



BAB II

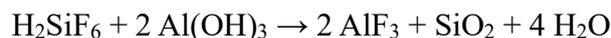
SELEKSI DAN PEMILIHAN PROSES

II.1 Macam-macam Proses

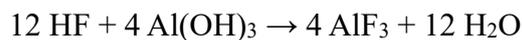
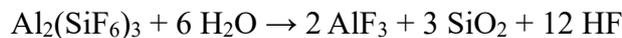
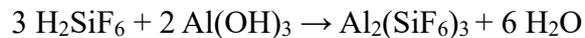
Aluminium flourida dapat diproduksi dengan beberapa macam proses antara lain:

II.1.1 Proses Pembuatan Aluminium Fluorida Proses Basah D. C. Garnes et. al

Reaksi yang terjadi antara asam fluosilikat dan aluminium hidroksida dalam media air membentuk larutan aluminium fluorida dengan endapan silika dengan reaksi sebagai berikut:



Menurut Samrane dan Al-hjouj (2011), pada proses ini mula-mula bahan baku yang berupa H_2SiF_6 dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ dimasukan di dalam reaktor batch dengan waktu reaksi sekitar 14 menit dengan tekanan 1 atm. Reaksi yang terjadi di dalam reaktor ada 3 reaksi yang dapat dijabarkan sebagai berikut :



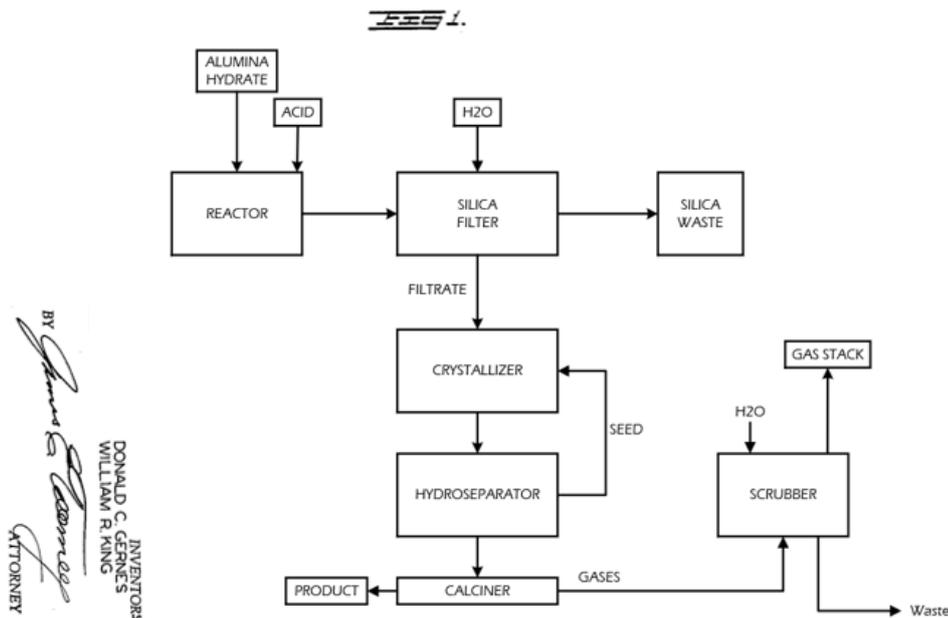
Dengan mereaksikan aluminium hidroksida kedalam asam fluosilikat secara sedikit demi sedikit dan kontinyu pada temperatur $60^\circ\text{C} - 70^\circ\text{C}$, akan dihasilkan supersaturated liquid aluminium fluorida yang memiliki konsentrasi kurang lebih 9% dan konversi yg tinggi serta endapan silika (SiO_2) yang mudah disaring.

SiO_2 yang dihasilkan dipisahkan melalui proses filtrasi untuk meminimalisir hilangnya fluorin sehingga dapat membentuk larutan aluminium fluorida pekat. SiO_2 harus disaring saat panas (65°C), kemudian dicuci dengan air mengalir. Air bilasan akan mengandung aluminium hidroksida sebanyak 1% yang akan ditampung untuk di proses kembali.

Larutan aluminium fluorida yang telah terpisah masuk ke proses kristalisasi dengan crystallizer selama 4 jam pada 80°C dengan pengadukan kontinyu. Kristal aluminium fluorida yang terbentuk akan masuk ke proses dehidrasi, sedangkan

larutannya atau mother liquor yang terbentuk akan difiltrasi kembali dan dikembalikan ke proses.

Kristal aluminium fluorida yang terbentuk dihilangkan airnya dengan proses dehidrasi menggunakan calciner. Proses ini dilakukan pada suhu 600-750°C sehingga dapat dihasilkan produk aluminium fluorida dengan konsentrasi lebih dari 95%.



