



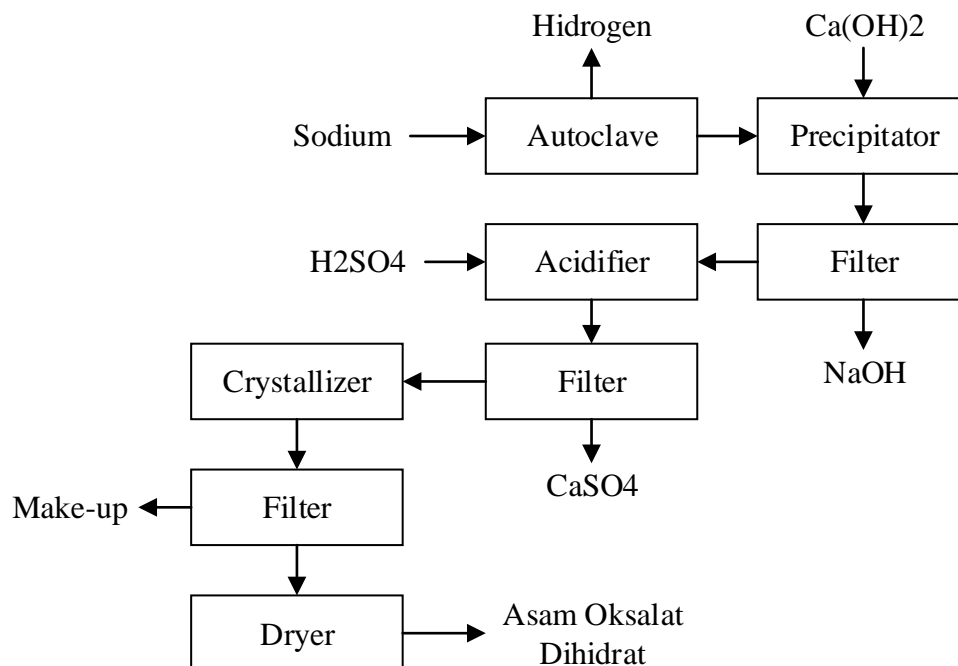
BAB II SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Tinjauan Proses

Terdapat beberapa proses yang dapat digunakan dalam pembuatan asam oksalat dihidrat, diantaranya:

1. Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dari Sodium Formiat
2. Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dengan Peleburan Alkali
3. Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dari Propilen
4. Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dari Karbohidrat

II.1.1 Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dari Sodium Formiat



Pada proses ini menggunakan, sodium formate yang dihasilkan dengan mereaksikan sodium hidroksida dengan carbon monoksida pada 200°C dan tekanan 150 psi pada reaktor *autoclave*. Setelah reaksi sempurna, tekanan pada reaktor diturunkan dan suhu reaktor dinaikkan sampai 400°C. Pada kondisi ini sodium format dikonversi menjadi sodium oksalat dan gas hydrogen. Ketika gas hydrogen terbentuk dari keluar dari reaktor, reaksi yang terjadi telah komplit atau selesai.

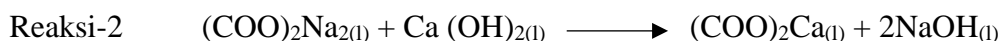
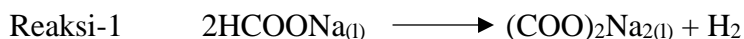


Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”

Campuran hasil reaksi keluar dari reactor melalui bagian bawah reactor kemudian dialirkan menuju ke tangki precipitator untuk dicampur dengan kalsium hidroksida. Setelah tercampur dengan kalsium hidroksida, larutan kemudian difiltrasi untuk memisahkan kalsium oksalat yang terbentuk dari larutan. Larutan natrium hidroksida yang telah terpisah dari *cake* kalsium oksalat ditampung ditangki penampung natrium hidroksida. Sedangkan kalsium oksalatnya diumpukan ke dalam tangki clarifier.

Reaksi yang terjadi :



Pada tangki acidifier ini kalsium oksalat direaksikan dengan larutan asam sulfat. Pada tangki ini terbentuk asam oksalat dan kalsium dihidrat. Campuran hasil reaksi kemudian difiltrasi untuk memisahkan larutan asam oksalat yang terbentuk dan kalsium sulfat dihidrat. Kalsium sulfat dihidrat yang tersaring ditampung ditangki penampung kalsium sulfat dihidrat, sedangkan asam oksalatnya dialirkan menuju ke tangki kristalisasi.



