



BAB II

PEMILIHAN DAN URAIAN PROSES

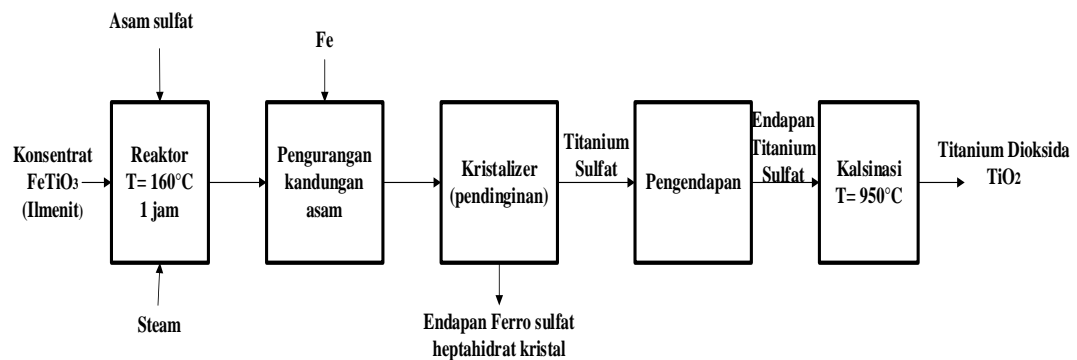
II.1 Macam Proses

Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat pada industri kimia dapat dilakukan dengan tiga macam proses, antara lain:

Proses pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat :

1. Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Proses Hasil Samping dari Pembuatan Titanium Dioksida
2. Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Proses Reaksi Besi dengan Asam Sulfat
3. Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Proses Reaksi *Pickling Liquor* dengan Asam Sulfat

II.1.1 Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Proses Hasil Samping Pembuatan Titanium Dioksida



Gambar II.1 Blok Diagram Alir Proses Hasil Samping Pembuatan Titanium Dioksida (Kirk-Othmer, 2010)

Titanium sering ditemukan sebagai TiO_2 yang berasal dari dari bijih ilmenit yang mengandung FeTiO_3 . Salah satu proses pembuatan ferro sulfat heptahidrat adalah proses hasil samping pembuatan TiO_2 dengan mereaksikan bijih ilmenit dalam asam sulfat.



Reaksi yang terjadi : (Michael, 2015)



Proses reaksi asam sulfat dengan ilmenit sebagai bahan baku menghasilkan bentuk yang relatif murni. Kemurnian dan komposisi besi sulfat dari hasil samping proses produksi TiO_2 , bergantung pada sumber ilmenit tersebut (Ullmann's, 2011).

Menurut Kirk-Othmer tahun 2010, pada proses ini konsentrat ilmenit direaksikan dengan asam sulfat. Titanium didekomposisi dengan asam sulfat untuk memperoleh TiO_2 dengan komponen besi sulfat. Campuran tersebut kemudian didinginkan untuk kemudian melalui proses kristalisasi untuk membentuk ferro sulfat heptahidrat. Operasi ini dapat dilakukan secara kontinyu atau batch. Proses ini dilakukan pada temperatur 160°C dan terjadi reaksi eksotermis. Endapan yang dihasilkan dibakar untuk menghilangkan air dan residu. Pembakaran dilakukan pada suhu yang tinggi yaitu diatas suhu 950°C dan akan menghasilkan TiO_2 .

