
SIMULASI PENGARUH *REFLUX RATIO* PADA PROSES PEMURNIAN ETIL ASETAT DENGAN DISTILASI EKSTRAKTIF MENGGUNAKAN CHEMCAD

SIMULATION EFFECT OF REFLUX RATIO ON ETHYL ACETATE PURIFICATION PROCESS WITH EXTRACTIVE DISTILLATION USING CHEMCAD

Aldila Afini Rahima¹, Ernia Novika Dewi^{1*}

¹Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Malang

Jl. Soekarno Hatta No.9, Malang, Indonesia¹⁾

*email: ernianovika@polinema.ac.id

(Received: 20 May 2020; Accepted: 30 June 2020; Available Online: 19 July 2020)

Abstrak

Kebutuhan etil asetat di Indonesia semakin meningkat dari tahun ke tahun. Etil asetat di industri banyak dimanfaatkan sebagai pelarut dan bahan aditif untuk meningkatkan bilangan oktan pada bensin. Pemisahan campuran terner etil asetat/etanol/air tidak dapat dilakukan dengan distilasi konvensional karena adanya titik azeotrop. Salah satu cara yang bisa dilakukan adalah menggunakan distilasi ekstraktif. Distilasi ekstraktif merupakan proses pemisahan campuran yang terkendala titik azeotrop dengan menambahkan zat ketiga yang bersifat *non-volatile* dan biasanya disebut sebagai *solvent* atau *entrainer*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh *reflux ratio* terhadap proses pemurnian etil asetat untuk mendapatkan etil asetat dengan kemurnian tertinggi. Simulasi dilakukan pada kolom distilasi ekstraktif dengan *software* CHEMCAD dan menggunakan model termodinamika NRTL. Hasil simulasi terbaik diperoleh pada *reflux ratio* 2,0 dengan kemurnian etil asetat 98% mol pada suhu 77°C dengan laju alir mol etil asetat sebesar 85,09 kmol/jam.

Kata Kunci : CHEMCAD, distilasi ekstraktif, etil asetat, *reflux ratio*

Abstract

Ethyl acetate requirements in Indonesia is increasing from year to year. Ethyl acetate in industry is widely used as a solvent and an additive to increase the octane number in gasoline. The separation of the ternary mixture of ethyl acetate/ethanol/water cannot be carried out by conventional distillation due to the presence of azeotropic points. One way that can be done is to use extractive distillation. Extractive distillation is the process of separating the mixture which is constrained by azeotropic point by adding a third substance which is non-volatile and is usually referred to as a solvent or entrainer. The purpose of this study was to determine the effect of reflux ratio on the process of purifying ethyl acetate to get the highest purity ethyl acetate. Simulations were performed on extractive distillation columns with CHEMCAD software and using NRTL thermodynamic models. The best simulation results were obtained at a reflux ratio of 2,0 with purity of ethyl acetate 98% mole at 77°C with a mole flow rate of ethyl acetate of 85,09 kmol/hour.

Keywords : CHEMCAD, ethyl acetate, extractive distillation, *reflux ratio*

1. PENDAHULUAN

Indonesia membutuhkan etil asetat dengan jumlah yang cukup banyak. Hal ini terbukti dari banyaknya impor etil asetat di Indonesia. Rata-rata impor etil asetat dalam kurun waktu 2009-2018 adalah 46.449.721 ton/tahun (Badan Pusat Statistik, 2010). Etil asetat merupakan larutan bening, tidak berwarna, mudah menguap, toksisitas rendah dan tidak higroskopis (Lidiawati dkk, 2018). Etil asetat di industri banyak dimanfaatkan sebagai pelarut, bahan aditif untuk meningkatkan bilangan oktan pada bensin, dan bahan mentah untuk kosmetik. Etil asetat merupakan senyawa yang dihasilkan dari pertukaran gugus hidroksil pada asam karboksilat dengan gugus hidrokarbon yang terdapat pada etanol (Nuryoto, 2008). Metode yang paling umum untuk pembuatan etil asetat adalah melalui esterifikasi etanol dan asam asetat yang dipanaskan dengan katalis asam kuat. Reaksi yang terjadi adalah:



Senyawa ini umumnya tersedia dalam bentuk campuran terner etil asetat/etanol/air. Etil asetat tidak dapat dipisahkan secara sempurna dengan distilasi konvensional dari campuran terner tersebut. Hal ini disebabkan adanya azeotrop terner dari campuran etil asetat/etanol/air. Pada kasus pemisahan azeotrop, campuran etil asetat/etanol/air dapat dipisahkan dengan beberapa metode yaitu *pressure swing distillation*, distilasi bertingkat dengan perbedaan tekanan, dan distilasi ekstraktif. Distilasi ekstraktif merupakan metode pemisahan beberapa komponen yang memiliki perbedaan titik didih yang rendah (Toth, 2019). Pemisahan dilakukan dengan penambahan zat ketiga atau disebut "*solvent/entrainer*" yang biasanya memiliki titik didih yang lebih tinggi dari campuran azeotrop yang akan dipisahkan. *Solvent* yang sering digunakan antara lain DMSO (Dimetil Sulfoksida) dan etilen glikol.

Penelitian tentang distilasi baik dengan percobaan di laboratorium maupun secara simulasi telah banyak dilakukan. Ahmed & Nawaf (2018) melakukan simulasi tentang konfigurasi sistem kontrol dalam kolom distilasi pada pemisahan campuran biner

benzene-toluene. Dalam penelitian tersebut disimpulkan bahwa *reflux ratio* adalah elemen dasar untuk mengontrol kolom distilasi yang mewakili jumlah aliran *feed* dan konsentrasi *feed*. Dasan dkk (2014) mempelajari pengaruh *reflux ratio* dan kondisi *feed* untuk pemurnian bioetanol dalam kolom distilasi kontinyu, dimana dapat disimpulkan bahwa ketika *reflux ratio* bertambah maka fraksi mol etanol pada distilat akan bertambah besar.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kemurnian etil asetat yang tertinggi dengan melakukan *trial reflux ratio* pada kolom distilasi ekstraktif menggunakan *software* CHEMCAD.

2. METODOLOGI PENELITIAN

Penentuan kondisi operasi optimum pada pemisahan produk etil asetat dari campuran azeotrop terner etil asetat/etanol/air diawali dengan melakukan simulasi proses produksi etil asetat *overall* untuk mendapatkan kondisi operasi dan komposisi aliran masuk kolom distilasi dengan menggunakan *software* CHEMCAD. Kondisi operasi optimum pada proses pemurnian etil asetat didapatkan dengan cara *trial reflux ratio* pada kolom distilasi ekstraktif. *Trial reflux ratio* dilakukan dari *reflux ratio* 1,0 sampai didapatkan kemurnian produk minimal 98% mol dengan selisih 0,1 untuk setiap variabelnya.

