



PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

BAB II

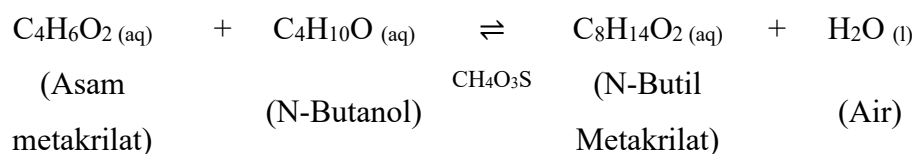
SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam-Macam Proses

Secara industri, terdapat dua proses utama untuk memproduksi N-Butil Metakrilat, yaitu proses Esterifikasi dan Trans-Esterifikasi. Setiap proses memiliki karakteristik berbeda dalam hal reaksi kimia, kondisi operasi, efisiensi konversi, dan kompleksitas peralatan, sebagaimana dijelaskan sebagai berikut

1. Proses Esterifikasi

Proses pembuatan n-Butil Metakrilat (n-BMA) dilakukan melalui esterifikasi langsung antara asam metakrilat dan n-Butanol di dalam sebuah reaktor tangki berpengaduk. Pada tahap awal, asam metakrilat dan n-Butanol dimasukkan ke dalam alat pencampuran dengan perbandingan mol n-Butanol terhadap asam metakrilat sekitar 1,0–1,5, kemudian campuran tersebut dialirkan menuju reaktor berpengaduk. Campuran reaksi ini ditambahkan katalis asam kuat seperti Asam Methanesulfonat dalam jumlah 0.5 – 2% berat untuk mempercepat reaksi esterifikasi. Campuran reaksi kemudian dipanaskan hingga suhu sekitar 70 – 180 °C, sehingga reaksi esterifikasi berlangsung dan sekaligus terjadi pendidihan. Selama reaksi, air terbentuk sebagai produk samping. Reaksi yang terjadi selama proses esterifikasi adalah sebagai berikut:



Setelah terjadi proses esterifikasi dalam reaktor, dilakukan proses separasi atau pemisahan katalis asam methanesulfonat dalam alat dekanter. Selanjutnya dilakukan pemisahan didalam kolom distilasi yang terjadi antara n-Butanol dan n-Butil Metakrilat. Kolom distilasi dioperasikan pada suhu bagian dasar 80 - 150°C, dan suhu bagian atas 70 - 130°C, serta tekanan 0,4 - 1,5 bar. Aliran gas dikeluarkan dari bagian atas kolom distilasi, kemudian dikondensasikan di dalam kondensor sehingga terbentuk fase

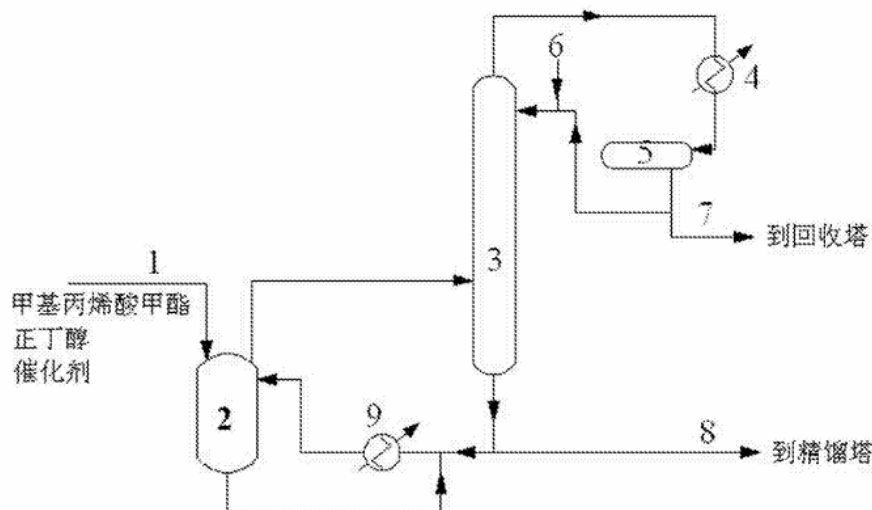


PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

organik yang diperkaya n-Butil Metakrilat. Fase organik yang diperkaya n-Butil Metakrilat tersebut dikeluarkan dan direcycle kembali menuju mixer pertama. Produk dasar dikeluarkan dari bagian bawah kolom disitlasi, di mana produk yang dihasilkan berupa n-butil metakrilat yang memiliki kemurnian hingga 99,8% sehingga memenuhi spesifikasi sebagai monomer atau komonomer untuk aplikasi polimer. Konversi asam metakrilat yang dicapai dari reaktor adalah 87% yang mampu meningkat seiring proses recycle dari butanol (Sakakura et al., 1995).

