

Materi kuliah OTK 3 S1
Sperisa Distantina

PARTIALLY MISCIBLE EXTRACTION

Pustaka:

Geankoplis, C.J., 1985, **Transport Processes and Unit Operation**, Prentice Hall, Inc., Singapore.

Wankat, P.C., 1988, **Equilibrium Staged Separation**, Prentice Hall, New Jersey.

Materi kuliah :

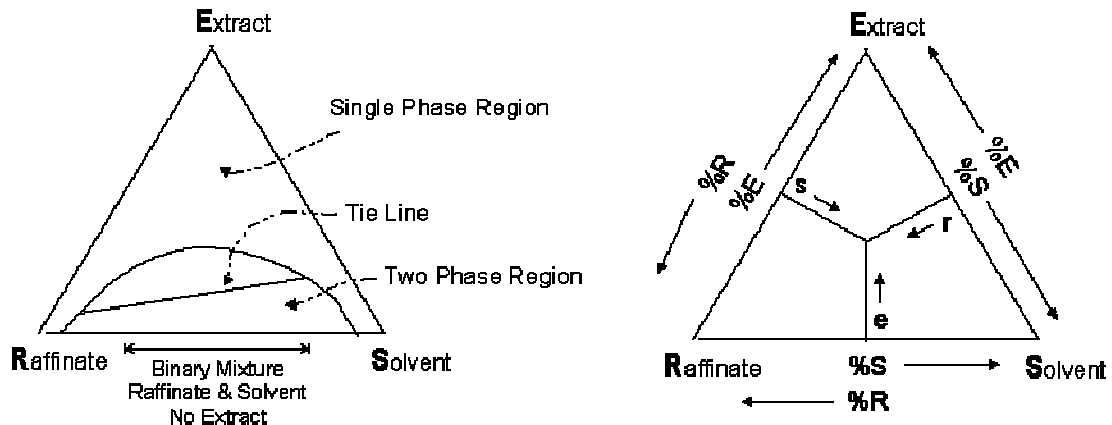
1. Grafik keseimbangan terner
2. Analisis stage seimbang tunggal,
3. Analisis ekstraksi multistage
4. Pengaruh kecepatan solven
5. Pengaruh refluks

1. Grafik keseimbangan terner

Pada ekstraksi dimana diluen maupun solven sedikit saling larut (partially miscible system) maka baik komponen diluen maupun solven terdapat di kedua fase, yaitu fase ekstrak dan rafinat. Oleh karena itu data keseimbangan harus menunjukkan hubungan ketiga komponen di kedua fase tersebut, atau dikenal sebagai diagram terner. Beberapa macam diagram terner yaitu:

- a. diagram segitiga sama kaki (*triangular coordinates*),
- b. Diagram segitiga siku-siku (*rectangular coordinates*) dan korelasinya dengan diagram YX (McCabe Thiele diagram),
- c. Diagram segitiga atas dasar bebas solven.

contoh a:



Contoh data keseimbangan :

1. Data keseimbangan metil isobutil keton – acetone -air.

composition data (% wt)			acetone distribution data (% wt)	
MIK	acetone	water	water phase	MIK phase
98,0	0	2	2,5	4,5
77,3	18,95	3,86	5,5	10
65,5	28,9	5,53	10	17,5
46,2	43,2	10,7	15,5	25,5
12,4	42,7	45	20	31,2
5,01	30,9	64,2	25	36,5
2,12	3,73	94,2	26	37,5
2,2	0	97,8		

Tampak berdasarkan data di atas, aseton sebagai solute.

Gambarkan diagram reactangular coordinates data di atas.

2. Acetic acid – water – isopropyl ether system, liquid-liquid equilibrium at 293 K :

Water layer (wt %)			Isopropyl ether layer (wt%)		
Acetic acid	water	Isoprophyl ether	Acetic acid	water	Isoprophyl ether
0	98,8	1,2	0	0,6	99,4
6,42	91,7	1,6	1,93	1,0	97,1
13,30	84,4	2,3	4,82	1,9	93,3
25,50	71,1	3,4	11,4	3,9	84,7
44,30	45,1	10,6	31,10	10,8	58,1
46,40	37,1	16,5	36,20	15,1	48,7

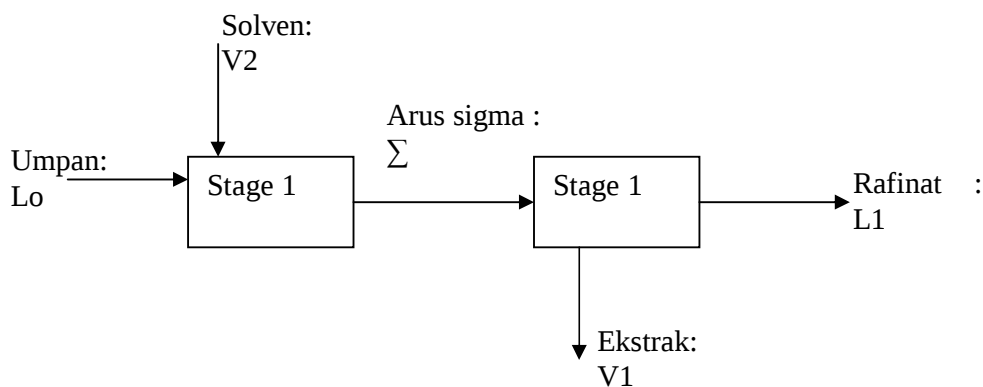
Gambarkan diagram reactangular coordinates data di atas, jika

- water sebagai diluen dan Isopropyl eter sebagai solven.
- Isopropyl eter sebagai diluen dan water sebagai solven.

2. Analisis stage seimbang tunggal (single stage).

Pencampuran antara umpan dan solven akan menghasilkan arus gabungan atau arus sigma, yang selanjutnya arus ini terpisah menjadi 2 fase dalam keadaan berkeseimbangan.

