



BAB II

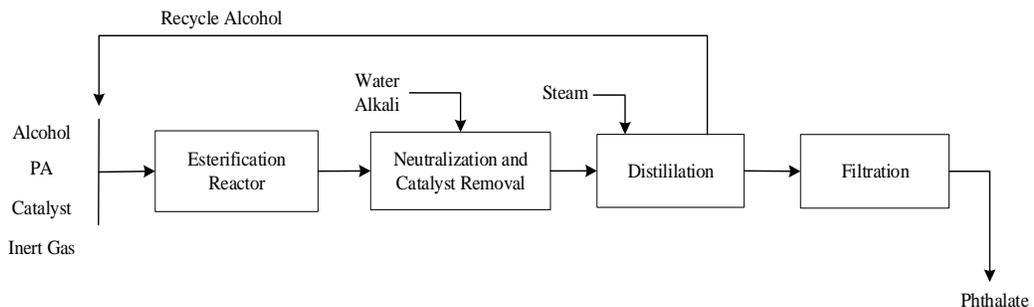
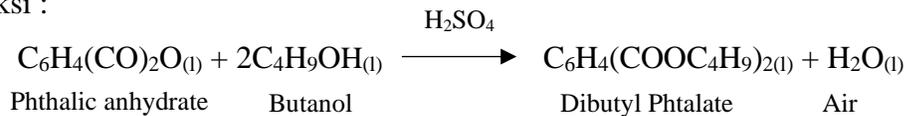
SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam-Macam Proses

Alkyl phthalate didapatkan dengan cara mengesterifikasikan *phthalic anhydride* dengan alkohol dengan adanya katalis asam sulfat berdasarkan penjelasan Faith dan Keyes (1957).

1. Pembuatan *Dibutyl phthalate* dari *phthalic anhydride* dan *butanol* dengan katalis asam sulfat

Reaksi :



Gambar II. 1 Proses pembuatan *Dibutyl phthalate* dengan katalis asam sulfat

Suhu reaksi untuk katalis amfoter adalah sekitar 100 °C. Pada suhu ini, reaksi samping diminimalkan, dan alkohol dapat didaur ulang dengan pemurnian. Penggunaan katalis ini memungkinkan konversi diester lebih dari 90%, untuk esterifikasi dengan alkohol C₁-C₄ yang larut dalam air, hasil dari reaktor dapat langsung diarahkan ke kondensor, yang terhubung ke pemisah alkohol-air, di sini, air dipisahkan dengan pengendapan, dan alkohol didaur ulang ke reaktor. Prosedur pemurnian setelah esterifikasi bergantung pada jenis katalis yang digunakan, untuk katalis asam, diperlukan netralisasi dengan soda kaustik, yang

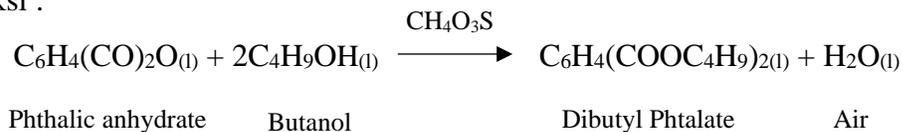


bereaksi dengan asam sulfat membentuk garam. Setelah netralisasi, sisa alkohol dihilangkan dengan distilasi uap. Suhu, tekanan, dan jumlah uap diatur sehingga produk akhir hampir bebas alkohol dan kering. Pemurnian akhir dilakukan dengan distilasi untuk mencapai kemurnian produk lebih dari 99% (Ulmann,2002).

Menurut Keyes (1975) Dibutyl phthalate dapat diproduksi dengan mengisi kira-kira setara jumlah phthalate anhidrida dan butil alkohol normal ke dalam reaktor. Sekitar 1 persen asam sulfat pekat (66°Be) ditambahkan sebagai katalis. Reaktor dilengkapi dengan pengaduk yang efisien dan kumparan uap internal untuk pemanasan. Reaktor dipanaskan hingga suhu tersebut (100°C hingga 150°C), yang mana air (40%) dan butanol (60%) dapat didistilasi pada Temperature Column kira-kira pada suhu 113,95°C. kemudian distilate (hasil atas) didinginkan dan dipisahkan dengan proses ditilasi. Butanol dikembalikan ke dalam kolom dan air digunakan kembali atau dibuang. Dibutyl phthalate dapat dipisahkan dengan proses distilasi. Beberapa senyawa pengotor yang volatil akan dipindahkan dalam keadaan uap yang akan dikondensasikan, kemudian akan diperoleh dibutyl phthalate dengan kemurnian 99%.

