

EVALUASI PEMISAHAN ISOAMIL ALKOHOL DARI HASIL BAWAH PROSES DISTILASI LUTTER WASER DENGAN DISTILASI BATCH

Ani Purwanti^{1*} dan Sumarni²

^{1,2}Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, IST AKPRIND Yogyakarta
Jl. Kalisahak No. 28, Kompleks Balapan, Yogyakarta 55222

*E-mail : ani4wanti@gmail.com

INTISARI

Lutter waser merupakan air bebas alkohol yang banyak mengandung minyak fusel. Campuran ini merupakan hasil samping proses pembuatan etanol. Minyak fusel banyak mengandung alkohol antara lain isoamil alkohol, n-amil alkohol, isobutanol, dan lain-lain. Isoamil alkohol sebagai salah satu senyawa dalam minyak fusel yang dapat dimanfaatkan dan bernilai ekonomi. Untuk itu perlu diupayakan bagaimana mendapatkan isoamil alkohol dari campuran alkohol yang terdapat di dalam minyak fusel. Salah satu alternatif proses untuk mendapatkan isoamil alkohol dari campuran tersebut adalah melalui proses distilasi secara batch. Dari proses distilasi awal, isoamil alkohol masih bercampur dengan alkohol yang lain, sehingga untuk mendapatkan isoamil alkohol sebagai senyawa yang lebih murni perlu dilakukan proses pemisahan lanjutan. Dalam proses distilasi batch perlu dilakukan evaluasi waktu untuk mencapai suhu konstan. Dalam penelitian ini dilakukan proses evaluasi pencapaian kondisi konstan pada proses distilasi pemurnian isoamil alkohol dengan kolom distilasi isian secara batch. Penelitian ini dijalankan dalam sebuah kolom distilasi yang berisi tumpukan bahan isian. Campuran isoamil alkohol yang belum murni dimasukkan dalam labu leher tiga yang dirangkai pada kolom distilasi. Bahan dipanaskan dalam kolom distilasi yang dijalankan dengan refluks total kemudian dilakukan pengamatan terhadap perubahan suhu yang terjadi dalam labu leher tiga dan suhu pada bagian puncak kolom untuk rentang waktu proses tertentu. Proses distilasi dilakukan dengan variasi tumpukan bahan isian yang digunakan dan variasi bentuk bahan isian (bentuk silinder dan bentuk bola pejal). Proses distilasi dilakukan sampai diperoleh kondisi operasi bagian atas kolom dan bagian reboiler konstan. Dari proses penelitian didapatkan hasil bahwa pemisahan menggunakan kolom distilasi berbahan isian kaca dapat memberikan hasil ketinggian tumpukan bahan isian yang direkomendasikan untuk proses pemisahan adalah setinggi 80 cm, dengan suhu bagian atas menara distilasi sebesar 104⁰C dan bagian kolom distilasi (reboiler) sebesar 97⁰C. Bentuk bahan isian yang digunakan mempengaruhi kondisi suhu kesetimbangan dalam proses distilasi, dimana dengan ketinggian tumpukan tertentu bahan isian dengan bentuk bola memberikan kondisi proses pemisahan yang lebih cepat mencapai suhu kesetimbangan tertentu (104⁰C) daripada proses yang dilakukan dengan bahan isian berbentuk silinder berongga.