Skema proses tersebut :



Arus sigma adalah arus imajiner yang sangat bermanfaat untuk mencari korelasi kecepatan arus eksternal atau komposisi arus umpan dan hasil, baik arus ekstrak maupun arus rafinat. Dalam menentukan komposisi di arus sigma ini dikenal sebagai teori sigma. Teori sigma ini merupakan hubungan arus-arus di sekitar ekstraktor.

Arus-arus yang keluar alat (sebuah stage) diasumsi dalam keadaan seimbang, korelasi ditunjukkan dalam kurva keseimbangan terner, atau :

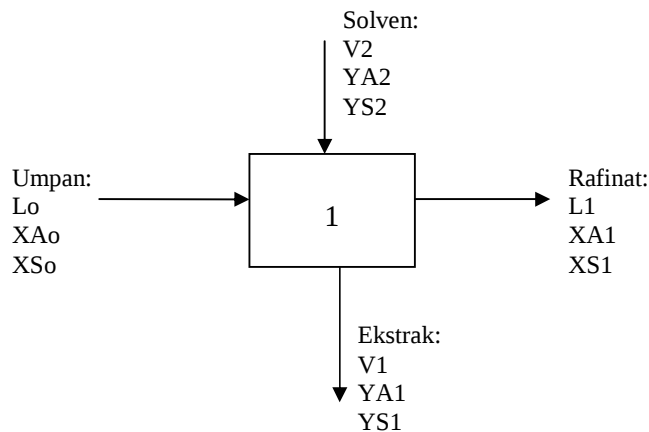
- A di fase ekstrak berkeseimbangan dengan A di fase rafinat atau
 $YA1 = f (XA1, \text{keseimbangan})$,
- S di fase ekstrak berkeseimbangan dengan S di fase rafinat atau
 $YS1 = f (XS1, \text{keseimbangan})$.

Oleh karena itu langkah-langkah yang digunakan untuk mencari hubungan arus-arus di sekitar ekstraktor seimbang tunggal adalah :

1. menentukan komposisi arus gabungan dengan teori sigma,
2. menentukan komposisi arus-arus yang keluar dari setiap stage menggunakan hubungan keseimbangan.

Ditinjau komposisi dan kecepatan umpan dan solven diketahui, akan dicari kecepatan arus dan komposisi baik fase ekstrak maupun rafinat.

Penyelesaian diarahkan cara grafis (mengingat data keseimbangan berbentuk segitiga terner dan hubungan arus-arus lebih mudah dilihat, serta perhitungan lebih cepat daripada analitis).



Data diketahui : L0 dan komposisinya

V2 dan komposisinya.

Dicari : L1 dan komposisinya, serta V2 dan komposisinya.

Penyelesaian :

1. Hubungan arus masuk dan arus keluar mengikuti teori sigma , maka dicari terlebih dulu kecepatan dan komposisi arus sigma.

Neraca massa arus masuk:

$$NM \text{ total : } L0 + V2 = \Sigma$$

$$NM \text{ solut : } L0. XA0 + V2.YA2 = \Sigma. ZA$$

$$NM \text{ solven : } L0. XS0 + V2 YS2 = \Sigma. ZS$$

Neraca massa arus keluar :

$$NM \text{ total : } L1 + V1 = \Sigma$$

$$NM \text{ solut : } L1. XA1 + V1.YA1 = \Sigma. ZA$$

$$NM \text{ solven : } L1. XS1 + V1 YS1 = \Sigma. ZS$$

Menentukan titik Σ (ZA, ZS) dengan secara grafis:

Dalam grafik, titik Σ terletak di daerah dua fase. Dalam kurva keseimbangan, hubungan campuran dua fase dengan fase penyusunnya dapat dicari menggunakan kaidah tuas lengan terbalik (inverse lever arm rule) pada kurva segitiga terner siku-siku solut-solven.

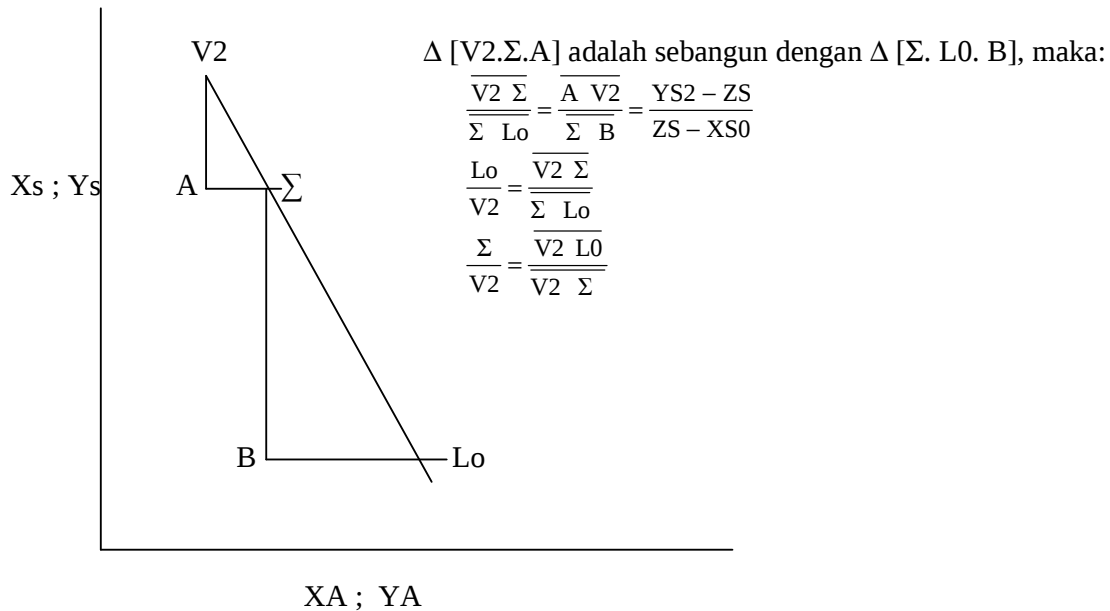
Dari NM, tampak bahwa titik $L_0(XA_0, XS_0)$, $V_2(YA_2, YS_2)$ serta $\Sigma (ZA, ZS)$ terletak dalam satu garis lurus. Demikian pula titik $L_1(XA_1, XS_1)$, $V_1(YA_1, YS_1)$ dan $\Sigma (ZA, ZS)$ terletak dalam satu garis lurus.

