



## **BAB II**

### **SELEKSI DAN URAIAN PROSES**

#### **II.1 Macam-Macam Proses**

Secara umum nitrobenzena diproduksi melalui proses nitration langsung benzena menggunakan campuran asam nitrat dan asam sulfat, yang biasa disebut sebagai asam campuran atau asam nitration. Pada proses tersebut asam sulfat berperan sebagai katalis yang memfasilitasi pembentukan nitrobenzena. Nitrobenzena dapat diproduksi dengan proses nitration baik secara batch maupun kontinyu (Faith et al., 1957). Di sisi lain, Ross (1956) mengemukakan bahwa nitrobenzena juga dapat diproduksi melalui proses nitration hanya dengan menggabungkan asam nitrat dan benzena saja tanpa kehadiran katalis (Ross, 1956).

##### **II.1.1 Proses Nitration Secara Batch dengan Katalis Asam Sulfat**

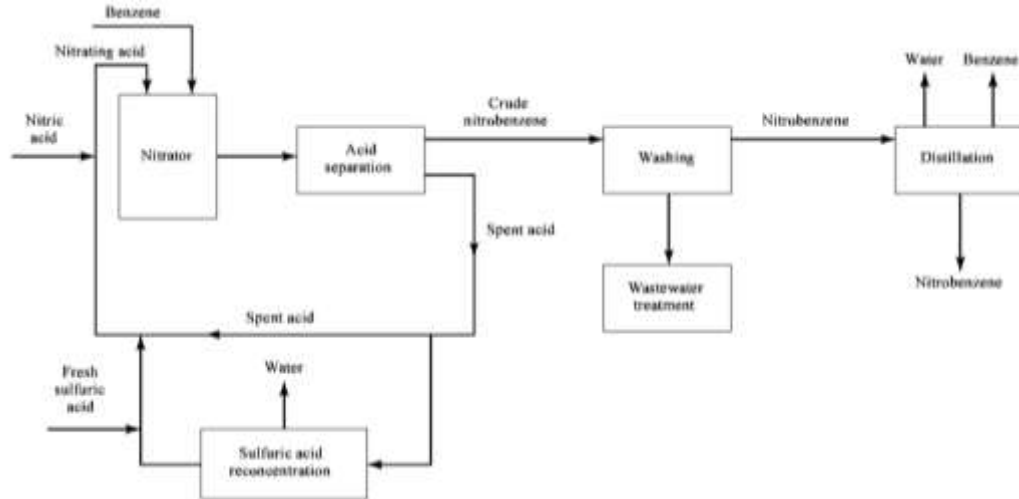
Pada proses batch, benzena diumpukan ke dalam reaktor. Kemudian asam nitration (56-60% wt  $H_2SO_4$ , 27-32% wt  $HNO_3$ , dan 8-17% wt  $H_2O$ ) ditambahkan secara perlahan di bawah permukaan benzena. Temperatur campuran dijaga pada 50-55°C dengan mengatur laju umpan asam campuran dan jumlah air pendingin. Suhu dapat dinaikkan hingga sekitar 90°C menjelang akhir reaksi untuk mempercepat penyelesaian reaksi. Selanjutnya campuran reaksi dimasukkan ke dalam separator. Dimana asam sisa akan mengendap di dasar tangki dan diambil untuk difortifikasi kembali, sedangkan nitrobenzena mentah diambil dari bagian atas separator dan dicuci. Nitrobenzena mentah dapat dicuci dengan basa encer, seperti natrium karbonat, natrium hidroksida, magnesium hidroksida, dan lain sebagainya. Selanjutnya produk dilakukan proses penyulingan. Reaksi pada proses nitration secara batch umumnya berlangsung selama 2-4 jam dan menghasilkan yield sebesar 95-98% (Kirk et al., 1996).

