

PEMBUATAN ALAT DISTILASI FRAKSINASI MINYAK DAUN CENGKEH

Sukarsono dan Imam Dahroni

P3TM - BATAN

ABSTRAK

PEMBUATAN ALAT DISTILASI FRAKSINASI MINYAK DAUN CENGKEH. Telah dirancang dan dibuat peralatan distilasi fraksinasi kapasitas 40 liter untuk memisahkan komponen-komponen yang ada dalam minyak daun cengkeh. Minyak daun cengkeh dipisahkan komponen-komponennya yaitu eugenol, caryofilen dan eugenol asetat dengan distilasi fraksinasi. Peralatan pokok distilasi fraksinasi terdiri dari labu penguap, kolom distilasi fraksinasi, penukar panas, unit vakum, burner pemanas. Minyak daun cengkeh diuapkan dalam labu penguap dengan perpindahan panas melalui pipa spiral dan jaket pemanas minyak pemanas yang sebelumnya dipanaskan dengan "burner"/ pemanas. Uap minyak daun cengkeh masuk kolom dan beresimbang secara bertingkat dengan minyak cair yang kembali dari refluk. Uap keluar kolom diembunkan oleh kondensor kemudian sebagian dikembalikan ke dalam kolom. Dari perhitungan perancangan maka dibuat labu penguap berukuran tinggi 65 cm dan diameter 40 cm dengan luas permukaan perpindahan panas dalam spiral dan jaket masing-masing sebesar 2054 cm² dan 5025 cm² yang kelebihan 19,4 dan 9,3% dari luas menurut perhitungan. Kolom fraksinasi yang diisi dengan bahan isian (packing) diletakkan diatas labu distilasi, dibuat setinggi 1,61 m diameter 10 cm. Alat pertukaran panas yang berfungsi sebagai kondensor dibuat diameter shell 30 cm, panjang 100 cm menggunakan diameter pipa 33 mm dan sebanyak 10 batang yang diatur segi empat. Tungku burner digunakan untuk tempat membakar minyak bakar dan panasnya diambil oleh minyak pemanas Unit vakum terdiri dari tangki vakum yang divakumkan oleh pompa vakum, untuk membuat kolom mempunyai tekanan tertentu. Hasil produk distilasi fraksinasi dengan kondisi vakum 15 mm Hg dan perbandingan refluk = 1 pada alat skala laboratorium dapat dihasilkan eugenol 99%.

ABSTRACT

PREPARATION OF DISTILLATION FRACTIONATION APPARATUS FOR LEAF CLOVE OIL. Distillation fractionation apparatus of 40 liters capacity for the separation of leaf clove oil components was designed and built. The separated component of clove leaf oil such as: eugenol, caryophyllene and eugenol acetate was separated using the fractionation distillation process. The main apparatus for distillation fractionation were evaporation vessel, fractionation column, heat exchanger, vacuum unit, and burnery heater. The oil was evaporated in evaporation vessel by heat transfer using coil and jacket heater. The vapour enters the column and in equilibrium with the liquid of leaf glove oil which was returned by the reflux. The vapour oil out in the top of column was condensed by the condensor than a part of which was returnrd to the column. Using the design calculation was made evaporation vessel size 65 cm of high and 40 cm inn diameter and surface heat transfer of coil and jackets were 2054 cm² and 5025 cm² each 19,4 and 9,3% excess from calculation design. Fractionation column was filled by packing, put on the vessel, was built by size 161 cm high, 10 cm in diameter. Heat transfer which functions as a condenser was made in 30 cm shell diameter, length 100 cm and 33 cm in diameter. Pipes 10 cm in diameter was arranged in square pit. Burner was used for burning oil to supply heat for vaporize the clove oil. Vacuum unit was a vessel connected by vacuum pump, so the column has lower pressure to distillation. Process production using laboratory scale of fractionation distillation at 15 mmHg pressure and reflux ratio = 1, can be produced eugenol 99%

PENDAHULUAN

Hasil tanaman cengkeh di Indonesia yang banyak dimanfaatkan adalah bunganya,

yang digunakan sebagai bahan tambahan di pabrik rokok. Gagang dan daun cengkeh di areal perkebunan cengkeh masih banyak yang belum

dimanfaatkan padahal daun dan gagang cengkeh dapat diambil minyaknya dengan cara penyulingan. Minyak daun cengkeh yang dihasilkan kira-kira adalah 2,5 % dari berat daun kering. Potensi minyak daun cengkeh di Indonesia sangat besar tetapi dibiarkan membusuk tanpa dimanfaatkan [1].

Minyak daun cengkeh dihasilkan dari penyulingan daun cengkeh melalui beberapa cara penyulingan yaitu penyulingan dengan air, penyulingan air dan uap dan penyulingan uap. Kualitas hasil penyulingan tergantung dari cara penyulingan dan alat yang digunakan. Penyulingan uap menghasilkan minyak cengkeh dengan komposisi eugenol yang lebih baik dari pada menggunakan cara penyulingan uap-air atau penyulingan air. Demikian juga rendemen hasil minyak yang diperoleh, dengan penyulingan uap jenuh mempunyai rendemen yang lebih besar.

Komposisi utama minyak cengkeh adalah eugenol, eugenol asetat dan caryofilen. Komposisi minyak yang dapat diperoleh dari penyulingan daun cengkeh adalah : eugenol 36-85%, eugenol asetat 11-21% dan caryofilen 5-13%. Senyawa lain yang ada dalam jumlah kecil adalah α dan β Hmulen, α Cubenene, methyl benzoate, dll [1,2,3]. Titik didih dari yang paling ringan dari ke 3 komponen terbesar adalah caryofilen, eugenol dan eugenol asetat. Isoeugenol, isomer eugenol yang juga ada dalam jumlah sedikit, titik didihnya sedikit diatas eugenol. Dengan mengetahui data tersebut maka apabila dilakukan distilasi fraksinasi terhadap minyak cengkeh, yang menguap dahulu adalah caryofilen, diikuti oleh eugenol dan yang sebagai hasil bawah yang masih tertinggal dalam labu adalah eugenol asetat. Warna hitam dari eugenol asetat juga masih tertinggal dalam labu sehingga filtrat berwarna jernih.

