



PRA RENCANA PABRIK

“VANILIN SINTETIS DARI LIGNIN DENGAN PROSES ASIDIFIKASI KAPASITAS 75.000 TON/TAHUN”

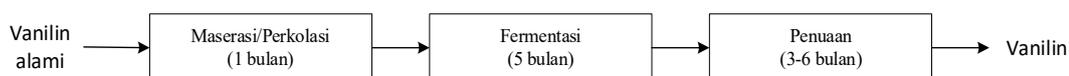
BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 II.1 Pemilihan Bahan Baku Vanilin Sintetis

II.1.1 Vanilin Alami

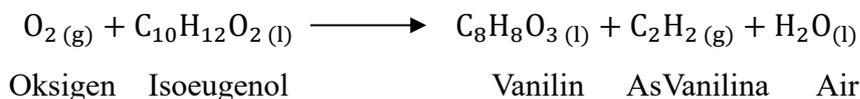
Bahan baku Vanilin alami yang paling terkenal adalah tanaman *Vanilla planifolia* A, yang termasuk dalam keluarga anggrek. Tanaman *Vanilla* banyak dibudidayakan di Meksiko, Madagaskar, Reuni, Jawa dan Tahiti (Gellerstedt & Henriksson, 2008). Di industri, ekstrak Vanili alami dibuat dari buah yang telah diproses melalui proses konvensional (perkolasi atau maserasi) selama kurang lebih satu bulan. Seminggu setelah panen, yang mencakup pelepasan (pencelupan dalam air panas), fermentasi dengan kelembapan dan suhu tinggi, dan terakhir pengaturan untuk menghasilkan vanili kering dengan rasa yang ideal. Hasil vanili kering (cured vanilla) membutuhkan waktu sekitar lima bulan untuk menyelesaikan proses ini (Wongtanyawat, 2018). Untuk ekstraksi maserasi, vanili segar dipotong dan direndam dalam alkohol setengah persen selama satu tahun, kemudian diproses selama enam bulan. Untuk ekstraksi perkolasi, vanili segar dipotong dan direndam dalam alkohol setengah persen selama dua minggu, selama larutan alkohol disirkulasi dan suhunya dipertahankan. Dilanjutkan dengan proses penuaan selama tiga hingga enam bulan (Zhang, 2020).



Gambar II. 1 Proses Produksi Vanilin Alami

II.1.2 Sintesis Vanilin dari Isoeugenol

Oksidasi adalah cara Isoeugenol menghasilkan sintesis vanilin. Proses ini menggunakan katalis NaOH sebagai pembawa OH⁻. Pelepasan C₂H₂ dan H⁺ dengan CH yang ada pada senyawa Isoeugenol adalah proses yang disebut asetilasi, yang berarti pembentukan senyawa asVanilin dari proses sebelumnya. Pada titik ini, -CHO dan H₂O dihasilkan dari H⁺ bebas. Berikut adalah reaksinya:

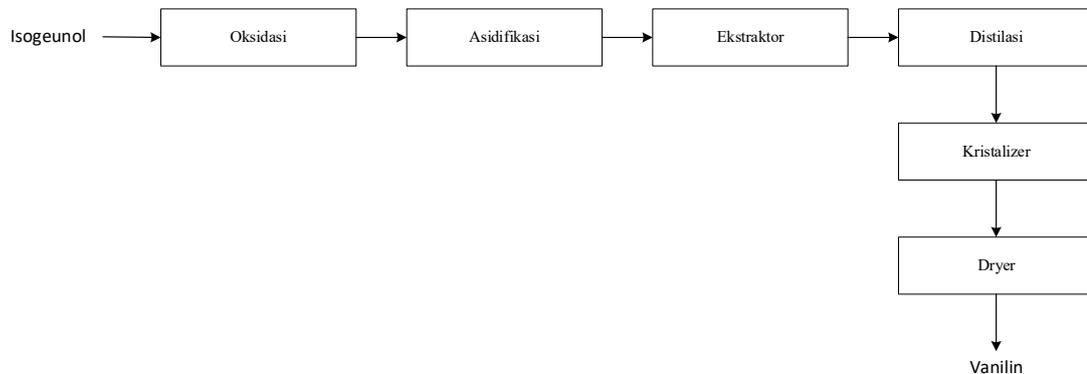




PRA RENCANA PABRIK

“VANILIN SINTETIS DARI LIGNIN DENGAN PROSES ASIDIFIKASI KAPASITAS 75.000 TON/TAHUN”

