

Disain Dan Rekayasa Reaktor Proses Pembuatan Nitrogliserin

Oleh :
Heri Budi Wibowo*

Abstrak

Nitrogliserin merupakan salah satu bahan utama pembuatan propelan double base dan tidak memungkinkan impor sehingga diperlukan penguasaan teknologi pembuatannya. Teknologi pembuatan nitrogliserin merupakan teknologi yang cukup lama. Walaupun demikian, impor nitrogliserin tidak memungkinkan karena sifat bahan yang sensitif terhadap gesekan dan tekanan. Reaksi pembuatan nitrogliserin telah lama dikenal, baik mekanisme maupun faktor-faktor yang mempengaruhi. Berdasarkan studi eksploratif dan mekanisme reaksi yang ada, maka dilakukan serangkaian perancangan dan disain untuk mendapatkan reaktor yang sesuai untuk reaksi kimia pembuatan nitrogliserin. Tulisan ini mendeskripsikan perkembangan perancangan reaktor pembuatan nitrogliserin.

Reaktor pembuatan propelan didisain berukuran kecil berkapasitas satu liter. Mengingat percobaan laboratorium dan tingginya resiko ledakan, sehingga disain reaktor dituntut sederhana namun cukup aman. Reaktor dibuat dari bahan gelas dan dilengkapi dengan pengatur suhu, pengaduk dan pengambilan sampel uji. Reaktor didisain untuk mereaksikan gliserin dengan campuran asam sulfat dan asam nitrat pekat. Karena sifat korosif yang sangat tinggi, maka material yang digunakan harus memiliki spesifikasi khusus.

Hasil rancang bangun diperoleh disain reaktor kapasitas 1 liter, dari material utama gelas dan dilengkapi dengan pendingin, pengukur suhu, pendingin balik, dan pengadukan. Reaktor dapat beroperasi pada suhu -15°C sampai 100°C , kecepatan pengadukan 0 – 200 rpm, pengaduk gelas, tahan asam tinggi, dan dapat digunakan untuk kapasitas cairan maksimal 20% dari kapasitas maksimal

Kata kunci: nitrogliserin, gliseril trinitrat, reaktor

Abstract

Nitroglycerin is one of the main ingredients manufacture double base propellant and does not allow the import of that required mastery of technology. Nitroglycerin manufacturing technology is a technology that is quite long. However, imports of nitroglycerin was not possible because the properties of materials that are sensitive to friction and pressure. Reaction manufacture of nitroglycerine has long been recognized, both the mechanism and the factors that influence. Based on exploratory studies and reaction mechanism is there, then do a series of engineering and design to obtain a suitable reactor for the manufacture of chemical reactions nitroglycerin. Posts in describing the development of the manufacture of nitroglycerine reactor engineering.

Reactors designed pembautan small propellant capacity of one liter. Given the high risk of laboratory experiments and explosions, so the design of the reactor required a simple yet secure enough. The reactor was made of glass and is equipped with a temperature control, mixing and sampling test. Reactors are designed to react with a mixture of glycerin and sulfuric acid concentrated nitric acid. Due to the corrosive nature is very high, the material used must have special specifications. The results obtained by the design of the reactor design capacity of 1 liter, the main material of glass and equipped with a cooler, temperature gauge, coolant loop, and stirring. The reactor can operate at a temperature of -15°C to 100°C , stirring speed of 0-200 rpm, glass stirrer, high acid-resistant, and can be used for maximum liquid capacity of 20% of maximum capacity.

