

BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam Proses

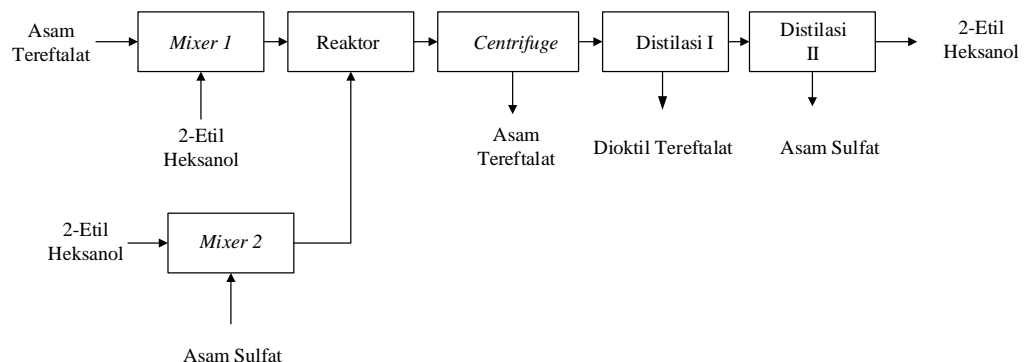
Proses produksi dioktil tereftalat dibedakan menjadi dua macam, antara lain:

- 1) Produksi Dioktil Tereftalat dengan Proses Esterifikasi
- 2) Produksi Dioktil Tereftalat dengan Proses Transesterifikasi

II.1.1 Produksi Dioktil Tereftalat dengan Proses Esterifikasi

Dioktil Tereftalat (DOTP atau *Di-(2-ethylhexyl) terephthalate*) dapat diproduksi menggunakan proses esterifikasi dengan mereaksikan bahan baku berupa asam tereftalat dan 2-etil heksanol yang termasuk dalam salah satu C₆₋₁₈ alkil monohidrat alkohol. Perbandingan mol dari asam tereftalat : 2-etil heksanol sebesar 1 mol : 2,5 mol. Reaksi ini dapat dilakukan dengan bantuan katalis seperti katalis asam seperti asam sulfat (H₂SO₄) dan katalis logam seperti titanium tetraisopropoxide (TIPT). Katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi reaksi dimana dapat meningkatkan elektrofilitas karbon pada gugus karbonil dan membuat oksigen pada alkohol lebih reaktif sehingga pembentukan ester dapat lebih cepat terbentuk (US 2015/0307435 A1).

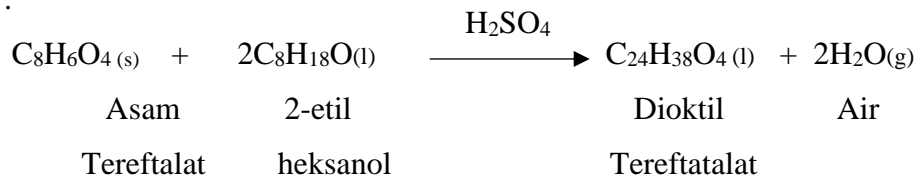
A. Proses Esterifikasi menggunakan Katalis Asam Sulfat (H₂SO₄)



Gambar II. 1 Diagram Alir Pembuatan Dioktil Tereftalat dengan Proses Esterifikasi Menggunakan Katalis Asam Sulfat

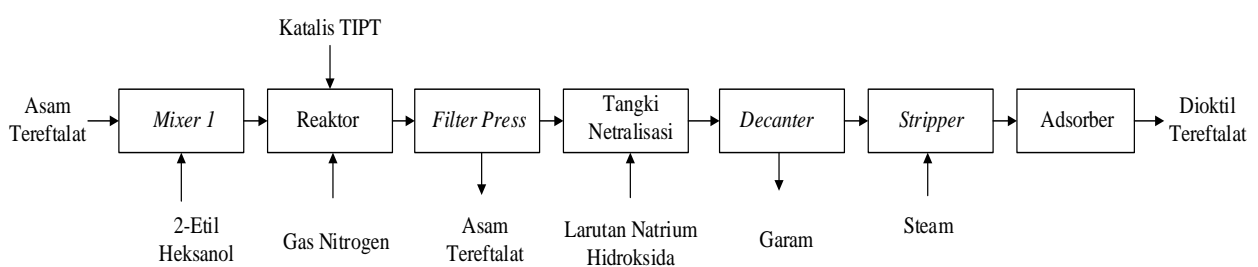
Pembuatan dioktil tereftalat dengan proses esterifikasi menggunakan katalis asam sulfat diawali dengan pemanasan 2-etil heksanol hingga suhu 149°C yang selanjutnya dicampurkan dengan bubuk asam tereftalat yang berukuran <50

micron. Pada tangki pencampuran ke-2 dilakukan pencampuran 2-etil heksanol dengan katalis asam sulfat untuk membentuk campuran alkohol/asam. Hasil keluaran masing-masing tangki pencampuran kemudian direaksikan ke dalam reaktor dengan tekanan 1 atm dan suhu reaksi 150°C. Persamaan reaksi sebagai berikut :



