



## Telaah Potensi Penerapan Teknologi Terkini pada Hidrolisis Selulosa dengan Sistem Pengendalian Terintegrasi dalam Proses Bioetanol G2

Anissa Ditia<sup>1</sup>, Teuku Beuna Bardant<sup>2</sup>, Amaliyah Rohsari Indah Utami<sup>1</sup>, Roni Maryana<sup>2</sup>, Yan Irawan<sup>2</sup>, Muryanto<sup>2</sup>, Eka Triwahyuni<sup>2</sup>, Yanni Sudiyani<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Teknik Fisika, Telkom University, Bandung, Indonesia

<sup>2</sup> Pusat Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Kawasan PUSPIPTEK Serpong Tangerang, Indonesia

Diterima: 8 Juni 2021, Revisi akhir: 21 Juni 2021, Disetujui terbit: 29 Juni 2021

### *Review on Potency of Application Recent Technology in the Integrated Process and Control on Cellulose Hydrolysis in Bioethanol G2 Production Process*

#### *Abstract*

This review listed current technologies and innovations in the control system which potentially applied in the intensification of cellulose hydrolysis as part of 2<sup>nd</sup> Generation Bioethanol production process. The review started from the general latest innovations in the 2<sup>nd</sup> Generation Bioethanol. Cellulose hydrolysis as the main characteristics in the 2<sup>nd</sup> Generation of Bioethanol required further attention in the intensification. Especially in how to integrate cellulose hydrolysis with its control system and to integrate it with upstream and downstream units. The special requirements in cellulose hydrolysis are 48 hours agitation duration and time-dependent mixture viscosity. At the end of the review, listed technologies were assessed to be applied in the 2<sup>nd</sup> Generation Bioethanol. The assessment was based on their potency in increasing process efficiency and the potency of required investment if they are applied. A Very High Gravity (VHG) saccharification at optimum intermittent agitation speed was a promising innovation for cellulose hydrolysis if intensification was conducted onto the existing production plant. If intensification is conducted to a plant design, building an agitation tank according to best Computational Fluid Dynamic (CFD) simulation, complemented with controlled moving baffles and best suitable impeller design is a promising design for efficient hydrolysis. This agitation tank was then completed with the advanced available control system, which is capable to adapt the viscosity changes.

*Keywords: agitation, saccharification, biomass, viscosity, non Newtonian fluids*

#### **Abstrak**

Kajian ini merangkum teknologi dan inovasi sistem pengendalian yang berpotensi diterapkan dalam intensifikasi proses hidrolisis selulosa pada produksi bioetanol G2. Telaah dimulai dari perkembangan terbaru intensifikasi produksi bioetanol secara umum. Hidrolisis selulosa adalah tahapan pembeda antara proses bioetanol G2 dan generasi sebelumnya. Perhatian utama dalam intensifikasi hidrolisis selulosa adalah pada bagaimana hidrolisis selulosa terintegrasi dengan sistem pengendalinya dan integrasi hidrolisis selulosa dengan bagian hulu (*pretreatment*) dan hilir (penyulingan). Keunikan proses ini adalah durasi kerja yang membutuhkan 48 jam dan viskositas campuran yang tergantung waktu. Bagian akhir telaah ini memetakan potensi penerapan teknologi dan inovasi terbaru yang telah dirangkum. Pemetaan berdasarkan potensi peningkatan efisiensi dan potensi tambahan investasi. Sakarifikasi *Very High Gravity* (VHG) pada kecepatan pengadukan optimum dan *intermittent* dinilai sebagai pilihan paling menarik bila intensifikasi dilakukan pada unit produksi yang telah berdiri. Namun jika intensifikasi untuk rancangan pabrik baru, maka tangki hidrolisis yang dirancang dengan simulasi CFD, dilengkapi dengan sekat (*baffles*) yang bergerak terkendali, dan rancangan batang pengaduk (*impeller*) paling cocok menurut simulasi adalah pilihan menarik. Rancangan ini kemudian diintegrasikan dengan sistem pengendali yang mampu memperkirakan perubahan viskositas.

Kata kunci: pengadukan, sakarifikasi, biomassa, viskositas, fluida non Newtonian

Proses produksi Bioetanol Generasi 2 (G2) merupakan pengembangan dari proses Generasi 1 dengan tidak lagi menggunakan bahan pangan sebagai bahan baku proses. Bioetanol G2 menggunakan bahan baku berbasis selulosa. Proses ini membutuhkan tahapan hidrolisis selulosa menjadi glukosa yang sekaligus menjadi pembeda dari generasi sebelumnya. Proses bioetanol G2 sendiri terdiri dari *pretreatment*/delignifikasi; sakarifikasi dan fermentasi; destilasi dan dehidrasi. Telaah ini merangkum dan memetakan teknologi terkini yang berpeluang untuk diterapkan dalam intensifikasi hidrolisis selulosa melalui rancangan proses dan sistem pengendali yang terintegrasi.

## **Pendahuluan**

Kinerja sistem pengendali yang dimaksud dalam telaah ini adalah kemampuan sistem dalam menjaga ketangguhan (*resilience*) dan kelenturan (*flexibility*) sebuah proses kimia. Penjelasan mengenai ketangguhan dan kelenturan sistem pengendali proses kimia mengacu pada istilah Manfred Morari yang ditelaah sebelumnya (Grossmann, Calfa and Garcia-Herreros, 2014). Kelenturan adalah kemampuan beradaptasi dengan persyaratan yang baru, yang berbeda, atau yang berubah. Sementara ketangguhan adalah kemampuan memulihkan atau menyesuaikan terhadap gangguan atau perubahan.

Metode dalam mengembangkan proses produksi dan sistem pengendaliannya dibagi menjadi dua. Pertama, proses produksinya sudah mapan, lalu sistem pengendalian dibangun sesuai proses produksinya. Ruang untuk meningkatkan kinerja melalui pembaruan sistem pengendalian untuk metode pertama ini lebih kecil dibanding metode kedua. Dalam metode kedua proses produksi dan sistem pengendalian dirancang secara bersamaan. Keunggulan metode kedua dibahas dalam tulisan telaah sebelumnya (Sharifzadeh, 2013). Telaah tersebut menceritakan evolusi metode kedua ini serta membandingkan keunggulan dan kelemahan dari keduanya.

Rancangan sebuah tahapan proses kimia lengkap dengan sistem pengendaliannya sangat terkait dengan tahapan proses sebelumnya (hulu) dan setelahnya (hilir). Keterkaitan ini membuka ruang inovasi bagi insinyur kimia. Inovasi yang dimaksud adalah meningkatkan efisiensi melalui kajian proses terintegrasi. Mewujudkan inovasi ini bisa dilakukan dengan merancang proses

produksi dan sistem pengendaliannya secara bersamaan. Perancangan secara bersamaan memungkinkan dengan menerapkan sistem pengendali *Nonlinear Model Process Control* (NMPC) yang berujung pada *Economic Model Process Control* (EMPC). Telaah terhadap model ini telah dilakukan (Rafiei and Ricardez-Sandoval, 2020). Masalah seperti closed-loop stability, perubahan fasa, dan konvergensi dari algoritma sistem kendali masih menjadi tantangan dan masih memengaruhi keberhasilan rancangan. Penerapan pengoptimalan global juga masih terbatas, terutama untuk proses kimia yang memiliki ketidakpastian besar dan/atau kasus pengendalian yang non-konveks. Kemajuan ilmu komputasi saat ini memberikan kepercayaan bahwa pemecahan masalah kompleks dari integrasi proses kimia dengan sistem pengendaliannya dapat dicapai di masa depan. Namun masih diperlukan upaya besar untuk memasukkan ketidakpastian dalam teknik penghitungan secara efisien serta pengembangan teknik pemodelan ke dalam formulasi.

Proses Intensifikasi (PI) mengkaji potensi penghematan energi dan bahan kimia secara signifikan yang dapat diperoleh melalui pembaruan sistem pengendali. PI sebagai teknologi alternatif masih bersaing dengan rekan konvensional mereka. Pendekatan sistematis dan alat untuk memutuskan solusi yang paling menjanjikan dari proses yang diintensifkan saat ini ketersediaannya masih kurang. Rekayasa Sistem Proses (*Process Systems Engineering* (PSE)) menjadi salah satu pilihan pendekatan. PSE mengkaji ulang dan kemudian memodifikasi sintesis proses, desain, analisis, dan penggunaan alat agar lebih optimal. Telaah sebelumnya menjelaskan survei ekstensif tentang pendekatan PSE paling mutakhir untuk PI (Tian, Demirel, Hasan and Pistikopoulos, 2018). Telaah tersebut juga menganalisis status terkini ketersediaan simulasi di bidang pemodelan. Telaah ini juga menyoroti desain, sistem sintesis yang diintensifkan, serta sistem untuk penilaian kinerja pengendalian, pengoperasian serta keselamatannya. Berbagai perspektif tentang PI juga diulas, baik dari perspektif akademis maupun industri.

Peneliti yang sama juga menelaah perkembangan terbaru sintesis sistem PI yang terbukti dapat beroperasi, berikut tantangan utama dan peluang penelitian di masa datang (Tian and Pistikopoulos, 2019). Telaah ini juga merangkum ide-ide, pendekatan-pendekatan dan alat-alat

baru yang masih dalam tahap pengembangan. Diharapkan semua hal-hal baru ini mempercepat terwujudnya sistem PI yang inovatif dan terbukti bisa dioperasikan.

Subjek PI dalam proses kimia dikelompokkan menjadi unit pemisahan, reaksi, hybrid reaksi/pemisahan, dan penggunaan energi alternatif. Dalam telaah ini akan difokuskan pada hidrolisis enzimatis selulosa yang merupakan reaksi berdurasi panjang dengan viskositas yang terus berubah. Tetapi pertanyaan utamanya masih sama dengan kelompok lain, yaitu: (i) Bagaimana mendapatkan desain yang intensif secara sistematis? (ii) Bagaimana memastikan struktur yang intensif tersebut beroperasi sesuai harapan dan berkinerja sesuai targetnya tanpa mengorbankan fungsi lain? Dan (iii) bagaimana memperkirakan kelayakan dan biaya desain baru yang intensif? Pertanyaan serupa yang coba dipecahkan oleh peneliti sebelumnya (Tian *et al.*, 2018).

Telaah PI dan status terkini dari rancangan terintegrasi untuk produk tertentu telah dipublikasikan, misalnya produk emulsi kosmetik (Calvo *et al.*, 2020). Ulasan ini menyoroti dua landasan penerapan PI melalui rancangan terintegrasi. Pertama adalah parameter pasar, variabel teknik, dan model bisnis. Landasan kedua adalah pendekatan sistematis terstandar untuk menerjemahkan kebutuhan konsumen ke dalam spesifikasi teknis. Telaah ini juga menyajikan persyaratan untuk memperbaiki akurasi model prediksi sifat fisik produk emulsi. Perbaikan dilakukan dengan mempertimbangkan kerangka kerja pemodelan yang baru, misalnya model keseimbangan populasi. Ulasan lain secara khusus membahas tantangan dan peluang dalam pengendalian manufaktur biofarmasi (Hong *et al.*, 2018). Rancangan strategi kontrol adaptif dan hybrid dibahas dalam telaah ini.