Keywords: nitroglycerine, glyceryl trinitrate, reactor

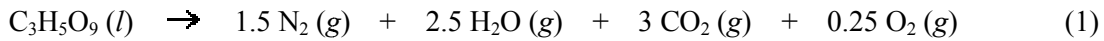
1. PENDAHULUAN

Pembuatan nitrogliserin telah lama diketahui sejak Albert Nobel menemukannya (www.nobel.com) tahun 1967 dengan nitrasi gliserin menggunakan campuran asam nitrat dan asam sulfat. Nitrogliserin adalah senyawa golongan nitrat yang berupa cairan tidak berwarna seperti minyak, berat jenis 1.6 gr/mL. Nama kimia lain adalah gliseril trinitrat. Nitrogliserin dalam kondisi dingin membentuk kristal dengan titik lebur 13.2°C , tidak larut dalam air tetapi larut dalam alkohol dan eter.

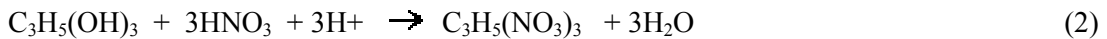
* Peneliti Pusat Teknologi Roket-LAPAN

Sangat beracun uapnya menyebabkan sakit kepala dan mudah meledak jika terkena getaran, tekanan atau gesekan (www.nobel.com).

Nitrogliserin merupakan senyawa yang tidak stabil terhadap tekanan, suhu lingkungan, dan gesekan. Ketidakstabilan nitrogliserin ditunjukkan dengan jika nitrogliserin meledak (*detonated*), sejumlah besar gas terbentuk dalam waktu sangat cepat (*microseconds*) dalam reaksi sangat eksotermis, menaikkan tekanan sampai 275.000 atm. Energi yang dihasilkan menyebabkan gelombang tekanan (*shockwave*) besar dalam waktu sesaat sehingga muncul ledakan. Persamaan dekomposisi nitrogliserin akan menghasilkan gas nitrogen, hidrogen oksida, karbon dioksida, dan oksigen seperti ditunjukkan pada persamaan (1) (Wibowo, 2009) .



Reaksi gliserin atau gliserol dengan asam nitrat dan katalisator asam sulfat secara stokiometri mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut (persamaan 2). Reaksi yang terjadi adalah reaksi kesetimbangan dalam larutan. Reaksi yang terjadi adalah substitusi gugus fungsional hidroksil pada senyawa gliserin dengan gugus fungsional nitrat pada asam nitrat. Reaksi terjadi dengan adanya bantuan katalisator asam sulfat yang melepaskan ion hidrogen dalam larutan untuk menarik gugus fungsional hidroksil yang dilepaskan oleh atom karbon pada senyawa gliserin membentuk senyawa air (H_2O). Asam sulfat juga berfungsi sebagai penyerap air yang terbentuk selama reaksi berlangsung sehingga reaksi berjalan ke kanan. Reaksi penggantian gugus fungsional lazim disebut sebagai reaksi substitusi (Avery, 1979).



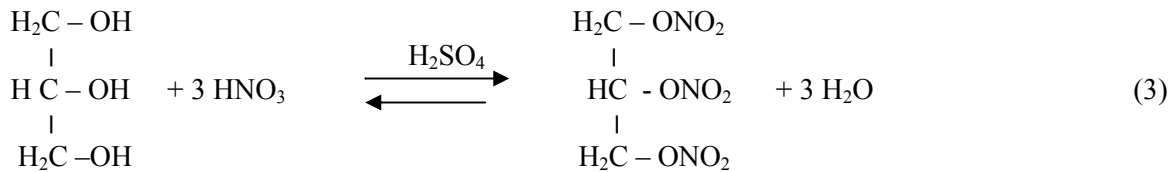
Nitro gliserin atau glyceryl atau dengan nama lainnya trinitrogliserin trinitrate atau dengan nama kimia 1,2,3-Tris-nitro-oxy-propane atau banyak lagi nama lainnya dengan rumus molekul : $\text{C}_3\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_9$, merupakan suatu senyawa kimia berbentuk cair yang tidak setabil, tak berwarna, beracun, dan berminyak. Mempunyai sifat antara lain adalah : Berat molekul = 227,0872 g/mol; densitas = 1,13 pada 15°C ; titik lebur = $13,2^\circ\text{C}$; titik didih (terdekomposisi) pada $50 - 60^\circ\text{C}$; sensitifitas terhadap benturan dan gesekan sangat tinggi; kecepatan ledakan = 7700 m/detik (8 kali kekuatan nitro selulosa) dengan RE (explosif) faktor = 1,5 ; Nitro gliserin ini akan membentuk kristal dalam dua bentuk, yaitu satu melebur pada suhu $2,8^\circ\text{C}$ dan lainnya pada suhu $13,5^\circ\text{C}$. Akan memadat pada suhu 12°C . Nitro gliserin terbakar pelan-pelan bila dipanaskan di udara, tetapi dapat meledak bila dipanaskan pada suhu 218°C atau bila dipanaskan dalam bejana tertutup. Nitro Gliserin terbentuk dari hasil reaksi Gliserin atau Gliserol yang dapat dihasilkan dari Trigliserida (terutama minyak nabati, C.P.O. dan minyak jarak dengan campuran Asam Nitrat serta Asam Sulfat dalam perbandingan tertentu dan kondisi tertentu(waktu, suhu dan pengadukan). Hal ini ditakutkan dapat terjadi dekomposisi yang cepat dengan melepaskan uap NO_2 dan/atau terjadi ledakan (Wibowo, 2008 dan Wibowo, 2009).