Dari manipulasi neraca massa di atas akan diperoleh :

$$\frac{L_0}{V_2} = \frac{Z_A - Y_{A2}}{X_{A0} - Z_A}$$

$$\frac{L_0}{V_2} = \frac{Z_S - Y_{S2}}{X_{S0} - Z_S}$$

Dalam diagram terner :



Jika besar arus L_0 dan V_2 diketahui, maka letak titik Σ dapat ditentukan, dan selanjutnya besar arus ini dapat dihitung.

2. Menentukan komposisi arus-arus keluar stage:

Hubungan arus keluar mengikuti teori sigma dan hubungan keseimbangan.

Secara grafis, titik L_1 , V_1 dan Σ terletak dalam satu garis lurus dan Arus L_1 berkeseimbangan dengan arus V_1 .

Titik L_1 adalah arus rafinat yang keluar dari stage maka terletak di kurva keseimbangan rafinat. Titik V_1 adalah arus ekstrak yang keluar dari stage, sehingga terletak di kurva keseimbangan ekstrak.

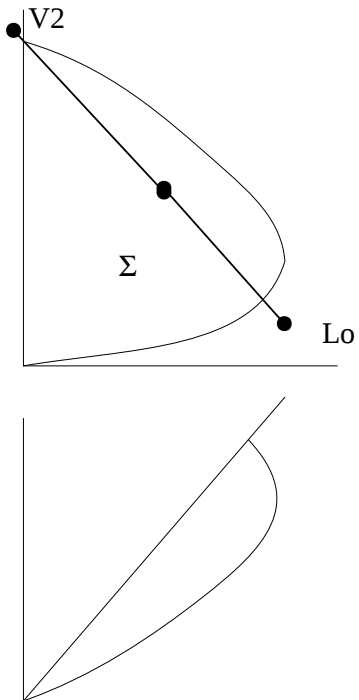
Oleh karena itu, jika titik Σ telah ditentukan, maka titik L_1 dan V_1 dicari dengan mencoba-coba garis yang melalui Σ , dan coba-coba ini benar jika L_1 dan V_1 berkeseimbangan yang ditunjukkan dalam kurva keseimbangan McCabe Thiele.

Maka komposisi di L_1 dan di V_1 dapat ditentukan.

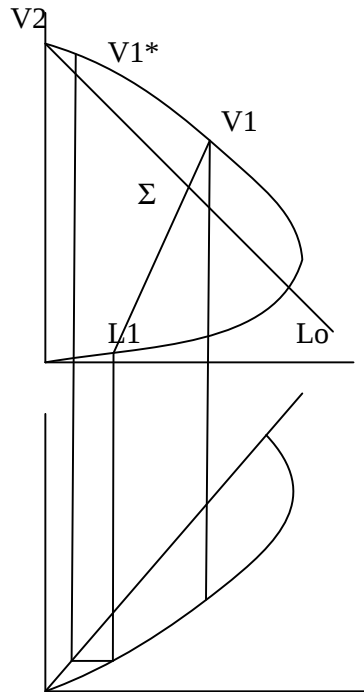
3. Menentukan besar kecepatan arus keluar stage :

Besar kecepatan arus L1 dan V1 ditentukan menggunakan kaidah tuas lengan terbalik. Dari grafik dapat ditentukan rasio L1 dan V1. Nilai ini disubstitusi ke neraca massa akan diperoleh besar kecepatan arus L1 dan V1.

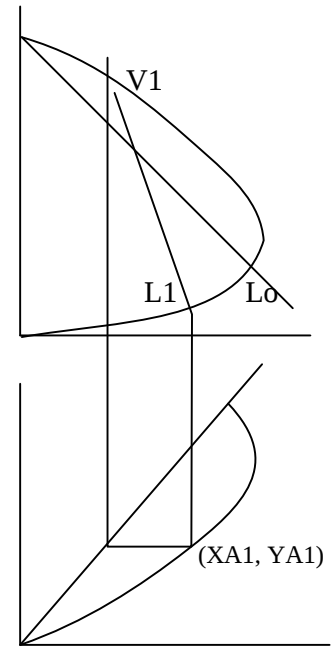
Langkah 1 (gambar a) menentukan Σ . **Langkah 2(gambar b dan c)** menentukan komposisi V1 dan L1.



Gambar a



Gambar b.
Trial & error salah.
(V1* ≠ V1)



Gambar c.
Trial & error benar.

Contoh:

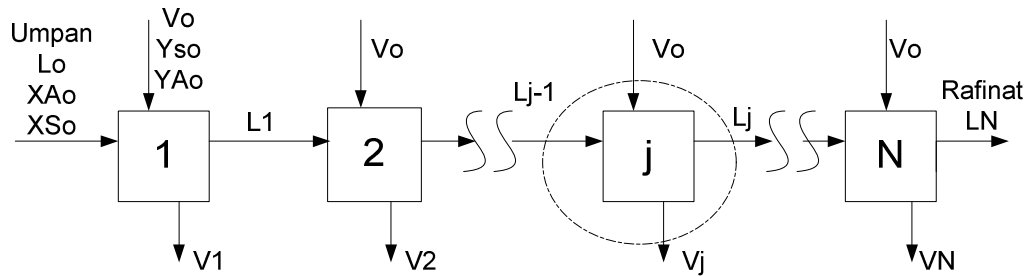
Pure water is to be used to extract acetic acid from 400 kg of a feed solution containing 25 wt % acetic acid in isopropyl ether. If 400 kg of water is used, calculate the percent recovery in the water solution in a one stage process.

Problem:

a. Geankoplis, 12.5-1, 12.5-2, 12.5-3, 12.5-4.

3. Analisis ekstraksi multistage

3.a. MULTISTAGE CROSS CURRENT EXTRACTION



Setiap stage diumpankan solven segar dan dipungut ekstraknya. Sisa ekstrak di arus rafinat diumpankan ke stage berikutnya.

