

TRIMETIL BORAK DENGAN ACTIVATED ALUMINA SEBAGAI PENYERAP AIR

Nyoman Sri Widari, Agung Rasmito*), Munirul Ikhwan

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas WR Supratman Surabaya
Jl. Arif Rahman Hakim 14 Surabaya 60111
Email : ag-rasmito@yahoo.co.id

Abstrak

Trimetil borak banyak digunakan sebagai aditif dalam cairan hidrolis dan pelumas, pengawet kayu, katalis polimerisasi, dalam proses pengelasan bersih, dan sintesis organik. Proses produksinya menggunakan bahan baku seperti tingkal, asam borak, borak oksida dan metanol. Tujuan dari penelitian ini adalah memberi informasi agar mendapatkan produk trimetil borak dalam jumlah maksimal dengan metode reaksi metanol langsung yaitu mereaksikan secara langsung antara asam borak dengan metanol dengan rasio mol asam borak dibanding metanol adalah 1:6, 1: 9, 1:12, 1:15 dan 1: 18 pada suhu operasi 70°C, 80°C, 90°C, tekanan 1 atmosfer, lama proses 8 jam tanpa menggunakan katalis yang mana larutan dalam reaktor disirkulasi melewati bahan penyerap air berupa activated alumina berbentuk granul. Hasil proses reaksi dianalisa kadar trimetil boraknya dengan metode titrasi. Dari hasil penelitian menunjukkan konversi bahan baku asam borak paling tinggi terjadi pada reaksi dengan rasio mol asam borat dibanding metanol yaitu 1:15 dengan suhu reaksi 80°C didapatkan hasil 68.6 %.

Kata kunci : activated alumina.; asam borak; methanol;trimetil borak

MTRIMETHYL BORAK WITH ACTIVATED ALUMINA AS WATER ABSORBER

Abstract

Trimethyl borax is widely used as an additive in hydraulic fluids and lubricants, wood preservatives, polymerization catalysts, clean welding processes, and organic synthesis. The production process uses raw materials such as tingkal, boric acid, boric oxide and methanol. This study aims to provide information in order to get the maximum amount of trimethyl borax products with the direct methanol reaction method which reacted directly between boric acid and methanol with a mole ratio of boric acid compared to methanol is 1: 6, 1: 9, 1:12, 1 : 15 and 1: 18 at operating temperatures of 70°C, 80°C, 90°C, 1 atmospheric pressure, 8-hour long process without a catalyst in which the solution in the reactor circulated through the water absorbent material in the form of activated alumina in the form of granules. The results of the reaction process are analyzed for trimethyl borax levels by titration method. The result shows that the highest conversion of boric acid raw materials occurred in the reaction with a mole ratio of boric acid compared to methanol 1:15 with a reaction temperature of 80°C, the result was 68.6%.

Keywords: activated alumina; borthyl trimethyl; boric acid; methanol

PENDAHULUAN

Esterifikasi adalah reaksi antara suatu asam karboksilat dengan alkohol menjadi suatu ester dan umumnya memakai katalis asam, disebut juga Esterifikasi Fischer. Reaksi esterifikasi adalah merupakan salah satu bentuk reaksi reversibel yang sangat lambat, tetapi apabila digunakan katalis asam mineral seperti asam sulfat (H₂SO₄) dan asam klorida

(HCl) maka kesetimbangan dengan mudah tercapai dalam waktu yang cepat. Adapun reaksi umum dalam pembentukan ester dapat dinyatakan dengan persamaan berikut:



Laju reaksi esterifikasi dari suatu asam karboksilat sangat bergantung pada halangan sterik yang ada pada

Nyoman Sri Widari, Agung Rasmito*), Munirul Ikhwan: Trimetil borak dengan activated alumina sebagai penyerap air

alcohol dan asam karboksilatnya. Dengan semakin banyaknya halangan sterik di dalam zat antara, maka laju pembentukan ester akan menurun dengan demikian rendemen ester pun menjadi berkurang. Selain itu reaksi esterifikasi juga dipengaruhi beberapa factor, diantaranya struktur molekul dari reaktan dalam hal ini adalah karboksilat dan alcohol, suhu reaksi, konsentrasi dari masing masing reaktan maupun pemakaian katalis.