Telaah sebelumnya yang terkait erat dengan telaah ini merangkum temuan terbaru dalam hidrolisis enzimatis campuran padatan tinggi, pencapaian serta tantangannya (Da Silva *et al.*, 2020). “Efek zat padat tinggi” dibahas dalam telaah ini. Efek yang dimaksud adalah hambatan reologi pada permulaan operasi. Misalnya keterbatasan kontak dengan air timbul akibat sistem yang sangat kental sehingga mengganggu perpindahan massa dan panas. Masalah ini dianalisis dari perspektif terhambatnya aktivitas enzim. Efek padatan tinggi kemudian dibandingkan dengan efek inhibisi produk akhir

dan efek inhibisi senyawa pengotor. Senyawa pengotor seperti lignin mungkin tidak tercuci sempurna saat *pretreatment* biomassa dan bisa berikatan dengan enzim sehingga mengakibatkan enzim tidak produktif. Ulasan ini juga menyajikan kemajuan inovasi dan teknologi yang bisa diterapkan untuk mengurangi efek padatan tinggi, seperti pengembangan formulasi enzim yang lebih efisien, strategi pengumpanan enzim dan biomassa, rancangan reaktor dan impeller serta strategi proses untuk mengurangi efek inhibisi produk akhir. Jadi telaah ini lebih fokus pada pemanfaatan dan optimasi enzimatis.

Mekanisme adsorpsi enzim ke permukaan biomassa ditinjau lebih lanjut oleh peneliti lain (Baig, 2020). Mekanisme adsorpsi konseptual baru disajikan untuk mengisi celah dalam literatur sebelumnya. Proses adsorpsi enzimatis dimulai dengan interaksi timbal balik antara enzim dan substrat, dan diakhiri dengan pembentukan ikatan molekuler. Mekanisme ini diharapkan membantu peneliti dan industriawan untuk merancang proses adsorpsi secara lebih efisien. Faktor-faktor yang dibahas secara rinci adalah karakteristik permukaan substrat, faktor lingkungan, seperti kondisi aliran, suhu, dan konsentrasi.

Telaah ini menjelaskan peran sistem pengendalian dalam intensifikasi khususnya pada produksi bioetanol G2. Pada bagian selanjutnya akan dijelaskan secara singkat perkembangan terbaru intensifikasi proses bioetanol secara umum. Pada bagian ketiga akan dibahas tentang sistem kendali dan perannya dalam intensifikasi. Beberapa studi sebelumnya tentang sistem pengendali dianalisis kemungkinannya untuk diterapkan di proses bioetanol G2. *Pretreatment* dalam proses pembuatan bioetanol dapat menggunakan proses pembuatan pulp kertas sebagai acuan. Fermentasi dan distilasi memerlukan sedikit modifikasi dari proses bioetanol G1. Dengan demikian keduanya telah memiliki banyak referensi dan tinjauan literatur. Hidrolisis selulosa yang merupakan pembeda utama dalam proses bioetanol G2 membutuhkan perhatian lebih untuk intensifikasi. Dalam ranah teknik kimia, hidrolisis enzimatis sederhananya adalah sebuah proses dalam tangki berpengaduk partaian (*batch*). Masalah utamanya adalah durasi kerja tangki yang membutuhkan 48 jam dan viskositas campuran yang berubah tergantung waktu (Bardant, Susanto and Winarni, 2017). Bagian keempat dari tinjauan ini berfokus pada sistem kendali tangki berpengaduk. Tangki

berpengaduk proses kristalisasi dan polimerisasi akan banyak digunakan sebagai referensi karena viskositasnya yang juga tergantung waktu. Karena biogas dan bioetanol adalah sumber energi terbarukan dan ramah lingkungan, maka analisis efisiensi energi menjadi penting. Peningkatan efisiensi energi dikaji dengan merujuk pada proses produksi biogas dan produksi bioetanol.

### **Intensifikasi dalam Proses Produksi Bioetanol G2**

Pemisahan selulosa dari lignin umumnya menggunakan proses *pulping*. Namun kebutuhan produk akhir pulp untuk kertas dan untuk produksi etanol berbeda. Sehingga peluang intensifikasi proses produksi bioetanol generasi kedua dengan modifikasi *pretreatment* sangat terbuka. Sebagian besar upaya intensifikasi proses bioetanol G2 yang telah dilakukan adalah modifikasi *pretreatment*.

*Pretreatment* microwave diusulkan sebagai alternatif modifikasi karena dapat mengurangi waktu *pretreatment* (Binod *et al.*, 2012). *Pretreatment* microwave pada ampas tebu dengan 1% NaOH pada 600 W selama 4 menit dilanjutkan dengan hidrolisis enzimatis memberikan rendemen gula pereduksi sebesar 0,665 g/g biomassa kering. Perlakuan kombinasi microwave-alkali-asam dengan 1% NaOH diikuti 1% asam sulfat, rendemen gula reduksi naik menjadi 0,83 g/g biomassa kering. Perlakuan microwave-alkali pada 450 W selama 5 menit menghilangkan hampir 90% lignin ampas tebu.

Pendekatan intensifikasi lain dinamakan kilang biolignoselulosa. Kilang biolignoselulosa juga memproduksi bahan kimia dan bahan bakar selain bioetanol. Bahan baku untuk kilang dari produk samping pertanian atau kehutanan dan berpotensi menjadi keunggulan utama dalam ekonomi berkelanjutan. *Pretreatment* air panas (*Liquid Hot Water* (LHW)) dan *ethanol organosolve* (EO) dinilai menjanjikan karena kebutuhan bahan kimia yang rendah. Untuk mengatasi keterbatasan mereka ini, dilakukan kajian gabungan LHW dengan EO terhadap jerami gandum (Weinwurm *et al.*, 2017). Sebuah rangkaian lima reaktor masing masing 45 mL digunakan untuk melacak pelepasan karbohidrat dan lignin selama *pulping*. Pelepasan karbohidrat dan lignin maksimal ketika kondisi EO yang tinggi (200°C, 20%-etanol) diterapkan setelah LHW.

Ketinggian kondisi operasi (*harshness*) terkadang didefinisikan sebagai sebuah karakteristik. Salah satunya dinyatakan sebagai “ordinat reaksi” untuk memetakan tingkat hidrolisis. Ordinat reaksi pertama dikembangkan oleh Overend *et al.* dinamakan *severity factor* (R0). R0 merupakan penggabungan suhu dan waktu (Overend, Chornet and Gascoigne, 1987). Ordinat reaksi R0 berhasil diterapkan pada *pulping* ledakan kukus (*steam explosion*), *pretreatment* ledakan kukus yang dilanjutkan LHW, dan untuk Kraft *Pulping*. Kondisi operasi EO dan LHW tidak boleh melebihi R0 8.000 (atau setara 30 menit pada 180 °C) untuk menghindari degradasi produk. Pemodelan kinetik fraksinasi glukosa dan xilan dalam kajian sebelumnya memperkirakan jumlah selulosa terhidrolisis dan produk sekunder degradasi (Weinwurm *et al.*, 2017).

Pendekatan yang lebih menyeluruh digunakan dalam penelitian dari Brasil dalam memanfaatkan ampas tebu (sugar cane bagasse (SCB)) sebagai bahan baku (Mesa *et al.*, 2016). Pencapaian utama penelitian ini adalah penggunaan tensoactive komersial (terdiri dari ester dan beberapa surfaktan) sehingga menghilangkan langkah penggilingan dalam *pretreatment* SCB. Dampak positif penggunaan surfaktan ester terhadap kinerja enzim dalam proses produksi bioetanol juga dilaporkan dalam penelitian menggunakan TKKS sebagai bahan baku (Bardant *et al.*, 2012; Bardant *et al.*, 2017). Inovasi tersebut terbukti layak untuk digunakan dalam hidrolisis enzimatis.

Pemanfaatan bahan baku yang tersedia di sekitar merupakan titik awal yang menguntungkan, terutama limbah industri. Agave salah satu tanaman penghasil disakarida merupakan bahan baku yang terkenal untuk memproduksi minuman keras di Meksiko. Peneliti Meksiko menggunakan ampas agave (*agave bagasse* (AGB)) sebagai bahan baku disertai analisis lebih holistik hingga tahap fermentasi (Pérez-Pimienta *et al.*, 2017). Peneliti Filipina menggunakan sabut kelapa juga karena ketersediaan yang berlimpah (Ebrahimi, *et al.*, 2017). Ringkasan penelitian-penelitian tersebut beserta penelitian sejenis tersaji di **Tabel 1**.

Bahan baku spesifik-per-wilayah yang murah dan melimpah memberikan keunggulan dalam pencarian proses produksi etanol yang ekonomis. Studi simulasi menggunakan kayu *beech* sebagai model lignoselulosa universal mendukung kesimpulan ini (Nitzsche, Budzinski and Gröngröft, 2016). Simulasi dilakukan untuk desain teknis dan evaluasi ekonomi *biorefinery*

