal). Ultrasonik *nozzle* juga dilaporkan dalam literatur sebagai pengabut baru [21], [22]. Pilihan jenis alat *spray* tergantung pada sifatnya (misalnya konsentrasi dan viskositas) dan jumlah *feed* dan karakteristik yang diinginkan dari produk akhir [20]. Sebagai contoh, *rotary atomizer* lebih cocok untuk jenis *feed* dengan viskositas tinggi dan abrasif.

Pada *two-fluid nozzle*, *feed* cair dan udara bertekanan (atau uap) merupakan dua fluida yang dicampur secara internal atau eksternal. Energi dari gas yang terkompresi digunakan untuk mengatomisasi cairan. Dalam pencampuran internal, udara kering diputar dalam *nozzle* dan bersentuhan dengan cairan *feed* dalam *nozzle*. Dalam hal pencampuran eksternal, udara kering bercampur dengan cairan segera setelah cairan keluar dari *nozzle*. Sudut *spray* dari *two-fluid nozzle* harus sedemikian rupa sehingga memberikan campuran yang baik antara dua cairan yang menyebabkan jet cair meluruh ke dalam aliran gas. Kapasitas untuk menghasilkan tetesan yang sangat halus dan kemampuan untuk menangani cairan yang sangat kental adalah keuntungan utama dari *two-fluid nozzle* [20]. Namun, biaya operasi sangat tinggi dan oleh karena itu *two-fluid nozzle* umumnya terbatas pada *spray drying* skala laboratorium [23].

2.7 Computational Fluid Dynamics (CFD)

Computational Fluid Dynamics (CFD) merupakan program komputer perangkat lunak untuk memprediksi dan menganalisis secara kuantitatif aliran fluida, perpindahan panas, transpor fenomena dan reaksi kimia. CFD merupakan

analisis numerik dengan kontrol volume sebagai elemen dari integrasi persamaan-persamaan, yang terdiri dari persamaan keseimbangan massa, momentum dan energi [24].

Pada prinsipnya, ada tiga langkah yang harus dilakukan untuk menggunakan CFD, yaitu sebelum proses, saat proses, dan setelah proses [25]. Langkah sebelum proses antara lain *thinking*, *meshing*, dan pembuatan model komputasi atau model perhitungan. Pada tahap *thinking*, analisis memperhitungkan masalah aliran fluida dan menganalisis tentang masalah tersebut. Tahap *meshing* menciptakan bentuk domain masalah yang akan di analisis. Tahap pembuatan model antara lain: membuat batas-batas domain masalah, menentukan kondisi awal (input nilai), pengaturan sifat fisik fluida dan pengaturan parameter kontrol numerik. Pada langkah proses memerlukan computer untuk memecahkan ribuan persamaan. Proses ini membutuhkan waktu yang lama tergantung banyaknya *mesh* yang dibuat. Tahap setelah proses adalah tahap dimana mengevaluasi data yang dihasilkan CFD. Model yang telah diselesaikan oleh CFD dapat dianalisis dengan numerik dan grafis. CFD dapat membuat visualisasi dari yang sederhana grafik 2-D hingga gambar 3-D [26].

2.8 Persamaan yang Digunakan pada CFD

2.8.1 Persamaan Kontinuitas

Persamaan kontinuitas untuk suatu fluida *compressible* pada aliran *steady state* dalam notasi dapat ditulis sebagai berikut :

$$\partial\rho/\partial t + \text{div}(\rho\mathbf{u}) = 0 \quad (2.1)$$

Untuk aliran *incompressible*, nilai densitas ρ adalah konstan dan persamaan (1) menjadi

$$\text{Div}(\mathbf{u}) = 0 \quad (2.2)$$

2.8.2 Persamaan Momentum

Persamaan momentum adalah pernyataan konservasi momentum pada masing-masing arah dari tiga komponen. Tiga persamaan momentum secara kolektif disebut persamaan Navier-Stokes. Untuk transportasi momentum oleh konveksi, difusi dan beberapa sumber momentum juga ditambahkan menjadi :

$$\frac{\partial(\rho U_i)}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho U_i U_j) = - \frac{\partial p}{\partial x_i} + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\mu \left(\frac{\partial U_i}{\partial x_j} + \frac{\partial U_j}{\partial x_i} + \frac{\partial U_k}{\partial x_k} \delta_{ij} \right) \right] + \rho g_i + F_i \quad (2.3)$$

Pada persamaan (3), *convection term* berada pada persamaan sebelah kiri. Persamaan pada sebelah kanan merupakan *pressure gradient*, *source term*, gaya gravitasi, dan *source term* yang lain.

2.8.3 Persamaan Konservasi Energi dan Momentum Turbulen

Persamaan untuk konservasi energi (total entalpi) adalah :

$$\frac{\partial(\rho E)}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_i} [U_i(\rho E + p)] = \frac{\partial}{\partial x_i} \left[k_{eff} \frac{\partial T}{\partial x_i} - \sum_j h_j j_{j,i} + U_j (\tau_{ij})_{eff} \right] + S_h \quad (2.4)$$

Transfer panas turbulen dimodelkan menggunakan konsep analogi Reynold terhadap transfer momentum turbulen. Persamaan energinya dimodelkan menjadi :

$$\frac{\partial(\rho E)}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_i} [U_i(\rho E + p)] = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\left(k + \frac{c_p \mu_t}{Pr_t} \right) \frac{\partial T}{\partial x_j} + U_i (\tau_{ij})_{eff} \right] + S_h \quad (2.5)$$

Dengan k adalah konduktivitas thermal, E adalah total energi dan $(\mu_{ij})_{eff}$ adalah penyimpangan *stress tensor* yang didefinisikan dengan :

$$(\tau_{ij})_{eff} = \mu_{eff} \left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) - \frac{2}{3} \mu_{eff} \frac{\partial u_k}{\partial x_k} \delta_{ij} \quad (2.6)$$

2.8.4 Turbulensi

Model $k - \varepsilon$ adalah salah satu dari persamaan 2 model dengan dua persamaan transportasi tambahan harus diselesaikan untuk menghitung *Reynolds stress*. Model ini berlaku untuk berbagai aliran turbulen dan telah digunakan sebagai pemodelan fluida bertahun-tahun. Dua persamaan transportasi yang perlu dipecahkan model ini adalah untuk energi kinetik turbulensi, k , dan laju disipasi turbulensi, ε yang diperoleh dari 2 persamaan, yaitu persamaan (5) dan (6)

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho k) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\rho k u_i) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\left(\mu + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right] + G_k + G_b - \rho \varepsilon - Y_m + S_k \quad (2.7)$$

$$\frac{\partial}{\partial t} (\rho \varepsilon) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\rho \varepsilon u_i) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\left(\mu + \frac{\mu_t}{\sigma_\varepsilon} \right) \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right] + C_{1\varepsilon} \frac{\varepsilon}{k} (G_k + C_{3\varepsilon} G_b) - C_{2\varepsilon} \rho \frac{\varepsilon^2}{k} + S_\varepsilon \quad (2.8)$$

Pada persamaan diatas, G_k direpresentasikan sebagai energi kinetik turbulensi yang dihasilkan oleh perubahan kecepatan rata-rata. G_b adalah energi kinetik turbulen yang dihasilkan oleh daya apung. Y_M merupakan kontribusi dari pelebaran fluktuasi dalam turbulensi yang dapat dikompresikan ke dalam *overall dissipation rate*. $C_{1\varepsilon}$,

$C_{2\varepsilon}$ dan $C_{3\varepsilon}$ adalah konstanta, σ_k dan σ_ε adalah bilangan turbulensi Prandtl untuk k dan ε . Sementara S_k dan S_ε adalah istilah sumber yang digunakan pengguna.

Peningkatan akurasi untuk efek perputaran udara saat turbulensi dapat dipecahkan dengan model dari penurunan dengan teknik statistik yang disebut RNG (*Renormalization Group*) $k - \varepsilon$, dengan persamaan yang menyerupai persamaan (5) dan (6), namun dengan syarat dan fungsi tambahan pada persamaan transportasi untuk k dan ε , sehingga persamaannya menjadi

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho k) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho k u_i) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\alpha_k \mu_{eff} \frac{\partial k}{\partial x_j} \right] + G_k + G_b - \rho \varepsilon - Y_m + S_k \quad (2.9)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho \varepsilon) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho \varepsilon u_i) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\alpha_\varepsilon \mu_{eff} \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right] + C_{1\varepsilon} \frac{\varepsilon}{k} (G_k + C_{3\varepsilon} G_b) - C_{2\varepsilon} \rho \frac{\varepsilon^2}{k} - R_\varepsilon + S_\varepsilon \quad (2.10)$$

Dengan kuantitas α_k dan α_ε adalah invers efektif bilangan Prandtl untuk k dan ε .

2.8.5 Discrete Phase Model (DPM)

Kemajuan dalam komputasi dinamika fluida telah memberikan basis untuk pengetahuan tentang aliran multifase. Terdapat dua pendekatan numerik untuk aliran multifase : Euler-Lagrangian dan Euler-Euler. Lagrangian Discrete Phase Model (DPM) mengikuti pendekatan Euler-Lagrangian. Fase fluida diperlakukan seperti kesatuan dalam menyelesaikan persamaan Navier-Stokes, sementara fase terdispersi diselesaikan dengan melacak partikel, gelembung atau droplet melalui bidang aliran yang dihitung. Dalam formulasi standar model multifase Lagrangian memiliki asumsi bahwa fraksi volume dari fase diskrit cukup rendah, sehingga tidak diperhitungkan saat mengumpulkan persamaan fase kontinu. Bentuk umum dari massa dan momentum persamaan konservasi menjadi

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \vec{v}) = S_{DPM} + S_{Other} \quad (2.11)$$

$$\frac{\partial \rho \vec{v}}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \vec{v} \vec{v}) = -\nabla p + \nabla \tau + \rho \vec{g} + \vec{F}_{DPM} + \vec{F}_{Other} \quad (2.12)$$

Untuk mengatasi pembatasan dalam model multifase Lagrangian, volume fraksi dari fase partikulat dijelaskan dengan menjabarkan persamaan (2.11) dan (2.12) menjadi kumpulan persamaan :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_p \rho_p) + \nabla \cdot (\alpha_p \rho_p \vec{v}_p) = \sum_{q=1}^{n_{phases}} (\dot{m}_{qp} - \dot{m}_{pq}) \quad (2.13)$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_p \rho_p \vec{v}_p) + \nabla \cdot (\alpha_p \rho_p \vec{v}_p \vec{v}_p) = & -\alpha_p \nabla p + \nabla \cdot [\alpha_p \mu_p (\nabla \vec{v}_p + \nabla \vec{v}_p^T)] + \alpha_p \rho_p \vec{g} \\
& + F_{vm, lift, user} + \sum_{q=1}^{nphases} (\vec{K}_{qp} (\vec{v}_q - \vec{v}_p) + \dot{m}_{qp} \vec{v}_{qp} - \dot{m}_{qp} \vec{v}_{qp}) \\
& + K_{DPM} (\vec{v}_{DPM} - \vec{v}_p) + S_{DPM, explicit}
\end{aligned} \tag{2.14}$$

2.8.6 Penguapan Droplet

Laju penguapan droplet pada sistem multikomponen dihitung sebagai jumlah dari laju penguapan pada komponen individu. Untuk model penguapan yang terkontrol oleh difusi, laju penguapan yang diberikan oleh komponen i diberikan oleh :

$$\frac{dm_i}{dt} = A_p M_{w,i} k_{c,i} (C_{i,s} - C_{i,\infty}) \tag{2.15}$$

Sementara untuk model yang terkontrol oleh konveksi-difusi, laju penguapan komponen i diberikan oleh :

$$\frac{dm_i}{dt} = A_p \rho_\infty k_{c,i} \ln(1 + B_{m,i}) \tag{2.16}$$

Dengan m_i adalah massa dari komponen i pada droplet, $k_{c,i}$ adalah koefisien transfer massa dari komponen i , A_p adalah luas permukaan droplet, ρ_∞ adalah *bulk density* dari gas, $M_{w,i}$ adalah berat molekul komponen i , $C_{i,s}$ dan $C_{i,\infty}$ berturut-turut adalah konsentrasi komponen i pada permukaan droplet dan pada *bulk*.

2.8.7 Distribusi Droplet Rosin-Ramler

Untuk system *liquid sprays*, representasi yang sesuai untuk distribusi ukuran droplet adalah menggunakan ekspresi Rosin-Rammler. Rentang ukuran dibagi menjadi sejumlah interval diskrit yang cukup sehingga masing-masing diwakili oleh ukuran rata-rata untuk melakukan perhitungan lintasan. Maka pada distribusi ukuran droplet Rosin-Rammler, fraksi massa dari droplet dengan diameter yang lebih besar dari d diberikan oleh persamaan

$$Y_d = e^{-(d/\bar{d})^n} \tag{2.17}$$

Dengan \bar{d} adalah konstanta ukuran dan n adalah parameter persebaran.

2.8.8 Pressure-Velocity Coupling

Pressure-velocity coupling diperoleh dengan persamaan diskretisasi untuk memperoleh kondisi dari tekanan dengan memformat ulang persamaan kontinuitas. Algoritma SIMPLE menggunakan hubungan antara kecepatan dan koreksi tekanan untuk memaksakan konservasi massa dan untuk memperoleh bidang tekanan. Jika persamaan momentum diselesaikan dengan menebak bidang tekanan p^* , menghasilkan wajah flux J_f^* , dihitung dari persamaan diskretisasi

$$J_f^* = \hat{J}_f^* + df (p^*_{c0} - p^*_{c1}) \quad (2.18)$$

tidak memenuhi persamaan kontinuitas. Karena itu, koreksi J_f^* ditambahkan kepada flux wajah J_f^* sehingga mengoreksi flux wajah, J_f

$$J_f = J_f^* + J_f' \quad (2.19)$$

memenuhi persamaan kontinuitas. Algoritma SIMPLE mengemukakan bahwasannya J_f' dapat ditulis sebagai

$$J_f' = df (p'_{c0} - p'_{c1}) \quad (2.20)$$

dengan p' adalah koreksi sel tekanan.

2.9 Proses Pengeringan Droplet yang Mengandung Padatan Terlarut

Droplet yang memiliki padatan terlarut menguap lebih lambat daripada droplet dengan liquid murni dengan ukuran yang sama. Keberadaan solid yang terlarut mengurangi tekanan uap liquid dan *driving force* tekanan uap untuk transfer massa berkurang. Eksperimen menunjukkan bahwa droplet dari larutan yang dikontakkan dengan udara pengering dari *spray dryer* mulai menguap dengan kecepatan yang lebih atau kurang konstan (periode pengeringan awal). Kecepatan pengeringan rata-rata pada periode pertama pengeringan diekspresikan oleh :

$$\frac{dW}{dt} = \frac{2\pi K_d D_{av} \Delta T}{\lambda} \quad (2.21)$$

Dengan D_{av} = diameter rata-rata droplet

Periode pengeringan awal berhenti ketika *moisture content* droplet jatuh menuju nilai kritis, yang dikarakterisasi dengan adanya fase solid yang terbentuk pada permukaan droplet. Kemudian periode pengeringan *falling rate* dimana kecepatan rata-rata penguapan dinyatakan dengan :

$$\frac{dW}{dt} = \frac{-12\pi K_d \Delta T}{\lambda D_{a^2} \rho_s} \quad (2.22)$$

Pergerakan kelembapan dari dalam ke permukaan droplet terus menerus berkurang, dikarenakan resistensi yang meningkat terhadap transfer massa yang disebabkan oleh fase padat menjadi lebih luas. Kemudian laju perpindahan panas akan melebihi perpindahan massa dan droplet mulai menjadi panas. Penguapan di bawah permukaan terjadi jika transfer panas cukup untuk menyebabkan penguapan pada droplet. Masing-masing material menunjukkan karakteristik yang berbeda pada periode *falling rate*. Jika permukaan berporos tinggi pertama terbentuk, maka uap secara mudah akan terus menerus bermigrasi menuju *interface solid-vapor* dan kecepatan pengeringan akan turun secara bertahap dari nilai yang ditetapkan pada periode pertama pengeringan [20]

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini terdiri atas eksperimen dan pemodelan, pada bagian eksperimen dilakukan sintesis silika dengan metode *spray drying*. Prekursor yang digunakan adalah larutan natrium silikat (*water glass*). Larutan prekursor dipersiapkan dengan cara membentuk sol silika dari *water glass* (natrium silikat) yang kemudian disemprotkan ke *spray chamber* untuk dikeringkan dan diendapkan. Pemodelan dengan *Computational Fluid Dynamics* dilakukan untuk mengamati fenomena yang terjadi pada proses *spray drying* serta membandingkan hasil secara eksperimen dan komputasi

3.1 Bahan dan Alat Penelitian

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain Water Glass / Natrium Silikat (Na_2SiO_3), Merck KgaA, Darmstadt, Germany, Resin Kation (RSO_3Na) Amberlite IR120 Na, Dow Chemical Company, Michigan, United States, Kristal KOH 98% berat, Merck KgaA, Darmstadt, Germany, HCl 37%, Merck KgaA, Darmstadt, Germany, Aquades,

3.1.2 Alat

Peralatan yang digunakan di dalam penelitian ini adalah *Flowmeter* yang berfungsi sebagai pengukur laju aliran *carrier gas*, *Syringe Pump* yang berfungsi untuk mengalirkan larutan prekursor ke dalam *atomizer*, *Tubular Furnace* berfungsi sebagai sumber panas, Kompresor berfungsi untuk menghasilkan udara yang akan dialirkan menuju *spray chamber*, *Magnetic Stirrer* berfungsi untuk melakukan pengadukan kontinu terhadap larutan prekursor.