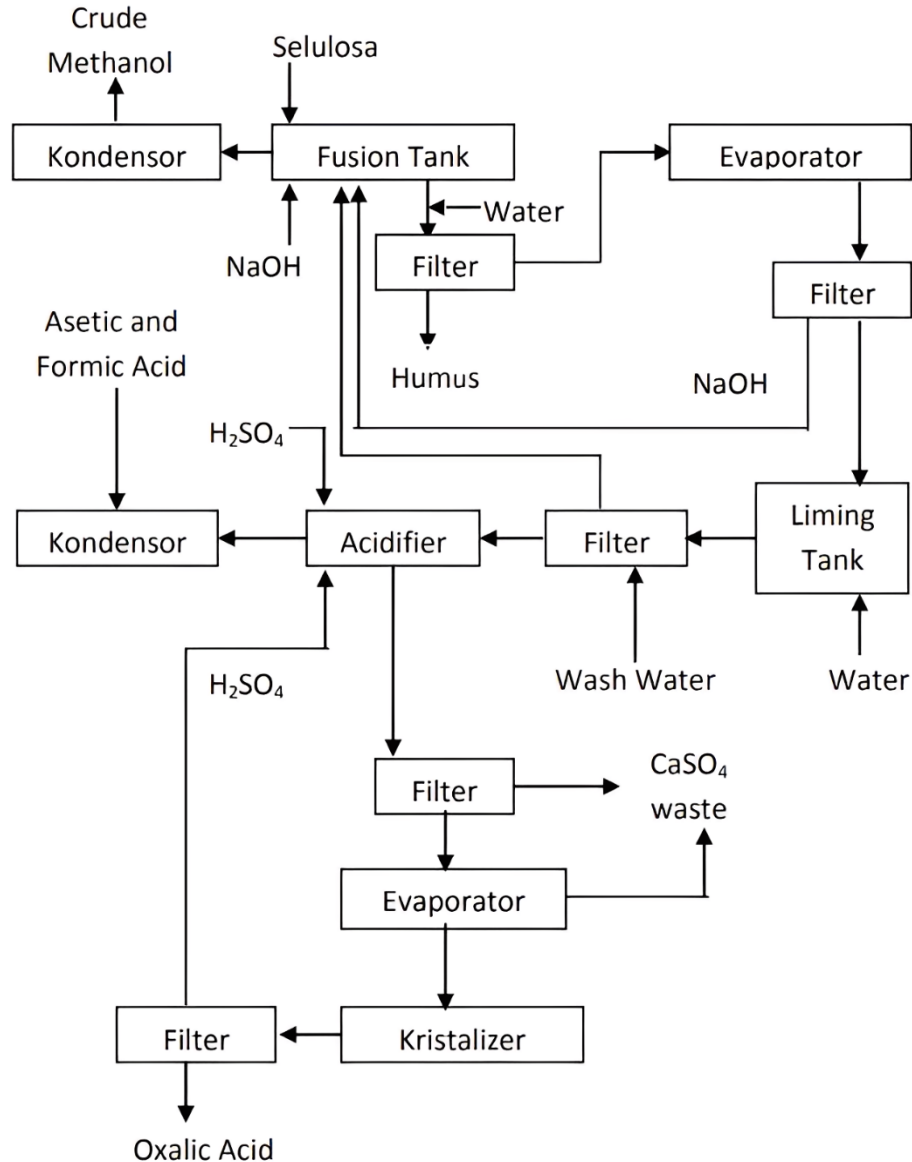
(Kalsium Oksalat) (Asam Sulfat) (Asam Oksalat) (Kalsium Sulfat)

Pada tangki kristaliser ini, asam oksalat dikristalkan sampai konsentrasi 30°Be dengan pendinginan. Larutan kristal yang terbentuk kemudian diumpukan menuju ke filter untuk memisahkan kristal dan mother liquor.

Mother liquor yang telah terpisah dialirkan ke unit pengolahan lebih lanjut. Kristal asam oksalat yang merupakan kristal asam oksalat dihidrat kemudian diumpukan ke rotary dryer untuk dikeringkan. Setelah kering kemudian ditampung ditangki penampung produk. Yield produk = 80%-90%.