**Tabel 1.** Ringkasan intensifikasi melalui pemanfaatan ketersediaan bahan baku dan penerapan VHG

| No | Bahan baku<br>Negara asal  | Kondisi operasi<br>Hasil terbaik  | Inovasi utama  |
|----|--|---|--|
| 1  | <i>Sugarcane Baggase</i> (SCB)<br>Brazil<br>(Mesa <i>et al.</i> , 2016)  | <i>dua langkah pretreatment organosolv</i><br><i>Sacc.Cer</i> efisiensi fermentasi: 81%<br>Ongkos produksi: 1,0288 \$/L etanol  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Penggunaan <i>commercial tensoactive</i> (terdiri atas ester dan surfaktan) untuk meningkatkan kinerja hidrolisis sehingga SCB tidak perlu digiling.</li> <li>• Membuktikan daur ulang 50% air lindi dari <i>pretreatment organosolv</i> tahap kedua masih layak didaur-ulang</li> </ul>  |
| 2  | Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)<br>Indonesia (Bardant, T.B.; Sudyarmanto, S.; Abimanyu, H.; Hanum, 2012; Bardant <i>et al.</i> , 2017) | <i>Pretreatment</i> : Kraft Pulping<br>Sakarifikasi VHG: 20 – 40 %wt campuran reaksi<br>Fermentation: <i>Sacc.cer</i> 1%v<br>60 hr, 28°C<br>Konsentrasi etanol tertinggi dalam hasil fermentasi 87,4 g/L (10,45%v)  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Menggunakan SPAN 85 (<i>surfactant ester nonionic</i>) untuk meningkatkan kinerja hidrolisis</li> <li>• Menerapkan VHG; 48 hr, 28C</li> <li>• Kondisi untuk mendapatkan hasil tertinggi <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Pulp diumpankan 36,5%w</li> <li>○ <i>cellulase</i> diumpankan 14,75 FPU/gr pulp</li> </ul> </li> <li>• Diuji pada skala pilot</li> </ul>   |
| 3  | <i>Agave bagasse</i> (AGB)<br>Meksiko<br>(Pérez-Pimienta <i>et al.</i> , 2017)   | Fermentasi 48 jam<br><i>ionic liquid</i> : 12,1 kg/100 kgAGB<br>organosolv: 12,7 kg/100 kgAGB   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Menggunakan <i>pretreatment ionic liquid</i></li> <li>• Fermentasi menggunakan <i>ethanologenic Escherichia coli</i> strain MS04</li> <li>• Strategi reaksi <i>sequential enzymatic saccharification and fermentation</i> (SESF) atau SHF</li> </ul>  |
| 4  | Sabut kelapa<br>Filipina<br>(Ebrahimi <i>et al.</i> , 2017)  | <i>Pretreatment: acidified aqueous glycerol</i> (10 % air) rasio padatan terhadap cairan (S/L) ratio: 1:20 dan 1:30, suhu:130C<br>duration: 60,30, 15 min<br><br>Konsentrasi etanol tertinggi<br>○ S/L ratio 1:20 = 8,97 g/L<br>○ S/L ratio 1:30 = 8,81 g/L                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Karakteristik sabut: 34,8% glukan, 18,3% xylan, 35,8% lignin dan 8,7% <i>extractives</i></li> <li>• <i>Pretreatment</i> hanya 30 menit</li> <li>• Strategi reaksi: <i>simultaneous saccharification and fermentation</i> (SSF) <ul style="list-style-type: none"> <li>○ suhu 37 °C</li> <li>○ <i>Sacc.cer</i>: 5% w/v glukan,</li> <li>○ <i>Cellulase</i>:10FPU/g glukan</li> </ul> </li> <li>• Durasi SSF terbaik 3 hari</li> <li>• glukan terhidrolisis; <ul style="list-style-type: none"> <li>○ S/L ratio 1:20 =79,7%</li> <li>○ S/L ratio 1:30 =81,8%</li> </ul> </li> </ul> |
| 5  | Tongkol jagung<br>Greece<br>(Katsimpouras <i>et al.</i> , 2017)  | Sakarifikasi VHG 24 wt%<br>Fermentasi: <i>Sacc.cer</i><br><br>Konsentrasi etanol tertinggi 76 g/L   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Pretreatment</i> menggunakan organosolv dan ledakan kukus</li> <li>• Menerapkan VHG</li> <li>• Kondisi untuk mendapatkan hasil tertinggi dari ledakan kukus dengan tambahan 0,2 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></li> </ul>   |
| 6  | Jerami gandum<br>Greece<br>(Salapa, Katsimpouras, Topakas and Sidiras, 2017)   | <i>Pretreatment organosolv</i><br>Menggunakan enzim selulase dan ragi <i>Sacc.cerr</i><br><br>Konversi selulosa maks. 89%<br>Perolehan etanol 67% teoritis  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Melakukan pemilihan pelarut organik untuk <i>pretreatment</i>. Pelarut diujikan: etanol, metanol, butanol, <i>acetone</i> dan dietilen glicol.</li> <li>• Hasil terbaik dari pulp hasil <i>pretreatment</i> dengan <i>ethanol</i> pada 180°C selama 40 menit.</li> </ul>  |
| 7  | <i>Eucalyptus globulus</i><br>Portugal<br>(Romaní, Ruiz, Teixeira and Domingues, 2016)   | <i>Pretreatment organosolv</i> menggunakan 56% of glycerol-water pada 200°C, 69 menit<br>Hidrolisis menggunakan: <i>cellulase</i> 16FPU/g<br>L/S ratio = 3<br>Fermentasi dengan <i>Sac.cerr</i><br><br>Konsentrasi etanol tertinggi (94 g/L)<br>perolehan etanol 77% teoritis | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Perolehan selulosa dalam pulp didapat 99% dari selulosa dalam biomassa namun hanya 65% lignin terlarut.</li> <li>• menerapkan VHG dengan strategi reaksi SHF</li> </ul>   |

lignoselulosa yang dilengkapi sistem integrasi panas. Simulasi menggunakan Aspen Plus dengan asumsi kapasitas pabrik 400.000 t-berat-kering-per-tahun (atau energi 250 MW) kayu *beech*. Proses terdiri dari tahapan *pretreatment*, hidrolisis enzimatis, fermentasi alkohol, dehidrasi, pembangkit energi dan upgrading biogas. Neraca massa dan energi menunjukkan bahwa etanol bisa dihasilkan 61.600 t-per-tahun, 58.520 t-per-tahun organosolv lignin, 38.400 t-per-tahun biometana dan 90.800 t-per-tahun lignin dengan efisiensi energi total 87,1%. Analisis *discounted cash flow* menunjukkan bahwa konsep ini belum menguntungkan. Namun, analisis ekonomi sangat sensitif terhadap berbagai asumsi, khususnya asumsi harga kayu *beech*, etilen, dan *organosolv* lignin.

Kajian intensifikasi produksi bioetanol yang tidak hanya terfokus pada *pretreatment* telah dilakukan (Baeyens *et al.*, 2015). Jalur konversi untuk produksi bioetanol dari disakarida, dari pati, dan dari lignoselulosa diteliti dengan mempertimbangkan neraca massa dan energinya. Hasil penelitian dinilai dengan membandingkan data lapangan dan simulasi. Lima kemungkinan intervensi dibahas untuk perbaikan proses. Tiga dari lima saran tersebut pada tahap purnian. Sarannya adalah *energy-pinch* terintegrasi dari kondensor dan *re-boiler* dalam rangkaian distilasi bioetanol; penerapan proses hibrida menggunakan membran pervaporasi; dan penggantian proses dehidrasi etanol untuk kemurnian > 99.5 %-berat dengan teknologi membran. Saran intensifikasi di hidrolisis dan fermentasi adalah penggunaan Campuran Sangat Kental/*Very High Gravity* (VHG); dan penggunaan tambahan mikrofiltrasi dari kaldu fermentor untuk melindungi penukar panas dan kolom distilasi dari terbentuknya kerak. Porsi untuk lignoselulosa dalam kajian ini terbatas dibandingkan dengan pati dan disakarida.

Intensifikasi dengan menerapkan VGH membutuhkan lebih banyak studi untuk bisa berkontribusi sebanyak studi pada *pretreatment*. Modifikasi sistem kendali dan integrasinya ke dalam rancangan proses bioetanol yang menerapkan VGH sangat menjanjikan dalam meningkatkan efisiensi proses. Semua demi tujuan menghasilkan proses bioetanol G2 yang menguntungkan. Bagian berikut akan meringkas panduan dan metodologi yang telah dipublikasikan tentang integrasi sistem kendali ke dalam rancangan proses.

### **Intensifikasi melalui Sistem Pengendalian yang Terintegrasi dengan Proses Pengadukan dan dengan Proses Hulu/ Hilir**

Integrasi pengendalian dan rancangan proses merupakan bidang studi yang menggabungkan kegiatan merancang proses keadaan tunak (*steady state*) dan merancang sistem pengendalian dinamis dalam satu langkah. Merancang proses mengacu pada pemilihan proses dan penentuan kondisi operasi. Merancang sistem pengendalian mengacu pada sintesis strategi kendali untuk meminimalkan variabel pengganggu (*disturbance*) yang secara langsung berdampak pada kualitas dan menjaga variabel kunci tetap dalam batas tertentu. Sebagian besar metodologi integrasi telah mempertimbangkan biaya modal dan biaya operasi.

Sebuah penelitian sebelumnya menyajikan algoritma yang efisien untuk intensifikasi suatu rancangan proses dan pengendalian terintegrasi (Mohideen, Perkins and Pistikopoulos, 1997). Algoritma diuraikan menjadi empat langkah, yaitu (i) menemukan solusi sub-masalah suatu rancangan proses yang multi-periode, (ii) menentukan struktur proses produksi sekaligus struktur kendali yang sesuai (beserta karakteristik desainnya) untuk memastikan proses bekerja dalam rentang kritis yang ditetapkan, (iii) analisis gabungan kelayakan dan stabilitas untuk rancangan proses dan pengendalian dalam rentang waktu tertentu, dan (iv) hasil analisis digunakan untuk intensifikasi dengan cara menentukan kondisi operasi kritis baru yang lebih efisien. Algoritma ini telah diterapkan pada perancangan proses distilasi dan berhasil menghemat biaya secara signifikan melalui teknik sekuensial. Algoritma ini juga memastikan stabilitas dalam rentang ketidakpastian. Dasar utama algoritma tersebut adalah membagi sebuah proses menjadi multi-periode dengan setiap periode dianggap tunak. Asumsi tunak menghindari perhitungan kondisi operasi menggunakan persamaan non-linier. Kondisi optimum periode berikutnya ditentukan berdasarkan optimasi dari periode sebelumnya.

Pengembangan dasar algoritma tersebut kemudian lebih pada penyelesaian persamaan non-linier dengan dukungan perkembangan teknologi komputasi. Sebuah kajian mengembangkan metodologi untuk integrasi rancangan proses dan pengendalian berdasarkan sinyal input *multi-level pseudo-random sequence* (multi-level

PRS). Metodologi ini kemudian dibandingkan dengan metodologi estimasi *Model-on-Demand* (MoD) pada aplikasi proses non-linier input-tunggal-output-tunggal (Braun, Rivera and Stenman, 2001). MoD memungkinkan prediksi sistem non-linier yang akurat dengan pendekatan yang lebih efisien daripada teknik pemodelan pada umumnya. MoD membutuhkan sedikit asumsi pengguna dan tidak mempertimbangkan optimasi non-konveks. MoD memungkinkan pengguna untuk memasukkan informasi apriori ke dalam variabel rancangan sebagai sinyal input multi-level PRS. MoD telah disimulasikan pada reaktor *rapid thermal processing* (RTP) dan tangki pencampur air asin skala pilot. MoD menunjukkan kinerja yang sebanding dengan yang dicapai melalui pemodelan semi-fisik dan pemodelan semi-fisik yang dikombinasikan dengan neural network. Namun upaya untuk membangun MoD jauh lebih sederhana.

Perbedaan utama dari metodologi MoD dan teknik pemodelan lainnya pada cara model mengukur kinerja dinamis dari sistem loop tertutup. Pengelompokan model berdasarkan cara mengukur kinerja dinamis dan dampaknya terhadap perhitungan biaya dibagi tiga, yaitu: (1) pendekatan berbasis indeks kemampuan kendali (*controllability index*), (2) pendekatan berbasis pengoptimalan dinamis dan (3) pendekatan berbasis model tangguh (*robust model*) (Ricardez-Sandoval, Budman and Douglas, 2009).

Pendekatan berbasis indeks kemampuan kendali menggunakan formulasi optimasi multi-objektif dengan tujuan memperkecil modal dan biaya operasional yang dihitung dari model keadaan tunak. Namun indeks kemampuan kendali yang tidak memiliki korelasi yang jelas dengan biaya ekonomi. Dalam perhitungannya dikombinasikan dengan asumsi linieritas sehingga solusinya kurang optimal. Pendekatan pengoptimalan dinamis meningkatkan ketepatan solusi intensifikasi pendekatan ini. Keuntungan utama pengoptimalan dinamis adalah proses nonlinier dan efek dinamis dari gangguan eksternal yang terdefinisi sebagai fungsi waktu dapat diperhitungkan secara seksama dalam perumusan masalah. Namun kelemahannya terletak pada kompleksitas komputasi yang dihasilkan adalah pendekatan ini. Kelemahan lainnya serupa dengan pendekatan indeks kemampuan kendali yaitu dampak variabilitas terhadap biaya masih belum terdefinisi. Pendekatan berbasis model tangguh didasarkan pada perhitungan estimasi

batas pada variabel proses yang menentukan fleksibilitas proses, stabilitas dan pengendalian sistem. Batas dihitung berdasarkan model linier dengan ketidakpastian (Ricardez-Sandoval *et al.*, 2009).

