



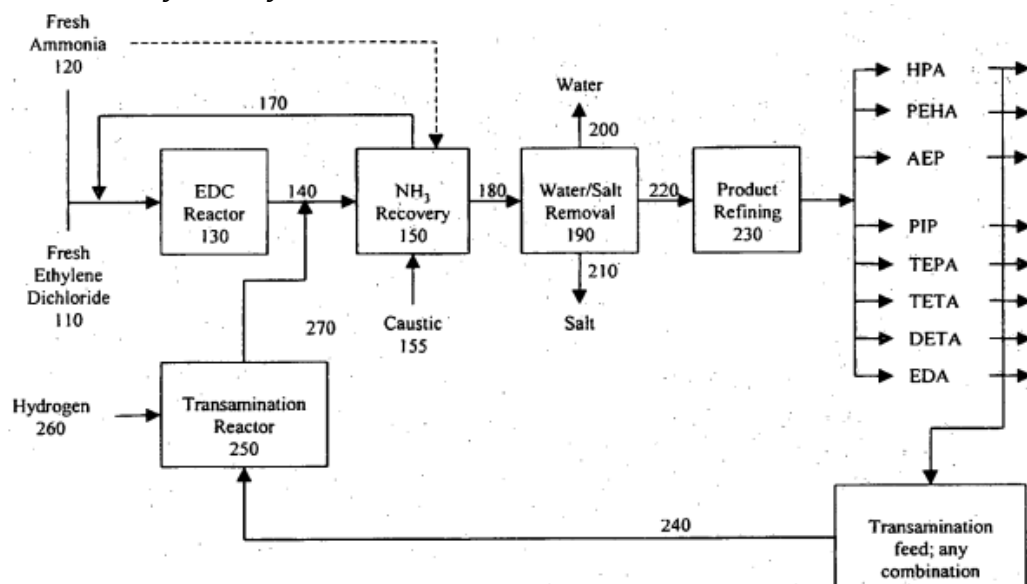
BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1 Macam – Macam Proses

Pembuatan EDA dapat dilakukan melalui dua metode yang umum diterapkan dalam industri. Pemilihan metode produksi tersebut didasarkan pada jenis bahan baku yang digunakan, karakteristik produk yang diinginkan, serta pertimbangan kondisi operasi, efisiensi reaksi, dan selektivitas terhadap produk utama. Secara umum, terdapat dua proses utama dalam produksi EDA, yaitu proses *Ammonolysis Ethylene Dichloride* (EDC) dan proses *Ammonolysis Monoethanolamine* (MEA).

II.1.1 *Ammonolysis Ethylene Dichloride*



Gambar II.1 Diagram Alir Proses *Ammonolysis Ethylene Dichloride*

(Sumber : Patent EP 2 346 809 B1)

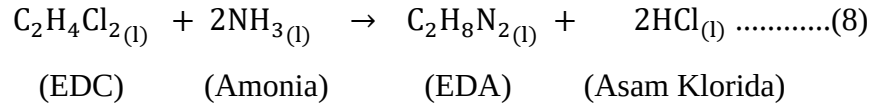
Produksi EDA (*Ethylenediamine*) dari EDC (*Ethylene Dichloride*) dilakukan melalui proses ammonolisis dengan ammonia pada kondisi suhu dan tekanan tinggi. Prnggunaan tekanan tinggi dalam proses ini bertujuan untuk meningkatkan kontak antara reaktan sehingga reaksi pembentukan *ethyleneamines* dapat berlangsung lebih efektif. Pada tahap awal, EDC direaksikan dengan amonia dalam reaktor EDC pada suhu sebesar 140°C dan tekanan sebesar 2000 psig, sehingga terbentuk campuran etilenamina dalam



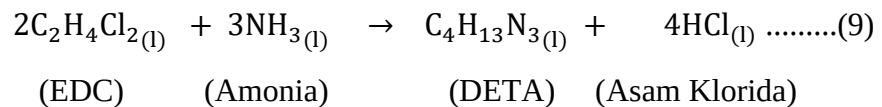
PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

bentuk *amine hydrochloride*. Reaksi utama pembentukan EDA dapat dituliskan sebagai berikut :