II.1.2 Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dengan Peleburan Alkali



(Sawada, H., & Murakami, T., 2000)

Proses ini menggunakan bahan baku berupa bahan yang mengandung selulosa tinggi, misal serbuk gergaji, sekam, tongkol jagung, dan lain-lain. Bahan ini dilebur dengan sodium hidroksida dan/atau potasium hidroksida pada suhu 240 – 285°C. Produk yang diperoleh direaksikan dengan kapur untuk mengikat oksalat dengan kalsium. Produk ini kemudian direaksikan dengan asam sulfat untuk

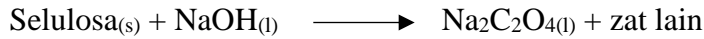


Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”

membentuk asam oksalat. Konversi yang diperoleh dari proses ini kurang dari 45 % dengan kemurnian produk sebesar 60 %.

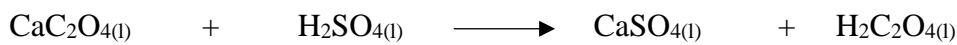
Reaksi-reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Natrium hidroksida Natrium oksalat

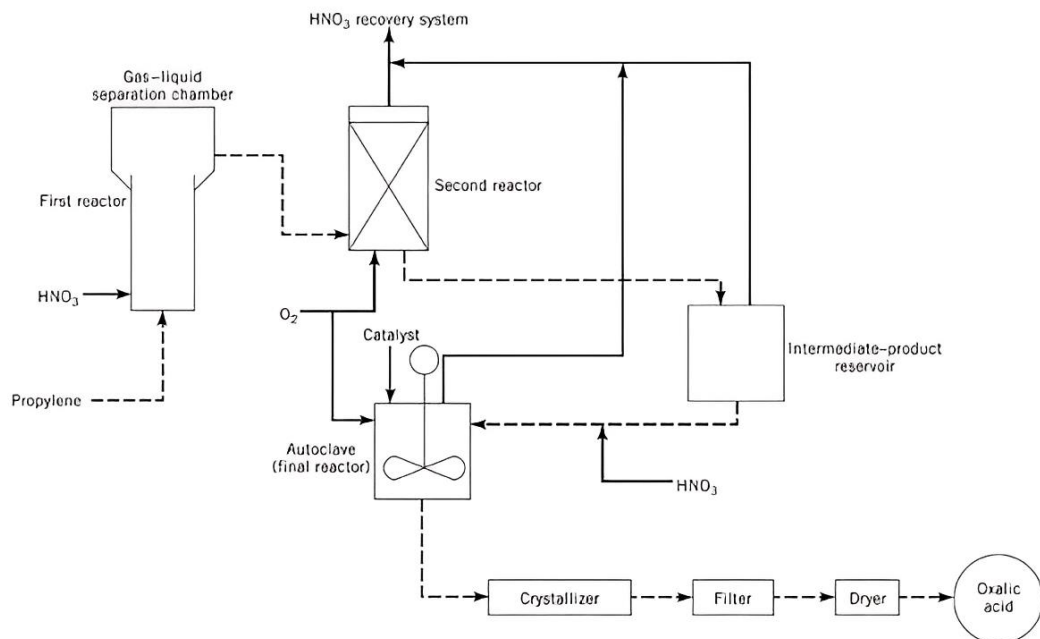


Natrium oksalat + Kalsium hidroksida Kalsium oksalat + Natrium Hidroksida



Kalsium oksalat + Asam sulfat kalsium sulfat + Asam Oksalat

II.1.3 Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dari Propilen



(Kirk & Othmer, 1982)

Oksidasi propilen dengan asam nitrat merupakan proses dua Langkah. Propylene bereaksi dengan cairan NO_2 untuk menghasilkan senyawa intermediet, asam α -nitratolaktat, senyawa intermediet kemudian dioksidasi pada suhu yang lebih tinggi untuk membentuk asam oksalat oleh campuran asam, yaitu asam nitrat dan asam sulfat. Proses ini masih memiliki kekurangan karena penggunaan asam

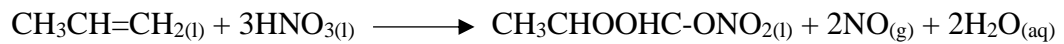


Pra Rencana Pabrik

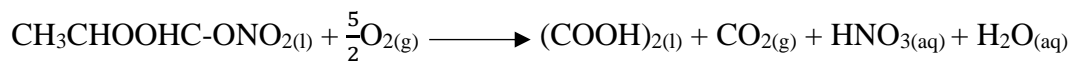
“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”

sulfat, korosi peralatan yang parah terjadi pada saat oksidasi. Nitrogen dioksida tidak tersedia, dan reaksi oksidasi kedua lambat, sehingga reaktor harus besar, selama pembentukan asam α -nitratolaktat, produk sampingan yang tidak stabil dapat terbentuk yang dapat menyebabkan dekomposisi atau ledakan yang tak terkendali.