Kualitas minyak yang dihasilkan dari alat yang menggunakan baja nirkarat (*stainless steel*)” atau besi biasa juga sangat berbeda. Alat yang menggunakan besi biasa menghasilkan minyak yang hitam karena eugenol mengikat besi menjadi besi eugenol yang berwarna hitam. Tetapi alat baja nirkarat harganya 3 kali dari yang dari besi biasa, sehingga kebanyakan alat penyuling masih menggunakan besi biasa^(4,5,6,7).

Eugenol yang merupakan komponen terbesar dari minyak cengkeh, merupakan bahan yang berharga, dipakai untuk obat-obatan, bahan baku vanilin sintesis dll. Pemisahan eugenol dari senyawa lain dapat meningkatkan nilai tambah dari minyak daun cengkeh tsb. Pengembangan

pemanfaatan daun cengkeh dan disertai dengan pemisahan lebih lanjut menjadi eugenol dapat memperbanyak senyawa yang dihasilkan dari minyak daun cengkeh dan menaikkan nilai tambah dari minyak daun cengkeh [2,3,5,6,7,8].

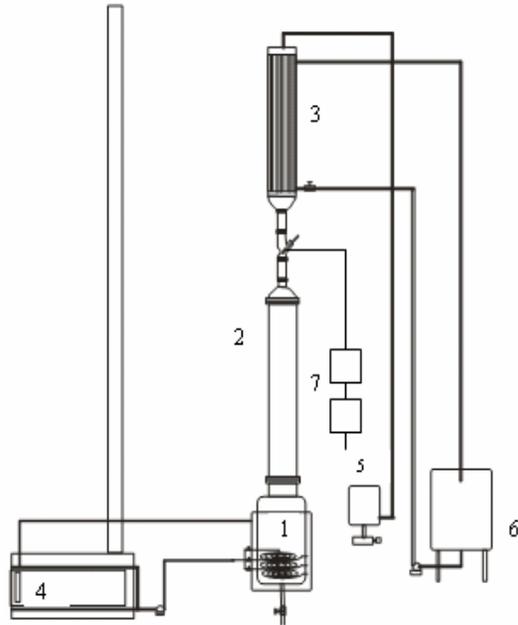
Kegiatan pemisahan komponen-komponen minyak atsiri dapat dilakukan dengan kolom distilasi fraksinasi. Prinsip pemisahan yang dilakukan adalah perbedaan tekanan uap dari masing-masing komponen yang menyebabkan perbedaan titik didih. Distilasi fraksinasi dapat dilakukan untuk memisahkan komponen-komponen minyak cengkeh [1]. Unit-unit distilasi fraksinasi terdiri dari labu penguap dengan pemanas minyak yang dilengkapi dengan burner sebagai sumber panas menguapkan minyak cair menjadi uap, kolom fraksinasi untuk pemisahan fraksi-fraksi minyak cengkeh, penukar panas untuk mengembunkan destilat dan unit vakum untuk memvakumkan kolom.

Dalam fraksinasi vakum ini digunakan bahan isian, pelat berlubang (*perforated plate*) yang berguna sebagai tempat terjadinya keseimbangan uap-cair yang berulang-ulang. [1,9]. Dengan alat tersebut dapat diperoleh komponen murni dari masing-masing komponen yang ada dalam minyak. Dalam keadaan vakum, titik didih yang tinggi dapat diturunkan sehingga kemungkinan terjadinya dekomposisi oleh panas dapat dihindarkan [1,9,10]. Distilasi fraksinasi dilengkapi dengan unit refluks yang digunakan untuk meningkatkan mutu/kemurnian fraksi yang diperoleh⁽⁹⁾. Dalam distilasi fraksinasi ini juga tidak digunakan tambahan bahan lain misalnya solven atau gas [1,9].

Labu penguap dalam keseluruhan unit distilasi fraksinasi berguna untuk menguapkan minyak cengkeh dalam labu menjadi uap, yang kemudian uap tersebut akan membuat kesetimbangan dengan cairan dari kondensor dalam kolom fraksinasi sehingga terjadi pemisahan fraksi-fraksi minyak cengkeh. Penguapan berlangsung secara kontinyu karena dalam waktu yang bersamaan labu penguapan ini menerima cairan dari kolom fraksinasi diatasnya. Komposisinya fraksi-fraksi dalam labu juga mengalami perubahan yang mengarah kepada semakin banyaknya fraksi berat karena fraksi ringan berangsur-angsur keluar lewat hasil distilat.

Perancangan ini akan menentukan spesifikasi teknis dari alat labu penguap kolom fraksinasi, penukar panas dari keseluruhan distilasi fraksinasi minyak cengkeh berdasar perhitungan-perhitungan teknis fenomena

penguapan, pertukaran panas, aliran fluida dan sebagainya. Berdasar pengetahuan tentang peralatan perpindahan panas, dirancang bentuk alat perpindahan panas yang memberikan panas dari media pemanas berupa minyak pemanas kepada minyak cengkeh untuk menguap dari cair ke uap.



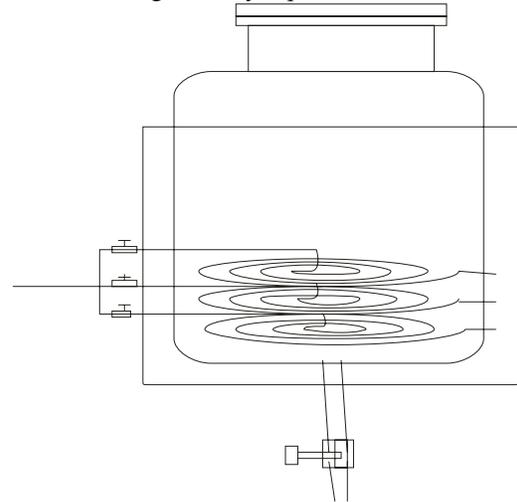
KETERANGAN

1. Labu distilasi/reboiler
2. Kolom Fraksinasi
3. Penukar Panas
4. Tungku Pemanas Burner
5. Unit Vakum
6. Tangki Pendingin

Gambar 1. Peralatan Distilasi Fraksinasi

Sumber panas dalam penguapan ini adalah aliran minyak pemanas yang sebelumnya mengambil panas pembakaran minyak tanah di tungku yang dilengkapi burner. Minyak pemanas dari furnace dibagi menjadi 3 aliran dan menyerahkan panasnya dalam spiral "pancake" berjumlah 3 buah yang alirannya paralel. Setelah menyerahkan panasnya dalam spiral, minyak pemanas dimasukkan dalam jaket pemanas disekeliling labu. Di dalam labu terjadi penyerahan panas dari minyak pemanas kepada minyak cengkeh, diharapkan pengurangan suhu minyak pemanas sebesar-besarnya sebelum dikembalikan ke furnace untuk mengambil panas dari pembakaran minyak tanah. Dalam spiral

pancake, perhitungan panas berdasarkan perhitungan aliran minyak dalam pipa lurus dan dikoreksi dengan adanya spiral tersebut.



