

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Distilasi merupakan operasi pemisahan yang umum digunakan dalam industri, seperti pada kilang minyak. Operasi distilasi adalah metode pemisahan campuran cair-cair yang mengandung dua atau lebih komponen berdasarkan perbedaan *volatility* tiap komponen. Larutan etanol-air merupakan campuran cair-cair yang saling melarutkan, di mana kedua komponen memiliki perbedaan titik didih yang cukup signifikan sehingga pemisahannya dapat dilakukan dengan operasi distilasi. Dalam skala laboratorium, operasi distilasi dapat dilakukan menggunakan kolom tray yang dioperasikan secara batch.

Untuk meningkatkan efisiensi pemisahan pada operasi distilasi, dapat diterapkan sistem refluks, yaitu dengan mengembalikan sebagian cairan hasil kondensasi uap dari puncak kolom kembali ke dalam kolom. Pengembalian ini bertujuan untuk meningkatkan kontak ulang antara fase cair dan fase uap sehingga pemisahan menjadi lebih efektif.

Dengan alat yang sama, peningkatan efisiensi dapat dilihat dari meningkatnya kemurnian etanol dalam distilat. Berdasarkan hal tersebut, maka percobaan distilasi *batch* dilakukan untuk menentukan pengaruh perbandingan refluks terhadap komposisi etanol dalam distilat.

1.2 Rumusan Masalah

Larutan etanol-air dapat dipisahkan secara distilasi *batch* dengan sistem refluks. Jika ditinjau terhadap alat yang sudah ada, perbandingan refluks akan berpengaruh terhadap peningkatan efisiensi pemisahan sehingga komposisi etanol dalam distilat akan meningkat.

1.3 Tujuan Percobaan

1. Mampu melaksanakan percobaan distilasi *batch* dengan sistem refluks.
2. Mampu mengkaji pengaruh energi pemanasan terhadap *boil up rate* yang diperoleh selama waktu operasi satu menit.
3. Mampu mengkaji pengaruh perbandingan refluks (R) terhadap komposisi etanol dalam distilat selama waktu operasi satu menit.

1.4 Manfaat Hasil Percobaan

Dengan menggunakan alat dan variabel kendali yang sama, dapat memisahkan produk dan komposisi etanol yang diinginkan dengan mengoperasikan alat pada perbandingan refluks tertentu serta dapat menjadi panduan bagi praktikan untuk melakukan operasi distilasi *batch* dengan sistem refluks.

BAB II

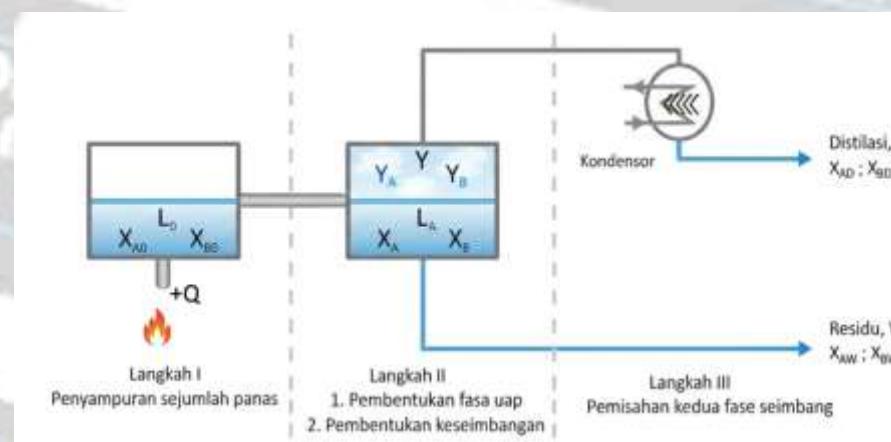
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pengertian Distilasi

Distilasi merupakan metode operasi pemisahan suatu campuran homogen (cair-cair saling melarutkan) berdasarkan perbedaan titik didih atau tekanan uap murni (masing-masing komponen yang terdapat dalam campuran) dengan menggunakan sejumlah panas sebagai tenaga pemisah atau *Energy Separating Agent* (ESA).