2.1 Dasar Proses

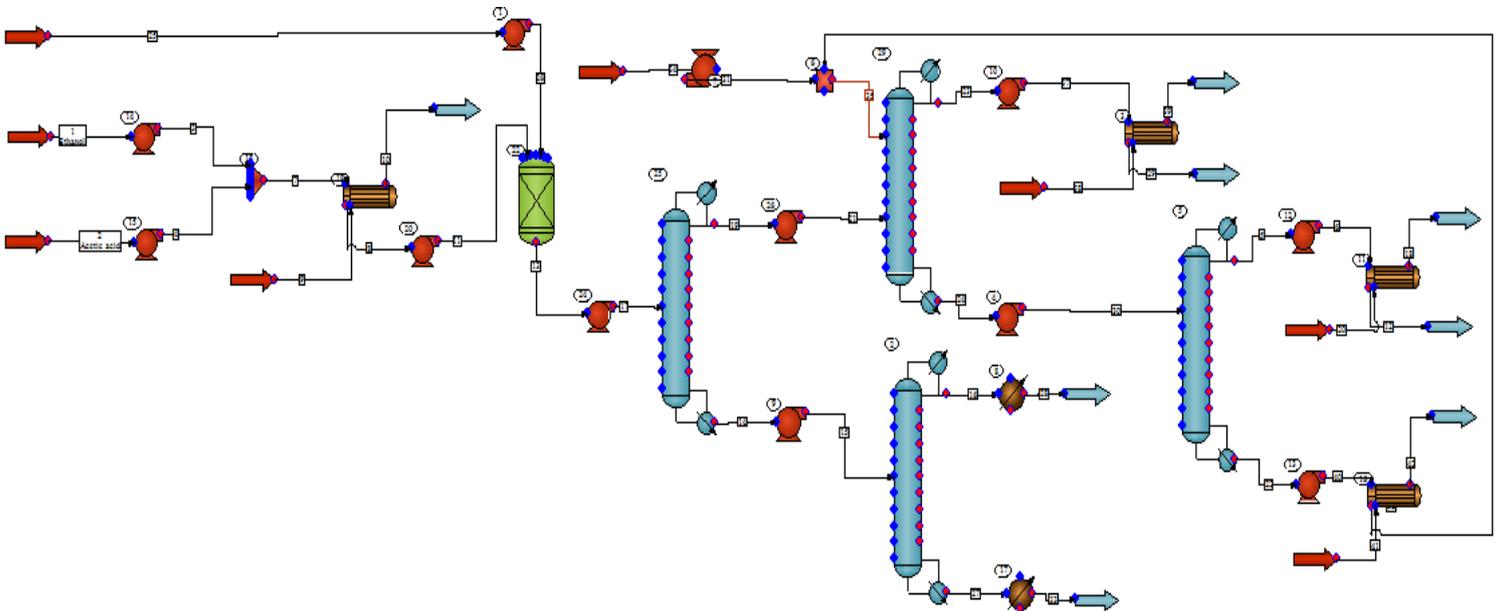
Kapasitas produksi etil asetat ditetapkan sebesar 60.000 ton/tahun berdasarkan dari hasil perhitungan kebutuhan produk etil asetat yang diperoleh dari data impor dan ekspor etil asetat dalam kurun waktu 2009-2018 (Badan Pusat Statistik, 2010). Produk yang akan dihasilkan minimal memiliki kemurnian 98% mol.

2.2 Model Termodinamika

Pada penelitian ini, untuk memodelkan kesetimbangan uap-cair dari sistem yang terlibat digunakan koefisien aktifitas model termodinamika *Non Random Two Liquid* (NRTL) (Wibowo dkk, 2018).

2.3 Desain Proses Overall

Rangkaian simulasi proses pada produksi etil asetat dilakukan dengan menggunakan *software* CHEMCAD. Langkah awal dalam simulasi adalah membuat lembar kerja baru pada *software* CHEMCAD, dilanjutkan dengan pemilihan komponen dan properti termodinamika. Komponen dipilih melalui berupa etanol, asam asetat, asam sulfat, dimetil sulfoksida, dan air. Setelah semua komponen diinputkan, dipilih NRTL sebagai properti termodinamika. Langkah selanjutnya adalah membuat aliran proses pada lembar kerja CHEMCAD yang dapat dilihat pada Gambar 1 berikut ini.



Gambar 1. Diagram Alir Proses Produksi Etil Asetat

Reaktan berupa etanol 95% mol dan asam 98% mol asetat dipompa menggunakan masing-masing pompa menuju ke *mixing tank*. keluaran *mixing tank* dipompa menuju *pre-heater* untuk dinaikkan suhunya sesuai suhu reaksi sebesar 75°C. Selanjutnya komponen diumpankan menuju reaktor menggunakan pompa. Reaktor yang digunakan adalah *stoichiometric reactor*. Reaksi esterifikasi dibantu oleh katalis asam sulfat dengan suhu operasi 75°C dan tekanan operasi 1 atm. Produk etil asetat keluar reaktor masih memiliki kemurnian 36,4% mol karena masih bercampur dengan produk samping yang berupa air serta sisa reaktan berupa etanol, asam asetat, dan katalis asam sulfat.

