



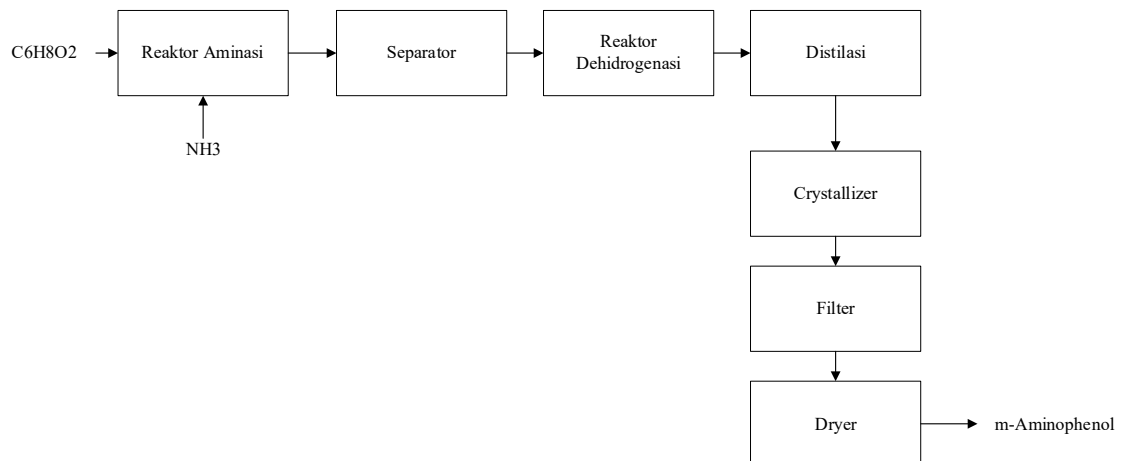
BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam-Macam Proses

Terdapat dua macam proses utama yang digunakan dalam pembuatan m-aminophenol, yang dibedakan berdasarkan jenis bahan baku utama yang digunakan. Kedua proses ini telah dikenal dan diterapkan dalam skala industri maupun semi-industri, meskipun memiliki karakteristik teknologi, kondisi operasi, dan dampak lingkungan yang berbeda. Proses pertama menggunakan sikloheksandion dan ammonia sebagai bahan baku, yang dikombinasikan dengan katalis Paladium. Proses kedua menggunakan resorcinol sebagai bahan baku utama dengan gas amonia sebagai sumber gugus amino. Secara komersial, kedua proses tersebut memiliki peranan penting dalam sejarah produksi m-aminophenol. Oleh karena itu, pemilihan proses menjadi salah satu faktor penting dalam perancangan dan pengembangan industri m-aminophenol.

1. Proses dehidrogenasi katalitik 3-Amino-2-Cyclohexene-1-One menggunakan katalis paladium



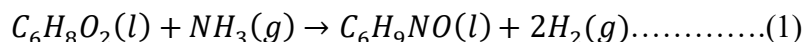
Gambar II. 1 Blok Diagram Proses Dehidrogenasi Katalitik

Bahan baku utama proses ini adalah 3-amino-2-sikloheksen-1-on, yang diperoleh terlebih dahulu dari reaksi antara sikloheksandion (cyclohexanedione) dan ammonia. Pembentukan senyawa 3-amino-2-sikloheksen-1-on diperoleh reaksi sebagai berikut :

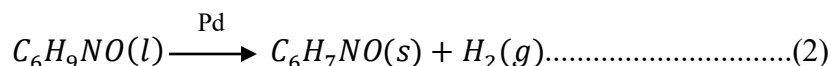


PRA RANCANGAN PABRIK

"PABRIK M- AMINOPHENOL DENGAN PROSES SUBSTITUSI LARUTAN RESORCINOL DENGAN GAS AMMONIA KAPASITAS 60.000 TON/TAHUN"