Trimetil borak adalah senyawa kimia termasuk jenis senyawa organik, salah satu jenis dari organoboron. Trimetil borak merupakan bahan pembuat sodium borohidride dan termasuk senyawa yang biasa dipakai dalam industri kimia organik sebagai reagent. Trimetil borak merupakan senyawa organoboron dengan rumus $B(OCH_3)_3$. Senyawa ini merupakan cairan tak berwarna dan bila dibakar akan menghasilkan nyala hijau (Brotherton, 2000). Gas Trimetil borak berfungsi sebagai anti-oksidan dalam brazing (proses patri) dan sebagai fluks pada solder. Selain itu juga digunakan sebagai pelarut untuk wax, resin, minyak, katalis dalam pembuatan keton, analisis bahan pelembab & pennis dan sebagainya.

Trimetil borak juga digunakan sebagai zat antara dalam pembuatan senyawa borohidrida dan merupakan pereaksi yang populer dalam kimia organik. Trimethyl borak tergolong dalam ester yang dapat diperoleh dengan memanaskan asam borak atau boron oksida dengan alcohol (methanol) dalam kondisi dimana air dari hasil reaksi harus segera dikeluarkan dan jika tidak Trimetil borak akan terdekomposisi seketika bila bersentuhan dengan air, (Brotherton, 2000)

Schlesinger at All (1953) mengatakan bahwa dengan menggunakan Tinkal ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$), asam borak (H_3BO_3), atau boron oksida (B_2O_3) bila direaksikan dengan metanol dalam autoklaf dapat menghasilkan trimetil borak atau trimetil borak metanol azeotropik. Ketika Tinkal digunakan sebagai sumber boron, asam anorganik (misalnya, H_2SO_4) atau senyawa asam lainnya harus digunakan bersama dengan metanol. Reaksi diharapkan terjadi ketika asam borak atau boron oksida dimasukkan ke dalam reaksi dengan methanol



Namun, sebagai hasil dari reaksi (2), trimetil borak metanol azeotropik terbentuk dengan hasil 71,6%, bukan trimetil borak murni. Ketika rasio molar metanol dengan borak dalam reaksi (2) meningkat menjadi 4:1, akan terjadi reaksi yang berbeda dimana hasil azeotropik trimetil borak metanol meningkat menjadi 80% .



Reaksi (3) bersifat eksotermik dan suhu reaksi melebihi $70^\circ C$. Oleh karena itu menurut Schlesinger perlu untuk mengontrol suhu lingkungan dan untuk

menghindari suhu melebihi sekitar $70^\circ C$ Agar reaksi (3) berlangsung dalam waktu yang lebih singkat, suhu harus dinaikkan di atas $54^\circ C$ dengan tujuan untuk menghilangkan air yang terbentuk secara terus menerus karena adanya reaksi di reaktor. Ketika trimetil borak -metanol azeotrop yang dihasilkan secara kontinyu dikeluarkan dari reaktor, jumlah air yang dihasilkan sebagai hasil dari reaksi relatif meningkat. Untuk menyerap air dari hasil reaksi diatas dapat digunakan magnesium sulfat, seng sulfat atau dengan menggunakan resin kationik asam bernama Zeo-Kab H.

Menurut Appel,FJ (1940) trimetil borak dapat dibuat secara langsung dengan mereaksikan asam borak dan metanol. Komposisi bahan dalam reaktor lebih disarankan metanol berlebih. Skema prosesnya adalah dengan mencampurkan asam borak dan metanol berlebih didalam bejana penyulingan yang dilengkapi dengan kolom kondensor, dan penampung hasil. Tabung kalsium klorida dipasang pada ventilasi penerima untuk mencegah hidrolisis produk. Selanjutnya hasil trimetil borak azeotrop dengan metanol didestilasi ulang untuk mendapat konsentrasi yang lebih tinggi di dalam reaktor (bejana destilasi) dengan meninggalkan air, metanol berlebih serta asam borak yang tidak bereaksi. Dari metode ini bisa dihasilkan trimetil borak dengan konsentrasi sekitar 75,7 %. Rasio mol bahan metanol:asam borak diatas 12:1 konversi bahan baku bisa mencapai 80 %.