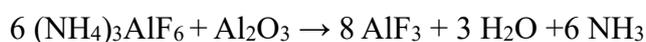
Gambar II. 1 Proses Pembuatan Aluminium Fluorida Proses Basah D. C. Garnes et. al (US Patent, 3057681A)

II.1.2 Proses Pembuatan Aluminium Fluorida Proses Kering E. Weise et. al

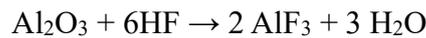
Proses ini merupakan produksi aluminium fluorida melalui reaksi intermediate dari ammonium cryolite dan asam florida dalam fase gas. Aluminium oksida yang digunakan dalam reaksi diperoleh dari aluminium hidroksida yang dipanaskan dalam calciner.



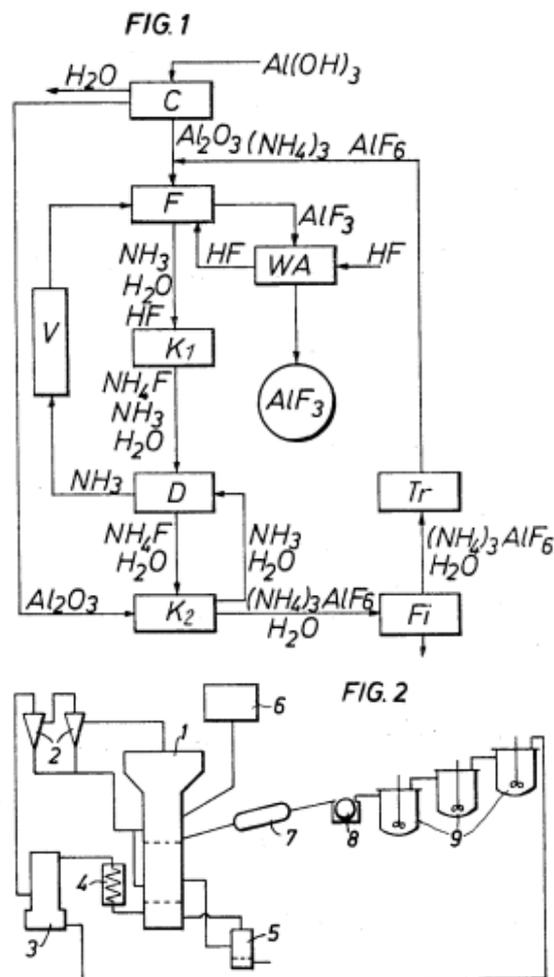
Reaksi yang terjadi pada fluidized bed reactor ini berlangsung pada temperatur 400-700°C pada kondisi atmosferik (1 atm) yang dapat dilihat pada reaksi intermediate di bawah ini :



Aluminium fluorida yang dihasilkan dikeluarkan dari reaktor, gas yang dihasilkan dalam reaksi terkondensasi, amonia digerakkan dari kondensat, dan amonium fluorida dalam kondensat diendapkan dalam bentuk amonium kriolit. Penambahan ammonia selain sebagai anti korosi juga menjadi katalis yang berfungsi untuk meningkatkan perbandingan yield yang dihasilkan pada reaksi akhir berikut :



Rasio gas yang dimasukkan ke dalam reaksi dan gas yang terbentuk adalah 2:1 per reaksi molar. Jika reaksi dilakukan pada 1 mol ammonia untuk 1 mol asam fluorida, maka perbandingan volume gas sebelum dan setelah reaksi adalah 12:9 dan diperoleh konversi 90% dengan konsentrasi produk berkisar antara 90 sampai 92%.



Gambar II. 2 Proses Pembuatan Aluminium Fluorida Proses Kering E. Weise et. al (US Patent, 3755548A)



II.2 Pemilihan Proses

Berdasarkan uraian ketiga proses di atas, maka kemudian dilakukan pemilihan proses mana yang terbaik untuk diaplikasikan. Pemilihan proses tersebut dilakukan berdasarkan perbandingan berbagai parameter meliputi teknis, ekonomi dan lingkungan. Adapun perbandingannya dapat dilihat pada Tabel II.1.

