PEMURNIAN ETHANOL SECARA DESTILASI DENGAN PENAMBAHAN GARAM KCl

Abas Sato, Adi Rahardianto dan Andy Bagoes Santoso
Teknik-Kimia ITATS, Jl. Arief Rahman Hakim No. 100 Surabaya
E-mail:abassato@yahoo.com

ABSTRACT
One of the methods of ethanol mixture separation is distilation with addition of potassium chloride salt as entrainer. The aim of this research is to determine the effect of salt additiont and the reflux ratio, to ethanol product concentration, and also determine the best operating condition of the highest ethanol concentration in the distillation product. The material used in the research are ethanol, potassium chloride and water. Equipment used is a series of sieve tray type distillation tower in diameter of 2.5 inch. Variable used in this research are: potassium chloride salt addition (0; 5; 10) grams/liter of alcohol solution, the concentration of ethanol feed (10; 50; 90) weight percent and reflux ratio (0,5; 1; 1.5), the fixed variable are ethanol feed in 4^{th} tray, the flow rate (1250 ml/min), destillation time (120 minutes), and the number of sieve tray (11 trays). The research were carried out by introducing ethanol in specific concentration into the feed storage and reboiler and also potassium chloride into the salt storage. The reboiler is heated until evaporation of ethanol occur and distillation were carried out. Ethanol as product of distillation are measured its volume and concentration. The result is that the highest ethanol concentration is 98% by concentration of feed (50-90)%, addition of potassium chloride salt of 10 g rams/ liter, and reflux ratio of 1.5.

Keywords: *Distillation; ethanol; potassium chloride; distillation with salt addition.*

ABSTRAK
Salah satu cara pemisahan campuran ethanol dapat dilakukan secara destillasi dengan penambahan garam kalium klorida sebagai entrainer. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh penambahan garam dan rasio refluks terhadap kadar ethanol, serta mengetahui kondisi terbaik untuk menghasilkan kadar ethanol tertinggi. Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah ethanol, kalium klorida dan air. Alat yang digunakan adalah serangkaian alat destillasi bertingkat jenis sieve tray dari pipa berukuran 2.5 in. Penelitian ini menggunakan variable berubah : jumlah penambahan garam kalium klorida (0; 5; 10) gram/liter larutan alcohol, konsentrasi feed ethanol (10; 50; 90) % berat dan rasio refluks sebesar (0,5; 1; 1,5), variable tetap, feed masuk pada tray ke-4 dan laju alir (1250 ml/menit), waktu destillasi selama 120 menit dan jumlah sieve tray adalah 11 tray. Penelitian dilakukan dengan memasukkan ethanol dengan konsentrasi tertentu berat kedalam feed storage dan sebagian dalam reboiler kemudian memasukkan kalium klorida dengan jumlah tertentu kedalam salt storage. Reboiler dipanaskan sampai terjadi penguapan ethanol dan dilakukan distilasi. Ethanol yang keluar sebagai produk distilasi diukur volume dan konsentrasinya. Dari hasil penelitian diperoleh kadar ethanol tertinggi 98% berat pada konsentrasi feed masuk (50-90)% berat, penambahan garam kalium klorida sebanyak 10 gr/lt dan rasio refluks sebesar 1,5.

Kata kunci : *Destilasi, ethanol, kalium klorida, destilasi penambahan garam.*

PENDAHULUAN

Ethanol Anhidrat merupakan bahan yang sangat penting tidak hanya digunakan sebagai reagent kimia, pelarut organik dan bahan intermediet (bahan baku bagi industri kimia yang lain). Etanol akan membentuk campuran azeotrop dengan air sehingga sulit dipisahkan dengan destilasi fraksional biasa. Destilasi merupakan metode pemisahan komponen larutan dengan berdasarkan pada distribusi senyawa pada fase uap dan fase cair di mana kedua komponen dapat muncul di kedua fase. Pemisahan cara destilasi dapat dilakukan jika seluruh komponen yang akan dipisahkan sama-sama volatil. Manipulasi fasa-fasa yang berperan dalam destilasi akan meningkatkan kemurnian komponen yang akan dipisahkan dengan cara destilasi.

