



PRA RANCANGAN PABRIK

“Pabrik *Dimethyl Phthalate* dari *Phthalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

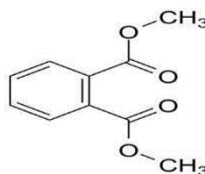
BAB II

SELEKSI DAN URAIAN PROSES

II.1. Macam-Macam Proses

Menurut Faith dan Keyes (1957), alkil ftalat diperoleh melalui reaksi esterifikasi antara anhidrida ftalat dan alkohol dengan bantuan katalis asam sulfat. Secara umum, proses produksi dimetil ftalat mengikuti prinsip yang serupa dengan sintesis dibutil ftalat, yaitu dengan mereaksikan anhidrida ftalat dengan dua mol metanol menggunakan katalis asam sulfat.

Dimetil ftalat merupakan senyawa ester organik yang berbentuk cairan berminyak, tidak berwarna, tidak berbau, serta memiliki kelarutan yang sangat rendah dalam air dingin. Namun, senyawa ini mudah larut dalam pelarut organik seperti alkohol, benzena, keton, dan juga minyak.



Gambar II. 1 Rumus *dimethyl phthalate*

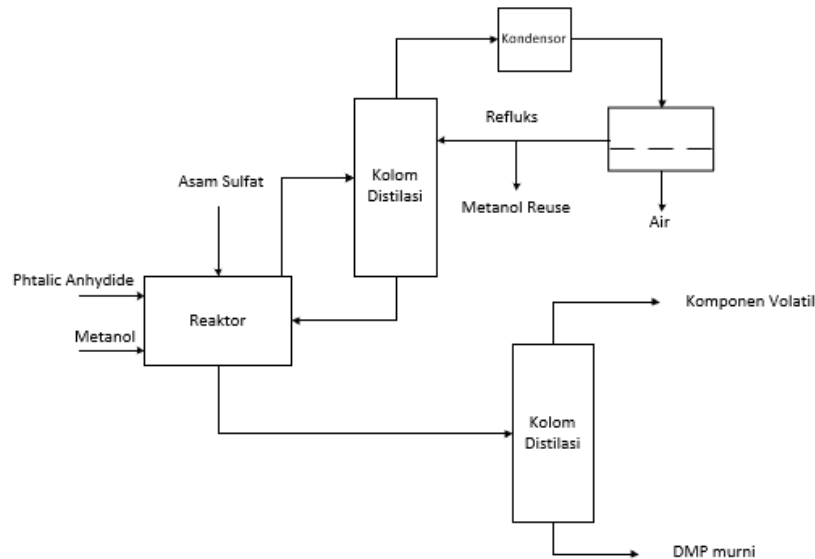
Menurut hasil penelitian yang dilaporkan oleh Ronald dan William (1952) dalam dokumen U.S. Patent No. 2618651, disajikan kajian mengenai berbagai metode sintesis dimetil ftalat melalui reaksi esterifikasi dengan menggunakan beragam jenis katalis.



PRA RANCANGAN PABRIK

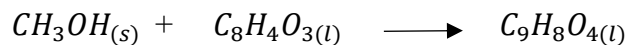
“Pabrik *Dimethyl Phthalate* dari *Phthalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

1. Pembuatan Dimethyl phthalate dari phthalic anhydride dan metanol dengan katalis asam sulfat



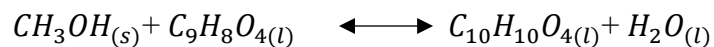
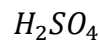
(Ullman, 2012).

Secara umum dimethyl phthalate diproduksi dengan mereaksikan phthalic anhydride dengan metanol dengan katalis asam sulfat. Reaksi pembentukan dimethyl phthalate melalui dua tahap reaksi.



(*Metanol*) (Phthalate Anhydride) (Monomethyl Phthalate)

Reaksi pertama dapat berlangsung lancar tanpa menggunakan katalis dan reaksi tidak dapat diubah (irreversible).



(*Metanol*) (Monomethyl Phthalate) (Dimethyl Phthalate) (Air)

Pada tahap reaksi yang kedua, proses reaksi pembuatan dimethyl phthalate dilakukan dalam reaktor alir tangki berpengaduk (RATB). Monomethyl Phthalat yang terbentuk direaksikan dengan metanol dengan perbandingan molekul 1:1. Konversi reaksi yang dihasilkan sebesar 90%



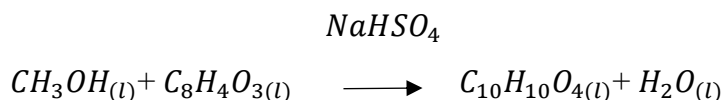
PRA RANCANGAN PABRIK

“Pabrik *Dimethyl Phthalate* dari *Phthalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

dan berlangsung pada suhu 120°C. Reaksi ini menggunakan katalis asam sulfat pekat, asam sulfat pekat yang ditambahkan yaitu sebesar 1-3% dari jumlah bahan baku *Phthalic Anhydride* (Ronald dan William, 1952). Katalis asam sulfat yang digunakan tersedia secara komersial di dalam negeri, salah satunya dipasok oleh perusahaan petrokimia nasional (mis. PT Petrokimia Gresik).

