



BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam – Macam Proses

Umumnya terdapat 2 proses utama dalam pembuatan *cinnamaldehyde*, yaitu proses *steam distillation* yang menggunakan kulit kayu manis dan proses aldol kondensasi yang merupakan reaksi pembentukan ikatan karbon melalui adisi nukleofilik dari keton enolat terhadap suatu aldehida.

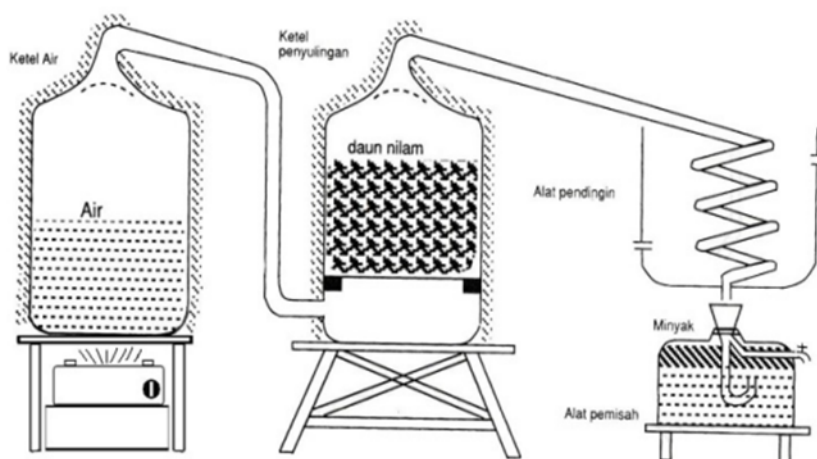
II.1.1 Proses Steam Distillation

Minyak atsiri dalam kayu manis hanya berjumlah 2% dari persen berat kayu manis. Kandungan minyak atsiri tersebut 70-80% nya adalah *cinnamaldehyde*, sedangkan sisanya adalah *eugenol*, *cinnamyl acetate*, *styrene*, dan banyak lagi dengan kandungan yang sangat sedikit. Untuk mendapatkan *cinnamaldehyde*, tahapan yang harus dilakukan adalah mengolah bahan baku mentah berupa kulit kayu manis. Ketika masih dalam bentuk padatan, kayu manis dihancurkan terlebih dahulu menjadi butiran-butiran kecil halus baru dilakukan proses pemungutan *cinnamaldehyde* di dalamnya. Untuk mendapatkan *cinnamaldehyde*, dilakukan tahapan-tahapan sebagai berikut.

Mula-mula, minyak atsiri dalam kulit kayu manis diambil dengan metode *steam distillation*. *Steam distillation* adalah metode pemungutan minyak atsiri dengan cara menguapkan bahan baku alami dengan steam. Uap hasil proses tersebut kemudian didinginkan sehingga mendapatkan campuran heterogen air dengan minyak atsiri yang kandungan utamanya adalah *cinnamaldehyd*. Untuk memperoleh *cinnamaldehyde* murni, campuran diekstraksi menggunakan solven cair berupa heksana atau metanol, kemudian ekstrak yang diperoleh dilewatkan melalui flash drum untuk memisahkan *cinnamaldehyde* dari solvenya. Karena kadar *cinnamaldehyde* dalam setiap steam distillation berbeda-beda, maka untuk menyamakan spesifikasi bahan baku, digunakan kolom *equalizer* dengan pengaduk. Ini digunakan untuk menyamakan konsentrasi *cinnamaldehyde* di setiap tempat sehingga setiap minyak atsiri yang masuk ke dalam reaktor berikutnya selalu

memiliki konsentrasi *cinnamaldehyde* yang sama. Proses steam distillation memerlukan suhu yang tinggi dalam prosesnya yaitu 99-100 ° C. Komponen minyak atsiri yang terdapat pada kayu manis terdekomposisi, terdegradasi, dan yang bersifat volatil hilang akibat terjadi pemanasan pada suhu tinggi. Dan kemurnian yang didapat tidak seperti yang diharapkan. Proses *steam distillation* memerlukan waktu yang cukup lama yaitu 2 jam untuk memisahkan setiap komponennya. Setelah proses distilasi selesai, gas yang terbentuk harus dipisahkan.

(Brown,1978)



Gambar II.1 *Steam Distillation*

II.1.2 Proses Aldol Kondensasi

Aldol kondensasi adalah reaksi pembentukan ikatan karbon melalui adisi nukleofilik dari keton enolat terhadap suatu aldehida. Berbagai macam nukleofil dapat digunakan dalam reaksi aldol, meliputi enol, enolat, dan enol eter dari keton, aldehida, dan senyawa-senyawa karbonil lainnya. Reaksi aldol sangat penting dalam sintesis organik karena ia menghasilkan produk dengan dua pusat stereogenik yang baru pada karbon $-\alpha$ dan $-\beta$. Aldol kondensasi memiliki beberapa macam reaksi, diantaranya sebagai berikut:

1. Aldol kondensasi silang



PRA PERANCANGAN PABRIK “CINNAMALDEHID DARI ACETALDEHID DAN BENZALDEHID DENGAN PROSES ALDOL KONDENSASI”

Aldol kondensasi yang terjadi pada aldehida yang berbeda disebut dengan kondensasi aldol silang. Reaksi aldol kondensasi silang terjadi jika kedua aldehid mempunyai hidrogen α .