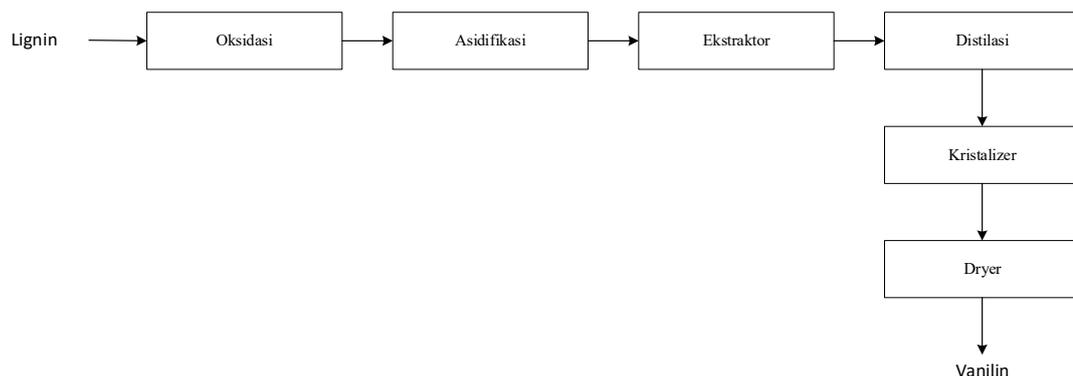
(Gopal et al., 2018)



Gambar II. 2 Proses Produksi Vanilin Dari Isoegeunol

II.1.2 Sintesis Vanilin dari Lignin

Sebagian besar lignin sintesis mengandung vanilin, kira-kira 5-10%, yang dihasilkan dari lignin yang dipanaskan dengan alkali metal hidroksida pada suhu dan tekanan tinggi jika ada oksigen. Jika reaksi alkali dipanaskan atau diasidifikasi, vanilin dilepaskan, yang kemudian diekstraksi dengan eter atau pelarut yang tidak dicampur lainnya. Negara-negara maju membutuhkan lebih dari 160 ton limbah kaustik untuk membuat vanilin sintesis, yang dibuat dari lignin yang berasal dari limbah industri pulp (Bryan, 1950).



Gambar II. 3 Proses Produksi Vanilin Dari Lignin

II.2 Pemilihan Bahan Baku

Pembuatan vanilin dapat dilakukan dengan satu proses yaitu asidifikasi. Satu proses ini dapat dilakukan oleh tiga bahan baku yaitu lignin, isoeugenol, dan alami.



PRA RENCANA PABRIK

“VANILIN SINTETIS DARI LIGNIN DENGAN PROSES ASIDIFIKASI KAPASITAS 75.000 TON/TAHUN”

Tabel II. 1 Pertimbangan Pemilihan Bahan Baku Pembuatan Vanilin

Parameter	Sintesis dari Lignin	Sintesis dari Isoeugenol	Alami
Proses	Asidifikasi	Oksidasi dan asetilasi	Konvensional
Konversi reaksi	85%	50%	-
Kondisi operasi	100°C, 10 bar, selama 3 jam.	105 - 115°C, 8 bar, selama 3-6 jam.	65°C
Proses	Lignin dipanaskan dengan NaOH dan nitrobenzene. Hasilnya akan dioksidasi kemudian diekstraksi dengan etil asetat. Kemudian produk ini akan didistilasi sehingga menghasilkan vanilin murni.	Isoeugenol dioksidasi dengan nitrobenzene sulfonic sodium. Hasil oksidasi akan diasamkan kemudian diekstraksi menggunakan toluene.	Terbentuk melalui proses pelepasan atau dipisahkan dari tanamannya kemudian difermentasi dan dilakukan pengeringan.
Yield produk	90%	70%	-
Produk samping	Vanilic acid	Asam nitrat	Limbah organik

Kelebihan sintesis vanilin dengan bahan baku lignin adalah memanfaatkan limbah industri pulp dan kertas sehingga dapat menekan biaya bahan baku dan dapat menghasilkan vanilin dalam skala besar. Sedangkan untuk bahan baku isogeunol memiliki kelebihan yaitu mudah di dapatkan karena umumnya terdapat di minyak cengkeh namun selektivitas rendah karena mengurangi hasil vanilin dan memerlukan langkah pemurnian tambahan, meningkatkan biaya produksi. Sedangkan vanilin alami membutuhkan waktu lama dari waktu panen hingga



PRA RENCANA PABRIK

“VANILIN SINTETIS DARI LIGNIN DENGAN PROSES ASIDIFIKASI KAPASITAS 75.000 TON/TAHUN”

menjadi vanilin kering. Sehingga tidak dapat menghasilkan produk dalam skala besar dalam waktu singkat dan juga lebih mahal. Berdasarkan uraian diatas maka dipilih bahan baku lignin untuk sintesis vanilin dalam skala besar dan waktu yang singkat untuk memenuhi kebutuhan dalam negeri maupun luar negeri.