Gambar 2. Labu penguap dalam distilasi fraksinasi

Perhitungan koefisien perpindahan panas permukaan dalam (h_i) aliran pipa lurus menurut Kern[12] untuk aliran laminer menggunakan persamaan :

$$h_i D \frac{h_i D}{k} = 1,86 \left(\frac{4W_c}{\pi k L} \right)^{1/2} \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14} \quad (1)$$

Persamaan untuk turbulen

$$\frac{h_i D}{k} = 0,027 \left(\frac{DG}{\mu} \right)^{0,8} \left(\frac{c\mu}{k} \right)^{0,8} \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14} \quad (2)$$

dengan h_i : koefisien perpindahan massa konveksi, D: diameter, k :koefisien perpindahan massa konduksi, G: fluks aliran massa, μ : viskositas, μ_w : viskositas sekitar dinding, c: kapasitas panas. Kedua persamaan ini sudah digambar dalam bentuk grafik [12]

Aliran dalam jaket dan spiral dalam tangki dibedakan dengan apakah tangki berpengaduk atau tidak. Untuk tangki tanpa pengaduk perpindahan panas luar pipa dari pipa spiral ke air berlangsung secara konveksi bebas. Menurut Kern [12], perhitungan koefisien perpindahan panas luar pipa menggunakan persamaan konveksi bebas tanpa pengadukan.

$$h_c = \left(\left(\frac{k_f^3 \rho_f^2 c_f \beta}{\mu_f} \right) \left(\frac{\Delta t_f}{d_o} \right) \right)^{0,25} \quad (3)$$

Koefisien perpindahan panas luar (h_o) untuk pemanas jaket menurut Kern pada pemanasan menggunakan uap yang mengembun besarnya $h_o = 175 \text{ btu/ft}^2 \text{ jam}$ untuk tangki dari baja dan $200 \text{ btu/ft}^2 \text{ jam}$ untuk tembaga. Harga koefisien perpindahan panas total pemanasan/ pendinginan untuk air ke air adalah $100 \text{ Btu btu/ft}^2 \text{ jam}$. Untuk pemanasan dan pendinginan menggunakan bahan organik besarnya U_c besarnya diantara $75\text{-}80 \text{ btu/ft}^2 \text{ jam}$ untuk cairan yang sifatnya dekat dengan air.

Koefisien perpindahan pipa luar untuk pemanas jaket dengan tangki perpengaduk digunakan persamaan

$$\frac{h_i D}{k} = 0,36 \left(\frac{L^2 N \rho}{\mu} \right)^{2/3} \left(\frac{c\mu}{k} \right)^{1/2} \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14} \quad (4)$$

Dan untuk pemanas pipa spiral

$$\frac{h_i D}{k} = 0,87 \left(\frac{L^2 N \rho}{\mu} \right)^{2/3} \left(\frac{c\mu}{k} \right)^{1/2} \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14} \quad (5)$$

Menurut Kern [12] kedua persamaan dapat digambar dengan Fig 20-2 pada buku tersebut

Data kapasitas panas C_p eugenol besarnya $343,2 \text{ J/mol}^\circ\text{K}$ (293 K) atau $2090 \text{ J/kg}^\circ\text{K}$. Hubungan antara titik didih dengan tekanan dapat dilihat dalam Tabel 1.

Tabel 1. Hubungan titik didih ($^\circ\text{C}$) dan tekanan (mm Hg) eugenol dan eugenol asetat

	1	5	10	20	40	60	100	200	400	760
eugenol	78,4	108,1	123	138,7	155,8	167,3	182,2	204,7	228,3	253,5
Eu asetat	101,6	132,3	148	164,2	183	194	209	232,5	257,4	282

Dengan menggunakan teori dan data diatas, ditambah dengan data berdasarkan asumsi, dihitung koefisien perpindahan panas dalam dan luar pipa pada pemanas spiral serta pada sisi pemanas minyak dan sisi minyak cengkeh dalam pemanas jaket. Kemudian dihitung koefisien perpindahan panas total pada keadaan masih baru dengan menggunakan rumus

$$U_c = \frac{h_o h_{i_o}}{h_i + h_{i_o}} \quad (6)$$

Setelah diperoleh koefisien perpindahan panas baru diperkirakan koefisien perpindahan panas dengan koreksi faktor kekotoran U_d .

$$U_d = \frac{U_c h_d}{U_c + h_d} \quad (7)$$

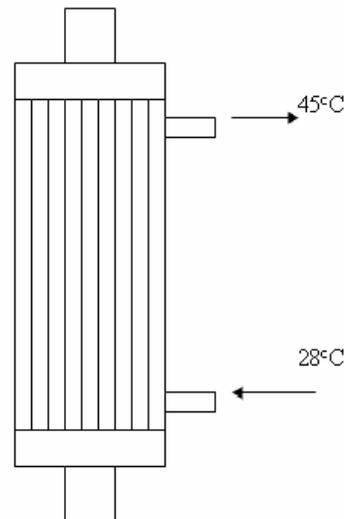
Setelah diperoleh U_d dapat dihitung kebutuhan luas untuk spiral dan jaket.

$$A = \frac{Q}{U_d LMTD} \quad (8)$$

Metode perhitungan kolom fraksinasi dengan menentukan tinggi dan diameter kolom fraksinasi menggunakan teori yang ada dan kemudian menentukan luas perpindahan panas dalam alat pertukaran panas.

Bahan isian yang digunakan dalam kolom distilasi fraksinasi dapat berupa potongan silinder kaca, rasching ring, atau bentuk yang lain. Masing-masing isian mempunyai nilai karakteristik tertentu. Misalnya untuk rasching ring $\frac{1}{2}$ in menurut Hardjono [13] batas fluk aliran fase cair adalah $300\text{-}8.600 \text{ lb/j sq ft}$.

