



BAB II

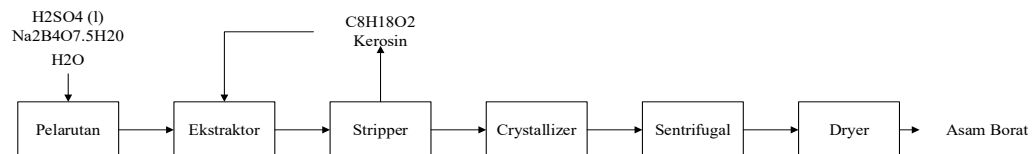
SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1. Macam-Macam Proses

Pada proses pembuatan asam borat dapat dilakukan dengan 2 proses, yaitu :

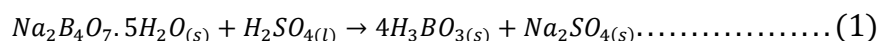
1. Proses ekstraksi *liquid*

Menurut Brown dan Sanderson (1977) dalam US Patent No. 4,058,588, proses produksi asam borat dari natrium biborat (boraks) dikembangkan menggunakan metode ekstraksi cair-cair (liquid-liquid extraction). Proses ini pertama kali dikembangkan oleh United States Borax and Chemical Corporation yang memisahkan asam borat dari natrium sulfat. Blok diagram alir proses pembuatan asam borat metode ekstraksi liquid-liquid disajikan pada gambar II.1 berikut:



Gambar II. 1. Blok Diagram Pembuatan Asam Borat Proses Ekstraksi Liquid

Dalam proses ekstraksi liquid-liquid, bahan baku utama yang digunakan adalah sodium tetraborate pentahidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), asam sulfat pekat (H_2SO_4), 2-etil-1-heksanol ($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_2$) sebagai agen chelating, dan kerosin (Shellsol A) sebagai diluent. Proses diawali dengan tahap pelarutan, di mana boraks, asam sulfat pekat, sodium sulfate/boric acid solution, dan air segar dicampurkan dalam tangki pelarutan untuk membentuk larutan jenuh natrium biborat yang dinetralkan pada pH sekitar 5,5. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Larutan yang telah terbentuk kemudian dialirkan ke dalam unit ekstraktor, di mana asam borat diekstraksi secara selektif ke dalam fasa organik yang terdiri dari 50% 2-etil-1-heksanol yang dilarutkan dalam kerosin pada suhu 50–80°C



PRA RANCANGAN PABRIK

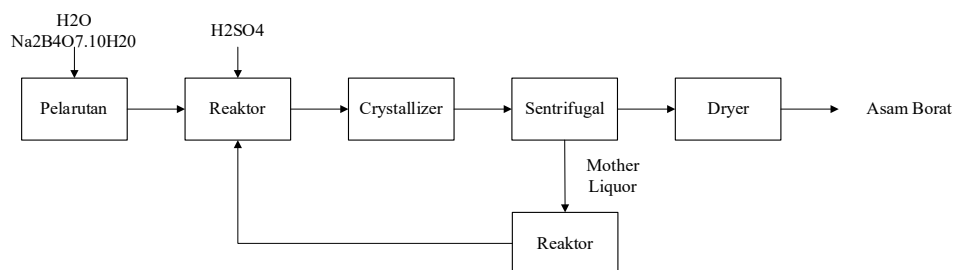
“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

dan tekanan atmosferik (1 atm). Pada kondisi ini, molekul 2-etil-1-heksanol membentuk kompleks ester dengan asam borat sehingga asam borat berpindah ke fasa organik, sementara natrium sulfat tetap berada di fasa air (raffinate). Fasa organik yang mengandung asam borat selanjutnya masuk ke dalam unit stripper. Pada tahap ini, air panas atau larutan asam borat encer yang didaur ulang ditambahkan untuk melepaskan asam borat dari fasa organik. Hasil keluaran stripper berupa dua aliran, yaitu aliran atas berupa solven (2-etil-1-heksanol dan kerosin) yang diregenerasi dan dikembalikan ke unit ekstraktor, serta aliran bawah berupa larutan asam borat jenuh.

Larutan asam borat jenuh dari stripper kemudian dialirkan ke unit *crystallizer*, di mana suhu larutan diturunkan sehingga kristal asam borat terbentuk. Kristal asam borat yang terbentuk selanjutnya dipisahkan dari larutan induk menggunakan unit sentrifugal, dicuci untuk menghilangkan pengotor, dan dikeringkan menggunakan dryer sehingga diperoleh produk asam borat dengan kemurnian 98%.