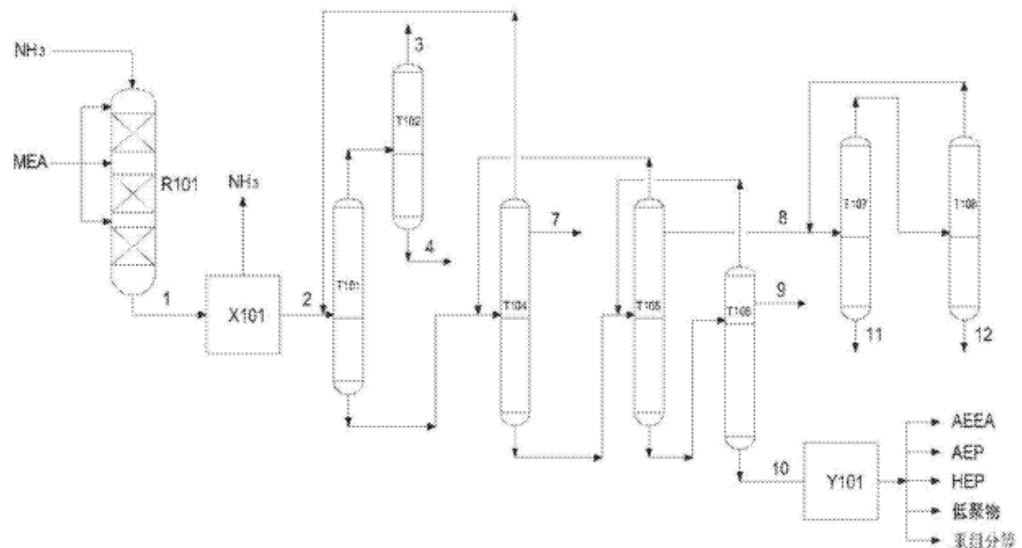
Selain menghasilkan EDA sebagai produk utama, di dalam reaktor juga terjadi reaksi lanjutan yang menghasilkan produk samping seperti DETA (*diethylenetriamine*) dengan reaksi sebagai berikut :



Aliran keluaran reaktor dialirkan ke unit pemulihan amonia untuk memisahkan amonia yang tidak bereaksi sehingga dapat *direcycle* ke reaktor. Pada proses ini reaksi berlangsung dengan menggunakan katalis hidrogenasi berbasis logam seperti nikel dan rhenium yang didukung pada penyangga $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$. Nilai konversi EDC menjadi *ethyleneamines* pada proses ini sebesar 25-65%, sehingga sebagian bahan baku yang belum bereaksi dapat dipisahkan dan digunakan kembali dalam proses. Campuran produk selanjutnya mengalami netralisasi menggunakan NaOH untuk mengubah garam hidroklorida menjadi amina bebas sekaligus menghasilkan NaCl sebagai produk samping. Campuran tersebut kemudian dialirkan ke unit pemisahan garam dan air melalui proses evaporasi atau kristalisasi untuk memisahkan NaCl dari larutan etilenamina. Setelah itu, campuran *ethyleneamines* dimurnikan melalui distilasi fraksionasi untuk memisahkan komponen berdasarkan perbedaan titik didihnya sehingga diperoleh EDA sebagai produk utama, sedangkan komponen lain seperti DETA, TETA, dan *polyethyleneamines* dipisahkan sebagai produk samping. Berdasarkan data komposisi produk yang dihasilkan, campuran *ethyleneamines* terdiri sekitar 37,1 wt% EDA, 23,4 wt% DETA, 14,1 wt% TETA, 4,1 wt% piperazine, 4,2 wt% aminoethylpiperazine, 6,8 wt% tetraethylenepentamine, dan 10,3 wt% amina lainnya (Patent EP 2 346 809 B1).