Studi kasus model tangguh yang diterapkan pada tangki berpengaduk telah dilakukan pada studi sebelumnya (Valdez-Navarro and Ricardez-Sandoval, 2019). Model tangguh diterapkan untuk menghitung batas pada kinerja tiga parameter kontrol. Ketiga parameter kinerja tersebut adalah stabilitas proses, kelayakan proses dan skenario terburuk (Ricardez Sandoval, Budman and Douglas, 2008). Pada kajiannya, kinerja diukur berdasarkan teori Lyapunov dan analisis nilai SSV (*structured singular value*) untuk mengestimasi batasan pada ketiga parameter kinerja yang dikaji (Ricardez-Sandoval *et al.*, 2009).

Pendekatan lain dalam mengintegrasikan rancangan proses dan pengendalian adalah *back-off approach*. Pendekatan ini telah diterapkan untuk integrasi desain, penjadwalan dan pengendalian dalam rentang toleransi untuk unit multiguna sinambung (Valdez-Navarro and Ricardez-Sandoval, 2019). Formulasi tersebut membutuhkan solusi persamaan non-linier bilangan bulat campuran (*Mixed-Integer Non-Linear Problems* MINLP). Investasi besar untuk sistem komputasi diperlukan bila *back-off approach* diterapkan pada skala besar dan melibatkan banyak unit. Algoritma turunannya kemudian dikembangkan untuk menghindari mahalnya komputasi, *Mixed Integer Dynamic Optimization* (MIDO). Penyederhanaan dilakukan dengan memisahkan keputusan kendali dari keputusan penjadwalan dan parameter ketidakpastian proses dihitung berbasis stokastik. Simulasi teknik pengambilan sampel dengan Monte Carlo digunakan untuk mempertimbangkan rentang toleransi ketidakpastian ke dalam sistem dan untuk menentukan kendala operasional proses. *Back-off approach* dengan simulasi Monte Carlo untuk pengambilan sampel telah diterapkan pada multi-product multi-unit pabrik partaian dan terbukti memberikan skema penjadwalan dan kondisi operasi optimal.

Contoh lain penerapan intensifikasi melalui integrasi rancangan proses dan pengendalian adalah modifikasi proses kristalisasi sinambung (*continue*) sebagai alternatif untuk kristalisasi partaian (*batch*). Penerapan intensifikasi pada kristalizer-dua-tahap dengan umpan campuran dan produk kristal tak murni (Porru and Özkan, 2019). Intensifikasi untuk mengoptimalkan tiga

parameter sekaligus pada kondisi tunak dan dalam lingkup terbatas, yaitu kelayakan ekonomi proses, kualitas produk serta kebutuhan sistem pengendalian. Ketiganya seringkali memiliki tren yang bertentangan. Batasan ruang lingkupnya adalah pengetahuan tentang model proses, biaya modal sebagai fungsi variabel keputusan, dan pasangan variabel kendali. Berbagai sistem pengendali digunakan untuk menjamin ukuran kristal produk yang konsisten dalam rentang toleransi. Sistem pengendali proporsional integral (PI) pada sistem partaian dengan umpan balik tipe tradisional menghasilkan kinerja *close-loop* yang lamban tanpa offset. Kinerja tipe ini ditingkatkan pada kristalisasi sinambung dengan skema kendali kompensasi penundaan (*feedforward-feedback combinations*).

Integrasi rancangan proses dan pengendalian memiliki ruang kreasi yang luas untuk optimalisasi ketika pabrik masih dalam tahap perancangan. Ruang kreasi menyusut saat pabrik sudah berdiri dan produksi komersial dimulai. Integrasi rancangan proses dan pengendalian hanya pada peningkatan kinerja pengendali untuk mengoptimalkan peralatan terpasang. Optimalisasi proses melalui *up-grade* kinerja pengendali walaupun kecil tetap membutuhkan perhitungan dan pertimbangan yang cermat. Optimalisasi perlu dilakukan terus-menerus untuk menjaga pabrik tetap kompetitif.

Sebelum *up-grade*, pengendali perlu diuji kinerjanya. Pengujian kinerja pengendali dikaji dalam penelitian sebelumnya dengan membandingkan pengendali *back stepping controller* (BSC) dan pengendali *globally linearizing controller* (GLC) untuk pengendalian pH pada tangki skala kecil (Nejati, Shahrokhii and Mehrabani, 2012). GLC dirancang berdasarkan model pengurangan pH berurutan dan besaran tiap urutan ditetapkan. Keefektifan GLC dalam pelacakan *set-point* telah dibuktikan melalui simulasi dan studi eksperimental. Terbukti bahwa kinerja GLC lebih baik daripada BSC-adaptif yang dirancang berdasarkan model penurunan pH satu tahap.

Rancangan pengendali mode geser yang didasarkan pada model *first-order-plus-deadtime* (FOPDT) telah dikembangkan (Camacho and Smith, 2000). Pendekatan ini menghasilkan struktur pengendalian tetap dengan sekumpulan persamaan *tuning* sebagai fungsi parameter karakteristik model. Kinerja pengendali mode geser ini dinilai dari hasil simulasi pada

dua proses kimia nonlinier. Hasil simulasi menunjukkan bahwa kinerja stabil dan cukup memuaskan meskipun terdapat non-linearitas bila kondisi operasi ditetapkan dalam rentang lebar. Persamaan *tuning* yang diturunkan menggunakan algoritma pencarian Nelder±Mead dalam penelitian ini memberikan *set tuning* awal yang baik. Persamaan hukum pengendalian yang disederhanakan dalam pekerjaan ini harusnya menjadikan model ini lebih mudah diterapkan di sistem komputer mana pun.

Sistem *Nonlinear Generalized Predictive Control* (NLGPC) diuji kemampuannya mengadaptasi perubahan *set-point* saat mengendalikan suhu campuran dalam tangki berjaket (Özkan, Hapoğlu and Alpbaz, 2006). Sistem kendali ini cocok untuk proses reaksi kimia eksotermik yang perlu pendingin, seperti reaktor polimerisasi. Sistem NLGPC yang digunakan adalah *Auto Regressive Moving Average* dengan model *External Input* (ARIMAX) dan *Non-linear Auto Regressive Moving Average with external Input* (NARIMAX). Ada peningkatan yang signifikan dalam hasil NLGPC dibandingkan dengan sistem linier yang sebanding bila ditinjau dari respons yang lebih dekat ke *set-point*.

Kristalisasi merupakan tahapan penting dalam produksi asam L-askorbat dari sudut pandang ekonomi. *Nonlinear model predictive control* (NMPC) digunakan dalam suatu kajian untuk mengendalikan distribusi ukuran kristal (*Crystal Size Distribution, CSD*) selama kristalisasi asam L-askorbat dari larutan air (Szilágyi *et al.*, 2019). Kajian ini membandingkan dua pendekatan rancangan kristalisasi berbasis *Quality-by-Control* (QbC). Pendekatan pertama QbC tanpa model, hanya berdasarkan kendali nukleasi langsung (*Direct Nucleation Control, DNC*). Pendekatan kedua QbC menggunakan model kerangka kerja NMPC. Hasil QbC pertama memiliki keunggulan karena cukup dengan informasi sistem awal minimal dan kendali proses yang tangguh, namun pada penerapan di kristalisasi asam L-askorbat menyebabkan waktu partaian yang lama dan osilasi kondisi operasi. Ini karena keunikan perilaku kristalisasi asam L-askorbat. Pada QbC kedua, model NMPC proses kristalisasi berbasis keseimbangan populasi yang dibangun dan dikalibrasi dengan memperkirakan kinetika nukleasi, perubahan konsentrasi dan pengukuran CSD. QbC menggunakan model kerangka kerja NMPC menghasilkan kristalisasi yang cepat, tangguh dan menampilkan perilaku pengendalian

yang baik, masih dalam rentang toleransi plant model mismatch (PMM) (Szilágyi *et al.*, 2019).

Kolaborasi insinyur kimia Inggris dan Amerika telah mengembangkan *platform* perangkat lunak terintegrasi yang memungkinkan perancangan penggunaan alat berbasis model, optimalisasi sekaligus telaah pengendalian lanjutan (Pistikopoulos *et al.*, 2015). Platform perangkat lunak tersebut dinamakan PAROC (PARametric Optimization and Control) dan telah didemonstrasikan dalam tiga perancangan sistem proses berbeda yaitu; kolom distilasi, kombinasi sistem energi/ perpindahan panas, dan proses pemurnian berkala dalam biofarmasi.

Rancangan sistem kendali berbasis pelacakan error tanpa mengabaikan umpan balik telah diterapkan untuk stabilisasi sistem non-linier oleh insinyur Malaysia (Nguyen, Hoang, Hussain and Tan, 2019). Rancangan sistem dinamis ini pertama kali dirumuskan sebagai representasi relaksasi (pseudo) port-Hamiltonian (PH) dengan beberapa fungsi kuadrat dan matriks redaman. Rancangan ini dinyatakan dapat diterapkan pada tipe proses sinambung maupun partaian menyesuaikan dengan sifat alami proses yang bersangkutan. Penerapan pada sinambung dikaji pada pengendalian ketinggian fluida dalam empat bejana berhubungan dalam suatu proses. Penerapan pada proses partaian dikaji dalam reaktor polimerisasi. Pada kedua penerapan kemudian dipilih *set-point* referensi. Rancangan kendali diuji kemampuannya dalam menjaga kondisi tetap dalam *set-point* referensi. Dinamika error asimtotik dan global dapat dijaga dengan menambahkan redaman yang relevan. Performa sistem kendali dari pendekatan yang diusulkan bahkan lebih baik daripada performa *interconnection and damping assignment passivity-based control* (IDA-PBC) yang diterapkan dalam proses multi-tangki.

### **Intensifikasi Proses dan Sistem Pengendali Pengadukan**

Tangki berpengaduk untuk hidrolisis enzimatis selulosa dalam proses produksi bioetanol harus menangani campuran dengan sifat reologi yang unik. Viskositas campurannya berubah dari waktu sementara pengadukannya sendiri adalah proses yang memakan waktu. Rancangan pengendalian yang cermat diperlukan untuk meningkatkan efisiensi energi, yang untuk selanjutnya, meningkatkan daya saing ekonomi

proses produksi bioetanol G2. Masalah ini dapat diantisipasi melalui perancangan sistem pengadukan untuk fluida non-Newtonian.

Pulp sebagaimana umpan proses sacherifikasi VHG juga bersifat non-Newtonian serupa dengan saus tomat, mayonaise, cat, semen, bubur pigmen, larutan polimer dan biopolimer, dan lumpur air limbah (Etchells, Ford and Short, 1987). Rheometer dengan *impeller* melengkung dikembangkan untuk mengukur viskositas bubur berserat dalam reaktor biogas kondisi *anaerobic* (Montgomery *et al.*, 2016). Dengan rheometer ini, viskositas campuran dalam reaktor biogas terukur turun dari 5,5–8,5 Pa.s menjadi 3,9–6,0 Pa.s setelah 2 jam. Pulp berserat dalam reaktor anaerob adalah *shear-thinning fluids* yang mengikuti persamaan *power-law*, menggunakan model Casson atau Bingham.

Pengadukan yang memadai sangat diperlukan untuk menjamin perpindahan air ke dalam butiran mikroskopis pulp. Hal ini dapat dipelajari dari kajian sebelumnya tentang oksidasi basah (*wet oxydation* (WO) selulosa (Yousefifar *et al.* 2020). Berlawanan dengan asumsi bahwa pengaruh perpindahan massa terhadap reaksi keseluruhan tidak signifikan, penelitian ini justru menunjukkan bahwa perpindahan massa berkontribusi hingga 37% terhadap laju WO keseluruhan. Pengaruhnya lebih tinggi pada suhu yang lebih tinggi dan laju pengadukan yang lebih rendah. Model *Shrinking Core* untuk mempelajari WO selulosa sebagai senyawa model dapat diadopsi untuk reaksi hidrolisis enzimatis selulosa. Namun, perbandingan tidak bisa secara langsung karena temperatur dan kecepatan pencampuran WO berkisar antara 220-260°C dan 350-700 rpm.