3.2 Variabel dan Kondisi Operasi

Variabel penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

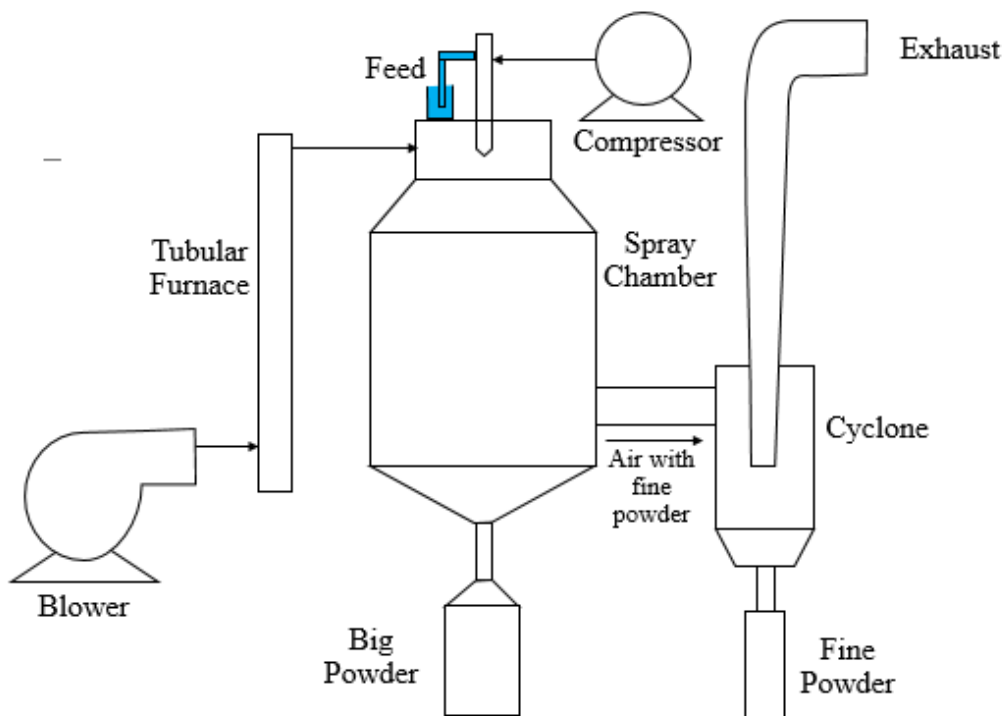
1. *Flowrate* larutan prekursor : 1,6; 3,3 dan 5 mL/menit
2. Kecepatan udara panas : 3,5; 4,9 dan 6,8 m/s

Kondisi operasi yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pelarutan *water glass* dengan akuades disertai dengan pengadukan dilakukan pada suhu kamar.
2. Pelarutan kristal KOH dan HCl dengan akuades disertai dengan pengadukan dilakukan pada suhu kamar.
3. Untuk *variable flowrate* larutan prekursor, laju alir *carrier gas*, temperatur *furnace* dikontrol
4. Tekanan operasi : 1 atm.

3.3 Prosedur Percobaan

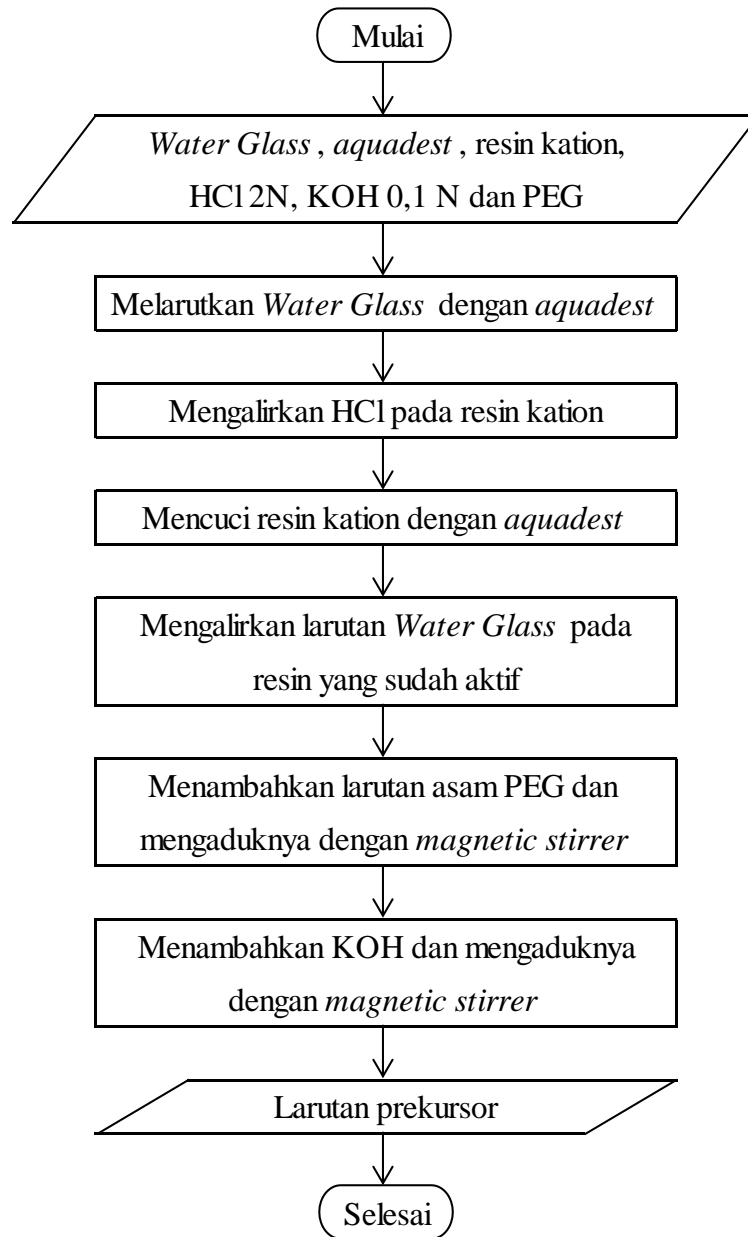
Gambar 3.1 menunjukkan skema peralatan *spray drying*. Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan. Diantaranya adalah pembuatan larutan prekursor, pembentukan *droplet* larutan, dan pengeringan *droplet* larutan dan pengendapan partikel silika.



Gambar 3. 1 Skema Peralatan Spray Drying

3.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor

Pembuatan larutan prekursor dilakukan seperti *flowchart* berikut ini :



Gambar 3. 2 Flowchart Pembuatan Larutan Prekursor

Larutan prekursor yang digunakan adalah sol silika-PEG. Sol silika dipersiapkan lebih dahulu dengan beberapa tahapan melalui pertukaran ion. Larutan *water glass* (natrium silikat) diencerkan terlebih dahulu dengan akuades hingga mencapai konsentrasi yang sudah ditentukan. Kemudian dilakukan pencucian resin kation dengan mengalirkan akuades pada *bed* resin kation sehingga sisa ion Cl^- pada *bed* resin kation dapat dihilangkan. Setelah itu dilewatkan ke *bed* resin penukar kation dalam kolom pipa, yang sebelumnya sudah diaktivasi menggunakan HCl 1 N. Dari proses

ini didapatkan larutan *silicid acid*. Untuk mendapatkan larutan sol silika, dilakukan titrasi untuk menyesuaikan nilai pH larutan sol silika, dengan menambahkan sejumlah KOH 0,1 N hingga mencapai nilai pH yang ditentukan.

3.3.2 Pembentukan *Droplet* dan Pengendapan Partikel Silika

Langkah kedua dari proses *spray drying* adalah mengontakkan droplet yang diatomisasi dengan aliran udara panas yang mempermudah evaporasi air dan menghasilkan bubuk kering. Untuk proses pengeringan yang ideal, produk akhir harus cukup kering sebelum menyentuh dinding ruang sehingga hampir semua produk akhir dapat dikumpulkan. Kontak dari droplet yang teratomisasi udara dilakukan secara co-current. Susunan ini disukai karena produk yang dikeringkan secara progresif bersentuhan dengan media pengeringan yang didinginkan secara progresif.

Laju penguapan air yang tinggi memungkinkan suhu produk kering menjadi jauh lebih rendah daripada udara yang meninggalkan ruang pengering. Tetesan cairan biasanya bersentuhan dengan suhu inlet pada 150°C - 220°C yang menyebabkan terjadinya penguapan secara instan sehingga suhu udara turun ke suhu sedang (biasanya 50°C - 80°C) [15].

3.3.3 Pengeringan *Droplet*

Ketika tetesan *feed* berkontak dengan udara panas, penguapan air berlangsung dan partikel bubuk kering terproduksi. Selama penguapan, gradien suhu dan tekanan uap antara *droplet* dan medium pengeringan dibuat sedemikian rupa sehingga perpindahan panas terjadi dari media pengeringan ke *droplet*, sementara perpindahan massa berlangsung dari *droplet* ke media pengeringan

3.3.4 Karakterisasi Produk

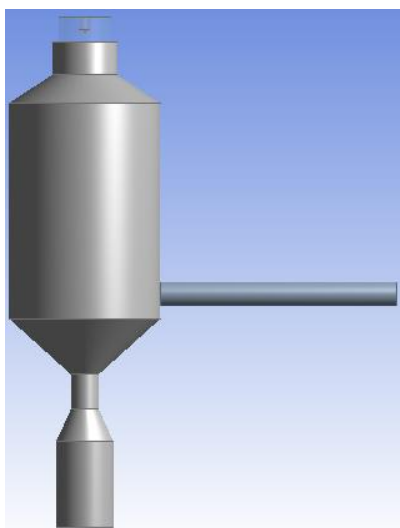
Partikel yang dihasilkan melalui *spray drying* dianalisa dengan menggunakan analisa *SEM* (*Scanning Electron Microscope*) dengan tipe FEI Inspect S50, Oregon, United States. Hasil analisa *SEM* diolah dengan *software* imageJ untuk mengetahui distribusi ukuran partikel silika yang terbentuk. Sejumlah

200 partikel tiap variabel dan ditentukan apakah termasuk partikel berbentuk donat atau bola, yang kemudian dibuat menjadi histogram distribusi ukuran partikel. Uji adsorpsi-desorpsi, luas area, volume pori dan diameter pori menggunakan Quantachrome Instruments type Nova 1200 e. Uji adsorpsi-desorpsi menggunakan Barret, Joyner and Halenda Method (BJH Method) untuk menentukan distribusi ukuran dan tipe pori. Luas permukaan diukur menggunakan Brunauer, Emmet and Teller Method (multi-point BET). Sebelum analisa uji adsorpsi-desorpsi, diperlukan *treatment* pada sampel berupa *degassing* selama 3 jam pada suhu 300 °C, bersamaan dengan mengalirkan gas nitrogen untuk memperoleh kebersihan yang memadai pada permukaan sampel.

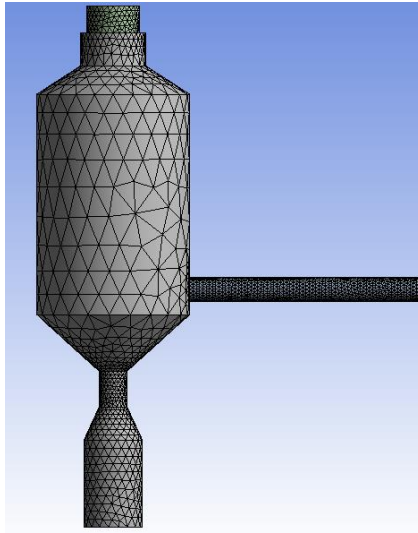
3.3.5 Pemodelan menggunakan Computational Fluid Dynamics (CFD)

Secara garis besar, pemodelan menggunakan CFD dapat dibedakan menjadi tiga tahap yaitu *preprocessing*, *processing*, dan *post processing*.

1. Tahap *preprocessing* merupakan tahap awal dari proses *CFD*, yaitu pembuatan domain komputasi yang berupa geometri dari *spray dryer* yang akan digunakan seperti pada gambar 3.3.a. Kemudian dilanjutkan dengan pembuatan *grid* yang disebut sebagai *meshing* seperti pada gambar 3.3.b. Semakin baik kualitas *mesh* maka akan semakin tinggi tingkat konvergensinya. Rincian mengenai hasil *meshing* ditunjukkan pada tabel 3.1



Gambar 3. 3.a Domain Komputasi CFD Sebelum Meshing

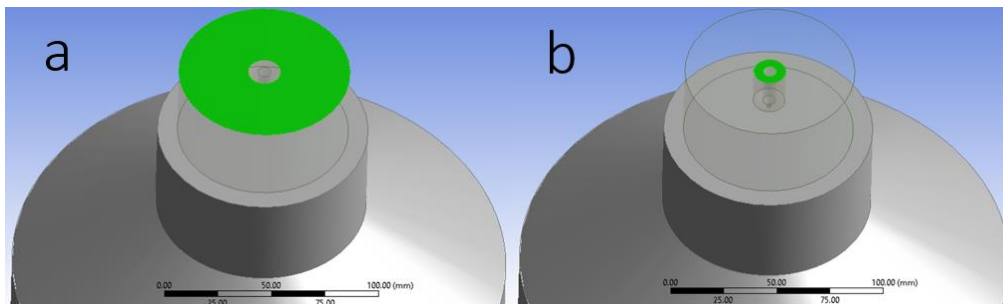


Gambar 3. 4.a Domain Komputasi CFD Setelah Meshing

Tabel 3. 1 Skewness, Standard Deviasi, Jumlah Node dan Elemen Mesh

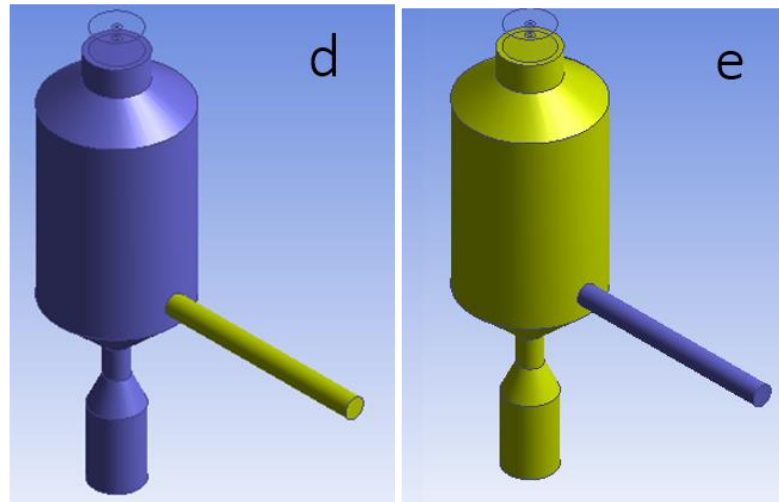
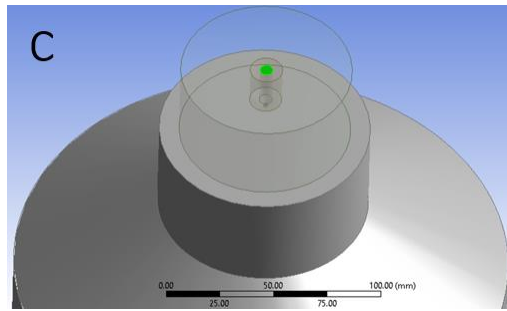
Parameter	Nilai
Skewness (max)	0,86545
Skewness (min)	8,76E-05
Skewness (avg)	0,25337
Standar Deviasi	0,14099
Jumlah Node	15984
Jumlah Elemen	70803

2. *Processing* merupakan proses kedua dari *CFD*, didalam tahap ini akan dilakukan penentuan kondisi batas (*boundary condition*) dan pemilihan metode inisiasi. Dalam penentuan kondisi batas akan dimasukkan nilai dari parameter-parameter yang dibutuhkan, adapun parameter yang termasuk kondisi batas antara lain : *velocity inlet*, *wall*, *pressure outlet*. Ringkasan dalam penentuan kondisi seperti persamaan turbulensi yang digunakan terdapat pada tabel 3.2