Kata kunci : distilasi, isoamil alcohol, minyak fusel

1. PENDAHULUAN

Dalam proses pembuatan alkohol atau spiritus dari tetes atau molase menghasilkan hasil samping berupa minyak fusel (Susanty, 2002); Anantha, 2007). Apabila minyak fusel ini diperoleh dari bagian tengah kolom rektifikasi pada pembuatan alkohol, maka minyak akan bercampur dengan air dan menjadi limbah dengan nama *lutter waser*. Secara umum, kandungan limbah ini adalah isoamil alkohol, n-amil alkohol, serta senyawa alkohol yang lain. Dalam Ferreira *et al.* (2013) disebutkan bahwa minyak fusel mengandung isoamil alkohol (0,5570 b/b), air (0,1531 b/b), aktif amil alkohol (0,1207 b/b), ethanol (0,0866 b/b), isobutanol (0,0671 b/b), serta komponen yang lainnya seperti pentanol, butanol, propanol, dan metanol. Isoamil alkohol merupakan bahan yang mempunyai kegunaan yang luas, antara lain sebagai bahan baku pembuatan ester, bahan pemberi rasa, dan juga sebagai bahan baku pembuatan isoamilen (Ferreira *et al.*, 2013). Sedangkan Guvenc *et al.* (2007) memanfaatkan isoamil alkohol yang diperoleh dari minyak fusel untuk membuat isoamyl asetat dengan cara sintesis enzimatis. Terdapat pula penelitian yang mempelajari pembuatan ester dari isoamil alkohol murni tanpa mempelajari sintesis isoamil alkohol yang digunakan (Dormo *et al.*, 2004).

Selama ini, di Indonesia masih belum banyak pemanfaatan minyak fusel yang tercampur dalam *lutter waser*. Sedangkan dalam kondisi proses distilasi alkohol yang kurang stabil dapat

menghasilkan hasil samping *lutter waser* yang banyak sehingga jumlah isoamil alkohol yang ada semakin banyak pula. Sehingga sebagai alternatif perlu ada upaya untuk mengambil isoamil alkohol dari campuran tersebut. Pada pemurnian awal, senyawa isoamil alkohol masih bercampur dengan komponen yang lain. Sehingga untuk pemanfaatannya, komponen isoamil alkohol harus dimurnikan lebih lanjut.

Sampai saat ini belum banyak penelitian yang melakukan pemisahan isoamil alkohol dari hasil bawah proses distilasi *lutter waser*. Di dalam hasil bawah proses distilasi terdapat komponen isoamil alkohol yang masih tercampur dengan alkohol-alkohol yang lainnya. Proses pengambilan senyawa isoamil alkohol dari campurannya tersebut termasuk proses pemisahan komponen cair-cair, yaitu dengan proses distilasi. Menurut Sulaiman and Gasmelseed (2010) penanganan minyak fusel tidak sulit, pemisahannya dapat dilakukan menggunakan distilasi sederhana. Kolom atau menara yang digunakan tergantung dari sifat fisika dan kimia dari minyak fusel yang akan dipisahkan. Pemisahan komponen alkohol dengan jumlah besar dalam campuran dapat dipisahkan dengan cara distilasi. Desain menara pemisah dapat dilakukan menggunakan simulasi dengan program HYSYS.

Dari Ferreira *et al.* (2013), karena adanya air di dalam minyak fusel maka akan terbentuk campuran azeotrop heterogen antara air dan sebagian besar alkohol dengan berat molekul besar. Pemisahan campuran azeotrop heterogen akan lebih mudah daripada campuran azeotrop yang homogen, karena dapat memanfaatkan kesetimbangan cair-cair yang dapat terjadi dalam campuran tersebut. Isoamil alkohol dan air membentuk campuran azeotrop pada tekanan atmosfer dan suhu $95,1^{\circ}\text{C}$ dengan komposisi 50,4% w/w isoamil alkohol. Karena keberadaan komponen alkohol yang lainnya, maka komposisi dan kondisi azeotrop dari campuran dalam minyak fusel akan berubah dari kondisi tersebut.

Proses pemurnian senyawa isoamil alkohol dan campurannya dari *lutter waser* merupakan proses pemisahan komponen cair-cair, begitu juga dengan pemisahan isoamil alkohol dari komponen alkohol yang lain dimungkinkan dapat dilakukan dengan proses distilasi. Dalam penelitian ini akan dilakukan percobaan distilasi *batch* untuk mengevaluasi distilasi campuran yang diperoleh dari distilasi awal *lutter waser* menggunakan menara distilasi isian. Evaluasi juga dilakukan dengan memvariasikan tingginya tumpukan bahan isian yang digunakan dan juga variasi bentuk bahan isian yang digunakan untuk mendapatkan isoamil alkohol yang lebih murni.

