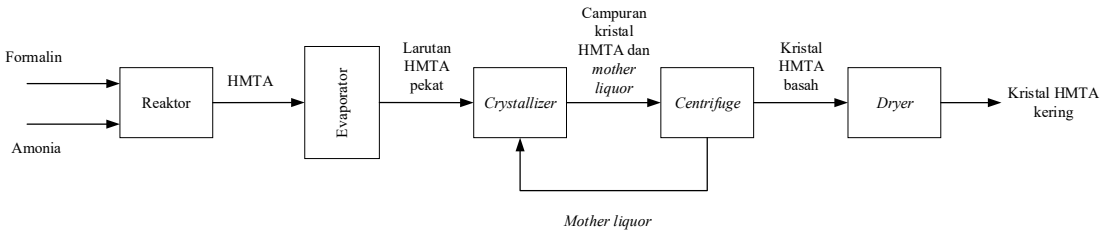
BAB II
SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1. Tinjauan Proses

Pembuatan hexametilenatetramina dapat dilakukan dengan cara mereaksikan amonia dan formalin menghasilkan air sebagai produk samping. Secara umum pembuatan heksametilentetramina dapat diproduksi dengan proses berikut ini:

1. Proses Weiss
2. Proses Maclean
3. Proses Millikan

II.1.1. Proses Weiss



Gambar II.1. Proses Weiss

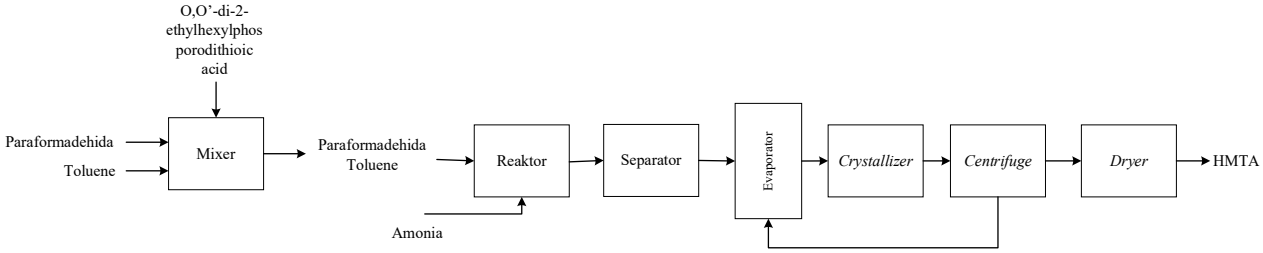
Proses Weiss dikembangkan oleh Samuel Weiss pada tahun 1968 dengan mereaksikan 30-50% formaldehida dan amonia. Larutan formaldehida dari tangki dialirkan pada reaktor, kemudian gas amonia dari tangki dialirkan pada bagian bawah reaktor. Pada reaktor terjadi reaksi antara formaldehida dengan amonia membentuk hexametilenatetramina (HMTA). Persamaan reaksi:

$$6CH_2O\ (l) + 4NH_3\ (g) \rightarrow C_6H_{12}N_4\ (s) + 6H_2O\ (l) + heat$$

Reaksi berlangsung pada tekanan 1 atm dan temperatur operasi 50-90°C dengan waktu tinggal 1-10 menit, dimana rentang pH antara 7.0-8.0. Reaksi memiliki yield 99% dan produk keluar reaktor berupa larutan hexametilenatetramina encer dengan

konsentrasi 25-35%. Larutan hexametilenatetramina kemudian dipekatkan pada evaporator. Selanjutnya, larutan hexametilenatetramina diumpankan ke dalam crystallizer. Kristal dan mother liquor kemudian keluar dari pan crystallizer untuk proses pemisahan cake dan filtrat. Filtrat berupa mother liquor akan kembali menuju evaporator, sedangkan kristal basah akan dialirkan ke rotary dryer (*United Stated Patent Office, 3538199, 1970*).

