



## Pra Rancangan Pabrik

“Pabrik Tetramethylolmethane dari Formaldehyde dan Acetaldehyde dengan Media Alkali Natrium Hidroksida Melalui Proses Heyden dengan Kapasitas 70.000 Ton/Tahun”

## BAB II SELEKSI DAN URAIAN PROSES

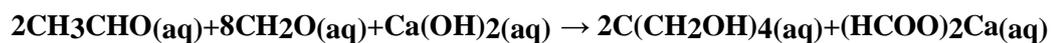
### II.1 Macam-Macam Proses

Ada dua macam cara dalam memproduksi *tetramethylolmethane* yaitu :

- Tetramethylolmethane* dengan media alkali kalsium hidroksida
- Tetramethylolmethane* dengan media alkali natrium hidroksida

#### II.1.1 Tetramethylolmethane dengan Media Alkali Kalsium Hidroksida

Dalam proses ini digunakan bahan baku formaldehyde, asetaldehyde, dan kalsium hidroksida sebagai medium alkalinya. Dengan perbandingan yang tetap. Kondisi operasi pada proses ini tidak boleh melebihi atau dijaga agar tetap pada rentang 18°C – 41°C , karena reaksi samping cepat terjadi. Waktu yang dibutuhkan untuk reaksi ini di dalam tangki reaktor adalah selama 6 jam dengan konversi 80%.



Jenis reaktor yang digunakan adalah tangki berpengaduk (stirred tank reactor). Dari reaktor  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  harus dihilangkan dengan penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Endapan yang terjadi disaring didalam centrifuge. Filtrat hasil penyaringan kemudian dipekatkan dalam evaporator. Dari sini larutan yang dihasilkan kemudian dikeringkan dalam dryer. Produk dari dryer siap untuk dikemas. Kristal dalam proses ini warnanya tidak putih, karena produk reaksi samping, sehingga perlu proses pemurnian lebih lanjut. Proses ini membutuhkan lebih banyak alat yang digunakan. Hal ini menyebabkan meningkatnya biaya kebutuhan alat sehingga proses ini tidak ekonomis. (US Patent, 1953)

#### II.1.2 Tetramethylolmethane dengan Media Alkali Natrium Hidroksida

*Tetramethylolmethane* dengan proses natrium hidroksida diproduksi secara komersial pada sekitar awal tahun 1930-an di Amerika Serikat. Reaktor yang bekerja secara kontinyu dimana metode terbaik adalah dengan pemasukan secara bersamaan ketiga bahan baku tersebut. Kondisi reaktor berpengaduk adalah 60°C, reaksi berlangsung dalam fase cair. Reaksi pembentukan tetramethylolmethane yang terjadi adalah:



## Pra Rancangan Pabrik

“Pabrik Tetramethylolmethane dari Formaldehyde dan Acetaldehyde dengan Media Alkali Natrium Hidroksida Melalui Proses Heyden dengan Kapasitas 70.000 Ton/Tahun”



Konversi dalam pembuatan pentaeritritol sebesar 90% karena reaksi berjalan eksotermis maka agar suhu reaktor tetap perlu ditambahkan pendingin. Setelah waktu reaksi tercapai, hasil reaksi dikeluarkan dan masuk kedalam netralizer yang berfungsi sebagai akumulator. Natrium hidroksida sisa reaksi dinetralkan dengan asam formiat, karena kelarutan *tetramethylolmethane* yang sangat besar dalam natrium hidroksida sehingga bila tidak dinetralkan akan menyulitkan dalam proses evaporasi. Setelah dinetralkan larutan dimasukkan ke dalam *vaporizer* lalu setelah tercapai kepekatan tertentu dimasukkan ke dalam kristalizer, keluar kristalizer produk dipisahkan dalam centrifuge. Filtrat (Mother Liquor) kemudian di *recycle* kembali menuju kristalizer sedangkan kristal basah dikeringkan dalam *rotary dryer* dan akhirnya diangkut menuju bin untuk selanjutnya dilakukan pengepakan.

(Keyes, 1957)

## II.2 Seleksi Proses

Tabel II. 1 Macam Macam Pembuatan Berdasarkan Media Alkali

| Parameter           | Media Alkali                                      |   |
|---------------------|---|---|
|                     | Kalsium Hidroksida                                | Natrium Hidroksida                                |
| Bahan Baku Utama    | Formaldehyde, Asetaldehyde dan Kalsium Hidroksida | Formaldehyde, Asetaldehyde dan Natrium Hidroksida |
| Bahan Baku Pembantu | Asam Sulfat                                       | Asam Format                                       |
| Produk Samping      | Kalsium Sulfat                                    | Natrium Format                                    |
| Peralatan           | Kompleks  | Sederhana   |
| Yield Produk        | 80%   | 90%   |

Berikut merupakan deskripsi proses yang digunakan produsen pentaeritritol untuk memproduksi pentaeritritol menggunakan NaOH sebagai media alkali

1. Hubei Yihua Chemical Industry CO., Ltd.



## Pra Rancangan Pabrik

“Pabrik Tetramethylmethane dari Formaldehyde dan Acetaldehyde dengan Media Alkali Natrium Hidroksida Melalui Proses Heyden dengan Kapasitas 70.000 Ton/Tahun”

---

Larutan NaOH 15-50% (w/v) dimasukkan ke dalam larutan formaldehida 10 - 25% (w/v), kemudian ditambahkan asetaldehida, dimana proses ini terjadi pada temperatur awal 30 - 50 °C. Rasio mol formaldehida: asetaldehida : NaOH = 4,5 : 1 : 1,2. Reaksi kemudian berjalan selama 30-100 menit dengan tekanan operasi 0-0,2 Mpa dan suhu akhir 45-70 °C. Setelah itu, larutan hasil dinetralkan dengan asam format hingga pH 5,5-6,5. Yield yang dihasilkan dengan cara diatas adalah 91,1-92,4% berdasarkan asetaldehida dan kemurnian 96% (US Patent 1953).