Efek gabungan dari pengadukan dan viskositas sebagai bilangan Reynolds pada produksi hidrogen fermentatif diselidiki dalam fermentasi kultur campuran (Chezeau and Vial, 2019). Potensi produksi hidrogen dipelajari dalam bioreaktor silinder bersekat. Viskositas diatur antara  $9,0 \cdot 10^{-4}$  dan  $6,1 \cdot 10^{-2}$  Pa.s dengan menambahkan polialkilen glikol, bahan kental tidak tercerna mikroorganisme. Hasil percobaan menunjukkan bahwa perolehan hidrogen 0,90 – 1,38 mol-H<sub>2</sub>/mol-glukosa dan produksi hidrogen 7,4 – 11,3 L. Hasil berbeda signifikan sebagai fungsi viskositas dan kecepatan pengaduk. Pengaruh gabungan keduanya tidak berkorelasi dengan masukan daya, namun bisa diwakili oleh bilangan Reynolds. Dalam aliran laminar, pengadukan sedikit meningkatkan

produksi hidrogen, namun signifikan pada rezim transisi, dan akhirnya tidak terlihat pengaruhnya pada aliran turbulenta. Kajian ini memberikan pengetahuan baru tentang efek rezim aliran dan pencampuran dalam proses fermentasi gelap.

Pembandingan eksperimental dan simulasi kemudian dilakukan di bioreaktor bio-hidrogen melalui fermentasi gelap (Chezeau *et al.*, 2020). Instrumen *Particle Image Velocimetry* dan simulasi CFD digunakan untuk menganalisis pola aliran dan menentukan fitur utama aliran turbulenta. Percobaan dan simulasi melibatkan dua tingkat viskositas dan tiga tingkat kecepatan pengadukan, sesuai dengan *Re* antara 2200 dan 11000 dan persyaratan daya *P/V* antara 0,6 dan 87 W/m<sup>3</sup>. Data simulasi *Computational Fluid Dynamics* (CFD) terbukti sesuai dengan percobaan, termasuk kecepatan, energi kinetik turbulenta dan laju disipasi turbulenta.

Hasil yang berbeda diperoleh pada saat hidrolisis enzimatis menggunakan enzim terenkapsulasi. Pengaruh kecepatan agitasi diteliti dalam bioreaktor berpengaduk untuk hidrolisis bubur tapioka menjadi glukosa dengan menggunakan enzim yang dienkapsulasi dalam kalsium alginat-lempung (alg-clay) (Noraida Abd Rahim *et al.*, 2015). Diketahui bahwa kecepatan yang tinggi menghancurkan struktur butiran dan mengakibatkan kebocoran enzim. Kecepatan agitasi optimum yang memberikan aktivitas enzim tertinggi adalah 120 rpm.

Laju pengadukan juga digunakan untuk mengendalikan perpindahan massa dalam kajian lainnya pada produksi enzim dalam fermentasi padat *Trichoderma harzianum* PBLA (Lopez-Ramirez *et al.*, 2018). Mikroba ini menghasilkan selulase dan xilanase secara bersamaan. Produksi selulase berkurang (hingga 79%) saat campuran diaduk. Oleh karena itu, produksi xilanase dilakukan dalam bioreaktor SSF berpengaduk dengan kecepatan 1.0 rpm. Pengadukan selain mencegah mikroba memproduksi selulase juga penting untuk menghindari penumpukan panas yang dapat merusak aktivitas metabolisme xilanase.

Pulp selulosa yang dihasilkan dari dedak gandum limbah pabrik bir telah dikaji hidrolisisnya dengan kompleks selulolitik untuk mengubah selulosa menjadi glukosa (Mussatto *et al.*, 2008). Kondisi optimal untuk hidrolisis enzimatis limbah pabrik bir diperoleh pada 100 rpm, 45 FPU/g dan 2% w/v. Dalam kondisi ini konversi selulosa (menjadi glukosa dan selobiosa) 99,4% dan perolehan glukosa 93,1%.

Pengaruh pengadukan pada hidrolisis enzimatis dengan VHG berbahan pulp tongkol jagung juga telah diselidiki (Gou *et al.*, 2015). Selulase terdeaktivasi dalam pengadukan tanpa adanya substrat. Dalam rentang kajian 0-150 rpm, laju agitasi yang tinggi meningkatkan laju hidrolisis awal dan konsentrasi gula akhir. Namun, laju agitasi yang terlalu tinggi pada 200 rpm memiliki efek negatif yang signifikan terhadap efisiensi VHG dalam rentang konsentrasi padatan 2-15%. Pengadukan cepat hanya diperlukan untuk meningkatkan difusi selulase dalam 6 jam pertama hidrolisis. Setelah itu, energi pencampuran yang lebih kecil dibutuhkan untuk mempertahankan efisiensi hidrolisis yang tinggi. Strategi pengendalian dengan penurunan laju pengadukan secara bertahap kemudian diusulkan. Pada konsentrasi pulp 10% dan 72 jam hidrolisis penerapan strategi ini memberikan hasil gula tinggi (57,34 g/L), lebih besar daripada yang menggunakan pengadukan berkecepatan tetap (54,92 g/L). Pengurangan laju pengadukan bertahap terbukti tidak hanya menghemat energi namun sekaligus menghasilkan konsentrasi gula yang tinggi, terutama untuk hidrolisis dengan VHG. Dampak agitasi pada hidrolisis enzimatis jelas tidak hanya bergantung pada konsentrasi padatan bahan baku tetapi juga pada jenis bahan baku yang diumpankan. Pengaruh pengadukan dilaporkan berbeda pada *Pretreated Spruce and Delignified* (PSD) untuk spruce jenis cemara dan jenis *giant reed* (Kadić, Palmqvist and Lidén, 2014). Perbedaan ukuran partikel semata tidak cukup untuk menjelaskan perbedaan laju hidrolisis akibat penambahan kecepatan pengadukan pada kedua bahan tersebut. Perbedaan laju perpindahan massa karena perbedaan jenis ditengarai berkontribusi pada laju hidrolisis keseluruhan.

Studi terbaru untuk memahami bagaimana mekanisme gesekan serat (*fiber attrition*) selama pengadukan sakarifikasi enzimatis telah dilakukan (Digaitis, Thybring and Thygesen, 2020). Hasil penelitian menunjukkan bahwa gesekan serat bergantung pada beberapa faktor rancangan tangki seperti diameter tangki dan kondisi operasi reaktor seperti kecepatan rotasi, durasi pengadukan, dan konsentrasi serat dan enzim. Berbeda dengan hasil Guao, pencampuran kontinu yang lambat berfungsi lebih baik daripada yang pencampuran cepat namun *intermittent* untuk jumlah total putaran yang sama. Temuan ini menunjukkan bahwa rancangan dan kondisi operasi reaktor hidrolisis adalah kunci untuk

optimasi proses dan pemahaman lebih rinci diperlukan untuk menurunkan viskositas secara cepat tanpa mengorbankan sakarifikasi.

Pengaturan sekat meningkatkan efektivitas pengadukan. Tangki berpengaduk untuk kristalisasi dengan beberapa sekat berbentuk donat yang bergerak mendekat-menjauh satu sama lain secara berosilasi (*Doughnut Baffles Controller* (DBC)) dianalisis pada penelitian sebelumnya (Liu *et al.*, 2019). Proses kristalisasi sinambung berpendinginan untuk produksi parasetamol digunakan sebagai model uji DBC Kinerja DBC dikaji sebagai sistem *mixed-suspension-mixed-product-removal* (MSMPR). DBC menunjukkan potensi yang baik sebagai sistem MSMPR karena menghasilkan *Retention Time Different* (RTD) yang lebih seragam serta produk kristalisasi lebih berkualitas dibanding reaktor tradisional. Studi lainnya menyatakan bahwa sekat bentuk heliks menunjukkan mikro RTD lebih rendah dan lebih konsisten (McDonough *et al.*, 2019). RTD mikro terendah diperoleh pada 0,03 s pada bilangan Reynolds 10 dengan osilasi 750.

Proses pengadukan saat ini menggunakan berbagai sensor untuk pemantauan dan pengendalian real time, sehingga melibatkan peralatan yang kompleks dan mahal. Dalam pengadukan bahan berviskositas tinggi seperti pembuatan adonan, daya pengadukan diatur pada titik konstan. Viskositas campuran, atau dalam istilah untuk adonan disebut resistansi, naik setelah pengadukan pada durasi tertentu dan kemudian turun lagi. Roti berkualitas tinggi diperoleh dengan menghentikan pencampuran pada resistansi maksimum. Perubahan resistansi menyebabkan perubahan torsi motor. Perubahan torsi mempengaruhi tarikan arus listrik untuk mesin pengadukan yang digerakkan oleh motor listrik. Dengan demikian karakteristik reologi dari bahan campuran sebanding dengan kebutuhan arus listrik mesin pencampur. Karena itu, viskositas dapat diperkirakan dengan sensor arus berbiaya rendah. Seorang peneliti Yordania telah mengembangkan desain baru pengendali proses pengadukan untuk campuran reologi yang unik dengan pendekatan ini (Aljaafreh, 2017).

Memilih impeler yang tepat sangat penting untuk menjaga homogenitas dalam tangki berpengaduk terutama saat menangani cairan dengan sifat reologi menantang seperti limbah produksi minyak zaitun. Kandungan padatan tersuspensi (*Total Suspended Solid*, TS) tinggi ditambah keberadaan senyawa polimer ligno-selulosa memberikan viskositas campuran

tinggi, sekitar 180 cP pada campuran *Olive Pomace-Olive Mill Wastewater*. Campuran ini dimasukkan ke dalam reaktor biogas dan diaduk. Batang pengaduk tipe marine dan anchor terbukti mampu menjaga homogenitas tangki sehingga produksi biogas memuaskan. Kedua batang pengaduk ini dipilih untuk reaktor biogas dengan konfigurasi fermentasi anaerobik satu dan dua tahap pada penelitian sebelumnya (Battista *et al.*, 2016). Pemisahan tahap berdasarkan dua kelompok bakteri yang sangat berbeda (asidogen dan metanogen). Hasilnya menunjukkan bahwa tipe *anchor* unggul untuk konfigurasi satu tahap, sedangkan tipe marine untuk konfigurasi dua tahap.