Dari penelitian sebelumnya diperoleh kadar etanol dalam destilat sebesar 40%. Kadar ini masih tergolong kecil dan untuk memperoleh kadar etanol yang tinggi, dibutuhkan penambahan tray pada kolom destilasi [1]. Dalam proses destilasi etanol-air, keberadaan titik azeotrop menyulitkan untuk mendapatkan etanol dalam keadaan absolut (99.5%) melalui destilasi biasa. Konsentrasi maksimal etanol yang dapat diperoleh menggunakan destilasi biasa adalah 96.5% vol. Agar mencapai etanol absolut, dibutuhkan proses tambahan yaitu destilasi dengan menggunakan penambahan garam (KCl).

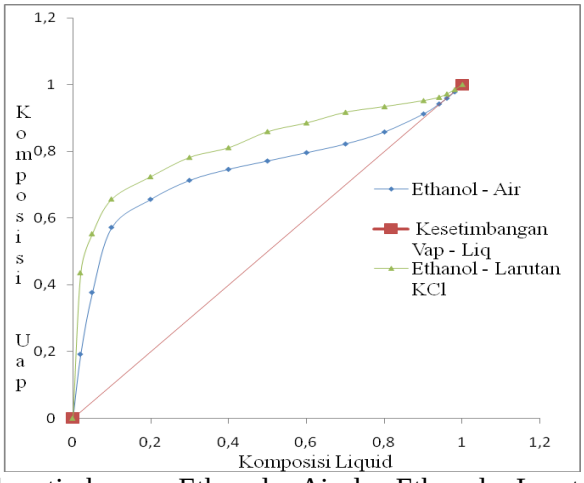
Berdasarkan penelitian sebelumnya bahwa kesetimbangan ethanol-larutan KCl lebih tinggi dibandingkan dengan kesetimbangan ethanol-air, sehingga dengan menggunakan garam KCl dapat menghasilkan ethanol dengan kemurnian yang tinggi [2]. Pada penelitian ini kami akan dilakukan pemurnian ethanol secara destilasi dengan penambahan garam KCl untuk memperoleh ethanol dengan kemurnian yang tinggi.

TINJAUAN PUSTAKA

1. Ethanol

Etanol (disebut juga etil-alkohol atau alkohol), adalah alkohol yang paling sering digunakan dalam kehidupan sehari–hari. Karena sifatnya yang tidak beracun, etanol banyak dipakai sebagai pelarut dalam dunia farmasi serta dalam industri makanan dan minuman. Etanol memiliki sifat fisik tidak berwarna, tidak berasa, memiliki bau yang khas, mudah menguap dan terbakar, serta larut sempurna dengan air. Etanol dapat memabukkan jika diminum. Rumus molekul etanol adalah C_2H_5OH atau rumus empiris C_2H_6OH. Etanol merupakan bahan yang volatil, mudah terbakar, jernih dan merupakan cairan yang tidak berwarna.

Etanol atau alkohol membentuk larutan azeotrop, karena itu pemurnian etanol yang mengandung air dengan cara penyulingan biasa hanya mampu menghasilkan etanol dengan kemurnian 96%. Untuk bisa menghasilkan etanol dengan kemurnian > 96 % diperlukan beberapa metode khusus, diantaranya yaitu : pertama dengan cara destilasi bertingkat dimana tekanan masing-masing proses berbeda. Pemurnian etanol melalui destilasi bertingkat merupakan bagian terpenting dalam proses produksi untuk mendapatkan etanol dengan kadar atau kualitas yang lebih baik sehingga dapat dimanfaatkan menjadi bahan bakar alternatif potensial yang dapat diperbarui. Cara yang kedua destilasi azeotrop adalah destilasi dengan penambahan suatu senyawa (*entrainer)* yang dapat memecah azeotrop. Pada destilasi azeotrop komponen yang ditambahkan bersifat lebih volatil dari zat yang akan dipisahkan sehingga setelah proses komponen tersebut muncul sebagai hasil atas. Destilasi ekstraktif adalah destilasi dengan penambahan *entrainer* yang bersifat lebih tidak volatil dari zat yang akan dipisahkan sehingga kebanyakan terikut sebagai produk bawah atau disebut residu [3].