Data yang diketahui : besar dan komposisi umpan,

Besar dan komposisi solven.

Data yang ditentukan : konsentrasi solute dalam rafinat.

Tujuan analisis : menentukan jumlah stage ideal yang diperlukan (N).

Cara perhitungan hubungan arus masuk dan arus keluar mirip dengan stage tunggal, tetapi pada cross current extraction ini terdapat nilai sigma yang berbeda-beda di setiap stagenya.

Ditinjau pada stage ke-j : (Nilai j = 1 sampai dengan N).

NM total stage ke-j :

$$L_{j-1} + V_0 = \Sigma_j$$

$$L_j + V_j = \Sigma_j$$

Arus-arus keluar stage ke-j dalam keadaan berkeseimbangan :

Perhitungan jumlah stage secara grafis adalah sebagai berikut :

Stage j=1 : komposisi umpan dan kecepatan umpan (Lo) diketahui

dan komposisi solven dan kecepatan solven diketahui (Vo):

a. menentukan komposisi arus sigma (Σ_1) dengan teori sigma.

b. Menentukan komposisi arus keluar L1 dan V1 yang terletak di kurva keseimbangan.

c. Menentukan besar arus L1 dan V1.

Stage J=2 : Diketahui L1 dan V0

a. menentukan komposisi arus sigma (Σ_2) dengan teori sigma.

b. Menentukan komposisi arus keluar L2 dan V2 yang terletak di kurva keseimbangan.

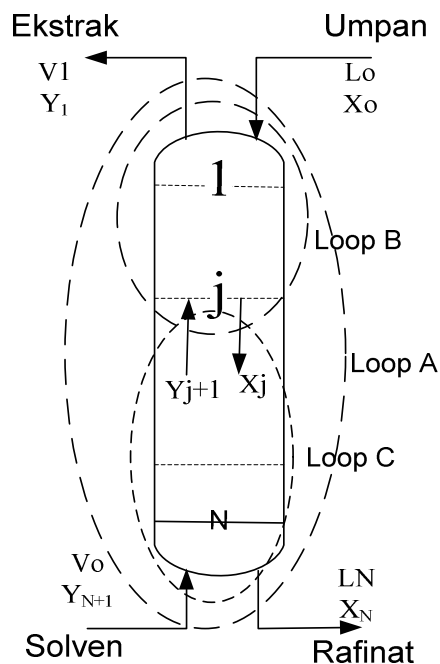
c. Menentukan besar arus L2 dan V2.

Perhitungan dilanjutkan sampai diperoleh konsentrasi solut di rafinat yang diinginkan.

Contoh:

Pure water is to be used to extract acetic acid from 400 kg of a feed solution containing 25 wt % acetic acid in isopropyl ether.

- If 400 kg of water is used, calculate the percent recovery in the water solution in a one stage process.
- If a multiple four – stage system is used and 100 kg fresh water is used in each stage, calculate the overall percent recovery of the acid in the total outlet water.

3.b. COUNTERCURRENT MULTISTAGE EXTRACTION**Data yang diketahui :**

kecepatan dan komposisi umpan,
kecepatan dan komposisi solven.

Data yang ditentukan :

konsentrasi solut dalam rafinat.

Tujuan analisis :

menentukan jumlah stage ideal yang diperlukan.

Konsep yang digunakan:

- Hubungan arus-arus di sekitar menara dievaluasi menggunakan external balance.
- Hubungan arus – arus di antara 2 stage yang berurutan dievaluasi menggunakan internal balance. Hubungan ini sering disebut sebagai garis operasi ekstraksi.
- Hubungan arus-arus keluar dari setiap stage, yaitu dengan mengambil asumsi bahwa arus-arus keluar dari setiap stage dalam keadaan seimbang, maka korelasinya adalah fungsi keseimbangan.

Penyelesaian : (diarahkan cara grafis)

- Menentukan arus-arus di sekitar menara, yaitu arus rafinat LN, dan arus ekstrak V1.

NM total di sekitar menara : (konsep sigma)

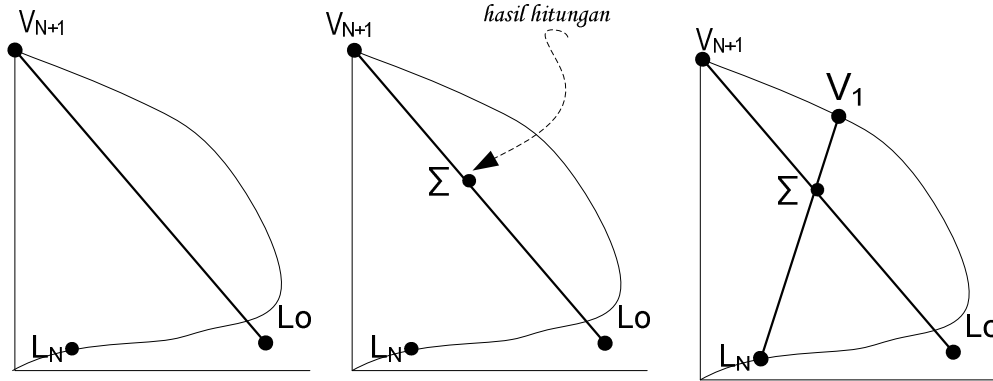
?

.....

Dengan metode inverse lever arms rule, maka dengan menggunakan grafik segitiga siku-siku solute-solven (rectangular coordinates) :

- dapat ditentukan titik Σ dan V_1 , dan selanjutnya
- besar dan komposisi arus LN dan V_1 dapat ditentukan.

Arus V_1 dan LN bukan arus-arus yang keluar dari stage yang sama, maka kedua arus ini tidak berkeselimbangan, tetapi terletak di kurva keselimbangan.



2. Menentukan hubungan arus-arus di antara 2 stage berurutan :

Pendekatan yang digunakan adalah: selisih arus rafinat dengan arus ekstraksi di antara 2 stage yang berurutan stage adalah sama untuk semua stage.