Kemudian komponen keluaran reaktor akan dipompakan menuju kolom distilasi I untuk memurnikan kandungan etil asetat. Pada kolom distilasi I didapatkan produk atas yaitu campuran etil asetat, etanol dan air, sedangkan didapatkan produk bawah yaitu campuran asam asetat dan sedikit katalis asam sulfat. Campuran etil asetat, etanol dan air dipisahkan kembali untuk memperoleh kemurnian etil asetat sebesar 98% mol. Sedangkan, untuk produk bawah akan dialirkan menuju kolom distilasi II untuk memisahkan campuran asam asetat dan sedikit katalis asam sulfat. Produk atas kolom distilasi I akan diumpankan kedalam kolom distilasi ekstraktif untuk memecah titik

azeotrop dari campuran terner etil asetat/etanol/air. Titik azeotrop adalah komposisi campuran spesifik dengan titik didih di mana cairan dan komposisi uapnya sama di bawah tekanan tetap (Gerbaud dkk, 2018). Suhu didih dapat lebih rendah atau lebih besar dari suhu didih senyawa campuran asli. Pemecahan titik azeotrop pada kolom distilasi ekstraktif dilakukan dengan penambahan "*solvent/entrainer*" yang berupa dimetil sulfoksida (DMSO). Produk atas kolom distilasi ekstraktif diharapkan memiliki kemurnian 98% mol, sedangkan produk bawah kolom distilasi ekstraktif akan diumpukan ke dalam kolom distilasi III untuk memisahkan campuran air dan dimetil sulfoksida (DMSO). Produk atas kolom distilasi III didapatkan air, sedangkan produk bawah kolom distilasi III adalah dimetil sulfoksida yang akan *direct cycle* menuju kolom distilasi ekstraktif.

2.4 Penentuan Kondisi Optimum Kolom Distilasi Ekstraktif

Proses pemurnian etil asetat terjadi pada kolom distilasi ekstraktif yaitu *equipment* 29. Aliran 21 merupakan aliran masuk kolom distilasi ekstraktif yang memiliki kondisi operasi seperti pada Tabel 1 dan komposisi seperti pada Tabel 2.

Tabel 1. Kondisi operasi dan komposisi aliran masuk kolom distilasi ekstraktif

Aliran 21		
Suhu	72	°C
Tekanan	1	atm
Laju alir massa	9638,53	kg/jam
Laju alir mol	188,81	kmol/jam

Tabel 2. Laju alir komponen masuk kolom distilasi ekstraktif

Komponen	Laju alir komponen	
	Laju alir massa (kg/jam)	Laju alir mol (kmol/jam)
Etanol	40,17	0,87
As. Asetat	230,86	3,84
Etil Asetat	7606,21	86,33
Air	1761,29	97,77
As. Sulfat	0,00	0,00
DMSO	0,00	0,00

Pada kolom distilasi ekstraktif, komponen yang berperan sebagai *light key* adalah etil asetat dan komponen yang berperan sebagai *heavy key* adalah air. Simulasi diawali dengan memilih parameter yang akan dimasukkan pada desain kolom distilasi ekstraktif. Selanjutnya melakukan *trial reflux ratio* dilakukan dengan selisih 0,1 sampai diperoleh kemurnian etil asetat 98% mol. Hasil kemurnian produk dapat dilihat pada aliran 23 atau aliran *top product*.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