Distilasi termasuk operasi pemisahan yang didasarkan pada mekanisme difusi. Pada operasi distilasi, pemisahan terjadi akibat adanya perpindahan massa secara berlawanan arah antara fasa uap dan fasa cair yang saling berkontak. Perpindahan massa ini didorong oleh perbedaan potensial kimia antar kedua fasa, sehingga komponen yang lebih volatil cenderung berpindah ke fasa uap, sedangkan komponen yang kurang volatil tetap berada di fasa cair.

Perpindahan massa tersebut berlangsung hingga pada kondisi suhu dan tekanan tertentu, sistem mencapai keadaan kesetimbangan fasa. Secara sederhana, mekanisme operasi distilasi dapat digambarkan sesuai dengan skema berikut.



Gambar 2.1 Langkah operasi pemisahan secara distilasi

Dalam bentuk lain, pengertian distilasi dinyatakan sebagai berikut:

$$[X_A]_D > [X_A]_W \text{ dan } [X_B]_D < [X_B]_W$$

Keterangan:

X_A, X_B = Komposisi Komponen A, B

A, B = Komponen yang mempunyai tekanan uap tinggi, rendah

D = Hasil puncak (distilat)

W = Hasil bawah (residu)

Diagram sederhana Gambar 2.1 menunjukkan bahwa operasi distilasi terdiri dari tiga langkah dasar, yaitu :

1. Penambahan sejumlah panas (ESA) kepada larutan yang akan dipisahkan.
2. Pembentukan fasa uap yang bisa jadi diikuti dengan terjadinya keseimbangan.
3. Langkah pemisahan.

Pada operasi pemisahan secara distilasi, fasa uap akan segera terbentuk setelah campuran dipanaskan. Panas diperoleh dari *reboiler* untuk menghasilkan *vapour* atau uap. Uap dan sisa cairannya dibiarkan saling kontak sedemikian hingga pada suatu saat semua komponen membentuk kesetimbangan fasa. Setelah keseimbangan tercapai, fasa uap akan meninggalkan bagian atas kolom dan akan dikondensasikan menjadi liquid yang ditampung dalam vesel. Fasa cair atau *bottom liquid* keluar dari bagian bawah kolom dan dipanaskan ke *reboiler*. Kemudian sebagian *liquid* yang terbentuk akan dikembalikan ke kolom dan sebagian lainnya dikeluarkan sebagai residu (Geankoplis, 1993).

Dalam keadaan seimbang, komposisi distilat tidak sama dengan komposisi residunya, dimana:

1. Komponen dengan tekanan uap murni tinggi lebih banyak terdapat dalam distilat.
2. Komponen dengan tekanan uap murni rendah sebagian besar terdapat dalam residu.

Tekanan uap murni didefinisikan sebagai tekanan yang diberikan oleh uap dalam kesetimbangan termodinamika dengan fase kondensasinya (cair atau padat) pada suhu tertentu dalam sistem tertutup. Tekanan ini menunjukkan laju penguapan cairan dan kecenderungan partikel untuk keluar ke fase uap. Tekanan uap merupakan ukuran kemampuan suatu senyawa untuk berikatan dengan dirinya sendiri. Molekul senyawa yang berikatan baik satu sama lain akan memiliki tekanan uap yang rendah (kecenderungan lebih kecil untuk lolos ke fase uap), sementara senyawa yang berikatan buruk akan memiliki tekanan uap yang tinggi.

2.2 Macam-Macam Operasi Distilasi

1. Distilasi Batch (*Batch Distillation*)

Pada beberapa industri kimia, terutama bila umpan (*feed*) jumlahnya kecil, maka distilasi dilakukan secara *batch*. Begitu pula bila diinginkan distilat dengan komposisi yang cukup bervariasi. Distilasi *batch* biasanya dilakukan pada sebuah kolom distilasi dengan jumlah *plate* tertentu dan umpan (*feed*) dimasukkan hanya sekali pada setiap *batch* operasi. Distilat

akan dikeluarkan secara kontinyu, tetapi produk bawah (*residu*) baru dikeluarkan setelah operasi per *batch* selesai.