2. Proses Trans-Esterifikasi



Gambar II. 1 Flowsheet Dasar Pembuatan N-Butil Metakrilat Dengan Proses Trans-Esterifikasi Metil Metakrilat dan N-Butanol

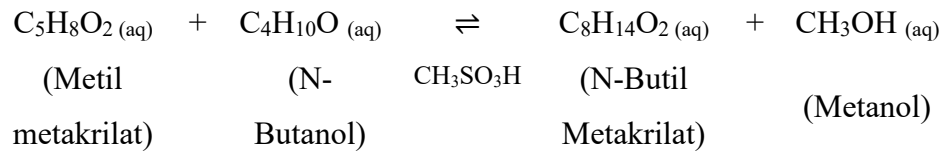
Proses trans-esterifikasi dilakukan dengan Bahan baku n-butanol dan metil metakrilat (MMA) direaksikan dalam reaktor esterifikasi dengan rasio mol 1:1 hingga 1:4 menggunakan katalis methanesulfonic acid (MSA) sebesar 0–5% berat total umpan (direkomendasikan 2%) serta inhibitor polimerisasi phenothiazine sebesar 0,05–0,07% berat total umpan. Reaksi berlangsung pada suhu 85–115°C dan tekanan atmosfer, dengan laju umpan segar dikontrol sebesar 40–90% dari total laju alir per jam dan laju sirkulasi



PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

cairan reaktor sebesar 20–80% dari total laju alir per jam. Reaksi yang terjadi pada proses trans-esterifikasi adalah sebagai berikut:



Sistem sirkulasi ini menjaga kestabilan temperatur dan meningkatkan konversi reaksi transesterifikasi antara MMA dan n-butanol menjadi butil metakrilat dan metanol.

Campuran hasil reaksi dialirkan ke kolom esterifikasi dalam bentuk azeotrop yang dioperasikan pada suhu 85–105°C dan tekanan 75–90 kPa. Pada bagian atas kolom, metanol hasil reaksi dan sisa MMA terdistilasi, kemudian dikondensasikan dan dipisahkan dalam separator. Fasa ester yang mengandung MMA dikembalikan sebagai refluks ke kolom dengan penambahan kembali phenothiazine untuk mencegah polimerisasi selama proses distilasi, sedangkan metanol dikumpulkan sebagai produk samping. Sebagian cairan dari dasar kolom dipompa kembali ke reaktor dengan rasio recycle terhadap aliran ke tahap pemurnian sebesar 0,5:1 hingga 1,5:1 dan dipanaskan terlebih dahulu dalam reboiler hingga 90–120°C sebelum masuk kembali ke reaktor.

Selama reaksi berlangsung, dilakukan penghilangan metanol secara kontinu melalui distilasi azeotrop. Metanol yang terbentuk bereaksi secara fisik dengan pelarut inert membentuk azeotrop metanol–pelarut, yang memiliki titik didih lebih rendah dari 60 °C pada tekanan atmosfer. Tahap ini berlangsung bersamaan dengan reaksi utama dan berfungsi untuk menggeser kesetimbangan reaksi ke arah produk. Dengan penghilangan metanol secara efektif, konversi n-Butanol menjadi n-Butil Metakrilat dapat mencapai 98% dalam waktu reaksi sekitar 3–5 jam.

Aliran yang tidak direcycle kemudian dinetralkan menggunakan natrium hidroksida padat sebanyak 1–10 kali massa residu asam, selanjutnya dimurnikan melalui dua tahap distilasi vakum. Menara fraksi ringan beroperasi pada suhu dasar 85–115°C dengan tekanan 10–30 kPa dan



PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

suhu puncak 50–80°C pada tekanan 20–30 kPa untuk menghilangkan komponen ringan. Aliran bawah diteruskan ke menara fraksi berat yang beroperasi pada suhu dasar 85–115°C dan tekanan 5–10 kPa serta suhu puncak 90–105°C pada tekanan 10–20 kPa, dengan penambahan inhibitor sebesar 0,01–0,1% berat distilat sebelum sebagian dialirkan kembali sebagai refluks. Produk akhir yang diperoleh memiliki kemurnian pada kisaran 99,0–99,8% (Chubang et al., 2016).

