

Simulasi CHEMCAD: Studi Kasus Distilasi Ekstraktif pada Campuran Terner n-Propil Asetat/n-Propanol/Air

Agung Ari Wibowo^{1,*}, Cucuk Evi Lusiani¹, Rizqy Romadhona Ginting², Dhoni Hartanto³

¹Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Malang, Jl. Soekarno Hatta No. 9, Malang 65141, Indonesia

²Department of Chemical Engineering, Graduate School of Engineering, Hiroshima University, 1-4-1 Kagamiyama, Higashi-Hiroshima, 739-8527, Japan

³Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Semarang, Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229, Indonesia

*E-mail: agung.ari@polinema.ac.id

ABSTRAK

Pemisahan n-propil asetat dari campuran terner n-propil asetat/n-propanol/air merupakan salah satu proses yang tidak dapat dilakukan dengan distilasi sederhana. Adanya azeotrop terner minimum dari campuran tersebut menyebabkan n-propil asetat hanya dapat dipisahkan dari campuran n-propanol dan air salah satunya dengan metode distilasi ekstraktif. Distilasi ekstraktif merupakan proses vaporisasi parsial dengan menambahkan suatu agen pemisah non-volatil yang disebut sebagai *sovent* atau agen ekstraktif. *Solvent* yang digunakan dalam simulasi proses ini adalah campuran DMSO (Dimetil Sulfoksida) dan Gliserol dengan komposisi 50 % massa dengan perbandingan 1:2 untuk massa umpan kolom : *solvent*. *Feed* yang digunakan adalah n-propanol (10 kmol/jam) dan asam asetat (13 kmol/jam) masing-masing pada suhu 25°C dan tekanan 101,3 kPa. Hasil n-propil asetat terbaik diperoleh saat *solvent* diumpankan pada *stage* 5 dengan fraksi mol n-propil asetat pada distilat 0,9975 disertai dengan minimumnya energi reboiler yang digunakan pada konfigurasi kolom ini.

Kata kunci: n-Propil asetat, distilasi ekstraktif, DMSO, gliserol.

ABSTRACT

n-Propyl acetate separation of the n-propyl acetate /n-propanol/water mixture composition can't be done by simple distillation. The existence of minimum ternary azeotrope on the mixture causes n-propyl acetate can be separated only by extractive distillation method. Extractive distillation is a partial vaporization process in the presence of a non-volatile separating agent called as solvent or extractive agent. Solvent used in the simulation process is DMSO (Dimethyl Sulfoxide)-Glycerol mixture (50% mass) with a ratio of 1: 2 for column feed : solvent. n-Propanol (10 kmol/hour) and acetic acid (13 kmol/hour) are fed into reactor (before extractive distillation process) at 25°C and 101.3 kPa, respectively. The best results of n-propyl acetate were obtained when the solvent was fed to stage 5 in which mole fraction of n-propyl acetate in distillate 0.9975 accompanied by the minimum reboiler energy used in this column configuration.

Keywords: n-Propyl acetate, extractive distillation, DMSO, glycerol.

1. PENDAHULUAN

Distilasi merupakan suatu metode untuk memisahkan campuran dari beberapa komponen berdasarkan perbedaan titik didihnya. Namun, cara distilasi sederhana ini tidak dapat digunakan pada beberapa kasus untuk komponen azeotropik seperti campuran etanol/etil asetat atau n-propil asetat/n-propanol/air [1-3].

n-Propil asetat merupakan senyawa yang banyak digunakan di industri antara lain sebagai bahan pelarut, bahan mentah untuk kosmetik, dan bahan mentah untuk aditif plastik. Metode yang paling umum untuk pembuatan n-propil asetat adalah melalui esterifikasi n-propanol dan asam asetat yang dipanaskan dengan katalis asam kuat. Senyawa ini umumnya tersedia masih dalam bentuk campuran terner n-propil asetat/n-

propanol/air, atau dengan metode distilasi reaktif [4]. n-Propil asetat tidak dapat dipisahkan secara sempurna dengan distilasi sederhana dari campuran terner tersebut. Hal ini disebabkan adanya azeotrop terner dari campuran n-propil asetat/n-propanol/air. Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk memisahkan n-propil asetat dari campuran n-propanol dan air adalah dengan distilasi ekstraktif dengan penambahan *solvent* seperti DMSO (Dimetil Sulfoksida) dan gliserol [2].