Konsep netto (pengurangan) :

$$\begin{aligned}\Delta &= L_0 - V_1 = L_1 - V_2 = L_2 - V_3 \dots \text{dst} \\ &= L_j - V_{j+1} \dots \dots \dots (A)\end{aligned}$$

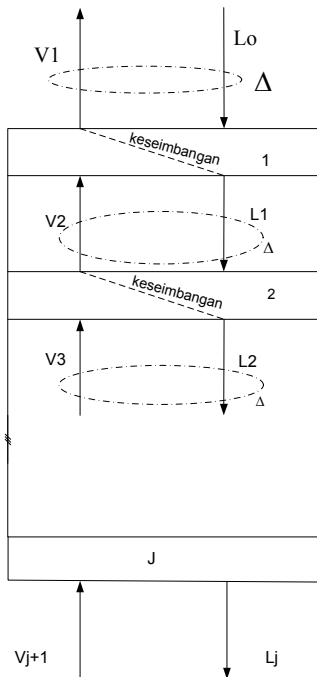
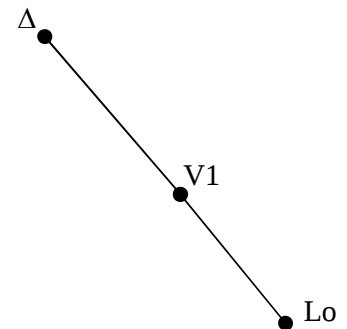
Secara grafis, prinsip pengurangan ini sama dengan prinsip penjumlahan(sigma).

Hanya saja, komposisi arus netto terletak di perpajangan garis lurus yang ditarik melalui titik L_0 dan V_1 .

Beberapa cara menentukan titik netto:

- Jika rasio L_0 dan V_1 diketahui, maka letak titik netto dapat ditentukan.

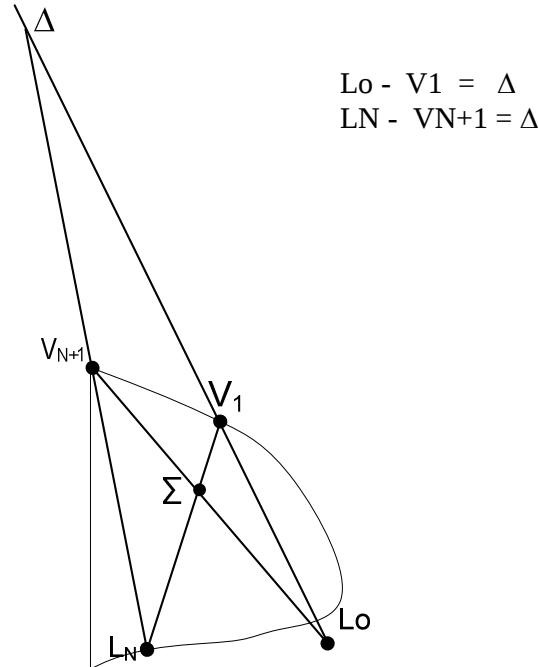
$$\frac{L_0}{V_1} = \frac{\overline{\Delta \cdot V_1}}{\overline{\Delta \cdot L_0}}$$



- b. Berdasarkan pers (A), titik Δ , L_0 , dan V_1 adalah satu garis lurus.

Titik Δ , L_N , dan V_{N+1} adalah satu garis lurus.

Jika titik L_0 , V_1 , L_N , dan V_{N+1} diketahui, maka titik Δ adalah titik potong garis perpanjangan garis $L_0.V_1$ dan garis $L_N.V_{N+1}$.



Dari NM di atas (konsep netto), tampak bahwa nilai Δ adalah tetap untuk semua stage, oleh karena itu semua arus di antara dua stage yang berurutan (garis operasi) akan melewati titik Δ ini.

3. Menentukan hubungan arus-arus yang keluar dari stage.

Arus-arus yang keluar dari setiap stage dalam keadaan berkeseimbangan, sehingga dibutuhkan kurva keseimbangan terner segitiga siku-siku dan kurva keseimbangan McCabe Thiele (YX) solute.