II.2 Seleksi Proses

Berdasarkan macam-macam proses pembuatan N-Butil Metakrilat diketahui bahwa untuk terdapat 2 proses utama, yaitu proses Esterifikasi Asam metakrilat dengan n-Butanol dan proses Trans-esterifikasi Metil metakrilat dengan n-Butanol. Perbandingan untuk kedua proses tersebut disajikan dalam tabel sebagai berikut:

Tabel II. 1 Seleksi Proses Pembuatan N-Butil Metakrilat

Parameter	Esterifikasi	Trans-Esterifikasi
Bahan baku	Asam Metakrilat dan N-Butanol	Metil Metakrilat dan N-Butanol
Rasio Mol Reaktan	1:1,4	1:4
Katalis	Asam Methanesulfonate (CH ₄ O ₃ S)	Methyl Sulfonic Acid (CH ₃ SO ₃ H)
Jenis Reaktor	CSTR	Distilasi Reaktif
Jumlah Alat Utama	5	4-6
Kondisi Operasi	T = 100-130°C P = 0,4-1,5 atm	T = 85-115°C P = 1 atm
Produk samping	Air	Metanol
Biaya katalis	Relatif murah	Lebih mahal
Konversi reaksi	87%	98%
Kemurnian produk	99,8%	99%



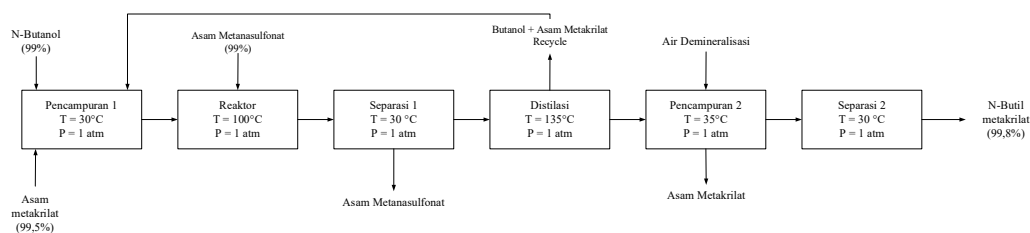
PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

Berdasarkan perbandingan pada tabel II.4, proses esterifikasi dipilih untuk produksi N-butil metakrilat karena memberikan keseimbangan yang lebih baik antara aspek teknis dan ekonomi. Proses ini menggunakan asam metakrilat dan n-butanol dengan katalis Asam Methanesulfonat ($\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$) yang relatif lebih murah dibandingkan Methyl sulfonic acid pada proses trans-esterifikasi. Meskipun konversi reaksi esterifikasi (87%) lebih rendah dibandingkan trans-esterifikasi (98%), kemurnian produk yang dihasilkan lebih tinggi yaitu 99,8% sehingga beban pemurnian lanjutan dapat dikurangi. Reaktor yang digunakan pada proses esterifikasi berupa reaktor tangki berpengaduk atau CSTR, sedangkan pada proses trans – esterifikasi digunakan distilasi reaktif sehingga pengoperasian yang dilakukan akan semakin rumit. Produk samping berupa air juga lebih mudah dipisahkan melalui dekanter dibandingkan metanol. Kondisi operasi pada suhu 100–130 °C dan tekanan 0,4–1,5 atm masih layak secara teknis untuk desain kolom distilasi. Hal ini menyebabkan proses esterifikasi memiliki banyak menguntungkan untuk diterapkan pada skala industri.

II. 3 Uraian Proses

Dalam proses produksi N-Butil Metakrilat dari Asam metakrilat dan N-Butanol terdiri dari empat tahapan utama yang berlangsung secara kontinu, yaitu persiapan bahan baku, pembentukan N-Butil Metakrilat, penghilangan air reaksi, pemisahan katalis dan pemurnian produk hingga produk terbentuk.



Gambar II. 2 Blok Diagram Dasar Pembuatan N-Butil Metakrilat Dengan Proses Esterifikasi Asam Metakrilat dan N-Butanol

1. Tahap Persiapan Bahan Baku

Tahap awal proses dimulai dari penyiapan bahan baku diantaranya asam metakrilat, dan n-Butanol, serta katalis asam methanesulfonate disimpan