Distilasi ekstraktif adalah suatu metode pemisahan beberapa komponen yang memiliki beda titik didih rendah. Metode ini melibatkan proses vaporisasi parsial dengan bantuan suatu agen pemisah non-volatil yang terjadi dalam kolom rektifikasi *multiplate*. Liquid atau campuran liquid yang ditambahkan ke dalam proses distilasi ekstraktif disebut sebagai “*solvent* atau agen ekstraktif”. Komponen *solvent* tersebut memiliki titik didih lebih tinggi dari komponen yang akan dipisahkan [5-7].

Beberapa penelitian baik secara percobaan laboratorium dan simulasi untuk distilasi ekstraktif telah banyak dilakukan. Penelitian simulasi CHEMCAD yang dilakukan oleh Dube [8] untuk distilasi ekstraktif untuk campuran isobutanol/isobutil asetat menyimpulkan bahwa ketika laju aliran *recycle* meningkat, energi reboiler meningkat dan begitu juga energi kondensor tetapi jumlah plate menurun. Penelitian lain dengan menggunakan CHEMCAD telah dilakukan oleh Wang [9] dimana tetrahydrofuran dimurnikan dari limbah farmasi. Penelitian lain yang mendukung penggunaan CHEMCAD dalam simulasi distilasi ekstraktif adalah Wang [10] dan Wyczesany [11], dimana Wyczesany mengusulkan penggunaan model *Non Random Two Liquid* (NRTL) sebagai model yang sesuai untuk sistem n-propanol/n-propil asetat.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan konfigurasi proses yang baik untuk simulasi proses pemisahan n-propil asetat menggunakan distilasi ekstraktif pada

campuran terner n-propil asetat/n-propanol/air.

2. SIMULASI KOLOM DISTILASI EKSTRAKTIF

Simulasi proses pemisahan n-propil asetat dengan studi kasus distilasi ekstraktif pada campuran terner n-propil asetat/n-propanol/air dilakukan dengan *software* simulasi proses CHEMCAD 7.1.2.

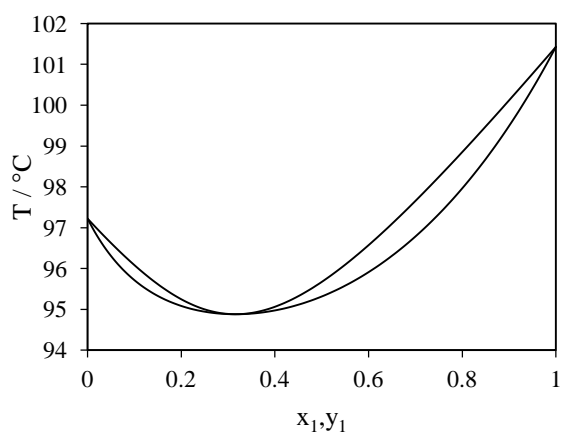
2.1. MODEL TERMODINAMIKA

Pada penelitian ini, untuk memodelkan kesetimbangan uap-cair dari sistem yang terlibat digunakan koefisien aktifitas model termodinamika NRTL [11].

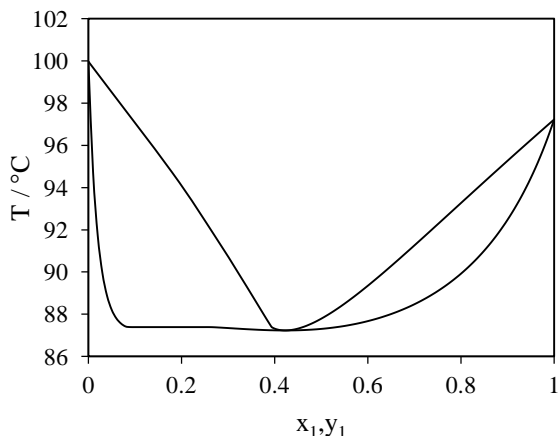
2.2. PARAMETER INTERAKSI BINER (BIP)

Parameter interaksi biner (BIP) yang belum tersedia pada database CHEMCAD diestimasi dengan fitur Regresi BIP untuk model NRTL menggunakan UNIFAC *vapor-liquid equilibrium* (VLE) seperti pada Tabel 1.

Data VLE pada tekanan 101,3 kPa untuk n-propil asetat/n-propanol dan n-propanol/air untuk model termodinamika NRTL dengan BIP hasil prediksi disajikan pada Gambar 1 dan 2.