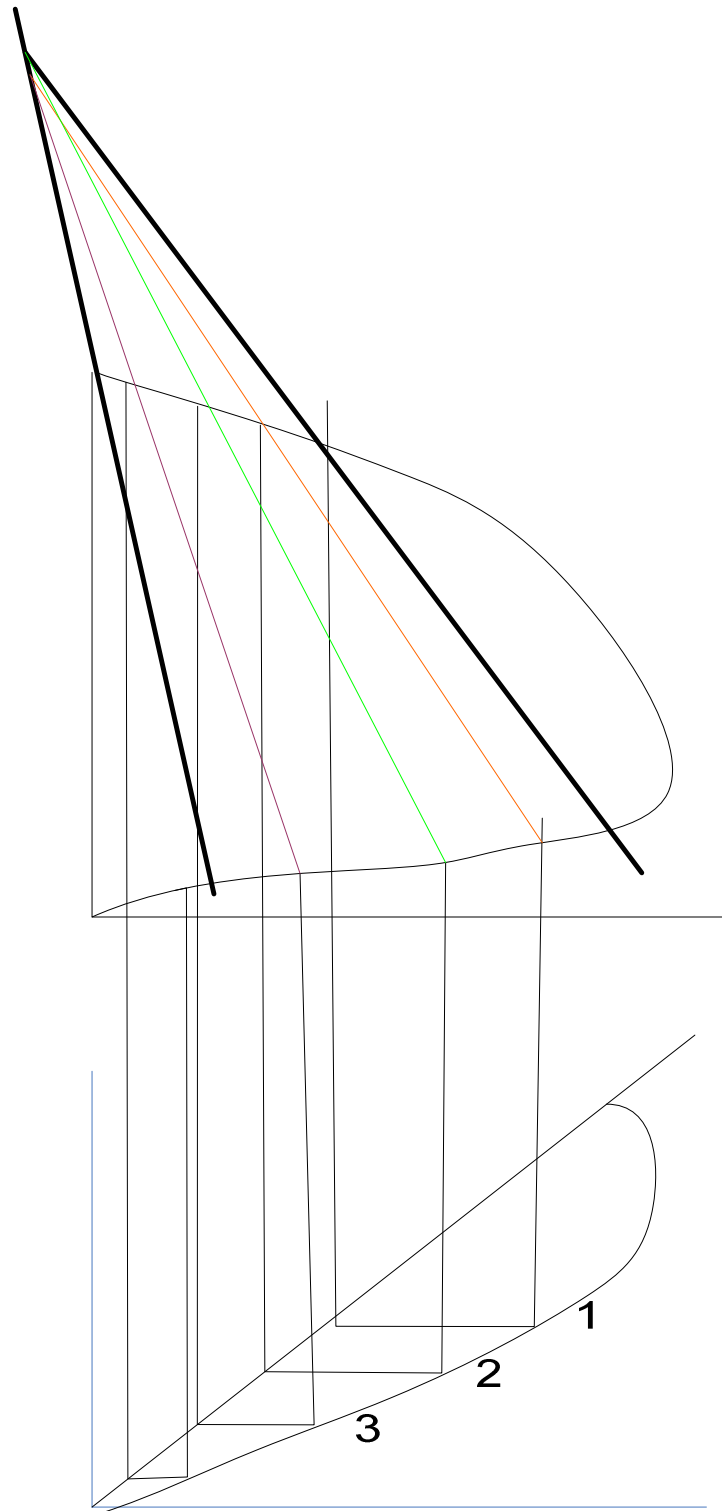
$$V_1 \leftrightarrow Y_1$$

$$V_2 \leftrightarrow Y_2$$

$$V_j \leftrightarrow Y_j \dots\dots\dots (B)$$

4. Menentukan jumlah stage secara grafis.

Perhitungan jumlah stage secara grafis menggunakan pers garis operasi (A) dan keseimbangan (B) secara bergantian (*stage by stage*). Dimulai dari $j = 1$ sampai diperoleh XAN yang diinginkan.



$N=3,5$ stage ideal

Gambar Perhitungan stage by stage.

Perancangan dan Ubahan Operasi

Ada 4 ubahan penting pada operasi ekstraksi countercurrent :

1. kemurnian produk
Contoh : kadar solute dalam ekstrak yang tinggi (YA1 tinggi).
2. Persen recovery.
Sebanyak mungkin solute dapat dipungut, yaitu : (V1. YA1) >>, atau (LN.XAN) <<.

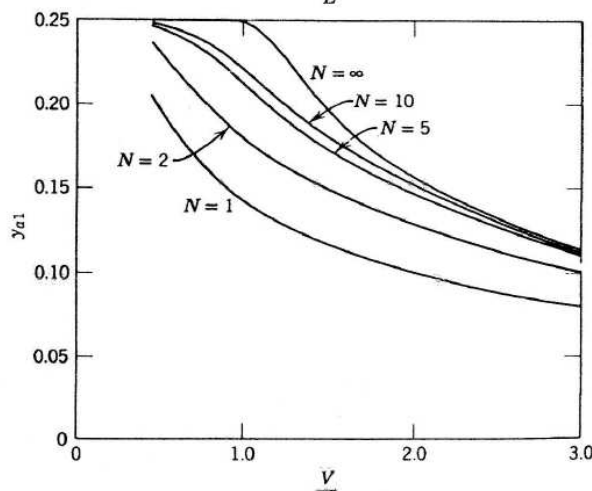
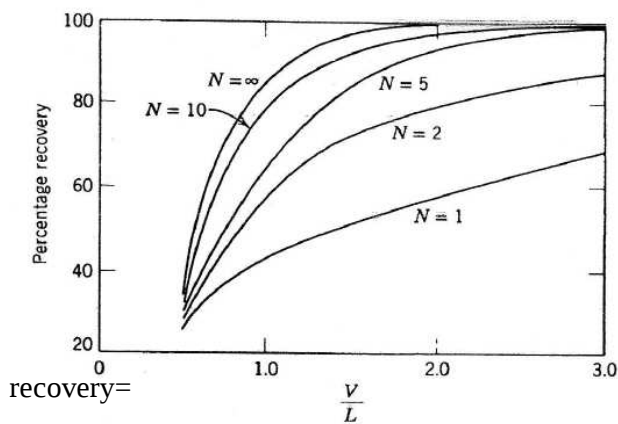
$$\% \text{recovery} = \frac{\text{banyaknya solut dalam arus ekstrak}}{\text{banyaknya solut dalam umpan}}$$

$$= \frac{V1. YA1}{L0. XA0} 100\%$$
3. jumlah stage (N)
Semakin banyak N, biaya (harga alat) yang dibutuhkan semakin besar/mahal.
4. rasio V/L
Perbandingan solven dan umpan mempengaruhi biaya pemurnian solven dengan solute, kemurnian produk, serta jumlah stage.

Jumlah stage (N) yang bernilai bulat, menunjukkan % recovery tertinggi yang dapat dicapai. Contoh : jika diketahui titik L0, VN+1, dan LN, maka dengan mencoba-coba titik Σ, sehingga diperoleh jumlah stage yang bulat, kemudian ditentukan % recovery-nya.

Jika 2 ubahan dari 4 ubahan di atas telah ditentukan, maka 2 ubahan lainnya bernilai tertentu pula. Penentuan ubahan optimum ditentukan dengan analisa segi teknis (alat dapat memisahkan solute sebanyak-banyaknya) dan segi ekonomi (harga alat dan biaya operasi tidak mahal).

Contoh hubungan ke-4 ubahan dalam ekstraksi countercurrent partially miscible (Foust,p. 66, 1980) :



Misal:

1. Jika $V/L = 2,0$ dan $N=2$, maka % recovery =80% dan $YA1= 0,13$.

2. Jika diinginkan %

80%, ada tren bahwa:
 $V/L \ll$ akan membutuhkan $N \gg$.