Untuk alat perpindahan panas, yang digunakan HE 1,1 artinya 1 pas (aliran) untuk pendingin dalam shell dan 1 pas untuk yang didinginkan.



Gambar 3. Skema Alat Perpindahan Panas

Uap dalam pipa didinginkan oleh air yang ada dalam pendingin, sehingga mengembun dan jatuh kembali ke bawah berupa cairan. Jadi dalam pipa terdapat embunan sehingga harga koefisien panas dalam pipa dapat dianggap sebesar 100. Menurut Kern [12], untuk aliran yang ada di dalam shell digunakan Figr 28 dari buku tersebut. Dengan terlebih dulu menghitung bilangan Reynoldnya. Persamaan yang berlaku dalam shell adalah:

$$\frac{h_i D_i}{k} = 0,036 \left(\frac{DG}{\mu} \right)^{0,55} \left(\frac{c\mu}{k} \right)^{1/2} \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14} \quad (9)$$

Dengan h_i : koefisien perpindahan massa konveksi, D: Diameter, k: Koefisien perpindahan massa konduksi, G: fluks aliran massa, μ : viskositas, μ_w : viskositas sekitar dinding, c: kapasitas panas.

PERHITUNGAN DAN PEMBAHASAN

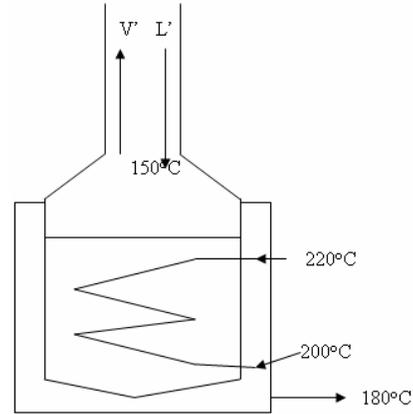
Unit peralatan distilasi fraksinasi yang dibuat untuk mengisolasi komponen-komponen dalam minyak daun cengkeh adalah sebagai berikut.

1. Labu umpan distilasi “reboiler”.

Labu ini tempat memasukan umpan pertama kali, dan tempat menguapkan minyak daun cengkeh. Labu dilengkapi dengan jaket pemanas yang terdapat minyak pemanas yang memanaskan minyak cengkeh dalam labu sehingga mendidih dan menguap. Minyak pemanas dari burner dialirkan melalui pipa spiral yang berada dalam labu, dan kemudian dialirkan ke jaket pemanas untuk kemudian disirkulasi kedalam burner lagi. Dengan demikian, minyak pemanas menyerap panas dari pemanasan bahan bakar di burner dan kemudian di dalam labu menyerahkan panasnya ke minyak cengkeh dan menguapkan minyak cengkeh sehingga terjadi proses distilasi fraksinasi.

Hasil distilat D direncanakan 10 lt/jam, bila harga refluks dipakai $L_o/D = 1$ maka aliran fasa cair yang direfluk = 10 l/jam = 23,54 lb/jam. Cairan yang harus diuapkan = $L_o + D$ atau $2 \times 23,54 = 47,08$ lb/jam.

Tugas reboiler adalah untuk menguapkan minyak cengkeh dengan kecepatan 47,08 lb/jam, suhu didih pada tekanan 15 cm Hg adalah 150 °C, maka panas penguapan didekati dengan ΔH_v air = 700 btu/lb, ΔH_v etyl Alk = 240 btu/lb, ΔH_v propil alkohol = 260 btu/lb (Fig 12 Kern). Diasumsikan, ΔH_v eugenol = 390 Btu/lb, ΔH_v Eugenol asetat = 350 Btu/lb dan ΔH_v minyak cengkeh = 400 Btu/lb. Panas yang diperlukan untuk menguapkan minyak cengkeh $V = 47$ lb/jam, Panas penguapan diperlukan = $47 \times 400 = 18.800$ Btu/jam.



Gambar 4. Skema Penguapan minyak daun cengkeh

Dalam labu penguapan ini minyak cengkeh menguap karena dipanaskan oleh aliran minyak pemanas yang mengalir dalam pipa spiral. Setelah melalui spiral pipa kemudian dimasukkan dalam jaket disekeliling labu. Di dalam jaket pemanas ini juga terjadi perpindahan panas dari jaket pemanas ke minyak cengkeh yang ada dalam labu. Perhitungan perpindahan panas dihitung melalui dua tempat yaitu spiral dan jaket. Diharapkan terjadi penurunan panas yang cukup besar sehingga pertukaran panas menghasilkan jumlah uap yang lebih besar.

Diambil suhu labu rata-rata adalah 150 °C yaitu suhu didih eugenol pada tekanan 15 mm Hg, suhu minyak pemanas masuk dari burner 220°C dan setelah menurunkan panas akan turun suhunya 20°C menjadi kira-kira 200°C, kemudian masuk jaket pemanas. Dalam jaket pemanas minyak pemanas turun suhunya sehingga suhu keluar 85°C atau 35°C lebih besar dari suhu yang dipanaskan yaitu 150°C.

Minyak cengkeh diluar pipa spiral

Menurut Kern [12], koefisien perpindahan panas pada pipa spiral luar dapat dihitung menggunakan persamaan koefisien perpindahan panas konveksi bebas tanpa pengadukan yaitu persamaan 10-14

$$h_c = \left(\left(\frac{k_f^3 \rho_f^2 c_f \beta}{\mu_f} \right) \left(\frac{\Delta t_f}{d_o} \right) \right)^{0,25} \quad (10)$$

Suhu t_f adalah 150°C atau 302°F. Harga besaran untuk k_f ~ alcohol = 0,097 Btu/jam ft² (°F/ft), $\rho_f = 1,026 \times 20,44 = 20,971$ lb/cuft, c_f ~ kamil alk = 0,75 btu/lb °F, μ_f ~ ethil alk = 0,015

$c_p = 0,015 \times 2,54 = 0,038$ lb/ft jam, $\Delta t_f = 210 - 150 = 60^\circ\text{C} = 108^\circ\text{F}$, $d_o = 0,84$ in, maka $h_c = ((0,97^3 \times 20,971^{2 \times 0,75} \times 1/0,038)(108/0,84))^{0,25} = 31,76$ Btu/j ft² °F. Maka $h_o = 31,76$ btu/ft² jam. Koefisien perpindahan pipa spiral sebelah luar adalah 31,76 btu/ft² jam.