### 2. Heyden Chemical Corporation

Larutan formaldehida 17-40% (w/v) larutan NaOH 50% (w/v) pada suhu sekitar 20-30 °C. Kemudian ditambahkan larutan asetaldehida 60-99% (w/v). Rasio formaldehida : NaOH : asetaldehida adalah 4,5 : 1,5 : 1. Reaksi akan berjalan selama 3-4 jam pada suhu 25 °C dan suhu dinaikkan hingga 60 °C selama 1-2 jam. Setelah reaksi selesai larutan diturunkan pHnya dengan asam format hingga pH 7,8-8. Yield yang dihasilkan adalah 90-94% berdasarkan asetaldehida dan kemurnian 95-99%.

Berdasarkan deskripsi proses dari 2 produsen diatas maka dapat dipilih proses yang dijalankan yaitu Heyden Chemical Corporation. Hal ini dikarenakan yield yang dihasilkan oleh produsen ini tinggi dan kemurnian yang dihasilkan juga tinggi (US Patent 1954).

## II.3 Uraian Proses

### 1. Tahap Persiapan

Pada proses pembuatan tetramethylmethane digunakan bahan baku berupa formaldehida 37%, asetaldehida 99%, dan natrium hidroksida 50% sebagai media alkali. Natrium hidroksida 98% diencerkan dengan air menggunakan mixer hingga mencapai konsentrasi 50%. Kemudian ketiga bahan baku dipompa menuju reaktor.

---



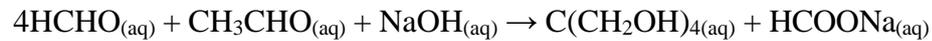
## Pra Rancangan Pabrik

“Pabrik Tetramethylolmethane dari Formaldehyde dan Acetaldehyde dengan Media Alkali Natrium Hidroksida Melalui Proses Heyden dengan Kapasitas 70.000 Ton/Tahun”

---

### 2. Tahap Reaksi

Reaksi berjalan dalam fase cair-cair. Reaktor yang digunakan merupakan jenis reaktor alir tangki berpengaduk (RATB). Reaksi yang terjadi yaitu :



Kondisi operasi di dalam reaktor dijaga pada suhu 60°C dan tekanan 1 atm selama 60 menit. Reaksi yang terjadi di dalam reaktor adalah reaksi eksotermis, sehingga untuk menjaga suhu 60°C ditambahkan jacket pendingin. Produk kemudian dipompa keluar dari reactor menuju tangki neutralizer.

### 3. Tahap Penetralan

Produk yang keluar dari reaktor kemudian dialirkan ke dalam tangki netralisasi (netralizer) untuk menetralsir sisa natrium hidroksida (NaOH) menggunakan asam format sehingga pH produk menjadi 7-8. Kondisi operasi di dalam netralizer yaitu pada suhu 60°C dengan tekanan 1 atm. Reaksi yang terjadi di dalam netralizer adalah :



Produk yang keluar dari netralizer kemudian dialirkan menuju ke evaporator.

### 4. Tahap Pemekatan

Evaporator digunakan untuk memisahkan kandungan formaldehyde, methanol dan mengurangi kadar air di dalam produk. Evaporator dijalankan dengan kondisi operasi pada suhu 105°C dan tekanan operasi 1 atm. Produk atas evaporator yang berupa uap formaldehida, methanol, dan air didinginkan dengan dengan condenser kemudian ditampung ke dalam tangki hot well. Produk bawah evaporator berupa tetramethylolmethane, natrium format, dan air.

### 5. Tahap Kristalisasi

Produk yang keluar dari evaporator bagian bawah kemudian dialirkan menuju ke crystallizer untuk dikristalkan pada suhu 30°C dengan tekanan 1 atm. Produk setelah dari crystallizer dialirkan menuju centrifuge dengan kondisi hasil keluar centrifuge pada suhu 30°C dengan tekanan 1 atm.



## **Pra Rancangan Pabrik**

“Pabrik Tetramethylolmethane dari Formaldehyde dan Acetaldehyde dengan Media Alkali Natrium Hidroksida Melalui Proses Heyden dengan Kapasitas 70.000 Ton/Tahun”

---

Centrifuge berfungsi untuk memisahkan kristal tetramethylolmethane dengan mother liquor yang banyak mengandung natrium format ( $\text{HCOONa}$ ). Mother liquor yang belum mengkristal di recycle kembali menuju crystallizer.

### **6. Tahap Pengeringan**

Cake yang mengandung kristal tetramethylolmethane basah diumpankan menuju rotary dryer dengan menggunakan udara bebas dengan suhu  $120^{\circ}\text{C}$  yang dipanaskan dengan menggunakan heater. Kemudian produk diumpankan menuju ball mill menggunakan cooling conveyor guna mendinginkan produk tersebut. Pada ball mill kristal tetramethylolmethane dihaluskan hingga 100 mesh. Kemudian dikemas dengan kemasan tetramethylolmethane 25 kg. Kemurnian produk tetramethylolmethane yang dihasilkan sebesar 95-99%.