



BAB II

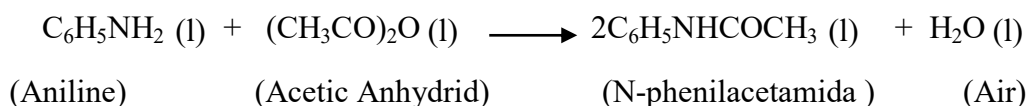
SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Pemilihan Proses

N-phenilacetamida atau asetanilida ($C_6H_5NHCOCH_3$) memiliki bentuk kristal dan berwarna putih, tidak berbau, dan larut dalam air dengan bantuan klorat hidrat. N-phenilacetamida merupakan senyawa turunan dari asetil amina aromatis dan termasuk golongan amida primer. N-phenilacetamida pertama kali ditemukan oleh Fiedel-Craft pada tahun 1872. Fiedel-Craft mereaksikan NH_2OH dengan asetophenon menjadi asetophenon oxime, yang kemudian diubah menjadi N-phenilacetamida menggunakan bantuan katalis. Pada tahun 1905, Weaker menemukan pembuatan N-phenilacetamida dari anilin dan asam asetat. Setelah adanya perkembangan ilmu dan teknologi, pembuatan N-phenilacetamida dapat dilakukan dengan mereaksikan anilin dengan berbagai bahan yang berbeda misalnya acetic anhydride, acetic acid dan ketene. Berdasarkan literatur, proses produksi N-Phenilacetamide hanya memiliki satu proses yang sama yaitu proses kristalisasi dengan adanya variasi bahan baku. Perbedaan bahan baku yang digunakan akan menghasilkan sistem produksi N-Phenilacetamide yang berbeda-beda.

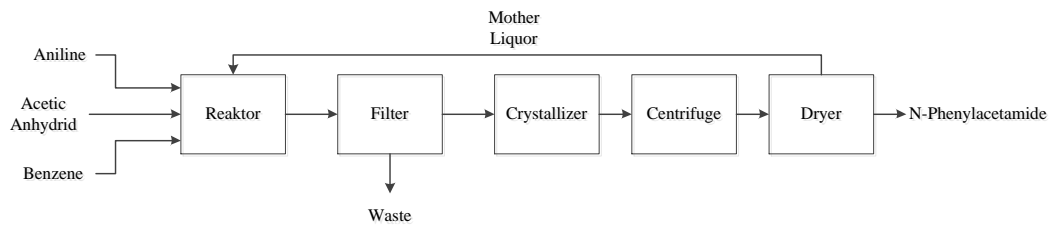
II.1.1 Pembuatan N-phenilacetamida dengan bahan Aniline dan Acetic Anhydrid

N-phenilacetamida bisa diproduksi dengan mereaksikan antara Aniline dan acetic anhydrid pada kondisi suhu $30^{\circ}C-110^{\circ}C$ dan tekanan 1 atm dengan yield 65% dan konversi 90% menghasilkan N-phenilacetamida. Larutan benzene dalam 1,4 bagian asam anhydrid dan 1 bagian aniline direfluks didalam kolom dengan dilengkapi jaket pendingin hingga reasi tidak bersisa (Kirk dan Othmer, 1981). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Setelah reaksi berakhir maka akan dilanjutkan dengan proses penyaringan dan

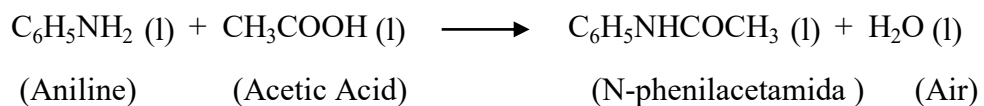
kristalnya dipisahkan dengan cara pendinginan, sedangkan filtratnya di-*recycle* kembali. Asam asetat anhydrid dapat digantikan dengan asetil klorida (Kirk dan Othmer, 1981). Adapun blok diagram pembuatan N-phenilacetamida dengan bahan baku aniline dan acetic anhydride disajikan pada Gambar II.1.