Minyak pemanas mengalir dalam pipa spiral

Minyak pemanas mengalir dalam pipa spiral. Misalnya minyak pemanas keluar pipa spiral dan masuk jaket adalah 200°C , minyak keluar Minyak pemanas menyerahkan panasnya dari suhu 220°C ke 200°C . Perhitungan koefisien perpindahan panas dianggap dulu sebagai aliran dalam pipa lurus. Suhu rata-rata aliran $T_{av} = (220 + 200)/2 = 110^\circ\text{C} = 365^\circ\text{F}$. Kapasitas panas (C_p) minyak pemanas = 0,64 Btu/lb dan beban panas yang harus dipindahkan untuk menguapkan adalah $Q = 18.800$ btu/jam, maka jumlah minyak pemanas yang terdiri dari beban panas yang dipindahkan dalam spiral = Q_1 dan beban perpindahan panas dalam jaket pemanas Q_2 . Harga $Q_1 + Q_2$ sama dengan Q yaitu 18.800 btu/jam. Misalnya panas yang harus diserahkan di oil adalah separuh dari Q total atau $0,5 \times 18.800$ btu/jam = 9.400 btu/jam. Minyak pemanas yang harus dialirkan adalah $M = Q_1/c_p \Delta t = 9.400/0,64/18 = 386,513$ lb/jam = 175.68 kg/jam. LMTD = $((220-150)-(200-150))/\ln((220-150)/(200-150)) = 20 / 0,3364 = 59,54^\circ\text{C} = 107,17^\circ\text{C}$. Luas penampang $A' = 3,14 \times 0,134^2 = 0,05638$ ft².

Mass $G_1 = W/at = 386,513$ lb/jam / 0,05638 ft² = 6855,8 lb/j ft², viskositas minyak pemanas $\mu = 2,3/100 \times 2,423 = 0,0556$ lb/ft j. Diameter pipa spiral $D = 1,61$ in = 0,13416 ft. $Re = D G_1/\mu = 0,13416 \times 6855,8 / 0,0556 = 16.522$

Dengan menggunakan Fig 24 diperoleh harga $j_H = 70$. Dari Fig 16 $k (c\mu/k)^{1/3} = 3,5$, $h_i = j k / D (c\mu/k)^{2/3} (\mu/\mu_w)^{0,14} = 70 (0,35)/0,134 = 182,83$. Koefisien perpindahan panas dalam pipa $h_i = 182,83$ btu/ft² jam. Untuk pipa dengan $d_o = 1,9$ in, maka koefisien perpindahan panas dalam pipa dikoreksi untuk diluar pipa adalah $h_{io} = h_i \times ID/OD = 182,83 \times (0,134/0,158) = 150,43$ btu/ft² jam

Koefisien perpindahan panas keseluruhan pada waktu alat baru adalah U_c

$$U_c = \frac{h_o h_{io}}{h_o + h_{io}} = \frac{31,76 \times 150,43}{31,76 + 150,43} = 91,72 \text{ btu/ft}^2 \text{ jam}$$

Kalau faktor koreksi untuk alat lama dan baru $R_d = 0,01$, maka $h_d = 1/0,01 = 100$ Maka koefisien perpindahan panas terkoreksi lama adalah

$$U_d = \frac{U_c h_d}{U_c + h_d} = \frac{91,72 \times 100}{91,72 + 100} = 47,84 \text{ btu/ft}^2 \text{ jam}$$

Perhitungan luas perpindahan panas $A = Q/U_d/LMTD$

Luas perpindahan panas yang dibutuhkan adalah $A = 9.400 / (47,84)(107,17) = 1,833$ ft² = 1720 cm²

$D = 18$ mm = 0,71 in = nominal 1/2 in, $OD = 0,84/12 = 0,07$ ft, $ID = 0,622/12 = 0,0513$. Pipa yang digunakan, panjang 450 cm. Maka luas perpindahan panas = 2054 cm². Dibandingkan dengan luas menurut perhitungan, ada kelebihan 19,4%.

Perhitungan Pemanasan oleh Jaket pemanas.

Minyak pemanas dalam Jaket turun dari 200°C ke 185°C atau $15^\circ\text{C} = 27^\circ\text{F}$

Menurut Kern [12] harga koefisien perpindahan panas total pemanasan/pendinginan untuk air ke air adalah 100 Btu btu/ft² jam. Untuk pemanasan menggunakan uap yang mengembun besarnya $h_o = 175$ untuk tangki dari baja. Karena ini terjadi penguapan di dalam tangki, diasumsikan U_c besarnya diantara 100 dan 175 yaitu 135 btu/ft² jam. Tetapi karena yang digunakan adalah minyak pemanas yang kental, sehingga harganya kurang. Dianggap nilainya 60% sehingga nilai $U_c = 0,6 \times 135 = 81$ btu/ft² jam. Kalau faktor koreksi untuk alat lama dan baru $R_d = 0,01$, maka $h_d = 1/0,01 = 100$, maka koefisien perpindahan panas terkoreksi lama adalah

$$U_d = \frac{U_c h_d}{U_c + h_d} = \frac{81 \times 100}{81 + 100} = 44,75 \text{ btu/ft}^2 \text{ jam}$$

LMTD = $(100-150)-(185-150)/\ln((100-150)/(85-150)) = 42,45$

Perhitungan luas perpindahan panas A

Bila panas yang dipindahkan adalah separuh dari kebutuhan = $18.800/2 = 9.400$ btu/j, maka luas perpindahan panas yang dibutuhkan adalah

$A = 9.400 / (44,75)(42,45) = 4,948$ ft² = 4596 cm²

Kalau digunakan luas $3,14 \times 40 \times 40 = 5025$ cm² = 5,407ft, ada kelebihan luas = 9,3 %

Rangkuman perhitungan penguap Pendingin coil

LMTD : $107,17^\circ\text{F}$, Luas perhitungan yang diperlukan: 1720 cm², Luas coil yang

disediakan : $2054\text{cm}^2 = 2,210\text{ ft}^2$, $U_d : 47,84\text{ btu/ ft}^2\text{ jam}$. Panas yang mampu dipindahkan menjadi $Q_1 = U_d \times A \times \text{LMTD} = 47,84 \times 2,210 \times 107,17 = 11.330\text{ Btu/j}$

