

## BAB II

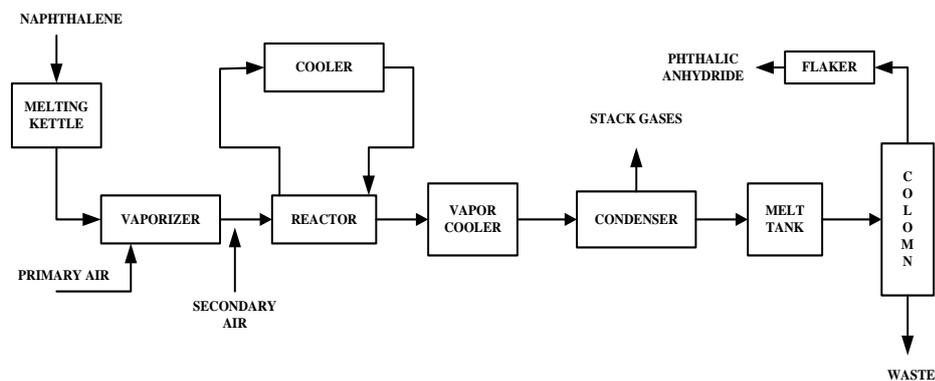
### SELEKSI DAN URAIAN PROSES

#### II.1 Pemilihan Proses

Secara umum, ada 2 macam proses pembuatan asam oksalat dengan bahan dasar yang berbeda, yaitu:

1. Dari naphthalene dan oksigen dengan proses oksidasi
2. Dari ortho-xylene dan oksigen dengan proses oksidasi

#### Naphthalene dan Oksigen dengan Proses Oksidasi



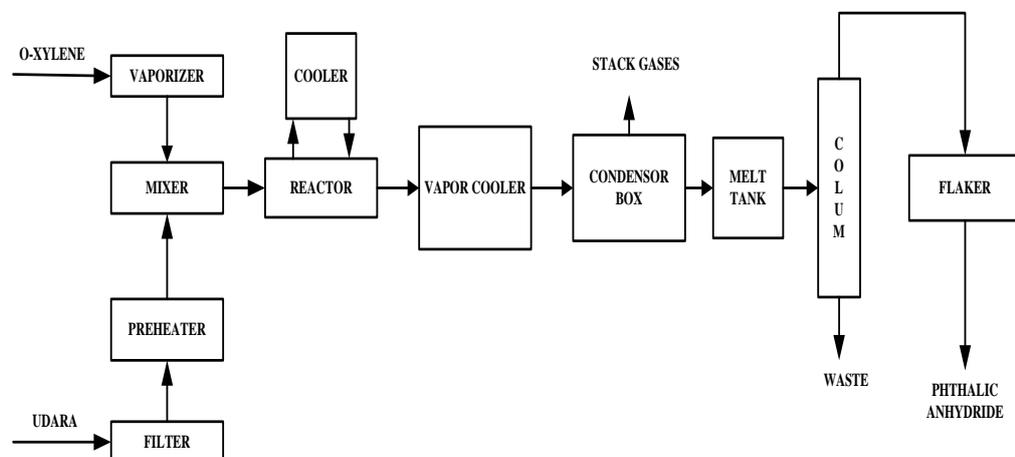
Naphthalene dengan melting point  $80,2^{\circ}\text{C}$ , dilebur, dan kemudian dipompa dengan menggunakan vaporizer dengan dikondisikan pada suhu boiling point  $284,5^{\circ}\text{C}$ . Proses penguapan dengan menggunakan udara yang dialirkan kedalam vaporizer. Udara yang dialirkan ke vaporizer disebut udara primer, udara sekunder juga ditambahkan pada uap yang keluar dari vaporizer dengan perbandingan naphthalene : udara = 25 : 1. Campuran naphthalene kemudian dipanaskan sampai suhu  $675 - 850^{\circ}\text{F}$ . Dengan bantuan kompresor campuran uap naphthalene dan udara dialirkan ke dalam reaktor multi turbular dengan bantuan katalis  $\text{V}_2\text{O}_5$ . Reaksi yang terjadi adalah :



Dengan yield reaksi sekitar 70 – 80% dan waktu kontak sekitar 0,1 – 0,6 detik. Produk keluar reaktor berupa phthalic acid anhydride, CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Kemudian diturunkan suhunya, dan dikondensasi pada suhu 260 °F (dew point) dengan harapan naphthalene dan phthalic acid anhydride tidak mengalami perubahan fase menjadi solid. Dibutuhkan air yang cukup banyak untuk proses kondensasi naphthalene dan phthalic anhydride. Di kondensor, uap yang tidak terkondensasi berupa udara yang tidak bereaksi, CO<sub>2</sub> yang terbentuk dan sebagian uap air dibuang ke atmosfer. Liquid keluar dari kondensor kemudian masuk ke melting tank, yang berfungsi sebagai tangka umpan destilasi. Produk kemudian dilakukan pemisahan antara naphthalene dan phthalic acid anhydride dengan menggunakan destilasi system.

