E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

Penggunaan *Glycerol* Sebagai *Solvent* Ramah Lingkungan pada Proses Distilasi Ekstraktif Untuk Pemurnian Bioethanol Hasil Fermentasi Singkong

Adinda Fitri Khoirun Nisak[1], Ahmad Fatihun Nur[2], Ni Ketut Sari[3]
[1]UPN "Veteran" Jawa Timur , 23031010025@student.upnjatim.ac.id
[2]UPN "Veteran" Jawa Timur , 23031010058@student.upnjatim.ac.id
[3]UPN "Veteran" Jawa Timur , ketutsari.tk@upnjatim.ac.id

Abstrak

Bioetanol hasil fermentasi singkong umumnya masih mengandung banyak air dan pemurnian dengan distilasi sederhana dibatasi oleh azeotrop etanol–air. Penelitian ini bertujuan meningkatkan kemurnian bioetanol melalui distilasi batch yang menggabungkan distilasi sederhana dan distilasi ekstraktif dengan gliserol sebagai pelarut. Bahan baku berupa bioetanol berkadar 10% terlebih dahulu didistilasi sederhana, kemudian diproses dengan variasi rasio glycerol:etanol 0,2:1 – 1:1 (v/v) dan waktu pengambilan distilat 20 – 60 menit. Kadar etanol diukur menggunakan alkoholmeter dan dikonfirmasi pada sampel terpilih dengan GC – MS. Optimasi dilakukan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM). Alkoholmeter menunjukkan kenaikan kadar dari 97,0% pada rasio 0,2:1 menjadi 99,2% pada rasio 1:1; nilainya relatif tetap pada variasi waktu di setiap rasio. Pada analisa GC–MS menghasilkan kadar tertinggi 99,82% pada rasio 0,6:1 dan waktu 60 menit. Model RSM memilih rasio 0,8:1 dan waktu 110 menit dengan prediksi kadar 99,5%. Hasil ini menunjukkan gliserol berpotensi meningkatkan kemurnian bioetanol, tetapi nilai eksperimen tertinggi dan kondisi optimum model berbeda sehingga perlu verifikasi lanjutan.

Kata Kunci: *bioetanol, distilasi ekstraktif, gliserol, singkong, RSM*

Abstract

Bioethanol produced from cassava fermentation generally contains a high amount of water, and its purification by simple distillation is limited by the ethanol–water azeotrope. This study aimed to improve bioethanol purity through batch distillation combining simple distillation and extractive distillation using glycerol as a solvent. Bioethanol with an initial concentration of 10% was first subjected to simple distillation, followed by extractive distillation using glycerol-to-ethanol ratios of 0,2:1 – 1:1 (v/v) and distillate collection times of 20 – 60 minutes. Ethanol concentration was measured using an alcoholmeter and confirmed for selected samples using gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS). Optimization was performed using Response Surface Methodology (RSM). The alcoholmeter results showed an increase in ethanol concentration from 97,0% at a ratio of 0,2:1 to 99,2% at a ratio of 1:1, with relatively constant concentrations across the collection times at each ratio. GC–MS analysis yielded the highest ethanol concentration of 99,82% at a glycerol to ethanol ratio of 0,6:1 and a collection time of 60 minutes. The RSM model identified a ratio of 0,8:1 and a collection time of 110 minutes as the optimum conditions, with a predicted ethanol concentration of 99,5%. These results indicate that glycerol has the potential to improve bioethanol purity. However, the highest experimental concentration differed from the model-predicted optimum, indicating the need for further experimental verification.

Keywords: *bioethanol, cassava, extractive distillation, glycerol, RSM*

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

Corresponding Author:
Adinda Fitri Khoirun Nisak
UPN "Veteran" Jawa Timur , 23031010025@student.upnjatim.ac.id

PENDAHULUAN

Peningkatan konsumsi energi dan keterbatasan sumber energi fosil mendorong pengembangan energi terbarukan, salah satunya bioetanol yang berasal dari biomassa. Bioetanol memiliki potensi sebagai alternatif bahan bakar fosil yang lebih ramah lingkungan. Namun, pemurnian etanol melalui distilasi sederhana masih terbatas oleh terbentuknya titik azeotrop etanol–air pada kadar etanol sekitar 95–96%, sehingga diperlukan metode pemurnian lanjutan untuk mencapai kemurnian *fuel grade* (Taufany et al., 2015).

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk meningkatkan kemurnian etanol adalah distilasi ekstraktif dengan penambahan *solvent*. Metode ini dapat mengubah volatilitas relatif komponen sehingga pemisahan etanol dan air menjadi lebih efektif. Gliserol dipilih sebagai *solvent* karena memiliki titik didih tinggi, bersifat relatif tidak beracun, serta mampu berinteraksi dengan air melalui ikatan hidrogen (Gu & Jérôme, 2013). Selain itu, penggunaan gliserol berpotensi menjadi alternatif yang lebih ramah lingkungan dibandingkan etilen glikol dan dietilen glikol yang bersifat toksik.

Penelitian ini bertujuan meningkatkan kemurnian bioetanol hasil fermentasi singkong melalui kombinasi distilasi *batch* sederhana dan distilasi ekstraktif menggunakan gliserol sebagai *solvent*. Proses pemurnian dilakukan untuk mencapai kadar etanol sebesar 99,5% (w/w), dengan analisis menggunakan alkoholmeter dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) untuk mengevaluasi kemurnian produk yang dihasilkan.