Sama halnya dengan teknologi produksi bioetanol, teknologi produksi biogas juga dituntut untuk meningkatkan daya saing ekonomi melalui peningkatan efisiensi energinya. Konsumsi daya pengadukan (P) juga menjadi subjek untuk perbaikan. P dalam fermentasi anaerobik pabrik biogas berbahan baku jerami jagung merupakan penyedot listrik utama. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa bubur jerami jagung adalah fluida non-Newtonian, menunjukkan *shear-thinning behaviour*, dan sifat reologi sesuai dengan model *power law*. Upaya penurunan P dilakukan dengan mengatur sifat reologi dengan mempertimbangkan secara sistematis pengaruh TS, temperatur dan ukuran partikel. Pengurangan ukuran lebih efektif dibandingkan dengan menaikkan suhu dalam hal meningkatkan efisiensi. P bisa turun hingga 48,11% (Liu *et al.*, 2019). Karena penghalusan butir partikel juga dapat meningkatkan hasil metana maka pilihan ini menjadi paling menjanjikan untuk menghemat P, terutama pada TS yang relatif tinggi dan pada proses termofilik. P berkurang 9,2% dengan pengurangan ukuran dari 20 menjadi 80-mesh pada 35°C. Selain itu, P berkurang 10,3% ketika suhu dinaikkan dari 10°C menjadi 35°C menggunakan TS 20-mesh. Pengurangan P hanya 9,0% saat menggunakan TS 80-mesh (Tian *et al.*, 2014).

Listrik untuk pengaduk digester biogas juga menjadi perhatian di Jerman yang memiliki 9004 pembangkit listrik tenaga biogas pada tahun 2016. Perhitungan konsumsi listrik 9004 pembangkit biogas konservatif tersebut sekitar 1,5 miliar kWh-per-tahun atau setara 340 juta Euro. Sebuah penelitian menyimpulkan bahwa pengurangan waktu pengadukan dengan menggunakan pengadukan berselang (*intermittent*), 2 menit untuk setiap interval 30 menit akan memberikan

penghematan listrik sebesar 85% tanpa terdeteksi adanya perbedaan nutrisi pada posisi vertikal tangki fermentor. Akumulasi asam meningkat menjadi 16.6% dan akumulasi biogas di tangki pencernaan 15% tetapi masih dalam toleransi (Kress *et al.*, 2018).

Efisiensi konversi biogas jerami padi dalam reaktor tangki berpengaduk sinambung (*Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR)*) dengan menerapkan waktu retensi hidrolik (HRT) lebih lama dan beban padatan lebih tinggi telah diteliti sebelumnya (Xu, Yuan and Li, 2021). Dua distribusi HRT dan dua beban dipelajari dan dibandingkan untuk sistem CSTR satu tahap dan dua tahap. Hasil penelitian menunjukkan bahwa HRT lebih lama (60 hari) dan beban lebih tinggi (160g-TS/L) memperoleh produksi biogas dan metana, secara berurutan, 11,06% dan 14,28%, 15,24% dan 19,38%, lebih banyak dibandingkan dengan sistem satu tahap dengan HRT (50 hari) dan beban 140 g-TS/L. Ditemukan pula bahwa keragaman mikroba dan komposisi komunitas bakteri dan archaea berbeda antara dua sistem yang dikaji dan dianggap sebagai salah satu alasan perbedaan efisiensi biokonversi.

Pengadukan sinambung fluida non-Newtonian untuk mengidentifikasi penyebab non-idealitas dilakukan dengan menggunakan Xanthan gum sebagai model (Saeed and Ein-Mozaffari, 2008). Pemodelan matematika yang sebelumnya untuk campuran pulp (Ein-Mozaffari, 2002) diterapkan pada campuran Xanthan gum. Model diasumsi memiliki dua aliran paralel dalam tangki pengadukan. Aliran pertama yaitu aliran channeling yang secara matematis fungsi transfer orde pertama dengan mempertimbangkan *delay*. Aliran kedua yaitu aliran pencampuran, fungsi transfer orde pertama dengan mempertimbangkan *delay* dan umpan balik untuk resirkulasi. Data simulasi terbukti mirip dengan pengukuran tetapi masih belum ideal dalam mendefinisikan aliran channeling dan zona tak teraduk (*dead zone*).

CFD telah diterapkan di berbagai bidang studi termasuk aliran fluida dalam tangki pengadukan. CFD digunakan untuk optimalisasi tangki pengadukan yang ada, menshahihkan kinerja metode analisis numerik baru dan merancang tangki pencampur baru untuk tujuan khusus. Perhitungan CFD menggunakan *Large Eddy Simulation (LES)* telah dilakukan untuk menyelidiki hidrodinamika kompleks dalam tangki berpengaduk (Janiga, 2019). Hidrodinamika turbulen tiga dimensi disimulasikan dengan metode *Proper Orthogonal*

*Decomposition (POD)*. Ketika kecepatan aliran ditentukan berdasarkan sistem koordinat relatif, analisis rancangan batang pengaduk menggunakan LES bisa mengurangi efek aliran lokal, seperti *trailing edge vortices*. CFD dengan Metode Taguchi juga telah diterapkan untuk melakukan kajian optimasi pada bioreaktor tangki berpengaduk. Studi penerapan metode ini dilaporkan untuk fermentasi *Aureobasidium pullulans* (Shu *et al.*, 2019). Kajian dilakukan pada tiga viskositas perwakilan yang dipilih berdasarkan perubahan viskositas selama fermentasi. Jenis batang pengaduk, laju aliran gas dan kecepatan pengadukan menjadi variabel bebas yang diatur. Akumulasi gas dan konsumsi daya menjadi variabel terikatnya. Semua variabel bebas berpengaruh nyata pada viskositas rendah namun tidak signifikan pada viskositas sedang dan tinggi kecuali untuk laju aliran gas pada tahap viskositas tinggi.

Kombinasi CFD dan model kompartemen telah diteliti menggunakan bioreaktor berpengaduk skala pilot yang dilengkapi dengan tiga turbin cakram Rushton dan beberapa sensor pH (Nørregaard *et al.*, 2019). Lima langkah strategi berbasis hipotesis kompartemen diterapkan pada kajian ini. Proses penentuan kompartemen menghasilkan 56 kompartemen dengan aliran searah antara kompartemen yang berdekatan. Kinerja hipotesis CFD model kompartemen dievaluasi dalam hal kemampuannya untuk menyusun ulang profil pelacak transien setelah pengumpanan pelacak dari atas dan bawah. Hasil CFD dibandingkan dengan kompartement berbasis pengukuran. Hipotesis CFD model kompartemen memiliki galat 10-12 % dari kompartemen berbasis data.

Simulasi CFD juga telah dilakukan untuk menghitung kecepatan, waktu pengadukan dan perilaku termal suatu rancangan reaktor baru untuk katalisis *hybrid* (Frey *et al.*, 2020). Dua reaktor yang terlibat, satu diisi dengan katalis heterogen dan yang lainnya dengan katalis enzim terkapsulasi. Medan aliran massa disimulasikan dalam berbagai kondisi pengadukan. Transfer massa oksigen volumetrik (kLa) terhitung dari percobaan 0,02/s, mirip dengan hasil simulasi CFD yaitu 0,035/s.

Karena potensi penerapan yang luas pada praktik komersial produksi biogas dan pengolahan air limbah, para peneliti mengembangkan beberapa model simulasi komputasi praktis untuk prediksi dan analisis kinerja. Salah satunya adalah *Anaerobic Digestion Model NO.1 (ADM1)* yang

diadaptasi untuk simulasi *Anaerobic Digestion* (AD) dari substrat tunggal *Waste Activated Sludge* (WAS) dan untuk *Anaerobic co-Digestion* (AcoD) dengan substrat campuran limbah pabrik pengupas jagung dan WAS (Zhou *et al.*, 2020). Parameter model kinetik bersensitivitas tinggi dikalibrasi dan dioptimalkan menggunakan data pengujian AD keadaan tunak untuk proses dengan substrat WAS dan AcoD. Validasi model menunjukkan produksi biogas dan metana, kandungan metana, VFA dan pH sesuai dengan data uji dari percobaan.

Pilihan intensifikasi lainnya dengan menerapkan *Dynamic Sliding Mode Controller* (DSMC) menggunakan pendekatan Iinoya dan Altpeter serta prosedur perancangan *Sliding Mode Control* (SMC) pada pengontrol tangki berpengaduk (Herrera, Camacho, Leiva and Smith, 2020). Intensifikasi ini diusulkan untuk proses kimia tingkat tinggi, berdurasi panjang dan memiliki respon inverse. Simulasi tangki pencampur nonlinier dengan variabel delay dirancang untuk menguji sistem pengendali. Hasil simulasi menunjukkan bahwa DSMC yang diusulkan berkinerja lebih baik dibandingkan sistem pengendalian sejenis (DTSMC, SMC, IM-SMC), ketika DSMC diterapkan pada sistem kendali dengan persamaan orde tinggi, waktu tunda yang lama dan sistem *linier response inverse*. Namun untuk tangki berpengaduk, SMC memiliki kinerja yang sedikit lebih baik daripada DSMC.

### **Pemetaan Teknologi untuk Intensifikasi Proses dan Sistem Pengendalian Terintegrasi yang Berpotensi diterapkan pada Hidrolisis Selulosa dalam Teknologi Bioetanol G2**

Kontribusi utama telaah ini adalah pemetaan potensi penerapan dari semua teknologi yang dijelaskan sebelumnya. Pemetaan dilakukan oleh kelompok penelitian yang berpengalaman lebih dari 10 tahun dalam mengembangkan teknologi produksi bioetanol G2 hingga skala pilot. Potensi penerapan dalam hidrolisis selulosa ditinjau berdasarkan dua parameter, yaitu potensi peningkatan efisiensi dan potensi penambahan investasi. Beberapa teknologi ditetapkan sebagai pemetaan. Inovasi yang masih bersifat simulasi ditetapkan memiliki potensi penambahan investasi paling rendah. Namun potensi peningkatan efisiensi juga paling rendah karena belum ada bukti penerapannya. Dalam kajian ini adalah simulasi lignoselulosa

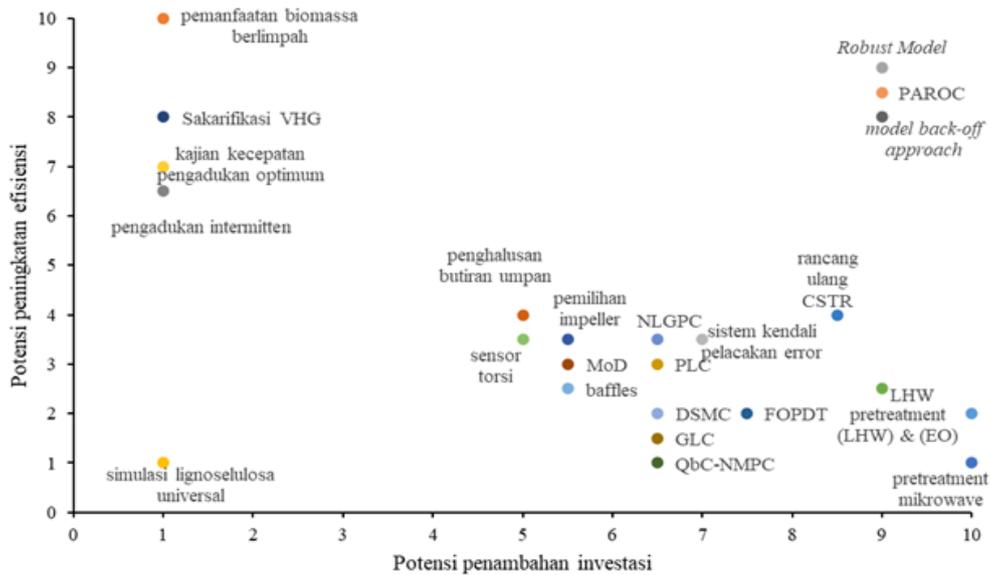
universal.