Reaksi tersebut berlangsung pada *Continous Stirred Tank Reactor* secara eksotermis dengan waktu tinggal 6 jam. Konversi reaksi yang terjadi dalam proses ini sebesar 98%. Setelah itu dioktil tereftalat telah terbebas dari air tetapi masih tercampur dengan padatan asam tereftalat yang tidak bereaksi dan 2-etil heksanol yang tersisa. Campuran ini dimasukkan kedalam centrifuge untuk memisahkan padatan asam tereftalat. Dioktil tereftalat yang masih bercampur dengan 2-etil heksanol dilakukan purifikasi dengan proses distilasi sehingga dioktil tereftalat akan menjadi produk bottom sedangkan 2-etil heksanol akan menguap dan dikondensasi pada kondensor. (US 2015/0307435 A1).

B. Proses Esterifikasi menggunakan Katalis Titanium Tetraisopropoxide (TIPT)

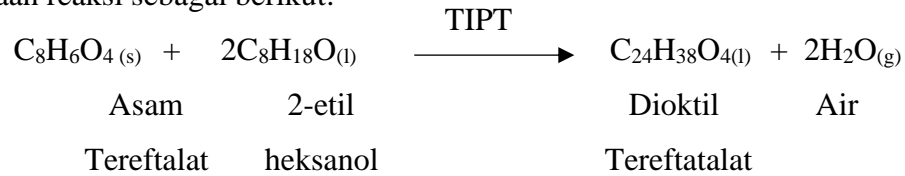


Gambar II. 2 Diagram Alir Pembuatan Dioktil Tereftalat dengan Proses Esterifikasi Menggunakan Katalis Titanium Tetraisopropoxide

Pembuatan Dioktil Tereftalat dengan proses esterifikasi menggunakan katalis TIPT direaksikan dalam reaktor berpengaduk dengan temperature maksimum 260°C dan tekanan operasi 3 atm. Asam tereftalat, 2-etil heksanol, dan

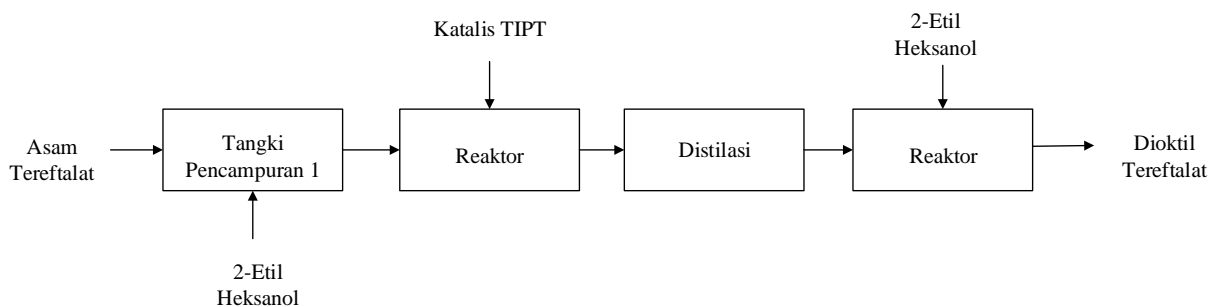


katalis TIPT direaksikan secara bersamaan dalam reaktor dengan total waktu reaksi mencapai 10,5 jam yang juga diinjeksikan gas nitrogen untuk penyerapan air. Persamaan reaksi sebagai berikut:



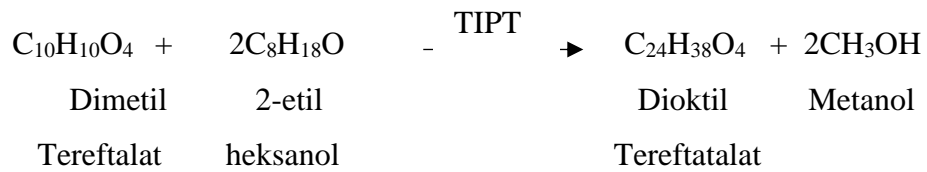
Campuran tersebut selanjutnya di filtrasi untuk menghilangkan asam tereftalat yang tidak bereaksi. Setelah itu, produk dinetralkan dengan penambahan 2,5% larutan NaOH untuk menetralkan katalis dan 2-etil heksanol berlebih akan dihilangkan melalui penurunan tekanan dan penggunaan steam. Produk dioktil tereftalat yang terbentuk kemudian diadsorbsi menggunakan *activated carbon* pada suhu 90°C dimana hasil konversi reaksi sebesar 80% (US 7,276,621 B2)

II.1.2 Produksi Dioktil Tereftalat dengan Proses Transesterifikasi



Gambar II. 3 Diagram Alir Pembuatan Dioktil Tereftalat dengan Proses Transesterifikasi Menggunakan Katalis Titanium Tetraisopropoxide

Dioktil tereftalat diproduksi dengan proses transesterifikasi menggunakan bahan baku berupa dimetil tereftalat (DMT) dan 2-etil heksanol dengan katalis Titanium Tetraisopropoxide (TIPT). Reaksi dilakukan dalam reaktor berpengaduk dengan temperatur 198°C dengan tekanan 1 atm. Persamaan reaksi:



Produk yang dihasilkan berupa dioktil tereftalat dan methanol dimana terjadi 2 tahapan lanjutan dalam proses ini. Tahapan pertama, methanol dipisahkan pada proses distilasi dengan suhu vapor mencapai 90°C sehingga konsentrasi metil ester mencapai kurang dari 20- 30%. Tahapan kedua, produk akan direaksikan kembali hingga suhu mencapai 220°C dan ditambahkan umpan alkohol monohidrat segar untuk menghasilkan produk yang mengandung dari 1% berat mono metil ester. Waktu reaksi mencapai 4 jam dengan menghasilkan % yield produk dioktil tereftalat mencapai 98,7% (konversi 94%) (JP2003238479A).



II.2 Seleksi Proses

Berdasarkan uraian macam proses pembuatan Dioktil Tereftalat di atas, maka dapat dilakukan seleksi pemilihan suatu proses dengan mempertimbangkan beberapa parameter pada tabel dibawah ini:

Tabel II. 1 Perbandingan Proses Esterifikasi dan Proses Transesterifikasi

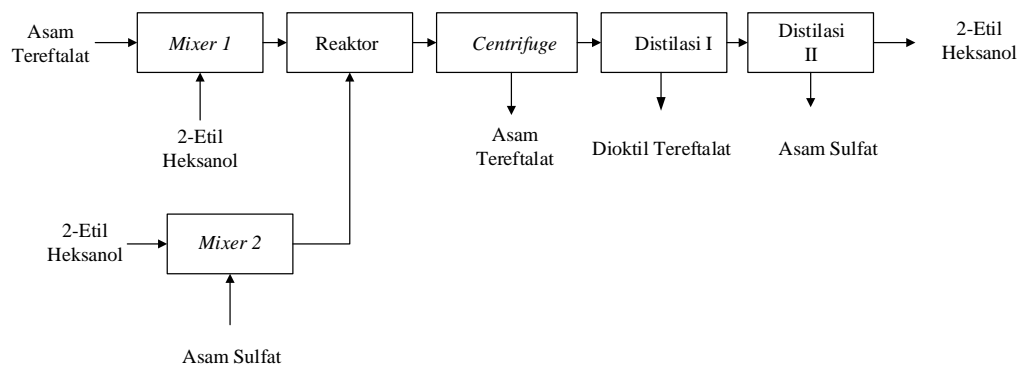
No	Parameter	Uraian Proses		
		Esterifikasi		Transesterifikasi
1	Katalis	Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	Titanium Tetraisopropoxide (TIPT)	Titanium Tetraisopropoxide (TIPT)
2	Konversi	98%	80%	94%
3	Tekanan Operasi (atm)	1 atm	1 atm	1 atm
4	Waktu Reaksi dalam Reaktor	6 jam	10,5 jam	4 jam
5	Temperatur Operasi dalam Reaktor	150 °C	260°C	220°C
6	Bahan Baku	Asam Tereftalat dan 2-Etil Heksanol	Asam Tereftalat dan 2-Etil Heksanol	Dimetil Tereftalat dan 2-Etil Heksanol
7	Produk	Dioktil Tereftalat dan Air	Dioktil Tereftalat dan Air	Dioktil Tereftalat dan Metanol
8	Perbandingan mol bahan baku	TPA : 2-EH = 1:2,5	TPA : 2-EH = 1:2,5	DMT : 2-EH = 1:2,5
	Literatur	(US 2015/0307435 A1)	(US 7,276,621 B2)	(JP2003238479A)