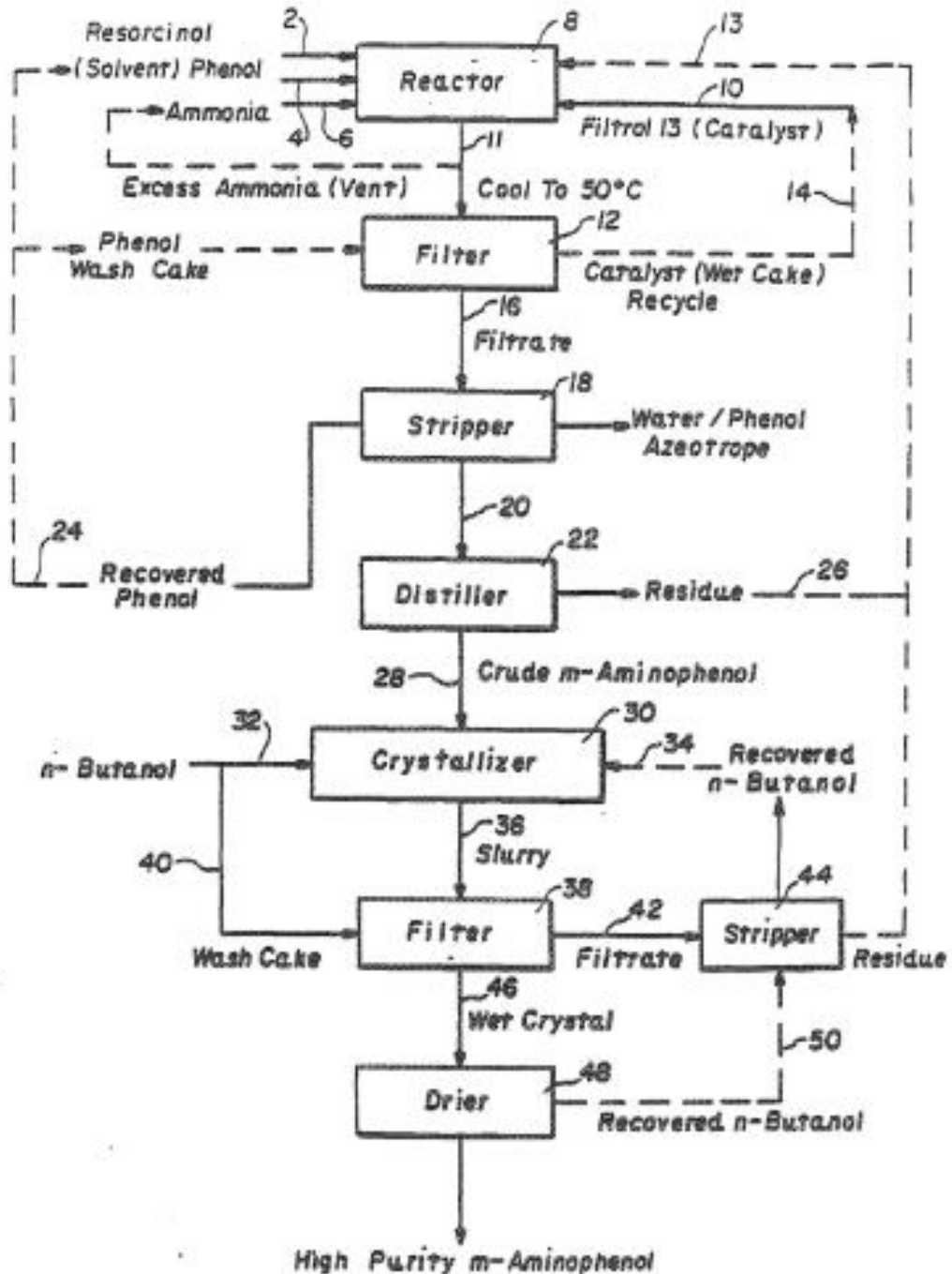


Senyawa 3-amino-2-sikloheksen-1-on tersebut kemudian dikonversi menjadi m-aminophenol melalui reaksi dehidrogenasi, di mana cincin sikloheksenon teraromatisasi menjadi cincin fenol. Reaksi utama yang terjadi dapat dinyatakan sebagai berikut :



Proses dehidrogenasi dilakukan dalam fase cair menggunakan pelarut inert bertitik didih tinggi, seperti *triethylene glycol diethyl ether*, dengan katalis logam dehidrogenasi. Proses ini menggunakan katalis paladium (Pd) yang didukung pada karbon aktif, meskipun katalis lain seperti platinum atau nikel juga dapat digunakan. Kondisi operasi reaksi berada pada suhu tinggi 150–300 °C, dengan kondisi optimum sekitar 170–240 °C, serta tekanan dari atmosfer hingga sekitar 20 atm dalam atmosfer inert (misalnya nitrogen) untuk menekan reaksi samping. Setelah reaksi selesai, katalis dipisahkan melalui filtrasi, pelarut dihilangkan dengan distilasi vakum, dan produk m-aminophenol dimurnikan lebih lanjut melalui distilasi atau kristalisasi

2. Proses substitusi resorcinol dengan gas ammonia menggunakan katalis zeolit



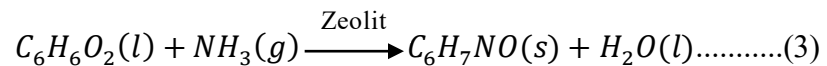
Gambar II. 2 Blok Diagram Proses Substitusi