II.3 Uraian Proses

Proses pembuatan vanilin dari lignin secara umum dapat dibagi menjadi empat tahapan, yaitu:

1. Tahap Penyimpanan Bahan Baku

Produksi vanilin menggunakan bahan baku black liquor yang memiliki komposisi lignin 66,2%, H₂O 22,3%, NaOH 6,4%, Na₂CO₃ 2,6%, Na₂SO₄ 2,2% dan NaCl 0,3%. Black liquor disimpan dalam fase cair dengan kondisi temperatur 30 °C dan tekanan 1 atm pada tangki penyimpanan.

2. Tahap Pembentukan Produk

Pencampuran black liquor dengan Natrium Hidroksida 48%, Nitrobenzene 99.5%. Campuran tersebut dialirkan menggunakan pompa bertekanan (L-111), (L-121), dan (L-131) hingga tekanan 10 bar menuju heater untuk mengubah suhunya menjadi 110°C sebelum dialirkan menuju reaktor alir tangki berpengaduk (R-210). Oksidasi terjadi didalam reaktor selama 1 jam pada tekanan 10 bar dan suhu 110°C sehingga menghasilkan vanilin, azobenzene, dan pengotor lainnya. Produk dari reaktor oksidasi selanjutnya dikirim melewati pressure valve untuk merubah tekanannya menjadi 1 bar dan dialirkan menuju centrifuge (H-211).



3. Tahap Pemisahan Produk

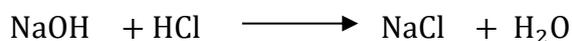
Pada centrifuge (H-211) terjadi pemisahan vanilin dengan lignin yang tidak bereaksi. Aliran mengandung vanilin dilanjutkan menuju cooler. Sedangkan aliran lainnya, dialirkan menggunakan pompa (L-214) menuju tangki penyimpanan (F-215). Aliran vanilin yang dialirkan menggunakan pompa (L-212) menuju cooler (E-213), didinginkan suhunya menjadi 90°C dengan tekanan tetap 1 bar. Larutan yang sudah didinginkan, kemudian dialirkan menuju reaktor asidifikasi (R-220). Dalam



PRA RENCANA PABRIK

“VANILIN SINTETIS DARI LIGNIN DENGAN PROSES ASIDIFIKASI KAPASITAS 75.000 TON/TAHUN”

reaktor asidifikasi (R-220) dilakukan proses untuk menetralkan garam natrium (NaCl) menggunakan larutan HCl yang dipompa (L-141) dengan reaksi:



Usai dinetralkan aliran dilewatkan menuju membrane reverse osmosis (H-222) untuk menghilangkan garam terbentuk.

4. Tahap Pemurnian Produk

Setelah dilakukan pemisahan, larutan produk dikirim menuju ekstraktor (H-310) untuk diekstraksi menggunakan etil asetat sebagai solvent dengan suhu 90°C dan tekanan 1 bar. Pada ekstraktor ini digunakan untuk memurnikan vanilin dengan kelarutan vanilin dalam etil asetat adalah 0.3:1. Dalam ekstraktor ini diperoleh aliran yang mengandung beberapa komponen yaitu vanillin, dan pengotor lainnya. Setelah itu, aliran ekstrak yang keluar dari kolom ekstraksi (H-310) dialirkan menuju decanter (E-311) untuk memisahkan campuran vanillin dan etil asetat dari air dan azobenzen. Kemudian, aliran ini dikirim menuju heater (E-313) pada tekanan 1 bar dan suhu 90°C menggunakan pompa (L-312) untuk merubah suhunya menjadi 130°C. Sedangkan aliran lainnya dari decanter (H-311) dilakukan waste water treatment. Setelah keluar dari heater (E-313) aliran menuju pan evaporator (V-320) dengan tekanan 1 bar dan suhu 130°C.

Kemudian, vanilin dengan suhu 130°C pada tekanan 1 bar dialirkan menuju crystallizer (S-322) untuk dapat menghasilkan kristal vanilin. Jenis crystallizer yang digunakan adalah swenson crystallizer. Setelah itu masuk ke centrifuge (H-323) untuk dipisahkan. Dimana akan terdapat recycle yang akan dialirkan kembali menggunakan pompa (L-324) ke crystallizer (S-322) dengan tekanan 1 bar dan suhu 30°C dan hasil kristal vanilin tekanan 1 bar dan suhu 30°C menuju ke screw conveyor (J-325). Kemudian setelah melewati screw conveyor (J-325), kristal vanilin akan dialirkan menuju rotary dryer (B-330) dengan suhu 30°C pada tekanan 1 bar. Kemudian dialirkan menggunakan cooling screw conveyor (J-334) untuk merubah suhu yang awalnya 60°C hingga suhunya 30°C sebelum menuju vibrating screen ball mill (C-318) dengan menggunakan bucket elevator (J-336) untuk diseragamkan ukurannya dengan ukuran 100 mesh lalu menuju silo (F-410).