2. Aldol kondensasi ketonik

Senyawa golongan keton kurang reaktif untuk melangsungkan reaksi kondensasi aldol di bandingkan golongan aldehid. Namun demikian, sejumlah sedikit produk reaksi masih dapat di hasilkan. Produk kondensasi aldol senyawa keton akan mengalami dehidrasi secara cepat membentuk produk terstabilitas resonansi.

3. Siklisasi via aldol kondensasi

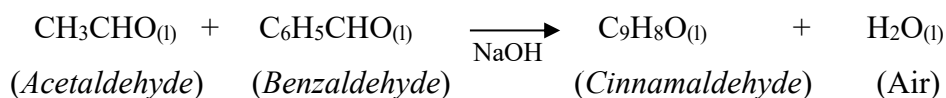
Aldol kondensasi internal, yaitu kondensasi yang dialami dua gugus karbonil pada suatu rantai senyawa yang sama akan membentuk cincin.

4. Kondensasi benzoin

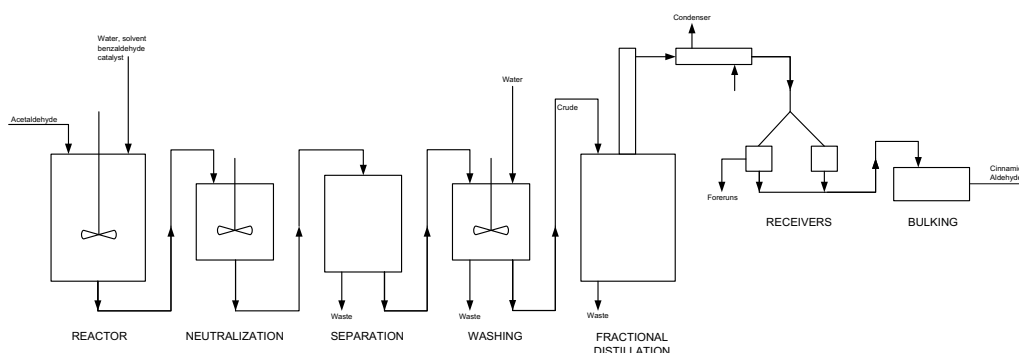
Aldehid aromatic membentuk produk kondensasi ketika di panaskan dengan ion sianida yang di larutkan dalam alkohol berair. Reaksi kondensasi ini mengarahkan pada pembentukan α -hidroksi keton.

(Khasanah, 2021).

Reaksi pembentukan *cinnamaldehyde* dari *acetaldehyde* dan *benzaldehyde* terjadi secara eksotermis sebagai berikut:



Flowsheet dasar :



Gambar II. 1. Flowsheet Dasar Produksi *Cinnamaldehyde* dari *Acetaldehyde* dan *Benzaldehyde* dengan proses aldol kondensasi

(Austin, 1984)

Proses aldol kondensasi antara *acetaldehyde* dan *benzaldehyde* diperoleh konversi 99% terhadap *acetaldehyde* dengan suhu bervariasi mulai dari 60-80°C, waktu reaksi 60-120 menit dan perbandingan berat *acetaldehyde* : *benzaldehyde* 1:5

Katalisator yang digunakan dalam proses ini adalah katalis basa yaitu natrium hidroksida, sehingga setelah keluar dari reaktor harus dinetralkan terlebih dahulu sebelum diproses lebih lanjut. Untuk mendapatkan hasil *cinnamaldehyde* dengan kemurnian yang tinggi, maka diperlukan suatu pemisahan antara *cinnamaldehyde* dengan hasil – hasil reaksi yang lain.

(Richmond, 1950)



II.2 Pemilihan Proses

Tabel II. 1 Perbedaan Proses *Steam Distillation* dan Aldol Kondensasi

Uraian	<i>Steam Distillation</i>	Aldol Kondensasi
Bahan Baku	Kayu Manis dalam jumlah yang besar	Asetaldehida dan Benzaldehida
Waktu Operasi	120 Menit	60-120 Menit
Suhu Operasi	99-100°C	60-80°C
Konversi	70-80 %	99 %
Yield	2%	70-85%

Berdasarkan uraian dan perbedaan pada tabel II.1 maka dipilih proses aldol kondensasi dengan pertimbangan:

1. Konversi yang diperoleh lebih tinggi, sehingga dapat menghasilkan *cinnamaldehyde* yang lebih banyak dengan menggunakan bahan baku yang sama jumlahnya.
2. Dilakukan pada suhu operasi yang lebih rendah
3. Waktu operasi yang dilakukan dapat divariasikan tanpa mengurangi *yield*

II.3 Uraian Proses

Proses Aldol Kondensasi adalah proses pembuatan *Cinnamaldehyde* dari bahan baku *Acetaldehyde* dan *Benzaldehyde* dapat dibagi dalam 3 tahap, yaitu:

1. Tahap Persiapan Bahan Baku

a. *Benzaldehyde* (C_6H_5CHO)

Benzaldehyde dalam bentuk cair disimpan dalam tangki F-211 dengan tekanan 1 atm, suhu 30°C. *Benzaldehyde* akan dipompa dengan Pompa (L-212) untuk dinaikkan tekanannya menjadi 5 atm. Kemudian *Benzaldehyde* dipanaskan melalui *Heater* (E-213) dari temperatur 30°C menjadi 70°C.

b. *Acetaldehyde* (CH_3CHO)

Acetaldehyde dalam bentuk cair disimpan dalam tangki F-214 dengan tekanan 5 atm, suhu 30°C akan dipompa dengan pompa (L-215).



Acetaldehyde kemudian dipanaskan dengan *heater* (E-216) hingga suhu 70°C yang kemudian diumpankan ke dalam reaktor (R-210).

c. Natrium Hidroksida (NaOH)

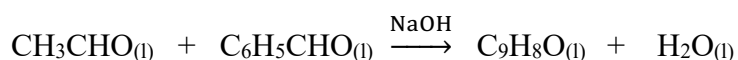
Natrium Hidroksida dalam bentuk padatan akan disimpan dalam tangki F-111 dengan tekanan 1 atm, suhu 30°C. NaOH kemudian ditransfer dengan *belt conveyor* (J-112) menuju *bucket elevator* (J-113) menuju ke Tangki Pencampuran (M-110) dengan bantuan *hopper* (F-114). NaOH padatan akan diencerkan dengan air proses pada tekanan 1 atm dan suhu 30°C. NaOH dalam bentuk cair kemudian akan dipompa dengan pompa (L-217) untuk dinaikkan tekanannya hingga 5 atm. NaOH dialirkan menuju pemanas (E-218) untuk dipanaskan hingga 70°C yang kemudian diumpankan ke dalam reaktor.

d. Asam Sulfat (H₂SO₄)

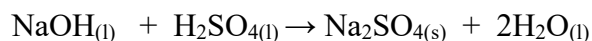
Asam sulfat dalam bentuk cair disimpan dalam tangki F-223 dengan tekanan 1 atm suhu 30°C akan dipompa dengan pompa (L-224) untuk diumpankan ke dalam *Netralizer* (R-220).

2. Tahap Reaksi

Acetaldehyde, *benzaldehyde*, NaOH, dan *benzaldehyde* hasil *recycle* akan direaksikan dalam reaktor (R-210) dengan waktu reaksi 90 menit, suhu reaktor 70°C, dan tekanan 5 atm. Di dalam reaktor terjadi reaksi sebagai berikut:



Reaksi ini merupakan reaksi eksotermis, sehingga untuk mempertahankan temperatur diperlukan pendingin. Pendingin yang digunakan adalah air yang berada dalam jaket pendingin. Hasil reaksi dialirkan melewati pompa (L-221) sehingga tekanan turun menjadi 1 atm. Campuran kemudian dialirkan menuju *cooler* (E-222) untuk diturunkan suhunya menjadi 30°C sebelum dialirkan menuju *netralizer* (R-220). Di dalam *netralizer* terjadi reaksi netralisasi dengan pengikatan NaOH oleh H₂SO₄ sebagai berikut:





3. Tahap Pemurnian Hasil

Hasil dari *netralizer* akan dipompa dengan pompa (L-311) menuju *decanter* (H-310) untuk memisahkan kandungan garam Na_2SO_4 yang terbentuk saat proses netralisasi. Fase berat berupa Na_2SO_4 , H_2O akan dibuang, sedangkan fase ringan yang berupa CH_3CHO , $\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$ dan $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}$ (*cinnamaldehyde*) ditampung di dalam tangki penampung sementara (F-411) dan mengalir menuju *heater* (E-412) untuk dinaikkan suhunya hingga 130°C yang kemudian diumpankan ke menara distilasi (D-410). Hasil atas menara distilasi yang terdiri dari CH_3CHO dari $\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$ yang bersuhu 120°C , pada tekanan 1 atm. Campuran kemudian dikondensasi oleh *condensor* (E-415) kemudian sebagian campuran masuk ke *Accumulator* (F-416) untuk menjaga kontinuitas dan kestabilan aliran umpan. $\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO}$ yang belum bereaksi kemudian didinginkan dengan *cooler* (E-415) hingga 70°C dan akan diumpankan kembali ke reaktor (R-210) dengan bantuan pompa (L-219) untuk dinaikkan tekanannya hingga 5 atm. Hasil bawah menara distilasi (D-410) dialirkan dengan pompa (L-413) menuju *reboiler* (E-414) dan dikembalikan ke dalam menara distilasi. Produk berupa $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}$ dialirkan menuju *cooler* (E-419) untuk didinginkan hingga 30°C . Produk *Cinnamaldehyde* dengan kemurnian 99% disimpan dalam tangki penyimpan (F-420) pada suhu 30°C dan tekanan 1 atm.