V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sebagai katalis dapat digunakan dalam waktu yang lama, sekitar 20.000 kali waktu dari berat katalis, sebelum di aktifkan lagi.

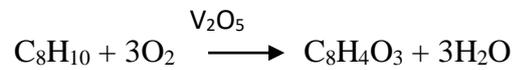
### Ortho-xylene dan Oksigen dengan Proses Oksidasi



Ortho xylene di uapkan dengan menggunakan vaporizer, kemudian dicampur dengan udara yang telah dipanaskan. Diperkirakan dibutuhkan sekitar 10 kali dari teoritical udara yang dibutuhkan untuk mencegah terjadinya ledakan. Dengan bantuan kompresor campuran uap oxylene dan udara dialirkan ke dalam reaktor multi turbular dengan bantuan katalis. Katalis yang dipergunakan V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dengan panas reaksi yang cukup tinggi



sehingga diperlukan pendinginan menggunakan larutan garam di luar tube katalis. Reaksi yang terjadi di reaktor sebagai berikut :



Konversi suhu lebih dari 1000°F (537,8°C), dan waktu reaksi kurang dari 1 detik.

Produk keluar reaktor berupa phthalic acid anhydride, CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Kemudian diturunkan suhunya, dan dikondensasi pada suhu 260 °F (dew point) dengan harapan oxylene dan phthalic acid anhydride tidak mengalami perubahan fase menjadi solid. Dibutuhkan air yang cukup banyak untuk proses kondensasi oxylene dan phthalic anhydride. Di kondensor, uap yang tidak terkondensasi berupa udara yang tidak bereaksi, CO<sub>2</sub> yang terbentuk dan sebagian uap air dibuang ke atmosfer. Liquid keluar dari kondensor kemudian masuk ke melting tank, yang berfungsi sebagai tangki umpan destilasi. Produk kemudian dilakukan pemisahan antara naphthalene dan phthalic acid anhydride dengan menggunakan destilasi system. Produk yang dihasilkan memiliki kemurnian tinggi, sekitar 99,7% phthalic anhydride.

Dengan yield reaksi sekitar 70 – 80 %.

(Keyes, 1970)

### II.1.1 Seleksi Proses

Perbandingan kedua jenis proses yang ada diperlihatkan pada table II-1 berikut ini :

	Oksidasi Naphthalene	Oksidasi Ortho xylene
Bahan baku	Naphthalene dan udara	Ortho xylene dan udara
Kemurnian	97,8%	99,7%
Emisi	Karbondioksida	Tidak menghasilkan karbondioksida
Finishing Produk	Pemisahan produk dari <i>maleic anhydride</i> dilanjutkan pemisahan <i>naphthoquinone</i>	Pemisahan produk dari <i>maleic anhydride</i>

Tabel II-1 Perbandingan proses pembuatan phthalic anhydride



Berdasarkan data pada table II-1 di atas maka pada pra perancangan pabrik pembuatan phthalic acid anhydride dipilih proses oksidasi ortho xylene. Proses ini didasarkan atas beberapa pertimbangan, sebagai berikut :

- a) Proses tidak menghasilkan karbondioksida.
- b) Nilai jual produk lebih ekonomis karena kemurniannya lebih tinggi.
- c) Tahap finishing produk lebih mudah karena cukup dengan satu tahap pemisahan.

## **II.2 Uraian Proses**

Proses pembuatan phthalic anhydride dengan proses oksidasi katalitik o-xylene terbagi dalam 5 tahap, yaitu :

1. Tahap pengolahan bahan baku
2. Tahap oksidasi
3. Tahap desublimasi
4. Tahap distilasi
5. Tahap pengolahan produk

### **1. Tahap pengolahan bahan baku**

Bahan baku o-xylene ditampung dalam Tangki pada suhu 30 °C dan tekanan 1 atm. Dari tangki ini o-xylene dipompa keluar dan dialirkan ke vaporizer, untuk mengubah fasa o-xylene menjadi gas. O-xylene keluar vaporizer berbentuk gas dengan temperatur pada titik gelembungnya yaitu 200 °C dan tekanan 1,35 atm. Kemudian gas o-xylene ini dialirkan ke dalam reaktor untuk direaksikan dengan udara. Udara dari atmosfer dengan temperature 30 °C, dinaikkan tekanannya dengan menggunakan blower hingga mencapai tekanan 1,4 atm. Udara dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 200 °C dan kemudian direaksikan dengan o-xylene di dalam reaktor. Rasio o-xylene dengan udara adalah sekitar 130 gr/m<sup>3</sup>., Campuran ini kemudian dipanaskan hingga mencapai suhu 360 °C menggunakan hot oiltherm, lalu masuk ke dalam Fixed Bed Multitube Catalytic Reactor pada tekanan 1,3 atm.