##### **II.1.2 Proses Nitration Secara Kontinyu dengan Katalis Asam Sulfat**

Proses nitration secara kontinyu menawarkan biaya operasional yang lebih rendah karena penggunaan tenaga kerja dan alat yang lebih efisien dibandingkan



dengan proses secara batch. Proses nitration secara kontinyu pada produksi nitrobenzena ditunjukkan pada Gambar II.1.

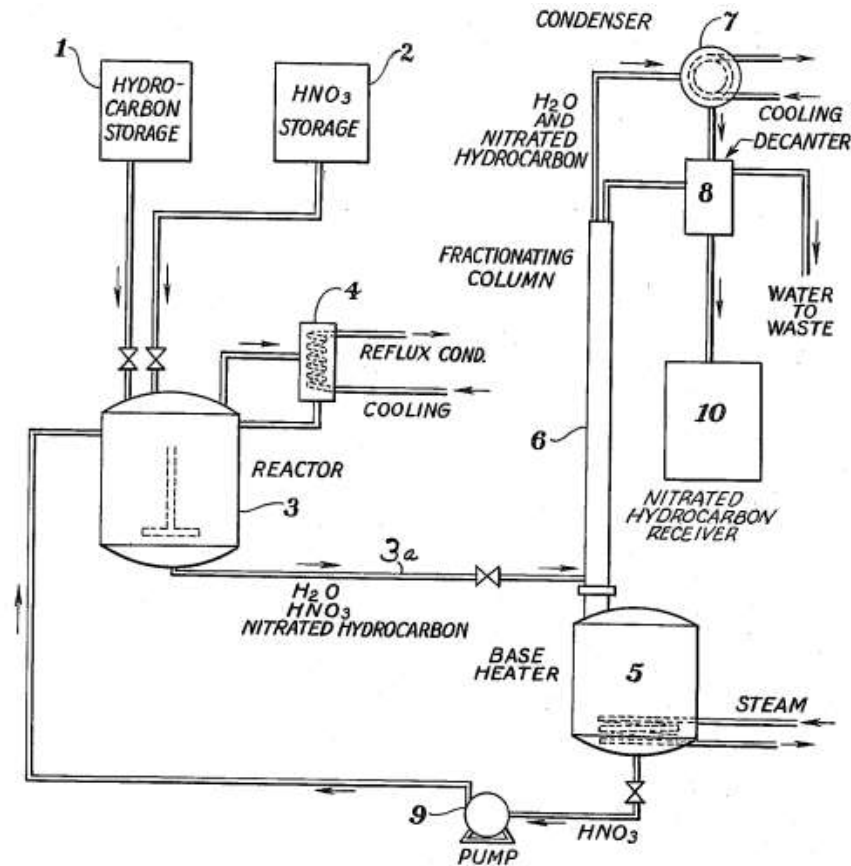


Gambar II. 1 Proses Nitration Secara Kontinyu dengan Katalis Asam Sulfat

Proses kontinyu memiliki proses yang hampir sama dengan proses batch. Perbedaannya terletak pada konsentrasi asam nitration ( $56\text{-}65\% \text{ wt H}_2\text{SO}_4$ ,  $20\text{-}26\% \text{ wt HNO}_3$ , dan  $20\text{-}26\% \text{ wt H}_2\text{O}$ ) yang digunakan. Suhu dalam nitrator dipertahankan pada  $50\text{-}100^\circ\text{C}$  dengan memvariasikan jumlah air pendingin. Waktu reaksi dalam nitrator biasanya  $10\text{-}30$  menit dengan yield sebesar  $96\text{-}99\%$  (Kirk et al., 1996). Selain itu, pada proses kontinyu memiliki kecepatan reaksi yang lebih tinggi karena ukuran reaktornya yang lebih kecil yaitu  $30$ gallon nitrator kontinyu setara dengan  $1500$ gallon nitrator batch (Faith et al., 1957). Namun kekurangan dari proses ini adalah pembuangan air limbah dari tahap pencucian. Air ini dapat mengandung nitrobenzena, mono- dan polinitrat fenol, asam karboksilat, produk samping organik lainnya, sisa basa, dan garam anorganik dari asam bekas yang dinetralkan yang terdapat dalam produk. Pengolahan air limbah ini menimbulkan biaya tambahan bagi produsen.