2. Proses Asidifikasi

Blok diagram alir proses pembuatan asam borat proses asidifikasi disajikan pada gambar II.2 berikut:



Gambar II. 2. Blok Diagram Pembuatan Asam Borat Proses Asidifikasi

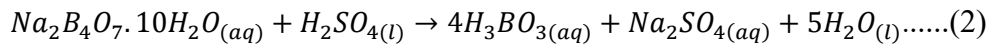
Dalam proses asidifikasi, bahan baku utama yang digunakan adalah sodium tetraborate dekahidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), asam sulfat (H_2SO_4), dan air (H_2O) (Burke dan de Ropp, 1938). Proses diawali dengan tahap pelarutan dan pereaksian, di mana boraks dilarutkan menggunakan air terlebih dahulu sebelum masuk ke reaktor. Kemudian larutan borax tersebut nantinya akan direaksikan dengan asam sulfat dengan suhu tinggi untuk mempercepat laju



PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

reaksi dan memastikan seluruh komponen berada dalam fasa cair. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Larutan hasil reaksi (Larutan A) yang mengandung asam borat dan natrium sulfat kemudian dikristalkan dalam *Crystallizer*. Proses pengkristalan dilakukan dengan penurunan suhu *crystallizer* hingga mendekati titik kristalisasi natrium sulfat, sehingga asam borat mengkristal terlebih dahulu karena kelarutannya yang jauh lebih rendah dibandingkan natrium sulfat pada suhu tersebut. Kristal asam borat yang terbentuk selanjutnya dipisahkan dari larutan induk menggunakan sentrifugal.

Setelah pemisahan asam borat, larutan induk (mother liquor) yang masih mengandung natrium sulfat dan sisa asam borat tidak langsung dibuang. Akan tetapi ditambahkan boraks atau senyawa alkali (seperti NaOH atau Na_2CO_3) ke dalam larutan induk untuk mengkonversi sisa asam borat menjadi natrium pentaborat. Penambahan ini bertujuan untuk meningkatkan kelarutan boron dalam larutan sehingga larutan dapat didinginkan lebih lanjut untuk mengkristalkan natrium sulfat dalam bentuk Glauber's salt ($Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$) tanpa kehilangan boron.

Kristal asam borat hasil pemisahan pertama kemudian dicuci dengan air bersih untuk menghilangkan sisa natrium sulfat yang menempel pada permukaan kristal, diikuti pemisahan kedua menggunakan sentrifugal. Kristal yang telah dicuci selanjutnya dikeringkan menggunakan rotary dryer atau fluidized bed dryer untuk mengurangi kadar air hingga diperoleh produk asam borat dengan kemurnian tinggi. Larutan yang tersisa setelah pemisahan natrium sulfat dikembalikan ke tahap pertama sebagai mother liquor untuk siklus berikutnya bersama dengan penambahan boraks dan asam sulfat.

Keunggulan pada proses asidifikasi ini yaitu kemampuannya untuk mempertahankan kondisi operasi yang seragam dalam setiap siklus dengan cara membuang air dan natrium sulfat yang terbentuk secara berkala. Hal ini memungkinkan pemulihan asam borat yang hampir sempurna tanpa



PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

kontaminasi natrium sulfat, serta menurunkan biaya produksi karena siklus daur ulang mother liquor dapat meminimalkan kehilangan bahan baku. Proses asidifikasi beroperasi pada tekanan atmosferik (1 atm) dengan pemanasan pada tahap reaksi dan pendinginan bertahap pada tahap kristalisasi.

II.2 Pemilihan Proses

Dari metode proses pembentukan asam borat, dapat dibuat perbandingan proses sebagai berikut :

Tabel II. 1 Perbandingan Metode Proses

No	Perbedaan	Asidifikasi	Ekstraksi liquid
1	Bahan baku utama dan pendukung	Sodium tetraborat dekahidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) Asam Sulfat (H_2SO_4) Air (H_2O)	Sodium Tetraborate Pentahidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) Asam Sulfat (H_2SO_4) Air (H_2O) Agen chelating ($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_2$) Kerosin
2	Tahapan Proses	Pelarutan, asidifikasi, kristalisasi, pemisahan, pengeringan	Pelarutan, ekstraksi, stripping, kristalisasi, pemurnian, pengeringan
3	Temperatur Reaktor	90-150°C	50-80°C
4	Tekanan Reaktor	1 atm	1 atm
5	Tingkat kemurnian	99%	98%
6	Lama proses	60 menit	120 menit
7	Limbah dan hasil samping	Produk samping : Na_2SO_4	Tidak ada produk samping yang diolah



PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

Berdasarkan tabel perbandingan diatas, maka dalam pembuatan asam borat dipilih dengan menggunakan proses asidifikasi. Alasan pemilihan ini adalah sebagai berikut:

1. Kemurnian produk lebih tinggi untuk proses asidifikasi dibandingkan proses ekstraksi liquid-liquid
2. Proses asidifikasi dinilai lebih efektif dan ekonomis karena bahan baku yang digunakan lebih sedikit, alat yang digunakan lebih sederhana serta proses produksi tidak membutuhkan pemurnian.
3. Proses pembuatan menghasilkan produk samping yang bernilai jual

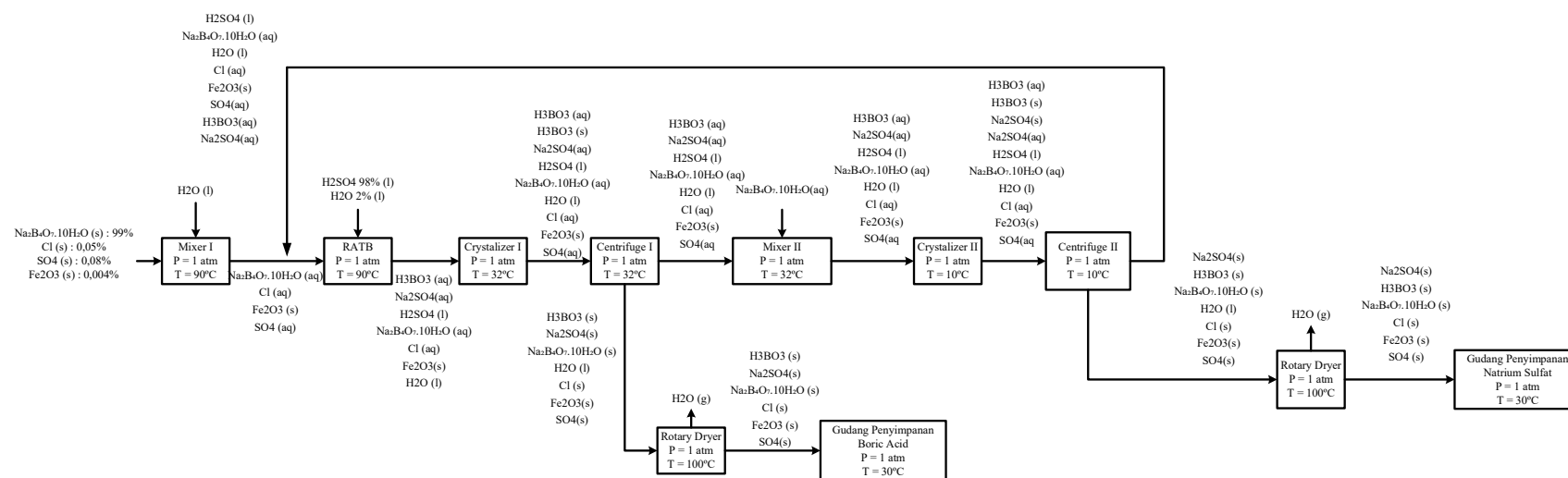


PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

II.3 Uraian Proses

Pada proses pembuatan asam borat dari granular sodium tetraborat dekahidrat dan asam sulfat menggunakan proses asidifikasi pada gambar II.3 berikut:



Gambar II. 3. Block Diagram Proses Pembuatan Asam Borat Dengan Proses Asidifikasi



PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

Pada proses pembuatan asam borat menggunakan proses asidifikasi terdiri dari 2 tahapan yaitu :

1. Tahap Persiapan Bahan Baku

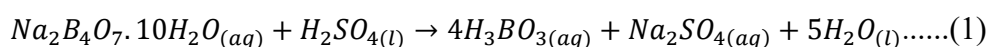
Bahan baku yang digunakan dalam pembuatan asam borat dengan proses asidifikasi berupa sodium tetraborat dekahidrat dan asam sulfat. Sodium tetraborat dekahidrat dari gudang penyimpanan bahan baku (F-120) akan dicampurkan dengan H₂O menggunakan mixer (M-130). Proses pencampuran dilakukan pada tekanan 1 atm dan suhu 90°C untuk meningkatkan kelarutan serta mempercepat pembentukan larutan jenuh. Menurut (Ullman, 2003) kelarutan sodium tetraborat dekahidrat pada suhu 90°C sebesar 28,1% *wt in water*. Kemudian, sodium tetraborat dekahidrat dialirkan menuju *mixer* menggunakan *screw conveyor* (J-121) dengan bantuan *bucket elevator* (J-122) dan ditampung terlebih dahulu didalam hopper (F-123). Hopper bertujuan untuk tempat penampungan sementara dan menstabilkan aliran material sebelum masuk ke unit mixer (M-130). Asam sulfat dari tangki penyimpanan (F-110) dialirkan menuju heater (E-112) untuk dipanaskan hingga suhu 90°C.