Nitrogliserin memiliki rumus $\text{C}_3\text{H}_5(\text{NO}_3)_3$, berasal dari gliserin yang dinitrasi dengan campuran asam sulfat dan asam nitrat pekat. Nitrogliserin berbentuk cairan, tidak berwarna atau cahaya-kuning, kepadatan relatif 1,60. Terdapat dalam dua bentuk kristal, bentuk yang pertama memiliki titik cair sebesar $2,8^\circ\text{C}$ (37°F), bentuk yang lain memiliki titik cair pada $13,5^\circ\text{C}$ ($56,3^\circ\text{F}$). Ini membeku pada 12°C (53.6°F). Nitrogliserin akan meledak ketika dipanaskan di atas 218°C (424°F) atau ketika dipanaskan dalam wadah tertutup. Hal ini sangat sensitif terhadap kejutan dan karena itu berbahaya untuk transportasi nitrogliserin murni. Meskipun ditemukan pada tahun 1846, nitrogliserin tidak digunakan sebagai bahan peledak sampai insinyur dan penemu Swedia Alfred Nobel menemukan bentuk dinamit dari nitrogliserin dalam nitroselulosa yang relatif stabil pada tahun 1866. Nitrogliserin adalah bahan peledak umum dan biasanya dicampur dengan bahan inert berpori seperti serbuk gergaji dalam rangka menstabilkan. Ketika meledak, nitrogliserin akan menghasilkan sekitar 10.000 kali volume gas. Ini adalah delapan kali lebih kuat sebagai mesiu dalam proporsi berat relatif, dan 13 kali lebih kuat dalam proporsi volume relative (Bahl,B.S., and Bahl, A., 2001).

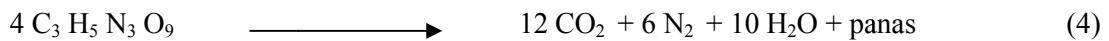
Nitrogliserin memiliki nama lebih dari kebanyakan, mereka termasuk nama yang tepat dari trinitrate gliserol serta 1,2,3-propanetriol trinitrate, trinitrate gliseril, gliserol nitrat triester asam, nitroglycerol, trinitroglycerol, glonoin, trinitrin, peledakan gelatin, minyak peledakan; SNG , Adesitrin,