### II.1.3 Proses Nitration Secara Kontinyu Tanpa Katalis

Pada proses nitration tanpa katalis, asam nitration hanya terdiri dari asam nitrat saja. Komposisi asam nitration yaitu  $60\text{-}68\% \text{ HNO}_3$  dan  $32\text{-}40\% \text{ H}_2\text{O}$ . Proses nitration tanpa katalis disajikan pada Gambar II.2.



Gambar II. 2 Proses Nitration Tanpa Katalis

Pada tangki penyimpanan hidrokarbon (1) dan asam nitrat (2) dihubungkan ke reaktor (3), yang dilengkapi dengan kondensor refluks (4) untuk mengalirkan uap dari reaktor dan melepaskan panas reaksi. Bagian bawah permukaan campuran cairan dalam reaktor melalui aliran (3a) menuju kolom fraksionasi (6) dan pemanas dasar uap (5) yang dipanaskan untuk kolom tersebut. Ujung atas kolom fraksionasi (6) dihubungkan ke kondensor (7) Dekanter (8) disediakan untuk menerima kondensat dari kondensor. Hidrokarbon ternitration dialirkan ke tangki penyimpanan (10), sedangkan air yang dipisahkan dari hidrokarbon ternitration sebagian masuk ke limbah dan sebagian lagi ke kolom sebagai refluks. Asam nitrat yang dipisahkan dalam peralatan fraksionasi dikumpulkan dalam pemanas dasar (5), dan didaur ulang ke reaktor, seperti melalui pompa (9). Pada proses ini suhu dijaga pada rentang 110 hingga 120°C dan tekanan 1 atm. Reaksi berlangsung selama 74 jam, sehingga suhu dan tekanan diawasi secara terus-menerus untuk memastikan kondisi



reaksi yang optimal. Yield dari proses ini hanya sebesar 83%. Hal ini karena asam nitrat terlarut dalam air sehingga mengurangi laju reaksi nitration. Asam nitrat bereaksi dengan benzene secara lambat dan mempengaruhi kemurnian nitrobenzena yang dihasilkan. Selain itu, proses ini membutuhkan asam nitrat dengan konsentrasi dan jumlah yang lebih banyak untuk menghasilkan nitrobenzena dengan jumlah yang sama apabila dibandingkan dengan proses nitration menggunakan katalis asam sulfat (Ross, 1956).

## II.2 Seleksi Proses

Setiap proses pasti memiliki kelebihan dan kekurangannya masing-masing. Pemilihan proses yang akan digunakan pada pendirian pabrik sendiri menjadi aspek krusial sehingga harus mempertimbangkan berbagai faktor, seperti efisiensi, keandalan, kondisi operasi, biaya, dan dampak lingkungan. Proses yang dipilih tentu diharapkan mampu memberikan hasil yang optimal baik secara teknis maupun ekonomis, serta lingkungan. Perbandingan proses produksi nitrobenzena disajikan pada Tabel II.2.

Tabel II. 1 Perbandingan Proses Produksi Nitrobenzene

Parameter	Jenis Proses		
	Nitration Secara Batch dengan Katalis	Nitration Secara Kontinyu dengan Katalis	Nitration Secara Kontinyu Tanpa Katalis
Konsentrasi Asam Campuran	56-60% wt H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 27-32% wt HNO <sub>3</sub> 8-17% wt H <sub>2</sub> O	56-65% wt H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 20-26% wt HNO <sub>3</sub> 20-26% wt H <sub>2</sub> O	60-68% HNO <sub>3</sub> 32-40% H <sub>2</sub> O
Yield	95-98%	96-99%	83%
Kondisi Operasi	50-55°C; 1 atm	50-100°C; 1 atm	110-120°C; 1 atm
Waktu Reaksi	2-4 jam	10-30 menit	74 jam
Kelemahan	Ukuran alat yang besar Perlu unit rekonsentrasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Penggunaan katalis asam sulfat yang bersifat korosif Perlu unit rekonsentrasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Membutuhkan jumlah dan konsentrasi asam nitrat yang lebih banyak Ukuran alat yang dibutuhkan besar