2. Tahap Pembentukan Produk

Untuk tahap pembentukan produk, ada beberapa proses yang terjadi, yaitu:

A. Proses Reaksi Asidifikasi

Larutan sodium tetraborat dekahidrat dialirkan ke dalam reaktor (R-210) yang dilengkapi dengan pengaduk dan ditambahkan asam sulfat. Penambahan tersebut sebesar 1 mol asam sulfat per mol sodium tetraborat dekahidrat untuk mengendalikan laju reaksi dan panas yang dihasilkan. Reaksi berlangsung secara eksoterm sehingga suhu sistem meningkat dan dipertahankan pada suhu 90°C dengan tekanan 1 atm (Ullman, 2003). Kondisi operasi ini memungkinkan reaksi berlangsung optimal dan meningkatkan kelarutan reaktan, serta mencegah degradasi asam borat. Berikut adalah reaksi yang terjadi dalam reaktor (R-210):





PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

B. Proses Kristalisasi

Setelah terjadi reaksi antara asam sulfat dan sodium tetraborat dekahidrat, larutan tersebut akan dikristalkan menggunakan *crystallizer* (X-220). Menurut (Burke, n.d.) proses kristalisasi pada *crystallizer* (X-220) beroperasi dengan suhu masuk sebesar 90°C dan suhu keluaran sebesar 32°C. Pendinginan ini dilakukan untuk menurunkan kelarutan asam borat di dalam larutan secara bertahap sehingga terbentuk kondisi supersaturasi yang mendorong pembentukan kristal asam borat (H_3BO_3) dengan ukuran yang relatif seragam dan mudah dipisahkan pada tahap selanjutnya. Kemudian, suspensi kristal yang terbentuk akan dialirkan ke unit pemisahan.

C. Proses Pemisahan

Kristal asam borat yang terbentuk pada tahap kristalisasi selanjutnya dipisahkan dari larutan induknya menggunakan *centrifuge* (H-230). Proses pemisahan pada *centrifuge* (H-230) berlangsung berdasarkan perbedaan massa jenis antara fase padat dan fase cair. Suspensi diputar pada kecepatan tinggi di dalam keranjang (basket) *centrifuge*, sehingga kristal asam borat yang memiliki massa jenis lebih besar terdorong ke arah dinding dan tertahan sebagai lapisan padat (cake). Sementara itu, mother liquor mengalir menembus media penyaring dan keluar melalui bagian samping alat, sedangkan padatan dikeluarkan melalui bagian bawah *centrifuge* setelah proses selesai. *Centrifuge* (H-230) dioperasikan pada tekanan 1 atm dan suhu 32°C. Kristal asam borat yang masih lembab selanjutnya ditransportasikan menuju *rotary dryer* (B-310) dengan bantuan *screw conveyor* (J-231) untuk tahap pengeringan. Sedangkan, *Mother liquor* dari unit kristalisasi asam borat yang masih mengandung natrium sulfat dialirkan dengan bantuan *slurry pump* (L-232) ke reaktor netralisasi (R-410) dengan penambahan sodium tetraborat dekahidrat untuk menjaga boron tetap terlarut. Selain itu, ditambahkan juga H_2O untuk menjaga volume larutan tetap konstan sehingga mencegah kehilangan asam borat serta memungkinkan pemisahan natrium sulfat berlangsung efektif.



PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

D. Proses Pengeringan

Kristal asam borat yang masih lembab kemudian dikeringkan untuk menurunkan kadar air bebas di dalam unit *dryer*. Pada *rotary dryer* (B-310) kristal asam borat akan dikeringkan menggunakan udara panas kering dengan kondisi operasi tekanan 1 atm dan suhu 100°C kemudian, kristal asam borat yang telah dikeringkan akan masuk ke *cooling screw conveyor* (J-313) untuk didinginkan terlebih dahulu hingga suhu 30°C. Selama proses pengeringan berlangsung, udara panas keluaran rotary dryer (B-310) yang membawa partikel-partikel halus (*finer*) kristal asam borat dialirkan menuju cyclone (CY-314) untuk dipisahkan antara padatan dan udara. Padatan halus yang tertangkap pada bagian bawah cyclone kemudian digabungkan kembali dengan aliran produk utama menuju cooling screw conveyor (J-312) guna meminimalkan kehilangan produk. Sementara itu, udara bersih hasil pemisahan dihisap oleh blower (G-315) dan dibuang ke atmosfer melalui stack (ST-316) sebagai gas buang (*flue gas*). Kemudian, kristal asam borat akan masuk ke dalam silo (F-321) untuk selanjutnya akan dilakukan pengemasan menggunakan sak lalu didistribusikan menuju gudang produk asam borat (F-330).

