



BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam-macam Proses

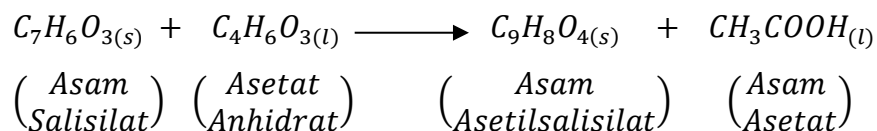
Asam asetilsalisilat (aspirin) dapat diproduksi melalui beberapa rute proses kimia yang berbeda. Setiap proses memiliki karakteristik teknis, kebutuhan peralatan, serta implikasi ekonomi dan lingkungan yang berbeda. Alternatif proses yang umum digunakan dalam industri adalah sebagai berikut:

1. Proses asetilasi asam salisilat dengan asetat anhidrida tanpa katalis.
2. Proses asetilasi asam salisilat dengan asetat anhidrida menggunakan katalis asam.
3. Proses sintesis aspirin dengan penambahan kalsium oksida (CaO).

Ketiga alternatif proses tersebut akan dibandingkan secara sistematis berdasarkan faktor teknik, bahan baku, produk samping dan limbah, serta peralatan proses.

II.1.1 Proses Asetilasi Asam Salisilat Dengan Asetat Anhidrida Tanpa Katalis

Proses asetilasi merupakan metode paling awal yang digunakan dalam pembuatan aspirin, di mana asam salisilat direaksikan langsung dengan asetat anhidrida tanpa penambahan katalis. Reaksi utama yang terjadi adalah pembentukan asam asetilsalisilat dengan hasil samping berupa asam asetat.



Secara alur proses, asam salisilat dan asetat anhidrida terlebih dahulu diumpankan ke dalam reaktor berpengaduk. Di dalam reaktor, campuran dipanaskan hingga suhu reaksi sekitar 85–90°C dan dipertahankan selama waktu tertentu agar reaksi berlangsung secara optimal. Setelah reaksi selesai, campuran reaksi dialirkan menuju unit filtrasi untuk memisahkan padatan yang tidak bereaksi.

Larutan hasil filtrasi kemudian dialirkan ke unit kristalisasi untuk menurunkan kelarutan aspirin sehingga terbentuk kristal. Kristal aspirin selanjutnya dipisahkan dari cairan induknya menggunakan centrifuge atau filter. Kristal basah

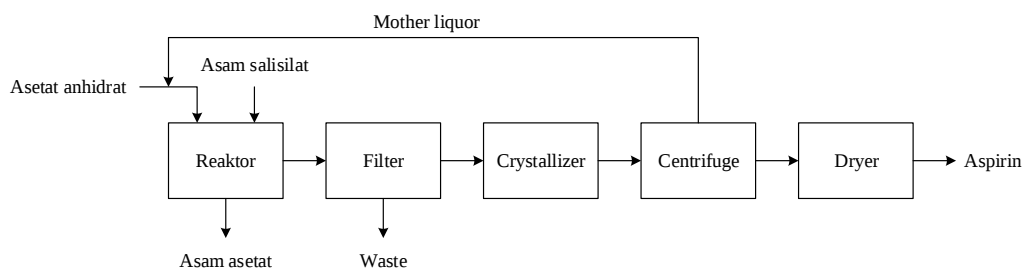


PRA RANCANGAN PABRIK

PABRIK ASAM ASETILSALISILAT (ASPIRIN) ($C_9H_8O_4$) DARI ASAM SALISILAT ($C_7H_6O_3$) DAN ASETAT ANHIDRAT ($C_4H_6O_3$) DENGAN PROSES SINTESIS KALSIUM OKSIDA (CaO)

yang diperoleh kemudian dikeringkan di dalam rotary dryer untuk mengurangi kadar air dan sisa pelarut.

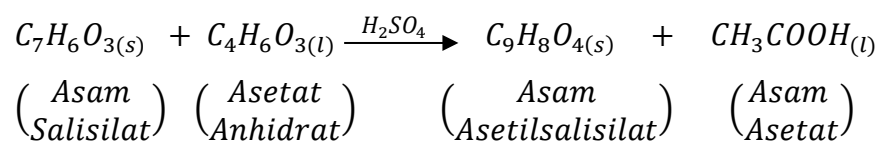
Produk kering selanjutnya dihaluskan dan diseragamkan ukurannya menggunakan ball mill dan screen hingga diperoleh ukuran partikel sesuai spesifikasi. Produk akhir ditampung di dalam bin penyimpanan sebelum proses pengepakan. Proses ini umumnya dijalankan secara batch atau semi-kontinyu dengan konversi reaksi sekitar 90–93%, serta menghasilkan produk samping berupa asam asetat yang memerlukan penanganan lanjutan.