Produk alkohol dan spiritus dengan bahan baku tetes merupakan produk lain yang dihasilkan pabrik gula. Pada proses pembentukan alkohol, kualitas alkohol yang dihasilkan terganggu oleh adanya minyak fusel sehingga harus dihilangkan pada fase rektifikasi. Walaupun penghilangan ini akan menyebabkan terbuangnya alkohol. Banyaknya minyak fusel yang dihasilkan dan komposisinya tergantung dari tipe dan metode persiapan bahan baku (biomassa) yang digunakan untuk fermentasi (Patil *et al.*, 2002).

Patil *et al.* (2002) menyebutkan bahwa minyak fusel dapat dijual, tetapi mempunyai batasan kandungan etanol di dalamnya, yaitu di bawah 5,25%. Jika etanol yang ada di dalamnya melebihi batas yang diijinkan, maka minyak fusel perlu dimurnikan terlebih dahulu. Minyak fusel yang dihasilkan dari kolom diekstrak dengan air selama 20 menit. Karena amil alkohol dan butil alkohol hanya sebagian larut dengan air, maka campuran ini membentuk dua lapisan. Lapisan atas yang terbentuk diambil sebagai minyak fusel mentah. Minyak fusel mentah ini kemudian dapat diolah dengan penambahan bahan kimia atau dengan distilasi untuk penghilangan kandungan air lebih lanjut dan pencucian etanol untuk dapat menghasilkan minyak fusel yang termurnikan. Penelitian tentang pengurangan kandungan air pada minyak fusel telah dilakukan oleh Guvenc *et al.* (2007). Percobaan dilakukan menggunakan material mikropori dan kemudian minyak fusel difraksinasi sehingga diperoleh isoamil alkohol dengan kadar 99,74% (v/v).

Pemurnian minyak fusel untuk memisahkan isoamil alkohol dalam minyak fusel telah dipelajari oleh Montoya *et al.* (2011). Kandungan isoamil alkohol dalam minyak fusel sebesar 80-90 persen berat. Dalam penelitiannya, proses simulasi melibatkan tiga tahapan langkah proses pemisahan. Tahap pertama adalah netralisasi asam organik yang terdapat dalam minyak fusel dengan natrium hidroksida berlebih. Tahap kedua adalah pemisahan alkohol dan air dari komponen fraksi berat. Pemisahan dilakukan dengan distilasi dengan kolom bertingkat untuk memisahkan komponen ringan di menara bagian atas dan komponen fraksi berat (suhu di atas 124°C pada 560 mmHg) pada bagian bawah kolom. Kondisi pemisahan yang ada terdiri dari 14 tingkat

kesetimbangan termasuk kondenser dan reboiler dan lokasi umpan masuk pada tingkat ke 8. Langkah ketiga adalah pemurnian isoamil alkohol menggunakan stripper. Isoamil alkohol dengan kemurnian 99,8% diperoleh dari menara bagian bawah. Penelitian dengan simulasi komputer untuk memurnikan minyak fusel yang lain dapat menghasilkan isoamil alkohol yang terambil sebanyak 99,63% dengan pengotor berupa aktif amil alkohol dan isomer isoamil alkohol (Ferreira *et al.*, 2013).

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan profil waktu yang diperlukan dalam proses distilasi batch untuk mencapai kondisi pemisahan pada suhu tertentu pada proses pengambilan isoamil alkohol dari residu proses distilasi *lutter waser*. Penelitian dilakukan dengan menggunakan variasi ketinggian tumpukan bahan isian dalam kolom distilasi dan menggunakan variasi bentuk bahan isian yang digunakan untuk dievaluasi pengaruhnya terhadap proses distilasi. Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk mencari alternatif pemanfaatan limbah cair minyak fusel yang masih mengandung isoamil alkohol dan juga memberikan manfaat bagi bidang keilmuan dalam proses pemisahan dengan cara distilasi.

2. METODOLOGI

Penelitian ini mengevaluasi proses pemisahan isoamil alkohol dari residu proses distilasi *lutter waser* sebagai bahan baku. Campuran bahan baku terdiri dari senyawa alkohol dan air dengan komposisi isoamil alkohol (21,99% vol.), n-amyl alkohol (3,70% vol.), isobutanol (0,46 % vol.), etanol (0,50% vol.), dan air (73,35 % vol.). Campuran bahan baku kemudian dilakukan proses pemisahan dengan distilasi sehingga diperoleh campuran isoamil alkohol dengan kadar yang lebih tinggi.