Pada distilasi *batch*, komposisi distilat sangat tergantung pada komposisi residu, jumlah tahap pada kolom, dan rasio refluks operasi. Sesaat setelah kolom beroperasi, maka akan dihasilkan distilat berkadar komponen yang lebih mudah menguap sangat tinggi. Di lain pihak, residu akan menurun kadarnya akibat tidak ada umpan yang mengalir masuk. Akibatnya, kadar distilat selanjutnya juga akan menurun. Berdasarkan hal tersebut, maka distilasi *batch* dapat beroperasi pada dua kemungkinan :

- a) Dengan kadar distilat konstan, rasio refluks berubah
- b) Dengan rasio refluks konstan, kadar distilat berubah

2. Distilasi Kontinu (*Continuous Distillation*)

Distilasi kontinu menggunakan refluks biasanya dilakukan pada kolom distilasi yang mempunyai *tray* yang disesuaikan dengan kebutuhan. Metode perhitungan dalam operasi distilasi dikembangkan oleh McCabe dan Thiele didasarkan atas neraca massa di seksi *enriching*, neraca massa di seksi *stripping*, dan data kesetimbangan.

Asumsi perhitungan McCabe Thiele adalah *constant molar overflow* (*equimolar overflow*), yaitu jumlah mol antara umpan yang masuk sampai *tray* paling atas dan *tray* bawah sama.

Persamaan neraca massa total:

$$V_{n+1} + L_{n+1} = V_n + L_n \quad (2.1)$$

Persamaan neraca massa komponen :

$$V_{n+1} Y_{n+1} + L_{n-1} X_{n-1} = V_n Y_n + L_n X_n \quad (2.2)$$

keterangan :

V_{n+1} = Laju alir dari tray $n+1$

Y_{n+1} = Fraksi mol uap dalam V_{n+1}

L_{n-1} = Laju alir cairan dari tray $n-1$

X_{n-1} = Fraksi mol cairan dalam L_{n-1}

V_n = Laju alir uap dari tray n

Y_n = Fraksi mol uap dalam V_n

L_n = Laju alir cairan dari tray n

X_n = Fraksi mol cairan dalam L_n

2.3 Karakteristik Distilasi *Batch*

Dalam operasi distilasi *batch*, sejumlah massa larutan dimasukkan ke dalam labu didih kemudian dipanaskan. Pada distilasi *batch*, *feed* hanya

dimasukkan sekali pada setiap *batch* operasi. Selama operasi berjalan, larutan akan menguap dan uap yang akan terbentuk secara kontinyu meninggalkan labu didih untuk kemudian diembunkan. Setelah itu akan dihasilkan distilat berkadar komponen yang sangat mudah menguap. Sementara residu yang diperoleh kadarnya akan menurun karena tidak ada umpan yang mengalir masuk. Salah satu ciri dari pemisahan dengan distilasi *batch* adalah laju alir maupun komposisi dari umpan dan produk berubah menurut waktu selama operasi pemisahan berlangsung.

Distilasi *batch* dapat dipandang sebagai kolom yang tersusun dari *enriching section* yang terdiri dari umpan berupa uap yang secara kontinyu masuk melalui dasar kolom. Distilasi *batch* juga memiliki kapasitas yang rendah. Pada industri kimia distilasi *batch* akan dipilih jika umpannya dalam jumlah kecil dan distilat yang diinginkan dengan komposisi bervariasi.

2.4 Distilasi *Batch* dengan Sistem Refluks

Untuk meningkatkan efisiensi pemisahan, distilasi dapat dioperasikan dengan sistem refluks. Sistem refluks dimaksudkan untuk mengontakkan kembali sebagian cairan hasil kondensasi uap yang keluar dari puncak kolom dengan fasa uapnya di sepanjang kolom.

Dengan demikian:

1. Secara total, waktu kontak antarfasa semakin lama.
2. Perpindahan massa dan perpindahan panas kembali terjadi.
3. Distribusi suhu, tekanan dan konsentrasi di setiap fasa semakin *uniform*.
4. Terwujudnya keseimbangan semakin didekati.

Fungsi perbandingan refluks :

1. Terhadap kolom yang akan dibangun

Bahwa untuk mencapai kemurnian yang sama, semakin besar perbandingan refluks yang digunakan, maka semakin sedikit jumlah *plate* ideal yang dibutuhkan.