Angibid, Angiolingual, Anginine, Angorin, aquo-Trinitrosan, Cardamist, Cordipatch, Coro-Nitro, Corditrine, Deponit, Diafusor, Discotrine, Gilucor, GTN, Klavikordal, Lenitral, Lentonitrina, Millisrol, Minitran, Myoglycerin, Nitradisc; Nitran , Nitriderm-TTS, Nitro-Bid, Nitrocine, Nitrocontin, Nitroderm TTS, Nitrodisc, Nitro-Dur, Nitrofortin, Nitrogard, Nitro-Gesanit, Nitroglin, Nitroglyn, Nitroglyn, Nitrolan, Nitrolande, Nitrolar, Nitrolent, Nitrolingual, Nitro Mack, Nitromex ; Nitronal, Nitrong, Nitro PRN, Nitrorectal, Nitroretard, Nitrosigma, Nitrostat, Nitrozell-retard, Nysconitrine, Percutol, Perlinganit, Reminitrol, Suscard, Sustac, Sustonit, Transderm-Nitro, Transiderm-Nitro, Tridil, Trinalgon, Trinitrosan, dan Vasoglyn.

Pembuatan Nitrogliserin dilakukan mengikuti reaksi yang ditunjukkan pada persamaan (3).

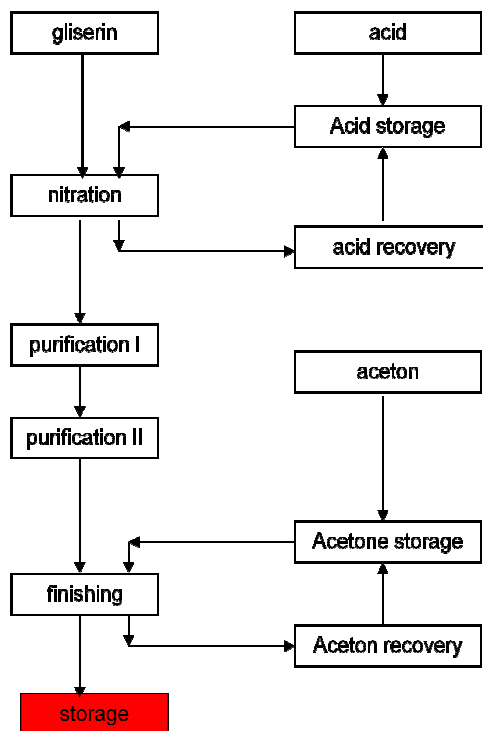


Pembuatan nitrogliserin ini memiliki resiko tinggi terjadi kecelakaan ledakan, oleh sebab itu diperlukan kehati-hatian yang sangat tinggi, karena sifatnya yang sangat sensitif, beracun dan mudah meledak dengan terjadinya penguraian dengan reaksi dekomposisi seperti ditunjukkan pada persamaan (4).



Urutan proses pembuatan nitrogliserin dapat dilakukan dengan urutan seperti terlihat pada gambar 1.1, yaitu pencampuran asam sulfat dan asam nitrat, kemudian bersama-sama gliserin dimasukkan ke dalam reaktor. Hasilnya kemudian dipisahkan dari asam yang ada dengan larutan sodium bikarbonat dilanjutkan dengan air (akuades). Hasil nitrogliserin dilarutkan dalam aseton sebagai penstabil untuk selanjutnya disimpan (Wibowo, 2008 dan Wibowo, 2009).

PEMBUATAN NITROGLISERIN



Gambar 1.1. Proses alir pembuatan nitrogliserin

2. METODOLOGI

Dalam rangka proses pembuatan nitrogliserin, peralatan utama adalah reaktor kecil kapasitas 1 liter, untuk membuat nitrogliserin dengan bahan gliserin dan asam sulfat total 200 mL, beroperasi pada suhu 15 °C, dikontrol dengan fluida pendingin sampai dengan -20°C untuk mengatur suhu reaktor tetap konstan, mampu beroperasi maksimal suhu 100 °C. Reaktor dilengkapi pengaman jika terjadi pemanasan tiba-tiba, pengatur pengadukan yang tidak berbau logam, serta dilengkapi peralatan pengambilan sampel uji. Disain reaktor didisain memenuhi persyaratan dan mudah diperoleh di daerah setempat. Selanjutnya disain reaktor dikembangkan untuk skala yang lebih besar (IUPAC, 1990 dan Sastrohamidjodjo, 1985).

