



BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam Proses

Pembuatan Nitroselulosa dapat dilakukan menggunakan proses nitrasi. Proses nitrasi merupakan masuknya gugus nitro ke dalam zat-zat organik atau kimia lainnya dengan menggunakan campuran asam. Proses pembuatan Nitroselulosa dengan asam campuran dapat dibedakan menjadi :

1. Proses Nitrasi dari Keyes
2. Patent US2649441 (Proses Nitrasi William C. Ramsey)
3. Patent US3714143 (Proses Nitrasi Charles dan Everette)

Adapun uraian prosesnya adalah sebagai berikut :

II.1.1 Proses Nitrasi dari Keyes

Berdasarkan Keyes, Kapas ditimbang lalu dimasukkan dalam nitrator dengan perbandingan asam campuran dan selulosa sebesar 47 : 1. Komposisi campuran asam yaitu 21% asam nitrat, 63% asam sulfat dan 16% air. Kondisi operasi pada nitrator dijaga pada suhu 30°C selama 30 menit.

Setelah proses nitrasi, muatan nitroselulosa dimasukkan di *centrifuge*. Sisa asam yang dihilangkan akan difortifikasi lalu digunakan kembali pada batch berikutnya. Nitroselulosa kemudian disalurkan menuju mangkuk pencelupan untuk ditenggelamkan dalam air dingin. Setelah itu, bubur nitroselulosa dimasukkan dalam *boiling tub* untuk dilakukan perebusan menggunakan air segar. Rangkaian perawatan perebusan dan pencucian dengan air segar dengan pH terkontrol untuk menghilangkan sisa asam dan menghancurkan ester sulfat yang tidak stabil. Setelah serangkaian proses pencucian, produk nitroselulosa dimurnikan dengan disentrifugasi untuk menghilangkan sebagian besar air. Produk ditempatkan di bawah tekanan 200-300 psi untuk menghilangkan lebih banyak air. Dehidrasi terakhir terjadi dengan mencampurkan etil alkohol yang



berguna untuk menstabilkan produk nitroselulosa. Produk nitroselulosa yang mengandung 12,2% nitrogen, kemudian dikemas ke dalam wadah.

II.1.2 Patent US2649441 (Proses Nittrasi William C. Ramsey)

Berdasarkan patent US2649441, proses nittrasi selulosa dilakukan secara kontinyu dalam bentuk strip panjang. Potongan bahan selulosa yang akan dinitrasi dilewatkan melalui suatu tabung memanjang, yang mempunyai luas horizontal yang cukup besar, tetapi bagian tengahnya agak lebih rendah daripada bagian ujungnya. Strip yang belum dinitrasi dimasukkan ke dalam tabung, pada satu ujung, dan ditarik dari sana pada ujung yang lain, sehingga strip yang mengalami nittrasi. Asam nitrat akan dimasukkan ke dalam ujung tabung dari mana strip nittrasi muncul, dan asam-asam bekas dikeluarkan dari ujung tabung di mana strip selulosa yang tidak dinitrasi masuk.

Asam nitrat diumpankan ke dalam tabung, sehingga tabung diisi ke tingkat yang diinginkan dan asam yang dihabiskan akan dibuang melalui saluran pembuangan yang berdekatan dengan ujung tempat dimasukkannya selulosa. Saluran pembuangan tersebut dapat disediakan pada *header* yang berfungsi untuk mengeringkan asam dari dalam tabung jika dibutuhkan. Asam nitrat dapat berupa campuran biasa asam nitrat dan dehidrator, seperti asam sulfat, fosfat, atau asetat. Tergantung pada tingkat nittrasi yang diinginkan, kandungan asam nitrat dalam campuran asam nitrat dapat bervariasi dari sekitar 50% hingga sekitar 75%, dan jangka waktu di mana sejumlah selulosa tetap direndam dalam rendaman nittrasi dapat bervariasi dari sekitar 30 menit hingga sekitar 120 menit. Suhu yang dipertahankan di dalam nitrator dapat bervariasi antara sekitar 25°C dan sekitar 65°C.

Asam dikirim ke nitrator dengan kecepatan sedemikian sehingga sepuluh bagian asam melewatinya sementara satu bagian selulosa melewatinya. Dalam hal ini sejumlah selulosa dimasukkan ke dalam penangas asam selama jangka waktu satu jam, pada suhu 60°C dan rasio perbandingan antara selulosa dengan nitrating



PRA RANCANGAN PABRIK

“Pra Rancangan Pabrik *Nitrocellulose* Dari *Cellulose* dan *Nitric Acid*”

agent sebesar 1 : 10. Dimana komposisi nitrating agent berupa asam nitrat 73,5%, asam fosfat 25,8% dan air 0,7%.