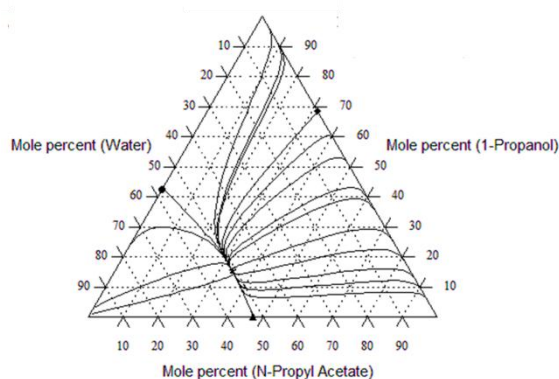


Gambar 1. Data VLE untuk n-propil asetat/n-propanol pada tekanan 101,3 kPa.



Gambar 2. Data VLE untuk n-propanol/air pada tekanan 101,3 kPa.

Hubungan sistem terner dari n-propil asetat/n-propanol/air digambarkan dalam peta kurva residu seperti pada Gambar 3. Azeotrop terner dari campuran tersebut terjadi di 33,5% mol n-propil asetat, 15,4% mol n-propanol, 51,1% mol air pada 82,49°C.



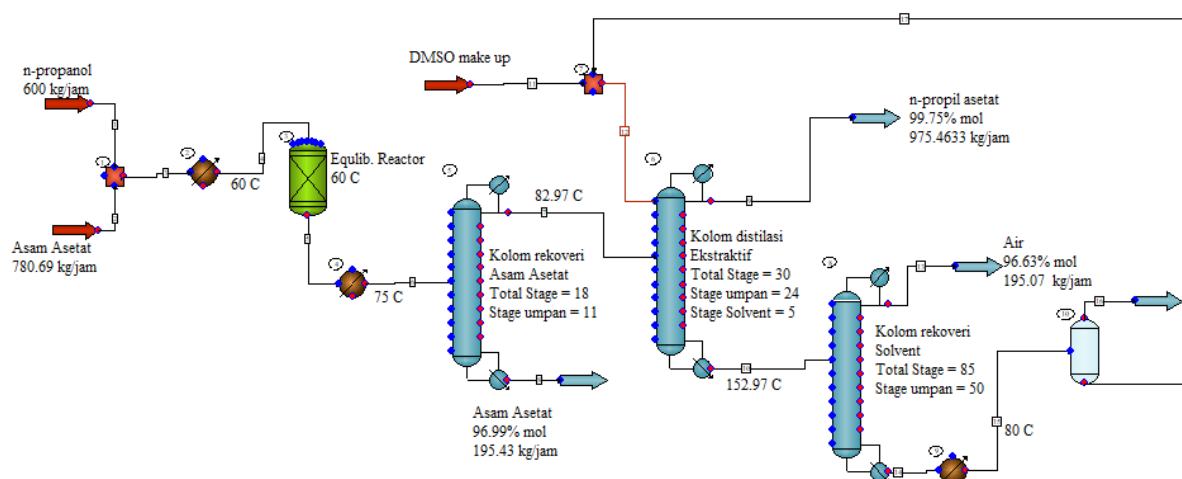
Gambar 3. Kurva residu n-propil asetat/n-propanol/air

Peta kurva residu sangat berguna untuk pemahaman tentang perilaku campuran terner dan desain sistem distilasi. Selain itu,

susunan peta kurva residu memungkinkan untuk menemukan azeotrop sebagai keadaan yang stabil maupun tidak stabil [12].

2.3. DESKRIPSI PROSES

Simulasi proses pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4. *Feed* yang digunakan adalah n-propanol (10 kmol/jam) dan asam asetat (13 kmol/jam) masing-masing pada suhu 25°C dan tekanan 101,3 kPa. Laju alir asam asetat diatur berlebih untuk memastikan konversi n-propanol yang maksimal. Sebelum masuk ke reaktor, kedua bahan tersebut dipanaskan sampai 60 °C. Reaktor yang digunakan adalah reaktor ekuilibrium dengan suhu operasi 60 °C menghasilkan konversi n-propanol sebesar 60%, walau beberapa penelitian juga dilaksanakan pada suhu 30°C, 50°C dan 70°C [13]. Untuk menunjang permodelan yang lebih baik, bisa digunakan reaktor CSTR dengan memberikan data kinetika yang dapat diperoleh dari percobaan [14]. Hasil reaksi dipanaskan sampai 75°C dan dijadikan umpan kolom distilasi untuk memisahkan asam asetat sebagai produk bawah (96.9 mol%) dari campuran. Produk atas yang terdiri dari campuran azeotrop n-propil asetat/ n-propanol/ air diumpankan ke kolom distilasi ekstraktif dengan menggunakan *solvent* yang terdiri dari campuran Dimetil Sulfoksida (DMSO) dan Gliserol dengan komposisi 50% massa. Perbandingan massa antara massa umpan kolom dengan massa *solvent* adalah 1:2 seperti yang ditegaskan oleh Berg [2]. *Input data* awal untuk simulasi proses dapat dilihat pada Tabel 2.