Proses distilasi *batch* ini dijalankan menggunakan menara distilasi kaca berukuran 4cm dengan bahan isian dari bahan kaca yang berbentuk selimut tabung dan berbentuk bola pejal. Bahan isian tersebut mempunyai *bulk density* masing-masing sebesar 43,16 gram/mL untuk bahan isian berbentuk silinder dan 118,56 gram/mL untuk bahan isian yang berbentuk bola. Dalam proses distilasi, untuk menguapkan campuran digunakan pemanas elektrik dan kondenser dengan pendingin air sebagai alat untuk mengembunkan hasil atas proses distilasi. Variabel yang dievaluasi dalam penelitian ini adalah ketinggian bahan isian dan juga bentuk bahan isian yang digunakan. Ketinggian bahan isian dalam kolom distilasi divariasikan sebesar 40cm, 60cm, 80cm, 100 cm, dan 120cm, sedangkan jenis (bentuk) bahan isian kaca yang digunakan (bentuk selimut tabung dan bentuk bola).

Campuran bahan baku yang merupakan residu proses distilasi limbah *lutter waser* sebanyak 200 mL dimasukkan ke dalam labu leher tiga untuk dilakukan proses distilasi. Untuk setiap proses distilasi, labu leher tiga yang dilengkapi pemanas listrik digunakan sebagai reboiler. Cairan kemudian dipanaskan, proses distilasi ini dilakukan pada kondisi refluks total. Setelah suhu atas dan bawah kolom distilasi konstan, kemudian dilakukan pencatatan suhu bagian atas dan bawah kolom distilasi. Kemudian dilakukan pengambilan distilat selama 5 menit dan kemudian setelah itu distilat dikembalikan lagi ke menara sampai tercapai suhu konstan. Proses dilakukan terus sampai waktu total pengambilan distilat selama 180 menit. Proses yang sama dilakukan untuk beberapa ketinggian kolom distilasi yang digunakan serta bentuk bahan isian yang berbeda. Data suhu distilat dan suhu residu pada proses distilasi selanjutnya dievaluasi profil suhu dalam berbagai variasi ketinggian kolom distilasi dan bentuk bahan isian yang digunakan.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam percobaan ini, diperoleh data profil suhu pada puncak menara distilasi dan suhu residu pada bagian bawah kolom distilasi. Dari data yang ada dapat hubungan antara waktu distilasi (proses pengambilan distilat) dengan kondisi suhu larutan di dalam reboiler dan suhu destilat pada berbagai variasi ketinggian kolom distilasi yang digunakan yaitu dengan ketinggian 40 cm, 60 cm, dan 80 cm, seperti dicantumkan pada Tabel 1 sebagai berikut. Sedangkan untuk profil suhu distilat dan residu proses distilasi dengan ketinggian kolom distilasi sebesar 100 cm dan 120cm terlihat pada Tabel 2 di bawah ini. Dari hasil penelitian yang tercantum dalam Tabel 1 terlihat bahwa semakin lama waktu distilasi maka suhu distilat maupun suhu larutan pada bagian bawah kolom distilasi semakin tinggi. Suhu maksimal yang dicapai pada distilat sebesar 104^oC dan suhu residu sebesar 97^oC. Untuk data suhu distilat maupun suhu residu untuk berbagai ketinggian kolom

mempunyai kecenderungan yang sama. Untuk seluruh data hasil percobaan dengan beberapa ketinggian bahan isian yang digunakan terlihat bahwa suhu larutan dalam reboiler lebih tinggi dibanding dengan suhu distilat pada puncak kolom distilasi. Hal tersebut dikarenakan komposisi di dalam reboiler berbeda dengan komposisi di bagian atas kolom distilasi, sehingga kondisi kesetimbangan yang terjadi di dalam reboiler berbeda dengan kondisi kesetimbangan di kolom distilasi bagian atas. Dari data percobaan untuk rentang tinggi tumpukan bahan isian sebesar 40 cm sampai dengan 80 cm, semakin singkat waktu yang diperlukan untuk mencapai suhu kesetimbangan 104^oC.

