



BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam – Macam Proses

Produksi Dimetilformamida (DMF) secara sintetis pertama kali dilakukan melalui proses reaksi Dimetilaamina dengan Formaldehida atau formulasi metilamina dengan katalis tertentu. Metode ini menjadi tonggak awal dalam pengembangan produksi DMF secara industri, setelah sebelumnya senyawa ini hanya diproduksi dalam skala kecil untuk keperluan laboratorium. Seiring dengan meningkatnya kebutuhan pelarut polar aprotik ini dalam industri kimia, farmasi, dan elektronik, proses produksi sintetis berkembang pesat. Hingga saat ini, hampir seluruh DMF yang beredar secara global berasal dari proses sintetis. Adapun beberapa metode pembuatan DMF yang digunakan industri antara lain:

1. Dimetilformamida dari Karbon Monoksida dan Dimetilamina
2. Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina
3. Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina via Reaktif

Distilasi

II.1.1 Dimetilformamida dari Karbon Monoksida dan Dimetilamina

Proses karbonilasi merupakan salah satu metode modern yang banyak digunakan dalam produksi Dimetilformamida (DMF) di industri kimia berskala besar. Dalam proses ini, Karbon Monoksida (CO) digunakan sebagai sumber utama gugus karbonil yang akan membentuk struktur formamida, sedangkan Monometil Amina (MMA) dan Trimetilamina (TMA) berperan sebagai bahan baku amina. Kedua jenis amina ini umumnya dihasilkan sebagai produk samping dari industri metilamina. Reaksi dilakukan dalam reaktor bertekanan tinggi dengan suhu antara 80–300 °C dan tekanan 50–800 kg/cm², serta menggunakan katalis berbasis halogen seperti iodin, bromin, atau senyawa halida logam (misalnya CuI, NiI₂, PdI₂) yang berfungsi mempercepat reaksi karbonilasi dan meningkatkan konversi menjadi DMF.



Tahapan proses dimulai dengan mencampurkan Monometil Amina (MMA), Trimetilamina (TMA), Karbon Monoksida (CO), dan katalis ke dalam reaktor. Campuran dipanaskan hingga mencapai kondisi operasi, sehingga karbon monoksida dapat berikatan dengan molekul amina untuk membentuk DMF. Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan dan tekanan diturunkan secara bertahap, kemudian dilakukan proses distilasi vakum untuk memisahkan DMF dari amina yang tidak bereaksi, katalis, dan produk samping minor seperti Mono Metil Formamida. Amina yang tidak bereaksi akan didaur ulang ke dalam reaktor, sehingga bahan baku dapat digunakan kembali dan biaya produksi lebih efisien. Produk DMF yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang sangat tinggi, umumnya mencapai lebih dari 98%, dan siap digunakan untuk berbagai aplikasi industri seperti pembuatan serat sintesis, obat-obatan, pestisida, serta industri elektronik. Reaksi yang terbentuk yaitu :



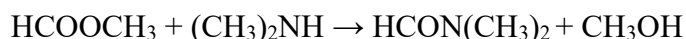
II.1.2 Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina

Produksi Dimetilformamida (DMF) ini dilakukan dengan proses kontinu melalui reaksi Dimetilamina dengan Metil Format. Bahan baku berupa Dimetilamina dan Metil Format dipompa secara terus-menerus ke dalam reaktor pada tekanan sekitar 147 psig dengan suhu keluaran reaktor 70-80°C. Dalam tahap ini, sekitar 90% reaksi sudah berlangsung, membentuk campuran yang mengandung Dimetilformamida (DMF), metanol, sedikit air, serta kelebihan dimetilamina dan metil format.