Gambar 4. Diagram alir proses pemisahan n-propil asetat dengan distilasi ekstraktif

Tabel 1. Parameter Interaksi Biner dari beberapa komponen yang terlibat dalam produksi n-propil asetat

Komponen 1	Komponen 2	B_{ij}	B_{ji}	α_{ij}	Keterangan
n-Propil Asetat	n-Propanol	-217,962	531,079	0,301	*
n-Propil Asetat	Air	362,409	1760,150	0,294	*
n-Propil Asetat	Asam Asetat	533,203	-232,137	0,231	**
n-Propil Asetat	Dimetil Sulfoksida	186,923	369,740	0,287	**
n-Propil Asetat	Gliserol	1386,802	176,055	0,228	**
n-Propanol	Air	223,596	1005,230	0,485	*
n-Propanol	Asam Asetat	-53,172	26,630	0,304	*
n-Propanol	Dimetil Sulfoksida	403,043	-448,880	0,400	**
n-Propanol	Gliserol	567,462	-228,425	0,276	**
Air	Asam Asetat	424,019	-110,568	0,300	*
Air	Dimetil Sulfoksida	1203,770	-524,822	0,662	*
Air	Gliserol	258,114	-274,348	1,011	*
Asam Asetat	Dimetil Sulfoksida	-388,407	-774,338	0,221	**
Asam Asetat	Gliserol	228,011	-274,664	0,287	**
Dimetil Sulfoksida	Gliserol	544,030	-996,527	0,220	**

* Tersedia dalam database Chemcad

**Diestimasi menggunakan UNIFAC VLE

Tabel 2. Initial input data untuk simulasi proses

Nama Aliran	n-Propanol	Asam Asetat	Solvent
Laju alir mol/ kmol/h	10	13	26,425
Laju alir massa/ kg/h	600,960	780,689	2234
Suhu/ °C	25	25	80
Tekanan/ kPa	101,300	101,300	101,300
Laju Alir Komponen/ kg/h			
N-Propil Asetat	0	0	0
n-Propanol	600,960	0	0
Air	0	0	0
Asam Asetat	0	780,689	0
Dimetil Sulfoksida	0	0	1117
Gliserol	0	0	1117

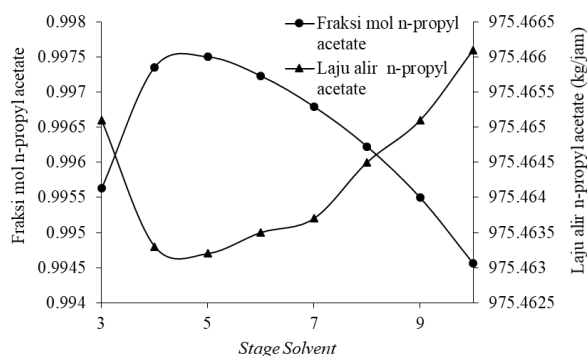
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari simulasi proses pada pemisahan n-propil asetat dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 5 dengan *stage* umpan diatur tetap pada *stage* ke 24. Hasil reaksi keluaran reaktor yang masih banyak mengandung asam asetat dan campuran terner n-propil asetat/n-propanol/air dipanaskan dengan *preheater* sebelum masuk kolom *recovery* asam asetat. Sebagian besar penelitian termasuk dalam literatur menggunakan umpan azeotropik pada titik jenuh sebagai titik awal. Meskipun pemanasan awal (*preheating*) campuran dapat meningkatkan biaya proses, akan tetapi efisiensi proses akan meningkat dengan mempertimbangkan jaringan penular panas terintegrasi dalam sistem. Dengan cara ini, komposisi dapat ditingkatkan tanpa mempengaruhi biaya operasional [12]. Produk atas kolom *recovery* asam asetat adalah campuran terner n-propil asetat/n-propanol/air yang diumpankan ke kolom ekstraktif sesuai dengan Gambar 5. Laju alir n-propil asetat semakin tinggi saat *solvent* diumpankan pada *stage* yang lebih bawah. Hal ini berbanding terbalik dengan fraksi mol n-propil asetat. Saat *solvent* diumpankan pada *stage* yang lebih bawah, fraksi mol n-propil asetat semakin menurun. Gambar 5 juga menunjukkan bahwa, ketika jarak antara kedua *stage* umpan meningkat, kemurnian

distilat menurun. Teori ini menunjukkan bahwa jarak antara dua tahap umpan harus sebesar mungkin, sehingga pelarut hadir di sebagian besar kolom pada konsentrasi untuk memecah azeotrop [15].