Penggunaan biomassa lokal yang tersedia berlimpah disepakati sebagai penerapan teknologi intensifikasi yang paling efisien dan paling sedikit membutuhkan tambahan investasi. Modifikasi proses *pretreatment* menggunakan microwave ditetapkan sebagai pengembangan yang berpotensi membutuhkan investasi paling besar, berdekatan dengan *pretreatment* LHW dan EO, atau LHW saja. Kesepakatan ini datang dari kebutuhan investasi peralatan yang signifikan untuk modifikasi atau bahkan menggantikan *pretreatment* kraft yang lazim digunakan dalam teknologi bioetanol G2. Kajian ini tidak menyertakan kemungkinan diversifikasi penggunaan lignin sebagai komoditi bernilai jual. Keuntungan dari nilai jual lignin ini menjadi pertimbangan penting untuk penerapan proses *pretreatment* baru ini.

Selanjutnya teknologi lainnya yang dikaji dibandingkan dengan pemetaan yang telah disepakati tadi. Model sistem pengendalian yang terintegrasi seperti model tangguh, PAROC dan model *back-off approach* memungkinkan intensifikasi secara menyeluruh melibatkan proses hulu *pretreatment* maupun di hilir distilasi. Peningkatan efisiensi dari penerapan teknologi ini berpotensi sangat tinggi namun penyempurnaan yang dibutuhkan terhadap sistem proses dan pengendalian konvensional juga akan sangat besar. Akibatnya tambahan investasi yang dibutuhkan juga besar.

Intensifikasi melalui beberapa pengembangan proses sangat menarik untuk ditindaklanjuti karena kebutuhan tambahan investasi yang relatif kecil namun potensi peningkatan efisiensinya signifikan. Pengembangan proses yang dimaksud adalah penerapan sakarifikasi VHG, pengoperasian pada kecepatan pengadukan optimum, dan pengadukan *intermittent*. Khusus untuk yang terakhir terbukti menghemat energi pengadukan 85% pada fermentor biogas. Investasi tambahan yang dibutuhkan untuk sakarifikasi VHG dan kecepatan pengadukan adalah penelitian awal skala lab untuk menentukan kondisi operasi optimum. Rangkuman telaah literatur di **Tabel 1** menunjukkan bahwa kondisi optimum hidrolisis selulosa berbeda untuk bahan baku yang berbeda.

Intensifikasi proses lainnya yang juga dipetakan yaitu penggunaan sekat yang terkendali, sensor torsi, batang pengaduk paling cocok dan penghalusan ukuran butir bahan baku. Pilihan intensifikasi ini dinilai masih berimbang dengan intensifikasi sistem pengendali yang



**Gambar 1.** Pemetaan teknologi untuk intensifikasi proses dan sistem pengendalian terintegrasi yang berpotensi diterapkan pada hidrolisis selulosa dalam teknologi bioetanol G2

ditelaah. Rancang ulang CSTR untuk hidrolisis selulosa dengan penerapan intensifikasi baik proses maupun sistem kendali tentunya akan meningkatkan efisiensi yang besar. Namun berpotensi membutuhkan investasi yang lebih besar pula sebagaimana juga ditampilkan dalam **Gambar 1**.

### Kesimpulan

Telaah inovasi dan teknologi terbaru untuk intensifikasi proses bioetanol G2 yang berfokus pada tahap hidrolisis selulosa telah dilakukan. Sakarifikasi VHG pada kecepatan pengadukan yang optimum dan *intermittent* adalah pilihan teknologi yang paling menarik untuk intensifikasi hidrolisis selulosa pada proses produksi bioetanol G2, apabila intensifikasi dilakukan pada unit produksi yang telah berdiri/eksisting. Namun jika intensifikasi ditujukan untuk suatu rancangan pabrik yang akan dibangun, tangki hidrolisis bisa dirancang menggunakan pendekatan CFD yang dilengkapi dengan sekat terkendali, dan rancangan *impeller*. Rancangan ini kemudian diintegrasikan dengan sistem pengendali yang mampu menyesuaikan bahkan memperkirakan perubahan viskositas selama proses seperti DMSM dan GLC. Beberapa pilihan sistem pengendalian lainnya yang cocok telah dibahas. Rekomendasi dan bahasan dalam telaah ini diharapkan menambah wawasan dan memberikan sumbangsih yang nyata dalam usaha meningkatkan efisiensi teknologi bioetanol G2. Dengan demikian membantu

dalam meningkatkan kelayakan ekonomi bioetanol G2.

### Daftar Pustaka

- Aljaafreh, A. (2017) 'Agitation and mixing processes automation using current sensing and reinforcement learning', *Journal of Food Engineering*, 203, pp. 53–57. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2017.02.001.
- Baeyens, J., Kang, Q., Appels, L., Dewil, R., Lv, Y. and Tan, T. (2015) 'Challenges and opportunities in improving the production of bio-ethanol', *Progress in Energy and Combustion Science*, 47, pp. 60–88. doi: 10.1016/j.peccs.2014.10.003.
- Baig, K. S. (2020) 'Interaction of enzymes with lignocellulosic materials: causes, mechanism and influencing factors', *Bioresources and Bioprocessing*, 7(1). doi: 10.1186/s40643-020-00310-0.
- Bardant, T.B.; Sudiarmanto, S.; Abimanyu, H.; Hanum, A. K. (2012) 'Effect of Non Ionic Surfactant Addition to Cellulase Performance in High-Substrate-Loading-Hydrolysis of Palm Oil EFB and Water-Hyacinth', *Indonesia Journal of Chemistry*, 13(1), pp. 53–58.
- Bardant, T. B., Susanto, H. and Winarni, I. (2017) 'The RSM-CI Emerging Technology for Enabling Biochemical Process: Ethanol Production from Palm Plantation Biomass Waste in Indonesia', in *Applied Chemistry and Chemical Engineering*, Volume 5. Apple Academic Press, pp. 273–302.

- Battista, F., Fino, D., Mancini, G. and Ruggeri, B. (2016) 'Mixing in digesters used to treat high viscosity substrates: The case of olive oil production wastes', *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4(1), pp. 915–923. doi: 10.1016/j.jece.2015.12.032.
- Binod, P., Satyanagalakshmi, K., Sindhu, R., Janu, K. U., Sukumaran, R. K. and Pandey, A. (2012) 'Short duration microwave assisted pretreatment enhances the enzymatic saccharification and fermentable sugar yield from sugarcane bagasse', *Renewable Energy*, 37(1), pp. 109–116. doi: 10.1016/j.renene.2011.06.007.
- Braun, M. W., Rivera, D. E. and Stenman, A. (2001) 'A "model-on-demand" identification methodology for non-linear process systems', *International Journal of Control*, 74(18), pp. 1708–1717. doi: 10.1080/00207170110089734.
- Calvo, F., Gómez, J. M., Ricardez-Sandoval, L. and Alvarez, O. (2020) 'Integrated design of emulsified cosmetic products: A review', *Chemical Engineering Research and Design*, 161, pp. 279–303. doi: 10.1016/j.cherd.2020.07.014.
- Camacho, O. and Smith, C. A. (2000) 'Sliding mode control: An approach to regulate nonlinear chemical processes', *ISA Transactions*, 39(2), pp. 205–218. doi: 10.1016/s0019-0578(99)00043-9.
- Chezeau, B., Danican, A., Fontaine, J. P. and Vial, C. (2020) 'Characterization of the local hydromechanical stress through experimental and numerical analysis of hydrodynamics under dark fermentation operating conditions', *Chemical Engineering Journal*, 382, p. 122748. doi: 10.1016/j.cej.2019.122748.
- Chezeau, B. and Vial, C. (2019) 'Combined effects of digestate viscosity and agitation conditions on the fermentative biohydrogen production', *Biochemical Engineering Journal*, 142, pp. 105–116. doi: 10.1016/j.bej.2018.11.016.
- Digaitis, R., Thybring, E. E. and Thygesen, L. G. (2020) 'Investigating the role of mechanics in lignocellulosic biomass degradation during hydrolysis: Part II', *Biotechnology Progress*. doi: 10.1002/btpr.3083.
- Ebrahimi, M., Caparanga, A. R., Ordone, E. E. and Villaflores, O. B. (2017) 'Evaluation of organosolv pretreatment on the enzymatic digestibility of coconut coir fibers and bioethanol production via simultaneous saccharification and fermentation', *Renewable Energy*, 109, pp. 41–48. doi: 10.1016/j.renene.2017.03.011.
- Ein-Mozaffari, F. (2002) Macroscale mixing and dynamic behaviour of agitated pulp stock chests.
- Etchells, A.W.; Ford, W.N.; Short, D. G. R. (1987) 'Mixing of Bingham plastics on an industrial scale', *Inst. Chem. Eng. Prog. Symp. Ser.*, 108, pp. 1–10.
- Frey, M., Violet, L., Richard, D. and Fongarland, P. (2020) 'Experimental and CFD study of a new one-pot reactor for hybrid catalysis', *Chemical Engineering Journal*, 38, p. 122958. doi: 10.1016/j.cej.2019.122958.
- Gou, H., Su, R., Huang, R., Qi, W. and He, Z. (2015) 'Co-optimization of sugar yield and input energy by the stepwise reduction of agitation rate during lignocellulose hydrolysis', *Food and Bioprocess Processing*. Institution of Chemical Engineers, 95, pp. 1–6. doi: 10.1016/j.fbp.2015.03.005.
- Grossmann, I. E., Calfa, B. A. and Garcia-Herreros, P. (2014) 'Evolution of concepts and models for quantifying resiliency and flexibility of chemical processes', *Computers and Chemical Engineering*, 70, pp. 22–34. doi: 10.1016/j.compchemeng.2013.12.013.
- Herrera, M., Camacho, O., Leiva, H. and Smith, C. (2020) 'An approach of dynamic sliding mode control for chemical processes', *Journal of Process Control*, 85, pp. 112–120. doi: 10.1016/j.jprocont.2019.11.008.
- Hong, M. S., Severson, K. A., Jiang, M., Lu, A. E., Love, J. C. and Braatz, R. D. (2018) 'Challenges and opportunities in biopharmaceutical manufacturing control', *Computers and Chemical Engineering*, 110, pp. 106–114. doi: 10.1016/j.compchemeng.2017.12.007.
- Janiga, G. (2019) 'Large-eddy simulation and 3D proper orthogonal decomposition of the hydrodynamics in a stirred tank', *Chemical Engineering Science*, 201, pp. 132–144. doi: 10.1016/j.ces.2019.01.058.
- Kadić, A., Palmqvist, B. and Lidén, G. (2014) 'Effects of agitation on particle-size distribution and enzymatic hydrolysis of pretreated spruce and giant reed', *Biotechnology for Biofuels*, 7(1), pp. 1–10. doi: 10.1186/1754-6834-7-77.
- Katsimpouras, C., Zacharopoulou, M., Matsakas, L., Rova, U., Christakopoulos, P. and Topakas, E. (2017) 'Sequential high gravity ethanol fermentation and anaerobic digestion of steam explosion and organosolv pretreated corn stover', *Bioresource Technology*, 244, pp. 1129–1136. doi: 10.1016/j.biortech.2017.08.112.