Pendingin jaket

LMTD : $42,45^\circ\text{F}$, Luas perhitungan yang diperlukan : $4596\text{ cm}^2 = 4,948\text{ ft}^2$, luas coil yang disediakan : $5025\text{ cm}^2 = 2,210\text{ ft}^2$, $U_d : 44,75\text{ btu/ ft}^2\text{ jam}$. Panas yang mampu dipindahkan menjadi $Q_1 = U_d \times A \times \text{LMTD} = 44,75 \times 4,948 \times 42,45 = 9.399\text{ Btu/j}$. Panas yang diserahkan : $11.330 + 9.399 = 20.729\text{ Btu/jam}$. Minyak cengkeh yang dapat diuapkan adalah $20.729/400 = 51,82\text{ lb/jam} = 23,55\text{ kg/jam}$

Labu berukuran tinggi 65 cm dan diameter 40 cm. Spiral pemanas digunakan pipa diameter dalam 18 mm dan panjang 3 x 2,4 m. Jaket pemanas diameter 50 cm dan tinggi 58 cm.

2. Kolom fraksinasi

Kolom fraksinasi yang diletakkan diatas labu distilasi, dibuat setinggi 1,61 m diameter 10 cm dan diisi dengan packing gelas Kolom dirancang untuk terjadinya kontak antara fase uap dan fase cair. Sehingga terjadi kesetimbangan komponen dari minyak cengkeh uap yang mengalir keatas dan minyak cengkeh cair yang mengalir ke bawah. Fase uap cenderung mengembungkan komponen bertitik didih rendah dan komponen bertitik didih rendah akan terus naik ke arah puncak. Sebaliknya fase air yang turun ke bawah, cenderung menguapkan minyak komponen titik didih rendah yang ikut dalam fase uap. Akibat dari peristiwa tersebut, semakin ke atas, semakin banyak yang mengandung komponen titik didih rendah dan semakin ke bawah lebih banyak yang mengandung titik didih tinggi. Dengan demikian, apabila tinggi kolom cukup memadai, maka yang didapatkan sebagai hasil atas adalah komponen yang titik didih paling rendah, kemudian apabila komponen tersebut sudah habis akan diikuti dengan destilat yang mempunyai titik didih lebih tinggi.

Kolom isian menggunakan raschig ring ukuran nominal $\frac{1}{2}$ in. Menurut Hardjono⁽⁴⁾ batas flux aliran fase cair $L' = 300-8600\text{ lb/j sq ft}$ dan batas $P/Z = 0-2,6\text{ lb/sq ft (ft)}$. Misalnya digunakan nilai $L' = 500\text{ lb/j sq ft}$, untuk hasil atas distilat $D = 10\text{ lt/jam}$. Bila harga refluks dipakai $L_0/D = 1$, maka

aliran fasa cair = $10\text{ lt/jam} = 10 \times 1.07\text{ kg/j} \times 2,2\text{ lb/j} = 23,54\text{ lb/jam}$. Maka $W = 500 \times S = 23,54\text{ lb/jam}$. Luas penampang $S = 23,54/500\text{ sq ft} = 0,04708\text{ sq ft}$. Diameter dihitung dari $d^2 = 0,04708/0,314 = 0,1499$, maka $d = 0,3871\text{ ft} = 11,88\text{ cm}$

Bila digunakan $L' = 6000$, $W = 6000 \times S = 23,54\text{ lb/jam}$, $S = 23,54/6000\text{ sq ft} = 0,0039233$ maka $0,314 d^2 = 0,01249$, $d^2 = 0,1117$, $d = 0,3342\text{ ft} = 3,41\text{ cm}$

Tabel 1. Harga D dan kebutuhan diameter tangki

Harga D	Harga L'	Dimeter tangki d (cm)
10 lt/jam	500	11,88
10 lt/jam	6000	3,41
5 lt/jam	500	8,34
5 lt/jam	6000	2,4

Dari berbagai kecepatan alir dan harga fluks L' , maka dipilih kolom diameter untuk distilasi fraksinasi adalah 10 cm

Perhitungan penukar panas.

3. Kondenser

Alat ini berfungsi untuk mengembungkan semua uap yang keluar dari kolom fraksinasi menggunakan pendingin air yang dipompakan dari bak penampung air. Kondensat sebagian dikembalikan ke dalam kolom sebagai refluks dan sebagian lagi diperoleh sebagai hasil puncak. Kondensator merupakan penukar panas diameter shell 30 cm, panjang 1 m dan tube diameter 33 mm sebanyak 10 lonjor yang diatur "square pitch".

Tugas penukar panas adalah mengembungkan minyak eugenol dengan kecepatan 47 lb/jam . Kalau panas penguapan adalah 400 btu/lb maka diperlukan pendingin yang mengambil panas $Q = 47 \times 400\text{ btu/jam} = 18.800\text{ btu/jam}$. Untuk pendinginan digunakan air yang akan naik dari suhu 28°C ke suhu 45°C atau ΔT sebesar 17°C atau $30,6^\circ\text{F}$. Untuk mengembungkan diperlukan air pendingin.

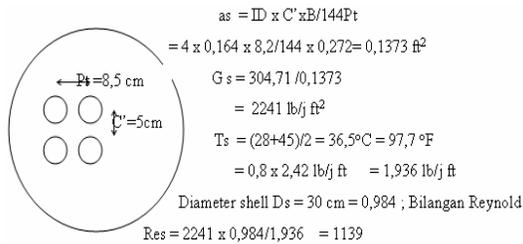
$$M = \frac{Q}{C_p \Delta T}$$

Dengan : M : aliran massa, Q : Debit, C_p : kpasitas panas, ΔT : keaikian suhu pendingin, maka $M = 18.000/(1) \times (30,6) = 588\text{ lb/jam} = 67\text{ kg/jam} = 4,45\text{ kg/men}$.