Gambar 1. Kurva kesetimbangan Ethanol – Air dan Ethanol – Larutan KCl [2]

2. Destillasi

Destilasi atau penyulingan adalah suatu metode pemisahan bahan kimia menjadi komponen-komponen berdasarkan perbedaan kecepatan atau kemudahan menguap (volatilitas) dari tiap-tiap komponen bahan atau didefinisikan juga teknik pemisahan kimia yang berdasarkan perbedaan titik didih. Pada destilasi etanol. Air mendidih pada suhu 100^{o}C. Pada suhu ini air yang berada pada bentuk atau fase cair akan berubah menjadi uap atau fase gas. Meskipun kita panaskan terus suhu tidak akan naik. Air akan terus berubah jadi uap dan lama kelamaan habis. Etanol mendidih pada suhu kurang lebih 79^{o}C. Adanya perbedaan suhu cukup besar antara air dan etanol yang dijadikan dasar untuk memisahkan etanol dari air. Etanol akan lebih dulu menguap karena titik didihnya lebih rendah dari pada air yang memudahkan proses destilasi karena perbedaan suhu yang sangat signifikan. Kemudian dengan cara mendinginkan dan mengembunkan uap tersebut akan diperoleh suatu cairan yang disebut produk atas atau destilat. Prinsip kerja destilasi etanol yaitu etanol hasil fermentasi dipanaskan sampai suhu mencapai titik didih etanol kurang lebih 79^{o}C. Tapi biasanya pada suhu 80-81^{o}C, etanol baru akan menguap dan uap etanol disalurkan melalui kondensor. Di kondensor suhu uap etanol diturunkan sampai di bawah titik didihnya, etanol akan berubah lagi dari fase gas ke fase cair. Selanjutnya etanol yang sudah mencair ditampung di bak penampungan. Prinsip kerja destilasi etanol tampak sederhana, namun pelaksanaanya tidaklah mudah, apalagi jika destilasi etanol dilakukan dalam skala yang besar. Destilator yang baik adalah destilator yang bisa menghasilkan etanol dengan tingkat kemurnian tinggi, selain itu lebih efisien dalam penggunaan energy [4]. Sedangkan untuk medium pendingin dapat digunakan *refrigerant* atau air karena biayanya lebih murah [5].

3. Proses pembuatan ethanol

Ada berbagai macam proses untuk pembuatan etanol di industri, antara lain: hidrasi etilen, fermentasi glukosa, atau sebagai produk samping dari proses lain. Meskipun demikian, kadar etanol yang dihasilkan dari proses ini masih belum memenuhi syarat sebagai bahan bakar (99.5%), sehingga diperlukan proses lanjut untuk meningkatkan kemurniannya. Untuk memperoleh etanol dengan standar kemurnian sebagai bahan bakar tidak dapat dilakukan dengan proses destilasi biasa, karena terbentuknya campuran azeotrop etanol-air. Pemisahan etanol dengan destilasi biasa hanya akan menghasilkan etanol dengan kemurnian 97.2 % volume.