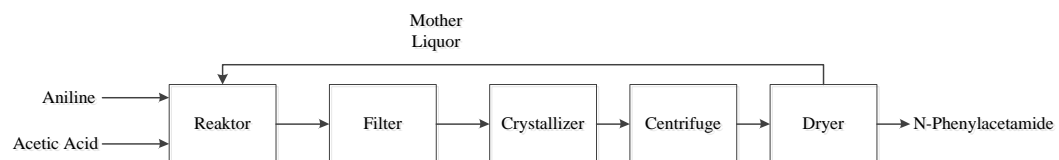
Gambar II.1 Blok diagram pembuatan N-phenilacetamida dengan bahan Aniline dan Acetic Anhydrid

II.1.2 Pembuatan N-phenilacetamida dengan bahan Aniline dan Acetic Acid

N-phenilacetamida bisa dihasilkan dari mereaksikan aniline dengan acetic acid dalam continuous stirred tank reaktor (CSTR) selama 6 jam dengan suhu 110°C- 120°C dan tekanan 2,5 atm. Konversi dapat dicapai 90% dan yield mencapai 90%. Produk dikristalisasi dengan kristalizer membentuk butiran kristal N-phenilacetamida (Faith dan Keyes, 1957). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Metode ini masih banyak dipakai karena lebih ekonomis dibandingkan dengan metode-metode pembuatan N-phenilacetamida lainnya. Gambar II.2 di bawah ini



Gambar II.2 Blok diagram pembuatan N-phenilacetamida dengan bahan Aniline dan Acetic Acid

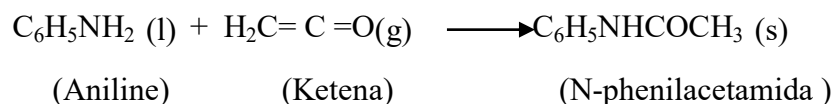
II.1.3 Pembuatan N-phenilacetamida dengan bahan Aniline dan Ketena

N-phenilacetamida bisa dihasilkan dari mereaksikan aniline dengan ketene



Pra Rencana Pabrik
“Pabrik N-Phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Acid dengan
Crystallization Process”

(gas) dengan menggunakan reaktor *packed tube*. Reaksi akan berlangsung pada suhu 400°C- 625°C dan tekanan sebesar 2,5 atm akan menghasilkan N-phenilacetamida dengan konversi sebesar 90%. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Kandungan air pada produk akan dikurangi dengan cara pengeringan dengan menggunakan *spray dryer*. Diharapkan produk yang terbentuk memiliki kandungan air sebesar 4%. Proses ini sudah tidak digunakan di industri karena dinilai tidak ekonomis (Kirk dan Othmer, 1981).

II.2 Seleksi Proses

Berdasarkan literatur, proses produksi N-Phenilacetamide hanya memiliki satu proses yang sama yaitu proses kristalisasi dengan adanya variasi bahan baku. Perbedaan bahan baku yang digunakan akan menghasilkan sistem produksi N-Phenilacetamide yang berbeda-beda. Pertimbangan pemilihan bahan baku dan variasi operasi produksi akan memberikan pertimbangan dalam pendirian pabrik yang memproduksi N-Phenilacetamide. Terdapat beberapa cara dalam memproduksi N-phenilacetamida hingga saat ini, beberapa di antaranya disajikan pada Tabel II.1 berikut

Tabel II.1 Seleksi Proses Produksi N-phenilacetamida

Parameter	Macam Proses		
	Aniline dan Acetic Anhydrid	Aniline dan Acetic Acid	Aniline dan Ketena
Bahan Baku	Aniline (impor) , Acetic Anhydrid (impor) dan benzena	Aniline (impor) dan Acetic Acid	Aniline (impor) dan Ketena (impor)
Suhu Operasi	30°C-110 °C	110°C-120 °C	400°C-625 °C



Pra Rencana Pabrik
“Pabrik N-Phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Acid dengan
Crystallization Process”

Parameter	Macam Proses		
	Aniline dan Acetic Anhydrid	Aniline dan Acetic Acid	Aniline dan Ketena
Tekanan	1 atm	2,5 atm	2,5 atm
Konversi	90%	90%	90%
Yield	65%	90%	-

Adapun kelebihan dan kekurangan masing-masing reaksi adalah sebagai berikut.

1. N-phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Anhydrid

Kelebihan :

- Reaksi terjadi pada kondisi yang rendah sehingga dibutuhkan biaya operasional yang rendah
- Konversi cukup tinggi mencapai 90%

Kekurangan :

- Semua bahan baku impor sehingga lebih mahal
- Memerlukan bahan pelarut benzene untuk melarutkan acetic anhydride
- Yield yang didapatkan rendah
- Diperlukan tambahan peralatan untuk mengakomodasi pelarutan bahan baku

2. N-phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Acid

Kelebihan :

