



BAB II

URAIAN DAN PEMILIHAN PROSES

II.1 Jenis-Jenis Proses

Macam proses pembuatan Asam Sulfamat dibagi menjadi beberapa macam, yaitu:

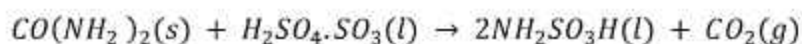
1. Proses Reaksi *Urea dan Oleum*
2. Proses Reaksi *Sulfur Trioksida dan Ammonia*
3. Proses Reaksi *Asam Klorosulfonat dan Amonia*

II.1.1 Proses Reaksi *Urea dan Oleum*



Gambar II. 1 Uraian Proses Reaksi Urea dan Oleum

Proses ini menggunakan bahan baku berupa Urea dengan Oleum. Berdasarkan pada US Patent No. 2191754 dijelaskan bahwa reaksi urea dengan oleum dapat dilakukan pada suhu 60-65 °C dengan konsentrasi oleum berkisar pada 20-28%. Reaksi pada proses ini merupakan reaksi eksoterm. Konsentrasi oleum yang lebih besar dapat menyebabkan reaksi sangat eksotermis dan berlangsung terlalu cepat serta pembentukan produk samping yang berlebih. Reaksi yang terjadi pada proses ini sebagai berikut :



Berdasarkan pada AU Patent No. 2018102002A4 merupakan pengembangan terbaru dari reaksi antara urea dan oleum. Tahapan proses yang terjadi adalah mereaksikan urea dengan oleum didalam reaktor berpengaduk pada suhu 60°C. Reaksi berlangsung homogen dimana reaksi akan berhenti ketika karbon dioksida tidak dihasilkan kembali. Proses kristalisasi terjadi didalam crystallizer dengan menggunakan natrium sulfat sebagai pelarut. Setelah bahan mengkristal kemudian dipisahkan menggunakan centrifuge menghasilkan crude sulfamic acid.



Proses pemurnian dilakukan kembali menggunakan teknik rekristalisasi dengan tahap awal melarutkan crude sulfamic acid di dalam air pada suhu 80°C . setelah semua Kristal larut kemudian larutan dipindahkan ke crystallizer dengan etanol sebagai pelarut. Produk dari recrystallizer dilakukan pemisahan kembali menggunakan centrifuge yang kemudian akan dikeringkan. Produk yang telah dikeringkan akan menghasilkan asam sulfamat dengan kemurnian lebih tinggi.

II.1.2 Proses Reaksi Sulfur Trioksida dan Ammonia

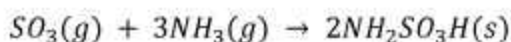


Gambar II. 2 Uraian Proses Reaksi Sulfur Trioksida dan Ammonia

Proses ini menggunakan bahan baku berupa Sulfur Trioksida dan Amonia. Berdasarkan US Patent No. 4107279A menjelaskan proses pembentukan asam sulfamat dari sulfur trioksida dan amonia. Produk dari hasil reaksi akan berbentuk lelehan dan ditambahkan asam mineral seperti asam nitrat sebagai proses purifikasi. Proses yang terjadi adalah amonolisis yaitu sulfur trioksida bereaksi dengan amonia pada suhu sekitar $200-220^{\circ}\text{C}$ dan pada tekanan 6-10 atm akan menghasilkan produk asam sulfamat. Reaksi yang terjadi antara sulfur trioksida dan amonia pada proses ini dapat dilihat sebagai

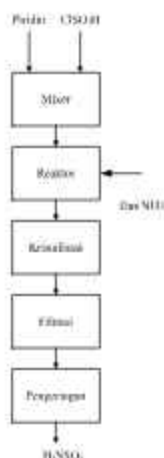


berikut:



Produk hasil reaksi didinginkan sampai suhu 150°C lalu ditambahkan larutan asam nitrat 60% dengan suhu 60°C yang sambil dilakukan pengadukan. Larutan suspensi kemudian dilakukan pendinginan hingga suhu -10°C sampai terjadi pengendapan asam sulfamat yang telah berbentuk kristal. Produk yang telah terbentuk kristal dilakukan pencucian dengan larutan asam nitrat 60% dengan suhu -10°C . Tahapan terakhir dari proses ini adalah pengeringan untuk memisahkan produk asam sulfamat padat dengan larutan asam nitrat. Kemurnian asam sulfamat yang dihasilkan pada paten ini adalah 99,80%.