Rhone-Poulenc (Prancis) mengembangkan versi modifikasi dari proses pembuatan asam oksalat dari propilena. Pada tahun 1978, 65.000 ton/tahun asam oksalat diproduksi di seluruh dunia melalui proses ini, meskipun pada tahun 1990-an proses ini hanya dioperasikan oleh Rhone-Poulenc. Reaksi oksidasi Rhone one-Poulenc proses adalah sebagai berikut :



Propilene + Asam nitrat α -nitratolactic acid + Nitrogen monoksida + Air

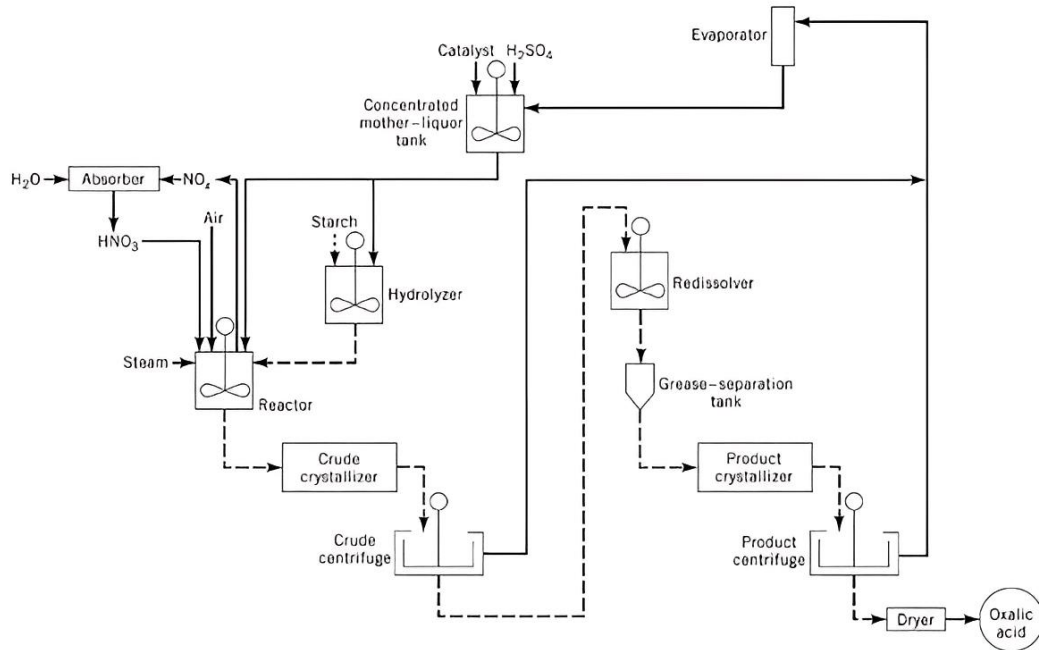


α -nitratolacti acid + Oksigen As. Oksalat + Karbondioksida + Asam nitrat + Air

Mula-mula propilena direaksikan pada suhu 10-40°C dengan asam nitrat, yang konsentrasinya dijaga pada 50–75% berat dan rasio molar terhadap propilena pada 0,01–0,5 sehingga menghasilkan asam α -nitratolaktat dan asam laktat. Selanjutnya asam α -nitratolaktik dioksidasi dengan oksigen dengan adanya katalis pada suhu 45–100°C untuk diproduksi asam oksalat dihidrat (Sawada & Murakami, 2000).