- Reaksi sederhana dan kondisi operasi cukup yang rendah sehingga dibutuhkan biaya operasional yang rendah.
- Konversi dan yield cukup tinggi mencapai 90%
- Bahan baku asam asetat lebih murah dan mudah dijumpai karena diproduksi di dalam negeri dengan ketersediaan yang melimpah
- Peralatan yang dibutuhkan relatif tidak terlalu banyak

Kekurangan :

- Kondisi operasi sedikit lebih tinggi

3. N-phenilacetamida dari Aniline dan Ketena

Kelebihan :



Pra Rencana Pabrik “Pabrik N-Phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Acid dengan Crystallization Process”

- a) Konversi cukup tinggi mencapai 90%

Kekurangan :

- a) kondisi yang tinggi sehingga dibutuhkan biaya operasional yang tinggi
b) bahan baku impor sehingga lebih mahal

Berdasarkan uraian diatas, maka dipilih pembuatan N-phenilacetamida dari aniline dan acetic acid dengan pertimbangan sebagai berikut.

1. Reaksi sederhana dan kondisi operasi cukup yang rendah sehingga dibutuhkan biaya operasional yang rendah
2. Konversi dan yield cukup tinggi mencapai 90%
3. Bahan baku lebih murah dan mudah karena diproduksi dalam negeri dan tidak memerlukan pelarut benzene
4. Memerlukan sedikit pengadaan peralatan untuk produksi N-phenilacetamida
5. Produk yang dihasilkan memenuhi pasar

II.3 Uraian Proses

Uraian proses produksi N-phenilacetamida menggunakan bahan baku aniline dan acetic acid dengan crystalization proces adalah sebagai berikut.

1. Tahap Persiapan Bahan Baku

Bahan baku N-phenilacetamida adalah asam asetat dan anilin dengan fasa cair. Masing-masing bahan baku disimpan di dalam tangki penyimpanan. Terdapat dua tangki penyimpanan untuk memenuhi kebutuhan produksi. Pada temperatur 30 °C dan tekanan 1 atm bahan baku diumpankan ke reaktor. Sebelum memasuki reaktor asam asetat dan anilin masing-masing dialirkan melalui pompa sentrifugal untuk menaikkan tekanan hingga 2,5 atm sesuai dengan kondisi operasi pembentukan N-phenilacetamida dan dipanaskan pada heater. Pada heater, aniline dan asam asetat akan dipanaskan menggunakan steam bersuhu 150°C. Aniline ditambahkan pertama kali dalam keadaan mendidih dan kemudian ditambahkan asam asetat secara perlahan-lahan. Reaktor akan dioperasikan dengan suhu 120 °C dan tekanan 2,5 atm.

2. Tahap Reaksi

Bahan baku yang telah dipanaskan disesuaikan kondisi operasinya untuk



Pra Rencana Pabrik “Pabrik N-Phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Acid dengan Crystallization Process”

kemudian diumpankan ke reaktor. Tipe reaktor yang digunakan adalah tipe *continues stirred tank reactor* (CSTR) karena reaksi berlangsung pada fasa cair. Reaktor dilengkapi dengan pengaduk dan jaket pendingin. Adapun fungsi dari pengaduk adalah untuk membuat seluruh umpan yang masuk dapat bercampur dengan sempurna. Pengadukan dapat terjadi dengan baik apabila setiap partikel memiliki kemungkinan menumbuk antara satu sama lain yang baik. Faktor tumbukan dipengaruhi oleh sifat pencampuran pereaksi. Jika pereaksi-pereaksi tidak saling melarutkan atau tidak dapat bercampur dengan sempurna maka pengaduk sangat dibutuhkan. Sementara itu, adanya jaket pendingin yang digunakan pada reaktor ini adalah sebagai penyerap panas, dan juga sebagai penstabil suhu reaktor karena reaksi antara asam asetat dan anilin bersifat eksotermis. Reaktor beroperasi pada suhu 120°C dan tekanan 2,5 atm (untuk mempertahankan fasa cair) serta berlangsung selama 6 jam. Adapun suhu air pendingin yang digunakan adalah 30°C untuk air masuk dan air keluar 50°C. Pada Reaktor, anilin akan terkonversi menjadi N-phenilacetamida sebanyak 90%. Produk keluaran dari reaktor yang terdiri dari N-phenilacetamida, air, asam asetat dan anilin dalam bentuk cair selanjutnya diumpankan menuju ke pan evaporator untuk diolah lebih lanjut.