.

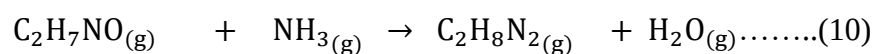
II.1.2 *Ammonolysis Monoethanolamine*



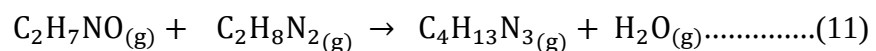
Gambar II.2 Diagram Alir Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*

(Sumber : Patent CN 105585502 B)

Proses untuk membuat EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Amonia yaitu MEA dan amonia cair masuk preheater sebelum dialirkan ke reaktor fixed-bed yang berisi katalis logam terdudung pada alumina (Al_2O_3). Katalis mengandung logam aktif seperti Ni, Ru, Re, Co, atau Cu yang telah diaktivasi dengan hidrogen. Reaksi yang terjadi di dalam reaktor, yaitu :



(Monoetanolamin) (Ammonia) (Etilendiamin) (Air)



(MEA) (EDA) (DETA) (Air)

(McKetta, 1983, pp. 172, vol. 20)

Reaksi dilakukan pada tekanan 1,4 - 30,0 MPa dengan suhu 150 - 350°C. Reaksi akan menghasilkan *Ethylenediamine* dan produk samping yaitu *Diethylenetriamine*. Rasio molar antara monoethanolamine : ammonia minimal 1:5, agar mengurangi terbentuknya produk samping. Konversi bahan baku atau MEA yang dihasilkan 70 – 80% dengan yield *Ethylenediamine* dan *Diethylenetriamine* sebesar 60,8% dan 16,34%. Hasil reaksi berupa campuran



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

gas – cair yang mengandung ammonia. Kemudian ammonia dipisahkan menggunakan separator sebelum memasuki unit pemurnian karena dapat menghambat kontak uap – cair yang ada pada unit distilasi. Kemudian produk akan dipisahkan dan dipekatkan menggunakan distilasi. Pada unit distilasi pertama digunakan untuk memisahkan EDA dengan produk samping dengan tekanan 0,01 Mpa - 0,8 Mpa. Kemudian unit distilasi kedua digunakan untuk memurnikan campuran EDA dan air pada tekanan 0,2 MPa – 1,0 MPa dengan hasil kemurnian 99,8%. Selanjutnya produk samping yang meliputi MEA dan DETA akan masuk pada unit distilasi ketiga dengan kondisi operasi distilasi 0,1 kPa – 100 kPa dengan hasil kemurnian masing – masing 99,6%. (Patent CN 105585502 B).



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

II.2 Seleksi Proses

Berdasarkan beberapa proses yang telah dilakukan terhadap pembentukan Ethylenediamine, maka dapat disusun perbandingan sebagai berikut untuk melihat efektivitas dari setiap proses :