Sedangkan Chiras, SJ (1960) mengatakan bahwa mengatakan produk sampingan berupa air dari hasil reaksi harus dikeluarkan secara efektif, karena jika hanya trimetil borak saja yang dikeluarkan, konsentrasi air dalam reaktor akan semakin tinggi, sehingga menyebabkan laju reaksi hidrolisis trimetil borak sama dengan laju pembentukan trimetil borak. Dalam produksi trimetil borak, sistem penyulingan gabungan lebih disarankan dan digunakan alat khusus seperti agen pengering dan. Laju esterifikasi bisa dipercepat dengan mengkontakkan campuran dalam reaktor dengan resin penukar ion (ion exchange sulfonated cationic resin). Penggunaan katalis asam (asam sulfat) hanya sedikit mempengaruhi laju reaksi. Rasio reaktan antara asam borak dan metanol sebaiknya lebih tinggi dari 1:3 dan disarankan 1:8

Sedangkan menurut Schechter, WH (1954), trimetil borak bisa dibuat dari reaksi asam borak atau borak oxide dengan metanol. Destilasi ulang pada produk bisa menghasilkan konsentrasi trimetil borak antara 70-72%. Untuk memurnikan hasil trimetil borak bisa menggunakan agen pengering seperti H_2SO_4 , $CaCl_2$ dan $LiCl$. $LiCl$ dikatakan paling mudah diaplikasikan tetapi harganya mahal. Untuk mendapatkan hasil maksimum, berbagai faktor harus dioptimalkan antara lain perbandingan reaktan, kontrol suhu, pembatasan campuran dalam reaktor, dan proses vakum. Pada tekanan atmosfer hasil produksi cenderung berkurang. Hasil proses tinggi dapat diperoleh dengan penyulingan vakum pada

tekanan antara 2 sampai 5 inHg. Proses reaksinya merupakan proses eksotermik, suhu reaksi bisa mencapai 70°C atau lebih. Reaksi pada suhu rendah membuat laju reaksinya menjadi lambat. Campuran 140 gram oksida borak dan 96 gram methanol, konversi bahan bakunya mencapai 70 – 71%

Tujuan penelitian ini adalah untuk dapat memberikan informasi mengenai pembuatan trimetil borak agar mendapatkan produk trimetil borak dalam jumlah yang maksimal dengan menggunakan metode methanol langsung yaitu dengan cara mereaksikan methanol berlebih dengan asam borak didalam reaktor yang dilengkapi desicant dengan activated alumina sebagai penyerap air. Penelitian ini merupakan pengembangan dari beberapa paten mengenai pembuatan trimetric borak.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang dipakai pada penelitian ini adalah : asam borak granular dengan kemurnian 99,9%, metanol teknis kemurnian 99,9%, D-Manitol bubuk, larutan NaOH 0.1 M , indikator bromokresol purple , activated alumina.

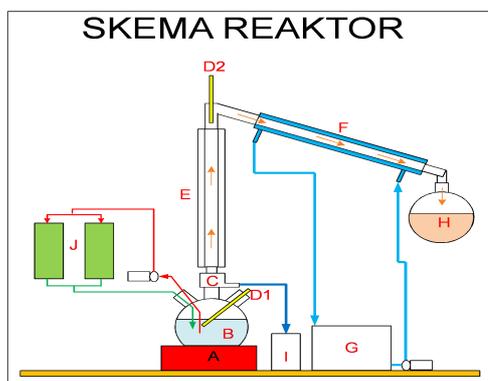
Alat

Peralatan yang dipakai dalam penelitian ini yaitu : reactor trimetil borak, hydrometer, erlenmeyer, pipet volum, buret dan gelas ukur.

Variabel Penelitian

Variabel terkendali penelitian ini ditetapkan kondisi reaktor sebagai berikut: Suhu pendinginan 20°C, Kecepatan putaran pengaduk ± 200rpm, kondisi operasi tekanan atmosfer, kolom destilasi menggunakan bioball packing, larutan dalam reaktor disirkulasi melewati desicant (penyerap air) dengan bahan activated alumina $A_2O_3 \cdot nH_2O$ ($0 < n \leq 8$) Variabel bebas yang digunakan yaitu :Rasio mol reaktan (asam borak : metanol): 1 : 6; 1: 9; 1: 12; 1: 15; 1: 18 Suhu reaksi : 90°C, 80°C, 70°C Variabel terikat yaitu variable yang diperoleh terkait dengan variable bebas yang dijalankan yaitu banyaknya trimetil borak yang diperoleh.