Peralatan akan diujicobakan dengan kapasitas reaktor 1 liter. Kinerja yang diinginkan adalah hasil nitrogliserin yang diperoleh dan faktor keamanan proses.

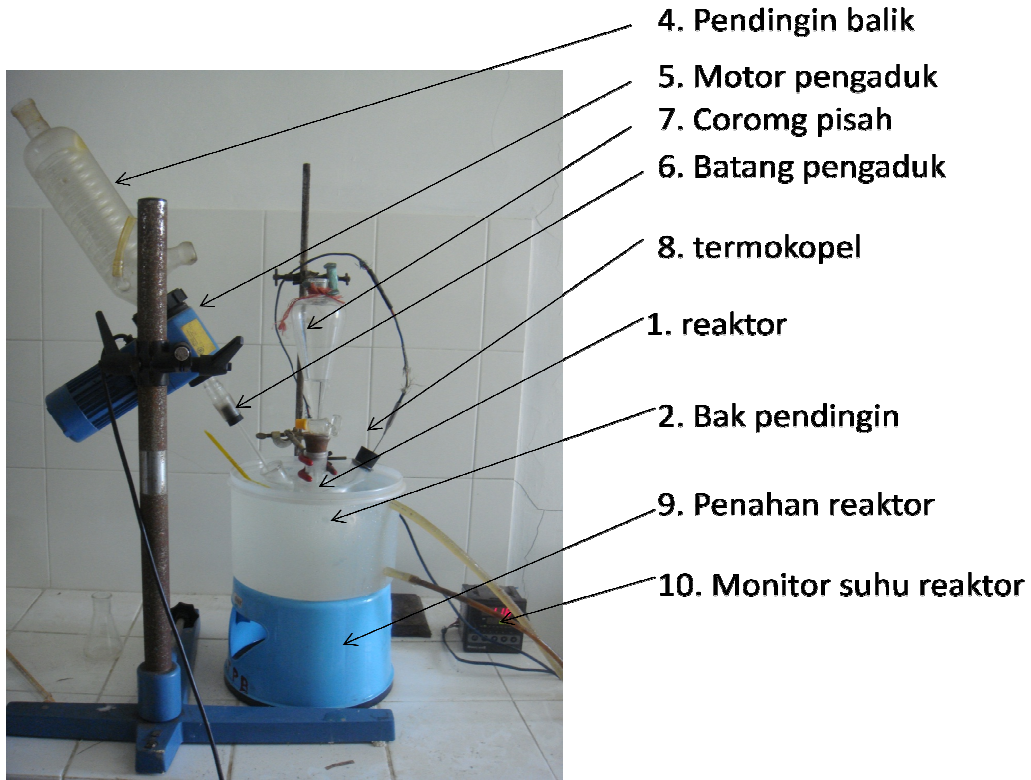
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pertama akan dibahas disain untuk reaktor pembuatan nitrogliserin skala laboratorium dengan menggunakan dasar reaktor dari gelas. Reaktor 1 berupa labu leher tiga kapasitas 1 liter dengan kekuatan menahan suhu operasional -100°C sampai dengan 300 °C. Untuk mengatur pendinginan, reaktor ditempatkan ke dalam wadah plastik (2) kapasitas 5 liter untuk pengaliran fluida pendingin dari sumber pendingin (3). Pendingin berupa refrigerator berisi campuran metanol dan air yang mampu mendinginkan fluida sampai -30°C dengan motor pendingin kapasitas power 125W. Pendinginan model tersebut akan memberikan ruang yang sangat cukup dengan kecepatan penurunan pendinginan 500mL per menit, sehingga dapat mengantisipasi perubahan suhu yang mendadak apabila reaksi eksplosif terjadi.