Gambar 3. 5 Boundary Condition (berwarna hijau)

(a) Hot Air Inlet (b) Carrier Gas Inlet



Gambar 3. 4 *Boundary Condition* (c) *Liquid Inlet* (berwarna hijau) (d) *Pressure Outlet* (berwarna kuning) (e) *Wall* (berwarna kuning)

Tabel 3. 2 Kondisi yang Digunakan untuk Pemodelan CFD

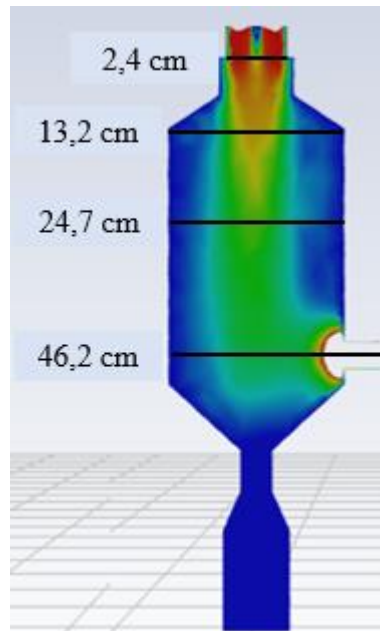
Kondisi	Keterangan
Multifasa	Inhomogeneous Models : Eulerian, 1 Phase Dense Discrete Model Eulerian Parameter
Energi	Energy Equation : On (Hot air flowrate temperature 473 K)
Turbulensi	Eulerian, RNG
Species Model	Species Transport
Discrete phase model	Interaction with continuous phase
Injection	Rossin Ramler diameter distribution
Particle Type	Droplet

Tabel 3. 3 Kondisi yang Digunakan untuk Pemodelan CFD (continued)

Kondisi	Keterangan
Evaporating Species	H ₂ O
Injection Type	Surfaces
Boundary Condition	
Liquid Inlet	$v = 2.48E-05$ m/s
Hot Air Inlet	$v = 4.22/5.78/8.32$ m/s
Carrier Gas Inlet	$v = 0.78125$ m/s
Pressure-Velocity Coupling	Phase Coupled SIMPLE
Spatial Discretization	
Gradient	Least Square Cell Based
Pressure	Second Order
Momentum	First Order Upwind
Energy	First Order Upwind
Volume Fraction	First Order Upwind
Turbulent Kinetic Energy	First Order Upwind
Turbulent Dissipation Rate	First Order Upwind
Air Phase H ₂ O,O ₂	First Order Upwind
Transient Formulation	First Order Implicit
Time Parameter	
Number of Time Step	10000
Time Step Size	0.001 Seconds
Max Iteration / Time Step	500

2. *Post processing* merupakan tahapan terakhir dari proses *CFD*, pada tahapan ini akan ditampilkan hasil proses perhitungan dari kondisi batas dan metode *solver* yang digunakan. Dalam *post processing* menunjukkan hasil berupa distribusi kecepatan udara serta profilnya pada ketinggian yang berbeda yaitu pada bagian setelah nozzle, atas chamber, tengah chamber dan bawah chamber sejajar outlet dengan posisi 2,4; 13,2; 24,7 dan 46,2 cm dibawah nozzle seperti yang terdapat pada Gambar 3.5, distribusi temperatur, distribusi kecepatan larutan serta

distribusi fraksi massa air pada udara panas masing-masing untuk waktu 1, 5 dan 10 detik. Kemudian dibandingkan hasil eksperimen dengan variabel kecepatan udara panas dan suhu terhadap hasil pemodelan.



Gambar 3. 5 Titik Pengamatan yang Dipilih untuk Mengamati Profil Kecepatan pada Spray Dryer

halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV

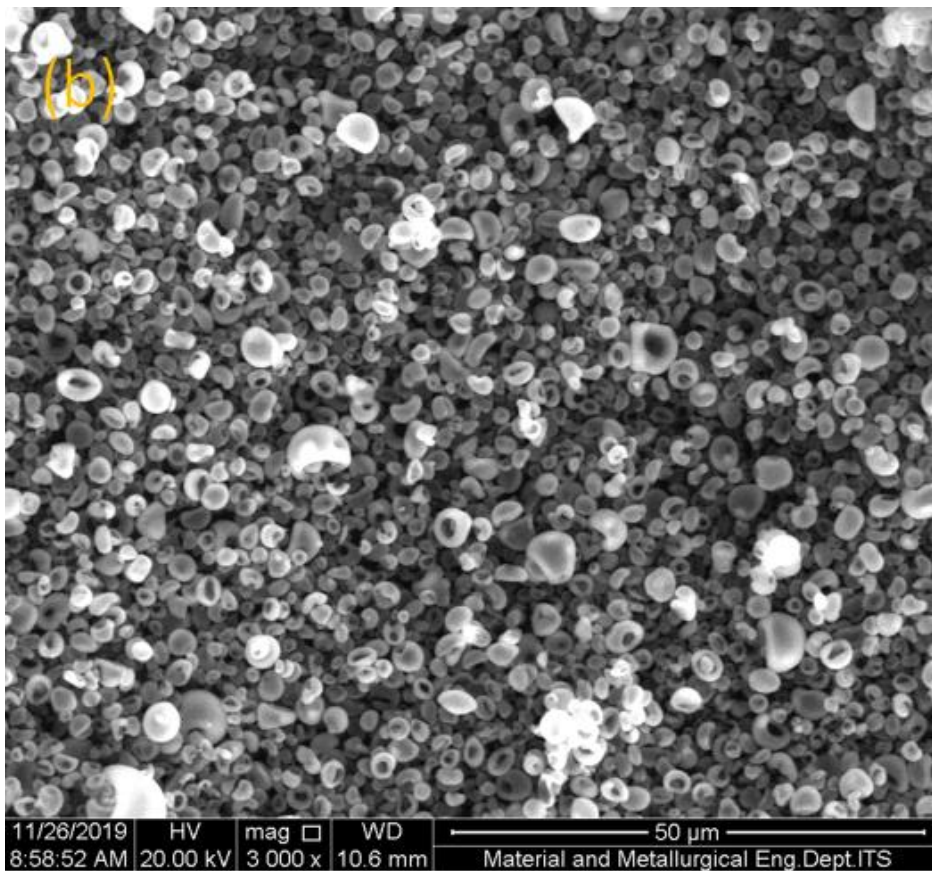
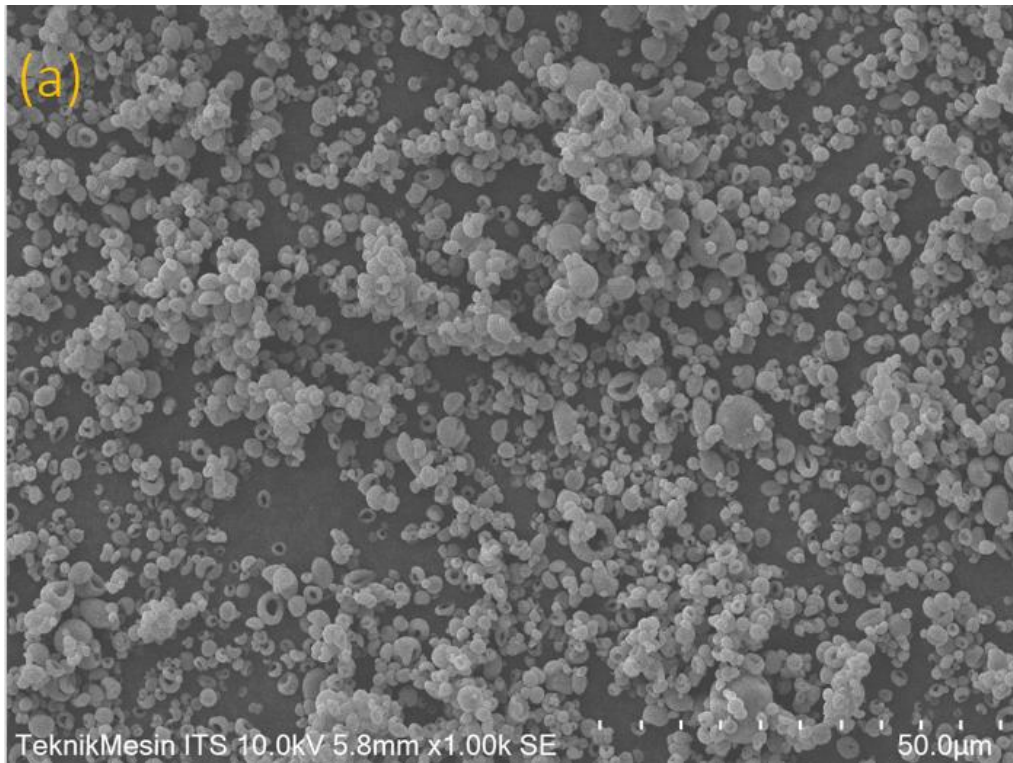
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembahasan pada penelitian akan terbagi menjadi 2, yaitu tentang eksperimen yang terdiri dari pengaruh kecepatan volumetrik larutan serta kecepatan udara panas untuk menentukan kondisi optimum operasi pada alat *spray drying* ditinjau dari *surface area*, serta pemodelan menggunakan *Computational Fluid Dynamics* (CFD) untuk mengamati fenomena yang terjadi pada proses *spray drying* serta membandingkan hasil eksperimen terhadap komputasi

4.1 Pengaruh Kecepatan Volumetrik Larutan terhadap Karakteristik Partikel

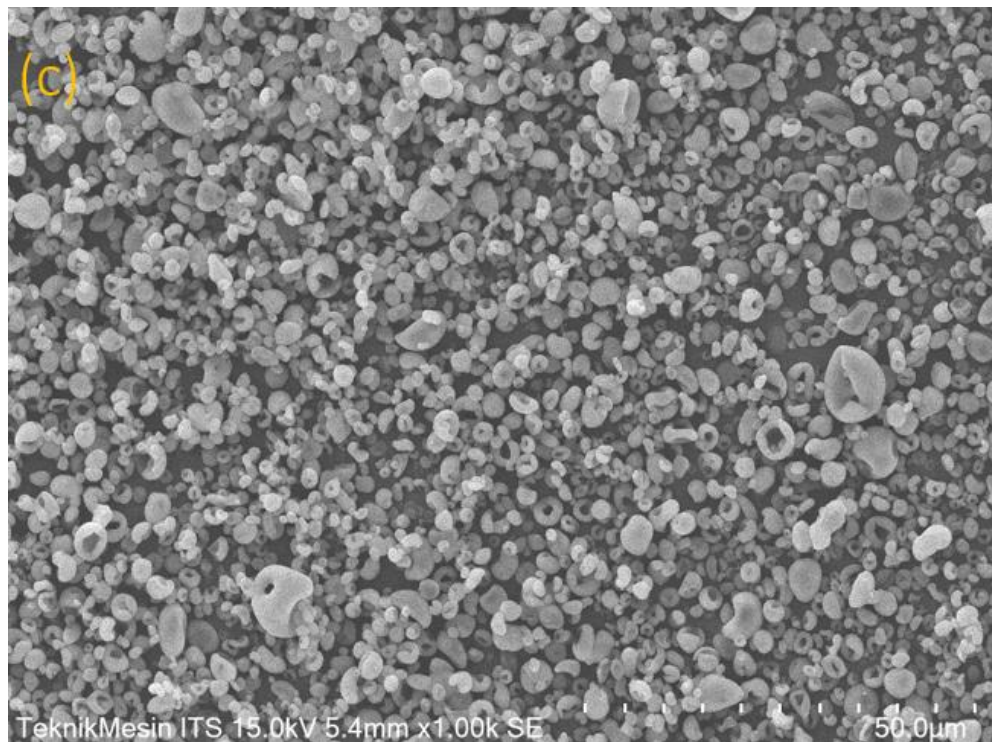
Karakteristik partikel yang terbentuk dengan metode *spray drying* dipengaruhi banyak faktor, disini akan dibahas terlebih dahulu pengaruh kecepatan volumetrik larutan yang terdiri dari 1,6 ; 3,3 dan 5 mL/menit. Kecepatan volumetrik diatur dengan menggunakan *wriggle pump* yang kemudian di kalibrasi pengaturan kecepatannya sehingga sesuai dengan kecepatan volumetrik yang diinginkan. Kondisi operasi yang sama pada percobaan ini yaitu suhu *tubular furnace* yang berfungsi sebagai pemanas udara untuk menguapkan air pada larutan prekursor, kemudian flowrate udara panas yang melewati udara pemanas pada *tubular furnace* tersebut, yaitu 414 L/menit. Larutan prekursor yang digunakan berupa sol silika dengan nilai pH 8 dan konsentrasi 0,3 M.

Gambar SEM untuk melihat morfologi partikel silika yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.1 dengan perbesaran 1000x. Dapat diamati bahwa semua pada semua laju volumetric larutan, partikel berbentuk donat banyak ditemui. Hal ini dapat disebabkan oleh penguapan air dari permukaan *droplet* yang mengekspos nanopartikel pada *interface liquid-vapor* yang menyusut ke fase uap. Dikarenakan energi permukaan dari *interface solid-vapor* lebih besar daripada *interface liquid-vapor*, nanopartikel bermigrasi menuju bagian tengah *droplet* untuk meminimalkan energi permukaannya. Kecepatan pengeringan konvektif yang cepat saat penguapan air lebih pendek dari waktu yang dibutuhkan oleh nanopartikel untuk berdifusi kembali ke tengah *droplet* yang kemudian menghasilkan morfologi berongga [27].



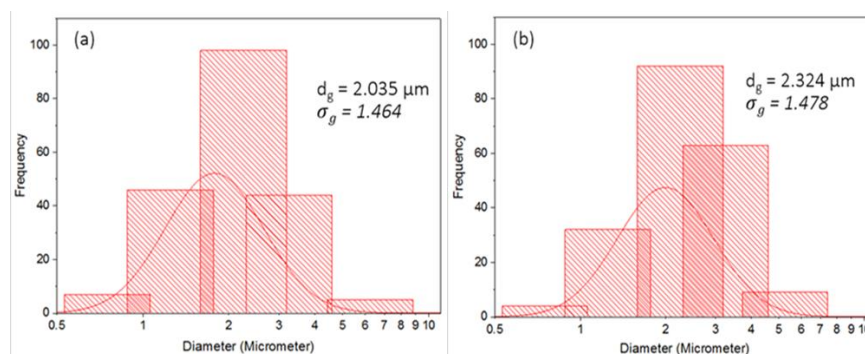
Gambar 4.1 Morfologi Partikel pada Kecepatan Larutan Prekursor

(a) 1,6 mL/menit ; (b) 3,3 mL/menit

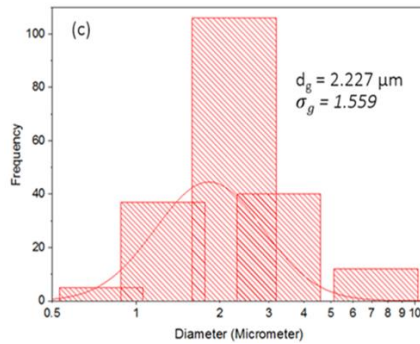


Gambar 4.1 Morfologi Partikel pada Kecepatan Larutan Prekursor (c) 5 mL/menit

Kemudian dilakukan pengukuran diameter menggunakan *software ImageJ* pada 200 partikel untuk perbandingan jumlah partikel seperti donat terhadap partikel berbentuk bola, serta distribusi ukuran partikel pada Gambar 4.2. Untuk jumlah partikel seperti donat, didapati persentasenya masing-masing untuk kecepatan volumetrik larutan 1,6; 3,2 dan 5 mL/menit yaitu 73,8%; 80,6% dan 81% terhadap jumlah partikel berbentuk donat dan bola. Sementara dari hasil distribusi partikel didapatkan bahwa ukuran partikel cenderung lebih besar dengan naiknya laju volumetrik larutan dan cukup seragam ukurannya.