Selain laju alir dan fraksi mol n-propil asetat, pengaruh *stage solvent* juga dapat dihubungkan terhadap kebutuhan energi reboiler pada distilasi pertama dan distilasi kedua. Grafik hubungan energi reboiler terhadap *stage solvent* ditunjukkan pada Gambar 6.

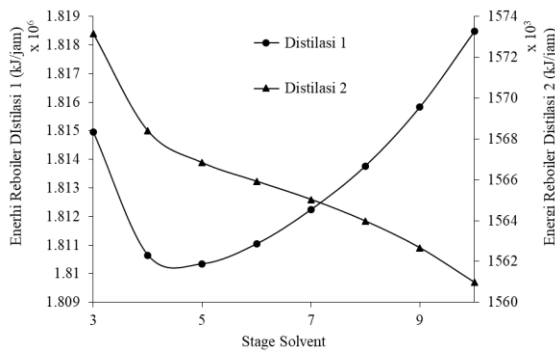
Kebutuhan energi reboiler pada kolom ekstraktif semakin tinggi saat *solvent* diumpankan pada *stage* yang lebih bawah. Namun pada kolom rekoveri *solvent*, energi reboiler semakin rendah saat *solvent* diumpankan pada *stage* yang lebih bawah.



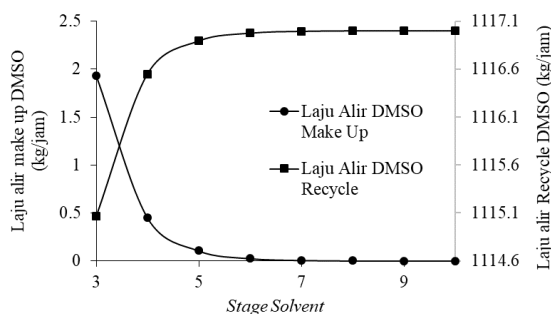
Gambar 5. Laju alir n-propil asetat dan fraksi mol n-propil asetat dengan perubahan *stage solvent*

Berdasarkan Gambar 5 dapat dilihat bahwa fraksi mol n-propil asetat tertinggi diperoleh saat *solvent* diumpankan pada *stage* 5 walaupun laju alir produk mengalami penurunan, akan tetapi jumlahnya tidak signifikan (berada pada rentang 975.463 – 975.466 kmol/jam).

Gambar 6 menunjukkan hasil untuk konsumsi energi dalam reboiler untuk semua kombinasi yang mungkin dari umpan agen ekstraktif (*solvent*) serta menunjukkan bahwa pada saat *solvent* diumpankan pada *stage* 5, energi yang dibutuhkan reboiler pada distilasi pertama minimum. Dari Gambar 5 bahwa laju alir n-propil asetat pada bagian bawah kolom rendah jika *solvent* diumpankan pada *stage* 5 sehingga energi reboiler untuk menguapkan kembali n-propil asetat juga semakin rendah.



Gambar 6. Energi reboiler pada distilasi pertama dan distilasi kedua dengan perubahan *stage solvent*



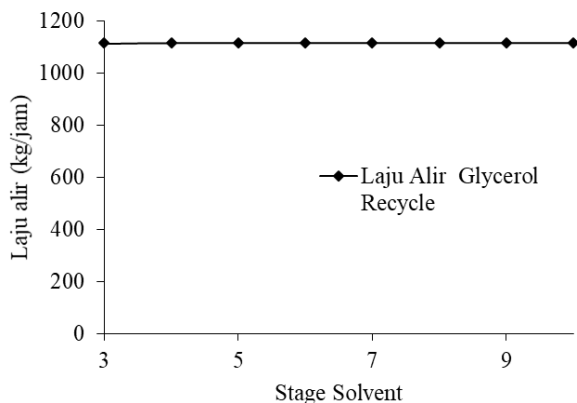
Gambar 7. Laju alir DMSO di aliran *make up* dan *recycle* dengan perubahan *stage solvent*