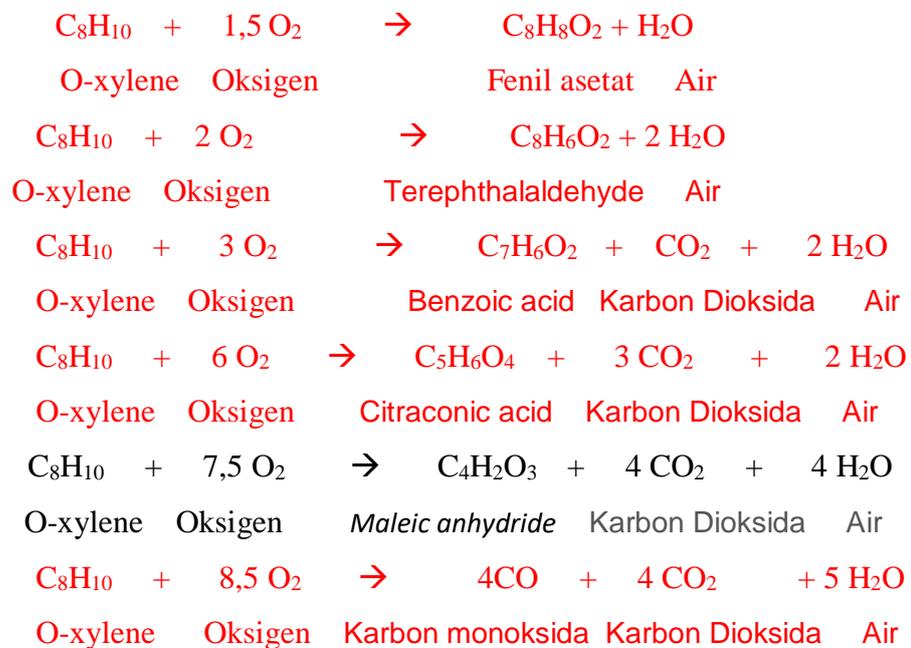
## 2. Tahap oksidasi

Campuran gas melewati reaktor pada sisi tube dengan suhu masuk 360 °C, dimana terjadi reaksi oksidasi dengan bantuan katalis vanadium pentaoksida V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Reaksi yang terjadi dalam tube reaktor ini sangat eksotermis pada suhu 360 °C. Pada bagian shell reactor dialirkan pendingin yang tahan terhadap suhu tinggi, yaitu molten salt.

Reaksi utama yang terjadi di dalam reaktor adalah :



Sedangkan reaksi samping yang terjadi adalah :



Gas ini keluar dari reaktor pada suhu 360 °C, kemudian didinginkan hingga 170 °C. Selanjutnya gas dialirkan menuju Switch Condenser.

## 3. Tahap desublimasi

Gas hasil oksidasi yang keluar dari Cooler terdiri atas sebagian besar phthalic anhydride dan off gas berupa non condensable gas seperti karbon monoksida, karbon dioksida, oksigen, nitrogen. Campuran gas ini dialirkan ke Switch Condenser untuk dipisahkan secara semi kontinyu pada proses desublimasi. Proses desublimasi ini meliputi tahapan sebagai berikut :



a. Receiving

proses receiving merupakan tahap awal pemisahan dalam switch condenser, dimana gas yang keluar dari gas cooler masuk ke bagian shell switch condenser. Dalam Switch Condenser, campuran gas yang mengandung sebagian besar phthalic anhydride didinginkan sampai temperatur 60 °C. Pada tahap ini terjadi desublimasi phthalic anhydride menjadi deposit padatan seperti helaian kapas yang menempel pada bagian luar tube. Sedangkan gas-gas yang tidak terdesublimasi seperti karbon monoksida, karbon dioksida, nitrogen, oksigen, argon dan sulfur dioxide dialirkan ke Catalytic Incinerator.

b. Melting

Setelah proses desublimasi selesai, campuran padatan phthalic anhydride yang menempel pada dinding tube tersebut dilelehkan pada bubble pointnya dan dialirkan dalam keadaan cair jenuh ke Tangki Crude Phthalic Anhydride.