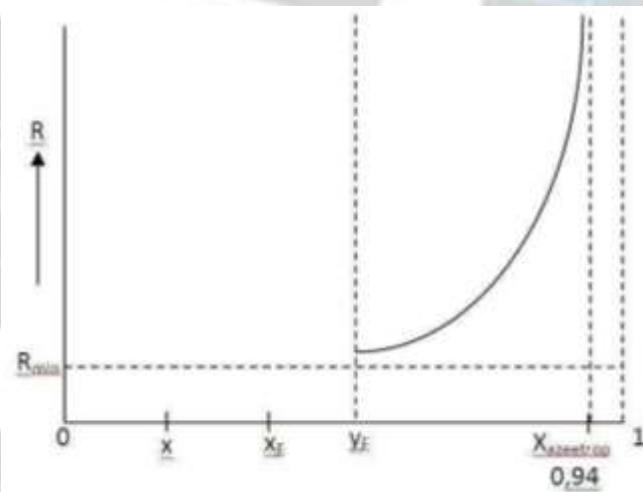
2. Terhadap kolom yang sudah ada

Bahwa pada jumlah *plate* yang sama, semakin besar perbandingan refluks yang digunakan, maka kemurnian produk yang dihasilkan semakin tinggi.

2.5 Pengaruh Perbandingan Refluks terhadap Komposisi Distilat

Perbandingan refluks merupakan salah satu variabel operasi yang menentukan keberhasilan operasi pemisahan secara distilasi. Dalam praktik, perbandingan refluks yang digunakan adalah di atas perbandingan refluks

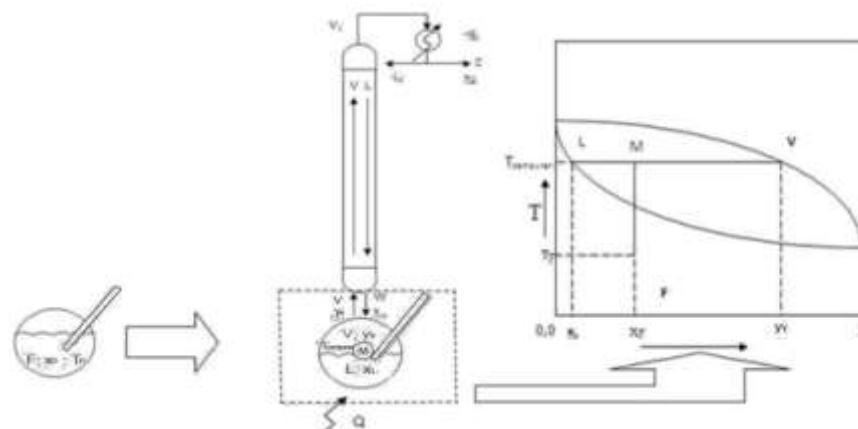
minimum (R_{\min}) dan di bawah perbandingan refluks total. Dengan demikian, korelasi antara perbandingan refluks dengan komposisi komponen ringan yang terdapat dalam distilat pada campuran etanol-air dapat diperlihatkan seperti Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Pengaruh perbandingan refluks terhadap komposisi distilat pada campuran etanol-air

Terhadap kolom yang sudah ada, komposisi komponen ringan yang terdapat dalam distilat meningkat seiring dengan semakin besarnya perbandingan refluks. Pada operasi pemisahan secara distilasi, peningkatan komposisi komponen ringan dalam distilasi tidak pernah mencapai satu. Khusus untuk campuran etanol-air, komponen etanol dalam distilat tidak akan mencapai komposisi azeotropnya, sedangkan komposisi komponen ringan di atas komposisi umpan.

Dalam distilasi *batch*, umpan berupa uap yang secara kontinyu masuk melalui dasar kolom. Komposisi umpan masuk kolom dapat diperkirakan dengan bantuan Gambar 2.3. berikut:



Gambar 2.3 Diagram T-x,y sebagai alat bantu penentuan komposisi umpan masuk kolom

2.6 Kesetimbangan Uap-cair

Kesetimbangan fasa uap-cair adalah kondisi ketika tidak terjadi perubahan fasa yang terlihat secara makroskopik. Hubungan komposisi kesetimbangan dalam fasa uap dengan komposisi fasa cairnya dapat dinyatakan dengan istilah volatilitas (*relative volatility*). Kondisi ini secara termodinamika terjadi saat suhu, tekanan, dan fraksi masing-masing fasa telah konstan. Komponen-komponen tersebut terdistribusi diantara fasa tergantung dari *relative volatility* masing-masing. Rasio perbandingan kesetimbangan uap-cair untuk komponen A dinyatakan sebagai:

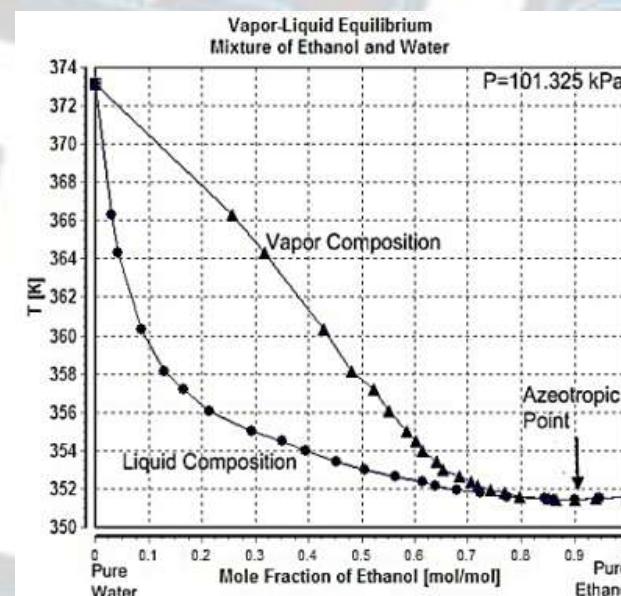
$$K_A = \frac{y_A}{x_A} \quad (2.3)$$

Untuk campuran dua komponen A dan B nilai *relative volatility* dinyatakan sebagai α , yang didefinisikan sebagai:

$$\alpha = \frac{K_A}{K_B} = \frac{y_A / y_B}{x_A / x_B} = \frac{y_i(1 - x_i)}{x_i(1 - y_i)} \quad (2.4)$$

Relative volatility merupakan hasil pengukuran langsung dari operasi distilasi. Apabila $\alpha = 1$ maka pemisahan komponen tidak mungkin terjadi karena komponen fasa uap dan cairnya sama. Operasi distilasi dapat akan semakin mudah dilakukan apabila nilai α meningkat atau semakin besar.

Pada pemisahan etanol-air secara teoritis tidak dapat diperoleh suatu zat yang kemurnian 100% tetapi dengan refluks dapat diperoleh zat dengan kemurnian yang lebih tinggi. Hal tersebut dikarena adanya titik *azeotrop* dimana suatu keadaan campuran memiliki komposisi yang identik pada fasa cair dan uap pada titik kesetimbangan sehingga campuran tidak dapat dipisahkan jika digunakan distilasi biasa.



Gambar 2.4 Diagram kesetimbangan uap-cair etanol-air (termasuk *azeotrope*)

Produk hasil pemisahan campuran etanol air secara distilasi tidak pernah mencapai komposisi azeotropnya (0,95-0,96). Meskipun demikian, komposisi distilat tidak akan lebih kecil dari komposisi umpan masuk kolom (y_f). Sukar mudahnya pemisahan secara distilasi bergantung pada besarnya perbedaan sifat zat-zat yang mirip satu sama lain, pemisahaan secara distilasi sukar dilakukan.