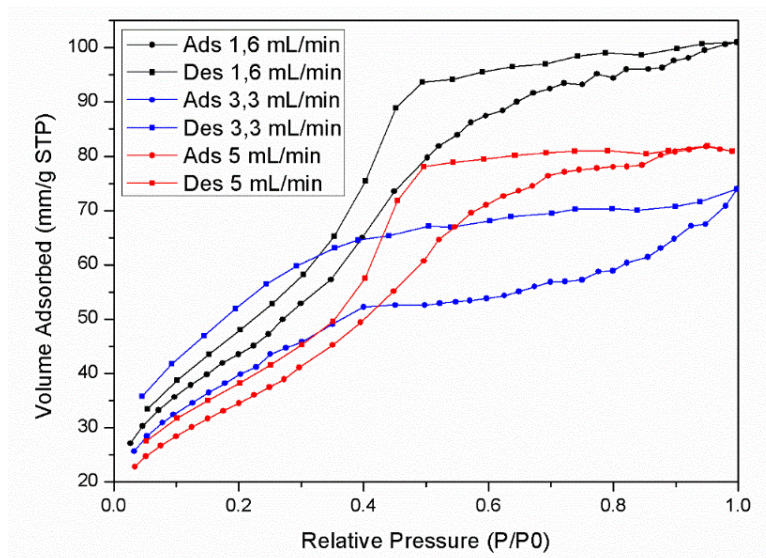


Gambar 4.2 Distribusi Ukuran Partikel pada Kecepatan Larutan Prekursor (a) 1,6 mL/min ; (b) 3,3 mL/min



**Gambar 4.2 Distribusi Ukuran Partikel pada Kecepatan Larutan Prekursor
(c) 5 mL/min**

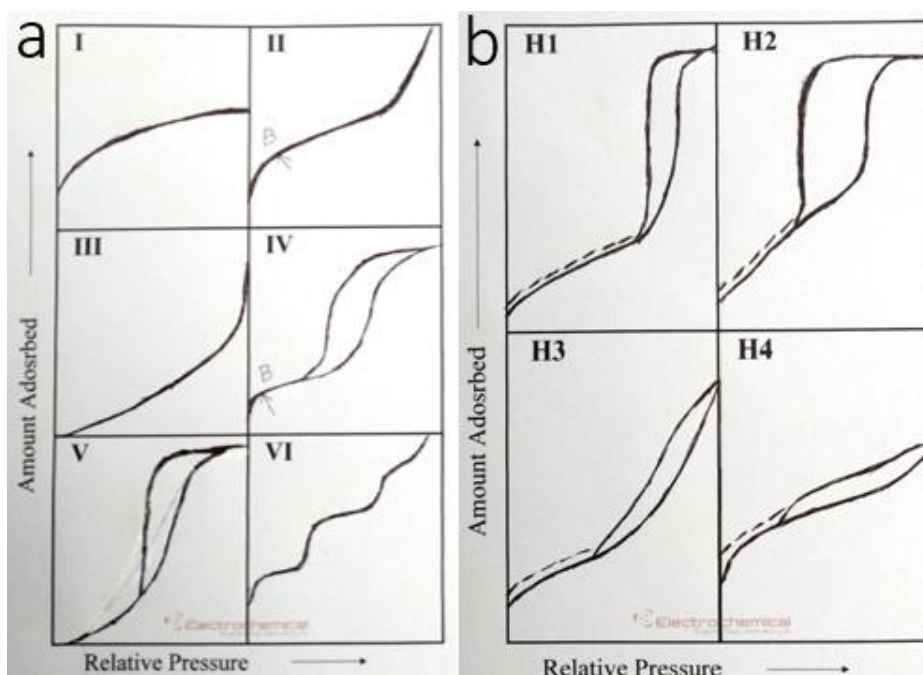
Untuk mengetahui pengaruh kecepatan volumetrik larutan terhadap luas permukaan, digunakan analisa adsorpsi-desorpsi isothermis kemudian digunakan metode BET (Braunauer-Emmett-Teller) untuk menghitung luas permukaan. Hasil plot kurva adsorpsi-desorpsi untuk menunjukkan karakteristik partikel berpori pada berbagai variabel kecepatan volumetrik larutan dapat dilihat pada gambar 4.3.



**Gambar 4.3 Plot Data Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen untuk Berbagai Variabel
Kecepatan Larutan Prekursor**

Tipe kurva yang dihasilkan pada semua variabel kecepatan volumetrik larutan menyerupai kurva tipe IV yang ditandai dengan karakteristik khusus yaitu dijumpainya *hysteresis loop* pada Gambar 4.4.a. *Hysteresis loop* berhubungan dengan kondensasi kapiler yang terjadi pada mesopori, sehingga penyerapan terbatas pada rentang P/P₀ yang tinggi. Bagian awal kurva tipe IV yang ditunjukkan pada titik B berkaitan dengan adsorpsi *monolayer-multilayer* yang berbentuk linier

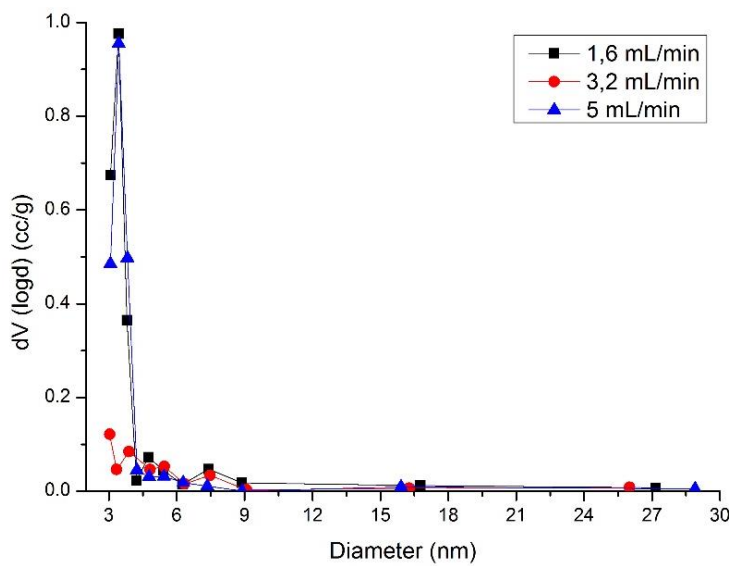
menunjukkan bahwa tahap adsorpsi *monolayer* sudah selesai dan tahap *multilayer* akan dimulai. Untuk tipe *hysteresis*, pada kecepatan volumetrik 3,3 mL/menit menyerupai tipe *hysteresis* H4 ekstrim seperti pada Gambar 4.4.b yang pada cabangnya berbentuk hampir horizontal dan paralel pada berbagai p/p^0 yang berkaitan dengan pori seperti celah sempit. Hal ini disebabkan partikel silika pada kecepatan volumetrik larutan 3,3 mL/menit memiliki bagian pori berukuran mikropori, sementara pada kecepatan volumetrik lainnya tidak memiliki pori berukuran mikropori. Sedangkan pada kecepatan volumetrik larutan 1,6 dan 5 mL/menit menyerupai tipe *hysteresis* H2 yang merupakan intermediat dari H1 dan H4, dikarenakan perbedaan mekanisme antara proses kondensasi dan penguapan yang terjadi pada pori-pori dengan leher sempit dan badan lebar.



**Gambar 4.4 Klasifikasi Data Adsorpsi Isotherm berdasarkan
(a) Psisorpsi Isotherm (b) Hysteresis [28]**

Untuk mengetahui keseragaman ukuran pori yang dihasilkan, dibuat plot distribusi ukuran pori dari nilai $dV(\log d)$ cabang desorpsi *isotherm* menggunakan teori Barret-Hoyner-Halenda (BJH) dan diameter pori yang ditunjukkan pada Gambar 4.5. Sempitnya kurva yang dihasilkan pada kecepatan volumetrik larutan 1,6 dan 5 mL/menit masing-masing dengan puncak pada diameter 3,43 dan 3,44 nm dengan $dV(\log d)$ 0,976 dan 0,955 cc/g menandakan distribusi pori yang

seragam. Sementara pada kecepatan volumetrik larutan 3,3 mL/menit menunjukkan keseragaman yang rendah dengan ukuran puncak 3,039 nm dan $dV(\log d)$ 0,121 cc/g dan juga menunjukkan tipe pori termasuk dalam *range* mesopori. Hal ini sesuai dengan karakteristik *hysteresis* yaitu H2 pada kecepatan volumetrik larutan 1,6 dan 5 mL/menit dengan volume penyerapan dalam jumlah besar pada rentang p/p^0 tinggi, berbeda dengan *hysteresis* H4 pada kecepatan volumetrik larutan 3,3 mL/menit dimana volume penyerapannya tergolong rendah secara ekstrem pada rentang p/p^0 tinggi.



Gambar 4.5 Distribusi Ukuran Pori pada Berbagai Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor

Tabel 4.1 Hasil Perhitungan Surface Area, Ukuran dan Volume Pori untuk Berbagai Kecepatan Volumetrik Larutan Prekursor

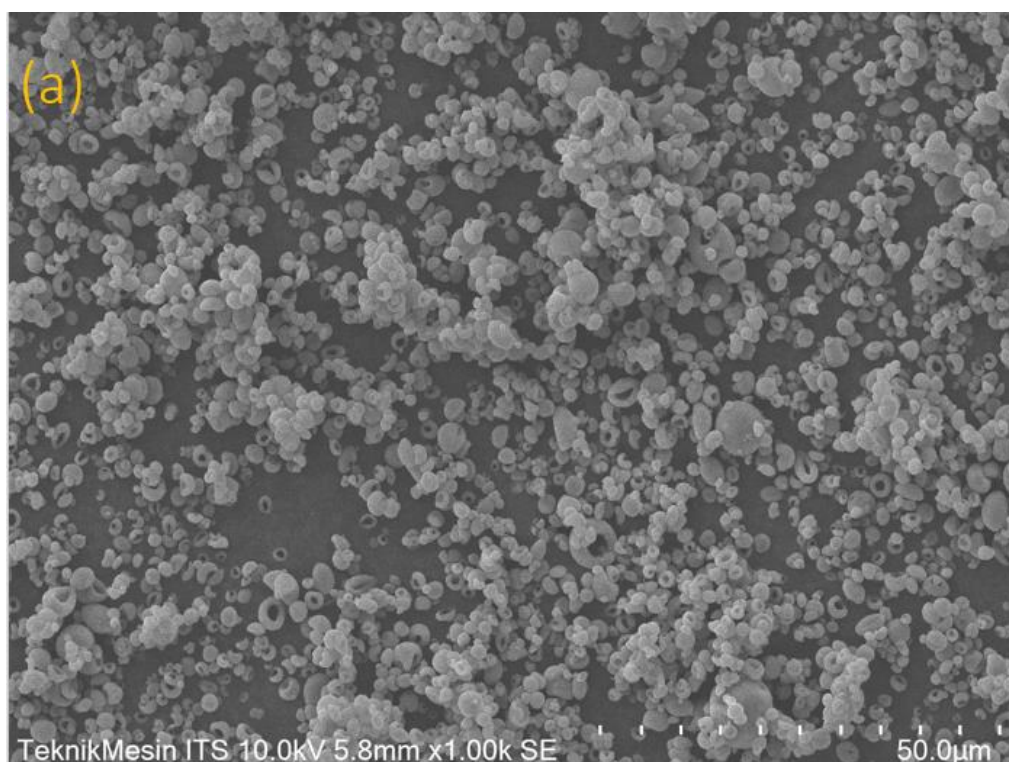
$V_{\text{precursor}}$	Surface Area (m^2/g)	Avg Pore Size (nm)	Total Pore volume (cc/g)
1,6 mL/min	168,234	3,714	0,1652
3,3 mL/min	145,300	3,151	0,1145
5 mL/min	131,001	3,820	0,1251

Untuk hasil perhitungan nilai *surface area*, *average pore size* dan *total pore volume* ditunjukkan pada tabel 4.1. Luas tertinggi didapatkan pada variabel kecepatan volumetrik larutan 1,6 mL/menit dengan nilai 168,234 m^2/gram ,

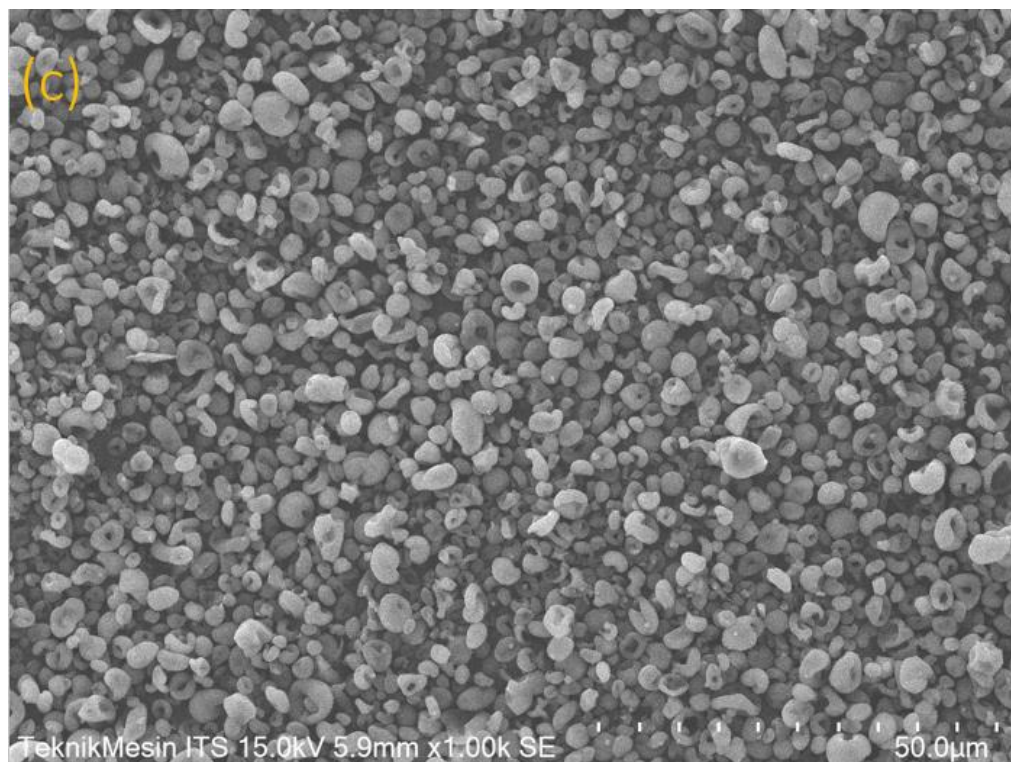
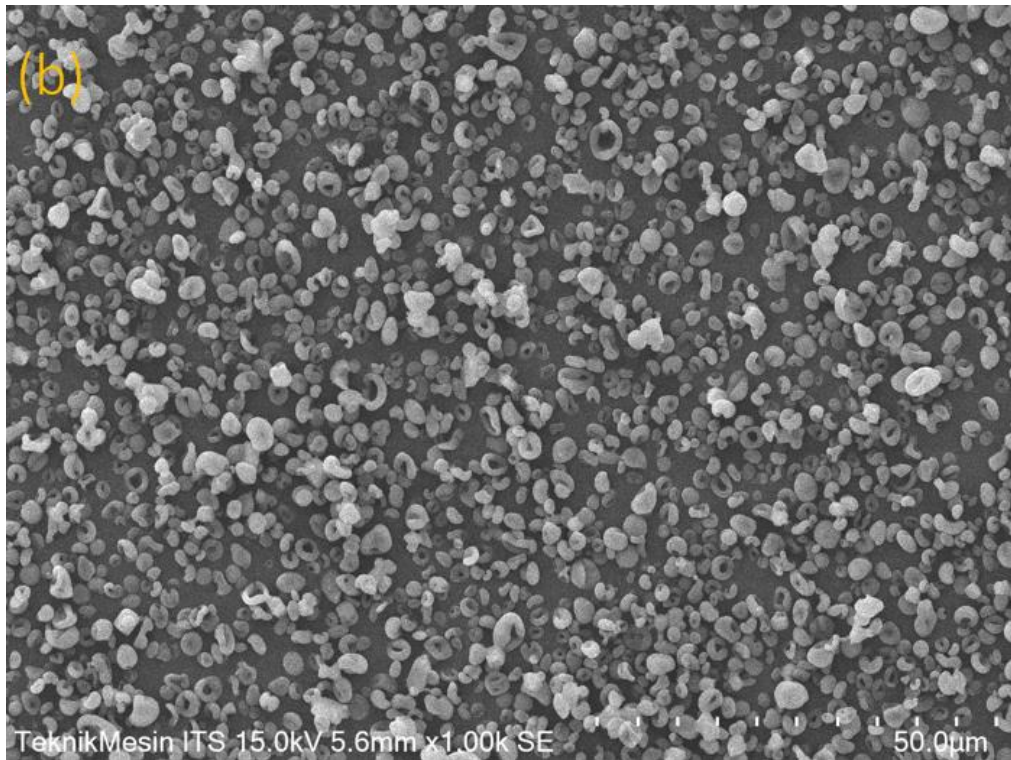
kemudian menurun seiring naiknya kecepatan volumetrik larutan, begitu juga untuk nilai *total pore volume* terbesar pada kecepatan volumetrik 1,6 mL/menit dengan nilai 0,1652 cc/gram. Sebaliknya, nilai rata-rata ukuran pori cenderung naik dengan naiknya kecepatan volumetrik larutan dengan nilai terbesar untuk kecepatan volumetrik 5 mL/menit dengan nilai 3,82 nm.

4.2 Pengaruh *Flowrate* Udara Panas terhadap Karakteristik Partikel

Kondisi operasi percobaan dengan variabel *flowrate* udara panas (210, 288 dan 414 L/menit) yaitu pengaturan suhu *tubular furnace* pada 200 °C, kemudian kecepatan volumetrik larutan prekursor diatur sebesar 1,6 mL/menit, dengan konsentrasi larutan prekursor sebesar 0,3 M dan pH 8. Hasil analisa SEM dengan perbesaran 1.000 kali ditunjukkan oleh Gambar 4.6.