Berdasarkan tabel II.1 maka dipilih proses esterifikasi menggunakan katalis asam sulfat dengan bahan baku asam tereftalat dan 2-etil heksanol, dengan pertimbangan sebagai berikut:

1. Konversi reaksi untuk menghasilkan produk Dioktil Tereftalat mencapai 98% sehingga proses produksinya lebih efisien
2. Kondisi operasi dalam reaktor lebih rendah sehingga memerlukan energi yang lebih sedikit serta dapat mengurangi biaya operasional
3. Bahan baku berupa asam tereftalat dan 2-etil heksanol mudah didapatkan di Indonesia dengan jumlah yang memadai

II.3 Uraian Proses

Berikut ini proses pembuatan Dioktil Tereftalat dengan proses esterifikasi menggunakan katalis asam sulfat :



Gambar II. 4 Diagram Alir Pembuatan Dioktil Tereftalat dengan Proses Esterifikasi Menggunakan Katalis Asam Sulfat

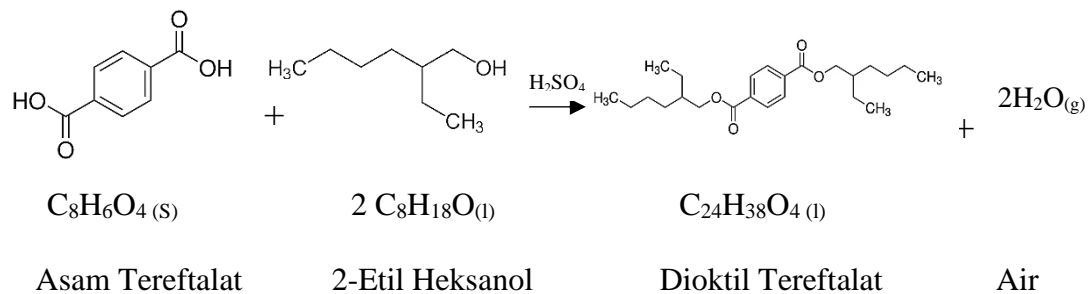
1) Tahap preparasi bahan baku

2-Ethyl hexanol dari tangki penyimpanan (F-110) dipanaskan menggunakan heater (E-112) pada suhu 149°C dan tekanan 1 atm. Asam tereftalat dari gudang penyimpanan (F-120) diumpankan ke dalam hopper (F-123) untuk diumpankan ke dalam Mixer (M-123). 2 Ethyl Heksanol dan Asam Tereftalat kemudian dicampurkan di dalam Mixer (M-123) untuk meningkatkan kelarutan asam tereftalat. Rasio massa asam tereftalat dan 2-etil heksanol yang

digunakan pada Mixer-1 (M-124) sebesar 1:1 untuk meningkatkan kelarutan asam tereftalat sebelum masuk reaktor (US 2015/0307435 A1). Katalis asam sulfat dari tangki penyimpanan (F-130) dicampurkan dengan 2 Etil Heksanol di dalam Mixer (M-133) lalu dipanaskan hingga 150°C. Jumlah katalis asam sulfat yang digunakan adalah sebanyak 1% dari total bahan baku (US 2015/0307435 A1). Keseluruhan bahan baku diumpankan ke dalam reaktor esterifikasi dengan jenis *Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR)* dengan jaket pendingin (R-210) yang beroperasi pada suhu 150°C dan tekanan 1 atm.