METODE

Penelitian ini menggunakan metode eksperimental yang dilaksanakan selama kurang lebih dua bulan di Laboratorium Riset Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur. Bahan yang digunakan meliputi bioetanol hasil fermentasi singkong dengan kadar awal 10% dan glycerol berkadar 99,9% sebagai *solvent*.



Gambar 1. Bioethanol dengan kadar 10%

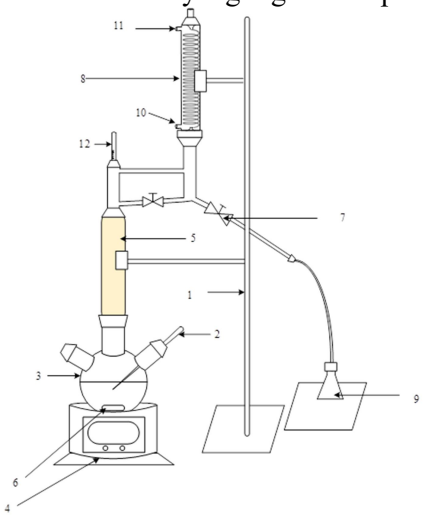


Gambar 2. Glycerol

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

Proses pemurnian dilakukan melalui dua tahap, yaitu distilasi sederhana dan distilasi ekstraktif. Pada tahap distilasi sederhana, sebanyak 500 mL sampel dipanaskan pada tekanan 1 atm selama 90 menit untuk meningkatkan kadar etanol hingga mendekati titik azeotrop. Distilat yang dihasilkan kemudian digunakan sebagai umpan pada proses distilasi ekstraktif. Pada tahap ini, glycerol ditambahkan dengan variasi rasio volume gliserol terhadap etanol sebesar 0,2:1; 0,4:1; 0,6:1; 0,8:1; dan 1:1. Proses distilasi ekstraktif dilakukan pada tekanan 1 atm dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 90 menit. Pengambilan distilat dilakukan pada menit ke-20, 30, 40, 50, dan 60 untuk mengetahui pengaruh rasio gliserol dan waktu pengambilan terhadap kemurnian etanol.

Karakterisasi produk dilakukan menggunakan alkoholmeter untuk mengukur kadar ethanol, *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) untuk menganalisis komposisi senyawa, serta piknometer untuk menentukan densitas ethanol. Data hasil penelitian selanjutnya dianalisis menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM) dengan bantuan perangkat lunak Design-Expert. Analisis ini digunakan untuk mengevaluasi pengaruh variabel proses, memperoleh model matematis, dan menentukan kondisi operasi optimum berdasarkan respons kadar etanol. Berikut adalah rangkaian alat distilasi batch yang digunakan pada penelitian ini :

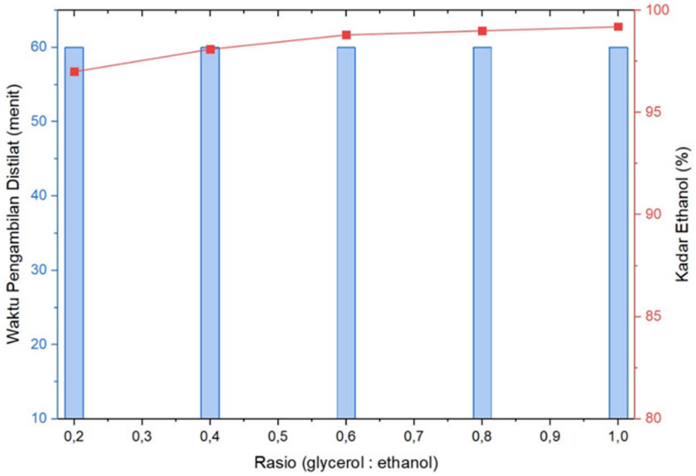


1. Statif dan klem
2. Thermokopel
3. Labu leher tiga
4. Heating mantle
5. Kolom distilasi
6. Magnetic bar
7. Valve
8. Kondensor
9. Erlenmeyer
10. Aliran air dingin masuk
11. Aliran air dingin keluar
12. Thermometer

Gambar 3. Rangkaian Alat Distilasi Batch

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisa Kadar Ethanol dengan Alkoholmeter



E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

Gambar 4. Hubungan Antara Rasio (Glycerol : Ethanol) dan Waktu Pengambilan Distilat dengan kadar Ethanol Pada Analisa Alkoholmeter

Berdasarkan Gambar 4, diperoleh kadar ethanol sebesar 97,0% pada waktu pengambilan distilat 20, 30, 40, 50, dan 60 menit. Kadar ethanol tersebut merupakan nilai terendah dibandingkan dengan variasi rasio lainnya. Kondisi ini diduga disebabkan oleh jumlah glycerol yang relatif sedikit sehingga efektivitas pemisahan air dari campuran ethanol-air belum optimal. Glycerol berperan sebagai pelarut dalam distilasi ekstraktif yang dapat mengubah kesetimbangan uap-cair campuran, sehingga pemisahan ethanol dan air menjadi lebih efektif. Jumlah glycerol yang terbatas menyebabkan efektivitas pemisahan belum maksimal dan sebagian air masih berpotensi terbawa ke dalam distilat. Sementara itu, kadar ethanol yang tetap sebesar 97,0% selama waktu pengambilan 20–60 menit menunjukkan bahwa komposisi distilat relatif stabil pada rasio ini. Dengan demikian, penambahan waktu pengambilan distilat tidak menghasilkan perubahan kadar ethanol yang terukur pada kondisi tersebut.