2. Dimethyl phthalate dari phthalic anhydride dan methanol dengan katalis dengan katalis sodium bisulphate

Reaksi:



Proses produksi dimethyl phthalate dilakukan di dalam reaktor alir tangki berpengaduk (CSTR), di mana metanol direaksikan dengan *phthalic anhydride* pada perbandingan molar 2:1 dengan penambahan katalis sodium bisulfat sekitar 2%. Pada kondisi operasi tersebut, proses esterifikasi mampu menghasilkan konversi produk berkisar antara 90–95%. Reaksi berlangsung pada reaktor berpengaduk dengan tekanan operasi sekitar 3 atm, sedangkan suhu reaksi dikendalikan pada rentang 130–150 °C untuk memperoleh konversi reaksi optimal, yaitu sekitar 90–95%.

Produksi sodium bisulfat hanya dapat diperoleh di luar negeri karena belum ada pabrik yang memproduksi bahan tersebut. Dilansir Alibaba.com, harga sodium bisulfat yaitu Rp. 37.500,00/ Kg.

3. Dimethyl phthalate dari phthalic anhydride dan methanol dengan katalis dengan katalis Amberlyst-15.

Pembuatan dimethyl phthalate (DMP) dilakukan melalui reaksi esterifikasi *phthalic anhydride* (PA) dengan metanol menggunakan katalis asam padat Amberlyst-15. Reaksi berlangsung dalam fase cair dan secara keseluruhan terdiri dari dua tahap, yaitu pembentukan monoester dari PA yang



PRA RANCANGAN PABRIK

“ Pabrik *Dimetyl Phthalate* dari *Phtalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

berlangsung sangat cepat, kemudian reaksi monoester dengan metanol membentuk DMP sebagai diester. Karena reaksi esterifikasi bersifat reversibel dan menghasilkan air, penggunaan metanol berlebih diperlukan untuk menggeser kesetimbangan ke arah pembentukan DMP. Pada penelitian Yadav dan Rahuman pada tahun 2004, Amberlyst-15 merupakan salah satu resin penukar ion yang menunjukkan aktivitas tinggi dibandingkan katalis clay, dengan kondisi pengujian katalis pada temperatur 120 °C, rasio mol monoester terhadap metanol 1:25, dengan katalis sebanyak 0.0213g/cm³ dari total volume reaktan dan pengadukan 800 rpm. Setelah reaksi, katalis padat dapat dipisahkan dari campuran dengan filtrasi sehingga tidak ikut terbawa ke tahap pemurnian. Pada penelitian, setelah katalis disaring, kelebihan alkohol dihilangkan menggunakan rotary evaporator dan produk selanjutnya dimurnikan dengan distilasi vakum.

II.2. Pemilihan Proses

Table II. 1 *Pemilihan Proses*

Pertimbangan (perbedaan katalis)	asam sulfat	katalis sodium bisulphate	Amberlyst-15
Jenis Katalis	Homogen (Cair)	Homogen (Cair)	Heterogen (Padat)
Harga Katalis (Rp/kg)	15.000	37.500	51.000
Korosivitas	Tinggi	Tinggi	Sedikit korosif
Waktu Operasi	2 - 4 jam	1-4 jam	2 – 3 jam



PRA RANCANGAN PABRIK

“ Pabrik *Dimethyl Phthalate* dari *Phthalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

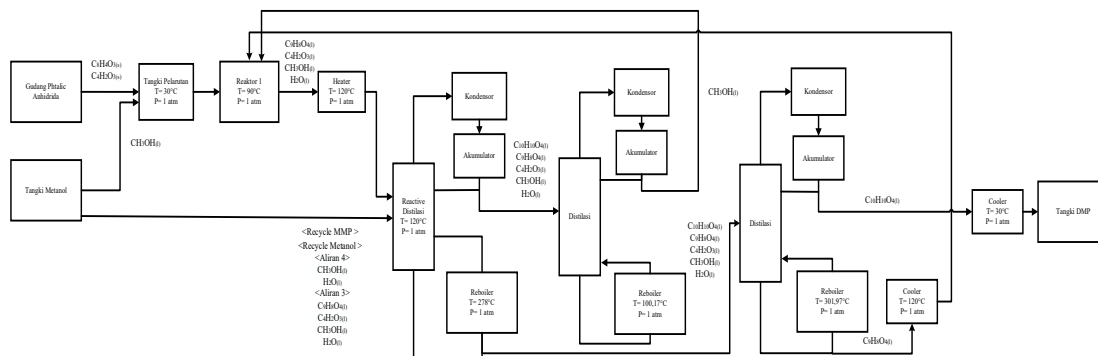
Konversi	75-80%	80%	77-80%
Suhu Operasi	100-120 °C	120-150 °C	120 °C
Proses Pemisahan katalis	sulit	sulit	mudah
Netralisasi	Perlu	Perlu	Tidak perlu
Limbah yang Dihasilkan	Banyak	Banyak	Sedikit