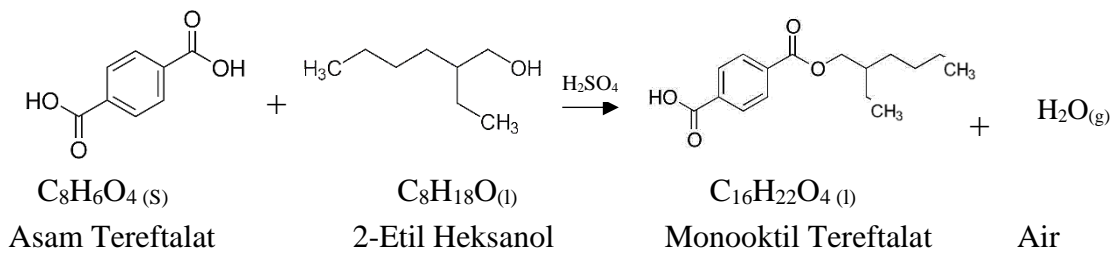
2) Tahap Reaksi

Reaksi esterifikasi asam tereftalat dan 2-etil heksanol menggunakan katalis asam sulfat ini berlangsung pada suhu 150°C dan tekanan 1 atm dengan waktu total reaksi 6 jam serta konversi reaksi total mencapai 98%. Reaksi pembentukan dioktil tereftalat ini menggunakan perbandingan mol asam tereftalat : 2-ethyl heksanol sebesar 1:2 dengan reaksi total sebagai berikut (US 2015/0307435 A1)

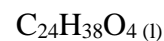
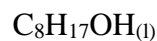
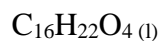
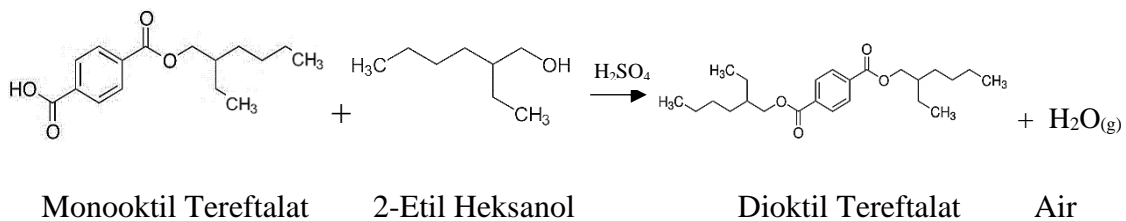


Mekanisme pembentukan dioktil tereftalat tersebut terjadi dalam dua tahapan reaksi yang berkelanjutan dimana pada tahap pertama dengan perbandingan mol asam tereftalat : 2-etil heksanol sebesar 1:1 terjadi pembentukan monoester yakni monoethyl terephthalate atau Mono-2-ethylhexyl terephthalate (MEHTP). Pada reaksi tahap 2, monoethyl terephthalate direaksikan kembali dengan 2-etil heksanol dengan perbandingan mol 1:1 sehingga terbentuk dioctyl terephthalate (DOTP) (Dazhuang, 2006).

Tahap pertama:



Tahap kedua:



Keluaran pada bagian atas reaktor merupakan uap air yang merupakan hasil samping dari reaksi dan selanjutnya dikondensasikan menggunakan kondensor (E-212) untuk dialirkan ke WTP. Hasil keluaran bawah reaktor berupa campuran produk dioctyl terephthalate (DOTP), asam tereftalat dan 2-etil heksanol yang tidak bereaksi, dan katalis asam sulfat.

3) Tahap Separasi

Produk keluaran bawah reaktor berupa campuran dioktil tereftalat, 2-etil heksanol, katalis asam sulfat, dan asam tereftalat yang tidak bereaksi yang selanjutnya dipisahkan menggunakan *Centrifuge* (H-310). Pada proses ini menghasilkan asam tereftalat akan masuk ke dalam fase bawah berupa cairan dengan densitas tinggi, H_2SO_4 , Dioktil Tereftalat, dan 2 Etil Heksanol akan masuk ke fase atas.

4) Tahap Purifikasi

Produk Dioktil Tereftalat, H_2SO_4 , dan 2-etil heksanol kemudian akan dipisahkan dalam Menara Distilasi I dimana H_2SO_4 dan 2-etil heksanol akan menguap dan masuk ke dalam kondensor yang nantinya akan dikondensasi dan disimpan di Akumulator sebelum di *recycle* sedangkan Dioktil Tereftalat akan menjadi produk bawah dan akan disimpan di tangki penyimpanan produk. Untuk H_2SO_4 , dan 2-etil heksanol akan dipisahkan dengan menggunakan Menara Distilasi



Pra – Rencana Pabrik Kimia

“Pabrik Dioktil Tereftalat dari Asam Tereftalat dan 2-Etil Heksanol dengan Proses Esterfikasi”

II dimana 2-etil heksanol akan menguap ke atas sedangkan untuk H_2SO_4 akan menjadi produk bawah dan akan disimpan dalam tangki penyimpanan H_2SO_4 .