Pada rasio glycerol 0,4:1 (v/v), kadar ethanol meningkat menjadi 98,1% dan tetap konstan pada waktu pengambilan distilat 20–60 menit. Peningkatan kadar ethanol sebesar 1,1 poin persentase dibandingkan rasio 0,2:1 menunjukkan bahwa penambahan glycerol dapat meningkatkan efektivitas pemisahan ethanol-air. Glycerol membantu mengubah volatilitas relatif komponen dalam campuran sehingga pemisahan air dan ethanol menjadi lebih baik. Dengan meningkatnya jumlah glycerol, pemisahan air dari ethanol diharapkan berlangsung lebih efektif sehingga kadar ethanol dalam distilat meningkat. Namun, tidak adanya perubahan kadar ethanol selama waktu pengambilan menunjukkan bahwa komposisi distilat relatif stabil sepanjang rentang pengamatan. Hasil ini sejalan dengan pembahasan Kiss dan Suszwalak (2012) mengenai pengaruh pelarut terhadap peningkatan kemurnian ethanol dalam distilasi ekstraktif.

Pada rasio glycerol 0,6:1 (v/v), kadar ethanol mencapai 98,8% dan tidak mengalami perubahan selama waktu pengambilan distilat 20–60 menit. Dibandingkan rasio 0,4:1, kadar ethanol meningkat sebesar 0,7 poin persentase. Peningkatan tersebut menunjukkan bahwa penambahan glycerol masih memberikan pengaruh terhadap efektivitas pemisahan campuran ethanol-air. Kehadiran glycerol dapat meningkatkan selektivitas pemisahan melalui perubahan kesetimbangan uap-cair, sehingga komposisi ethanol dalam distilat menjadi lebih tinggi. Sementara itu, kadar ethanol yang tetap pada setiap waktu pengambilan menunjukkan bahwa perubahan waktu dalam rentang pengamatan tidak memberikan pengaruh yang terukur terhadap kemurnian distilat. Hasil ini menunjukkan bahwa rasio glycerol lebih berperan dalam menentukan kadar ethanol yang dihasilkan dibandingkan dengan waktu pengambilan distilat pada kondisi penelitian ini.

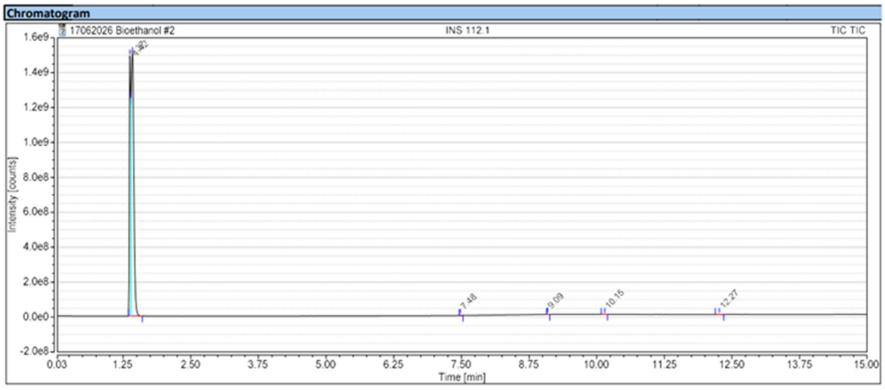
Pada rasio glycerol 0,8:1 (v/v), kadar ethanol meningkat menjadi 99,0% dan tetap konstan pada waktu pengambilan distilat 20, 30, 40, 50, hingga 60 menit. Kadar tersebut meningkat sebesar 0,2 poin persentase dibandingkan rasio 0,6:1. Peningkatan yang relatif kecil menunjukkan bahwa penambahan glycerol pada rasio ini masih meningkatkan kemurnian ethanol, tetapi pengaruhnya mulai berkurang dibandingkan variasi rasio sebelumnya. Kondisi tersebut dapat mengindikasikan bahwa efektivitas pemisahan telah mendekati kondisi optimum, sehingga penambahan glycerol selanjutnya menghasilkan peningkatan kemurnian yang lebih terbatas. Kadar ethanol yang tetap selama waktu pengambilan distilat menunjukkan bahwa komposisi produk relatif stabil selama periode pengamatan. Dengan demikian, rasio 0,8:1 telah menghasilkan kadar ethanol yang tinggi, yaitu 99,0%, tanpa perubahan kadar yang terukur akibat variasi waktu pengambilan.