Tabel 3. Kondisi operasi yang tercapai pada sistem distilasi ekstraktif

Spesifikasi	Kolom Ekstraktif	Kolom <i>Solvent Recovery</i>
Jumlah Stage	30	85
Stage Umpan	24	50
Reflux Rasio	3	3
Tekanan (kPa)	101,300	101,300
Umpan		
Laju Alir Total (kg/jam)	1177,186	2434,504
Suhu (°C)	82,973	152,972
Tekanan (kPa)	101,300	101,300
Laju Alir komponen (kg/jam)		
N-Propil Asetat	979,191	3,727
n-Propanol	18,942	17,934
Air	173,994	173,891
Asam Asetat	5,058	5,058
Dimetil Sulfoksida		1116,894
Gliserol		1117
Solvent		
Stage Solvent	5	
Laju Alir Total (kg/jam)	2234	
Suhu (°C)	80	
Tekanan (kPa)	101,3	
Laju Alir komponen (kg/jam)		
Dimetil Sulfoksida	1117	
Gliserol	1117	
Spesifikasi Konvergensi		
- Reflux Rasio	3	3
- fraksi mol n-Propil Asetat pada bottom	0,001	-
- fraksi mol Air pada bottom	-	0,001

Gambar 7 dan 8 menunjukkan bahwa saat *solvent* diumpankan pada *stage* yang lebih bawah menyebabkan laju alir DMSO *make up* semakin turun sedangkan laju alir DMSO *recycle* semakin besar pada laju alir Gliserol *Recycle* yang konstan. Artinya kolom rekoveri DMSO dan gliserol bekerja dengan

optimal sehingga meminimalkan *solvent* yang hilang karena terbawa pada aliran distilat maupun produk bawah.



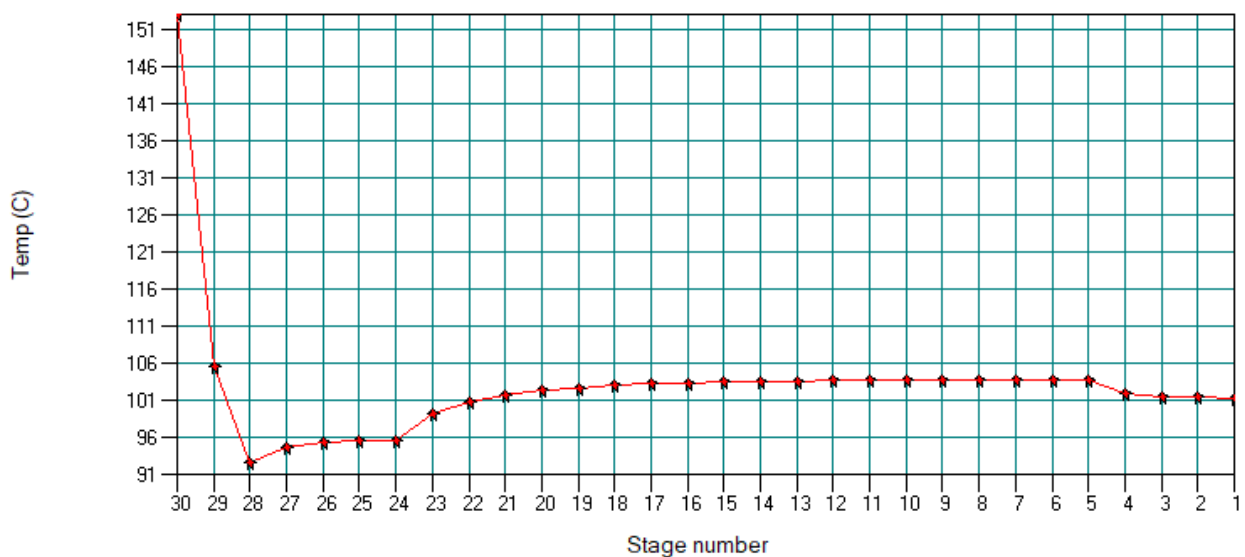
Gambar 8. Laju alir Gliserol di aliran *recycle* dengan perubahan *stage solvent*.

Parameter untuk distilasi ekstraktif yang dicapai selama proses dapat dilihat pada Tabel 3.