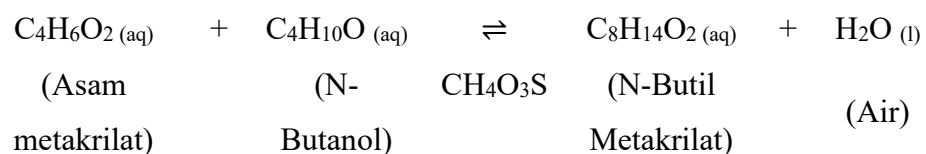
PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

dalam tangki penyimpanan pada suhu sekitar 30°C dan tekanan 1 atm. Campuran asam metakrilat dan n-Butanol, dimasukkan kedalam mixer untuk dilakukan homogenisasi dalam kondisi suhu 30°C dan tekanan 1 atm agar tidak terjadi proses reaksi. Selain bahan baku awal, aliran hasil recycle yang berasal dari unit distilasi dan masih mengandung n-butanol serta asam metakrilat juga dimasukkan ke dalam unit ini untuk meningkatkan konversi bahan baku. Rasio pengaturan laju alir perbandingan mol asam metakrilat terhadap n-Butanol berada pada 1 : 1,4. Pengaturan rasio ini dilakukan untuk mendorong konversi reaksi sekaligus memudahkan pemisahan alkohol berlebih.

2. Tahap Pembentukan N-Butil Metakrilat

Campuran reaktan kemudian dialirkan ke dalam reaktor esterifikasi. Pada tahap ini ditambahkan asam metanasulfonat berkonsentrasi 99% sebagai katalis dengan konsentrasi katalis sekitar 0,5–2% untuk mempercepat reaksi esterifikasi antara asam metakrilat dan n-butanol sehingga menghasilkan n-butil metakrilat dan air sebagai produk samping. Reaksi dijalankan pada suhu 100°C dan tekanan 1 atm agar diperoleh laju reaksi serta konversi yang optimum.



Di dalam reaktor terjadi reaksi esterifikasi antara asam metakrilat dan n-Butanol yang menghasilkan n-Butil Metakrilat dan air. Reaksi yang dihasilkan bersifat reversibel dan air terbentuk sebagai produk samping. Oleh karena itu, digunakan n-butanol yang berlebih dan waktu tinggal yang disesuaikan agar mendapatkan produk yang diinginkan. Selanjutnya hasil reaktor tersebut didinginkan untuk selanjutnya dipisahkan di alat dekanter untuk memisahkan katalis asam methanesulfonate dengan menambahkan air sebelum masuk dekanter.

3. Tahap Pemisahan Katalis



PRA-RANCANGAN PABRIK

PABRIK N-BUTIL METAKRILAT DARI ASAM METAKRILAT DAN N-BUTANOL MELALUI PROSES ESTERIFIKASI DENGAN KAPASITAS 70.000 TON/TAHUN

Produk keluaran reaktor selanjutnya dialirkan menuju dekanter dengan campuran didinginkan hingga suhu 30°C dan pada tekanan 1 atm agar tidak terjadi proses reaksi. Tahap ini bertujuan untuk memisahkan katalis asam metanasulfonat dari campuran hasil reaksi. Katalis yang telah dipisahkan dikeluarkan dari sistem, sedangkan campuran yang terdiri atas n-butil metakrilat, n-butanol, asam metakrilat, dan air diteruskan ke tahap pemurnian berikutnya.

4. Tahap Pemurnian Produk

Campuran hasil pemisahan kemudian memasuki kolom distilasi yang dioperasikan pada suhu sekitar 135°C dan tekanan 1 atm. Pada unit ini dilakukan pemisahan berdasarkan perbedaan titik didih masing-masing komponen. Fraksi atas kolom yang masih mengandung n-butanol dan asam metakrilat dikembalikan ke unit Pencampuran 1 sebagai aliran recycle untuk meningkatkan efisiensi penggunaan bahan baku. Sementara itu, fraksi bawah yang kaya akan n-butil metakrilat beserta sedikit pengotor dialirkan menuju tahap pencucian. Selanjutnya, aliran dari dasar kolom distilasi dicampurkan dengan air demineralisasi pada unit Pencampuran 2 yang beroperasi pada suhu 35°C dan tekanan 1 atm. Penambahan air demineralisasi bertujuan untuk mengekstraksi sisa asam metakrilat yang masih terikut dalam produk sehingga kadar pengotor dapat dikurangi sebelum proses pemisahan akhir. Campuran tersebut kemudian dialirkan ke unit Separasi 2 pada suhu 30°C dan tekanan 1 atm. Pada tahap ini terjadi pemisahan antara fase organik yang mengandung n-butil metakrilat dengan fase air yang membawa sisa asam metakrilat. Asam metakrilat dipisahkan dari sistem melalui aliran bawah, sedangkan fase organik yang telah dimurnikan keluar sebagai produk n-butil metakrilat dengan kemurnian sekitar 99,8% sehingga memenuhi spesifikasi produk yang diinginkan.