II.1.2 Kelebihan dan Kekurangan Proses Hasil Samping Pembuatan Titanium Dioksida

A. Kelebihan :

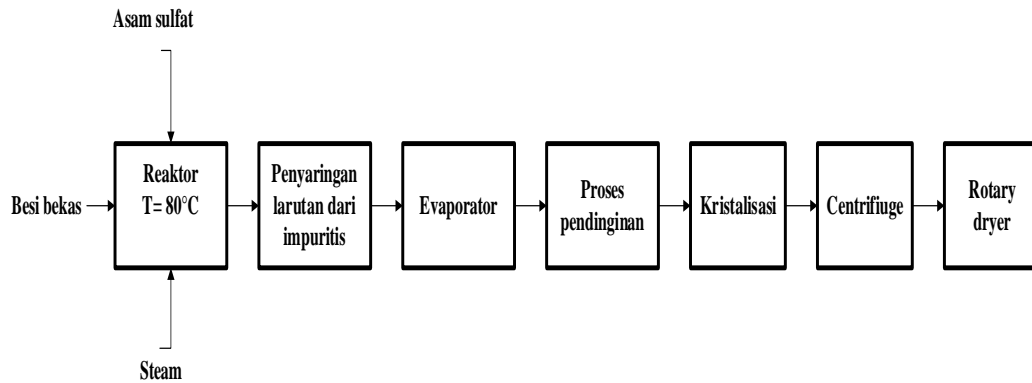
1. Operasi dapat dilakukan secara batch maupun kontinyu

B. Kekurangan :

1. Tekanan dan suhu reaksi tinggi, sehingga membutuhkan alat yang lebih mahal dan pengendalian temperatur kontrol yang lebih ketat.
2. Proses lebih rumit dan tidak efisien (adanya proses kalsinasi dengan suhu 950°C untuk memperoleh titanium dioksida)
3. Produk ferro sulfat heptahidrat merupakan produk hasil samping proses



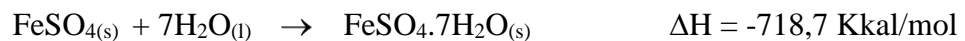
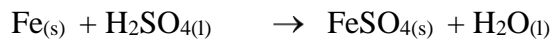
II.1.3 Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Reaksi Besi dan Asam Sulfat



Gambar II.2 Blok Diagram Alir Proses Reaksi Besi dan Asam Sulfat

(Rowland, 2012)

Besi bekas dilarutkan dengan campuran larutan asam sulfat encer dan larutan induk. Temperatur reaksi harus berada dibawah suhu 80°C karena jika lebih dari suhu 80°C maka akan menghasilkan sedimentasi ferro sulfat heptahidrat. Reaksi yang terjadi adalah : (Rowland, 2012)



Reaksi yang terjadi adalah eksotermis dengan suhu 70 – 82 °C. Larutan hasil reaksi disaring kemudian dialirkan ke alat pemekat. Larutan yang keluar kemudian disaring untuk menghilangkan impuritas atau pengotor dari larutan ferro sulfat heptahidrat yang sedikit asam. Larutan kemudian dialirkan menuju evaporator 42 °C yang dialirkan ke kristalizer yang bersuhu 70°C. Kristal disaring dan larutan induk dikembalikan ke evaporator dan kemudian kristal dikeringkan pada suhu 80 °C (Rowland, 2012).

II.1.4 Kelebihan dan Kekurangan Proses Reaksi Besi dan Asam Sulfat

A. Kelebihan :

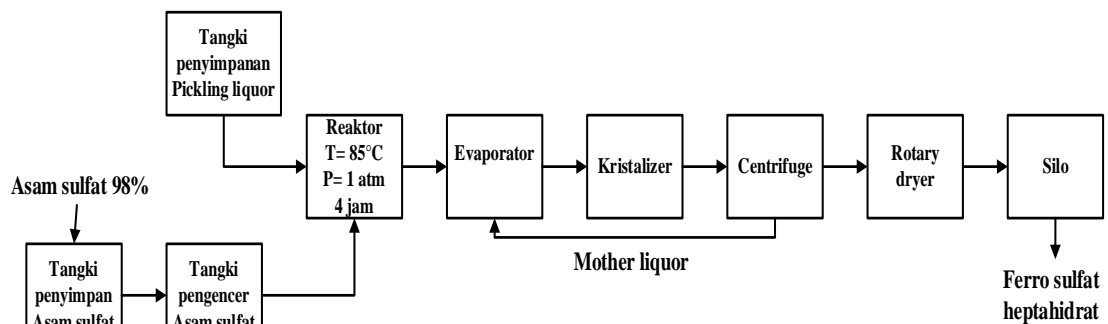
1. Bahan baku besi yang relatif mudah didapat
2. Tidak memerlukan alat pengendalian temperatur kontrol yang lebih ketat