E. Pengolahan Produk Samping

Mother liquor dari unit kristalisasi asam borat yang masih mengandung natrium sulfat dialirkan ke unit penyesuaian komposisi berupa mixer II (M-410). Kemudian, ditambahkan natrium tetraborat dekahidrat untuk meningkatkan kelarutan asam borat. Menurut (Burke, n.d.), kelarutan senyawa boron dalam larutan meningkat secara signifikan ketika sebagian asam borat diubah menjadi pentaborat. Peningkatan kelarutan ini sedemikian besar sehingga larutan yang semula jenuh terhadap asam borat dapat dibuat tidak jenuh kembali. Berdasarkan penelitian (Y.Q. ZHOU, n.d.), pentaborat yang terlarut dalam air tidak berada sebagai satu spesies tunggal, melainkan berada dalam kesetimbangan dengan beberapa spesies poliborat lainnya, yaitu $B(OH)_3$, $B(OH)_4^-$, $B_3O_3(OH)_4^-$, $B_4O_5(OH)_4^{2-}$, dan $B_5O_6(OH)_4^-$. Oleh karena itu, larutan yang mengandung pentaborat dapat

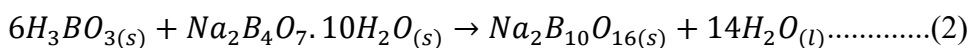


PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

dipandang sebagai sistem kesetimbangan berbagai spesies borat terlarut, dengan distribusi yang dipengaruhi oleh konsentrasi dan kondisi larutan.

Berikut reaksi yang terjadi pada tahap penetralan *mother liquor* tersebut:



Larutan kemudian dialirkan menuju *crystallizer* (X-420) untuk proses proses kristalisasi produk samping. Natrium sulfat dari mixer II (M-410) dengan suhu 32°C masuk kedalam *crystallizer* (X-420) kemudian keluar dengan suhu sebesar 10°C untuk mendapatkan produk samping berupa kristal natrium sulfat. Kristal yang terbentuk, dipisahkan menggunakan *centrifuge* (H-430) yang menghasilkan *mother liquor* dan solid berupa kristal natrium sulfat. *Mother liquor* yang terbentuk akan di *recycle* menuju RATB (R-210) menggunakan pompa (L-432) dan sebagian di *purgings* menuju pengolahan limbah yang dilakukan oleh pihak ketiga. Kristal natrium sulfat selanjutnya dikeringkan dalam *rotary dryer* (B-440) dengan suhu 100 °C. Kemudian akan didinginkan menggunakan *cooling screw conveyor* (J-443) hingga suhu 30°C. Selama proses pengeringan berlangsung, udara panas keluaran *rotary dryer* (B-440) yang membawa partikel-partikel halus (*finer*) kristal natrium sulfat dialirkan menuju *cyclone* (CY-444) untuk dipisahkan antara padatan dan udara. Padatan halus yang tertangkap pada bagian bawah *cyclone* kemudian digabungkan kembali dengan aliran produk utama menuju *cooling screw conveyor* (J-443) guna meminimalkan kehilangan produk. Sementara itu, udara bersih hasil pemisahan dihisap oleh *blower* (G-445) dan dibuang ke atmosfer melalui *stack* (ST-446) sebagai gas buang (*flue gas*). Setelah itu kristal natrium sulfat akan masuk ke dalam silo (F-451) untuk selanjutnya akan dilakukan pengemasan menggunakan sak lalu didistribusikan menuju gudang produk natrium sulfat (F-460). Tahapan ini menghasilkan natrium sulfat padat dengan kemurnian ±96%. *Mother liquor* yang di *recycle* kedalam reaktor bertujuan untuk meningkatkan *yield* dengan memanfaatkan kembali bahan baku yang belum sepenuhnya bereaksi. Hal ini bertujuan



PRA RANCANGAN PABRIK

“Asam Borat dari Sodium Tetraborat Dekahidrat dan Asam Sulfat dengan Proses Asidifikasi Kapasitas 65.000 Ton/Tahun”

untuk mengurangi kehilangan bahan baku dan produk sehingga dapat meningkatkan efisiensi proses.

Hasil dari rangkaian proses ini yaitu asam borat sebagai produk utama dan natrium sulfat sebagai produk samping yang dapat dijual kembali sehingga menambah nilai jual produk.