Tabel II.1 Perbandingan Proses – Proses Pembuatan *Ethylenediamine*

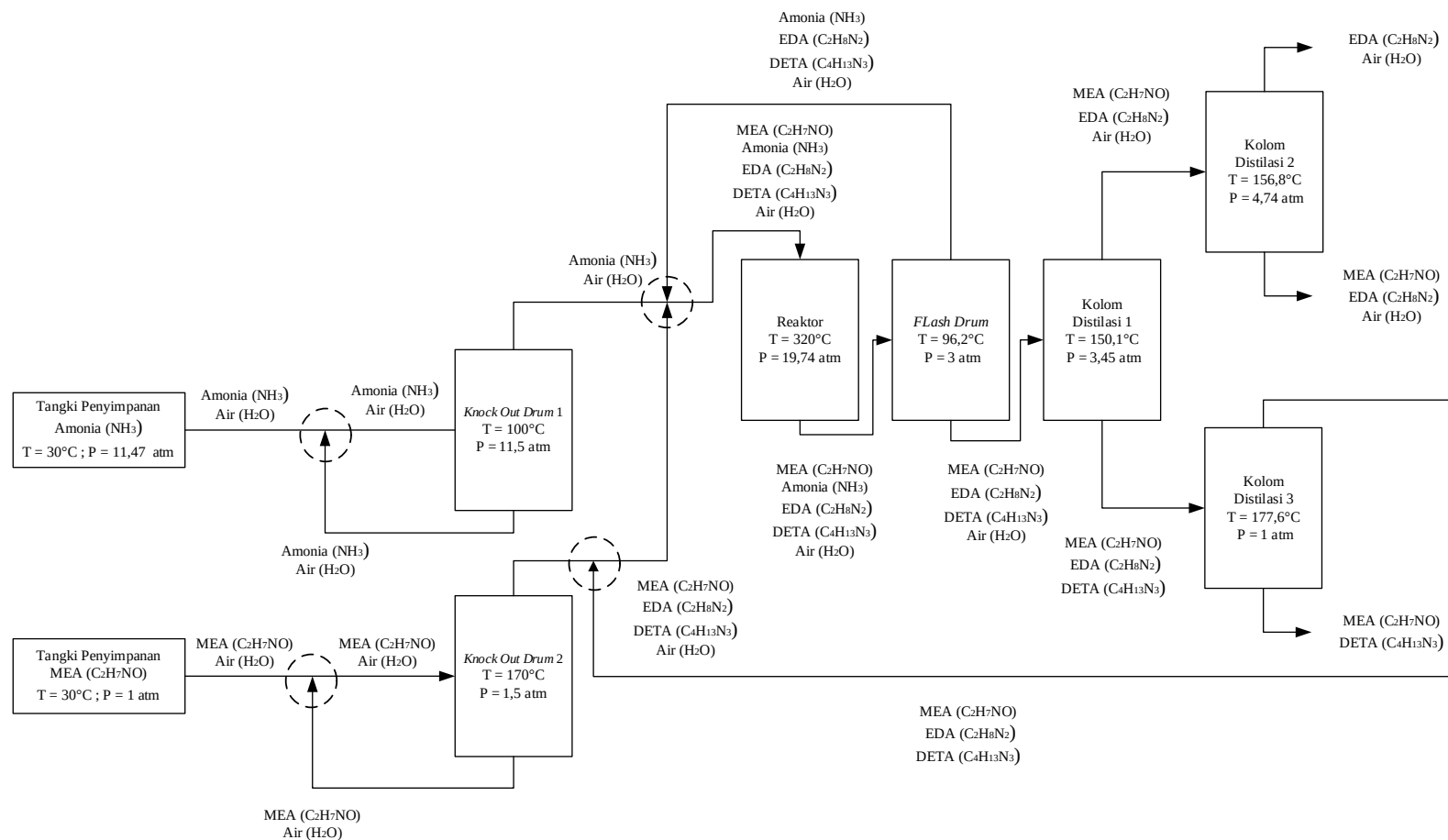
Aspek	Proses <i>Ammonolysis Ethylene Dichloride</i>	Proses <i>Ammonolysis Monoethanolamine</i>
Bahan baku utama	Etilendiklorida dan Ammonia	Monoetanolamin dan ammonia
Katalis	Ni-Re/ Al_2O_3 - SiO_2	Ni/ Al_2O_3
Fase reaksi	Cair – Cair	Gas – Gas
Suhu reaksi	140°C	150 – 350°C
Tekanan reaksi	2000 psig (137,05 atm)	1,4 - 30 MPa (13,82 - 296 atm)
Jenis reaktor	Plug flow reactor dan reaktor tubular	Fixed-bed
Produk samping	PIP, DETA, AEP, TETA, TEPA, PEHA, HPA, dan AEEA	Dietilentriamin
Konversi	25-65%	70 %
Selektivitas	-	87 %
Yield	-	60,8 %
Sumber	Patent EP 2 346 809 B1	Patent CN 105585502 B