2. Pembuatan *Dibutyl phthalate* dari *phthalic anhydride* dan *butanol* dengan katalis dengan katalis *Methane Sulfonic Acid*

Reaksi :



Proses produksi dibutyl phthalate dengan katalis asam metanasulfonat dilakukan dengan mereaksikan phthalic anhydride dan n-butanol. Reaksi berlangsung dalam reaktor batch dimana reaktor ditambahkan secara batch yang kemudian direaksikan secara continuous. Reaksi tersebut berlangsung pada suhu 110°C. Proses produksi dibutyl phthalate berlangsung pada fase cair-cair. Reaksi berjalan dengan penambahan asam metanasulfonat sebagai katalis menghasilkan dibutyl



phthalate sebagai produk utama dan air sebagai produk samping (Skrzypek, 2010).

II.2 Pemilihan Proses

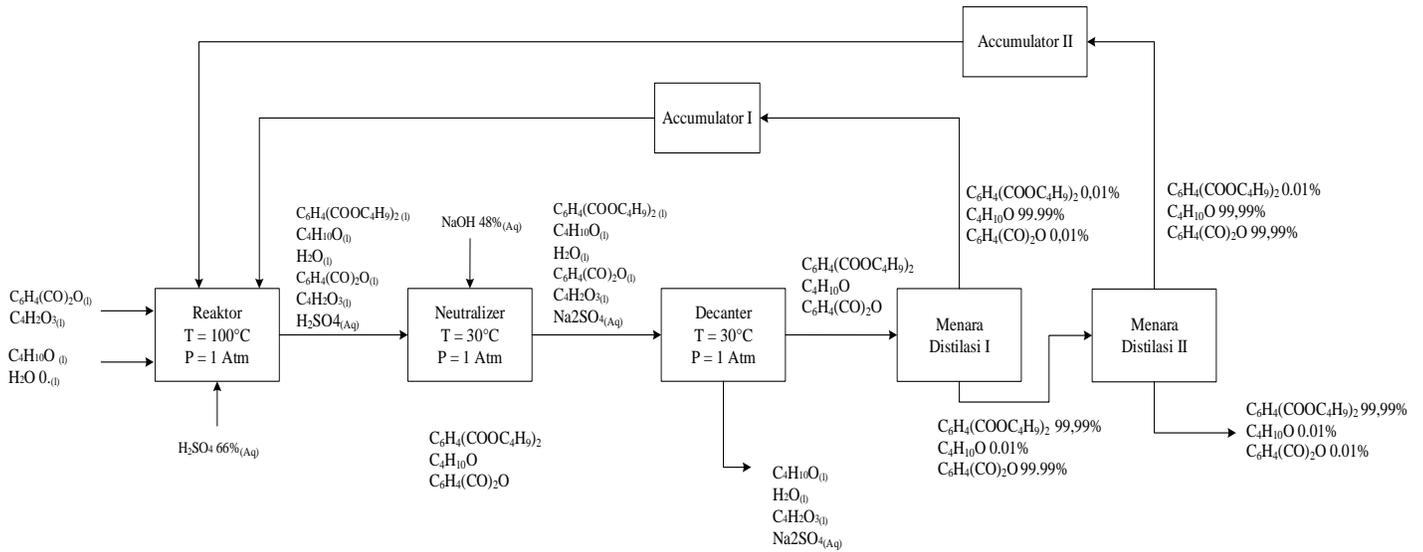
Tabel II. 1 Pemilihan Proses

Pertimbangan	<i>Dibutyl phthalate dari phthalic anhydride dan butanol dengan katalis asam sulfat</i>	<i>Dibutyl phthalate dari phthalic anhydride dan butanol dengan katalis dengan katalis Methane Sulfonic Acid</i>
Harga Katalis (\$/kg)	1,4	2-3
Kemudahan	Diproduksi di dalam Negeri	Tidak diproduksi di dalam negeri
Tekanan	1 Atm	1 Atm
Waktu Operasi	1-3 Jam	4 Jam
Yield	90%	-
Konversi	90%	85%-95%
Suhu Operasi	100-150°C	110°C

Untuk memproduksi dibutyl Phtalate terdapat dua katalis yang bisa digunakan, tetapi mempunyai reaksi yang sama sehingga bahan baku yang digunakan sama. Digunakan proses yang pertama dengan penggunaan katalis asam sulfat karena dinilai lebih menguntungkan pada beberapa aspek yaitu :

1. Harga katalis asam sulfat lebih murah dari *Methane Sulfonic Acid*
2. Katalis asam sulfat lebih mudah didapatkan karena telah diproduksi didalam negeri sehingga tidak mengeluarkan biaya tambahan untuk transportasi
3. Waktu Operasi yang lebih cepat, sehingga dapat menghasilkan produk lebih cepat.