Salah satu proses alternatif untuk meningkatkan kemurnian etanol adalah destilasi penambahan garam yaitu dengan menambahkan suatu garam (*solvent*) tertentu ke dalam campuran azeotrop, tanpa menyebabkan terbentuknya titik azeotrop baru. Solvent bersifat relatif tidak mudah menguap sehingga keluar sebagai produk bawah bersama dengan komponen pengotor yang kurang volatile. Kriteria solvent yang baik, antara lain: memiliki selektivitas tinggi, murah dan mudah diperoleh, tidak beracun, tidak korosif, stabil secara kimia, titik beku rendah untuk kemudahan penyimpanan, dan viskositas rendah untuk memberikan efisiensi tray yang tinggi [6]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Pinto pada tahun 2000 metode *saline extractive destillation* menggunakan KCl, NaCl, KI, $CaCl_2$ [7].

Pada penelitian yang dilakukan oleh Erawati, 2008 dihasilkan bahwa kondisi optimal pada destilasi menggunakan pemasukan garam NaCl sebesar 20 gram dengan suhu pemasukan garam 29^{o}C pada kondisi rasio refluk sebesar 1 [3].

METODE

1. Prosedur Penelitian

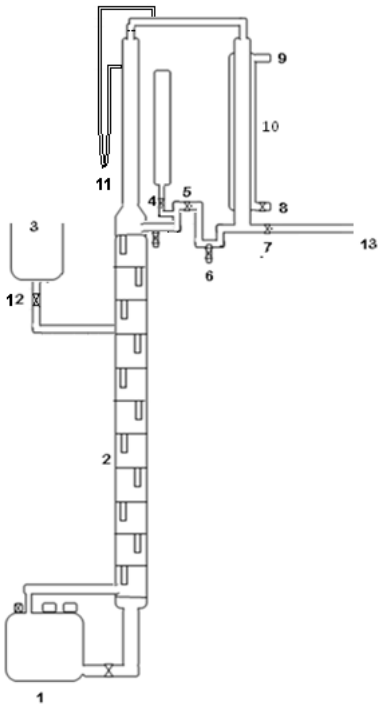
Pertama dilakukan distilasi tanpa penambahan garam dengan berbagai variasi rasio refluks dan konsentrasi feed. Mula-mula membuat larutan ethanol dengan berbagai konsentrasi yaitu 10% berat, kemudian memasukkan feed ethanol kedalam feed storage yang tersambung dengan tray ke-4 dan sebagian dimasukkan dalam reboiler untuk start up awal destillasi. Pemanas pada reboiler dinyalakan dan ditunggu sampai suhu 70˚C kemudian membuka kran produk dan tutup kembali proses ini bertujuan agar gas yang berada dalam alat keluar dan tidak mengganggu proses destillasi. Berikutnya menyalakan pompa air pendingin (kondensor) kemudian menunggu sampai suhu 80˚C, pada suhu ini feed dari feed storage dimasukan ke tray 4 dan diukur laju alirnya serta dijaga dan

diperiksa apakah ethanol sudah terkondensasi atau belum, jika sudah mulai terkondensasi maka dicatat ΔH orifice meter, diambil sample produk dan diukur laju alir keluar produk serta konsentrasi produk dan densitasnya. Pemanasan diatur agar diperoleh rasio refluks yang sesuai dengan memperhatikan ΔH orifice terhadap produk yang keluar. Setelah rasio refluks sesuai (0,5) dengan yang diinginkan sesuai kondisi operasi, diambil produk untuk di ukur konsentrasiya. Percobaan diulangi dengan variasi konsentrasi feed ethanol masuk sebesar (50% berat dan 90% berat) serta dengan berbagai variasi rasio refluks (1 dan 1,5).

Percobaan kedua dilakukan dengan variasi konsentrasi feed masuk serta dengan penambahan garam KCl dan berbagai variasi rasio refluks. Prosedur sama seperti distilasi tanpa penambahan garam, perbedaanya pada prosedur dengan memasukkan garam kalium klorida ke dalam salt storage dan memasukkan garam kalium klorida ketika mulai terbentuk produk.

2. Analisa Produk

Pengukuran konsentrasi etanol dilakukan dengan alcohol meter atau dengan metode pengukuran berdasarkan massa jenis menggunakan picnometer atau density meter, serta mengukur indeks bias produk ethanol dengan menggunakan refakto meter.