Solvent Rate Effect

Jika ubahan kemurnian produk dan % recovery telah ditentukan, maka pengaruh kecepatan solven sebagai berikut :

1. jika V/L besar atau $V \gg$, maka $N \ll$.
Artinya, meskipun N sedikit tetapi V banyak, akibatnya biaya solvent recovery menjadi tinggi.
2. Jika V/L kecil atau $V \ll$, maka $N \gg$.
 $N \gg$ menunjukkan harga alat mahal.
Jika V diperkecil sampai diperoleh N tak terhingga, maka nilai V ini adalah V minimum.

Kecepatan solven minimum menjadi batasan operasi yang sangat penting.

Rasio V/L operasi biasanya dipilih dari :

$$(V/L)_{\text{operasi}} = (\text{faktor}) \cdot (V/L)_{\text{minimum}}$$

Faktor = f (teknik dan ekonomi)

Nilai faktor yang diperoleh dari pengalaman di lapangan berkisar 1,5 sampai 2,5.

Menentukan Kecepatan solven minimum:

Alat kontak transfer massa akan sangat besar atau panjang jika driving force transfer massa sangat kecil, demikian pula pada alat ekstraksi ini. Driving force kecil ditunjukkan kecilnya perbedaan kadar solute masuk stage dan kadar solute keluar stage.

Jumlah stage menjadi tak terhingga jika driving forcenya sangat kecil, atau tidak ada perbedaan kadar di atas.

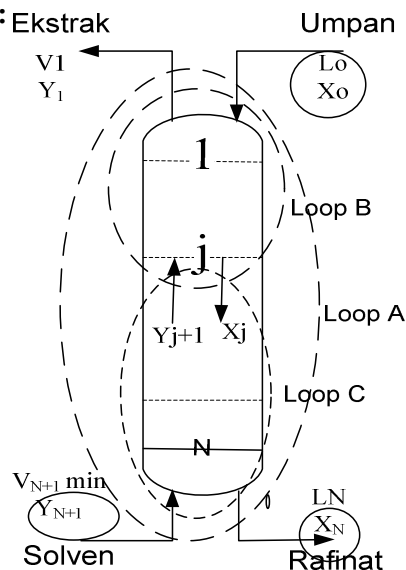
Secara grafis, hal ini ditunjukkan dengan berhimpitnya garis operasi dan garis keseimbangan.

Pada ekstraksi counter current ini, jumlah solven V_{N+1} minimum juga ditentukan dengan mencari garis operasi minimum ($\Delta_{\min}$) yang berhimpit dengan garis keseimbangan.

Banyak nilai subminimum $\Delta_{\min}$ yang memberikan garis operasi berhimpit dengan garis keseimbangan. Oleh karena dipilih V/L minimum yang terkecil, yaitu titik $\Delta_{\min}$ yang paling dekat dengan diagram rectangular.

Biasanya, dipilih garis operasi yang berhimpit dengan garis keseimbangan yang melalui L_0 . Secara grafis dijelaskan di bawah ini.

Ditinjau: Ekstrak



Data diketahui : Countercurrent extraction.

Kecepatan dan komposisi arus umpan,
Jenis solven atau komposisi solven.

Data ditentukan : komposisi dalam rafinat.

Data dicari : Kecepatan solven minimum
(V_{N+1} minimum).

Penyelesaian:

Jumlah stage adalah tak terhingga jika garis operasi berhimpit dengan garis keseimbangan.

Secara grafis : titik L_0 , V_{N+1} , dan L_N dapat ditentukan dari data yang telah diketahui.

Dari konsep sigma :

Titik $L0$, $VN+1$ dan Σ adalah satu garis lurus.

Titik LN , $V1$, dan Σ adalah satu garis lurus.

Jika titik Σ ditentukan maka titik $V1$ dapat dievaluasi.

Dari konsep netto:

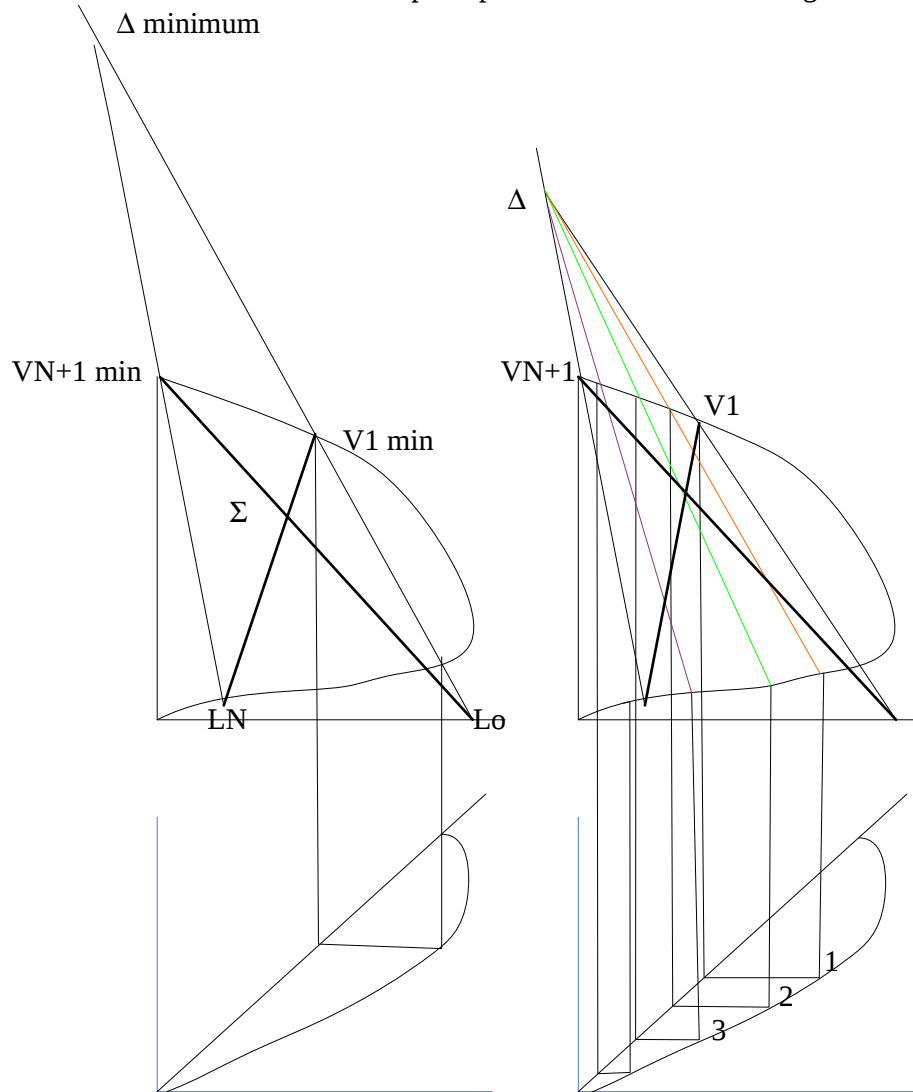
Titik $L0$, $V1$, dan Δ adalah satu garis lurus.