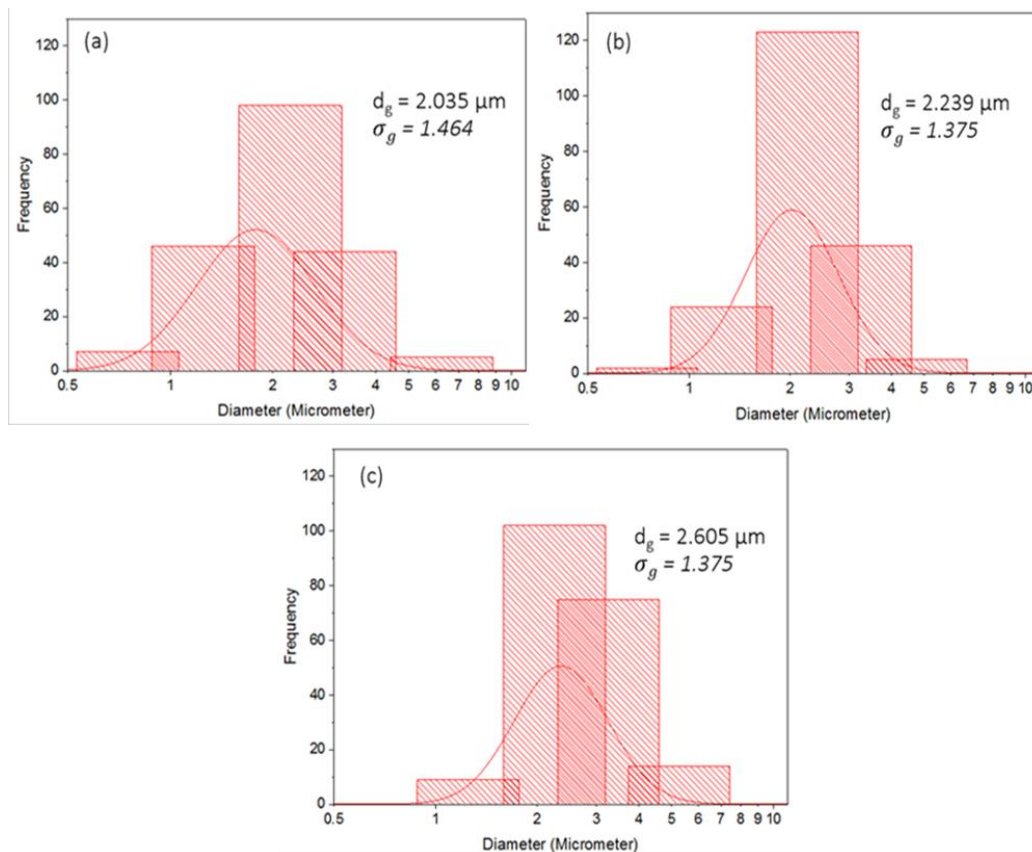
Gambar 4.6 Morfologi Partikel pada *Flowrate* Udara Panas (a) 414 L/menit



Gambar 4.6 Morfologi Partikel pada *Flowrate* Udara Panas

(b) 288 L/menit; (c) 210 L/menit

Dari hasil analisa SEM pada Gambar 4.6, dihitung persentase partikel seperti donat terhadap jumlah partikel berbentuk bola dan seperti donat. Persentase untuk *flowrate* udara panas masing-masing untuk 414, 288 dan 210 L/menit adalah 73,8%; 81,8% dan 74,6% yang menunjukkan perubahan *flowrate* udara panas kurang berpengaruh secara signifikan terhadap kontrol morfologi partikel. Distribusi partikel cukup seragam serta ukuran partikel lebih besar dengan turunnya *flowrate* udara panas seperti yang ditunjukkan Gambar 4.7.

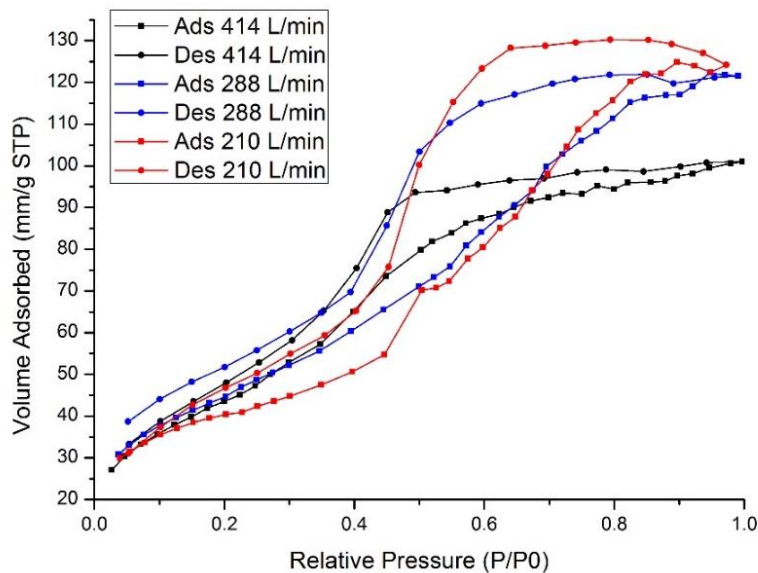


Gambar 4.7 Distribusi Ukuran Partikel pada Variabel *Flowrate* Udara Panas
(a) 414 L/menit ; (b) 288 L/menit ; (c) 210 L/menit

Kekuatan pengeringan secara kuantitatif dapat dinyatakan bilangan Peclet (Pe), sebagai rasio waktu yang dibutuhkan bagi zat terlarut untuk berdifusi menuju dari tepi droplet menuju ke tengah (R^2/D) terhadap waktu yang dibutuhkan droplet hingga kering (τ_d). Sehingga bilangan peclet dinyatakan dengan persamaan $Pe = R^2/D\tau_d$ dengan R adalah jari-jari droplet, D adalah koefisien difusi larutan. Persamaan Stoke-Einstein digunakan untuk menghitung koefisien difusi dalam m^2/s , yaitu $D = k_B T / (6\pi\eta R_H)$, dengan k_B adalah konstanta Boltzmann dengan nilai 1,38

$1.38 \times 10^{-23} \text{ m}^2 \text{ kg/s}^2 \text{ K}$; T yaitu suhu larutan dalam K; η viskositas larutan dalam kg/ms; R_H adalah diameter hidrodinamik dari larutan dalam m. Dengan memasukkan nilai parameter yaitu $T = 303 \text{ K}$, $\eta = 1.007 \times 10^{-3} \text{ kg/ms}$, $R_H = 7.6 \times 10^{-9} \text{ m}$, diperoleh nilai koefisien difusi $2,9 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$. Diameter droplet diperkirakan dengan nilai 8,61 mikrometer, sementara waktu pengeringan adalah 2,7; 3,88 dan 5,32 detik untuk masing-masing laju alir udara panas 414 L/menit, 288 L/menit dan 210 L/menit sehingga diperoleh nilai bilangan Peclet yaitu 0,95; 0,66 dan 0,48. Nilai ini tergolong dalam yang lambat, dimana nilai bilangan Pecletnya < 1 sehingga pergerakan difusi bernilai lebih cepat daripada kecepatan droplet untuk menyusut. [29]

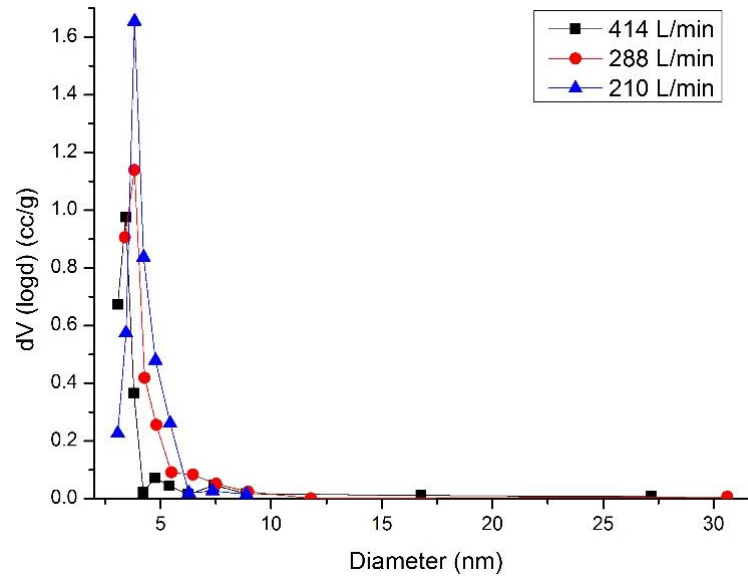
Pada analisa adsorpsi-desorpsi nitrogen, kondisi *pretreatment* tidak berubah, yaitu *degassing* dilakukan selama 3 jam dengan suhu $300 \text{ }^\circ\text{C}$ dan menggunakan gas nitrogen. Plot data adsorpsi-desorpsi nitrogen untuk berbagai *flowrate* Udara Panas dapat dilihat pada Gambar 4.8. Dapat dilihat bahwa bentuk kurva pada semua variabel *flowrate* udara panas mendekati tipe IV dan mendekati tipe IV dan *hysteresis* tipe H2, namun dengan kenaikan volume yang diadsorb seiring dengan turunnya *flowrate* udara pemanas.



Gambar 4. 8 Plot Data Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen untuk Variabel *Flowrate* Udara Panas

Kemudian pengaruh *flowrate* udara panas terhadap distribusi pori ditunjukkan oleh Gambar 4.9. Terlihat bahwa ukuran pori terdistribusi merata pada

semua variabel *flowrate* udara panas dan tetap pada *range* mesopori, namun terlihat perbedaan ukuran puncak dimana nilai $dV(\log d)$ terbesar pada *flowrate* 210 L/menit dengan 1,654 cc/g pada ukuran diameter 3,82 nm, kemudian menurun pada *flowrate* 288 L/menit dengan 1,139 cc/g pada ukuran puncak yang sama, lalu yang paling rendah pada *flowrate* 414 L/menit dengan 0,976 cc/g pada ukuran 3,43 nm.



Gambar 4.9 Distribusi Ukuran Pori pada Berbagai *Flowrate* Udara Panas

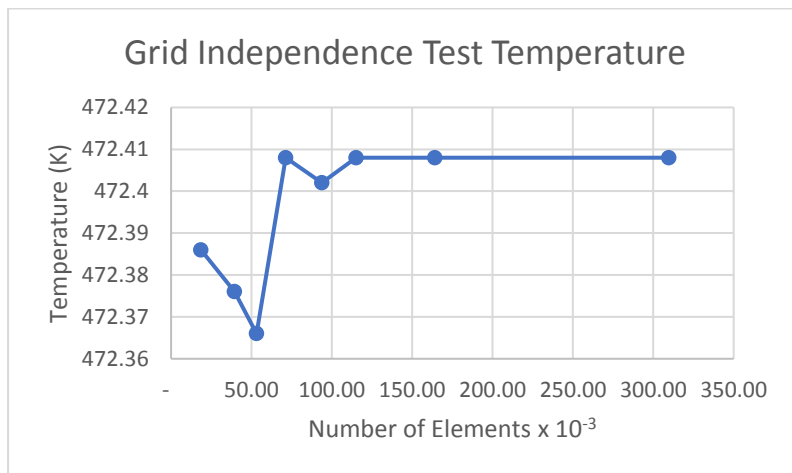
Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Surface Area, Ukuran dan Volume Pori untuk Berbagai Laju Alir Udara Panas

$V_{\text{precursor}}$	Surface Area (m^2/g)	Avg Pore Size (nm)	Total Pore volume (cc/g)
414 L/min	168,234	3,714	0,1652
288 L/min	164,314	4,577	0,1880
210 L/min	135,353	5,678	0,1921

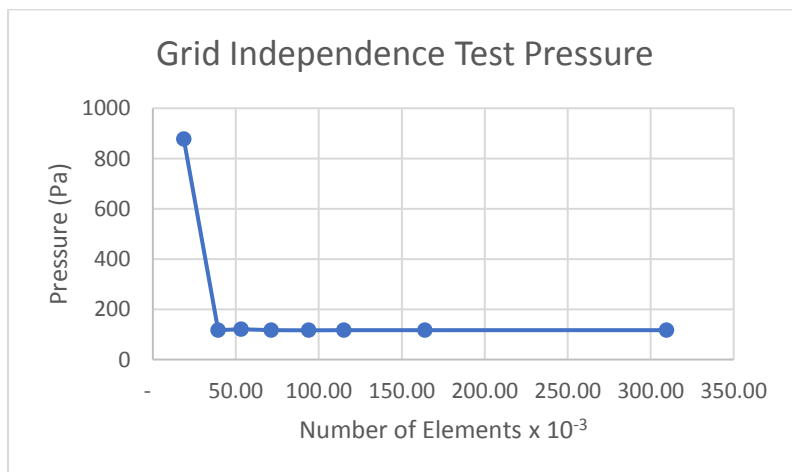
Nilai *surface area* dengan metode BET menunjukkan bahwa luas permukaan semakin menurun dengan berkurangnya *flowrate* udara panas, luas permukaan tertinggi sebesar $168,234 \text{ m}^2/\text{gram}$ diperoleh pada *flowrate* udara panas 414 L/menit, kemudian turun menjadi $164,314 \text{ m}^2/\text{gram}$ pada *flowrate* udara panas 288 L/menit, lalu turun menjadi $135,353 \text{ m}^2/\text{gram}$ pada *flowrate* udara panas 210 L/menit.

4.3 Pemodelan Spray Drying Menggunakan CFD

Pemodelan CFD digunakan menggunakan program ANSYS FLUENT versi akademik dilakukan dengan variasi pada *flowrate* udara panas 414 L/menit, 288 L/menit dan 210 L/menit dengan satuan *boundary condition* berupa kecepatan sehingga menjadi 8,32 m/s; 5,78 m/s dan 4,22 m/s. Untuk menentukan jumlah *grid* yang optimal, dilakukan *grid independence test* pada outlet dengan jarak outlet sebenarnya dengan variabel tekanan, kecepatan dan suhu seperti yang dapat dilihat pada gambar 4.10-4.12. Untuk variasi suhu perbedaan jumlah *grid* hanya sedikit berpengaruh dengan perbedaan kurang dari 1 K pada jumlah elemen terbesar dengan elemen terkecil. Untuk variabel tekanan terjadi perbedaan yang besar pada jumlah elemen yang paling sedikit yaitu sekitar 18.000 elemen yang bernilai 877 Pa, sementara jumlah elemen pada 39.000 dan 53.000 bernilai 120 Pa, untuk jumlah