II.1.3 Proses Proses Reaksi Asam Klorosulfonat dan Amonia

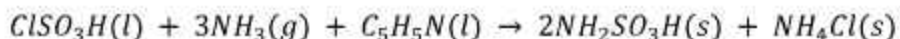


Gambar II. 3 Uraian Proses Reaksi Asam Klorosulfonat dan Amonia

Proses ini menggunakan bahan baku berupa asam klorosulfonat dan amonia. Berdasarkan US Patent No. 4490345 menjelaskan proses pembentukan asam sulfamat dari asam klorosulfonat dan amonia. Tahapan dari proses yang terjadi adalah pelarutan asam klorosulfonat dalam pelarut organik dan proses amonolisis yaitu memberikan gas amonia terhadap larutan. Sistem reaksi yang digunakan adalah circulation loop. Proses pelarutan asam klorosulfonat menggunakan senyawa piridin sebagai pelarut organik, asam klorosulfonat memiliki warna hitam dan piridin tidak berwarna, ketika telah



larut dengan sempurna akan menghasilkan warna kuning. Hasil dari proses pelarutan dialirkan menuju reaktor selanjutnya akan diinjeksikan gas amonia untuk proses amonolisis, ketika telah terjadi reaksi secara sempurna akan menghasilkan partikel bubuk berwarna putih yang tersuspensi didalam larutan. Reaksi yang terjadi pada proses ini sebagai berikut :



Hasil reaksi menunjukkan bahwa akan terjadi pembentukan produk utama asam sulfamat dan produk samping yaitu amonium klorida. Setelah proses amonolisis dilakukan tahap pemisahan menggunakan dryer untuk memisahkan produk padatan dan residu pelarut yang dapat digunakan kembali. Pemisahan antara asam sulfamat dan amonium klorida dilakukan setelah pengeringan dengan melakukan teknik pemisahan rekristalisasi.



II.2 Seleksi Proses

Bahan Baku	Urea dan Oleum	Sulfur Trioksida dan Amonia	Asam Klorosulfonat + Amonia
Kondisi Operasi	T = 40–80 °C	T = 200–220 °C	T = 0–30 °C
Kemurnian Produk	> 99,00%	99,70%	99,50%
Ketersediaan Bahan Baku	Tersedia di Indonesia	SO ₃ terbatas di Indonesia	Asam Klorosulfonat tidak tersedia di Indonesia
Kelebihan	Konsumsi energi lebih kecil karena operasi pada suhu & tekanan rendah	Kemurnian produk tinggi (\approx 99,7%)	Kondisi operasi ringan karena memiliki suhu rendah, tidak perlu tekanan tinggi
	Lebih mudah dioperasikan dan peralatan lebih sederhana karena tahapan proses sederhana	Reaksi berlangsung sangat cepat sehingga waktu tinggal di reaktor lebih singkat	
	Urea tersedia banyak di Indonesia sehingga biaya bahan baku relatif rendah		
Kekurangan	Oleum bahan yang korosif sehingga membutuhkan material peralatan khusus yang tahan asam	Membutuhkan suhu & tekanan tinggi sehingga konsumsi energi besar	Asam Klorosulfonat tidak tersedia di Indonesia dan tidak ada pengembangan proses

Tabel II.1 Perbandingan Proses Pembuatan Asam Sulfamat



Berdasarkan Tabel II.1 Perbandingan Proses Pembuatan Asam Sulfamat yaitu Reaksi Urea dan Oleum, Reaksi Sulfur Trioksida dan Amonia, dan Reaksi Asam Klorosulfonat dan Amonia. Pemilihan proses Reaksi Urea dan Oleum dipertimbangkan dalam prarancangan pabrik untuk produksi Asam Sulfamat. Hal ini dikarenakan :

1. Kondisi operasi tidak terlalu beresiko karena suhu reaksi dan tekanan yang digunakan lebih kecil dari proses lainnya.
2. Proses kristalisasi menggunakan pelarut natrium sulfat yang meningkatkan kemurnian produk akhir dibanding proses lainnya yang membutuhkan pengolahan tambahan yang lebih kompleks.

II.3 Uraian Proses



Gambar II.4 Diagram Alir Proses Pabrik Asam Sulfamat dari Urea dan Oleum

Pembuatan Asam Sulfamat dilakukan dengan proses sulfonasi, kristalisasi, dan rekristalisasi menggunakan bahan baku urea $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, oleum ($\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_7$), natrium sulfat (Na_2SO_4), dan etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$). Proses sulfonasi dilakukan untuk menghasilkan asam sulfamat fase liquid yang kemudian selanjutnya diproses pada tahap kristalisasi dan rekristalisasi untuk menghasilkan padatan kristal asam sulfamat dengan kemurnian yang tinggi.