Gambar II. 1 Diagram alir proses pembuatan aspirin dengan proses asetilasi
(Keyes, 1961)

II.1.2 Proses Asetilasi Asam Salisilat Dengan Asetat Anhidrida Menggunakan Katalis Asam

Proses asetilasi dengan katalis asam merupakan pengembangan dari proses asetilasi konvensional yang bertujuan mempercepat laju reaksi. Pada proses ini, asam salisilat dan asetat anhidrida direaksikan dengan penambahan katalis asam sulfat.



Alur proses diawali dengan pencampuran asam salisilat dan asetat anhidrida ke dalam reaktor alir tangki berpengaduk. Katalis asam sulfat kemudian ditambahkan dalam jumlah kecil, dan campuran dipanaskan hingga suhu sekitar 80–85°C pada tekanan atmosfer. Reaksi dijalankan secara isothermal selama kurang lebih 1,5 jam.

Produk keluaran reaktor dialirkan ke unit kristalisasi untuk membentuk kristal aspirin. Suspensi yang terbentuk kemudian dipisahkan menggunakan filter,



PRA RANCANGAN PABRIK

PABRIK ASAM ASETILSALISILAT (ASPIRIN) ($C_9H_8O_4$) DARI ASAM SALISILAT ($C_7H_6O_3$) DAN ASETAT ANHIDRAT ($C_4H_6O_3$) DENGAN PROSES SINTESIS KALSIMUM OKSIDA (CaO)

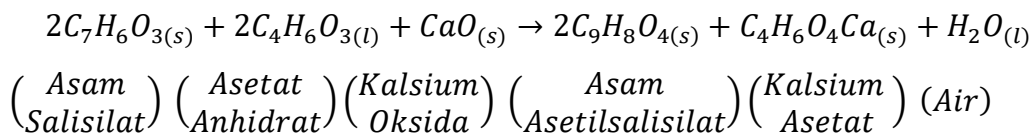
di mana cake hasil filtrasi dicuci untuk menghilangkan sisa katalis asam. Tahap pencucian ini diperlukan untuk menjamin kemurnian produk.

Cake yang telah bersih selanjutnya dikeringkan untuk memperoleh kristal aspirin dengan kadar air rendah. Filtrat hasil pemisahan dialirkan ke unit distilasi untuk memisahkan dan mendaur ulang reaktan yang masih tersisa. Proses ini menghasilkan aspirin dengan yield sekitar 93%, namun memerlukan unit operasi tambahan serta peralatan dengan ketahanan korosi yang baik.

(US Patent 7,544,831 B2)

II.1.3 Proses Sintesis Aspirin dengan Penambahan Kalsium Oksida (CaO)

Proses sintesis aspirin dengan kalsium oksida merupakan metode yang lebih efisien dibandingkan proses asetilasi konvensional. Pada proses ini, asam salisilat direaksikan dengan asetat anhidrida dengan penambahan kalsium oksida, yang berfungsi mengikat asam asetat hasil reaksi sehingga mendorong reaksi ke arah pembentukan aspirin.



Alur proses dimulai dari tahap persiapan bahan baku yaitu asam salisilat, asetat anhidrat, dan kalsium oksida yang terukur dalam perbandingan yang tepat. Asam salisilat diangkut dari silo menggunakan conveyor ke reaktor. Asetat anhidrat yang disimpan dalam tangki dialirkan menuju reaktor. Bahan baku tambahan kalsium oksida dari silo diangkut dengan conveyor menuju reaktor.

Seluruh bahan baku direaksikan di dalam reaktor alir tangki berpengaduk (RATB) pada suhu $85^\circ C$ dan tekanan 1 atm. Reaksi berlangsung dalam sistem padat-cair dan bersifat eksotermis, sehingga reaktor dilengkapi dengan jaket pendingin untuk menjaga suhu operasi tetap stabil. Waktu tinggal sekitar 30-60 menit.

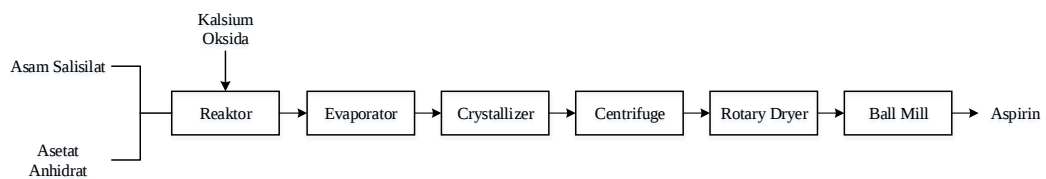
Produk keluaran reaktor berupa pasta yang mengandung aspirin dan kalsium asetat selanjutnya dialirkan menuju evaporator untuk proses pemekatan. Produk yang sudah pekat akan di alirkan menuju crystallizer untuk proses pengkristalan. Keluaran dari crystallizer dialirkan menuju centrifuge untuk proses pemisahan