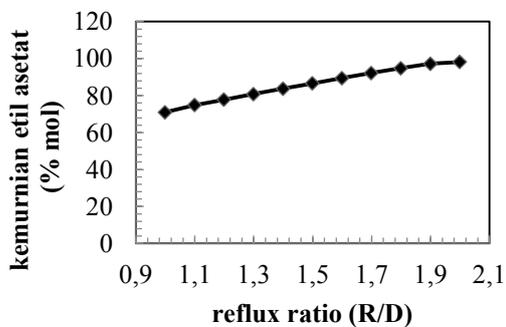
Hasil simulasi kolom distilasi ekstraktif menggunakan *software* CHEMCAD dengan variabel *reflux ratio* dapat dilihat pada Tabel 3. Simulasi dilakukan dari *reflux ratio* 1,0 sampai 2,0. Titik akhir *trial* berhenti pada *reflux ratio* 2,0 dengan suhu *top column* sebesar 77°C. Pada *reflux ratio* 2,0 menghasilkan kemurnian etil asetat tertinggi yaitu 98% mol dan suhu *top column* sebesar 77°C yang merupakan titik didih dari etil asetat (Sari Liza dkk, 2015) dengan laju alir mol *light key* (etil asetat) yang didapatkan yaitu sebesar 85,09 kmol/jam. Jika *trial* dilakukan dengan *reflux ratio* lebih dari 2,0 maka kemurnian etil asetat yang dihasilkan dari kolom distilasi ekstraktif tidak mengalami kenaikan. Dengan simulasi CHEMCAD dapat diketahui bahwa *reflux ratio* maksimal yang dapat digunakan dengan kondisi operasi dan komposisi aliran

masuk kolom distilasi ekstraktif seperti pada Tabel 1 dan Tabel 2 adalah 2,0.

Tabel 3. Hasil Simulasi Kolom Distilasi

Reflux ratio	Suhu (°C)	Kemurnian (% mol)	Laju alir mol <i>top product</i> (kmol/jam)				
			Etanol	Asam asetat	Etil asetat	Air	Total
1,0	71	71	0,87	0,00	86,30	32,99	120,16
1,1	72	75	0,86	0,00	86,30	28,15	115,31
1,2	72	78	0,86	0,00	86,30	23,70	110,86
1,3	72	81	0,86	0,00	86,30	19,62	106,78
1,4	72	84	0,86	0,00	86,30	15,87	103,03
1,5	72	87	0,86	0,00	86,30	12,43	99,59
1,6	73	89	0,86	0,00	86,30	9,29	96,45
1,7	73	92	0,86	0,00	86,30	6,43	93,59
1,8	74	95	0,86	0,00	86,30	3,85	91,01
1,9	76	97	0,86	0,00	86,29	1,56	88,71
2,0	77	98	0,79	0,00	85,09	0,80	86,68

Hubungan antara perubahan *reflux ratio* pada kolom distilasi ekstraktif terhadap kemurnian etil asetat dapat dilihat pada grafik dibawah ini.

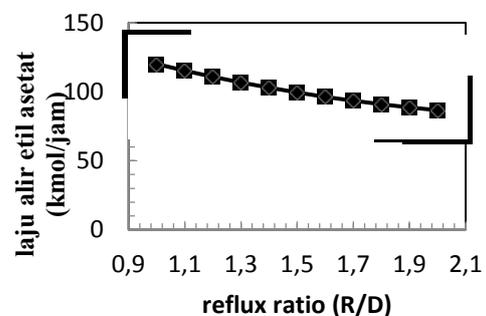


Gambar 2. Pengaruh perubahan *reflux ratio* terhadap kemurnian etil asetat

Gambar 2 menunjukkan kemurnian etil asetat yang diperoleh dengan memvariasikan *reflux ratio*. *Reflux* merupakan kembalinya cairan atau uap untuk mengadakan kontak ulang dengan fasa uap maupun fasa cairannya dalam kolom distilasi (Fitriyani, 2016). Ketika *reflux ratio* meningkat dari 1,0 menjadi 2,0 maka kemurnian etil asetat meningkat pula dari 71% mol menjadi 98% mol. *Reflux ratio*

yang lebih tinggi biasanya digunakan untuk mendapatkan kemurnian produk yang lebih tinggi (Dasan dkk, 2014). Tanpa adanya *reflux* tidak akan ada kontak yang dapat terjadi dan kondensasi *top product* tidak akan lebih besar

dari konsentrasi uap yang mengalir naik dari *feed plate*. Selain berpengaruh terhadap kemurnian produk, kenaikan *reflux ratio* juga berpengaruh terhadap konsumsi energi pada kolom distilasi. Semakin besar suhu *top column*, maka energi semakin meningkat dan titik didih akan meningkat pula, ketika titik didih meningkat maka komponen akan semakin mudah untuk dipisahkan pada kolom distilasi ekstraktif.