Alat



Gambar 1. Skema reaktor TMB

Keterangan :

- | | |
|-------------------------------------|----------------------------------|
| a. Pemanas dengan pengaduk | e. Kondensor leibig |
| b. Labu destilasi kapasitas 2 liter | f. Air pendingin |
| c. Konnector dengan flow back out | g. Penampung produk |
| d. D1 dan D2 termometer Kolom | h. Penampung flow back kondensat |
| | i. Desicant |

Prosedur:

Siapkan bahan percobaan asam borat dan metanol dengan ratio mol sebagai berikut : 1: 6, 1: 9; 1: 12; 1:15: 1:18 . Nyalakan chiller (pendingin) dan setting suhu pada 20°C, Isi tabung penyerap air dengan activated alumina, volume tabung ± 20 liter. Nyalakan reaktor, setting suhu jaket pemanas 85±5°C Masukkan bahan dengan urutan sebagai berikut : masukkan metanol ke dalam reaktor, nyalakan motor pengaduk reaktor serta masukkan asam borat sedikit demi sedikit. Kemudian tutup rapat lubang input bahan pada reaktor. Setelah suhu dalam reaktor mencapai 60°C nyalakan pompa sirkulasi menuju tabung penyerap air.

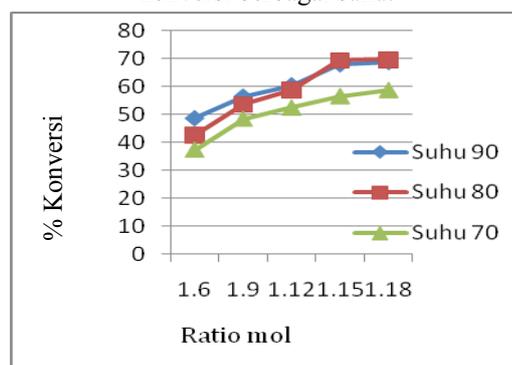
Hasil proses akan tertampung pada tabung penampung , jika alarm level larutan dalam reaktor berbunyi berarti isi dalam reaktor sudah mencapai titik minimal dan proses otomatis dihentikan. Matikan pompa sirkulasi, motor pengaduk dan pemanas. Tunggu sampai suhu larutan dalam reaktor turun menjadi 30°C

Keluarkan hasil proses dari tabung penampung, ukur volumenya dan analisa kandungan trimetil borat. Keluarkan sisa bahan dalam reaktor, ukur volumenya dan analisa kandungan asam borat. Jika masih ada endapan asam borat, di saring dikeringkan lalu timbang beratnya. Lakukan proses untuk skema rasio mol berikutnya :

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari percobaan yang sudah dilakukan terhadap proses dengan reaksi memakai rasio mol asam borat dengan metanol 1:6, 1:9, 1:12 dan 1:15, 1: 18 pada suhu reaksi 90°C, 80°C dan 70°C

Gambar 2. Hubungan antara Rasio mol dan % konversi berbagai suhu.



Nyoman Sri Widari, Agung Rasmito*), Munirul Ikhwan: Trimetil borak dengan activated alumina sebagai penyerap air

Pada penelitian ini diatur methanol dibuat berlebih dengan tujuan agar sistem kesetimbangan bergeser kearah pembentukan produk dengan harapan semua asam borak dapat terkonversi menjadi trimetil borak secara maksimal.



Dari Gambar 2. terlihat bahwa campuran dengan rasio mol asam borak dengan methanol 1:6 dengan suhu 70°C menghasilkan konversi yang paling rendah yaitu 47,3%. Sedangkan pada ratio asam borak dengan methanol 1: 15% dan 1: 18% pada suhu reaksi 80C ternyata hasil konversinya sama yaitu 69,8%, dapat disimpulkan bahwa kondisi terbaiknya ada para ratio asam borak dengan methanolnya adalah 1:15%; suhu reaksi 80°C, bukan pada perbandingan mol 1:18%. Penambahan jumlah metanol diteruskan tidak akan memberikan dampak terhadap penambahan jumlah produk trimetil borak yang dihasilkan. Selaras juga dengan teori yang menyatakan bahwa reaksi akan berjalan lebih baik jika konsentrasi metanol melebihi proporsi stoikiometri. Menaikan jumlah mol metanol kemungkinan akan menaikan konversi asam borak tetapi juga memiliki batas, hal ini dapat terlihat pada hasil percobaan sesuai dengan pendapat Schlesinger, HI dan Schechter,WH