Titik LN , $VN+1$, dan Δ adalah satu garis lurus.

Dengan membuat perpotongan dari perpanjangan garis $\overline{L0.V1}$ dan $\overline{LN.VN+1}$ maka titik Δ dapat ditentukan.

Dari konsep keseimbangan: jika titik $V1$ telah diketahui maka titik $L1$ dapat ditentukan.

N adalah tak terhingga, jika titik $L1$ terletak di garis $L0.V1$. Oleh karena itu dengan mencoba-coba titik Σ atau $V1$ sampai diperoleh titik $L1$ terletak di garis $L0.V1$.



Gambar 1. penentuan $VN+1$ minimum.

Gambar 2. Gambar penentuan N ideal.

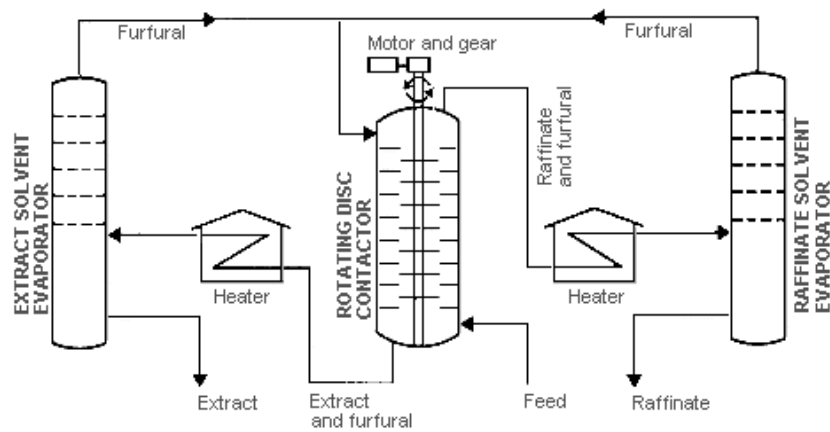
Problem:

1. An aqueous feed solution of 1000 kg/hr of acetic acid solution contains 30.0 wt% acetic acid and is to be extracted in countercurrent multistage process with pure isopropyl ether to reduce the acid concentration to 2.0 wt% acetic acid in the final raffinate. Find:
 - a. the minimum solvent flow rate,
 - b. If 2500 kg/h of ether solvent is used, determine the number of theoretical stage required. (Geankoplis 12.7-4).

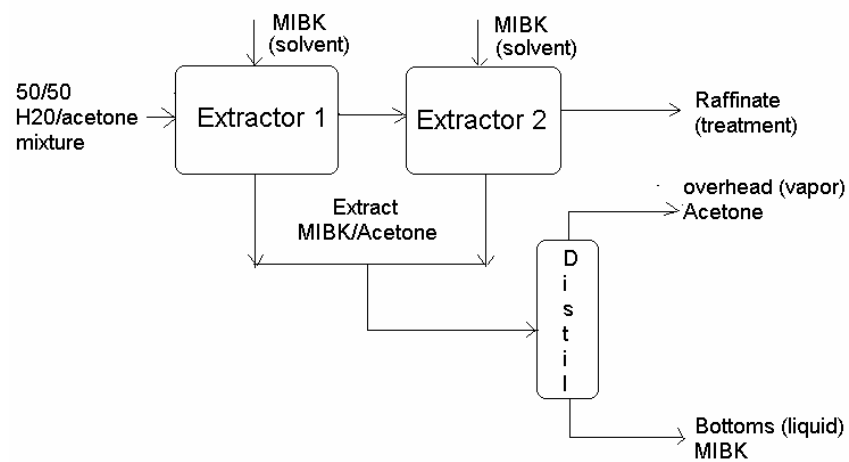
2. An aqueous feed solution of 100 kg/hr of acetic acid solution contains 30.0 wt% acetic acid and is to be extracted in countercurrent multistage process with pure isopropyl ether to reduce the acid concentration to 5.0 wt% acetic acid in the final raffinate. Find:
 - c. the minimum solvent flow rate,
 - d. the number of theoretical stage required if using a solvent flow rate of 1.5 times the minimum.

3. An aqueous feed solution of 1000 kg/h containing 23.5 wt % acetone and 76.5 wt% water is being extracted in countercurrent multistage extraction system using pure methyl isobutyl ketone (MIK) solvent at 298 – 299 K. The outlet water raffinate will contain 5 wt% acetone.
 - a. Calculate the minimum solvent rate,
 - b. Using a solvent rate of 1.5 times the minimum, calculate the number of ideal stages. (Geankoplis 12.7-3).

4. A simple countercurrent extraction is removing methylcyclohexane from n-heptane using aniline as the solvent. The feed is 60 wt % methylcyclohexane and 40 wt % n-heptane. The outlet raffinate is 60 wt% n-heptane and has a flow rate 1000 kg/hr. The inlet solvent is 5 wt% n-heptane and contains no methylcyclohexane. The inlet solvent flow rate is 5000 kg/hr. Assume that all stages are equilibrium stages.
 - a. determine the composition of outlet extract stream.
 - b. What is the flow rate of feed required? (Wankat, D13, p. 632).



Aromatic solvent extraction unit.



Example of extraction process- 50/50 acetone/water mixture