Keterangan:
1. Reboiler
2. Tray
3. Feed storage
4. Kran garam masuk
5. Kran refluk keluar
6. Kran pipa U
7. Kran destilat (D) keluar
8. Air pendingin masuk
9. Air pendingin keluar
10. Condensor
11. Orifice meter uap
12. Kran feed masuk
13. Produk keluar

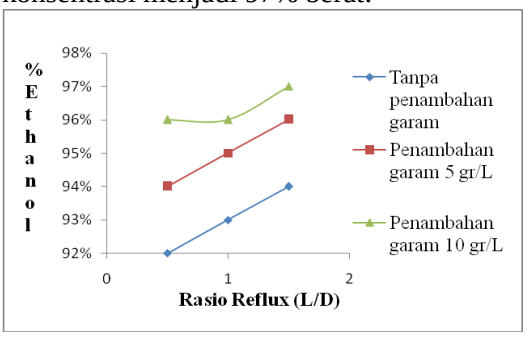
Gambar 2. Skema Peralatan penelitian

HASIL DAN PEMBAHASAN

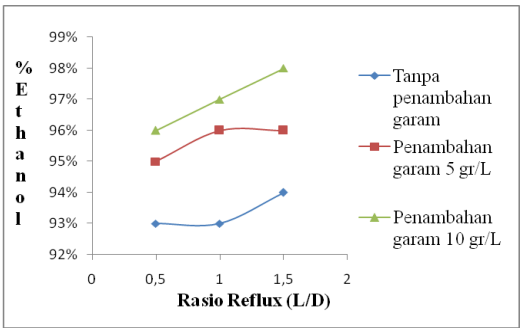
Pengaruh Refluks Rasio Terhadap Konsentrasi Ethanol Produk pada Berbagai Variasi Penambahan Garam dan Konsentrasi Feed Ethanol Masuk

Dari gambar 3 pada proses tanpa penambahan garam konsentrasi feed masuk 10% dapat diketahui bahwa pada kenaikan rasio refluks dari 0,5 ke 1 terjadi peningkatan konsentrasi produk yang dihasilkan yaitu dari konsentrasi 92% berat menjadi 93% berat, sedangkan pada kenaikan rasio refluks menjadi 1,5 konsentrasi produk yang dihasilkan juga mengalami peningkatan menjadi 94% berat. Pada penambahan garam 5 gr/lt pada rasio refluks 0,5 diperoleh produk sebesar 94% berat dan pada rasio refluks 1 terjadi peningkatan konsentrasi produk yang dihasilkan menjadi 95% berat begitu pula pana kenaikan rasio refluks dari 1 ke 1,5 produk yang dihasilkan memiliki konsenrasi yang lebih tinggi yaitu sebesar 96% berat. Sedangkan pada penambahan garam 10 gr/lt untuk rasio refluks 0,5 produk yang dihasilkan mempunyai konsentrasi sebesar 96% berat, pada kenaikan rasio refluks dari 0,5 menjadi 1 tidak terjadi perubahan konsentrasi produk yaitu tetap

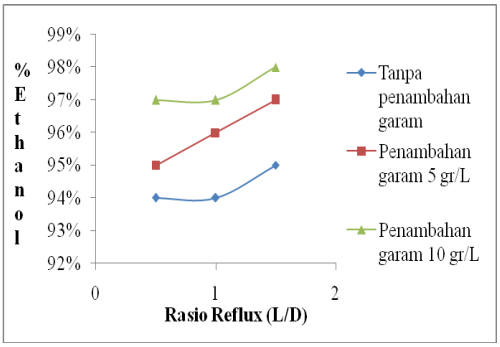
96% tapi pada kenaikan rasio refluks ke 1,5 produk yang dihasilkan mengalami peningkatan konsentrasi menjadi 97% berat.



Gambar 3. Pengaruh Rasio refluks terhadap konsentrasi ethanol pada berbagai variasi penambahan garam, pada konsentrasi feed masuk 10%.