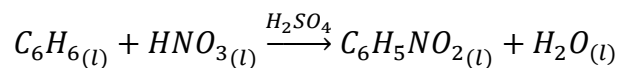


Berdasarkan perbandingan dari beberapa jenis proses pada Tabel II.1 maka dipilih proses nitration secara kontinyu dengan katalis asam sulfat pada perancangan pendirian pabrik nitrobenzena ini. Hal ini didasarkan pada pertimbangan sebagai berikut:

1. Yield yang dihasilkan cukup tinggi yaitu 96-99%.
2. Penambahan katalis dapat mempercepat reaksi sehingga waktu reaksi yang dibutuhkan lebih cepat dan reaktor yang dibutuhkan lebih kecil.
3. Suhu operasi yang digunakan tidak terlalu tinggi sehingga dapat mengurangi risiko degradasi termal yang tidak diinginkan.
4. Konsentrasi asam nitration yang dibutuhkan lebih kecil.

### II.3 Uraian Proses

Nitration merupakan proses memasukkan satu atau lebih gugus nitro ( $-\text{NO}_2$ ) ke dalam suatu senyawa organik dengan menggantikan posisi sebuah atom karbon, oksigen, atau nitrogen. Pada nitration nitrobenzena sendiri gugus nitro menggantikan posisi dari atom hydrogen pada cincin benzena dan membentuk nitroaromatik atau nitroparafin. Benzena direaksikan dengan asam nitration yang terdiri dari asam nitrat dan asam sulfat pada temperatur yang tidak boleh lebih dari  $50^\circ\text{C}$  selama 30 menit.



Secara keseluruhan proses produksi nitrobenzena dari benzena dan asam nitrat dengan katalis asam sulfat terdiri dari tiga proses, yaitu proses persiapan bahan baku, proses pembentukan produk, dan proses pemurnian produk.

#### II.3.1 Proses Persiapan Bahan Baku

Bahan baku benzena dari tangki penyimpanan dipompa menuju *heater* untuk dinaikkan suhunya dari  $30^\circ\text{C}$  menjadi  $50^\circ\text{C}$ . Pemanasan ini bertujuan untuk menyesuaikan kondisi operasi optimal dalam reaktor. Selanjutnya benzena tersebut diumpankan menuju ke reaktor. Sedangkan bahan baku asam nitrat 60% dipompa menuju *mixer I* untuk dicampurkan dengan asam sulfat 98% sehingga dihasilkan asam campuran atau asam nitration ( $56\text{-}65\%$  wt  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $20\text{-}26\%$  wt  $\text{HNO}_3$ , dan  $20\text{-}26\%$  wt  $\text{H}_2\text{O}$ ). Campuran tersebut kemudian dipanaskan menggunakan heater



sampai suhu 50°C. Perbandingan mol asam nitrat dan benzena yang diumpankan ke dalam reaktor adalah 1:1.