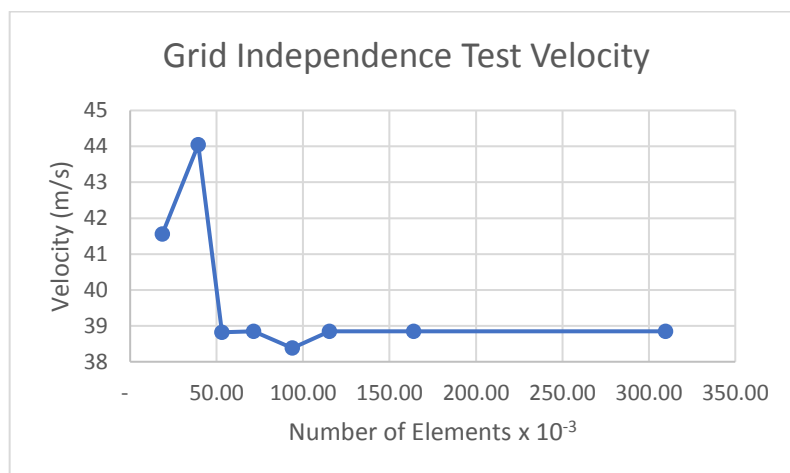


Gambar 4.10 Grid Independence Test Temperature

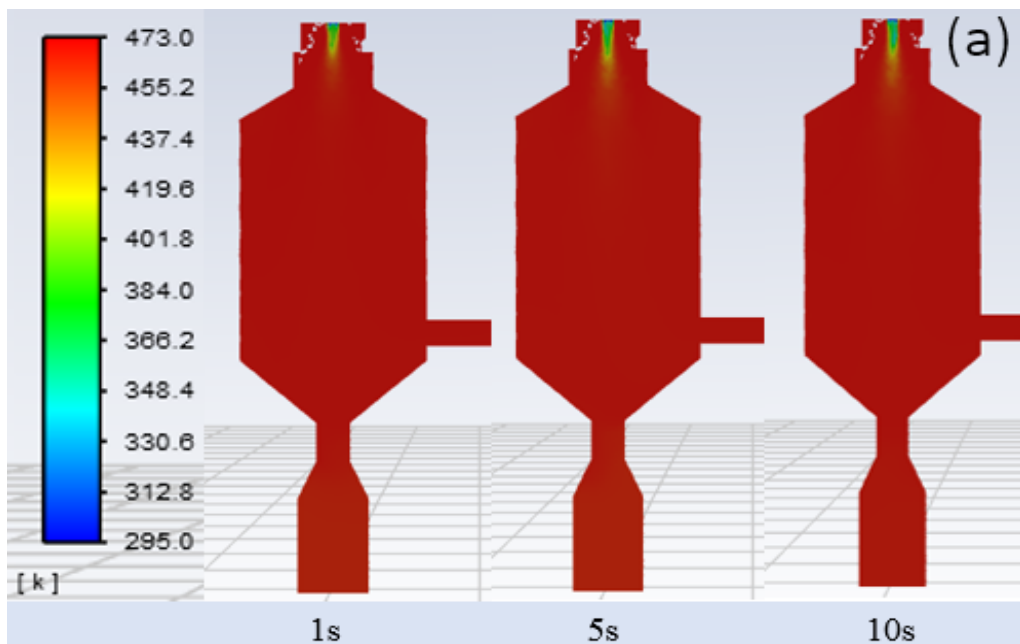


Gambar 4.11 Grid Independence Test Pressure

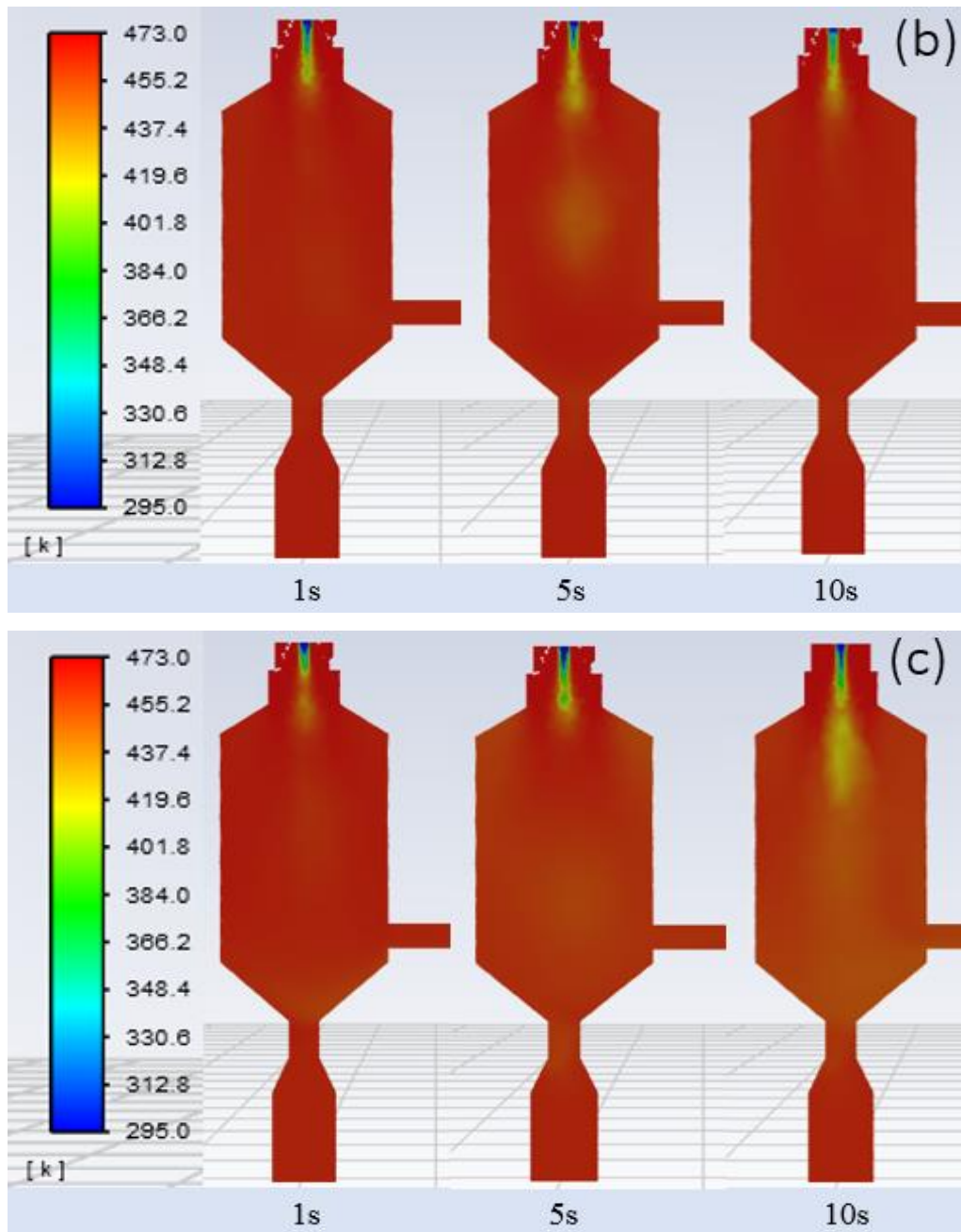
elemen 70.000 keatas berkisar pada nilai 116 Pa. Untuk variasi kecepatan, jumlah elemen 18.000 menghasilkan kecepatan 41,5 m/s sedangkan jumlah elemen 39.000 menghasilkan kecepatan 44 m/s. Untuk jumlah elemen 53.000 keatas menghasilkan kecepatan berkisar 38 m/s. Maka dipilih elemen dengan jumlah grid berkisar 70.000 dikarenakan hasil untuk jumlah elemen sesudahnya cenderung konstan, serta mengurangi waktu komputasi yang dibutuhkan dikarenakan semakin banyak jumlah elemen yang digunakan maka akan semakin lama waktu untuk komputasi.



Gambar 4.12 Grid Independence Test Velocity



Gambar 4.13 Distribusi Temperatur pada Berbagai Flowrate Udara Panas
(a) 8,32 m/s

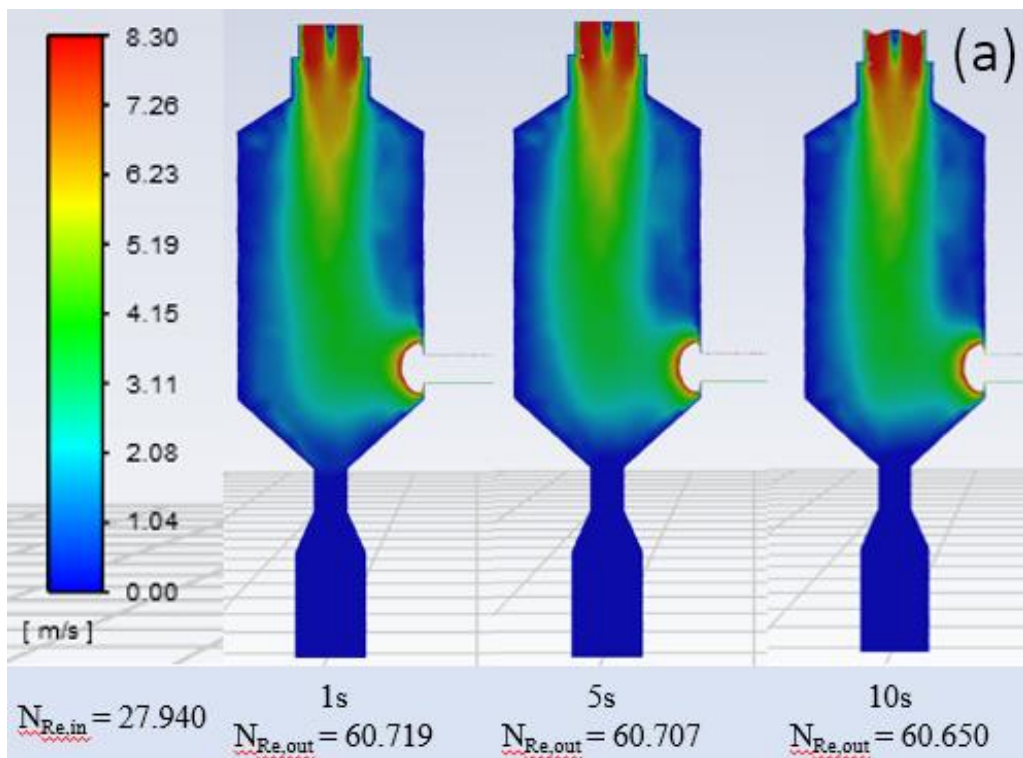


**Gambar 4.13 Distribusi Temperatur pada Berbagai *Flowrate* Udara Panas
(b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s**

Pemodelan ini digunakan untuk mengamati fenomena yang sulit untuk diamati dengan melihat seperti distribusi suhu dan kecepatan udara pada gambar 4.13 untuk distribusi suhu serta gambar 4.14 untuk distribusi kecepatan udara yang diambil memotong secara vertikal pada $t = 1, 5$ dan 10 detik. Kemudian grafik dari profil kecepatan diambil secara melingkar pada gambar 4.15 untuk posisi setelah *inlet*, awal *chamber*, pertengahan *chamber* dan bawah *chamber* yang sejajar dengan

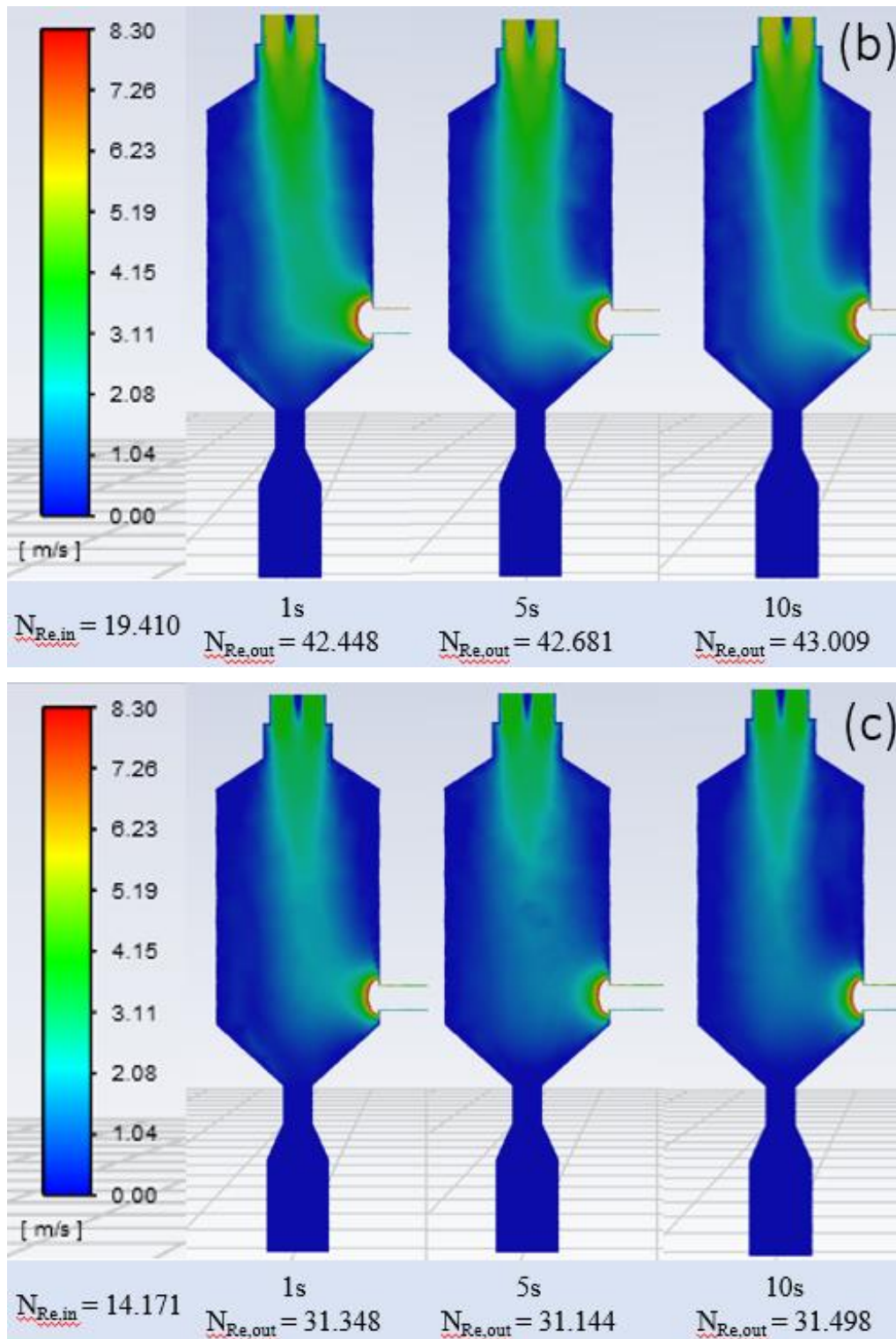
outlet (masing-masing berjarak 2,4 cm; 13,2 cm; 24,7 cm dan 46,2 cm dibawah *inlet*) untuk membandingkan profil kecepatan masing-masing variabel udara panas pada posisi serta ketinggian *chamber* yang berbeda.

Berdasarkan Gambar 4.13, dapat terlihat bahwasannya nilai temperatur mendekati nilai yang sama dengan yang ditetapkan untuk eksperimen yaitu 200 °C pada semua variabel. Pada variabel 8,32 m/s, distribusi temperatur cenderung konstan meskipun pada posisi bawah *nozzle* sedikit menurun setelah 1 detik. Pada variabel 5,78 m/s distribusi suhu cenderung menurun pada bagian *chamber* dari 1 detik menuju 5 detik, namun Kembali cenderung konstan pada 200 °C pada 10 detik. Namun pada variabel 4,22 m/s terlihat bahwa distribusi suhu pada *chamber* menjadi lebih rendah pada *chamber* seiring dengan bertambahnya waktu yang menandakan bahwa distribusi suhu belum konstan setelah 10 detik.



Gambar 4.14 Distribusi Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Flowrate Udara Panas (a) 8,32 m/s (b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s

Gambar 4.14 menunjukkan bahwa kecepatan udara tidak terakselerasi oleh kecepatan droplet dikarenakan *flowrate liquid* yang cukup rendah yaitu 1,6 mL/menit atau dalam satuan kecepatan volumetrik menjadi $2,48 \times 10^{-4}$ m/s yang juga dibantu dengan kecepatan *carrier gas* untuk atomisasi sebesar 0,78 m/s.

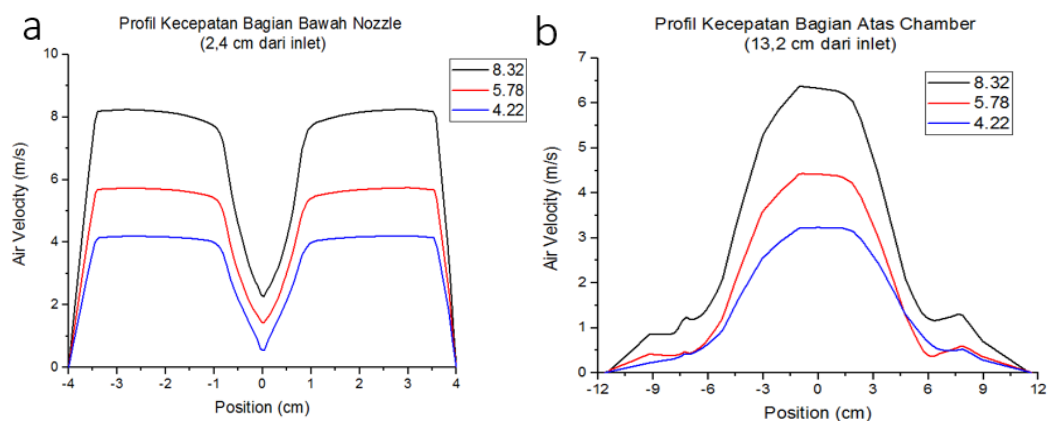


Gambar 4.14 Distribusi Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Flowrate Udara Panas (b) 5,78 m/s (c) 4,22 m/s

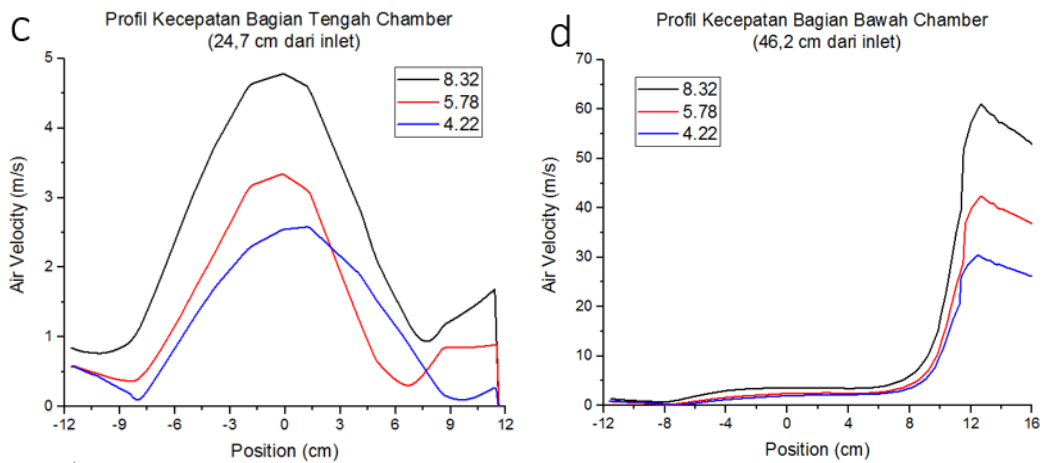
Dari *inlet* masuknya udara panas, terjadi penurunan kecepatan yang cukup besar dikarenakan ekspansi pada diameter *inlet* menuju diameter *chamber*, namun

kembali menjadi tinggi saat menuju *outlet* karena terjadi kontraksi pada diameter *outlet* yang lebih kecil. Terlihat bahwa pada semua variabel tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan terhadap distribusi kecepatan dikarenakan perbedaan yang terdapat seperti arah yang menunjukkan besar kecepatan lebih ke arah kanan ataupun kiri. Namun dapat terlihat dari arah tersebut bahwa pada waktu 1 detik pada semua variabel cenderung mengarah ke kanan atau ke arah *outlet*.