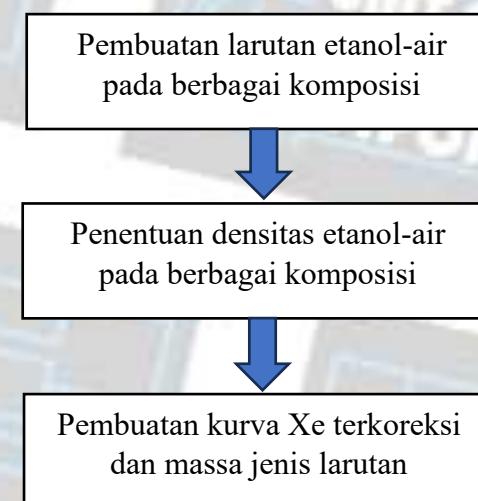
BAB III

METODE PERCOBAAN

3.1 Rancangan Percobaan

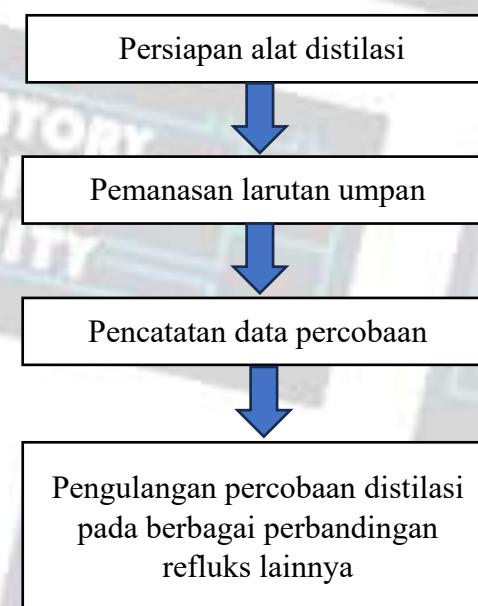
Untuk menjawab tujuan percobaan yaitu untuk mengkaji pengaruh perbandingan refluks (R) terhadap komposisi etanol dalam distilat selama operasi empat menit. Praktikum ini dilakukan dalam dua tahap yaitu :

a) Tahap Persiapan



Gambar 3.1 Rancangan tahap persiapan

b) Tahap Persiapan



Gambar 3.2 Rancangan tahap operasi

3.1.1 Tahap Persiapan

Tahap persiapan dimaksudkan untuk membuat kurva standar hubungan densitas (ρ) dengan konsentrasi larutan Xe dengan langkah sebagai berikut :

1. Membuat larutan etanol-air pada berbagai komposisi.

- Menentukan densitas etanol-air berbagai komposisi.
 - Memplotkan Xe terkoreksi dan ρ larutan ke sumbu x dan y untuk kurva standar. (Lampiran)

3.1.2 Tahap Operasi

Untuk mengkaji pengaruh perbandingan refluks terhadap komposisi etanol dalam distilat dilakukan dengan kondisi tetap.

- a. Komposisi umpan masuk kolom : 0,7
 - b. Waktu operasi : 1 menit
 - c. Volume umpan : 10 L

Sedangkan perbandingan refluks divariasi. Di setiap akhir percobaan dilakukan uji komposisi etanol (% berat). Dalam bentuk lain rancangan percobaan pada tahap operasi dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Data volume distilat, densitas distilat serta komposisi distilat

berbagai perbandingan refluks

| <i>Heating</i> | <i>C</i> | <i>D</i> | <i>L</i> | <i>V</i> | <i>W</i> | <i>Dens</i> | <i>Xe</i> |
|----------------|-----------------|------------------|----------------|----------------|----------------|-------------|-----------|
| <i>Energy</i> | <i>(Product</i> | <i>(Product</i> | <i>(Reflux</i> | <i>Product</i> | <i>Product</i> | <i>itas</i> | |
| <i>(Watt)</i> | <i>to</i> | <i>Received)</i> | <i>Ratio)</i> | | | | |
| | | | | | | | |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |

3.2 Bahan dan Alat yang Digunakan

a Bahan

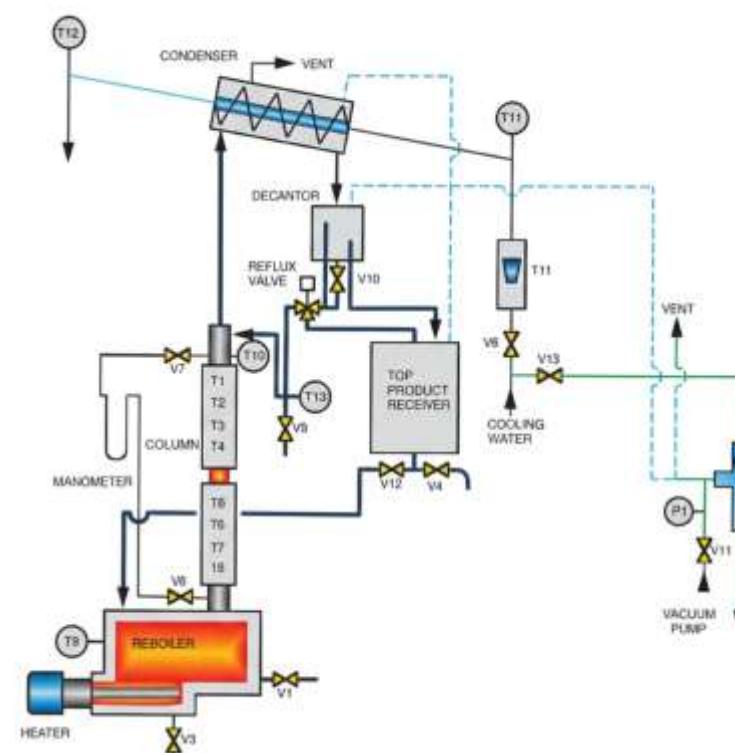
- Etanol absolut 0,980 (*Merck, Germany*)
 - Etanol teknis
 - *Aquadest*