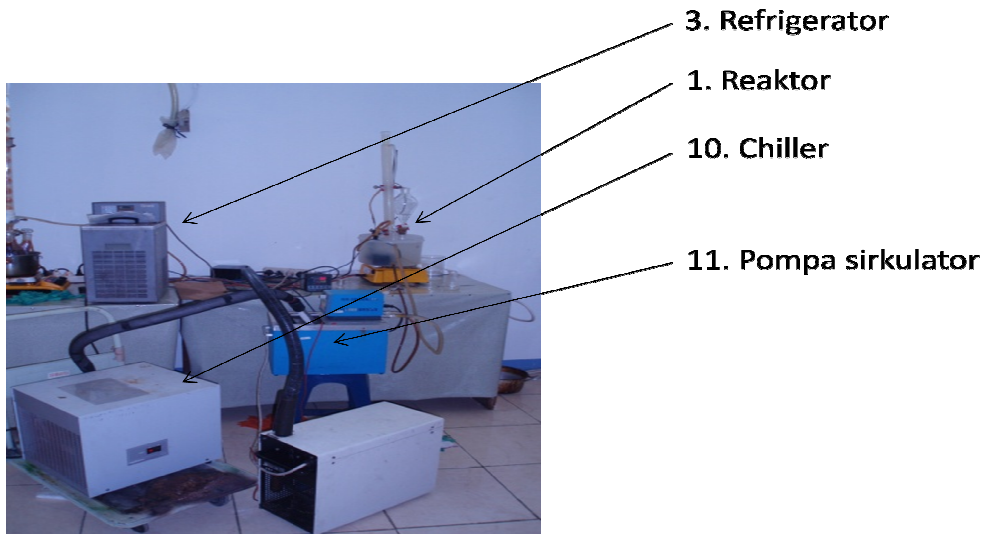
Untuk mengamankan kemungkinan terjadinya reaksi eksplosif, maka reaktor juga dilengkapi dengan pendingin balik (4) yang diset suhu ruangan pendingin balik adalah 0 °C melalui pengaliran fluida pendingin berasal dari refrigerator. Terjadinya perubahan fase uap air yang naik suhunya akan kembali menjadi embun dan terjadi perubahan kalor panas akan efektif dalam menyerap panas atau perubahan tekanan yang terjadi secara spontan.

Pengadukan dilakukan dengan pengaduk terkontrol (5) pada daerah operasi 0 – 200 rpm dengan motor 50 Watt. Pengaduk digunakan pengaduk gelas (6) untuk menghindari gesekan dengan nitrogliserin yang terjadi. Sistem pengadukan cukup sederhana namun aman dan dapat menjamin pengadukan yang ideal. Pengadukan dilakukan pada kecepatan 50 rpm untuk menghindari gesekan yang berisiko tinggi.

Untuk keperluan pemasukan bahan reaksi, maka digunakan corong pisah (7) yang dilengkapi dengan skala volume dan kran. Penggunaan corong pisah untuk memudahkan dalam pemasukan asam sulfat maupun asam nitrat ke dalam reaktor. Pemasukan pereaksi harus dilakukan setetes demi tetes dengan kecepatan 2 mL per menit agar tidak terjadi reaksi pembentukan gas SO₂ yang memberikan panas yang cukup tinggi. Reaktor juga dilengkapi dengan termokopel pembacaan digital (8), sehingga suhu reaktor dapat diketahui dari jarak jauh dan cukup aman, yaitu 10 m.



Gambar 3.1. Reaktor pembuatan nitroglicerin



Gambar 3.2. Sistem pendinginan reaktor

Reaktor diujicobakan dengan mereaksikan campuran asam nitrat dan asam sulfat dengan gliserin. Bahan penelitian adalah asam sulfat teknis 99%, asam nitrat teknis 70%, gliserol teknis 95%. Semua bahan langsung digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut. Reaksi nitrasi dilakukan dengan mereaksikan asam nitrat dan asam sulfat dengan gliserin pada suhu -10°C sampai 15°C , kecepatan pengadukan 100 rpm, perbandingan asam sulfat dan asam nitrat 2,28, perbandingan asam nitrat dengan gliserin 1,25. Untuk keamanan maka gas nitro yang mungkin keluar dijerap dengan labu berisi air yang ditambahkan sodium karbonat. Hasil reaksi dicuci berturut-turut dengan larutan sodium karbonat dan air.