Pada rasio 1:1 (v/v) diperoleh kadar ethanol tertinggi, yaitu 99,2%, dan nilai tersebut tetap konstan selama waktu pengambilan distilat 20–60 menit. Dibandingkan rasio

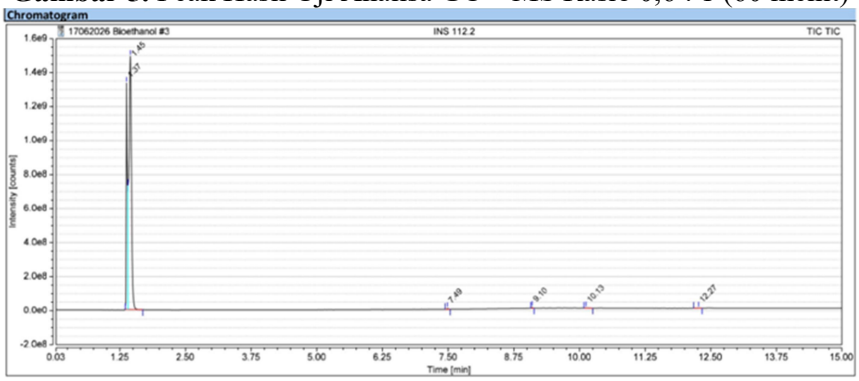
E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

0,8:1, peningkatan kadar ethanol hanya sebesar 0,2 poin persentase. Hasil ini menunjukkan bahwa penambahan glycerol masih meningkatkan kemurnian ethanol, tetapi peningkatannya relatif kecil. Kondisi tersebut mengindikasikan bahwa penambahan pelarut pada rasio yang lebih tinggi memberikan manfaat tambahan yang semakin terbatas terhadap pemisahan ethanol-air. Selain itu, penggunaan glycerol dalam jumlah besar berpotensi meningkatkan viskositas campuran dan memengaruhi perpindahan massa, meskipun pengaruh tersebut perlu dibuktikan melalui data pendukung. Kadar ethanol yang tetap sebesar 99,2% pada seluruh waktu pengambilan menunjukkan bahwa tidak terdapat perubahan kemurnian yang terukur selama periode pengamatan. Oleh karena itu, rasio 1:1 menghasilkan kadar ethanol tertinggi berdasarkan hasil analisis alkoholmeter, tetapi penentuannya sebagai kondisi optimum secara keseluruhan tetap perlu mempertimbangkan kebutuhan glycerol, efisiensi proses, dan biaya operasional (Gerbaud & Rodríguez-Donis, 2019).

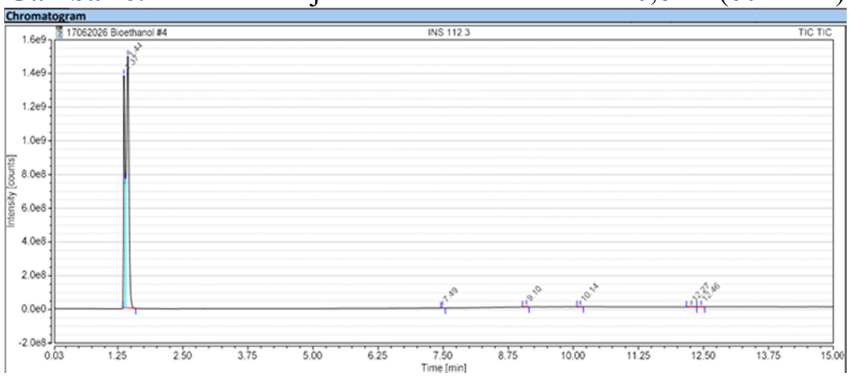
Hasil Analisa Kadar Ethanol dengan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC – MS)



Gambar 5. Peak Hasil Uji Analisa GC – MS Rasio 0,6 : 1 (60 menit)



Gambar 6. Peak Hasil Uji Analisa GC – MS Rasio 0,8 : 1 (60 menit)



Gambar 7. Peak Hasil Uji Analisa GC – MS Rasio 1 : 1 (60 menit)

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

Tabel 1. Hasil Analisa Kadat Ethanol Dengan GC – MS

Kode Sampel	Rasio (Glycerol : Ethanol)	waktu Pengambilan Distilat (menit)	Kadar Ethanol (%)
INS 112.1	0,6 : 1	60	99,82
INS 112.2	0,8 : 1	60	99,68
INS 112.3	1 : 1	60	99,64

Berdasarkan dengan table 1. Hasil analisis menggunakan Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC-MS) menunjukkan bahwa seluruh sampel menghasilkan kadar etanol yang tinggi, yaitu 99,64–99,82%. Kadar etanol tertinggi diperoleh pada rasio gliserol:etanol 0,6:1 (v/v) sebesar 99,82%, diikuti rasio 0,8:1 sebesar 99,68% dan rasio 1:1 sebesar 99,64%. Perbedaan kadar etanol yang relatif kecil menunjukkan bahwa peningkatan jumlah gliserol pada rentang rasio tersebut tidak meningkatkan kemurnian etanol secara signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa rasio gliserol 0,6:1 telah cukup efektif dalam mendukung pemisahan etanol dan air melalui distilasi ekstraktif. Hasil ini sejalan dengan Gil et al. (2012) serta Gerbaud dan Rodríguez-Donis (2019), yang menjelaskan bahwa penggunaan dan jumlah pelarut berpengaruh terhadap efektivitas pemisahan, tetapi penambahan pelarut setelah jumlah yang memadai tidak selalu meningkatkan kemurnian produk secara signifikan. Dengan demikian, rasio gliserol:etanol 0,6:1 merupakan variasi terbaik berdasarkan hasil analisis GC-MS pada penelitian ini. hasil analisis menggunakan instrumen *Gas Chromatography–Mass Spectrometry* (GC-MS) menunjukkan bahwa kadar ethanol eksperimen berada pada rentang 99,64–99,82%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi berada pada rentang 98,1–99,5%. Variasi rasio glycerol yang digunakan meliputi 0,6:1, 0,8:1, dan 1:1 (v/v). Kadar ethanol eksperimen mengalami penurunan seiring dengan peningkatan rasio glycerol, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi meningkat hingga rasio 0,8:1 kemudian menurun pada rasio 1:1. Perbedaan kecenderungan tersebut menunjukkan bahwa rasio yang menghasilkan kemurnian ethanol eksperimen tertinggi belum tentu sama dengan rasio yang memberikan hasil optimum berdasarkan perhitungan atau pemodelan. Gil *et al.* (2012) menjelaskan bahwa glycerol dapat digunakan sebagai *entrainer* dalam distilasi ekstraktif karena mampu memodifikasi kesetimbangan uap–cair campuran ethanol–air.