Campuran reaksi dialirkan ke kolom distilasi pertama yang berfungsi ganda sebagai reaktor-stripper. Kolom ini beroperasi pada tekanan 35–45 psig dengan suhu atas sekitar 92 °C dan suhu bawah sekitar 118 °C. Di sini, dimetil amina dan metil format yang belum bereaksi didistilasi ke atas kolom, dikondensasi, dan dikembalikan sebagai refluks, sehingga sisa reaksi dapat dilanjutkan di bagian atas kolom. Hanya sedikit aliran purge yang dibuang untuk mencegah penumpukan trimetilamina. Dari dasar kolom ini diambil campuran cair berisi DMF, metanol, dan air, hampir bebas dari dimetil amina dan metil format.



Campuran dasar kolom kemudian masuk ke kolom distilasi kedua yang beroperasi pada tekanan atmosfer. Kolom ini memisahkan metanol dan air dari Dimetilformamida (DMF). Metanol yang menguap dikondensasi, sebagian diambil sebagai produk samping, dan sebagian dikembalikan untuk menjaga rasio refluks $\pm 1,5:1$. Pengaturan refluks ini penting untuk mencegah pembentukan asam format yang dapat menurunkan kemurnian Dimetilformamida (DMF). Dari kolom kedua ini, Dimetilformamida (DMF) murni (99%) ditarik dari bagian bawah sebagai produk akhir. Proses kontinu ini memungkinkan konversi tinggi, hasil Dimetilformamida (DMF) murni, dan meminimalkan terbentuknya kotoran asam. Dengan sistem destilasi berlapis dan pengembalian reaktan, Dimetilformamida (DMF) dapat dihasilkan secara efisien, konsisten, dan ekonomis untuk memenuhi kebutuhan industri kimia, farmasi, dan serat sintetis. Reaksi yang terbentuk yaitu :



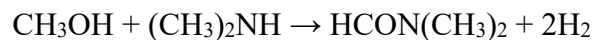
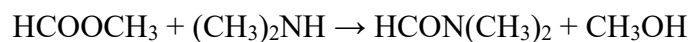
II.1.3 Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina via Reaktif Distilasi

Proses produksi Dimetilformamida (DMF) dengan teknologi *reactive distillation* merupakan inovasi modern dalam industri kimia yang menggabungkan reaksi kimia dan pemisahan produk secara simultan di dalam satu unit proses. Tujuan utamanya adalah menghasilkan Dimetilformamida (DMF) dengan kemurnian tinggi. Proses dimulai dengan tahapan dehidrogenasi metanol. Dalam tahap ini, metanol cair diuapkan dan dialirkan ke dalam reaktor dehidrogenasi isothermal yang diisi katalis tembaga atau katalis logam transisi lain seperti Perak. Reaksi dehidrogenasi berlangsung pada suhu tinggi sekitar 260–288 °C dan tekanan 7–9 atm, menghasilkan metil format dan hidrogen gas sebagai hasil samping. Hidrogen kemudian dilepaskan atau dimanfaatkan sebagai bahan bakar untuk unit lain, sedangkan campuran cairan yang mengandung metanol dan metil format diarahkan ke tahap distilasi.

Tahap kedua adalah distilasi metil format, di mana metil format dipisahkan dari metanol dan dikonsentrasikan hingga kemurnian sekitar 95%. Metanol yang ikut terpisah dari kolom ini tidak dibuang, melainkan direcycle kembali ke reaktor



dehidrogenasi untuk digunakan lagi, sehingga tidak terjadi pemborosan bahan baku. Tahapan ini penting karena kualitas metil format yang baik akan menentukan efisiensi reaksi berikutnya. Setelah metil format dimurnikan, tahap inti yaitu reaksi metil format dengan Dimetilamin (DMA) dilakukan di dalam kolom distilasi reaktif. Teknologi *reactive distillation* memungkinkan reaksi pembentukan Dimetilformamida (DMF) dan proses distilasi terjadi bersamaan dalam satu kolom. Metil format diumpankan dari bagian atas, sementara Dimetilamin (DMA) diinjeksikan di bagian tengah atau bawah kolom. Reaksi yang terjadi adalah:



Dimetilformamida (DMF) terbentuk di fase cair di dasar kolom, sedangkan metanol yang merupakan produk samping dan menguap naik ke atas kolom. Kondisi operasi kolom dijaga pada suhu sekitar 104–121 °C dan tekanan 1–6 bar, sehingga panas dari reaksi dapat membantu menguapkan metanol tanpa memerlukan energi tambahan yang besar. Produk Dimetilformamida (DMF) yang terkumpul di bagian bawah kolom masih mengandung jejak metanol dan sedikit pengotor lain. Oleh karena itu, tahap berikutnya adalah pemurnian Dimetilformamida (DMF) melalui kolom distilasi lanjutan. Pada tahap ini, sisa metanol dihilangkan dari campuran dan kembali di recycle ke tahap awal. Hasil akhirnya adalah Dimetilformamida (DMF) murni dengan kemurnian 99,97%, siap untuk berbagai aplikasi industri, seperti pembuatan serat akrilik, pelarut farmasi, serta bahan kimia sintetis lainnya.

II.2 Pemilihan Proses

Mengikuti macam-macam uraian proses pembuatan Dimetilformamida (DMF) diatas, maka dapat dilakukan seleksi pemilihan suatu proses dengan mempertimbangkan beberapa parameter pada tabel sebagai berikut :



PRA RANCANGAN PABRIK

“Pabrik Dimetilformamida Dari Metil Format dan Dimetilamina”

Tabel II. 1 Perbandingan Proses

Parameter	Proses		
	Dimetilformamida dari Karbon Monoksida dan Dimetilamina	Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina	Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina via Reaktif Distilasi
Bahan Baku	Karbon Monoksida dan Dimetilamina	Metil Format dan Dimetilamina	Dimetil Amina dan Metanol dehidrogenase membentuk Metil Format
Kondisi Operasi	T = 80-300°C P = 48-775 atm	T = 70-80°C P = 10 atm	T = 260-288°C P = 7-9 atm
Katalis	katalis berbasis halogen seperti iodin, bromin, atau senyawa halida logam untuk reaksi karbonilasi	-	katalis tembaga atau katalis logam transisi lain seperti Perak untuk Reaksi dehidrogenasi.
Produk Samping	Mono Metil Formamida	Metanol	Metanol
Yield	45-60%	-	99,97%

Berdasarkan tabel perbandingan proses diatas maka dipilih proses produksi Dimetilformamida (DMF) dari Metil Format dan Dimetilamina sebagai bahan baku dengan mempertimbangkan beberapa hal sebagai berikut :

1. Kondisi operasi yang relatif rendah sehingga energi yang dibutuhkan lebih rendah.



2. Menghasilkan produk samping berupa Metanol yang memiliki nilai jual cukup tinggi.
3. Tidak membutuhkan katalis sehingga tidak menambah biaya bahan baku.
4. Faktor keselamatan dan penanganan yang lebih mudah apabila pada suhu dan tekanan yang tidak terlalu tinggi.

II.3 Uraian Proses

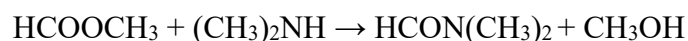
Proses pembuatan Dimetilformamida (DMF) dari Metil Format dan Dimetilamina terdiri dari beberapa tahap yaitu Tahap persiapan bahan baku, Tahap Reaksi, Tahap pemisahan dan pemurnian, dan Tahap penanganan produk, sebagai berikut :

II.3.1 Tahap Persiapan Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan adalah Metil Format dengan konsentrasi 96% dan Dimetilamina dengan konsentrasi 99.95%. Metil Format disimpan dalam storage pada suhu 30°C dalam tekanan 1 atm, sedangkan Dimetilamina disimpan dalam suhu 30°C dan tekanan 10 atm. Kedua bahan disimpan dalam fase cair kemudian dipompa dan dinaikkan suhunya dari 30°C menjadi 80°C sebelum dimasukkan kedalam reaktor, Metil Format dinaikkan tekanannya menjadi 10 atm.