II.3 Uraian Proses



Gambar II. 3 Diagram Alir Pembuatan Dibutyl Phthalate

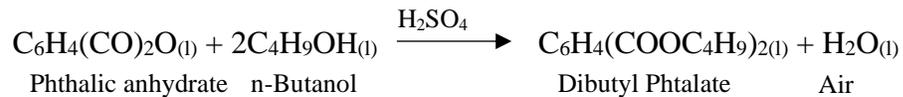
1. Persiapan Bahan Baku

Tahap ini dimaksudkan untuk mempersiapkan bahan baku sebelum masuk reaktor. Bahan baku pembuatan dibutyl phthalate yaitu phthalate anhidrida, n-butanol serta katalis asam sulfat. Ketiga bahan baku ini disimpan pada masing-masing tangki penyimpanan dengan kondisi operasi suhu $30^\circ C$ dengan tekanan 1 atm. Phthalic anhidrat berupa kristal padatan diumpukan menuju ke *melter* (M-120) untuk dilakukan pelelehan menjadi phthalic anhidrat cair pada suhu $130^\circ C$ kemudian dialirkan menuju Cooler (E-121) untuk didinginkan hingga suhu $100^\circ C$, Phthalic anhidrat dan n-butanol akan diumpukan menuju Heater (E-132) untuk meningkatkan suhunya menjadi $100^\circ C$ selanjutnya dialirkan menuju reaktor untuk direaksikan bersama asam sulfat sebagai katalis. Sebelumnya asam sulfat dengan konsentrasi 98% diencerkan dalam tangki pengencer (M-150) menjadi konsentrasi 66% dengan berat katalis 1% dari bahan baku. Setelah dari tangki pengencer Asam Sulfat dialirkan menuju Heater-3 (E-152) terlebih dahulu untuk meningkatkan suhunya menjadi $100^\circ C$ yang selanjutnya dialirkan menuju reaktor sebagai katalis.



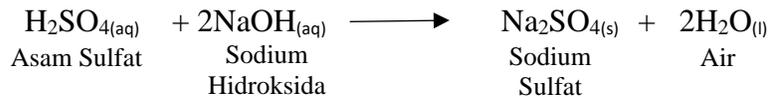
2. Reaksi Pembentukan

Phtalate anhidrida dan n-butanol yang sudah masuk dalam reactor (R-210) ditambahkan dengan katalis asam sulfat yang berasal dari tangki penyimpanan dengan tujuan untuk mempercepat laju reaksi. Reaktor beroperasi pada suhu 100°C dan tekanan 1 atm. Reaksi pembentukan dibutyl phtalate merupakan reaksi esterifikasi antara phtalate anhidrida dengan n-butanol dengan yield reaksi sebesar 90%. Katalis asam sulfat berfungsi sebagai katalis untuk meningkatkan kecepatan reaksi dengan jumlah katalis 1% berat dari jumlah bahan baku. Hasil keluaran reaktor merupakan campuran dari dibutyl phtalate, asam sulfat, Phtalic anhidrat, n-butanol, maleic anhidrat dan air.



3. Pemurnian Produk

Produk keluaran reaktor dialirkan menuju neutralizer (N-310). Netralizer berfungsi untuk menetralkan asam sulfat dengan menggunakan NaOH sebagai penetral.. Reaksi yang terjadi di netralizer adalah sebagai berikut:



Hasil produk netralizer yang terdiri dari *dibutyl phthalate*, air, Butanol, *phthalic anhydride* dan natrium sulfat diumpakan ke *Decanter* (H-320). Fungsi *Decanter* adalah untuk memisahkan produk berdasarkan fraksi berat jenisnya menjadi *Light Phase* dan *Heavy Phase*. Hasil *Light Phase* dari *Decanter* diumpakan ke Menara distilasi I (D-330). Sedangkan hasil *Heavy Phase* dari *Decanter* dikirim ke Unit Pengolahan Limbah (UPL). Feed masuk ke dalam kolom distilasi I pada suhu $155,78^{\circ}\text{C}$ dengan suhu distilat $135,05^{\circ}\text{C}$ dan suhu bottom $328,89^{\circ}\text{C}$. Menara distilasi I (D-330) bertujuan untuk memisahkan n-Butanol dari campuran Phtalic Anhidrat dan Dibutyl Phtalate yang selanjutnya akan dialirkan menuju accumulator (F-332) untuk direcycle menuju Reaktor (R-201). Bagian distilat merupakan n-Butanol yang



Pra Rencana Pabrik

“Pabrik Dibutyl Phthalate Dari Phthalic Anhydride Dan n-Butanol Dengan Katalis Asam Sulfat menggunakan Proses Esterifikasi”

memiliki kemurnian yang lebih tinggi (99%) sedangkan Produk bawah Menara distilasi I berupa *dibutyl phthalate* dan Phtalic Anhidrat yang kemudian diumpankan menuju Menara Distilasi II (D-340). Feed masuk ke dalam kolom distilasi II pada suhu 328,89°C dengan suhu distilat 287,07°C dan suhu bottom 335,12°C. Menara distilasi II berfungsi untuk memurnikan Dibutyl Phtalate dari Phtalic Anhidrat sehingga didapatkan produk Dibutyl Phtalate dengan kemurnian lebih tinggi (99%). Produk atas pada menara distilasi I (330) dan Menara distilasi II (340) akan dialirkan menuju Accumulator II (F-342) untuk di recycle menuju reactor.