Pada rasio 0,6:1 (v/v) kadar ethanol eksperimen mencapai 99,82%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi sebesar 98,1%. Kadar ethanol eksperimen tersebut merupakan nilai tertinggi dibandingkan dengan variasi rasio lainnya. Hasil ini menunjukkan bahwa rasio 0,6:1 menghasilkan kemurnian ethanol eksperimen paling tinggi pada kondisi operasi yang digunakan. Penambahan glycerol dapat memengaruhi interaksi antarkomponen dan kesetimbangan uap–cair sehingga meningkatkan efektivitas pemisahan ethanol dari air. Zhang *et al.* (2015) mengatakan bahwa penambahan glycerol dapat mengubah kesetimbangan uap–cair sistem ethanol–air–glycerol dan memungkinkan penghilangan perilaku azeotrop pada kondisi komposisi tertentu. Temuan tersebut mendukung penggunaan glycerol sebagai pelarut dalam proses pemurnian ethanol melalui distilasi ekstraktif. Meskipun demikian, kadar ethanol hasil optimasi pada rasio 0,6:1 masih lebih rendah daripada hasil eksperimen, sehingga perbedaan kedua nilai tersebut perlu ditinjau berdasarkan asumsi model, parameter operasi, dan metode analisis yang digunakan.

Pada rasio 0,8:1 (v/v), kadar ethanol eksperimen menurun menjadi 99,68%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi meningkat menjadi 99,5%. Dibandingkan dengan rasio 0,6:1, kadar ethanol eksperimen mengalami penurunan sebesar 0,14 poin persentase, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi meningkat sebesar 1,4 poin persentase. Hasil optimasi tersebut merupakan nilai tertinggi di antara ketiga variasi rasio yang diuji.

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

Peningkatan kadar ethanol hasil optimasi menunjukkan bahwa rasio 0,8:1 diperkirakan memberikan kondisi pemisahan terbaik berdasarkan parameter yang digunakan dalam proses optimasi. Penelitian Navarrete-Contreras *et al.* (2014) menunjukkan bahwa glycerol dapat digunakan sebagai *entrainer* dalam distilasi ekstraktif untuk menghasilkan bioethanol dengan kemurnian tinggi, baik melalui simulasi maupun pengujian eksperimental. Namun, pada penelitian ini, kadar ethanol eksperimen justru sedikit menurun pada rasio 0,8:1. Perbedaan tersebut dapat berkaitan dengan kondisi operasi aktual atau ketidakpastian pengukuran. Dengan demikian, rasio 0,8:1 merupakan kondisi dengan kadar ethanol hasil optimasi tertinggi, tetapi bukan kondisi dengan kadar ethanol eksperimen tertinggi.

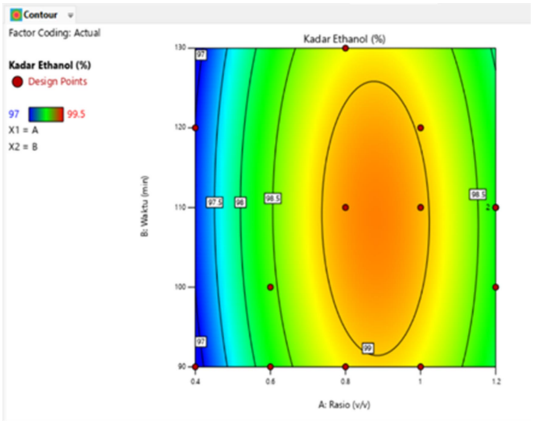
Pada rasio 1:1 (v/v), kadar ethanol eksperimen kembali menurun menjadi 99,64%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi menurun menjadi 99,0%. Jika dibandingkan dengan rasio 0,8:1, kadar ethanol eksperimen menurun sebesar 0,04 poin persentase, sementara kadar ethanol hasil optimasi menurun sebesar 0,5 poin persentase. Hasil ini menunjukkan bahwa peningkatan jumlah glycerol hingga rasio 1:1 tidak menghasilkan peningkatan kemurnian ethanol pada kedua kelompok data. Penambahan pelarut dalam jumlah lebih besar tidak selalu menghasilkan pemisahan yang lebih baik karena efektivitas proses juga dipengaruhi oleh kondisi operasi dan karakteristik campuran. Selain itu, peningkatan viskositas campuran akibat penambahan glycerol berpotensi memengaruhi perpindahan massa, meskipun pengaruh tersebut belum dapat dipastikan tanpa data pendukung. Gil *et al.* (2012) menunjukkan bahwa pemilihan kondisi operasi dan jumlah *entrainer* merupakan bagian penting dalam perancangan proses distilasi ekstraktif untuk menghasilkan ethanol dengan kemurnian yang diinginkan. Oleh karena itu, rasio glycerol 1:1 belum menunjukkan hasil terbaik berdasarkan data eksperimen maupun optimasi pada penelitian ini.