3. Tahap Pemisahan dan Kristalisasi

Produk keluaran reaktor berupa anilin, asam asetat, N-phenilacetamida dan air yang kemudian dialirkan ke pan evaporator untuk mendapatkan konsentrasi N-phenilacetamida yang lebih baik dengan cara menguapkan reaktan yang tersisa (anilin dan asam asetat) juga untuk mengurangi kandungan air pada N-phenilacetamida. Konsentrasi N-Phenylacetamide saat memasuki pan evaporator adalah 63%. Pada pan evaporator akan terjadi proses pemansan yang dibantu oleh steam bersuhu 150°C. Kondisi operasi dari evaporator adalah 129,5 °C dan tekanan 1 atm, disesuaikan dengan kondisi bahan baku asam asetat excess dan air, agar dapat menguap tanpa mempengaruhi produk N-phenilacetamida.

Keluaran pan evaporator berupa larutan jenuh dengan konsentrasi 93% dan uap. Uap yang dihasilkan oleh pan evaporator akan dikondensasikan



menggunakan air pendingin. Adapun suhu air pendingin yang digunakan adalah 30°C untuk air masuk dan air keluar 50°C. Sisa gas yang didapatkan akan dibuang ke udara bebas dan liquid hasil kondensasi akan dialirkan menuju unit pengolahan limbah. Sementara itu, hasil larutan jenuh akan dialirkan menuju crystallizer.

Crystallizer yang digunakan berupa *swanson walker crystallizer*. Konsentrasi N-Phenylacetamide saat memasuki crystallizer adalah 93%. Pada crystallizer akan dibantu dengan pendinginan menggunakan air masuk bersuhu 30°C dan air keluarannya bersuhu 50°C. Pendinginan ditujukan untuk mencapai suhu bahan masuk yang sesuai dengan kondisi operasi cryztallizer untuk dikristalkan. Pembentukan butir-butir kristal N-phenilacetamida terjadi pada temperatur minimal 60°C, yang merupakan temperatur terendah untuk pembentukan kristal N-phenilacetamida. Keluaran kristalizer akan berbetuk magma yang merupakan kombinasi antara kristal N-phenilacetamida yang telah terbentuk dan kandungan larutan induk yang tersisa. Larutan induk dan kristal N-phenilacetamida yang terbentuk dialirkan menuju alat *centrifuge* untuk dipisahkan bagian padatan dan cairan induknya. Hasil bawah *centrifuge* yang berupa padatan kristal N-phenilacetamida dan sedikit N-Phenylacetamide cair, air, aniline dan asam asetat akan dialirkan menuju dryer. Sebagian besar N-Phenylacetamide cair, air, aniline dan asam asetat akan dikembalikan menuju crystallizer.

4. Tahap Pemisahan dan Pemurnian

Kandungan air pada produk kristal N-phenilacetamida masih cukup tinggi sekitar 0.015%. Kandungan air tersebut harus dikurangi dengan bantuan *rotary drum dryer*. Media pemanas yang digunakan adalah temperature udara panas masuk sebesar 110°C dan temperature udara keluar rotary dryer sebesar 92.1°C. Udara pans yang digunakan menggunakan udara sekitar yang bersuhu 30°C yang kemudian dipanaskan menggunakan steam bersuhu 150°C. Padatan kristal N-phenilacetamida yang telah melewati dryer diharapkan memiliki kadar air maksimal 0.01% untuk memenuhi standar pemasaran. Selanjutnya produk dialirkan menuju *cooling screw conveyor* untuk menurunkan panas produk yang bersuhu 100°C dengan cara mengalirkan air pendingin hingga panas produk



Pra Rencana Pabrik “Pabrik N-Phenilacetamida dari Aniline dan Acetic Acid dengan Crystallization Process”

menurun menjadi 30°C. Pada dryer dipasang dengan cyclone untuk menangkap butiran partikel kristal N-phenilacetamida. Fraksi berat pada cyclone akan diumpukan menuju ke *cooling screw conveyor* dan fraksi ringan akan dibuang ke udara bebas. Setelah melewati *cooling screw conveyor*, produk akan dilakukan pengecilan dan penyeragaman ukuran hingga 100 mesh menggunakan ball mill. Produk oversize akan tetap berada di dalam Ball Mill dan diproses kembali oleh ball mill. Sementara itu, produk kristal N-phenilacetamida yang sudah sesuai ukurannya akan disimpan pada silo.

Adapun flowsheet pengembangan dari produksi N-phenylacetamide dari acetic acid dan anilin disajikan pada Gambar II.3 di bawah ini. Pembagian daerah flowsheet didasarkan pada bagian persiapan bahan baku dengan kode unit 100, bagian proses bahan baku menjadi produk dengan kode unit 200, dan bagian pengendalian atau *finishing* produk dengan kode unit 300