II.1.4 Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat dari Karbohidrat



(Kirk and Othmer, 1982)

Asam oksalat dapat diproduksi dengan cara mengoksidasi karbohidrat dengan menggunakan asam nitrat. Biasanya bahan baku yang digunakan dalam proses ini yaitu gula, glukosa, fruktosa, tepung jagung, tepung gandum, pati, tepung kentang, tongkol jagung, tapioka dan molasse. Tergantung pada ketersediaan, ekonomi, serta optimalisasi proses reaksi. Misalnya untuk bahan baku molasse atau limbah pertanian lainnya harus melalui tahap preparasi (pemurnian) lebih lanjut, karena molasse sebagai residu produksi dari pemurnian gula memiliki banyak senyawa yang mengandung nitrogen yang sebagian besar harus dihilangkan selama akan memasuki proses oksidasi menggunakan asam nitrat. Dan jika bahan baku berupa pati maka harus dihidrolisis menjadi glukosa.

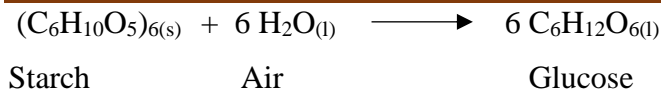
Bahan baku utama digunakan tepung sagu sebagai sumber karbohidrat dimana kandungan zat pati (starch) yang tinggi. Pertama-tama tepung sagu diumpankan pada hydrolizer untuk proses hidrolisis karbohidrat (starch) menjadi glukosa.

Reaksi yang terjadi :

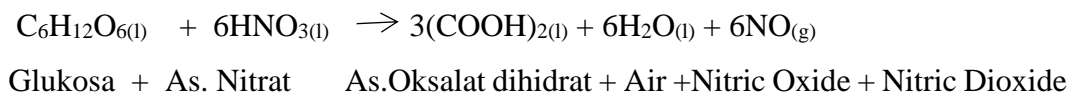


Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”



Hidrolisa karbohidrat berlangsung pada kondisi asam, dengan penambahan H₂SO₄ sebagai katalis. Produk hidrolisa berupa glukosa. Glukosa dan asam nitrat serta katalis vanadium pentaoksida dicampurkan pada reactor untuk proses oksidasi karbohidrat (glukosa) menjadi asam oksalat. Oksidasi terjadi sesuai dengan persamaan berikut :



Reaksi oksidasi berlangsung pada tekanan 1 atm dan temperatur 71°C. Asam nitrat ditambahkan secara perlahan-lahan dan reaksinya eksotermis, sehingga perlu didinginkan. Cara ini ditemukan oleh “Scheele” pada tahun 1776. Asam oksalat diproduksi dengan mengoksidasi karbohidrat seperti glukosa, sukrosa, starch, dextrin dan selulosa dengan menggunakan asam nitrat, biasanya untuk proses ini bahan yang digunakan adalah bahan yang banyak mengandung karbohidrat, misalnya glukosa (Kayes).

II.2 Pemilihan Proses

Perbandingan proses pembuatan asam oksalat dihidrat ditunjukkan pada tabel sebagai berikut:

Tabel II.1 Perbandingan Proses Pembuatan Asam Oksalat Dihidrat

| Parameter | Macam Proses | | | |
|------------------|--------------|----------------|------------------|----------|
| | Karbohidrat | Sodium Formiat | Peleburan Alkali | Propilen |
| Bahan baku utama | Sagu | Sodium formiat | Selulosa | Propilen |



Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”

| | | | | |
|----------------------------|--|---|--|-----------------------------------|
| Bahan baku pembantu | HNO ₃ ; H ₂ SO ₄ | Ca(OH) ₂ ; H ₂ SO ₄ | Ca(OH) ₂ ; H ₂ SO ₄ ; NaOH | HNO ₃ ; O ₂ |
| Suhu operasi | 75°C-80°C | 375°C- 400°C | 285°C | 45°C-100°C |
| Tekanan operasi | 1 atm | 150 psi | 1 atm | 1 atm |
| Yields produk | 60% - 70% | 80% - 90% | <45% | 77,5% |
| Aliran proses | Sederhana | Sederhana | Rumit | Sederhana |
| Peralatan | Sederhana | Mahal | Mahal | Mahal |
| Utilitas | Ekonomis | Mahal | Mahal | Ekonomis |

Berdasarkan beberapa proses yang dijelaskan, maka dipilih pembuatan asam oksalat dari karbohidrat (tepung sagu sebagai sumber glukosa) dengan berbagai pertimbangan :

- Bahan baku mudah didapatkan dalam negeri.
- Biaya peralatan dan instrumentasi yang lebih ekonomis.
- Suhu operasi rendah yaitu antara 71-80°C sehingga membutuhkan energi yang tidak terlalu besar.
- Biaya investasi yang lebih ekonomis dibanding proses lainnya.