1. Proses Sulfonasi

Urea ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) dalam bentuk padatan kristal dari Hopper di umpan ke dalam Reactor dengan menggunakan Screw Conveyor. Secara perlahan oleum ($\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_7$) ikut ditambahkan ke dalam Reactor dengan menggunakan pompa. Pada proses sulfonasi, reaktor yang digunakan adalah reaktor tipe Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR) yang dilengkapi dengan sistem jacket pendingin. Jacket pendingin berfungsi untuk mendinginkan panas reaksi karena reaksi berjalan secara eksotermis. Reaksi dilakukan pada tekanan 1 atm dan reaksi terus dilakukan pada suhu reaktor mencapai 60°C . Terjadi reaksi dalam sebagai



berikut:



Reaksi pertama yaitu reaksi antara urea ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$) dengan fuming asam sulfat ($\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{SO}_3$) membentuk produk crude asam sulfamat dan karbon dioksida (CO_2). Hasil produk asam sulfamat dari Reaktor dialirkan menuju Crystallizer untuk melanjutkan tahap selanjutnya yaitu proses kristalisasi. Adapun karbon dioksida (CO_2) berupa gas yang keluar dari Reaktor di tampung kedalam tangki penampung sehingga dapat dijual.

2. Proses Kristalisasi

Crude asam sulfamat dengan suhu 60°C yang keluar dari Reaktor dipompa menuju crystalizer. Proses kristalisasi dalam Crystallizer berlangsung pada 30°C dan tekanan 1 atm. Crude asam sulfamat dilakukan proses kristalisasi menggunakan pelarut natrium sulfat (Na_2SO_4). Padatan natrium sulfat (Na_2SO_4) dari Hopper dibawa oleh Screw Conveyor dan Bucket elevator menuju Mixing Tank untuk proses pelarutan. Pada waktu bersamaan, H_2O dari Tangki dipompakan menuju Mixing Tank. Proses pelarutan dilakukan pada suhu ruang 30°C dan tekanan 1 atm. Natrium sulfat (Na_2SO_4) dari Mixing Tank diumpkan menuju Crystallizer dengan pompa menuju Crystallizer. Pada Crystallizer ditambahkan cooling water untuk menghasilkan produk yang terkristalisasi secara sempurna dan untuk menjaga agar suhu reaksi rendah. Produk keluaran Crystallizer selanjutnya dialirkan menuju Centrifuge untuk memisahkan crude asam sulfamat dari sisa larutan pada proses sebelumnya seperti oleum, urea dan natrium sulfat. Crude asam sulfamat dari centrifuge selanjutnya diumpangkan menuju dissolving tank untuk dilarutkan kembali.

3. Proses Rekrystalisasi

Setelah dilakukan proses dissolving, produk keluaran Dissolving Tank berupa larutan asam sulfamat selanjutnya diumpangkan menuju Crystallizer. Proses rekrystalisasi menggunakan pelarut berupa etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$) yang diumpangkan dari Tangki. Pada Crystallizer ditambahkan cooling water untuk



menjaga kondisi operasi dan untuk menghasilkan produk asam sulfamat yang terkristalisasi lebih sempurna. Proses rekristalisasi berlangsung pada suhu 30°C dan tekanan 1 atm. Keluaran Crystallizer selanjutnya dialirkan kembali menuju Centrifuge untuk memisahkan asam sulfamat dari sisa larutan pada proses rekristalisasi yaitu etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$) dan H_2O . Produk asam sulfamat selanjutnya dilakukan proses pengeringan menggunakan Rotary Dryer untuk menguapkan H_2O sehingga menghasilkan produk asam sulfamat padat yang telah bersih. Proses pengeringan dilakukan pada suhu 90°C dan tekanan 1 atm. Setelah melewati proses pengeringan, padatan kristal asam sulfamat dibawa ke Cooling Conveyor dengan suhu 25°C dan tekanan 1 atm. Kemudian padatan tersebut dibawa menggunakan Bucket Elevator untuk selanjutnya diumpankan ke dalam Silo untuk kemudian dikemas dan didistribusikan.

4. Pengolahan limbah

Proses pembuatan asam sulfamat ini menghasilkan gas CO_2 yang berasal dari Reactor dan limbah cairan yang berasal dari Centrifuge. Gas CO_2 diubah fasenya menjadi liquid menggunakan compressor dan ditampung di tangki penampungan sehingga menjadi produk samping yang dapat dijual kembali. Etanol keluaran kristalizer ditampung dalam tangki untuk dijual kembali. Sedangkan limbah cairan berupa natrium sulfat, asam sulfat, dan impurities lainnya dialirkan menuju Waste Treatment untuk diolah hingga limbah tersebut aman bagi penduduk, lokasi pembangunan, dan area tanam seperti persawahan.