PRA RANCANGAN PABRIK

"PABRIK M- AMINOPHENOL DENGAN PROSES SUBSTITUSI LARUTAN RESORCINOL DENGAN GAS AMMONIA KAPASITAS 60.000 TON/TAHUN"

Bahan baku utama proses ini adalah resorsinol ($C_6H_6O_2$) dan amonia anhidrat (NH_3), dengan pelarut seperti fenol, toluena, xilena, atau trimetilbenzena. Reaksi berlangsung dalam kondisi anhidrat pada reaktor bertekanan dengan katalis aluminosilikat berupa zeolit. Kondisi operasi reaksi berada pada rentang suhu 175–275 °C, dengan kondisi optimum sekitar 200–240 °C. Rasio mol resorcinol terhadap amonia dijaga pada kisaran 1:1 hingga 1:5 untuk memperoleh konversi dan selektivitas tinggi terhadap pembentukan m-aminophenol serta menekan terbentuknya produk samping seperti m-fenilendiamina. Reaksi utama yang berlangsung dapat dinyatakan sebagai berikut :



Setelah reaksi selesai, campuran reaksi didinginkan dan katalis dipisahkan melalui filtrasi, kemudian dicuci dan diregenerasi untuk digunakan kembali. Filtrat selanjutnya diproses melalui distilasi bertahap untuk menghilangkan air reaksi dan pelarut, yang sebagian besar dapat direcycle ke dalam sistem. Produk kasar m-aminophenol kemudian dimurnikan menggunakan distilasi vakum dan rekristalisasi dengan pelarut seperti metanol, etanol, atau n-butanol untuk memperoleh m-aminophenol dengan kemurnian tinggi sekitar 97–99%. Proses ini dirancang dengan sistem daur ulang pelarut dan bahan baku yang tidak bereaksi, sehingga lebih efisien secara ekonomi dan lebih ramah lingkungan (Dressler, 1991).



PRA RANCANGAN PABRIK

"PABRIK M- AMINOPHENOL DENGAN PROSES SUBSTITUSI LARUTAN RESORCINOL DENGAN GAS AMMONIA KAPASITAS 60.000 TON/TAHUN"

II.2 Pemilihan Proses

Berdasarkan proses yang dilakukan terhadap proses pembentukan m-aminophenol, dapat dibuat perbandingan sebagai berikut :

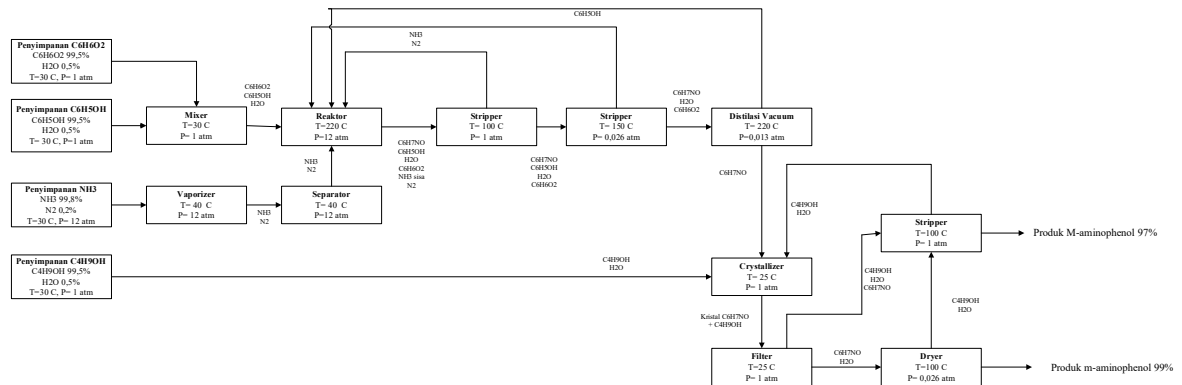
Tabel II. 1 Pemilihan Proses

No.	Parameter	Macam-Macam Proses	
		Proses dehidrogenasi katalitik 3-Amino-2-Cyclohexene-1-One	Proses substitusi larutan resorcinol dengan gas ammonia
1.	Bahan Baku	Sikloheksandion dan ammonia	Resorcinol (yang dilarutkan dengan fenol) dan gas ammonia
2.	Waktu Proses	5 jam	5 jam
3.	Yield	80 – 95% w/w	85-90%w/w
4.	Kemurnian Produk	80%w/w	97-99%w/w
5.	Katalis	Paladium (Pd)	Zeolit
6.	Kondisi Operasi	170°C – 240°C 20 atm	200°C – 240°C 13 atm

Berdasarkan perbandingan proses yang telah dijelaskan, proses pembuatan m-aminophenol menggunakan katalis zeolit dipilih sebagai proses yang paling sesuai. Alasan pemilihan ini adalah sebagai berikut:

- Waktu yang diperlukan untuk menghasilkan produk lebih cepat sehingga efisiensi waktu
- Yield produk yang dihasilkan cukup tinggi
- Produk mengandung kemurnian yang lebih tinggi sehingga kandungan pengotor semakin kecil
- Peralatan yang digunakan lebih sederhana dengan efisiensi tinggi
- Menggunakan katalis zeolit sehingga memperkecil biaya katalis.