Gambar 3. Pengaruh perubahan *reflux ratio* terhadap laju alir mol *top product*

Gambar 3 menunjukkan pengaruh variasi *reflux ratio* terhadap laju alir mol *top product* kolom distilasi ekstraktif. Pada gambar tersebut dapat diketahui bahwa kenaikan *reflux ratio* berbanding terbalik dengan laju alir mol *top product* kolom distilasi ekstraktif. Hal ini dikarenakan besarnya komposisi *top product* maupun *bottom product* dikendalikan oleh laju aliran *reflux* dan panas reboiler (Fitriyani, 2016).

Apabila laju aliran *reflux* terlalu besar, maka akan mengakibatkan hilangnya efek pemisahan zat. Hal ini terjadi apabila laju aliran *reflux* terlalu tinggi sedangkan aliran dari *steam reboiler* tetap, karena *steam reboiler* merupakan komponen penting dalam perubahan fasa fluida dari cair menjadi gas. Jika pasokan panas lebih sedikit dari fluida yang dipanaskan, maka fluida yang berubah fasa menjadi uap juga akan sedikit. Hal ini berpengaruh pada penurunan komposisi *top product*.

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Reflux ratio terbaik dalam pemurnian etil asetat pada kolom distilasi ekstraktif secara simulasi dengan *software* CHEMCAD diperoleh sebesar 2,0 dengan kemurnian 98% mol pada suhu 77°C dan laju alir mol etil asetat sebesar 85,09 kmol/jam.

REFERENSI

- Ahmed, D. F., & Nawaf, M. Y., 2018, Simulation Study in Control System Configuration of a Distillation Column. *Journal of Chemical Engineering & Process Technology*, 09 (04).
- Badan Pusat Statistik, 2010, Data Impor Etil Asetat, Diakses 25 September 2019.
- Dasan, Y. K., Abdullah, M. A., & Bhat, A. H., 2014. Effects of Reflux Ratio and Feed Conditions for the Purification of Bioethanol in a Continuous Distillation Column. 1621, 218–222.
- Fitriyani, Nur., 2016, Operational Optimization of Binary Distillation Column to Achieve Product Quality

using Imperialist Competitive Algorithm, THESIS TF 142310.

- Gerbaud, V., Donis, R. I., Hegely, L., Lang, P., Denes, F., You, X., 2018. Review of Extractive Distillation. *Process Design, Operation, Optimization and Control. Chemical Engineering Research and Design*, 141. 1-43.
- Lidiawati, T. E., & Saleh, C., 2018. Sintesis Etil Asetat Dari Hasil Fermentasi Kulit Singkong (*Manihot Esculenta L*) Dengan Asam Asetat Menggunakan Katalis Asam. 82–86.
- Nuryoto. 2008. Studi Kinerja Katalisator Lewatit Monoplus S-100 pada Reaksi Esterifikasi antara Etanol dan Asam Asetat Pada Reaksi Esterifikasi Antara Etanol Dan Asam Asetat, 2(1), 24–27.
- Sari Liza Azura Nst, Reni Sutri, & Iriany. 2015. Pembuatan Etil Asetat Dari Hasil Hidrolisis, Fermentasi Dan Esterifikasi Kulit Pisang Raja (*Musa paradisiaca L.*). *Jurnal Teknik Kimia USU*, 4 (1), 1–6.
- Toth, A. J. 2019. Comprehensive Evaluation and Comparison of Advanced Separation Methods on the Separation of Ethyl Acetate-Ethanol-Water Highly Non-Ideal Mixture. *Separation and Purification Technology*, 224, 490–508.
- Wibowo, A. A., Lusiani, C. E., Ginting, R. R., & Hartanto, D. 2018. Simulasi CHEMCAD: Studi Kasus Distilasi Ekstraktif pada Campuran Terner n-Propil Asetat/n-Propanol/Air. *Jurnal Teknik Kimia Dan Lingkungan*, 2(2), 75.