Tabel II. 1. Pemilihan Proses Pembuatan Aluminium Fluorida

Parameter	Proses Basah D. C. Garnes et. al	Proses Kering E. Weise et. Al	Aiso et. al
Bahan Baku	H_2SiF_6 dan $Al(OH)_3$	$Al(OH)_3$, HF dan $(NH_4)_3AlF_6$	$Al(OH)_3$ dan HF
Katalis	-	NH_3	-
Kondisi Operasi	Tekanan 1 atm Suhu 60-70 °C	Tekanan 1 atm Suhu 400-700 °C	Tekanan < 2 atm Suhu 300-550 °C
Konversi	95 - 100 %	90 %	90 %
Kemurnian	> 95 %	90 – 92 %	90 – 94 %

Mempertimbangkan beberapa parameter tersebut maka dipilih proses 1 sebab :

1. Menggunakan kondisi operasi dengan resiko rendah (Tekanan: 1 atm ; Suhu: 60-70°C).
2. Tidak menggunakan katalis
3. Konversi produk yang tinggi mencaai 95 sampai 100%
4. Kemurnian produk mencapai lebih dari 95%.
5. Limbah yang dihasilkan dapat ditekan seminimal mungkin.

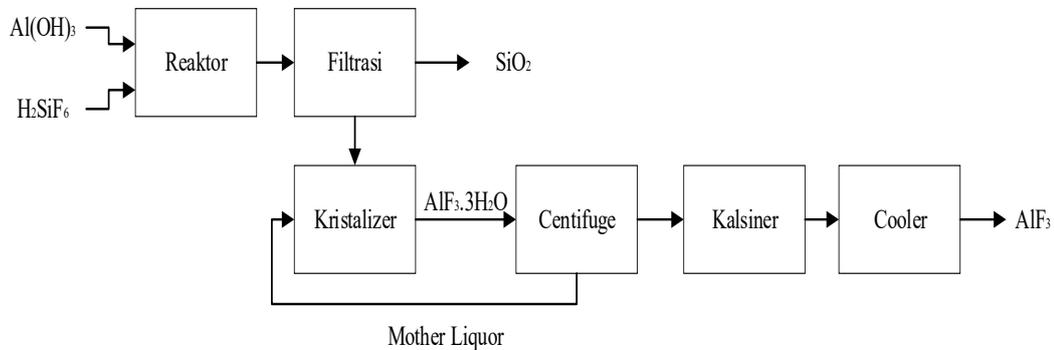
II.3 Uraian Proses

Proses pembuatan pabrik aluminium flouride (AlF_3) menggunakan bahan baku asam fluosilikat (H_2SiF_6) dan aluminium hidroksida ($Al(OH)_3$) dengan proses basah. Semua bahan dimasukkan kedalam Reaktor Alir Tangki Berpengaduk. Secara garis besar keseluruhan operasi produksi AlF_3 menjadi 4 bagian, yaitu :

1. Persiapan Bahan Baku
2. Pembentukan Aluminium Fluorida (AlF_3)
3. Pemisahan Silika Dioksida (SiO_2)

4. Pemurnian Aluminium Fluorida (AlF_3)

Diagram Alir :



Gambar II. 4 Diagram Alir Proses Pembuatan AlF_3

II.3.1 Proses Persiapan Bahan Baku

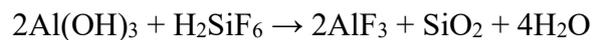
Produksi aluminium fluorida (AlF_3) membutuhkan bahan utama berupa asam fluosilikat (H_2SiF_6) dan aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$). Aluminium hidroksida yang berbentuk padatan disimpan dalam gudang penyimpanan (F-130) pada suhu 30°C dan tekanan 1 atm. Bahan ini diangkut menggunakan belt conveyor (J-131) menuju hopper (H-133) dengan bantuan bucket elevator (J-132).

Larutan asam fluosilikat (H_2SiF_6) 20% dari tangki penyimpanan (F-110) dipompa ke dalam tangki pengenceran (M-120) pada suhu 30°C dan tekanan 1 atm untuk diencerkan hingga konsentrasi 15% dengan penambahan air yang diperoleh dari air proses. Proses pengenceran ini bertujuan agar larutan aluminium fluorida yang terbentuk pada tahap reaksi berikutnya berada dalam kondisi jenuh. Jika jumlah air pada akhir reaksi tidak mencukupi, kristal aluminium fluorida dapat terbentuk di dalam reaktor (R-140) sehingga dapat mempersulit proses pemisahan antara aluminium fluoride dengan silika dioksida. Pengenceran asam fluosilikat bersifat eksotermis dan menghasilkan panas, sehingga keluar dari tangki pengenceran tidak perlu penambahan steam yang besar untuk memanaskan asam fluosilikat. Setelah proses pengenceran, asam fluosilikat dipompa dan dipanaskan menggunakan heater (E-122) sebelum dialirkan ke reaktor (R-140) untuk proses reaksi selanjutnya.