B. Kekurangan :

1. Proses distribusi dan penyimpanan bahan baku memerlukan ruang yang besar untuk bahan baku besi
2. Proses operasi hanya dapat dilakukan dengan proses batch
3. Produk yang dihasilkan cenderung tidak seragam

II.1.5 Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Proses Reaksi *Pickling Liquor* dengan Asam Sulfat



Gambar II.3 Blok Diagram Alir Proses *Pickling liquor* dengan Asam Sulfat (Alexander, 2017)

Menurut Ullmann's tahun 2011, Proses pembuatan ferro sulfat heptahidrat dengan menggunakan *pickling liquor* dan asam sulfat merupakan proses dengan hasil kemurnian tinggi. *Pickling liquor* merupakan limbah cair yang dapat ditemukan dari hasil buangan industri baja. *Pickling liquor* memiliki kandungan FeCl_2 , H_2O dan HCl . Pembuatan ferro sulfat heptahidrat dengan menggunakan *pickling liquor* dengan mereaksikan asam sulfat pada sebuah reaktor yang dijaga suhunya.

Hasil buangan atau limbah dari pabrik baja berupa *pickling liquor* kemudian dimasukan kedalam reaktor alir tangki berpengaduk untuk direaksikan dengan asam sulfat yang sudah diencerkan dan beroperasi pada suhu 85°C . Kondisi operasi harus dijaga pada suhu 85°C agar tidak terjadi oksidasi yang dapat menyebabkan larutan



menjadi ferri sulfat. Waktu reaksi yang dibutuhkan adalah 4 jam. Untuk menghasilkan kemurnian produk yang tinggi 98% berat, tekanan harus dijaga pada 1 atm. Kemudian *pickling liquor* dan asam sulfat tercampur.

Reaksi yang terjadi adalah : (Alexander, 2017)



Reaksi yang terjadi adalah endotermis. Larutan hasil reaksi yang keluar dari reaktor kemudian dialirkan ke dalam evaporator untuk dipekatkan pada suhu 105°C dan tekanan 1 atm. Hasil keluaran evaporator dialirkan kedalam kristalizer pada suhu 35°C untuk membentuk kristal proses ini dilakukan dengan waktu 4 – 9 jam. Hasil kristal kemudian masuk proses penyaringan oleh *centrifuge* agar terpisah antara kristal ferro sulfat heptahidrat dengan larutan induknya, kristal ferro sulfat heptahidrat kemudian masuk ke proses pengeringan oleh *rotary dryer* untuk menghasilkan kristal yang benar-benar kering, sedangkan produk *mother liquor* ditampung pada tangki penampungan. Hasil kristal ferro sulfat heptahidrat kemudian disimpan sementara di *silo* untuk selanjutnya masuk ke tahap pengepakan (Alexander, 2017).

II.1.6 Kelebihan dan Kekurangan Proses Reaksi *Pickling Liquor* dengan Asam Sulfat

A. Kelebihan :

1. Bahan baku *pickling liquor* merupakan limbah pabrik industri baja, sehingga harga bahan baku lebih ekonomis
2. Pemanfaatan limbah *pickling liquor* untuk mengurangi pencemaran lingkungan serta mendaur ulang limbah menjadi suatu produk
3. Konversi yang dihasilkan mencapai 98%

B. Kekurangan :

1. Bahan baku diperoleh hanya dari limbah baja dan logam sehingga memerlukan cadangan produsen bahan baku cadangan



II.2 Seleksi Proses

Seleksi suatu proses pembuatan ferro sulfat heptahidrat dapat dilakukan dengan mempertimbangkan beberapa parameter seperti pada tabel II.1 berikut:

Tabel II. 1 Proses Pembuatan Ferro Sulfat Heptahidrat dengan Berbagai Cara

No.	Parameter	Proses Hasil Samping Pembuatan Titanium Dioksida	Proses Reaksi Besi dan Asam Sulfat	Proses Reaksi <i>Pickling Liquor</i> dengan Asam Sulfat
1.	Tekanan operasi	5 atm [a]	1 atm [d]	1 atm [e]
2.	Proses	kontinyu atau <i>batch</i> [a]	<i>Batch</i> [d]	kontinyu [e]
3.	Waktu reaksi	1 jam [a]	4 jam [d]	4 jam [e]
4.	Suhu reaksi	160°C [a]	80°C [d]	85°C [e]
5.	Bahan baku utama	FeTiO ₃ (Ilmenit), Asam Sulfat [b]	Besi, Asam Sulfat [d]	<i>Pickling Liquor</i> , Asam Sulfat [e]
6.	Produk Utama	Titanium dioksida [a]	Ferro sulfat heptahidrat [d]	Ferro sulfat heptahidrat [e]
7.	Hasil samping	Ferro sulfat heptahidrat [c]	-	-
8.	Kekurangan proses	Tekanan dan suhu reaksi tinggi dan membutuhkan pengendalian temperatur kontrol yang lebih ketat (menggunakan proses pembakaran dengan suhu 950°C) [a]	Proses distribusi dan penyimpanan bahan baku memerlukan ruang penyimpanan yang lebih besar untuk bahan baku besi [d]	Bahan baku <i>pickling liquor</i> hanya diperoleh dari limbah baja dan logam sehingga memerlukan produsen bahan baku cadangan [e]



		Proses lebih rumit (adanya proses kalsinasi dengan suhu 950°C) dan konversi produk lebih rendah [a]	Proses operasi hanya dapat dilakukan secara <i>batch</i> dan produk yang dihasilkan cenderung tidak seragam [d]	
		Produk ferro sulfat heptahidrat merupakan hasil samping proses [c]		
9.	Kelebihan Proses	Operasi dapat dilakukan secara <i>batch</i> maupun kontinyu [a]	Bahan baku besi yang relatif mudah didapat dengan proses lebih sederhana [d]	Bahan baku <i>pickling liquor</i> merupakan limbah pabrik industri baja, sehingga harga bahan baku lebih terjangkau dan proses pengolahan lebih efisien [e]
				Pemanfaatan limbah <i>pickling liquor</i> untuk mengurangi pencemaran lingkungan serta mendaur ulang limbah menjadi produk [e]
				Konversi produk mencapai 98% sesuai kebutuhan produk pada industri [e]

Sumber : [a] Kirk-Othmer, 2010; [b] Ullmann's, 2011; [c] Michael, 2015; [d] Rowland, 2012; [e] Alexander, 2017.



Berdasarkan tabel II.1 maka dipilih pembuatan ferro sulfat heptahidrat dengan proses reaksi *pickling liquor* dengan asam sulfat dengan pertimbangan sebagai berikut:

1. Bahan baku *pickling liquor* terdiri dari limbah pabrik baja, sehingga harga bahan baku lebih terjangkau
2. Pemanfaatan limbah *pickling liquor* untuk mengurangi pencemaran lingkungan serta mendaur ulang limbah menjadi suatu produk
3. Konversi yang dihasilkan mencapai 98%

II.3 Uraian Proses

Proses pembuatan ferro sulfat heptahidrat dari bahan baku *pickling liquor* dan asam sulfat dibagi menjadi 4 tahap :

1. Tahap Penyimpanan bahan baku
2. Tahap Reaksi di dalam reaktor
3. Tahap Pemisahan dan Pemurnian produk
4. Tahap Penyimpanan produk