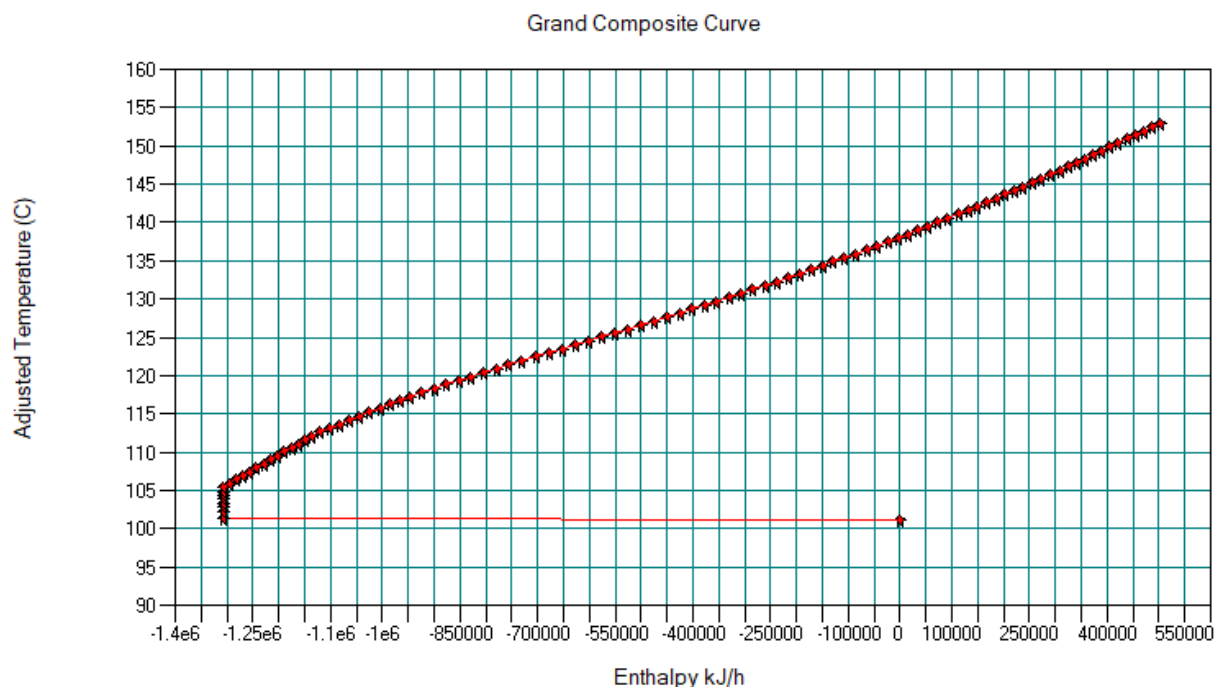
Analisis Termal

Analisis termal dibangun atas konsep kondisi termodinamika minimum untuk suatu kolom. Hal ini sesuai dengan operasi kolom tanpa kehilangan sistem termodinamikanya (artinya kolom beroperasi pada rasio refluks minimum, dengan jumlah *stage* yang tak terbatas dan

jumlah pendingin dan pemanas tak terbatas yang ditempatkan di setiap *stage*, sehingga garis operasi dan kesetimbangan bertepatan pada semua titik). Hal ini mencakup analisis termal untuk desain kolom distilasi ekstraktif yang dihasilkan pada bagian sebelumnya [16-17]. Profil suhu untuk konfigurasi *stage* umpan dan *solvent* pada 24 dan 5 untuk proses distilasi ekstraktif ditunjukkan pada Gambar 9. Profil tersebut menunjukkan bahwa suhu pada tiap *stage* semakin naik dengan semakin besarnya jumlah *stage*. Analisis termal melalui Grand Composite Curve (GCC) yang ditampilkan pada Gambar 10 memungkinkan identifikasi serangkaian modifikasi pada desain kolom distilasi, karena modifikasi tersebut dapat dipertimbangkan dengan menerapkan metodologi yang mengikuti urutan yang dijelaskan sebagai berikut: 1. Pengaturan *stage* umpan yang tepat 2. Perubahan tekanan operasi dan rasio refluks 3. Pengondisian umpan (pendinginan/pemanasan) 4. Posisi kondensor/ reboiler [16]. Pada penelitian ini dengan mempertimbangkan kebutuhan energi serta kualitas produk yang dihasilkan maka pilihan konfigurasi terbaik antara *stage* umpan ke 24 dan *stage solvent* ke 5.