II.3.2 Pembentukan Aluminium Fluorida (AlF_3)

Larutan asam fluosilikat dari tangki pengenceran (M-120) dan aluminium hidroksida diumpangkan ke dalam reaktor alir tangki berpengaduk (RATB). Pemilihan jenis reaktor ini didasarkan pada kebutuhan proses yang melibatkan dua fase, yaitu cair dan padat. Reaksi yang terjadi di dalam reaktor adalah sebagai berikut:



Hasil reaksi di dalam reaktor menghasilkan larutan aluminium fluoride sebagai produk utama dan silika dioksida padat sebagai produk samping. Reaktor beroperasi pada suhu 65°C dan tekanan 1,013 bar dengan sistem operasi kontinyu. Reaksi bersifat eksotermis, sehingga reaktor dilengkapi dengan jaket pendingin berisi air untuk mempertahankan suhu pada 65°C . Apabila suhu reaktor turun dibawah 60°C aluminium fluoride dan silika dioksida akan mulai mengkristal yang menyebabkan proses pemisahan kedua senyawa tersebut menjadi lebih sulit. Dalam siklus operasinya, asam fluosilikat (H_2SiF_6) terlebih dahulu dimasukkan ke dalam reaktor (R-140). Selanjutnya, aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$) diumpangkan secara bertahap, sambil aliran asam fluosilikat tetap berjalan. Laju aliran aluminium hidroksida ditingkatkan pada waktu tertentu, dan kemudian terjadi reaksi yang berlangsung optimal. Reaksi berlangsung homogen karena $\text{Al}(\text{OH})_3$ tidak larut dalam air, melainkan dapat terlarut dalam asam fluosilikat (H_2SiF_6).

II.3.3 Pemisahan Silika Dioksida (SiO_2)

Produk utama dan produk samping yang dihasilkan dari reaktor berupa campuran padat-cair, yang kemudian dipisahkan menggunakan rotary drum vacuum filter (H-210). Proses ini bertujuan untuk memisahkan larutan aluminium fluoride dari slurry yang dominan mengandung padatan silika dioksida. Pemisahan silika (SiO_2) dari larutan penting dilakukan karena senyawa ini berpotensi menimbulkan kerak pada peralatan proses selanjutnya. Prinsip pemisahan dalam rotary drum vacuum filter (H-210) berdasarkan perbedaan tekanan yang dihasilkan oleh vakum. Perbedaan tekanan ini menyebabkan cairan yang dihasilkan dari reaktor melewati media filter dengan mudah, sementara padatan silika dioksida tertahan di permukaannya, membentuk lapisan cake yang kemudian dapat



dikeluarkan. Proses di rotary drum vacuum filter (H-210) menghasilkan dua aliran produk, yaitu padatan cake silikon dioksida dan larutan aluminium fluoride. Larutan aluminium fluoride kemudian dialirkan menuju tangki penampung (F-310) sebagai tempat penampungan sementara larutan aluminium fluoride sebelum di proses lebih lanjut.

Padatan silika dioksida dialirkan menggunakan screw conveyor (J-212) untuk mengurangi kandungan air dan kemudian dikeringkan menggunakan rotary dryer (B-220). Proses pengeringan dilakukan pada suhu 100°C dengan bantuan udara panas secara berlawanan. Udara panas dan padatan terikut kemudian dipisahkan menggunakan cyclone (H-223), dimana udara panas dibuang ke lingkungan, sedangkan padatan terikut diumpankan secara bersamaan dengan produk bawah rotary dryer (B-220) menuju screw cooling conveyor (J-224). Screw cooling conveyor (J-224) akan mendinginkan padatan silika dioksida sampai suhu 30°C menggunakan air pendingin. Kemudian silika dioksida diumpankan menuju ball mill (C-230) melalui bucket elevator (J-225) guna menghaluskan silika dioksida sampai dengan 200 mesh. Produk samping berupa silika dioksida kemudian disimpan di dalam silo (F-240) dan dapat dijual.

II.3.4. Pemurnian Aluminium Fluorida

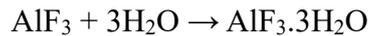
II.3.4.1 Kristalisasi AlF_3

Setelah proses filtrasi, larutan aluminium fluoride dari tangki penampung (F-310) dialirkan menuju Crystallizer (S-320) untuk mengkristalkan aluminium fluoride menjadi aluminium fluoride trihidrat ($AlF_3 \cdot 3H_2O$). Kristalisasi ini dilakukan dengan menurunkan suhu, yang menyebabkan kelarutan aluminium fluoride berkurang dan memungkinkan terbentuknya kristal. Selama kristalisasi, filtrat dikontakkan langsung dengan uap jenuh (saturated steam) dari bagian bawah crystallizer. Uap ini berfungsi untuk memanaskan filtrat sekaligus menguapkan sebagian air, sehingga konsentrasi aluminium fluoride meningkat.