Dengan pipa 1 1/2 in, disusun “ square pitch” 1,25 maka $d_e = 1,23$, $D_e = 30 \text{ cm} = 11,81 \text{ in}$, $Re = D G/\mu = 11,81$, $L' = 10 \text{ l/jam} = 23,54 \text{ lb/jam}$, $D = 10 \text{ l/jam} = 23,54 \text{ lb/jam}$

$V = 2 \times 10 \text{ l/jam} = 20 \text{ l/jam} = 47,08 \text{ lb/jam}$. Untuk kolom fraksinasi dipilih diameter kolom 4 in = 10,16 cm yang memenuhi batasan fluks aliran diatas

$C' = 5 \text{ cm} = 0,164$, $Pt = 8,5 \text{ cm} = 0,272$, $B = 25 \text{ cm} = 8,20$



Menggunakan Gambar 28 buku Kern⁽⁵⁾ diperoleh $j_H = 23$, $cp = 0,15 \text{ btu/lb } ^\circ\text{F}$, $k = 0,360 \text{ btu/j ft}^2 (^\circ\text{F/ft})$, $(c \mu/k)^{1/2} = (0,15 \times 1,936/0,36)^{0,5} = 0,89$

Maka $h_o = JH (k/D_e) (c\mu/k)^{0,25} \times 1 = 23 \times (0,36/0,984) \times 0,89 = 7,48 \text{ btu/j ft}^2 ^\circ\text{F}$

Untuk sisi dalam pipa karena pengembunan $h_i = 100 \text{ btu/j ft}^2 ^\circ\text{F}$

Koefisien perpindahan panas keseluruhan pada waktu alat baru adalah U_c

$$U_c = \frac{h_o h_i}{h_o + h_i}$$

dengan h_i = koefisien perpindahan massa konveksi dalam pipa terkoreksi

$$U_c = \frac{7,48 \times 100}{7,48 + 100} = 71,37 \text{ btu/j ft}^2 ^\circ\text{F}$$

Kalau faktor koreksi untuk alat lama dan baru $Rd = 0,01$, maka $h_d = 1/0,01 = 100$

Maka koefisien perpindahan panas terkoreksi lama adalah

$$U_d = \frac{U_c h_d}{U_c + h_d} = \frac{71,37 \times 100}{71,37 + 100} = 41,64 \text{ btu/j ft}^2 ^\circ\text{F}$$

“Log Mean Temperature Different” $LMTD = (150-45)-(150-28)/\ln((150-45)/(150-28)) = 113^\circ\text{C} = 204^\circ\text{F}$. Maka luas permukaan perpindahan panas $A = Q/(U_d \times LMTD)$

$A = 18.800 / 41,64/204 = 2,2132 \text{ ft}^2 = 2056 \text{ cm}^2$

Luas pemanas yang disediakan : d nominal $d = 1,5 \text{ in}$, $OD = 1,5 \text{ in}$, Panjang $100 \text{ cm} = 3,28 \text{ ft}$, maka luas per batang = $3,14 \times (1,5/12) \times 3,28 = 1,2874 \text{ ft}^2$

Dari hasil perhitungan hanya diperlukan $2,2132/1,2874 = 1,72 \sim 2$ batang untuk mengembunkan uap minyak. Kalau dibuat 10 batang, maka dapat lebih dipastikan bahwa uap minyak cengkeh akan mengembun semua.

4. Tungku burner

Tungku burner digunakan untuk tempat membakar minyak bakar dan panasnya diambil oleh minyak pemanas yang akan diserahkan untuk menguapkan minyak cengkeh dalam reboiler. Panas pembakaran diserap oleh minyak pemanas yang mengalir dalam pipa-pipa disekitar tungku pembakaran, sehingga minyak pemanas mempunyai suhu sampai 250°C . Minyak dialirkan ke labu distilasi dan menyerahkan panas kepada minyak daun cengkeh dalam reboiler, sehingga terjadi penguapan minyak daun cengkeh.

5. Unit vakum

Unit vakum adalah tangki vakum yang divakumkan oleh pompa vakum, Tangki vakum dihubungkan dengan peralatan yang memerlukan vakum seperti kolom fraksinasi.

Unit distilasi fraksinasi diatas setelah diinstal dan dilengkapi dengan pompa-pompa, alat control seperti termometer dan manometer, kran-kran dan kelengkapan lain diujicoba dengan menggunakan air terlebih dahulu. Kalau kebocoran-kebocoran sudah tidak ada baru untuk ujicoba distilasi minyak daun cengkeh.

Untuk menyuling minyak daun cengkeh, system yang dipakai adalah sistem semi kontinyu. Minyak cengkeh diisikan dalam reboiler, dan minyak pemanas dialirkan. Kolom fraksinasi divakumkan dan kemudian minyak mulai dipanaskan dengan menghidupkan burner minyak tanah/solar. Minyak pemanas menjadi panas dan akan menyerahkan panasnya pada reboiler untuk menguapkan minyak cengkeh. Uap yang naik melalui kolom fraksinasi dan sampai pada kondensator akan mengembun lagi. Pada permulaan kran pengatur refluks diatur pada refluks total sehingga semua kondensat kembali ke dalam kolom. Setelah terjadi keseimbangan, kran pengatur refluks diatur menjadi 1-2, dan kenaikan suhu puncak diamati. Pada suhu titik didih sekitar 80°C yang keluar sebagai kondensat adalah caryofilen. Kalau suhu naik sampai $110-$

120°C, menandakan caryofilen habis dan yang keluar sebagai destilat kemudian adalah eugenol. Kalau eugenol sudah habis sisa dalam labu adalah eugenol asetat.

Pada percobaan distilasi menggunakan skala laboratorium, dapat diperoleh produk eugenol dengan kadar 99% dengan vakum 15 mm Hg, dan perbandingan refluks = 1. Dengan menggunakan alat skala besar ini diharapkan hasilnya juga dapat menyamai produk dari alat skala laboratorium

KESIMPULAN

Alat distilasi fraksinasi menggunakan kolom isian dapat digunakan untuk memisahkan minyak daun cengkeh menjadi komponen-komponennya. Dengan sistem semi kontinu distilasi fraksinasi yang rangkaiannya seperti di atas, hasil destilat pertama adalah caryofilen diikuti dengan eugenol, isoeugenol dan sebagai sisa adalah eugenol asetat. Penguapan dilakukan dalam labu dengan pemanas minyak pemanas melalui spiral dan jaket memungkinkan panas yang ditransfer untuk menguapkan minyak daun cengkeh lebih besar. Luas terhitung untuk spiral dan jaket 1720 cm² dan 4596 cm² dan disediakan luas 2054 dan 5025 cm² kelebihan 19,4 dan 9,3%. Suhu pemanas masuk dalam labu penguap tergantung dari burner. Perubahan suhu tersebut akan menambah atau mengurangi uap yang diuapkan. Kolom distilasi fraksinasi menggunakan kolom diameter 10 cm tinggi 161 cm untuk aliran fluks 300-8600 lb/j sq ft. Kondensor di puncak kolom mempunyai koefisien perpindahan panas terhitung adalah 41,64 btu/j ft² °F, luas perpindahan panas terhitung adalah 2,2132 Ft² atau 2 batang pipa panjang 1 m, dan alat yang dibuat adalah 10 batang sehingga pengembunan terjamin. Dengan perancangan alat skala pilot yang memenuhi kebutuhan, diharapkan akan menghasilkan produk yang sama dari percobaan menggunakan skala laboratorium yaitu eugenol 99.5.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan telah selesainya alat distilasi fraksinasi ini kami mengucapkan terima kasih kepada Sdr Murtono dan segenap Staf Bengkel Induk P3TM yang dipimpin oleh Sdr Wachid Maksum yang telah membantu pembuatan alat tersebut