Kemudian dilakukan perhitungan bilangan Reynolds untuk mengkonfirmasi turbulensi yang terjadi serta pengaruhnya. Dapat terlihat bahwa untuk semua variabel nilai bilangan Reynolds tidak berubah, yang menunjukkan semua parameter seperti kecepatan, densitas serta viskositas udara tidak didapati perbedaan. Besar bilangan Reynolds pada aliran udara masuk yaitu 14.171; 19.410 dan 27.940 untuk masing-masing variabel 4,22; 5,78 dan 8,32 m/s menunjukkan bahwa semua aliran termasuk dalam aliran turbulen, sehingga persamaan turbulensi valid untuk digunakan. Perubahan nilai bilangan Reynolds terjadi dengan sedikit berkurang untuk variabel 8,32 m/s sementara sedikit bertambah untuk variabel 5,78 dan 4,22 m/s. Hal ini dapat dipengaruhi oleh berubahnya kecepatan dan properti udara panas yaitu densitas udara panas yang meningkat berkurang seiring waktu dengan nilai densitas awal konstan yaitu $0,722 \text{ kg/m}^3$ meningkat dengan range $0,724\text{-}0,757 \text{ kg/m}^3$ pada bagian *outlet*, sementara untuk kecepatan udara panas tidak memiliki kecenderungan terhadap waktu dan nilai viskositas udara konstan baik pada *inlet* maupun *outlet* yaitu sebesar $1,72 \times 10^{-5} \text{ kg/ms}$.



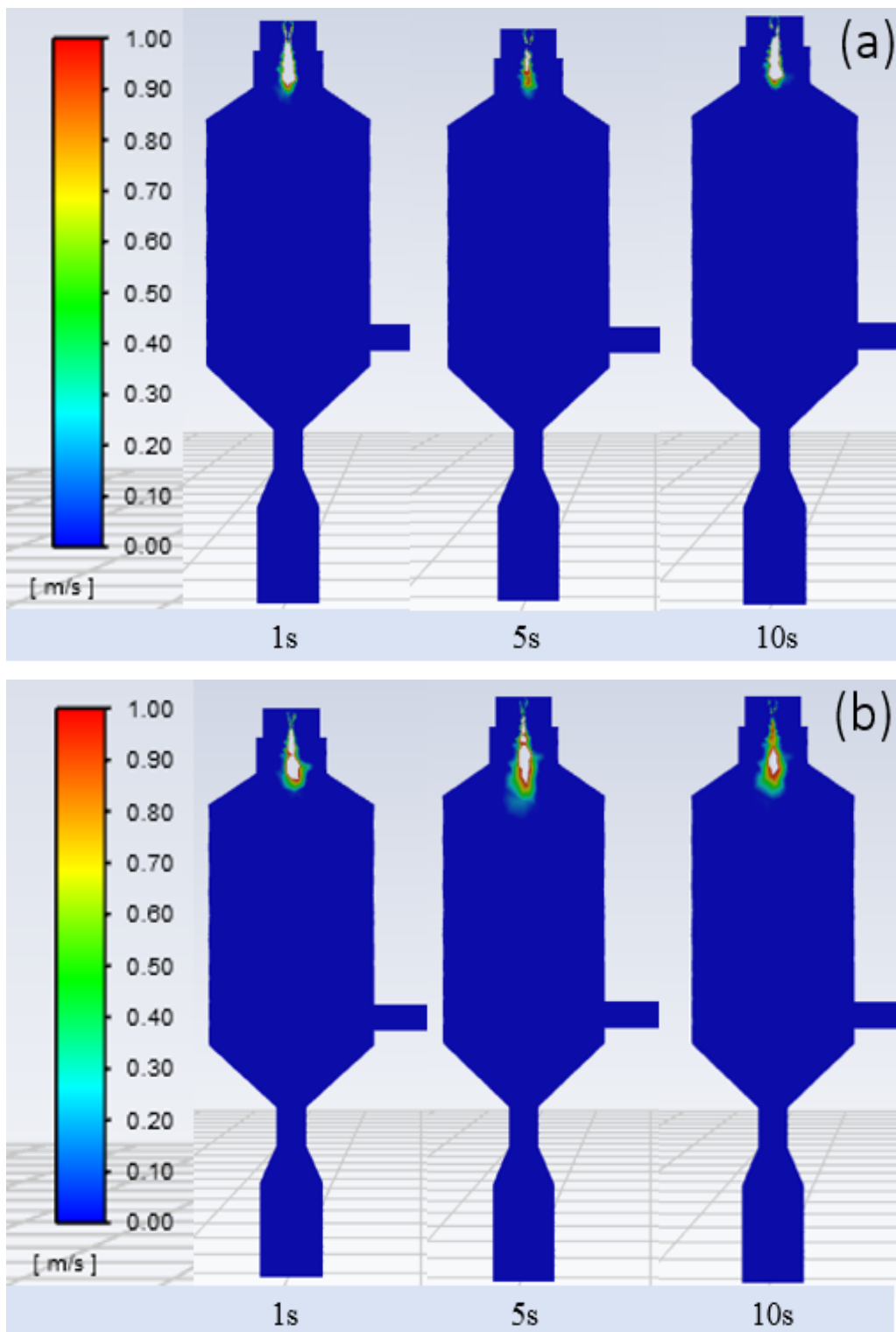
Gambar 4.15 Profil Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Jarak Ketinggian dari Inlet : (a) 2,4 cm (b) 13,2 cm



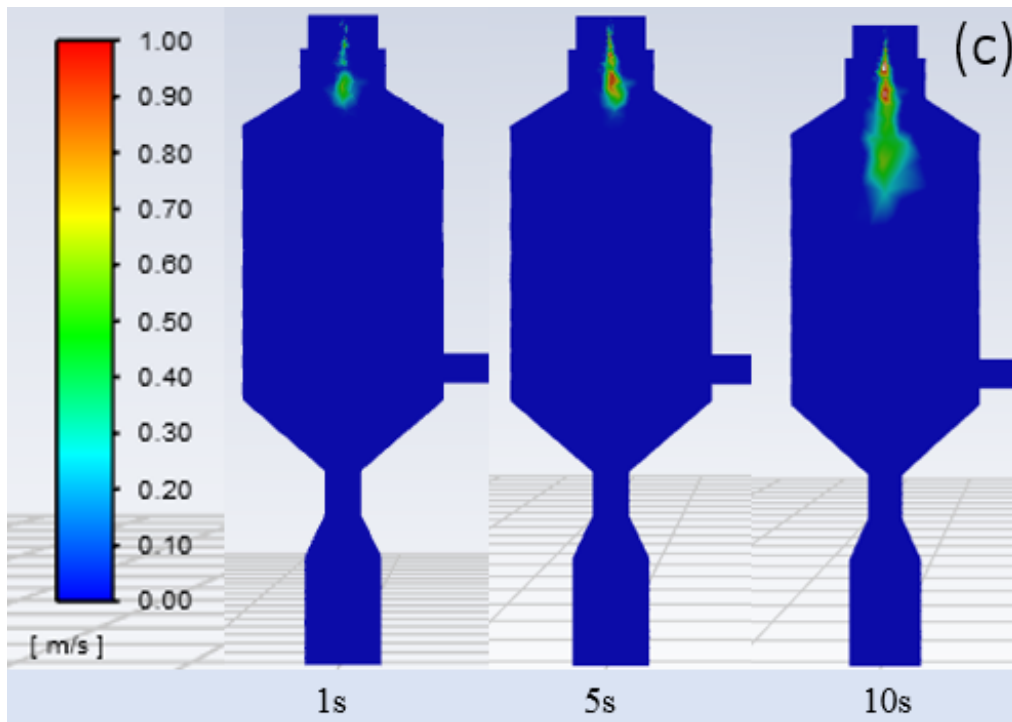
Gambar 4.15 Profil Kecepatan Udara Panas pada Berbagai Jarak

Ketinggian dari Inlet : (a) 2,4 cm (b) 13,2 cm (c) 24,7 cm (d) 46,2 cm

Kemudian ditunjukkan profil kecepatan pada ketinggian seperti pada Gambar 3.5. Profil kecepatan pada gambar 4.15.a yaitu bagian setelah *outlet nozzle* menunjukkan bahwa kecepatan udara akan semakin menurun disekitar *nozzle* hingga mendekati nol pada variabel kecepatan 4,22 m/s; sehingga diprediksi bahwa jika kecepatan udara panas diperkecil lagi maka akan memungkinkan nilai kecepatan menjadi nol. Hal ini dapat menandakan bahwa kontak antara droplet dan udara panas masih rendah saat droplet keluar dari *nozzle* terutama dengan variabel kecepatan udara panas 4,22 m/s. Profil kecepatan pada gambar 4.15.b dan 4.15.c yaitu pada chamber bagian atas dan tengah menunjukkan profil yang seragam, serta terdapat kenaikan pada bagian di dekat dinding yang dapat disebabkan oleh udara yang bersirkulasi dalam chamber sehingga meningkatkan kecepatan. Namun pada kecepatan 4,22 m/s tidak terlihat kenaikan kecepatan di dekat dinding sebelah kanan yang menunjukkan bahwa perputaran udara yang terjadi tidak cukup besar sehingga tidak dapat meningkatkan kecepatan di dekat dinding sebelah kanan. Pada gambar 4.15.d terlihat peningkatan kecepatan yang sangat tinggi disebabkan karena pada ketinggian tersebut sejajar dengan outlet yang berada di sebelah kanan pada posisi 12 cm ke kanan pada posisi 16 cm, dengan profil kecepatan yang serupa namun besar kecepatan yang lebih rendah dibandingkan dengan gambar 4.15.c untuk posisi yang sama, kemudian kecepatan di outlet semakin berkurang saat menuju luar outlet.



Gambar 4.16 Distribusi Kecepatan *Spray Liquid* pada Berbagai *Flowrate* Udara Panas (a) 8,32 m/s (b) 5,78 m/s

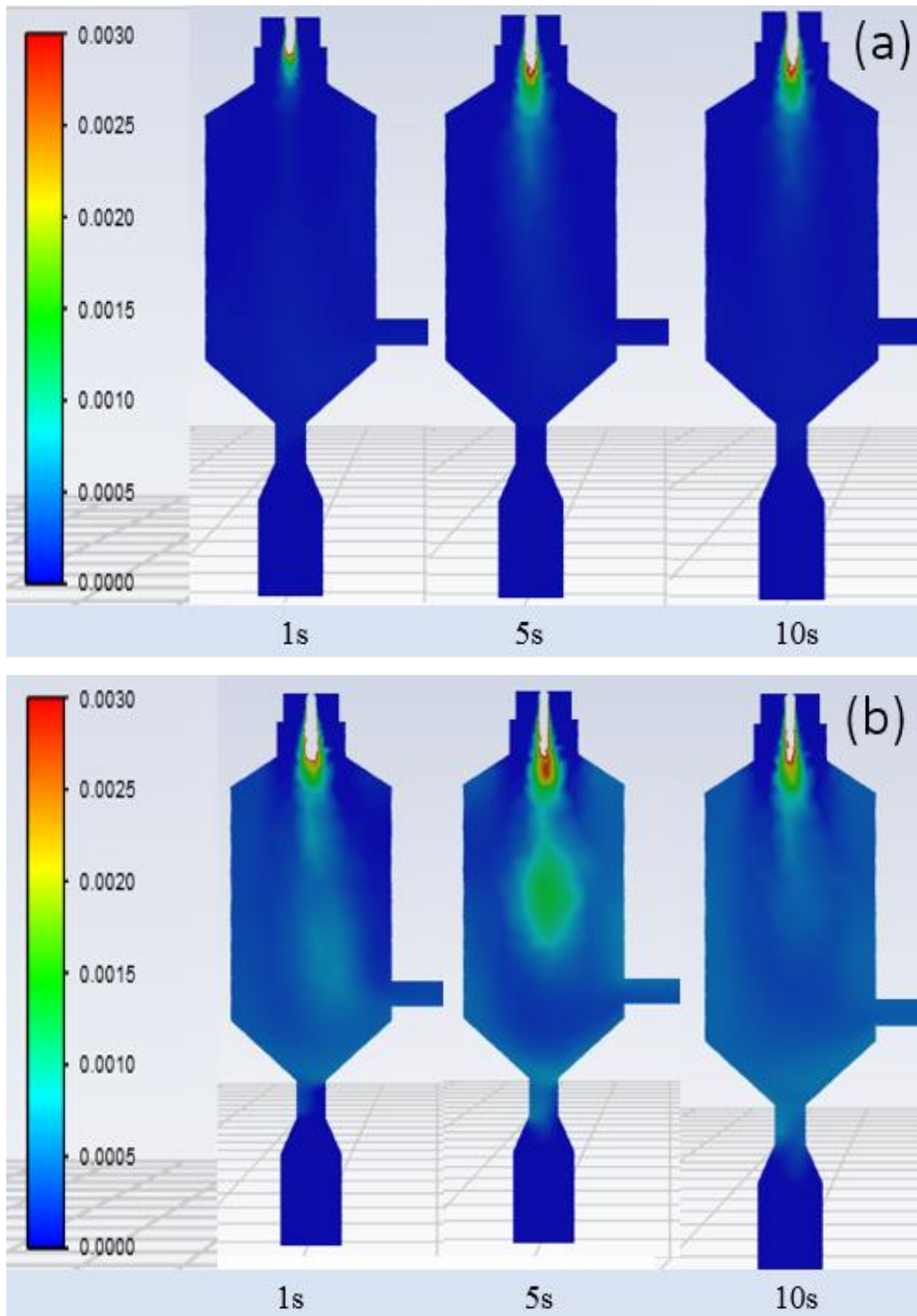


Gambar 4.16 Distribusi Kecepatan *Spray Liquid* pada Berbagai *Flowrate* Udara Panas (c) 4,22 m/s

Distribusi kecepatan fase liquid yang berupa droplet ditunjukkan oleh Gambar 4.16. Kecepatan volumetrik liquid ditetapkan sebesar 1,6 mL/menit dan dirubah satuan untuk *input boundary condition* menjadi kecepatan volumetrik $2,48 \times 10^{-4}$ m/s. Kecepatan droplet tersebut menjadi lebih besar dikarenakan proses atomisasi oleh *carrier gas* dari *two-fluid nozzle* dengan kecepatan 0,78 m/s sehingga terlihat kecepatan awal menjadi 1 m/s untuk kontur berwarna merah dan diatas 1 m/s untuk kontur yang tidak berwarna. Pada kecepatan 8,32 m/s, dapat terlihat bahwa laju larutan bernilai 0 sebelum memasuki chamber pada semua waktu, sehingga dapat dikatakan bahwa penguapan larutan sudah konstan. Hal yang sama dapat diamati pada variabel kecepatan 5,78 m/s, namun dengan posisi *liquid* sepenuhnya hilang saat akan memasuki *chamber*. Sebaliknya pada kecepatan 4,22 m/s terlihat bahwa pada bagian tengah *chamber* masih terdapat kecepatan larutan, sehingga dapat dikatakan belum terjadi penguapan yang sempurna pada variabel ini.