Percobaan yang digunakan sebagai dasar analisis adalah percobaan dengan kondisi suhu 10°C , kecepatan pengadukan 100 rpm, perbandingan konsentrasi asam dengan gliserol adalah 2,28, perbandingan asam sulfat dengan asam nitrat adalah 1,25. Reaksi dilakukan pada suhu 10°C karena kemudahan dalam proses reaksi dengan menggunakan pendinginan air dingin dan memenuhi resiko

rendah karena titik lebur nitrogliserin adalah $13,5^{\circ}\text{C}$, kemudian campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat pada suhu di atas 15°C akan mengeluarkan gas NO_2 dan SO_2 yang akan menurunkan efektifitas reaksi. Reaksi di atas 20°C akan menimbulkan gas yang sangat banyak dan panas tinggi yang tiba-tiba sehingga dapat menyebabkan ledakan/dekomposisi nitrogliserin yang terbentuk sebagai hasil reaksi. Kecepatan pengadukan diatur pada rpm rendah karena reaksi berada dalam kondisi larutan encer sehingga dianggap pengadukan cukup sempurna. Selain itu pengadukan dilakukan dengan pengadukan magnet terlapis teflon untuk menghindari gesekan yang kuat yang membahayakan resiko gesekan terhadap nitrogliserin. Reaksi dilakukan dengan perbandingan asam sulfat dan asam nitrat 1,25 bertujuan untuk memberikan asam sulfat yang berlebihan karena asam sulfat selain sebagai katalisator juga berfungsi sebagai penjerap air yang terbentuk selama reaksi yang terjadi. Jumlah asam sulfat dianggap relatif tetap karena air yang terbentuk sedikit. Dengan demikian fungsi katalisator tidak berubah. Perbandingan asam nitrat dengan gliserin adalah 2,28 atau jumlah asam nitrat lebih banyak daripada gliserin. Secara perhitungan stoikiometri (persamaan 1) maka jumlah konsentrasi nitrat yang dibutuhkan untuk menggantikan gugus hidroksil dalam senyawa gliserin adalah 3 mol gugus nitrat untuk satu mol senyawa gliserin. Namun demikian, jumlah nitrat yang berlebihan ternyata tidak efektif karena larutan terlalu asam sehingga penanganan kondisi reaksi terlalu berbahaya.

Analisis konsentrasi gugus fungsional hidroksil diperlukan untuk membuktikan keberadaan gugus fungsional selain gugus nitrat dalam nitrogliserin. Analisis konsentrasi gugus hidroksil berupa bilangan OH (setara dengan jumlah gram KOH untuk setiap 1 gram sampel yang diuji). Hasil analisis menunjukkan bahwa bilangan OH yang diperoleh adalah 150 atau jumlah rata-rata gugus fungsional hidroksil adalah 1,1. Dengan demikian, maka bila digabungkan dengan hasil analisis kadar nitrat maka nitrogliserin berupa campuran mononitrogliserin, dinitrogliserin, dan trinitrogliserin dengan 2 gugus fungsional nitrat dan 1 gugus fungsional hidroksil. Berdasarkan analisis kadar nitrat dapat dikonversi dalam bentuk kadar N dalam senyawa nitrogliserin sebesar 9%. Nilai tersebut menunjukkan kadar N masih cukup rendah.