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

II.3 Uraian Proses



Gambar II.3 Diagram Alir Pembuatan EDA dengan Ammonolysis MEA



PRA RANCANGAN PABRIK

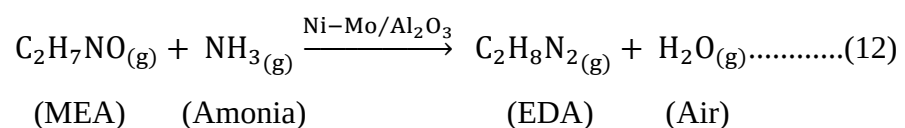
"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

1. Tahap Persiapan Bahan Baku

Tahap awal proses produksi dimulai dengan persiapan bahan baku utama. Dua bahan yang digunakan sebagai bahan baku adalah MEA (*Monoethanolamine*) dan Amonia, yang disimpan di tangki penyimpanan dalam fase cair. Kedua bahan baku tersebut kemudian dipompa dari tangki penyimpanan menuju unit vaporizer masing-masing. Dalam unit vaporizer, terjadi perubahan fasa dari cair menjadi uap. Selanjutnya, uap MEA dan uap amonia dialirkan secara terpisah menuju kompresor. Kompresor berfungsi untuk meningkatkan tekanan dan suhu masing-masing aliran uap tersebut sehingga mencapai kondisi yang mendekati kondisi operasi yang telah ditetapkan untuk reaktor. Setelah melalui tahap kompresi, kedua aliran uap dengan kondisi operasional yang sudah sesuai diumpankan ke dalam Reaktor Fixed Bed Multitubed untuk menjalani proses reaksi lebih lanjut.

2. Tahap Reaksi

Campuran MEA dan amonia yang telah dipanaskan dan dinaikkan tekanannya dalam proses persiapan bahan baku, kemudian diumpankan ke dalam reaktor Fixed Bed Multitube. Proses pembuatan EDA, menggunakan katalis jenis Ni-Mo/Al₂O₃ yang berperan untuk mempercepat reaksi. Di dalam reaktor terjadi pembentukan produk utama dan produk samping dengan kondisi operasi yaitu suhu 320°C dan tekanan 19,74 atm untuk Rasio umpan antara MEA dan amonia yaitu sebesar 1:5. Keberadaan amonia berlebih dalam sistem bertujuan untuk menggeser kesetimbangan reaksi ke arah pembentuk produk EDA. Selain itu, kelebihan amonia untuk membantu menekan pembentukan produk samping yang tidak diinginkan. Di dalam reaktor, berlangsung reaksi aminasi, reaksi yang terjadi :

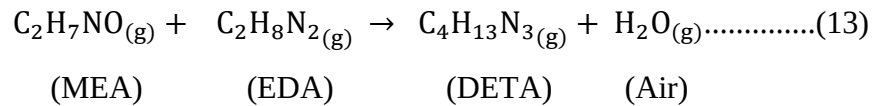




PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

Konversi reaksi yaitu 70% dengan selektivitas EDA 87%. Selain reaksi utama pembentukan produk EDA, juga terbentuk produk samping seperti DETA (*Diethylenramine*). Berikut reaksi pembentukan produk samping :



Pembentukan DETA disebabkan karena reaksi antara EDA yang telah terbentuk dengan MEA yang masih tersisa di dalam reaktor. Reaksi samping ini bersifat kompetitif terhadap reaksi utama dan dapat mengurangi selektivitas proses secara keseluruhan. Oleh karena itu, pengendalian kondisi operasi dan rasio bahan baku menjadi faktor untuk meminimalkan terbentuknya produk samping.