Bahan yang digunakan pada pembuatan Nitroselulosa pada metode ini terdiri dari asam nitrat, asam fosfat dan juga air. Asam fosfat yang digunakan pada proses nitrasi berfungsi sebagai katalis dan *dehydrator* yang disesuaikan pada tingkat nitrasi yang diinginkan. Proses nitrasi selulosa dengan menggunakan campuran asam nitrat dan asam fosfat tidak akan mengurangi tingkat polimerisasi zat nitrasi. Dengan mencampurkan asam nitrat dan asam fosfat akan mengakibatkan produk de-polimerisasi yang jauh lebih sedikit. Metode ini tergolong baru dan perlu dilakukan peninjauan dari sisi ekonomi karena sejauh ini belum ada industri yang menggunakan asam fosfat sebagai katalis dan memiliki tingkat kesulitan teknis yang besar.

II.1.3 Patent US3714143 (Proses Nitrasi Charles dan Everette)

Berdasarkan patent US3714143, proses nitrasi selulosa dilakukan dengan media nitrasi yang mengandung asam nitrat dan magnesium nitrat. Media nitrasi ini memberikan sejumlah keunggulan dibandingkan proses asam campuran, misalnya dapat menembus dan membasahi agregat padat partikel selulosa dengan lebih cepat dan seragam, memberikan reaksi nitrasi yang lebih cepat dan produk Nitroselulosa yang lebih seragam, dan menghilangkan kebutuhan akan perawatan yang lama dan membosankan untuk memurnikan dan menstabilkan Nitroselulosa yang dihasilkan.

Mulanya selulosa dimasukkan dalam *dryer* untuk dikeringkan kemudian dikecilkan ukuran partikelnya dalam *shredder*. Setelah itu selulosa dan *nitrating agent* diumpukan dalam *attrition mill* untuk mereduksi selulosa dan megontakkannya dengan *nitrating agent*. Selulosa yang telah berkontak dengan *nitrating agent* akan dialirkan menuju reaktor nitrasi yang berjumlah 2 reaktor dengan kondisi operasi 40°C dan tekanan 1 atm.

Setelah proses nitrasi, nitroselulosa dialirkan menuju *centrifuge* untuk memisahkan Nitroselulosa dan *nitrating agent*. *Nitrating agent* akan masuk dalam



proses *recovery* agar dapat digunakan kembali. Sedangkan Nitroselulosa akan masuk dalam proses pencucian untuk menghilangkan sisa *nitrating agent* yang terikut. Pencucian Nitroselulosa awal dilakukan di *belt filter* dengan bantuan air panas (85°C) secara berlawanan hingga bebas asam. Setelah itu, nitroselulosa masuk ke *thermal dehydrator*.

Air cucian dari *belt filter* dipisahkan dengan Nitroselulosa yang terikut dalam *finer removal*. Hasil dari air cucian dari *finer removal* dialirkan ke proses *recovery* selanjutnya yaitu *ion exchanger* untuk menghilangkan kandungan ion nitrat dan magnesium, mengembalikan ion magnesium dan nitrat sebagai, magnesium nitrat dan mendaur ulang magnesium nitrat yang diperoleh.

II.2 Seleksi Proses

Mengikuti uraian macam proses pembuatan nitroselulosa di atas, maka dapat dilakukan seleksi pemilihan suatu proses dengan mempertimbangkan beberapa parameter pada tabel di bawah ini :

Tabel II. 1 Perbandingan Proses

Parameter	Keyes	US2649441	US3714143
Bahan baku utama	Selulosa + HNO_3	Selulosa + HNO_3	Selulosa + HNO_3
Katalis	H_2SO_4	H_3PO_4	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$
Rasio asam campuran	1 : 47	1: 10	1 : 50
Kondisi Operasi	T = 30°C P = 1 atm Waktu = 30 menit	T = 60°C P = 1 atm Waktu = 1 jam	T = 40°C P = 1 atm Waktu = -
Yield	80-85%	-	-
Limbah yang dihasilkan	HNO_3 , H_2SO_4 , H_2O	HNO_3 , H_3PO_4 , H_2O	HNO_3 , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, H_2O
Sifat bahan baku	HNO_3 dan H_2SO_4 korosif	HNO_3 dan H_3PO_4 korosif	HNO_3 korosif