Gambar 4. Pengaruh Rasio refluks terhadap konsentrasi ethanol pada berbagai variasi penambahan garam, pada konsentrasi feed masuk 50%.



Gambar 5. Pengaruh Rasio refluks terhadap kadar ethanol pada berbagai variasi penambahan garam, pada konsentrasi feed masuk 90%.

Dari gambar 4 dapat diketahui pengaruh rasio refluks terhadap konsentrasi ethanol, pada konsentrasi feed masuk 50%. Pada kenaikan rasio refluks dari 0,5 ke 1 tanpa penambahan garam tidak ada perubahan konsentrasi yang terjadi pada produk yang dihasilkan yaitu 93% berat tapi pada kenaikan rasio refluks 1 ke 1,5 terjadi peningkatan konsentrasi produk ethanol dari 93% berat menjadi 94% berat, kemudian pada penambahan garam KCl 5gr/lt dari rasio refluks 0,5 sampai 1 konsentrasi produk yang dihasilkan mengalami peningkatan dari 95% berat menjadi 96% berat. Sedangkan pada rasio refluks 1,5 konsentrasi produk yang dihasilkan tetap 96% berat hal ini bisa disebabkan karena pada penambahan garam 5gr/lt pada rasio refluks 1 merupakan batas titik azeotrop sehingga pada rasio refluks 1,5 tidak mengalami peningkatan konsentrasi produk. Pada proses destilasi dengan penambahan garam KCl 10 gr/lt pada rasio refluks 0,5 sampai rasio refluks 1,5 mengalami peningkatan konsentrasi produk ethanol yaitu pada rasio refluks 0,5 diperoleh produk ethanol dengan konsentrasi 96% berat, pada rasio refluks 1 diperoleh konsentrasi produk ethanol sebesar 97% berat sedangkan pada rasio refluks 1,5 dperoleh konsentrasi produk sebesar 98% berat.

Dari gambar 5 Pengaruh Rasio refluks terhadap kadar ethanol pada berbagai variasi penambahan garam, pada konsentrasi feed masuk 90%. Pada proses tanpa penambahan garam dari rasio refluks 0,5 ke 1 tidak terjadi peningkatan konsentrasi produk ethanol yaitu konstan 94%, namun pada kenaikan rasio refluks dari 1 ke 1,5 terjadi peningkatan konsentrasi produk ethanol dari 94% berat menjadi 95% berat. Sedangkan pada penambahan garam KCl 5 gr/lt pada peningkatan rasio refluks dari 0,5 ke 1 terjadi peningkatan konsentrasi produk yaitu dari 95% berat menjadi 96% berat, begitu juga pada peningkatan rasio refluks dari 1 ke 1,5 konsentrasi produk ethanol yang dihasilkan mengalami peningkatan yaitu menjadi 97% berat. Pada penambahan garam KCl 10 gr/lt fenomena yang terjadi sama dengan penambahan garam KCl yaitu pada kenaikan rasio

refliks dari 0,5 ke 1 tidak mengalami perubahan konsentrasi tetap 97% berat sedangkan pada kenaikan rasio refluks 1 ke 1,5 mengalami peningkatan produk ethanol hingga 98% berat. Sehingga dari data keseluruhan perbandingan antara rasio refluks dengan konsentrasi produk yang dihasilkan dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi rasio refluks maka semakin tinggi pula konsentrasi produk ethanol yang dihasilkan.