3. Tahap Pemisahan dan Permurnian

Campuran produk reaktor yang terdiri dari sisa MEA, EDA, air, dan produk samping yaitu DETA, perlu dilakukan serangkaian proses pemisahan untuk mendapatkan EDA murni. Proses ini dirancang untuk memulihkan produk samping bernilai tambah.

a. Pemisahan Amonia (*Flash Drum*)

Campuran produk yang keluar dari reaktor dialirkan ke unit *flash drum* untuk memisahkan amonia yang tidak bereaksi dari aliran produk. Pemisahan ini dilakukan karena amonia merupakan bahan baku bernilai tinggi, sehingga proses daur ulang (*recycle*) bertujuan untuk meningkatkan efisiensi penggunaan bahan baku dan menekan biaya produksi secara signifikan. *Flash drum* dioperasikan dengan suhu 96,2°C dan tekanan 3 atm. Di dalam reaktor, amonia yang tidak bereaksi membentuk produk akan keluar sebagai aliran gas dari bagian atas *flash drum*. Cairan hasil bawah *flash drum*, kemudian dialirkan ke tahap pemisahan berikutnya, yaitu kolom distilasi, untuk proses pemurnian produk lebih lanjut.



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

b. Kolom Distilasi 1

Cairan dari dasar *flash drum*, kemudian diumpankan ke dalam kolom distilasi 1. Kolom ini dioperasikan pada kondisi suhu $150,1^{\circ}\text{C}$ dan tekanan $3,45\text{ atm}$. Tujuan utama dari unit ini adalah untuk memisahkan EDA sebagai produk utama dari sisa MEA yang tidak bereaksi dan produk samping yang terbentuk seperti DETA. Produk EDA, MEA, dan produk samping memiliki sifat volatilitas yang berbeda, sehingga memungkinkan terjadinya pemisahan secara bertahap di dalam kolom. Hasil atas dari kolom ini berupa campuran EDA-air dan sedikit MEA yang belum terpisah sepenuhnya, sedangkan hasil bawah berupa campuran yang mengandung sisa MEA, EDA, dan produk samping seperti DETA. Aliran bawah ini kemudian akan diproses di kolom distilasi 3 untuk pemulihan (*recovery*) MEA dan pemurnian DETA yang masih memiliki nilai ekonomis, sementara campuran EDA-air dan sedikit MEA akan diolah pada kolom distilasi berikutnya untuk pemurnian akhir produk EDA. Dengan demikian, kolom distilasi pertama berperan sebagai unit pemisahan awal yang memisahkan EDA dari komponen-komponen yang tidak diinginkan sebelum masuk ke kolom distilasi 2.

c. Kolom Distilasi 2

Produk atas dari kolom distilasi 1 yang berupa campuran EDA-air dan sedikit MEA, kemudian dipompa menuju kolom distilasi 2. Kolom ini dioperasikan dengan kondisi operasi yaitu pada suhu $156,8^{\circ}\text{C}$ dan tekanan $4,74\text{ atm}$, di mana penerapan tekanan tinggi bertujuan untuk membantu memisahkan EDA dan air. Pada kondisi operasi ini, air, yang menjadi lebih volatil, sehingga akan terdistribusi sebagai produk atas, sementara EDA akan terdistribusi sebagai produk bawah.

d. Kolom Distilasi 3

Produk bawah dari kolom distilasi 1 yang masih mengandung MEA, EDA, dan DETA. Selanjutnya diolah dalam kolom distilasi 3. Kolom ini dioperasikan pada suhu $177,6^{\circ}\text{C}$ dan tekanan 1 atm . Kondisi



PRA RANCANGAN PABRIK

"Pabrik EDA (*Ethylenediamine*) dari MEA (*Monoethanolamine*) dan Ammonia dengan Proses *Ammonolysis Monoethanolamine*"

operasi ini dipilih untuk memanfaatkan perbedaan titik didih antara MEA dan DETA. Produk atas dari kolom distilasi 3, *direcycle* kembali ke aliran persiapan bahan baku MEA agar dapat digunakan kembali. Sedangkan produk bawah dari kolom distilasi 3 selanjutnya dialirkan menuju tangki penyimpanan untuk ditampung sebelum dilakukan proses *pengemasan (packing)* sebagai produk akhir.