### **II.3.2 Proses Pembentukan Produk**

Bahan baku diumpankan ke dalam reaktor melalui puncak reaktor. Reaktor yang digunakan dalam pembentukan nitrobenzena dari benzena dan asam nitrat dengan katalis asam sulfat adalah Reaktor Alir Tangki Berpengaduk (RATB). Reaktor beroperasi pada suhu 50°C dan tekanan 1 atm dengan waktu tinggal 30 menit untuk memungkinkan reaksi mencapai kesetimbangan yang diinginkan. Dimana pada proses ini dihasilkan yield sebesar 96-99%. Reaksi nitration berlangsung secara eksotermis sehingga diperlukan pendingin berupa jaket pendingin. Jaket pendingin berfungsi untuk menjaga suhu reaksi tetap stabil sesuai dengan *set point* yang diinginkan. Reaktor juga dilengkapi dengan pengaduk dengan kecepatan tinggi sekitar 600 rpm. Pengadukan yang intens ini bertujuan untuk memastikan bahwa campuran reaktan tercampur secara homogen dan reaksi berlangsung merata di seluruh volume reaktor serta meningkatkan efisiensi dan konsistensi proses produksi nitrobenzena. Produk utama yang keluar dari reaktor berupa nitrobenzene dengan produk samping berupa air dan sisa reaktan. Selanjutnya, produk akan diumpankan menuju proses pemurnian produk.

### **II.3.3 Proses Pemurnian Produk**

Proses pemurnian produk nitrobenzene terdiri dari 3 tahap, yaitu:

1. Tahap Pemisahan Fase Organik dan Anorganik

Sebelum diumpankan menuju ke *decanter I* untuk dipisahkan antara fase organik dan anorganik yang tidak saling larut, produk reaktor dilewatkan terlebih dahulu ke *cooler* untuk diturunkan suhunya dari 50°C menjadi 40°C. Kondisi di dalam *decanter I* adalah 40°C dengan tekanan 1 atm dan waktu tinggal 10–20 menit. Produk *decanter I* terdiri dari 2 lapisan yang tidak saling larut. Hasil lapisan atas *decanter I* berupa nitrobenzena, benzene, air, dan sedikit asam. Campuran tersebut selanjutnya diumpankan menuju ke *mixer II* untuk dilakukan proses netralisasi. Sedangkan hasil



lapisan bawah *decanter I* berupa *spent acid* yang masih kaya akan asam sulfat akan dilakukan rekonsentrasi dan di-*recycle* ke dalam *mixer I*.