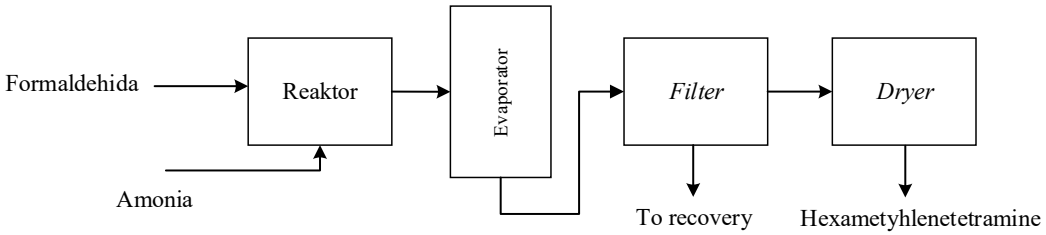
II.1.2. Proses Maclean



Gambar II.2. Proses Maclean

Proses Maclean dikembangkan oleh Alexander F. Maclean pada tahun 1949 dengan mereaksikan formaldehida dan amonia. Feed diumpankan menuju reaktor pada kondisi operasi 20-70°C selama 5-30 menit, dimana pH di range 7.0-8.0. Hasil dari reaksi kemudian diumpankan ke evaporator vakum pada temperatur dibawah 70°C dengan tekanan 20 inHg, yang berfungsi untuk memekatkan hexametilenatetramina. Kemudian, slurry hexametilenatetramina dipisahkan menggunakan centrifuge, dimana mother liquor akan didaur ulang kembali ke evaporator untuk memekatkan sisa hexametiletntetramina dalam larutan. Hexametilenatetramina dalam bentuk cake dikeringkan dengan dryer. Pada proses ini menghasilkan yield 90-95% dengan kadar produk 98%. (*United Stated Patent Office, 2640826, 1953*).

II.1.3. Proses Millikan



Gambar II.3. Proses Millikan

Proses Millikan dikembangkan oleh Allen F. Millikan pada tahun 1960 dengan mereaksikan formaldehida dan amonia pada suatu reaktor dengan suhu 60°C. Pada proses 4 mol amonia bereaksi dengan 6 mol formaldehida (dalam bentuk paraformaldehida) yang terlarut dalam suspensi hidrokarbon ringan, menghasilkan 1 mol hexamine dan 6 mol air sebagai produk samping. Secara umum, campuran amonia, paraformaldehida, dan hidrokarbon hanya dipanaskan untuk memproduksi hexametilenatetramina. Setelah bereaksi selama 20 menit, larutan diuapkan untuk meningkatkan konsentrasi produk yang dihasilkan. Selanjutnya, hexametilenatetramina diumpankan ke dalam centrifuge. Paraformaldehida padat didispersikan dalam hidrokarbon ringan, dan gas amonia kering dialirkan melalui campuran tersebut. Hidrokarbon yang digunakan sebagai media reaksi dapat berupa hidrokarbon ringan yang sesuai, seperti minyak mineral ringan, atau hidrokarbon murni seperti pentana, heksana, benzena, atau toluena. Reaksi antara amonia dan paraformaldehida sangat eksotermik dengan temperatur 50-90°C, tergantung pada jenis dan jumlah media reaksi hidrokarbon yang digunakan. Reaksi sebaiknya dilakukan pada titik didih azeotrop air-hidrokarbon atau dalam kondisi refluks total untuk hidrokarbon murni agar dapat memfasilitasi penghilangan air sebagai produk samping (*United Stated Patent Office, 3061608, 1962*).

II.2. Seleksi Proses

Setiap pabrik tentunya memiliki parameter dalam menentukan proses mana yang sesuai untuk menghasilkan produk. Untuk merancang suatu pabrik terdapat banyak tahapan yang harus dipersiapkan. Salah satunya adalah seleksi proses. Seleksi proses berarti memilih prosedur yang dapat diterapkan pada produk yang ingin dihasilkan. Tabel berikut ini menunjukkan proses yang dipilih dari proses-proses yang telah diuraikan sebelumnya.

Tabel II.1. Seleksi Proses Hexametilenatetramina

Parameter	Proses		
	Millikan	**MacLean**	**Weiss**
Bahan Baku	Amonia-Paraformaldehida	Amonia - Formaldehida	Amonia - Formaldehida
Fase	Gas-Cair	Gas - Cair	Gas - Cair
Yield	99%	90 - 95%	99%
Temperatur Reaksi	50 - 90°C	20 - 70°C	50 -90°C
Waktu Reaksi	20 menit	5 - 30 menit	1 - 10 menit
Katalis	O,O'-di-2-ethylhexylphosphorodithioicacid	-	-
Kadar Produk	95%	98%	99%
Proses	Rumit	Sederhana	Sederhana
Konversi	-	-	99,9%