II.3.1 Tahap Penyimpanan Bahan Baku

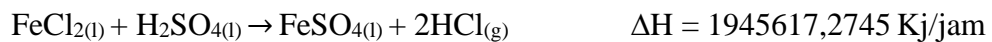
Limbah *pickling liquor* dengan komponen FeCl_2 40%, HCl 2%, H_2O 58%, disimpan dalam keadaan cair dalam tangki penyimpanan pada kondisi $P = 1 \text{ atm}$, $T = 30^\circ\text{C}$. *Pickling liquor* tersebut dipompa menuju reaktor yang telah dilengkapi jaket pemanas, dimana *steam* pemanas masuk pada suhu 148°C untuk memenuhi suhu dalam reaktor. Asam sulfat berbentuk cairan dengan kemurnian 98% dengan impuritas H_2O 2%, disimpan dalam keadaan cair dalam tangki penyimpanan pada kondisi $P = 1 \text{ atm}$, $T = 30^\circ\text{C}$. Sebelum masuk reaktor, asam sulfat diencerkan terlebih dahulu dalam tangki pengenceran dengan menambahkan H_2O hingga diperoleh konsentrasi sebesar 30%.



II.3.2 Tahap Reaksi dalam Reaktor

Tahap reaksi *pickling liquor* dan asam sulfat bertujuan untuk mereaksikan kedua bahan tersebut menjadi *ferro sulfat heptahidrat*. Reaksi ini dilakukan dalam Reaktor Alir Tangki Berpengaduk (RATB) yang beroperasi pada $T = 85^{\circ}\text{C}$ dan $P = 1$ atm. Kondisi operasi dalam reaktor harus dijaga pada suhu 85°C agar tidak terjadi oksidasi yang dapat menyebabkan larutan menjadi ferri sulfat. Pada proses ini terjadi reaksi *endotermis* dengan waktu reaksi yang dibutuhkan adalah 4 jam dengan konversi produk 98%.

Reaksinya adalah :



II.3.3 Tahap Pemisahan dan Pemurnian Produk

Produk gas HCl yang dihasilkan diproses menuju *scrubber* untuk dipisahkan dari komponen liquid yang keluar dari reaktor. Produk liquid yang keluar dari reaktor dipompa menuju evaporator pada suhu 85°C , kemudian dipadatkan dalam evaporator hingga konsentrasi 80%. Kondisi operasi pada *evaporator* adalah $T = 100^{\circ}\text{C}$ dan $P = 1$ atm. Produk atas evaporator berupa uap air dialirkan ke kondensor untuk mengubah menjadi liquid. Larutan dari *evaporator* dialirkan dengan pompa menuju kristalizer. Kondisi operasi pada kristalizer adalah $T = 35^{\circ}\text{C}$ dan $P = 1$ atm. Proses kristalisasi larutan jenuh berlangsung selama 4 jam. Produk yang keluar dari kristalizer berupa kristal *ferro sulfat heptahidrat* dipisahkan dari *mother liquor* di *centrifuge* pada suhu 35°C dan tekanan 1 atm. *Mother liquor* yang keluar ditampung pada tangki penampungan. Kristal dialirkan ke dalam *rotary dryer* untuk dikeringkan pada suhu 80°C tekanan 1 atm. Kristal dialirkan menggunakan *cooling conveyor* dan *bucket elevator* menuju *ball mill* yang sudah dilengkapi dengan *screening* hingga berukuran 100 mesh.



II.3.4 Tahap Penyimpanan Produk

Produk ferro sulfat heptahidrat yang keluar dari *ball mill* diangkut dengan menggunakan *belt conveyor* dan *bucket elevator* masuk kedalam *silo* untuk dikemas. Pengemasan produk ferro sulfat heptahidrat berbentuk kristal dikemas dalam kantong kedap udara.



Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Ferro Sulfat Heptahidrat dari *Pickling Liquor* dan Asam Sulfat
Kapasitas 55.000 Ton/tahun”

II.4 Flowsheet Dasar