Hasil yang diperoleh memiliki konversi jumlah gliserin yang menjadi nitrogliserin adalah 52%. Penelitian lebih lanjut diperlukan untuk menganalisis struktur isomer dari masing-masing komponen yang bercampur dalam nitrogliserin sehingga dapat diketahui dengan pasti berapa kadar mono, di, dan trinitrogliserin beserta isomernya. Hal tersebut diperlukan karena komposisi komponen dan isomer yang membentuk nitrogliserin berpengaruh terhadap energi yang dibebaskan saat terbakar atau terdekomposisi, terutama untuk penggunaan nitrogliserin sebagai bahan peledak atau bahan propelan double base.



Gambar 3.3. Hasil Nitrogliserin dan pengujian nyala nitrogliserin

4. KESIMPULAN

Secara umum, reaktor yang didisain dapat bekerja dengan baik untuk pembuatan nitrogliserin skala laboratorium. Pengujian dengan menggunakan bahan asam sulfat, asam nitrat, dan gliserin dapat diperoleh nitrogliserin dengan konversi hasil 52%. Pengujian nitrogliserin menunjukkan nitrogliserin memiliki kadar N cukup tinggi.

Berdasarkan hasil analisis, maka dapat disimpulkan bahwa nitrogliserin terbentuk pada reaksi nitrasi gliserin dengan asam nitrat menggunakan katalisator asam sulfat pada kondisi asam. Analisis FTIR menunjukkan bahwa masih terdapat gugus fungsional hidroksil dalam nitrogliserin sehingga nitrogliserin yang dihasilkan adalah campuran di, mono, dan trinitrogliserin. Analisis kadar N menunjukkan kadar N dari nitrogliserin adalah 9%, rata-rata gugus fungsional OH adalah 1,1 dan gugus fungsional nitrat adalah 1,9.

DAFTAR ISI

- Avery, H, 1979, *Introduction to Reaction Kinetic*, Prentice Hall, New York.
Bahl, B.S., and Bahl, A., 2001, *Advanced Organic Chemistry*, S. Chand & Co., New Delhi.
IUPAC, 1990.
Sastrohamidjodjo, H., 1985, *Spektroskopi*, Liberty, Jogjakarta.
Wibowo, H.B., 2008, *Prospek Industri Propelan Homogen di Indonesia*, Proceeding Jasakiai ke XII, Jogjakarta.
Wibowo, H.B., 2008, *Pengembangan Bahan Baku Propelan di Indonesia*, Berita Dirgantara, No.1, Vol XI, LAPAN, Jakarta.
Wibowo, H.B., 2009, *Pembuatan Nitrogliserin dan Turunannya*, Seminar Ilmiah Teknologi Dirgantara SIPTEKGAN XIV, Jakarta.
Wibowo, H.B., 2009, *Analisis Kualitas Nitrogliserin dengan Titrasi Volumetri*, Seminar Ilmiah Teknologi Dirgantara SIPTEKGAN XIV, Jakarta.
www.nobel.com

DAFTAR RIWAYAT HIDUP PENULIS

DATA UMUM

Nama Lengkap : Dr. Heri Budi Wibowo, MT, MSi
Tempat & Tgl. Lahir : Boyolali, 21 Juni 1969
Jenis Kelamin : Laki-Laki
Instansi Pekerjaan : Pustekroket LAPAN
NIP. / NIM. : 1969-06-21-1993-03-1-002
Pangkat / Gol. Ruang : IV-b
Jabatan Dalam Pekerjaan : Peneliti Madya
Agama : Islam
Status Perkawinan : Kawin

DATA PENDIDIKAN

SLTA	: SMA 1 Boyolali	Tahun: 1987
STRATA 1 (S.1)	: FMIPA UGM	Tahun: 1992
STRATA 2 (S.2)	: FT UGM	Tahun: 1999
STRATA 3 (S.3)	: FT UGM	Tahun: 2004

ALAMAT

Alamat Rumah : Bukit Dago BDU-40, Rawakalong, Gunungsindur, Bogor 16340
HP. : 081317688191
Alamat Kantor / Instansi : Jl Raya LAPAN, Sukamulya, Rumpin Bogor 16350
Telp. : 021-75790031
Email: heribw@gmail.com