Berdasarkan tabel II.1., maka dapat disimpulkan bahwa proses yang dipilih untuk pembuatan hexametilenatetramina (HMTA) dari amonia dan formaldehida dalam fase cair (formalin) dengan proses Weiss dengan beberapa faktor pertimbangan yaitu:

1. Bahan baku tidak menggunakan paraformaldehida sehingga tidak perlu untuk disuspensikan terlebih dahulu
2. Proses yang dilakukan lebih mudah
3. Kondisi operasi yang digunakan terbilang cukup singkat selama 1-10 menit
4. Nilai yield dan konversi keluar reaktor yang diperoleh lebih tinggi yaitu 99% dan 99,9%

II.3. Uraian Proses

Pembuatan hexametilenatetramina (HMTA) dari amonia dan formalin dengan proses Weiss dapat dilakukan dengan 3 tahapan proses yaitu:

1. Persiapan bahan baku
2. Proses reaksi
3. Proses pemisahan dan pemurnian produk

II.3.1. Persiapan Produk

Bahan baku yang digunakan untuk memproduksi hexametilenatetramina adalah amonia dan formalin. Amonia diperoleh dari PT. Petrokimia Gresik, sedangkan formalin disuplai dari PT Intanwijaya Internasional, Semarang dengan komposisi sebagai berikut:

Tabel II.2. Komposisi Amonia

No.	Komposisi	% Berat
1.	NH_3	99,5%
2.	H_2O	0,5%
Total		**100%**

Tabel II.3. Komposisi Formalin

No.	Komposisi	% Berat
1.	CH_2O	37%
2.	CH_3OH	2,5%
3.	H_2O	60,5%
Total		**100%**

II.3.2. Proses reaksi

Larutan formalin 37% dari tangki dialirkan pada reaktor, kemudian gas amonia dari tangki dialirkan pada bagian bawah reaktor melalui sparger. Perbandingan amonia dan formalin pada proses ini adalah 0,673 : 1 mol rasio (*United State Patent Office No. 3538199, 1970*). Pada reaktor terjadi reaksi antara formalin dengan amonia membentuk hexametilenatetramina. Reaksi yang terjadi :

$$6CH_2O\ (l) + 4NH_3\ (g) \rightarrow C_6H_{12}N_4\ (s) + 6H_2O\ (l) + heat$$

Reaksi berlangsung pada tekanan 1 atm dan suhu operasi 75°C dengan waktu tinggal 10 menit. Reaksi memiliki konversi sebesar 99,9% dan produk keluar reaktor berupa larutan Hexametilenatetramina encer dengan konsentrasi 25%.

II.3.3. Proses pemisahan dan pemurnian produk

Larutan hexametilenatetramina dimasukkan ke dalam flash drum untuk dipisahkan dari kandungan metanol dengan kondisi operasi flash drum yaitu tekanan vakum dan suhu 75°C. Kemudian larutan hexametilenatetramina yang bebas metanol akan dipekatkan pada evaporator pada tekanan vakum dengan suhu operasi 90°C. Kemudian larutan hexametilenatetramina yang telah dipekatkan dimasukkan ke dalam crystallizer dengan kondisi tekanan 1 atm dan suhu operasi 30°C. Produk dari crystallizer kemudian dialirkan menuju centrifuge untuk proses pemisahan antara cake dan filtrat. Filtrat yang berupa mother liquor akan direcycle kembali menuju evaporator, sedangkan cake (kristal basah) akan dialirkan menuju rotary dryer melalui screw conveyor. Kemudian kristal dikeringkan menggunakan

rotary dryer dengan bantuan udara panas secara counter-current dengan suhu 60°C. Udara panas dan padatan yang terbawa akan dipisahkan dengan alat cyclone, dimana udara panas dibuang menuju lingkungan, sedangkan padatan yang terpisah dialirkan bersamaan dengan produk bawah rotary dryer menuju cooling conveyor untuk didinginkan hingga mencapai suhu kamar. Kemudian dialirkan dengan bucket elevator menuju ball mill untuk dikecilkan ukurannya. Kemudian kristal hexametilenatetramina diayak dengan screen ukuran 100 mesh. Produk *undersize* akan menuju ke silo hexametilenatetramina sebagai produk akhir. Sedangkan produk *oversize* akan diumpankan kembali ke dalam ball mill.