Secara keseluruhan, menunjukkan bahwa kadar ethanol eksperimen tertinggi diperoleh pada rasio glycerol 0,6:1 (v/v), yaitu sebesar 99,82%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi tertinggi diperoleh pada rasio 0,8:1 (v/v), yaitu sebesar 99,5%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa rasio optimum berdasarkan eksperimen berbeda dengan rasio optimum hasil optimasi. Perbedaan ini penting diperhatikan karena hasil eksperimen menggambarkan kondisi aktual proses, sedangkan hasil optimasi bergantung pada model, fungsi objektif, dan batasan parameter yang digunakan. Penelitian Navarrete-Contreras *et al.* (2014) memperlihatkan bahwa simulasi dan eksperimen dapat digunakan secara bersama-sama untuk mengevaluasi kinerja glycerol sebagai *entrainer* dalam pemurnian bioethanol. Dengan demikian, rasio 0,6:1 dapat dinyatakan sebagai rasio dengan kemurnian ethanol eksperimen tertinggi, sedangkan rasio 0,8:1 merupakan rasio dengan kadar ethanol hasil optimasi tertinggi. Penentuan kondisi operasi terbaik secara keseluruhan perlu mempertimbangkan kesesuaian hasil eksperimen dan optimasi serta kebutuhan pelarut dan efisiensi proses.

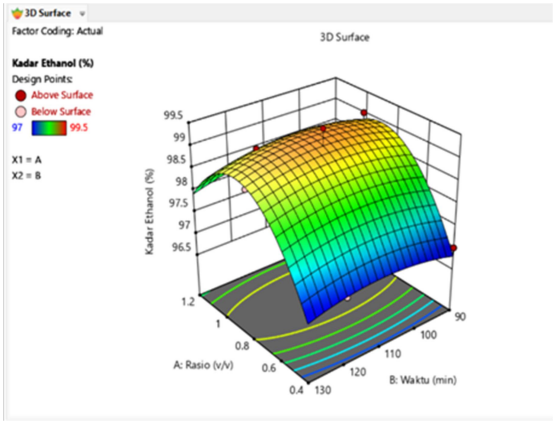
Optimasi Kadar Ethanol Analisa Alkoholmeter dengan *Respon Surface Metodology* (RSM)

Berdasarkan hasil dari analisa alkoholmeter diperoleh kadar tertinggi yaitu sebesar 92% pada variabel rasio (v/v) (glycerol:ethanol) 1:1 dan waktu pengambilan distilat 60 menit, maka dari hasil tersebut tidak sesuai dengan hipotesis dari penelitian ini, jadi dilakukan optimasi agar diperoleh ethanol >99,5%, berikut adalah hasil optimasi kadar ethanol menggunakan *Respon Surface Metodology* (RSM) :

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X



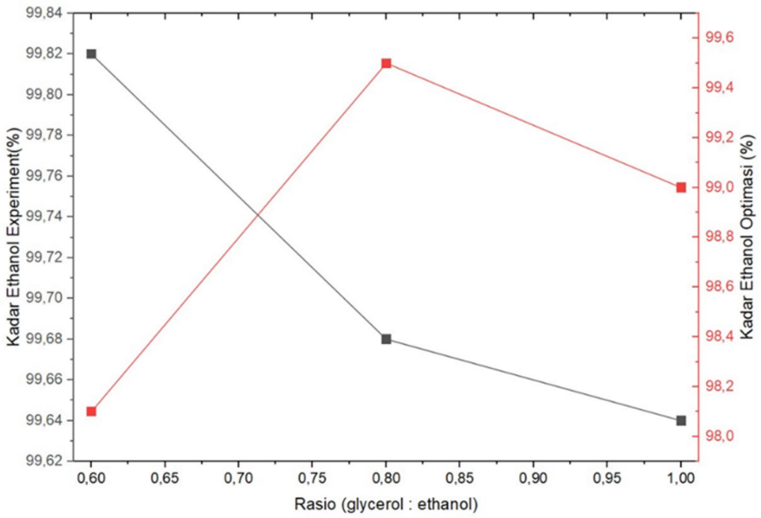
Gambar 5. Grafik Contour



Gambar 6. Grafik 3D

Berdasarkan hasil optimasi dengan menggunakan RSM diperoleh kadar ethanol tertinggi sebesar 99,5% pada rasio glycerol:ethanol 0,8:1 dengan waktu pengambilan distilat 110 menit. Hasil tersebut menunjukkan bahwa glycerol mampu meningkatkan efektivitas pemisahan ethanol–air melalui pembentukan ikatan hidrogen dengan molekul air sehingga kemurnian ethanol meningkat.