Gambar 9. Profil suhu pada kolom distilasi ekstraktif



Gambar 10. Grand Composite Curve (GCC) pada kolom distilasi ekstraktif

4. KESIMPULAN

Distilasi ekstraktif pada pemisahan n-propil asetat telah dilakukan dalam penelitian ini menggunakan campuran DMSO dan Gliserol sebagai *solvent* dengan komposisi 50 % massa. Hasil n-propil asetat terbaik diperoleh saat *solvent* diumpankan pada *stage* 5 yang dibuktikan dengan tingginya fraksi mol n-propil asetat disertai dengan minimumnya energi reboiler pada *stage* tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Berg, A.-I. Yeh, Separation of N-Propylacetate from N-Propanol by Extractive Distillation, 4592805, 1986.
- [2] L. Berg, A.-I. Yeh, Separation of N-Propylacetate from N-Propanol and Water by Extractive Distillation, 4676874, 1987.
- [3] K. Kuswandi, W. Winarsih, D. Hartanto, A. A. Wibowo, Pengukuran Kesetimbangan Uap-Cair Sistem Biner Etanol + Etil Asetat dan Etanol + Isoamil Alkohol pada Tekanan 101,33, 79,99 dan 26,67 kPa, Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia, Surabaya, 2011.
- [4] M. Brehelin, F. Forner, D. Rouzineau, J. U. Repke, X. Meyer, M. Meyer, G. Wozny, Production of n-Propyl Acetate by Reactive Distillation: Experimental and Theoretical Study, *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 85, no. 1, hal. 109–117, 2007.
- [5] Z. Lei, C. Li, B. Chen, Extractive distillation: A review, *Sep. Purif. Rev.*, vol. 32, no. 2, hal. 121–213, 2003.
- [6] F. Galli, D. Previtali, S. Casagrande, C. Pirola, F. Manenti, D. C. Boffito, Simulation of the Water-Acetic Acid Separation via Distillation Using Different Entrainers: an Economic Comparison, *Chem. Eng. Trans.*, vol. 57, 2017.
- [7] C. Black, D. E. Ditsler, Dehydration

- of Aqueous Ethanol Mixtures by Extractive Distillation, *Extractive and Azeotropic Distillation*, hal. 1–15, 1974.
- [8] V. D. Dube, M. R. M. S. Bagwan, S. S. Kondawar, Simulation of Extractive Distillation Using CHEMCAD, *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 4, no. 11, hal. 43–48, 2016.
- [9] X. Wang, Y. Yang, Simulation of Extractive Distillation for Recycling Tetrahydrofuran from Pharmaceutical Wastewater with Chem CAD Software, *Res. J. Appl. Sci. Eng. Technol.*, vol. 5, no. 19, hal. 4769–4774, 2013.
- [10] X. Wang, Y. Yang, Simulation of Reactive Distillation Process with ChemCAD Software, *Adv. Mater. Res.*, vol. 347–353, hal. 3706–3709, 2011.
- [11] A. Wyczesany, Simulation Of n-Propanol Dehydration Process via Heterogeneous Azeotropic Distillation using the NRTL Equation, *Chemical and Process Engineering*, vol. 38, no. 1, hal. 163–175, 2017.
- [12] I. D. Gil, L. C. García, G. Rodríguez, Simulation of Ethanol Extractive Distillation with Mixed Glycols as Separating Agent, *Brazilian J. Chem. Eng.*, vol. 31, no. 1, hal. 259–270, 2014.
- [13] H. J. Bart, W. Kaltenbrunner, H. Landschützer, Kinetics of Esterification of Acetic Acid with Propyl Alcohol by Heterogeneous Catalysis, *Int. J. Chem. Kinet.*, vol. 28, no. 9, hal. 649–656, 1996.
- [14] A. Chalim, A. A. Wibowo, A. S. Suryandari, M. Syarifuddin, M. Tohir, Studi Kinetika Reaksi Metanolisis Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) Menggunakan Reaktor Batch Berpengaduk, *J. Tek. Kim. Ling.*, vol. 1, no. 1, hal. 28–34, 2017.
- [15] L. Laroche, N. Bekiaris, H. W. Andersen, M. Morari, The Curious Behavior of Homogeneous Azeotropic Distillation– Implications for Entrainer Selection, *AIChE J.*, vol. 38, no. 9, hal. 1309–1328, 1992.
- [16] A. C. Dimian, C. S. Bildea, *Chemical Process Design: Computer-Aided Case Studies*, Weinheim: Wiley-VCH, 2008.
- [17] K. Samant, I. Sinclair, G. Keady, Integrated Thermal and Hydraulic Analysis of Distillation Columns, the Twenty-fourth National Industrial Energy Technology Conference, Houston, April 2002.