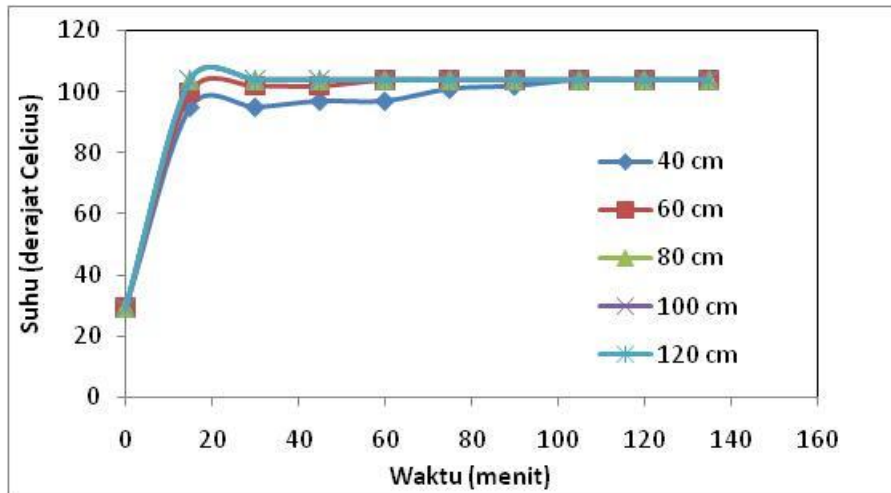
Tabel 1. Hubungan antara Waktu dan Suhu dalam Proses Pemurnian Isoamil Alkohol dengan Distilasi menggunakan Variasi Ketinggian Tumpukan Bahan Isian

No.	Waktu, menit	Ketinggian Tumpukan 40 cm		Ketinggian Tumpukan 60 cm		Ketinggian Tumpukan 80 cm	
		Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak Kolom (°C)	Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak Kolom (°C)	Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak Kolom (°C)
1.	0	29	29	29	29	29	29
2.	15	95	93	100	93	104	95
3.	30	95	93	102	94	104	97
4.	45	97	94	104	94	104	97
5.	60	97	95	104	95	104	97
6.	75	101	95	104	95	104	97
7.	90	102	95	104	97	104	97
8.	105	104	97	104	97	104	97
9.	120	104	97	104	97	104	97
10.	135	104	97	104	97	104	97

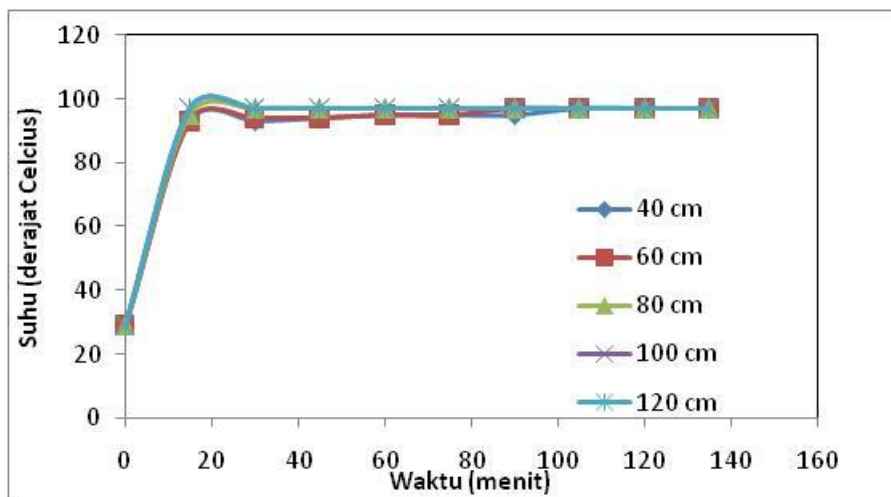
Tabel 2. Hubungan antara Waktu dan Suhu dalam Proses Distilasi Pemurnian Isoamil Alkohol dengan menggunakan Ketinggian Tumpukan Bahan 100 cm dan 120 cm