PRA RANCANGAN PABRIK

PABRIK ASAM ASETILSALISILAT (ASPIRIN) ($C_9H_8O_4$) DARI ASAM SALISILAT ($C_7H_6O_3$) DAN ASETAT ANHIDRAT ($C_4H_6O_3$) DENGAN PROSES SINTESIS KALSIMUM OKSIDA(CaO)

antara kristal dan mother liquor. Kristal asam asetilsalisilat yang terbentuk menuju unit pengeringan, seperti rotary dryer, untuk menghilangkan kandungan air. Produk kering kemudian ditampung di unit penyimpanan dan dilakukan pengepakan. Proses ini menghasilkan aspirin dengan yield tinggi, yaitu sekitar 98–99%, serta produk samping berupa kalsium asetat yang tidak berbahaya sehingga tidak menimbulkan permasalahan limbah.



Gambar II. 2 Diagram alir proses pembuatan aspirin dengan sintesis CaO

(US Patent 6,278,014 B1)

II.2 Seleksi Proses

Berdasarkan pembahasan pada subbab sebelumnya, terdapat beberapa alternatif proses yang dapat digunakan untuk memproduksi aspirin. Setiap proses memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing, baik dari segi kondisi operasi, hasil reaksi, maupun dampak terhadap biaya dan lingkungan. Oleh karena itu, perlu dilakukan seleksi proses untuk menentukan proses yang paling sesuai digunakan dalam pra-rancangan pabrik aspirin ini.

Untuk memudahkan pemilihan proses, maka dilakukan perbandingan beberapa alternatif proses sebagaimana ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel II. 1 Perbandingan proses pembuatan aspirin

Parameter	Tanpa katalis	Menggunakan katalis asam	Menggunakan kalsium oksida
Bahan baku utama	Asam salisilat, asetat anhidrida	Asam salisilat, asetat anhidrida, katalis asam	Asam salisilat, asetat anhidrida, CaO
Suhu operasi	90°C	85°C	85°C
Tekanan operasi	1 atm	1 atm	1 atm
Waktu tinggal	2-3 jam	1-1,5 jam	0,5 jam - 1 jam
Konversi reaksi	90%	90%	98-99%



PRA RANCANGAN PABRIK

PABRIK ASAM ASETILSALISILAT (ASPIRIN) ($C_9H_8O_4$) DARI ASAM SALISILAT ($C_7H_6O_3$) DAN ASETAT ANHIDRAT ($C_4H_6O_3$) DENGAN PROSES SINTESIS KALSIMUM OKSIDA (CaO)

Produk samping	Asam asetat	Asam asetat dan sisa katalis	Kalsium asetat
----------------	-------------	------------------------------	----------------

Berdasarkan perbandingan pada Tabel II.1, proses sintesis aspirin dengan penambahan kalsium oksida dipilih sebagai proses yang digunakan dalam perancangan pabrik aspirin ini. Pemilihan proses tersebut didasarkan pada beberapa pertimbangan sebagai berikut:

- Suhu dan tekanan operasi relatif lebih rendah dibandingkan proses lainnya sehingga kebutuhan energi lebih kecil.
- Konversi reaksi tinggi, yaitu mencapai 98–99%, sehingga kehilangan bahan baku dapat diminimalkan.
- Produk samping berupa kalsium asetat bersifat tidak berbahaya sehingga tidak menimbulkan permasalahan limbah berbahaya.
- Tidak menggunakan katalis asam, sehingga peralatan tidak memerlukan material khusus tahan korosi dan biaya investasi dapat ditekan.

II.3 Uraian Proses

Secara keseluruhan, proses pembuatan aspirin dengan metode sintesis kalsium oksida terdiri dari lima tahapan utama, yaitu :

- Tahap persiapan bahan baku
- Tahap reaksi
- Tahap pengkristalan dan pemurnian
- Tahap pengeringan produk
- Tahan penanganan produk akhir

1. Tahap persiapan bahan baku

Tahap persiapan bahan baku merupakan tahap awal dalam proses pembuatan asam asetilsalisilat (aspirin). Bahan baku yang digunakan berupa asam salisilat ($C_7H_6O_3$), asetat anhidrida ($C_4H_6O_3$), dan kalsium oksida (CaO) yang dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu $85^{\circ}C$. Asetat anhidrat disimpan di dalam tangki penyimpanan (F-110), kemudian dialirkan menggunakan pompa (L-111) menuju heater (E-112) lalu reaktor (R-210). Kalsium oksida disimpan dalam gudang penyimpanan (F-120), lalu diumpankan ke bucket elevator (J-122) melalui belt conveyor (J-121) menuju furnace (Q-124) yang sebelumnya