Crystallizer beroperasi pada suhu 85°C selama 4,5 jam dan dilengkapi dengan jaket pemanas untuk menjaga suhu tetap stabil. Pada kondisi ini, kelarutan AlF_3 meningkat, memungkinkan lebih banyak AlF_3 larut hingga mencapai kondisi supersaturasi, yang diperlukan untuk pembentukan kristal. Selain itu, pemanasan



dengan steam juga bertujuan untuk meningkatkan porositas padatan AlF_3 , sehingga diharapkan menghasilkan produk dengan densitas curah yang rendah (low bulk density). Untuk menjaga filtrat tetap homogen dan mencegah pengendapan selama pemanasan, crystallizer (S-320) dilengkapi dengan agitator atau pengaduk. Reaksi yang terjadi dalam crystallizer adalah:



Setelah proses kristalisasi, Cake kristal aluminium fluorida trihidrat yang terbentuk kemudian dipompa menuju centrifuge (H-330) untuk memisahkan kristal aluminium fluorida trihidrat ($AlF_3 \cdot 3H_2O$) dari sisa mother liquor. Mother liquor ini merupakan larutan aluminium fluorida yang tidak terkristalisasi. Larutan mother liquor dari centrifuge (H-330) kemudian direcycle menuju crystallizer (S-320). Cake kristal aluminium fluorida trihidrat yang diperoleh dari centrifuge (H-330) kemudian dibawa menuju calciner (B-340) menggunakan screw conveyor (J-332) sebagai produk sementara.

II.3.4.2 Dehidrasi dan Pendinginan

Cake kristal aluminium flourida trihidrat dibawa ke calciner (B-340) dengan tujuan untuk mengubah padatan aluminium fluoride trihidrat sehingga menjadi padatan aluminium fluoride dengan cara dipanaskan. Bahan bakar yang digunakan di calciner adalah gas alam. Pada alat calciner (B-340), proses penghilangan kandungan trihidrat pada aluminium fluorida dibagi menjadi proses *drying* dan proses kalsinasi. Pada proses drying, aluminium fluorida trihidrat dipanaskan hingga $123^\circ C$ untuk menguapkan kandungan air bebasnya. Pada proses kalsinasi berlangsung dalam dua tahap. Tahap pertama melibatkan pemanasan hingga $272^\circ C$ untuk mengubah aluminium fluorida trihidrat menjadi aluminium fluorida hemidrat. Pada tahap kedua, suhu dinaikkan hingga $605^\circ C$ untuk mengubah aluminium fluorida hemihidrat menjadi aluminium fluorida anhidrat. Proses pemanasan ini menggunakan pemanasan secara tidak langsung. Reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi adalah sebagai berikut:





Kristal AlF_3 hasil dari calciner dialirkan menuju rotary cooler (E-350) untuk didinginkan menggunakan media udara pendingin. Pada saat keluar dari calciner, suhu padatan AlF_3 mencapai $180^{\circ}C$ sehingga perlu didinginkan terlebih dahulu sampai suhu $30^{\circ}C$ sebelum proses pengemasan. Proses pendinginan dengan udara dingin dilakukan secara langsung (direct contact) sehingga udara dingin yang keluar dari rotary cooler (E-350) mengandung padatan terikut. Udara dingin dan padatan terikut kemudian dipisahkan menggunakan cyclone (H-353), dimana udara dingin dibuang ke lingkungan, sedangkan padatan terikut diumpankan secara bersamaan dengan produk bawah rotary cooler (E-350) menuju ke screw conveyor (J-354). Pada screw conveyor (J-354), produk AlF_3 mengalami pendinginan lebih lanjut secara natural.

II.3.4.3 Pengemasan Produk

Produk AlF_3 yang telah melewati tahap pendinginan dipindahkan menggunakan screw conveyor (J-354) dan kemudian diumpankan dengan bucket elevator (J-355) menuju ball mill (C-360) untuk proses penghaluskan dan penyeragaman ukuran hingga mencapai 200 mesh. Setelah ukuran produk diseragamkan, produk kemudian disimpan di dalam silo (F-370) sebelum memasuki tahap pengemasan. Pengemasan produk dilakukan, setelah produk dianalisis dan dinyatakan bahwa produk telah memenuhi spesifikasi yang ditetapkan. Produk yang telah dikemas dalam bentuk karung atau bag kemudian disimpan di dalam gudang penyimpanan (F-380).