No.	Waktu, menit	Ketinggian Tumpukan 100 cm		Ketinggian Tumpukan 120 cm	
		Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak Kolom (°C)	Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak Kolom (°C)
1.	0	29	29	29	29
2.	15	104	97	104	97
3.	30	104	97	104	97
4.	45	104	97	104	97
5.	60	104	97	104	97
6.	75	104	97	104	97
7.	90	104	97	104	97
8.	105	104	97	104	97
9.	120	104	97	104	97
10.	135	104	97	104	97

Dari Tabel 1 dan Tabel 3, terlihat bahwa kenaikan ketinggian tumpukan bahan isian dari 80 cm, 100 cm, dan 120 cm tidak memberikan perubahan lamanya waktu yang diperlukan untuk mencapai suhu kesetimbangan 104^oC. Pada proses distilasi yang menggunakan refluks total, maka semakin tinggi tumpukan bahan isian yang digunakan maka semakin tinggi suhu kesetimbangan yang dicapai pada reboiler maupun suhu distilat yang berada di atas kolom. Profil suhu sebagai fungsi waktu distilasi dan ketinggian tumpukan bahan isian yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2. Waktu yang diperlukan untuk mencapai kondisi kesetimbangan untuk masing-masing proses mempunyai korelasi dengan ketinggian kolom bahan isian yang digunakan.



Gambar 1. Grafik Hubungan antara Suhu Larutan di Reboiler pada Proses Distilasi pada Variasi Tinggi Bahan Isian

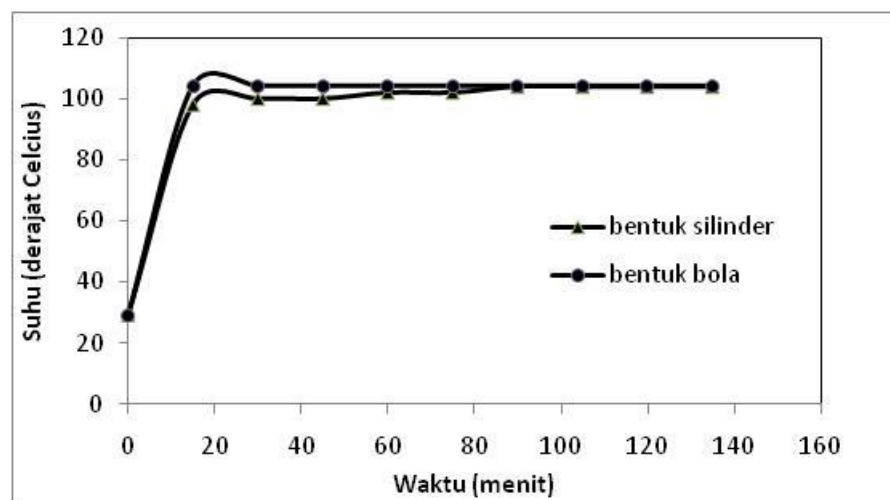


Gambar 2. Hubungan antara Suhu Larutan di Puncak Kolom Distilasi pada berbagai Ketinggian Tumpukan Bahan Isian

Dari percobaan distilasi dengan menggunakan variasi jenis bahan isian yang dipakai memberikan hasil suhu distilat maupun suhu residu yang berbeda pada ketinggian tumpukan bahan isian yang sama. Suhu kesetimbangan yang dicapai pada proses distilasi menggunakan bahan isian bola lebih tinggi dibandingkan dengan suhu kesetimbangan yang dicapai pada proses menggunakan bahan isian bentuk silinder berongga. Suhu kesetimbangan pada distilat dan residu pada proses distilasi dengan bahan isian bentuk bola tercapai dengan waktu lebih singkat daripada yang lainnya. Profil suhu distilat dipuncak menara dan suhu residu di dalam reboiler sebagai fungsi waktu distilasi *batch* dalam proses pemurnian isoamil alkohol dengan melihat pengaruh jenis bahan isian yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 3 seperti tercantum di bawah ini.