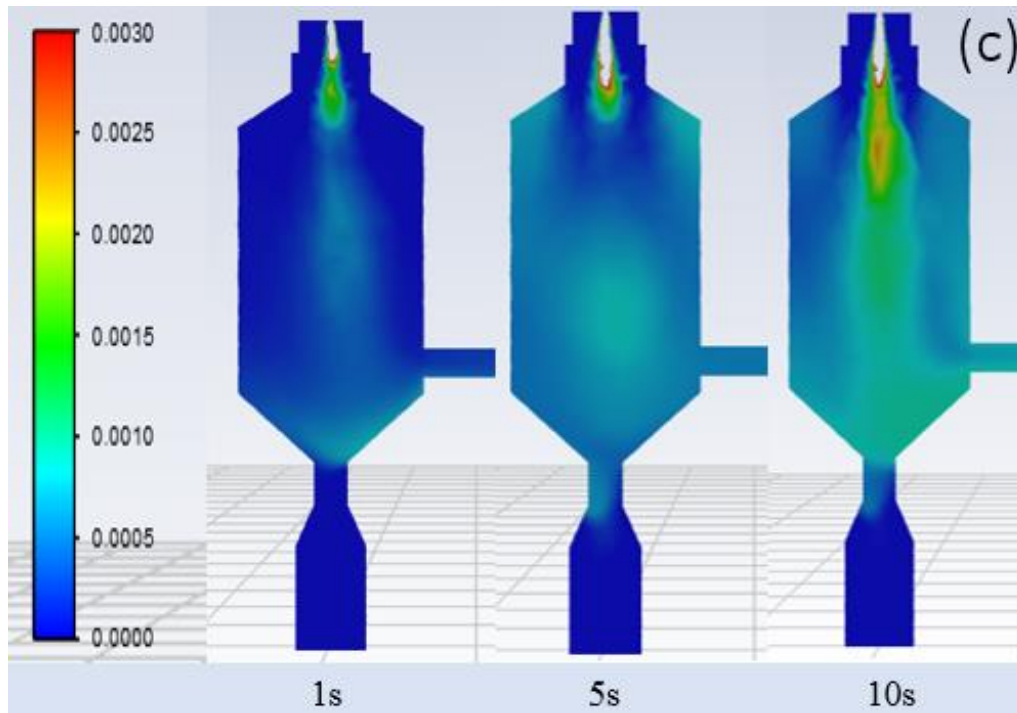
Untuk fraksi massa air pada udara panas ditunjukkan oleh Gambar 4.17. Dapat terlihat bahwa semakin cepat udaranya maka akan semakin kecil fraksi massanya pada semua variabel. Pada variabel 8,32 m/s, dapat terlihat bahwa fraksi

massa saat memasuki chamber sangat kecil. Hal ini dikarenakan *flowrate* yang besar sehingga udara dengan fraksi massa yang besar cepat meninggalkan *chamber* dan digantikan dengan udara baru.



Gambar 4.17 Distribusi Fraksi Massa Air pada Udara Panas untuk Berbagai *Flowrate* Udara Panas (a) 8,32 (b) 5,78 m/s

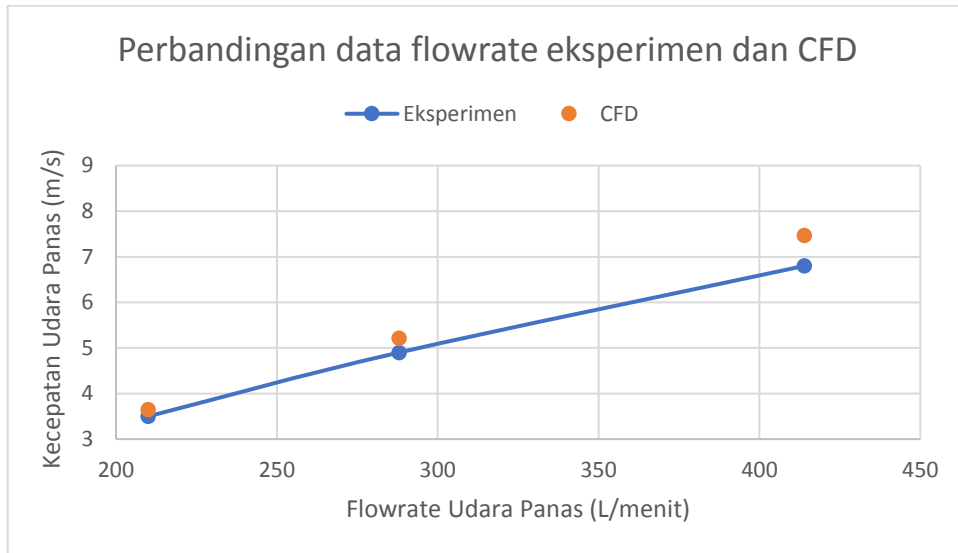
Sebaliknya pada variabel 4,22 m/s, fraksi massa air cenderung semakin membesar seiring bertambahnya waktu dikarenakan lambatnya *flowrate* udara sehingga pergantian dengan udara baru juga menjadi lambat. Variabel 5,78 m/s menunjukkan fraksi air pada udara pada *chamber*, namun dengan fraksi yang lebih kecil kecuali saat waktu 5 detik kemungkinan udara dengan fraksi air besar berkumpul pada tengah *chamber*.



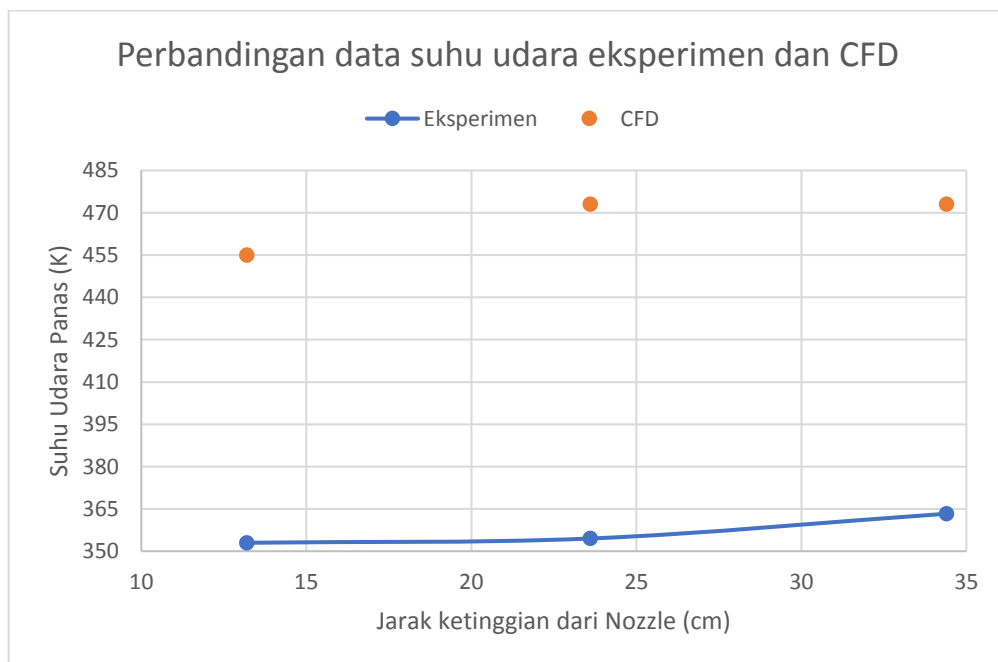
Gambar 4.17 Distribusi Fraksi Massa Air pada Udara Panas untuk Berbagai *Flowrate* Udara Panas (c) 4,22 m/s

Gambar 4.18 dan 4.19 menunjukkan perbandingan hasil perbandingan eksperimen dan CFD terhadap kecepatan udara panas dan suhu udara panas. Untuk masing-masing *flowrate* udara panas 210 L/menit, 288 L/menit dan 414 L/menit yang diukur menggunakan anemometer, yang kemudian diukur juga kecepatan udara pada posisi 5 cm dibawah nozzle dan didapati error sebesar 4,11; 5,95 dan 8,97%. Hasil ini cukup sesuai, sekaligus menunjukkan bahwa semakin besar turbulensi akan cenderung menghasilkan error yang lebih besar. Sementara untuk suhu udara panas diukur masing-masing berjarak 13,2; 23,6 dan 34,4 cm dibawah nozzle dengan error sebesar 28,89; 33,43 dan 30,19%. Error yang cukup besar ini dapat disebabkan oleh ikut terbacanya suhu kaca *chamber spray drying* sehingga

menurunkan suhu yang terukur, dikarenakan pengukuran dilakukan saat eksperimen adalah secara eksternal dengan menggunakan sinar inframerah tembak dikarenakan kurang memungkinkan untuk menggunakan thermometer pada sisi bagian dalam chamber.



Gambar 4.18 Perbandingan Data Flowrate Eksperimen dan CFD



Gambar 4.19 Perbandingan Data Suhu Udara Eksperimen dan CFD

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Sintesis silika dari waterglass berhasil dilakukan dengan menggunakan metode spray drying menghasilkan partikel berbentuk seperti donat dan bola. Dari penelitian yang dilakukan dengan metode *spray drying*, diperoleh kesimpulan sementara bahwa untuk kondisi operasi optimum yang menghasilkan *surface area* terbesar pada kecepatan volumetrik larutan prekursor 1,6 mL/menit dan *flowrate* udara panas sebesar 414 L/menit dengan *surface area* 168,234 m²/g. Semakin besar kecepatan volumetrik larutan akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar serta persentase partikel seperti donat lebih tinggi, sementara semakin besar kecepatan udara panas akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan tidak ditemukan kecenderungan terhadap bentuk partikel. Pemodelan dengan CFD dapat menghasilkan distribusi suhu, kecepatan udara dan profil kecepatan pada chamber, kecepatan droplet serta fraksi massa air pada udara panas. Distribusi suhu cukup merata namun sedikit turun untuk kecepatan udara 4,22 L/menit. Kecepatan droplet memiliki kecenderungan mengikuti kecepatan *carrier gas* dan semakin lambat. Profil kecepatan pada bagian tengah dan bawah chamber dipengaruhi oleh perputaran udara sehingga terdapat peningkatan kecepatan pada bagian dekat dinding *chamber*. Hasil dari perbandingan parameter kecepatan udara panas antara hasil prediksi pemodelan dan data eksperimen memiliki deviasi sebesar 4,11%-8,97% dengan peningkatan deviasi saat kecepatan udara panas semakin besar, sementara hasil dari perbandingan parameter suhu udara panas antara prediksi pemodelan dan data eksperimen memiliki deviasi sebesar 28,89%-33,43% dengan peningkatan deviasi saat posisi yang terukur semakin rendah dari *nozzle*.

V.2 Saran

1. Menambah variasi kecepatan volumetrik larutan maupun kecepatan udara panas sehingga mendapat mekanisme pembentukan yang lebih terlihat yaitu morfologi yang sepenuhnya bola menjadi sepenuhnya seperti donat
2. Melihat pengaruh perubahan kecepatan volumetrik dengan pemodelan
3. Menambah model population balance pada pemodelan dengan persamaan distribusi diameter pada droplet

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Freedonia, 2018. World Speciality silica <https://www.freedoniagroup.com/industry-study/world-specialty-silicas-3178.htm> (diakses 17 Mei 2020)
- [2] C. T. Kresge *et al.*, "Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid-Crystal Template Mechanism," *Nature*, vol. 359, pp. 710-712, 1992
- [3] J. S. Beck *et al.*, "A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates," *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 114, no. 27, pp. 10834–10843, 1992.
- [4] M. Yang, G. Wang, and Z. Yang, "Synthesis of hollow spheres with mesoporous silica nanoparticles shell," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 111, no. 1, pp. 5–8, 2008.
- [5] Iler, R.K. (1979), *The Chemistry of Silica*, John Wiley & Sons : New York.
- [6] C. Frondel. (1964), *The System of Mineralogy of DANA*, 7th ed., Vol. 3, *Silica Minerals*. Wiley.
- [7] G. S. Brady, H. R. Clausser, and J. A. Vaccari, "Materials Handbook."
- [8] G. H. Jeffery, J. Bassett, J. Mendham, and R. C. Denney, "Vogel's Quantitative Chemical Analysis." p. 855, 1989.
- [9] H. C. L. Dan and H. S. O. U. Pertukaran, "Prayitno daD Djoko Sardjono Puslitbang Teknologi Maju BATAN, Yogyakarta," no. 3, 2002.
- [10] Dorfner, K. "Iptek Penukar Ion", Andi Offset, Yogyakarta, hal 15-16, 1995.
- [11] Kunin R, "Ion Exchanger Resin", JohnWiley USA 25, 1950
- [12] S. Widodo, J. Sangkuriang, and K. Lipi, "Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas," pp. 1–8, 2010.
- [13] K. Bankars, A. V Chaudhari, N. B. Mahale, and S. R. Chaudhari, "A Review on Orodispersible Tablets Prepared Using Spray Dried Sustained Release Microparticles," vol. 1, no. 2, 2014.
- [14] A. Gharsallaoui and O. Chambin, "Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients : An overview," vol. 40, pp. 1107–1121, 2007.

- [15] S. Mahdi, E. Assadpoor, B. Bhandari, and Y. He, “Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying,” vol. 41, pp. 172–183, 2008.
- [16] A. S. Mujumdar, L. X. Huang, and X. Dong Chen, “An overview of the recent advances in spray-drying,” *Dairy Sci. Technol.*, vol. 90, no. 2–3, pp. 211–224, 2010.
- [17] M. Jayasundera and B. P. Adhikari, “The Effect of Food-Grade Low-Molecular-Weight Surfactants and Sodium Caseinate on Spray Drying of Sugar-Rich Foods,” pp. 128–137, 2010.
- [18] P. D. Hede, P. Bach, and A. D. Jensen, “Two-fluid spray atomisation and pneumatic nozzles for fluid bed coating/agglomeration purposes: A review,” *Chem. Eng. Sci.*, vol. 63, no. 14, pp. 3821–3842, 2008.
- [19] K. Cheuyglintase, “Spray drying of fruit juice with vegetable fibre as a carrier,” *Chem. Process Eng.*, no. January, p. 260, 2009.
- [20] Masters, K. (1968). *Spray Drying—The Unit Operation Today. Industrial & Engineering Chemistry*, 60(10), 53–63.
- [21] Bittner, B., & Kissel, T. (1999). *Ultrasonic atomization for spray drying: a versatile technique for the preparation of protein loaded biodegradable microspheres. Journal of Microencapsulation*, 16(3), 325–341..
- [22] S. Freitas, H. P. Merkle, and B. Gander, “Ultrasonic atomisation into reduced pressure atmosphere — envisaging aseptic spray-drying for microencapsulation,” vol. 95, pp. 185–195, 2004.
- [23] Broadhead, J., Edmond Rouan, S. K., & Rhodes, C. T. (1992). *The spray drying of pharmaceuticals. Drug Development and Industrial Pharmacy*, 18(11-12), 1169–1206.
- [24] Haque, M.A., Timilsena, Y., Adhikari, B. (2015). *Drying Technologies for Food : Fundamentals & Applications*. 79-106 .
- [25] Versteeg, H.K., W. Malalasekera. (1995). *An Introduction to Computational Fluid Dynamics The Finite Volume Method*. Longman Sc & Technical. Malaysia.
- [26] C. T. Shaw *et al.*, “C.T. Shaw, Using Computational Fluid Dynamics, Prentice Hall, 1992,” *Techniques*, 1992.
- [27] W. S. Cheow, S. Li, and K. Hadinoto, “Spray drying formulation of hollow

spherical aggregates of silica nanoparticles by experimental design,” *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 88, no. 5–6, pp. 673–685, 2010.

- [28] K.W.S. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, L. Moscou, R.A. Pierotti, J. Rouquerol, T. Siemieniewska, “Reporting Physisorption Data for Gas / Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity,” vol. 57, no. 4, pp. 603–619, 1985.
- [29] R. Vehring, “Pharmaceutical particle engineering via spray drying,” *Pharmaceutical Research*, vol. 25, no. 5, 2008.

Halaman ini sengaja dikosongkan

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Abdurrahman Anis Albar, lahir di Surabaya, 30 Mei 1996. Penulis yang sering dipanggil Abdurrahman ini, menyelesaikan pendidikan dasarnya di SD 1 Alkhairiyah Surabaya, pendidikan menengah dan atas di SMP Alkhairiyah Surabaya dan SMAN 8 Surabaya. Kemudian penulis melanjutkan studi S1 di Teknik Kimia FTI-ITS pada tahun 2014. Pada tahun 2018, penulis juga melanjutkan studi S2 di Teknik Kimia FTIRS-ITS dan melakukan penelitian di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi dengan judul tesis “Sintesis Silika dengan Metode *Spray Drying* serta Pemodelan dengan *Computational Fluid Dynamics* (CFD). Penulis pernah menjadi pemateri dalam Seminar 6th International Seminar on Science and Technology (ISST) 2020 dengan judul “*Controlled Morphology of Silica Particle by Spray Drying Method*”.

Biodata Penulis

Nama : Abdurrahman Anis Albar

TTL : Surabaya, 30 Mei 1996

Alamat : Jalan Petukangan gang 1 nomor 21 Surabaya

No. HP : +62821 3971 8474

Email : Abdurrahman_albar@rocketmail.com