Menurut Frank J.A, pada reaksi langsung antara metanol dan asam borak dengan kondisi metanol berlebih (12:1) bisa menghasilkan konversi asam borak mencapai 80 %, sedang dalam percobaan yang dilakukan diperoleh hasil tertinggi padar ratio mol methanol dengan asam borak (15:1) adalah 69,8 %, hal ini kemungkinan dipengaruhi oleh terjadinya kesetimbangan reaksi pada proses dalam reactor lebih cepat tercapai.

Dalam reactor yang ada dilengkapi dengan bahan penyerap air yaitu activated alumina yang bertujuan untuk menyerap air hasil proses esterifikasi. Air dari hasil reaksi segera dipisahkan atau diserap dengan activated alumina dengan tujuan untuk mengganggu system kesetimbangan karena jika salah satu komponen yang ada pada system kesetimbangan dikurangi, maka reaksi akan bergeser kearah komponen tersebut. Dalam hal ini bila komponen air yang ada pada reaksi kesetimbangan asam borak dengan metanol dipisahkan maka trimetal borak yang dihasilkan menjadi lebih banyak karena reaksi akan bergeser ke pembentukan produk trimetil borak. Pada penelitian ini juga tidak menggunakan katalisator asam, karena menurut Chieas,SJ pengaruh katalisator asam sulfat pada reaksi ini sangatlah kecil sehingga secara signifikan tidak besar pengaruhnya terhadap kwantitas dari masing masing komponen yang ada dalam reaksi kesetimbangan. Didalam reaksi kesetimbangan kehadiran katalisator berfungsi untuk mempercepat reaksi maju maupun reaksi mundur sehingga kesetimbanganpun akan lebih cepat tercapai. Adapun konversi yang diperoleh pada penelitian ini hanya 69,8% yang berarti masih kurang maksimal.

Menurut Schachter, untuk bisa mendapatkan hasil yang maksimal berbagai factor harus diperhatikan secara optimal diantaranya adalah perbandingan reaktan, control suhu, pembatasan campuran didalam reactor serta tekanan vakum.

SIMPULAN

Penelitian dilakukan dengan mereaksikan methanol secara berlebih bersama asam borak didalam reactor yang dilengkapi desicent dengan activated alumina sebagai penyerap air. Pada reaksi esterifikasi antara asam borak dan metanol dengan rasio mol asam borak dengan mol methanol 1:15, kondisi suhu reactor 80°C, tekanan atmosfer dan lama proses reaksi 8 jam. Sirkulasi larutan dalam reactor melewati activated alumina bertujuan untuk memisahkan air yang dihasilkan dari reaksi esterifikasi. Pada kondisi tersebut diperoleh konversi terbesar yaitu 69,8%.

DAFTAR PUSTAKA

- Appel,FJ. (1940), *Manufacture of Borate*. US Patent no 2217354. Patented. October 1940
- Brotherton,R.J., C.J. Weber, C.R.Guibert., J.L. Little. (2000), *Boron Compounds in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*
- Chiras,SJ. (1960).: *Process of Preparing Trimethyl Borate*. US Patent no 2947776 Patented Agustus 1960.
- Himmelbalu, D.M. (1996) *Basic Principles and Calculation In Chemical Engineering*, 6 th edition. Printice Hill, Upper Saddle River. New Jersey.
- Perry,C.H, (1978), *Chemical Engineering Hand Book's*, 5th edition. Mc Graw Hill Kogakusa.
- Scott Folger, H (1987), *Elements of Chemical Reaction Engineering*, 1 st edition, Prentice Hall, New Jersey.
- Schechter,W.H. (1954)., *Production of Trimethyl Barate*. US Patent no 2689259. Patented September 1954
- Schlesinger,HI, H.C.Brown, D.L. Mayfield and J.R.Gilbreath. (1953) , *Pocess of Preparing Trimehtyl Borate*. Jour. Am. Chem. Soc, vol 75 no 1. 1953
- Wright Robson (2004), *An Intruduction to Chemical Kinetics*, John Wiley & Son, Ltd.