Dari gambar 3,4 dan 5 dapat diketahui bahwa penelitian dan pengambilan data untuk tiap variable dilakukan dengan 3 kondisi yaitu untuk feed ethanol (10%; 50%; 90%) dan untuk penambahan garam KCl (0 gr/lt; 5 gr/lt; 10 gr/ lt) serta rasio refluks (0,5 ; 1 ; 1,5), dilakukan dalam tiga kondisi yang demikian agar dapat digunakan sebagai perbandingan kadar etanol yang diperoleh untuk tiap-tiap kondisi yang berbeda. Penambahan garam KCl disini berfungsi untuk memberikan efek dehidrasi yang berpengaruh pada sistem pemisahan etanol – air sehingga didapatkan etanol berkadar tinggi. Dari grafik diatas dapat disimpulkan bahwa semakin besar penambahan garam KCl pada proses destillasi ethanol-air maka semakin besar pula konsentrasi produk yang dihasikan, dari grafik diatas didapatkan variasi penambahan garam yang paling optimum adalah 10gr/lt dengan kadar etanol yang dihasilkan sebesar 98% berat pada reflux rasio 1,5 dan pada kolom sieve tray dengan jumlah tray sebanyak 11 tray.

Dari penelitian ini diperoleh konsentrasi ethanol paling tinggi sebesar 98% berat konsentrasi ini lebih tinggi dibandingkan dengan penelitian sebelumnya menggunakan garam kalium karbonat dan diperoleh produk dengan konsentrasi 92% berat serta dengan menggunakan garam NaCl diperoleh konsentrasi produk ethanol 96,09% [8] dan dengan garam KCl diperoleh produk dengan konsentrasi 90,3% ini dikarenakan pada penelitian sebelumnya menggunakan alat destilasi biasa sedangkan penelitian ini menggunakan destilasi type sieve tray sehingga pada penelitian ini diperoleh produk dengan konsentrasi yang lebih tinggi [3].

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang kami lakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Jumlah penambahan garam KCl berpengaruh terhadap konsentrasi produk ethanol dengan hasil terbaik diperoleh pada penambahan garam KCL sebesar 10gr/lt.
2. Perbedaan rasio refluks dalam destillasi pemurnian ethanol berpengaruh terhadap konsentrasi produk yang dihasilkan dengan hasil terbaik diperoles pada rasio refliks 1,5.
3. Kondisi operasi untuk mendapatkan konsentrasi ethanol yang maksimum secara destilasi menggunakan garam KCl yaitu pada penambahan garam 10gr/lt, rasio reflux 1,5 pada semua konsentrasi feed ethanol masuk sebesar 50%-90% yang menghasilkan produk ethanol 98% berat.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Sinaga, C.,& Damayanti, A., 2010. *Optimalisasi Reflux Ratio dan penggunaan Energi dalam Proses Distilasi Campuran Ethanol-Air* Dian dkk, *Pemurnian Kadar Etanol Dengan Penambahan Kalium Karbonat Pada Kolom Sieve Tray*, 2013.

[2] Muljani, S. *Pemurnian alcohol menggunakan entrainer solven ethylene glycol dan garam NaCl, KCl dan* $CaCl_2$. April 2008.

[3] Erawati, E., *Impact of mixing NaCl and KCl to ethanol purification.* Jurnal Penelitian Sains & Teknologi, Vol. 9, No. 2, 2008: 156 – 164.

[4] Mc Cabe, W. L and Smith J. H, *Unit Operation of Chemical Engineering*, 5th edition, Tokyo, Mc Graw Hill Kogakusha, 1950.

[5] Perry, Robert H, *Perry's Chemical Engineering Handbook*, 7th Edition, McGraw Hill Company, New York, USA. 1998.

[6] Treybal, R.E., *Mass-Transfer Operations, 3rd edition*, McGraw-Hill International, Singapore, 1981.

[7] Pinto, R. T. P., Wolf-Maciel, M. R., & Lintomen, L. *Saline extractive distillation process for ethanol purification.* Computers and Chemical Engineering 24 (2000) 1689-1694.

[8] Udeye, V., Mopoung,S., Vorasingha, A., & Amornsakchai, P., *Ethanol heterogeneous azeotropic distillation design and construction.* International Journal of Physical Sciences Vol. 4 (3), pp. 101-106, March, 2009.

- halaman ini sengaja dikosongkan -