Hubungan antara Rasio (Glycerol: Ethanol) terhadap kadar ethanol (%) eksperimen dan Kadar Ethanol (%) Optimasi



Gambar 7. Hubungan antara Rasio (Glycerol: Ethanol) terhadap kadar ethanol (%) eksperimen dan Kadar Ethanol (%) Optimasi

Berdasarkan Gambar 7, hasil analisis menggunakan instrumen *Gas Chromatography–Mass Spectrometry* (GC-MS) menunjukkan bahwa kadar ethanol eksperimen berada pada rentang 99,64–99,82%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi berada pada rentang 98,1–99,5%. Variasi rasio glycerol yang digunakan meliputi 0,6:1, 0,8:1, dan 1:1 (v/v). Kadar ethanol eksperimen mengalami penurunan seiring dengan peningkatan rasio glycerol, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi meningkat hingga rasio 0,8:1 kemudian menurun pada rasio 1:1. Perbedaan kecenderungan tersebut menunjukkan bahwa rasio yang menghasilkan kemurnian ethanol eksperimen tertinggi belum tentu sama dengan rasio yang memberikan hasil optimum berdasarkan perhitungan atau pemodelan. Gil *et al.* (2012) menjelaskan bahwa glycerol dapat digunakan sebagai

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

entrainer dalam distilasi ekstraktif karena mampu memodifikasi kesetimbangan uap–cair campuran ethanol–air.

Pada rasio 0,6:1 (v/v) kadar ethanol eksperimen mencapai 99,82%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi sebesar 98,1%. Kadar ethanol eksperimen tersebut merupakan nilai tertinggi dibandingkan dengan variasi rasio lainnya. Hasil ini menunjukkan bahwa rasio 0,6:1 menghasilkan kemurnian ethanol eksperimen paling tinggi pada kondisi operasi yang digunakan. Penambahan glycerol dapat memengaruhi interaksi antarkomponen dan kesetimbangan uap–cair sehingga meningkatkan efektivitas pemisahan ethanol dari air. Zhang *et al.* (2015) mengatakan bahwa penambahan glycerol dapat mengubah kesetimbangan uap–cair sistem ethanol–air–glycerol dan memungkinkan penghilangan perilaku azeotrop pada kondisi komposisi tertentu. Temuan tersebut mendukung penggunaan glycerol sebagai pelarut dalam proses pemurnian ethanol melalui distilasi ekstraktif. Meskipun demikian, kadar ethanol hasil optimasi pada rasio 0,6:1 masih lebih rendah daripada hasil eksperimen, sehingga perbedaan kedua nilai tersebut perlu ditinjau berdasarkan asumsi model, parameter operasi, dan metode analisis yang digunakan.

Pada rasio 0,8:1 (v/v), kadar ethanol eksperimen menurun menjadi 99,68%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi meningkat menjadi 99,5%. Dibandingkan dengan rasio 0,6:1, kadar ethanol eksperimen mengalami penurunan sebesar 0,14 poin persentase, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi meningkat sebesar 1,4 poin persentase. Hasil optimasi tersebut merupakan nilai tertinggi di antara ketiga variasi rasio yang diuji. Peningkatan kadar ethanol hasil optimasi menunjukkan bahwa rasio 0,8:1 diperkirakan memberikan kondisi pemisahan terbaik berdasarkan parameter yang digunakan dalam proses optimasi. Penelitian Navarrete-Contreras *et al.* (2014) menunjukkan bahwa glycerol dapat digunakan sebagai *entrainer* dalam distilasi ekstraktif untuk menghasilkan bioethanol dengan kemurnian tinggi, baik melalui simulasi maupun pengujian eksperimental. Namun, pada penelitian ini, kadar ethanol eksperimen justru sedikit menurun pada rasio 0,8:1. Perbedaan tersebut dapat berkaitan dengan kondisi operasi aktual atau ketidakpastian pengukuran. Dengan demikian, rasio 0,8:1 merupakan kondisi dengan kadar ethanol hasil optimasi tertinggi, tetapi bukan kondisi dengan kadar ethanol eksperimen tertinggi.

Pada rasio 1:1 (v/v), kadar ethanol eksperimen kembali menurun menjadi 99,64%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi menurun menjadi 99,0%. Jika dibandingkan dengan rasio 0,8:1, kadar ethanol eksperimen menurun sebesar 0,04 poin persentase, sementara kadar ethanol hasil optimasi menurun sebesar 0,5 poin persentase. Hasil ini menunjukkan bahwa peningkatan jumlah glycerol hingga rasio 1:1 tidak menghasilkan peningkatan kemurnian ethanol pada kedua kelompok data. Penambahan pelarut dalam jumlah lebih besar tidak selalu menghasilkan pemisahan yang lebih baik karena efektivitas proses juga dipengaruhi oleh kondisi operasi dan karakteristik campuran. Selain itu, peningkatan viskositas campuran akibat penambahan glycerol berpotensi memengaruhi perpindahan massa, meskipun pengaruh tersebut belum dapat dipastikan tanpa data pendukung. Gil *et al.* (2012) menunjukkan bahwa pemilihan kondisi operasi dan jumlah *entrainer* merupakan bagian penting dalam perancangan proses distilasi ekstraktif untuk menghasilkan ethanol dengan kemurnian yang diinginkan. Oleh karena itu, rasio glycerol 1:1 belum menunjukkan hasil terbaik berdasarkan data eksperimen maupun optimasi pada penelitian ini.