II.3 Uraian Proses dan Flowsheet Dasar

II.3.1 Uraian Proses

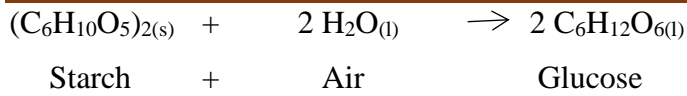
Bahan baku utama digunakan tepung sagu sebagai sumber karbohidrat dimana kandungan zat pati (starch) yang tinggi mencapai 85%. Pertama-tama tepung sagu diumpukan pada hydrolizer untuk proses hidrolisis karbohidrat (starch) menjadi glukosa.

Reaksi yang terjadi :



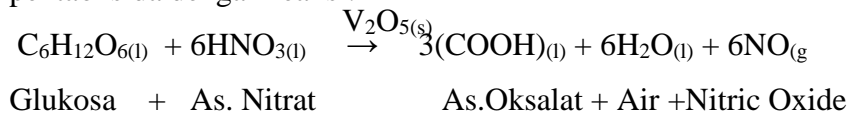
Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”



Tepung sagu dihidrolisis pada suhu 80°C dengan keadaan asam (dengan penambahan H₂SO₄) selama 6 jam. Setelah itu, produk dipompakan ke dalam reaktor untuk direaksikan dengan asam nitrat.

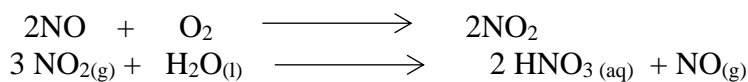
Setelah proses hidrolisis, glukosa (60%) yang diperoleh dipompa ke dalam reaktor untuk direaksikan dengan HNO₃ 65% menggunakan katalis vanadium pentaoksida dengan reaksi:



Reaksi pembentukan asam oksalat dihidrat dalam reaktor terjadi pada suhu 71°C dan tekanan 1 atm. Reaksi berlangsung secara eksotermis, sehingga reaktor memerlukan air pendingin yang dialirkan melalui *jacket* supaya suhunya konstan sebesar 71°C dengan *yield* sebesar 70%. Hasil dari reaktor berupa asam oksalat dihidrat yang berbentuk *slurry* dan gas NO. *Slurry* asam oksalat dihidrat kemudian disaring menggunakan filter press untuk memisahkan katalis dari larutan induk, dimana filtrat akan dipompa menuju evaporator dan cake akan disimpan di bak penampung cake filter press.

Produk gas NO dari bagian atas reaktor diabsorpsi dengan air proses dan oksigen pada kolom *absorber*, sehingga terserap dengan membentuk asam nitrat.

Reaksi yang terjadi :



Produk atas kolom *absorber* berupa gas NO yang tidak terserap, kemudian diumpankan pada pengolahan limbah gas, sedangkan produk bawah berupa larutan HNO₃ (asam nitrat) disimpan di tangki penyimpanan asam nitrat.

Larutan asam oksalat dari reaktor dialirkan ke *evaporator* dengan 100 °C untuk dipapatkan sampai kadar asam oksalat dalam *slurry* mencapai 70%, *Slurry* selanjutnya dipompa ke *crystallizer* untuk dikristalkan dengan cara menurunkan



Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”

suhunya menjadi 30°C menggunakan air pendingin yang melewati jaket pada tangki kristaliser. Kristal yang terbentuk kemudian dipisahkan dari larutan induk dengan menggunakan *centrifuge* dan mother liquor yang diperoleh di-*recycle* ke dalam *crystallizer*. Kristal yang terbentuk dimasukkan dan dikeringkan dengan menggunakan udara kering pada rotary dryer dengan suhu 100 °C, sehingga air yang terikat pada kristal kurang dari 1%. Untuk mendapatkan ukuran yang seragam, kristal asam oksalat diseragamkan ukurannya menggunakan *ball mill*. Produk asam oksalat yang diperoleh ditampung dalam silo. Produk asam oksalat dihirat dari silo siap untuk dikemas dan dipasarkan.



Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Asam Oksalat Dihidrat dari Tepung Sagu dan Asam Nitrat dengan Proses Hidrolisis-Oksidasi Karbohidrat Kapasitas 30.000 Ton/Tahun”

II.3.2 Blok Diagram