II.3 Uraian Proses



Gambar II. 3 Diagram Alir Proses Pembuatan m-Aminophenol

1. Tahap Persiapan Bahan Baku

Bahan baku utama yang digunakan adalah resorcinol padat, amonia cair, dan zeolit sebagai katalis. Resorcinol dan zeolit, disimpan dalam tangki penyimpanan terpisah pada suhu 30°C serta tekanan 1 atm, sedangkan fenol disimpan dalam tangki penyimpanan pada suhu 30°C serta tekanan 1 atm. Sementara itu, amonia cair disimpan dalam tangki penyimpanan yang dioperasikan pada tekanan 12 atm dan suhu 30 °C. Selanjutnya, resorcinol dilarutkan dengan fenol di mixer yang bekerja pada suhu 50 °C dan tekanan 1 atm. Amonia cair dialirkan menggunakan pompa dari tangki ke vaporizer untuk diuapkan pada suhu 40 °C dan tekanan 12 atm, lalu dipanaskan lebih lanjut hingga suhu 220 °C sebelum diumpankan ke reaktor.

2. Tahap Pembentukan m-Aminophenol

Tahap pembentukan m-aminophenol diawali dengan reaksi antara resorsinol dan amonia di dalam reaktor. Resorsinol terlebih dahulu dilarutkan dalam pelarut fenol, kemudian dialirkan bersama gas amonia ke dalam reaktor yang berisi katalis padat (zeolit). Reaksi berlangsung pada fase cair-gas menghasilkan m-aminophenol pada suhu 220 °C di dalam reaktor bertekanan. Tekanan operasi bersifat autogen dan berada pada tekanan 12 atm akibat pemanasan sistem tertutup yang mengandung amonia dan pelarut organik. Selama reaksi, amonia digunakan dalam jumlah



PRA RANCANGAN PABRIK

"PABRIK M- AMINOPHENOL DENGAN PROSES SUBSTITUSI LARUTAN RESORCINOL DENGAN GAS AMMONIA KAPASITAS 60.000 TON/TAHUN"

berlebih untuk mendorong kesetimbangan reaksi ke arah produk, dan kelebihan amonia yang tidak bereaksi dikeluarkan melalui aliran vent. Hasil reaksi yang mengandung m-aminophenol, fenol, air, dan senyawa pengotor diteruskan ke tahap pemurnian.

3. Tahap Pemurnian Produk

Tahap pemurnian dimulai dengan mengalirkan hasil dari reaktor ke unit stripper-1 yang berfungsi untuk menghilangkan campuran gas ammonia dalam bentuk azeotrop pada suhu 100 °C dan tekanan 1 atm. Gas ammonia yang terpisah kemudian direcovery dan dapat digunakan kembali sebagai reaktan. Aliran bawah dari stripper selanjutnya dimasukkan ke unit stripper-2 pada suhu 150 °C dan tekanan 0,026 atm untuk menghilangkan senyawa fenol yang kemudian digunakan kembali sebagai pelarut proses pada reaktor. Selanjutnya, aliran bawah stripper masuk ke distilasi vakum yang bekerja pada suhu 160 °C dan tekanan 0,013 atm untuk memisahkan fraksi ringan dan residu berat sehingga diperoleh m-aminophenol kasar (*crude m-aminophenol*). Produk kasar ini kemudian dimurnikan lebih lanjut melalui proses kristalisasi menggunakan n-butanol sebagai pelarut pada suhu 25 °C dan tekanan 1 atm. Larutan hasil kristalisasi membentuk slurry yang kemudian dipisahkan antara kristal m-aminophenol dan pelarut n-butanol menggunakan unit filtrasi pada suhu 25 °C dan tekanan 1 atm. Kristal m-aminophenol selanjutnya dikeringkan di dalam *rotary vacuum dryer* untuk menghilangkan sisa pelarut n-butanol pada suhu 100 °C dan tekanan 0,026 atm yang kemudian direcovery dan direcycle ke proses. Sisa n-butanol dari unit filtrasi dan *rotary vacuum dryer*, selanjutnya diproses menggunakan stripper-3 untuk recovery n-butanol. Hasil akhir dari tahap ini adalah m-aminophenol dengan kemurnian tinggi yang siap digunakan atau dipasarkan sebagai produk akhir.