Selanjutnya, Crude phthalic anhydride yang telah dari proses pemisahan di switch condenser dialirkan menuju tangki agitasi pada kondisi jenuh dengan suhu untuk mengubah crude phthalic anhydride (mengandung sebagian phthalic acid) menjadi phthalic anhydride dengan proses agitasi, dan pemanasan. Kemudian, produk ringan yang berada pada bagian atas campuran mengalir ke kolom distilasi bagian atas. Sedangkan bagian bawah campuran yang terdiri atas sebagian besar phthalic anhydride mengalir secara alami ke Pre-Distilasi.

#### **4. Tahap distilasi**

Phthalic anhydride yang telah dihilangkan sebagian besar airnya pada tangki agitasi dipompa menuju Pre-distilasi. Pada tahap distilasi ini, phthalic anhydride murni dipisahkan dari komponen-komponen lain yang ada dalam crude phthalic anhydride. Secara garis besar terbagi atas dua macam komponen sebagai berikut :

1. *Light Boiling Residue (LBR)*, yaitu komponen-komponen dalam campuran yang mempunyai titik didih lebih rendah dari titik didih phthalic anhydride



murni, yaitu  $< 285$  °C, seperti o-xylene, m-xylene, maleic anhydride, benzoic acid, toluic acid dan air.

2. *High Boiling Residue* (HBR), yaitu komponen-komponen dalam campuran yang mempunyai titik didih lebih tinggi dari titik didih phthalic anhydride murni, yaitu  $> 285$  °C, seperti phthalide, citraconic acid dan phthalic acid.

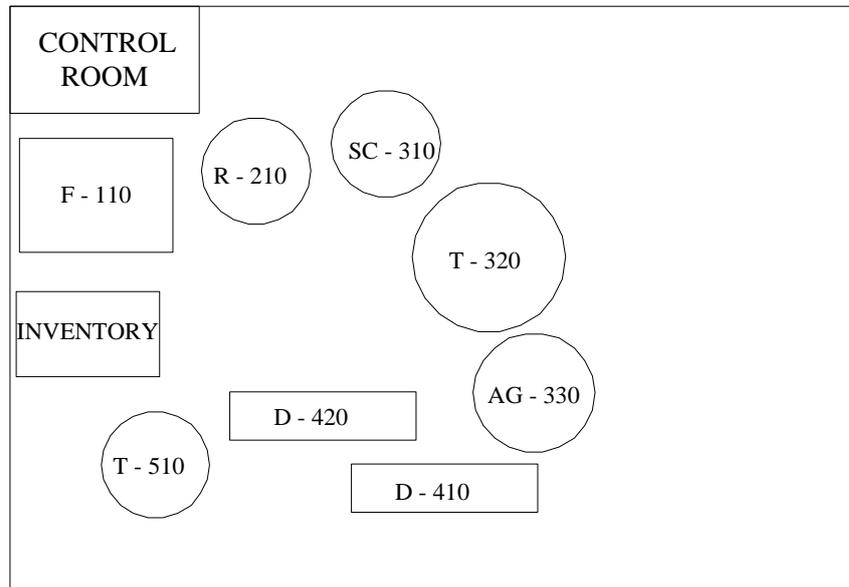
Pada Pre-distilasi terjadi pemisahan antara phthalic anhydride dengan *Light Boiling Residue* (LBR). LBR diuapkan dan dikondensasikan dalam Partial Condenser. Sedangkan hasil bawah dialirkan ke distilasi untuk pemurnian phthalic anhydride lebih lanjut.

Pada proses distilasi selanjutnya, dilakukan tahap pemurnian akhir yang bertujuan untuk memisahkan phthalic anhydride murni dengan *High Boiling Residue* (HBR). HBR keluar pada bagian bawah dan dialirkan menuju unit pengolahan limbah. Phthalic anhydride murni komersial diproduksi pada puncak kolom destilasi, dan dikondensasikan dengan Total condenser lalu ditampung di akumulator.

### **5. Tahap pengolahan produk**

Phthalic anhydride yang telah dimurnikan dialirkan ke dalam tangki phthalic anhydride. Untuk memperoleh phthalic anhydride dalam bentuk kepingan (flake), PA cair diolah lebih lanjut dalam Flaker. Kemudian flake-flake yang terbentuk dikemas dan ditimbang dengan Bagging Machine.

## **II.3 Tata Letak Peralatan**



Gambar II.5 Lay Out Peralatan Pabrik

**Keterangan :**

NO	NAMA ALAT	KODE	JUMLAH
1.	GROUND OX	( F - 110 )	1
2.	REAKTOR	( R - 210 )	1
3.	SWITCH CONDENSER	( SC - 310 )	3
4.	CPA TANK	( T - 320 )	1
5.	AGEING TANK	( AG - 330 )	1
6.	PRE DISTILLATION COLUMN	( D - 410 )	1
7.	MAIN DISTILLATION COLUMN	( D - 420 )	1
8.	PA TANK	( T - 510 )	1
9.	INVENTORY		1