DAFTAR PUSTAKA

1. SUKARSONO, IMAM DAHRONI, DWI HERU SUCAHYO, "Kajian Pemisahan

Komponen-komponen dari Minyak Cengkeh", Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir 08 Juli 2003, Batan, Yogyakarta, 2003

2. TONY LUGMAN LUTONY DAN YEYET RAHMAWATI, Produksi dan Perdagangan Minyak Atsiri, Penebar Swadaya, Jakarta 1994
3. GUENTHER, Minyak Atsiri, Universitas Indonesia, Jakarta, 1987
4. IMAM DAHRONI, SUKARSONO, "Pemurnian Minyak Cengkeh Produk Petani Daerah Kulon Progo Menggunakan Metode Perlakuan Fisika Kimia" Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir, P3TM BATAN, 2003
5. ANNY SULASWATTY "Pengolahan Lanjut Minyak Atsiri dan Penggunaannya Dalam Negeri" Workshop Nasional Minyak Atsiri 30 Oktober 2002, Dirjen Industri Kecil Dagang Menengah, Depperindag, 2002.
6. MANURUNG, T.K., "Peluang dan Hambatan dalam Peningkatan Ekspor Minyak Atsiri" Workshop Nasional Minyak Atsiri 30 Oktober 2002, Dirjen Industri Kecil Dagang Menengah, Depperindag, 2002.
7. MURSITO, B., "Pemanfaatan Minyak Atsiri untuk Industri Makanan dan Farmasi" Workshop Nasional Minyak Atsiri 30 Oktober 2002, Dirjen Industri Kecil Dagang Menengah, Depperindag, 2002.
8. RUSLI, S., "Diversifikasi Ragam dan Peningkatan Mutu Minyak Atsiri" Workshop Nasional Minyak Atsiri 30 Oktober 2002, Dirjen Industri Kecil Dagang Menengah, Depperindag, 2002.
9. BROWN, G. G., Unit Operations, Mc Graw Hill Co, 1979
10. SMITH, J.M., Van Ness, H.C., Abbott, M. M., Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics, Fifth Ed McGraw Hill Co, 1996.
11. PERRY, R. H., Perrys's Chemical Engineers' Hand Book sixth Edition, MacGraw Hill Co, 1984
12. KERN, D.Q., Process Heat Transfer, International Student Edition, McGraw-Hill Kogakusha, Ltd, Tokyo, (1950).
13. HARDJONO, Diktat Unit Operation, Fak Teknik UGM, 1987.
14. WIEN GUNAWAN "Persyaratan Mutu dan Kontribusi Minyak Atsiri dan Turunannya pada Industri Flavour dan Fragrance" Workshop Nasional Minyak Atsiri 30

- Oktober 2002, Dirjen Industri Kecil Dagang Menengah, Depperindag, 2002.
15., "Essentials Oil of Clove (Bud)", Ashbury's Aromatherapy
 16. SIEDEL, R., "Distill Your Own Essential Oils" [Http://essentialoil.com/distiller.html](http://essentialoil.com/distiller.html), 2001
 17. BUDI SANTOSO H., Bertanam Nilam, Penerbit Kanisius, Yogyakarta, 1997
 18., "Potensi Eksport Dari Minyak Atsiri Dari Nilam Sangat Besar", Pikiran Rakyat Online, 2001
 19. NURWIJAYADI, "Mempelajari Hubungan Waktu destilasi Dengan Komponen Utama Minyak Cengkeh", Fakultas MIPA, UGM, 1989
 20., "Nilam Tanaman Semak Pencetak Dollar", Intisari Online, [Http://www.indonesia.com/intisari/](http://www.indonesia.com/intisari/), 2001.
 21. SUYATMI, "Prospek Usaha Minyak Nilam", BPPT, [Http://www.bppt.go.id,2001](http://www.bppt.go.id,2001)
 22., Condensed Chemical Hand Book, Modern Asian Editions, John Wiley & Sons, Inc, Tokyo, 1978
 23. -----"Notes on the Synthesis of MDMA precursors Eugenol" [Http://www.rhodium.ws/chemistry/eugenol.mdma.html](http://www.rhodium.ws/chemistry/eugenol/mdma.html)

TANYA JAWAB

Damunir

- Apakah pemisahan fraksi komponen terutama repsol tidak terjadi dekomposisi pada saat pemanasan dengan penurunan tekanan (vakum)?

Sukarsono

- Dengan menjaga tekanan vakum (suhu titik didih) proses dekomposisi dapat ditekan.

Kristiyanti

- Apakah alat ini dipakai untuk destilasi minyak atsiri yang lain?
- Kapasitas 40 liter itu ditentukan dari mana?

Sukarsono

- Pada prinsipnya bisa, tetapi perlu dilakukan penelitian awal terlebih dahulu.
- Kapasitas 40 liter adalah variabel perancangan, ditentukan sendiri bisa dibuat kapasitas yang lain

Chatarina Wariyah

- Suhu titik didih minyak atsiri umumnya <, tetapi yang digunakan untuk destilasi koq tinggi (150°C)?
- Apa destilasi bisa memperbaiki warna?

Sukarsono

- Titik didih $\geq 300^{\circ}\text{C}$, Engenol asetat : 325°C , supaya tidak rusak, maka alat dilengkapi vakum.
- Untuk perbaikan warna \rightarrow alat tersendiri antara lain peralatan tidak dari besi, \approx stainless steel atau menggunakan absorben yang ditemukan P3TM BATAN dengan menggunakan bahan-bahan alam yang murah.