- Kress, P., Nägele, H. J., Oechsner, H. and Ruile, S. (2018) 'Effect of agitation time on nutrient distribution in full-scale CSTR biogas digesters', *Bioresource Technology*, 247, pp. 1–6. doi: 10.1016/j.biortech.2017.09.054.
- Liu, Y., Chen, J., Song, J., Hai, Z., Lu, X., Ji, X. and Wang, C. (2019) 'Adjusting the rheological properties of corn-straw slurry to reduce the agitation power consumption in anaerobic digestion', *Bioresource Technology*, 272, pp. 360–369. doi: 10.1016/j.biortech.2018.10.050.
- Liu, Y. C., Dunn, D., Lipari, M., Barton, A., Firth, P., Speed, J., Wood, D. and Nagy, Z. K. (2019) 'A comparative study of continuous operation between a dynamic baffle crystallizer and a stirred tank crystallizer', *Chemical Engineering Journal*, 367, pp. 278–294. doi: 10.1016/j.cej.2019.02.129.
- Lopez-Ramirez, N., Volke-Sepulveda, T., Gaimpe-Perraud, I., Saucedo-Castañeda, G. and Favela-Torres, E. (2018) 'Effect of stirring on growth and cellulolytic enzymes production by *Trichoderma harzianum* in a novel bench-scale solid-state fermentation bioreactor', *Bioresource Technology*, 265, pp. 291–298. doi: 10.1016/j.biortech.2018.06.015.
- McDonough, J. R., Oates, M. F., Law, R. and Harvey, A. P. (2019) 'Micromixing in oscillatory baffled flows', *Chemical Engineering Journal*, 361, pp. 508–518. doi: 10.1016/j.cej.2018.12.088.
- Mesa, L., López, N., Cara, C., Castro, E., González, E. and Mussatto, S. I. (2016) 'Techno-economic evaluation of strategies based on two steps organosolv pretreatment and enzymatic hydrolysis of sugarcane bagasse for ethanol production', *Renewable Energy*, 86, pp. 270–279. doi: 10.1016/j.renene.2015.07.105.
- Mohideen, M. J., Perkins, J. D. and Pistikopoulos, E. N. (1997) 'Robust stability considerations in optimal design of dynamic systems under uncertainty', *Journal of Process Control*, 7(5), pp. 371–385. doi: 10.1016/S0959-1524(97)00014-0.
- Montgomery, L. F. R., Schopp, T., Fuchs, W. and Bochmann, G. (2016) 'Design, calibration and validation of a large lab-scale system for measuring viscosity in fermenting substrate from agricultural anaerobic digesters', *Biochemical Engineering Journal*, 115, pp. 72–79. doi: 10.1016/j.bej.2016.08.009.
- Mussatto, S. I., Dragone, G., Fernandes, M., Milagres, A. M. F. and Roberto, I. C. (2008) 'The effect of agitation speed, enzyme loading and substrate concentration on enzymatic hydrolysis of cellulose from brewer's spent grain', *Cellulose*, 15(5), pp. 711–721. doi: 10.1007/s10570-008-9215-7.
- Nejati, A., Shahrokhi, M. and Mehrabani, A. (2012) 'Comparison between backstepping and input-output linearization techniques for pH process control', *Journal of Process Control*, 22(1), pp. 263–271. doi: 10.1016/j.jprocont.2011.08.001.
- Nguyen, T. S., Hoang, N. H., Hussain, M. A. and Tan, C. K. (2019) 'Tracking-error control via the relaxing port-Hamiltonian formulation: Application to level control and batch polymerization reactor', *Journal of Process Control*, 80, pp. 152–166. doi: 10.1016/j.jprocont.2019.05.014.
- Nitzsche, R., Budzinski, M. and Gröngröft, A. (2016) 'Techno-economic assessment of a wood-based biorefinery concept for the production of polymer-grade ethylene, organosolv lignin and fuel', *Bioresource Technology*, 200, pp. 928–939. doi: 10.1016/j.biortech.2015.11.008.
- Noraida Abd Rahim, S., Sulaiman, A., Halim Ku Hamid, K., Aini Edama, N. and Samsu Baharuddin, A. (2015) 'Effect of Agitation Speed for Enzymatic Hydrolysis of Tapioca Slurry Using Encapsulated Enzymes in an Enzyme Bioreactor', *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 6(1), pp. 38–41. doi: 10.7763/ijcea.2015.v6.447.
- Nørregaard, A., Bach, C., Krühne, U., Borgbjerg, U. and Gernaey, K. V. (2019) 'Hypothesis-driven compartment model for stirred bioreactors utilizing computational fluid dynamics and multiple pH sensors', *Chemical Engineering Journal*, 356, pp. 161–169. doi: 10.1016/j.cej.2018.08.191.
- Overend, R.P.; Chornet, E. and Gascoigne, J. A. (1987) 'Fractionation of Lignocellulosics by Steam-Aqueous Pretreatments', *Philosophy of Transport*, Royal Society Association, 321, pp. 523–536.
- Özkan, G., Hapoğlu, H. and Albaz, M. (2006) 'Non-linear generalised predictive control of a jacketed well mixed tank as applied to a batch process - A polymerisation reaction', *Applied Thermal Engineering*, 26(7), pp. 720–726. doi: 10.1016/j.applthermaleng.2005.09.008.
- Pérez-Pimienta, J. A., Vargas-Tah, A., López-Ortega, K. M., Medina-López, Y. N., Mendoza-Pérez, J. A., Avila, S., Singh, S., Simmons, B. A., Loaces, I. and Martinez, A. (2017) 'Sequential enzymatic saccharification and fermentation of ionic liquid and organosolv pretreated agave bagasse for ethanol production', *Bioresource Technology*, 225, pp. 191–198. doi: 10.1016/j.biortech.2016.11.064.

- Pistikopoulos, E. N., Diangelakis, N. A., Oberdieck, R., Papathanasiou, M. M., Nascu, I. and Sun, M. (2015) 'PAROC - An integrated framework and software platform for the optimisation and advanced model-based control of process systems', *Chemical Engineering Science*, 136, pp. 115–138. doi: 10.1016/j.ces.2015.02.030.
- Porru, M. and Özkan, L. (2019) 'Simultaneous design and control of an industrial two-stage mixed suspension mixed product removal crystallizer', *Journal of Process Control*, 80, pp. 60–77. doi: 10.1016/j.jprocont.2019.04.011.
- Rafiei, M. and Ricardez-Sandoval, L. A. (2020) 'New frontiers, challenges, and opportunities in integration of design and control for enterprise-wide sustainability', *Computers and Chemical Engineering*, 132, p. 106610. doi: 10.1016/j.compchemeng.2019.106610.
- Ricardez-Sandoval, L. A., Budman, H. M. and Douglas, P. L. (2009) 'Integration of design and control for chemical processes: A review of the literature and some recent results', *Annual Reviews in Control*, 33(2), pp. 158–171. doi: 10.1016/j.arcontrol.2009.06.001.
- Ricardez Sandoval, L. A., Budman, H. M. and Douglas, P. L. (2008) 'Simultaneous design and control of processes under uncertainty: A robust modelling approach', *Journal of Process Control*, 18(7–8), pp. 735–752. doi: 10.1016/j.jprocont.2007.11.006.
- Romaní, A., Ruiz, H. A., Teixeira, J. A. and Domingues, L. (2016) 'Valorization of Eucalyptus wood by glycerol-organosolv pretreatment within the biorefinery concept: An integrated and intensified approach', *Renewable Energy*, 95, pp. 1–9. doi: 10.1016/j.renene.2016.03.106.
- Saeed, S. and Ein-Mozaffari, F. (2008) 'Using dynamic tests to study the continuous mixing of xanthan gum solutions', *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 83(4), pp. 559–568.
- Salapa, I., Katsimpouras, C., Topakas, E. and Sidiras, D. (2017) 'Organosolv pretreatment of wheat straw for efficient ethanol production using various solvents', *Biomass and Bioenergy*, 100, pp. 10–16. doi: 10.1016/j.biombioe.2017.03.011.
- Sharifzadeh, M. (2013) An Overview of Process Systems Engineering Approaches for Process Intensification: State of the Art, *Chemical Engineering Research and Design*. Institution of Chemical Engineers. doi: 10.1016/j.cherd.2013.05.007.
- Shu, L., Yang, M., Zhao, H., Li, T., Yang, L., Zou, X. and Li, Y. (2019) 'Process optimization in a stirred tank bioreactor based on CFD-Taguchi method: A case study', *Journal of Cleaner Production*, 230, pp. 1074–1084. doi: 10.1016/j.jclepro.2019.05.083.
- Da Silva, A. S. A., Espinheira, R. P., Teixeira, R. S. S., De Souza, M. F., Ferreira-Leitão, V. and Bon, E. P. S. (2020) 'Constraints and advances in high-solids enzymatic hydrolysis of lignocellulosic biomass: A critical review', *Biotechnology for Biofuels*. BioMed Central, 13(1), pp. 1–28. doi: 10.1186/s13068-020-01697-w.
- Szilágyi, B., Borsos, Á., Pal, K. and Nagy, Z. K. (2019) 'Experimental implementation of a Quality-by-Control (QbC) framework using a mechanistic PBM-based nonlinear model predictive control involving chord length distribution measurement for the batch cooling crystallization of L-ascorbic acid', *Chemical Engineering Science*, 195, pp. 335–346. doi: 10.1016/j.ces.2018.09.032.
- Tian, L., Shen, F., Yuan, H., Zou, D., Liu, Y., Zhu, B. and Li, X. (2014) 'Reducing agitation energy-consumption by improving rheological properties of corn stover substrate in anaerobic digestion', *Bioresource Technology*, 168, pp. 86–91. doi: 10.1016/j.biortech.2014.03.023.
- Tian, Y., Demirel, S. E., Hasan, M. M. F. and Pistikopoulos, E. N. (2018) 'An overview of process systems engineering approaches for process intensification: State of the art', *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 133, pp. 160–210. doi: 10.1016/j.cep.2018.07.014.
- Tian, Y. and Pistikopoulos, E. N. (2019) 'Synthesis of operable process intensification systems: advances and challenges', *Current Opinion in Chemical Engineering*, pp. 1–7. doi: 10.1016/j.coche.2018.12.003.
- Valdez-Navarro, Y. I. and Ricardez-Sandoval, L. A. (2019) 'Integration between dynamic optimization and scheduling of batch processes under uncertainty: A back-off approach', *IFAC-PapersOnLine*, 52(1), pp. 655–660. doi: 10.1016/j.ifacol.2019.06.137.
- Weinwurm, F., Turk, T., Denner, J., Whitmore, K. and Friedl, A. (2017) 'Combined liquid hot water and ethanol organosolv treatment of wheat straw for extraction and reaction modeling', *Journal of Cleaner Production*, 165, pp. 1473–1484. doi: 10.1016/j.jclepro.2017.06.215.

- Xu, Z., Yuan, H. and Li, X. (2021) 'Anaerobic bioconversion efficiency of rice straw in continuously stirred tank reactor systems applying longer hydraulic retention time and higher load: One-stage vs. Two-stage', *Bioresource Technology*, 321(October), p. 124206. doi: 10.1016/j.biortech.2020.124206.
- Yousefifar, A., Farid, M. M., Gapes, D. J. and Young, B. R. (2020) 'A mass transfer study of the wet oxidation of cellulose', *Chemical Engineering Journal*, 384, p. 123326. doi: 10.1016/j.cej.2019.123326.
- Zhou, H., Ying, Z., Cao, Z., Liu, Z., Zhang, Z. and Liu, W. (2020) 'Feeding control of anaerobic co-digestion of waste activated sludge and corn silage performed by rule-based PID control with ADM1', *Waste Management*, 103, pp. 22–31. doi: 10.1016/j.wasman.2019.12.021.