PRA RANCANGAN PABRIK

PABRIK ASAM ASETILSALISILAT (ASPIRIN) ($C_9H_8O_4$) DARI ASAM SALISILAT ($C_7H_6O_3$) DAN ASETAT ANHIDRAT ($C_4H_6O_3$) DENGAN PROSES SINTESIS KALSIMUM OKSIDA (CaO)

ditampung terlebih dahulu di hopper (F-123) sebelum diumpankan dengan suhu $300^{\circ}C$ kemudian didinginkan hingga suhu mencapai $85^{\circ}C$ melalui cooling screw conveyor (J-125) dan ditampung sementara di hopper (F-127) sebelum masuk ke reaktor (R-210). Asam salisilat disimpan dalam gudang penyimpanan (F-130) dalam bentuk padatan yang kemudian diangkat menggunakan bucket elevator (J-132) yang sebelumnya melalui heater screw conveyor (J-131) menuju hopper (F-133) sebagai penampung sementara sebelum direaksikan.

2. Tahap reaksi

Tahap reaksi merupakan tahap utama dalam proses pembuatan asam asetilsalisilat (aspirin). Reaksi pembentukan aspirin berlangsung di dalam reaktor alir tangki berpengaduk (RATB) (R-210). Pada reaktor ini diumpankan asetat anhidrida dari tangki (F-110) melalui pompa (L-111), kalsium oksida dari hopper (F-123), serta asam salisilat dari hopper (F-133). Reaksi berlangsung pada suhu $85^{\circ}C$ dan tekanan atmosfer dengan waktu tinggal selama 48 menit. Untuk menjaga kestabilan suhu reaksi yang bersifat eksotermis, reaktor dilengkapi dengan sistem pendinginan. Produk keluaran reaktor berupa suspensi, kemudian dialirkan menuju unit penguapan.

3. Tahap pengkristalan dan pemurnian

Campuran dari reaktor dipekatkan di evaporator (V-310) sampai dengan kadar 66,32% sehingga menjadi larutan aspirin jenuh. Pada tahap ini, pemanasan dilakukan hingga suhu operasi sekitar $80^{\circ}C$ dengan tekanan vakum agar komponen yang memiliki volatilitas lebih tinggi dapat menguap. Larutan aspirin jenuh keluaran evaporator dialirkan ke crystallizer (S-320). Unit ini berfungsi mengkristalkan aspirin dengan proses pendinginan pada suhu $30^{\circ}C$. Kemudian slurry yang berisi kristal aspirin dan mother liquor dialirkan ke centrifuge (H-330) untuk proses pemisahan antara kristal dan mother liquor. Kristal aspirin akan dikeringkan pada proses selanjutnya, sedangkan mother liquor dialirkan ke *water treatment process*.

4. Tahap pengeringan produk



PRA RANCANGAN PABRIK

PABRIK ASAM ASETILSALISILAT (ASPIRIN) ($C_9H_8O_4$) DARI ASAM SALISILAT ($C_7H_6O_3$) DAN ASETAT ANHIDRAT ($C_4H_6O_3$) DENGAN PROSES SINTESIS KALSIUM OKSIDA (CaO)

Cake basah dari centrifuge (H-330) selanjutnya dipindahkan menggunakan screw conveyor (J-331) menuju rotary dryer (B-340) yang beroperasi pada suhu $80^{\circ}C$. Udara panas untuk proses pengeringan disuplai oleh blower (G-341) lalu diadsorbs kandungan uap air melalui molecular sieve (D-342) lalu udara kering yang dihasilkan dipanaskan menggunakan heater (E-343). Suhu udara keluar rotary dryer sekitar $70^{\circ}C$, sedangkan suhu produk aspirin yang keluar sebesar $65^{\circ}C$. Gas buang dari rotary dryer (B-340) kemudian dialirkan ke cyclone (H-344) untuk memisahkan partikel halus sebelum dilepas ke lingkungan. Produk padat selanjutnya diarahkan menuju screw cooling conveyor (J-345) untuk menurunkan suhu produk.

5. Tahap penanganan produk akhir

Produk aspirin dari pengeringan akan diarahkan ke screw cooling conveyor (J-345) untuk menuju unit ball mill (C-350) sebagai proses pengecilan ukuran padatan. Selanjutnya, produk yang sudah dikecilkan ukurannya akan diarahkan ke silo (F-360) untuk ditampung. Setelah ditampung, produk akan dilakukan pengemasan (F-361) dan ketika selesai akan disimpan dalam gudang penyimpanan (F-362).