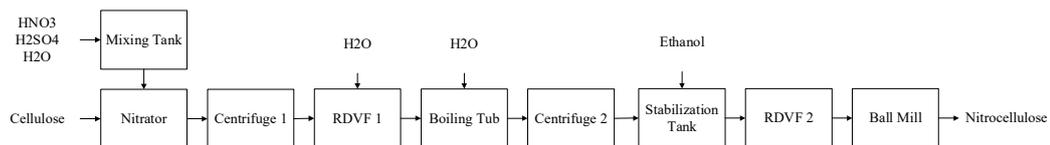
PRA RANCANGAN PABRIK

“Pra Rancangan Pabrik *Nitrocellulose* Dari *Cellulose* dan *Nitric Acid*”

Dari tabel II.1 maka dipilih proses nitration dari Keyes dalam pembuatan Nitroselulosa dengan bahan baku utama selulosa dan asam nitrat dengan asam sulfat sebagai katalis, dengan pertimbangan sebagai berikut :

1. Katalis yang digunakan lebih murah.
2. Suhu operasi yang digunakan lebih rendah sehingga energi yang digunakan lebih sedikit.
3. Waktu operasi lebih singkat sehingga reaksi yang terjadi dapat berjalan secara kontinyu.
4. Yield yang dihasilkan tinggi, dimana yield ini berhubungan dengan kondisi produk yang dihasilkan.

II.3 Uraian Proses



Gambar II. 1 Blok Diagram Alir Produksi Nitroselulosa dengan Proses Nitration Warren L. Plunket

Pembuatan nitroselulosa dapat dibagi menjadi beberapa tahap :

1. Tahap Penyimpanan Bahan Baku

Bahan baku utama berupa selulosa disimpan dalam gudang penyimpanan dengan kondisi operasi suhu 30°C dan tekanan 1 atm. Untuk bahan baku asam nitrat, asam sulfat, dan ethanol disimpan dalam tangki penyimpanan tertutup dalam fase cair dengan kondisi operasi suhu 30°C dan tekanan 1 atm.

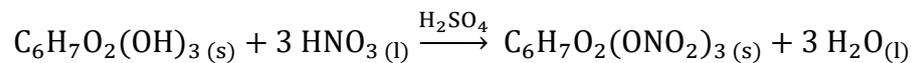
2. Tahap Reaksi

Pada tahap ini, selulosa dimasukkan ke dalam nitrator yang dilengkapi dengan pengaduk, dengan kondisi operasi pada reaktor dengan suhu 30°C dan tekanan 1 atm selama 30 menit. Asam nitrat dan asam sulfat sebelum dialirkan ke dalam reaktor dilakukan preparasi terlebih dahulu, dimana asam nitrat dan asam sulfat dari tangki penyimpanan dipompa untuk dialirkan menuju *mixing tank* untuk dilakukan



pencampuran sehingga terbentuk asam campuran. Komposisi asam campuran yang digunakan sebesar 21% asam nitrat, 63% asam sulfat dan 16% air. Perbandingan antara selulosa dengan asam campuran sebesar 1 : 47. Pada nitrator terjadi reaksi antara selulosa dengan asam campuran dan menghasilkan nitroselulosa. Reaksi yang terjadi bersifat eksotermis sehingga diperlukan jaket pendingin agar suhunya terjaga.

Reaksi yang terjadi :



3. Tahap Pemurnian Produk

Setelah proses nitrasi, nitroselulosa yang dihasilkan dari nitrator dialirkan menuju *centrifuge* untuk dilakukan pemisahan antara asam campuran yang terkandung dalam nitroselulosa. Untuk memisahkan asam campuran yang masih terkandung dalam nitroselulosa akan dilakukan pencucian menggunakan air pada *Rotary Drum Vacuum Filter*. Setelah proses pencucian dengan air, dilakukan proses perebusan untuk menghilangkan asam campuran yang masih terkandung dengan menggunakan *boiling tub*. Kondisi operasi dalam *boiling tub* yaitu pada suhu 130°C selama 1 jam dengan perbandingan antara Nitroselulosa dengan air sebesar 1 : 2. Setelah itu, hasil keluaran dari *boiling tub* masuk ke *centrifuge* untuk dipisahkan antara nitroselulosa dan filtrat. selanjutnya dialirkan menuju *mixing tank* dengan ditambahkan alkohol berupa ethanol 95% dengan perbandingan nitroselulosa 70% dan alkohol 30%. Penambahan alkohol ini bertujuan untuk menstabilisasi produk nitroselulosa. Nitroselulosa kemudian dialirkan menuju *Rotary Drum Vacuum Filter* untuk menghilangkan kandungan air dan alkohol. Setelah itu, nitroselulosa dialirkan menuju *ball mill* untuk penyeragaman ukuran sebelum dimasukkan ke tangki penyimpanan.