Tabel 3. Data Suhu Residu dan Distilat dalam Proses Distilasi Pemurnian Isoamil Alkohol menggunakan Bahan Isian

No.	Waktu, menit	Ketinggian Tumpukan Bahan Isian 60 cm				Ketinggian Tumpukan Bahan Isian 80 cm			
		Bentuk Bahan Isian Silinder		Bentuk Bahan Isian Bola		Bentuk Bahan Isian Silinder		Bentuk Bahan Isian Bola	
		Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak (°C)	Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak (°C)	Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak (°C)	Suhu Reboiler (°C)	Suhu Puncak (°C)
1.	0	29	29	29	29	29	29	29	29
2.	15	96	90	100	93	98	93	104	95
3.	30	99	92	102	94	100	94	104	97
4.	45	100	92	104	94	100	95	104	97
5.	60	102	93	104	95	102	95	104	97
6.	75	102	93	104	95	102	95	104	97
7.	90	102	95	104	97	104	95	104	97
8.	105	104	95	104	97	104	97	104	97
9.	120	104	97	104	97	104	97	104	97
10.	135	104	97	104	97	104	97	104	97



Gambar 2. Hubungan antara Suhu Larutan di Puncak Kolom Distilasi pada berbagai Ketinggian Tumpukan Bahan Isian

4. KESIMPULAN

1. Pemisahan menggunakan kolom distilasi berbahan isian kaca dapat memberikan hasil ketinggian tumpukan bahan isian yang direkomendasikan untuk proses pemisahan adalah setinggi 80 cm, dengan suhu bagian atas menara distilasi sebesar 104⁰C dan bagian kolom distilasi (reboiler) sebesar 97⁰C.
2. Bentuk bahan isian yang digunakan mempengaruhi kondisi suhu kesetimbangan dalam proses distilasi, dimana dengan ketinggian tumpukan tertentu bahan isian dengan bentuk bola memberikan kondisi proses pemisahan yang lebih cepat mencapai suhu kesetimbangan tertentu (104⁰C) daripada proses yang dilakukan dengan bahan isian berbentuk silinder berongga.

DAFTAR PUSTAKA

- Anantha, F., 2007, *Proses Pengolahan Limbah di PG. Madukismo Yogyakarta*, Program Studi Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Katolik Soegijapranata, Semarang.
- Dormo, N., Belafi-Bako, K., Bartha, L., Ehrenstein, U., and Gubicza, L., 2004, *Manufacture of an Environmental-safe Biolubricant from Fusel Oil by Enzymatic Esterification in Solvent-free System*, *Biochem. Eng. J.*, 21,229.

- Ferreira, M.C., Meirelles, A.J.A., and Batista, E.A.C., 2013, *Study of the Fusel Oil Distillation Process*, *Ind.Eng.Chem.Res.*, 52, 2336 – 2351.
- Guvenc, A., Kapucu, N., Kapucu, H., Aydogan, O., and Mehmetoglu, U., 2007, *Enzymatic Esterification of Isoamyl Alcohol obtained from Fusel Oil: Optimization by Response Surface Methodology*, *Enzyme and Microbial Technology*, 40, 778–785.
- Montoya, N.R., Cordoba, F.P., Trujillo, C.A., Gil, I.D., Rodriguez, G., 2011, *Fusel Oil Separation*, Proceeding of 11 AIChE Annual Meeting, Minneapolis, October 2011.
- Patil, A.G., Koolwal, S.M., Butala, H.D., 2002, *Fusel oil: Composition, Removal, and Potential Utilization*, *Int Sugar J*, 104(1238):51–8.
- Sulaiman, A.K. and Gasmelseed, G.A., 2010, *Design of Fusel Oil Separation Column using HYSYS Program*, *Sudan Engineering Society Journal*, Volume 56 No. 54., 53-60.
- Susanty, I., 2002, *Unjuk Kerja Distilasi Alkohol mengandung Fusel Oil pada Menara Distilasi Packed Tower*, *Laboratorium Teknologi Minyak Bumi, Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.*