b Alat

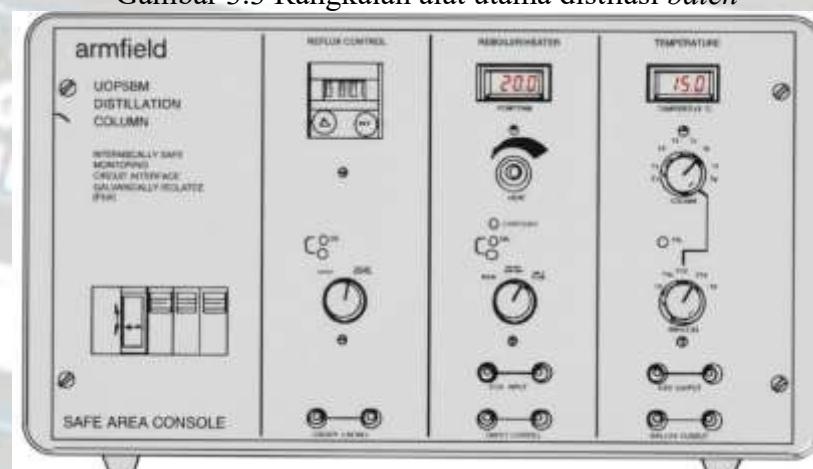
- Satu unit alat distilasi *batch* dengan sistem refluks
 - *Picnometer* dan neraca analisis

- Stopwatch
- Gelas ukur 10 mL
- Gelas beaker 50 mL

3.3 Gambar Alat Utama



Gambar 3.3 Rangkaian alat utama distilasi *batch*



Gambar 3.4 Control panel alat distilasi *batch*

3.4 Prosedur Percobaan Pada Tahap Operasi

1. Mempersiapkan alat hingga siap dioperasikan.
 - Memeriksa beberapa alat antara lain sambungan alat, pemanas, air pendingin, termometer, dan kran.
 - Tutup semua *valve* kecuali *valve* 10.
2. Masukkan umpan yang telah dibuat ke dalam *boiler*.

3. Alirkan air pendingin pada kondensor dan atur *flowrate* pada 4000 cc/min.
4. Hubungkan *console* dengan kontak listrik dan set tombol pengatur panas pada posisi 1,5 Watt hingga terjadi *bubbling*, lalu turunkan hingga variabel yang ditentukan.
5. Tunggu sampai keadaan *steady*. yaitu sampai suhu uap dan suhu cairan relatif konstan.
6. Tunggu sampai uap terkondensasi dan cairan kembali ke kolom.
7. Atur *control panel* sehingga nilai refluks = 0 untuk menghitung jumlah produk yang diperoleh pada variabel energi pemanasan tertentu, catat data yang diperoleh.
8. Atur pada *control panel* pengatur refluks sesuai variabel.
9. Lakukan operasi distilasi selama 1 menit.
10. Matikan sistem refluks pada *control panel*.
11. Buka kran pengeluaran distilat, tampung distilat yang keluar, dan tutup kran penampung distilat.
12. Ukur volume dan berat distilat yang diperoleh untuk menentukan nilai densitas.
13. Ulangi langkah 8-12 untuk perbandingan refluks lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Geankolis, C. J. (1993). *Transport Process and Unit Operation*, 3th edition, Prentice Hall Inc., Englewood Cliffs, New Jersey.
- Mc. Cabe, W. L., J.C Smith and P. Harriot. (1985). *Unit Operation of Chemical Engineering*, 5th edition, McGraw-Hill book Co. Inc., New York.
- Mujtaba, I. M. (2004). *Batch distillation: Design and operation* (Vol. 3). World Scientific Publishing Company.