Secara keseluruhan, menunjukkan bahwa kadar ethanol eksperimen tertinggi diperoleh pada rasio glycerol 0,6:1 (v/v), yaitu sebesar 99,82%, sedangkan kadar ethanol hasil optimasi tertinggi diperoleh pada rasio 0,8:1 (v/v), yaitu sebesar 99,5%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa rasio optimum berdasarkan eksperimen berbeda dengan

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

rasio optimum hasil optimasi. Perbedaan ini penting diperhatikan karena hasil eksperimen menggambarkan kondisi aktual proses, sedangkan hasil optimasi bergantung pada model, fungsi objektif, dan batasan parameter yang digunakan. Penelitian Navarrete-Contreras *et al.* (2014) memperlihatkan bahwa simulasi dan eksperimen dapat digunakan secara bersama-sama untuk mengevaluasi kinerja glycerol sebagai *entrainer* dalam pemurnian bioethanol. Dengan demikian, rasio 0,6:1 dapat dinyatakan sebagai rasio dengan kemurnian ethanol eksperimen tertinggi, sedangkan rasio 0,8:1 merupakan rasio dengan kadar ethanol hasil optimasi tertinggi. Penentuan kondisi operasi terbaik secara keseluruhan perlu mempertimbangkan kesesuaian hasil eksperimen dan optimasi serta kebutuhan pelarut dan efisiensi proses.

SIMPULAN

Berdasarkan dengan penelitian yang telah dilakukan didapatkan beberapa kesimpulan yakni Penggunaan glycerol sebagai solvent pada proses distilasi ekstraktif mampu meningkatkan kemurnian bioethanol hasil fermentasi singkong. Hasil analisis menggunakan alkoholmeter menunjukkan bahwa peningkatan rasio glycerol:ethanol dari 0,2:1 hingga 1:1 dengan waktu pengambilan distilat 20 menit hingga 60 menit dapat meningkatkan kadar ethanol dari 97,0% menjadi 99,2%, sedangkan hasil analisis menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) menunjukkan kadar ethanol tertinggi sebesar 99,82% pada rasio glycerol:ethanol 0,6:1 (v/v) dengan waktu pengambilan distilat 60 menit. Berdasarkan hasil optimasi dengan menggunakan RSM diperoleh kadar ethanol tertinggi sebesar 99,5% pada rasio glycerol:ethanol 0,8:1 dengan waktu pengambilan distilat 110 menit. Hasil tersebut menunjukkan bahwa glycerol mampu meningkatkan efektivitas pemisahan ethanol–air melalui pembentukan ikatan hidrogen dengan molekul air sehingga kemurnian ethanol meningkat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada dosen pembimbing, dosen penguji, serta Laboratorium Riset Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur atas bimbingan dan dukungan dalam pelaksanaan penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

Gerbaud, V. and Rodríguez-Donis, I. (2019) 'Extractive distillation: Recent advances in operation, design and solvent selection', *Separation and Purification Technology*, 219, pp. 229–271.

Gil, I.D., Gómez, J.M., Rodríguez, G. and Ortiz, P. (2012) 'Control of an extractive distillation process to dehydrate ethanol using glycerol as entrainer', Computers & Chemical Engineering, 39, pp. 129–142.

Gil, I.D., García-Herreros, P., Gómez, J.M. and Rodríguez, G., 2012. Extractive distillation of ethanol–water mixtures using glycerol as entrainer. Industrial & Engineering Chemistry Research, 51, pp.171–181.

Gu, Y. and Jérôme, F. (2013) 'Bio-based solvents: An emerging generation of fluids for the design of eco-efficient processes in catalysis and organic chemistry', Chemical Society Reviews, 42(24), pp. 9550–9570.

Kiss, A.A. and Suszwalak, D.J.P.C. (2012) 'Enhanced bioethanol dehydration by extractive distillation using glycerol as entrainer', Separation and Purification Technology, 86, pp. 70–78.

Navarrete-Contreras, S., Toledo-Castro, J., Flores-Tlacuahuac, A. and Morales-Rodríguez, R. (2014) 'Use of glycerol as entrainer in the dehydration of bioethanol using

E-ISSN : 2962-9713
P-ISSN : 2963-928X

extractive batch distillation: Simulation and experimental studies', Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 77, pp. 38–41.

Taufany, F. et al. (2015) 'Performance of Appended Wire Mesh Packing in Sieve Tray Distillation Column of Ethanol-Water System', Modern Applied Science, 9(7), pp. 148–157.

Zhang, L., Yang, B. and Zhang, W. (2015) 'Vapor-Liquid Equilibrium of Water + Ethanol + Glycerol: Experimental Measurement and Modeling', Journal of Chemical & Engineering Data, 60(6), pp. 1892–1899.

Zhang, Z., Li, W., Liu, H. and Wang, Y., 2015. Separation of ethanol–water mixtures by extractive distillation using glycerol as entrainer. Chemical Engineering Research and Design, 104, pp.210–219.