## 2. Tahap Netralisasi

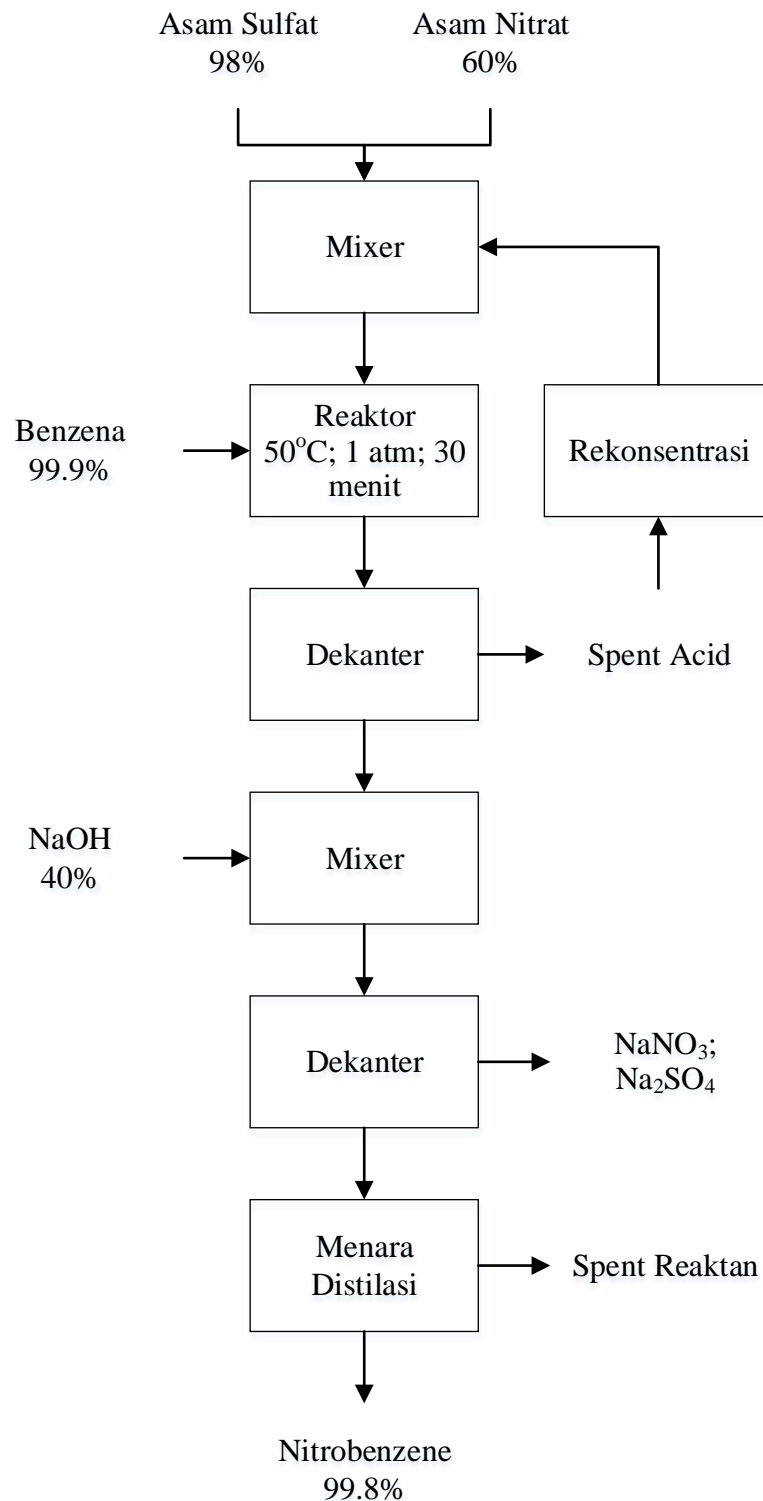
Fase organik yang kaya akan nitrobenzena dipompa menuju ke *mixer II* untuk dicampurkan dengan larutan natrium hidroksida dengan konsentrasi 40%. Proses ini bertujuan untuk menetralkan asam nitrat dan asam sulfat yang terikat dalam fase organik. Kondisi operasi dalam *mixer II* adalah 40°C dengan tekanan 1 atm dan waktu tinggal 10 menit. Hasil netralisasi diumpangkan ke dalam *decanter II* untuk memisahkan lapisan yang kaya nitrobenzena (lapisan atas) dan *impurities* (lapisan bawah) berupa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaNO<sub>3</sub>, dan air. Lapisan atas yang kaya akan benzene selanjutnya diumpangkan menuju *heater* untuk dinaikkan suhunya, sedangkan lapisan bawah dialirkan menuju tangki penampungan sementara.

## 3. Tahap Pemurnian Akhir

Lapisan atas *decanter* dinaikkan suhunya menggunakan *heater* dan diumpangkan menuju menara distilasi. Proses pemurnian bertujuan agar diperoleh nitrobenzena dengan kemurnian yang tinggi yaitu 99,8%. Hasil bagian puncak menara distilasi keluar dengan suhu 110°C. Aliran ini kaya akan *spent reactant* berupa benzena, toluena, dan air. Selanjutnya, hasil atas menara distilasi ini akan dikondensasikan dan diturunkan suhunya menjadi 40°C kemudian dialirkan menuju tangki penampungan sementara. Sedangkan hasil bagian bawah menara distilasi keluar dengan suhu 211°C. Aliran ini kaya akan nitrobenzena. Produk akan diturunkan suhunya menjadi 40°C menggunakan *cooler* dan disimpan di dalam tangki penyimpanan sebagai produk.



**Prarancangan Pabrik**  
**“Pabrik Nitrobenzena Dari Benzena Dan Asam Nitrat Dengan Proses Nitrasasi**  
**Menggunakan Katalis Asam Sulfat”**



Gambar II. 3 Diagram Alir Proses Produksi Nitrobenzena