II.3.2 Tahap Reaksi

Pada tahapan ini terjadi reaksi antara Metil Format dan Dimetilamina yang akan membentuk Dimetilformamida dalam reaktor CSTR. Reaksi yang terbentuk dalam proses yaitu :



Reaksi yang terjadi bersifat eksotermis sehingga diperlukan jaket pendingin untuk mempertahankan suhu dalam reaktor. Produk yang terbentuk adalah Dimetilformamida dan produk samping berupa Metanol, selama reaksi konversi produk yang terbentuk sebesar 90%. Keluaran reaktor dengan suhu 80°C kemudian akan dialirkan menuju menara ditilasi untuk memisahkan beberapa komponen yang tercampur.



II.3.3 Tahap Pemisahan dan Pemurnian

Campuran larutan berisi Dimetilformamida, Metanol, sedikit Air dan juga Metil Format dan Dimetilamina yang tidak bereaksi dari reaktor dengan tekanan 10 atm kemudian diturunkan tekanannya menjadi 2,7 atm sebelum dimasukkan kedalam Distilasi 1 dengan suhu feed masuk 112,04°C. Pada Distilasi 1 akan terpisah menjadi 2 bagian, pada bagian atas berisikan Metil Format dan Dimetilamina yang tidak bereaksi dan sedikit metanol dengan suhu keluar sebesar 54,63°C yang kemudian dikondensasi dan beberapa di masukkan kembali sebagai reflux dan akan ada yang di recycle kembali ke dalam Reaktor yang sebelumnya akan dinaikkan suhunya menjadi 80°C. Sedangkan bagian bawah berisi kan Dimetilformamida, Metanol, Air dan sedikit Metil Format dengan suhu keluar sebesar 132,53°C yang kemudian akan dipisahkan dan dimurnikan pada Distilasi 2.

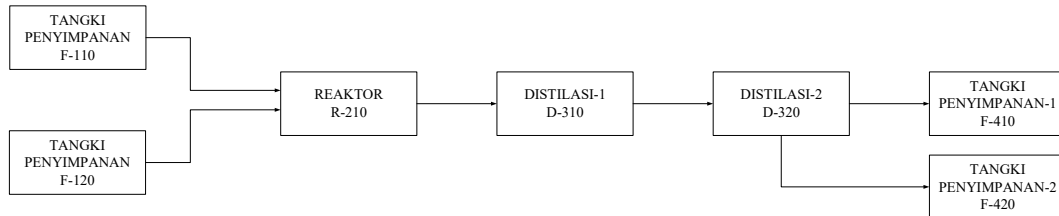
Pada Distilasi 2 beroperasi pada tekanan 1 atm dan suhu masuk 100,45°C sehingga sebelum di masukkan harus di turunkan suhu dan tekannya. Dalam Distilasi 2 Metanol akan keluar sebagian produk atas dengan suhu 83,94°C sebagai produk samping dengan kemurnian 99,16%, sedangkan Dimetilformamida akan keluar sebagai produk bawah dengan suhu keluar 153°C dan kemurniannya 99,99%. Dimetilformamida keluar pada bagian bawah karena memiliki titik didid yang lebih tinggi dari Metanol.

II.3.4 Tahap Penanganan Produk

Dimetilformamida hasil keluaran Distilasi 2 kemudian diturunkan suhunya menjadi 35°C yang kemudian dialirkan dan disimpan ke dalam storage dalam fase liquid. Sedangkan Metanol uap akan di kondensasi dan disimpan dalam storage dalam fase liquid yang sebelumnya diturunkan suhunya menjadi 35°C. Produk yang akan dipasarkan akan dikemas dalam wadah tertutup yaitu drum guna menghindari penyerapan uap air dari udara, sehingga produk tetap stabil dan siap untuk didistribusikan ke pasar.



II.4 Diagram Alir Proses



Gambar II. 1 Flowsheet Dasar Pabrik Dimetilformamida dari Metil Format dan Dimetilamina