Untuk memproduksi dimethyl Phtalate terdapat dua katalis yang bisa digunakan, tetapi mempunyai reaksi yang sama sehingga bahan baku yang digunakan sama. Digunakan proses yang pertama dengan penggunaan katalis Amberlyst-15 karena dinilai lebih menguntungkan pada beberapa aspek yaitu:

1. Meskipun Amberlyst-15 paling mahal namun Amberlyst-15 dapat digunakan kembali (Reuse), sehingga mengurangi biaya penggunaan katalis
2. Katalis Amberlyst-15 lebih mudah dalam proses pemisahannya karena tidak perlu netralisasi sehingga lebih minim limbah dan ramah lingkungan
3. Amberlyst-15 lebih tidak korosif dibandingkan 2 katalis lainnya sehingga dapat mengurangi biaya material



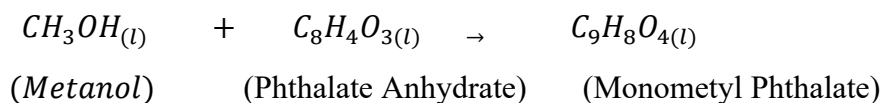
II.3. Uraian Proses



Gambar II. 2 BFD Uraian Proses DMP

1. Persiapan Bahan Baku

Tahap persiapan bahan baku bertujuan untuk menyiapkan phthalic anhydride dan metanol sebelum memasuki tahap reaksi. Bahan baku phthalic anhydride disimpan di Gudang Phthalic Anhydride, sedangkan metanol disimpan di Tangki Metanol. Metanol dari tangki penyimpanan dibagi menjadi dua aliran untuk mendukung tahapan reaksi. Tahap pertama dimana Phthalic anhydride berupa kristal padatan diumpankan menuju Tangki Pelarutan untuk dicampurkan dengan methanol. Hasil dari tahap tersebut diumpankan menuju Reaktor. Reaktor dioperasikan pada suhu 90 °C dan tekanan 1 atm. Pada tahap ini berfungsi untuk membentuk monomethyl phthalate (MMP) sebagai senyawa antara. Pembentukan monoester dari phthalic anhydride dan alkohol berlangsung cepat dan dapat terjadi tanpa katalis.



Aliran keluaran Reaktor selanjutnya dialirkan menuju heater untuk meningkatkan suhu hingga 120 °C sebelum memasuki unit reactive distillation. Pada saat yang sama, sebagian metanol dari Tangki Metanol dialirkan melalui heater lainnya dan dipanaskan hingga 120 °C. Kedua aliran tersebut kemudian diumpankan ke unit reactive distillation.



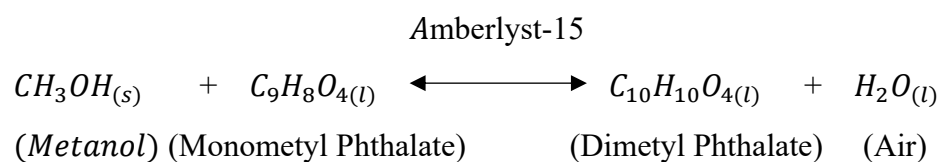
PRA RANCANGAN PABRIK

“Pabrik *Dimethyl Phthalate* dari *Phthalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

2. Reaksi dan Pemisahan pada Reactive Distillation

Tahap reaksi berlangsung di dalam Reactive Distillation yang beroperasi pada suhu 120 °C dan tekanan 1 atm. Umpan yang masuk terdiri dari MMP yang terbentuk pada Reaktor 1 serta metanol tambahan. Pada tahap ini berlangsung reaksi esterifikasi lanjutan, yaitu reaksi antara MMP dan metanol menghasilkan dimethyl phthalate (DMP) dan air dengan menggunakan katalis heterogen yakni Amberlyst-15.

Reaksi keseluruhan dapat dituliskan sebagai:



Secara mekanisme, pembentukan DMP berlangsung dalam dua tahap, yaitu pembentukan monoester/MMP dan dilanjutkan dengan reaksi MMP dengan alkohol untuk membentuk diester/DMP. Karena reaksi esterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan, penggunaan metanol berlebih dan pengeluaran air dari sistem diperlukan untuk mendorong kesetimbangan ke arah pembentukan DMP.

Pada unit reactive distillation, reaksi dan pemisahan berlangsung secara bersamaan. Komponen yang lebih volatil, terutama metanol dan air, cenderung bergerak menuju bagian atas kolom, sedangkan komponen dengan volatilitas lebih rendah seperti DMP, MMP, phthalic anhydride, dan impuritas lainnya cenderung keluar melalui bagian bawah kolom. Sebagian aliran dari bagian atas dikondensasikan dan dikembalikan sebagai recycle, sehingga metanol dan komponen yang masih dapat bereaksi dapat dimanfaatkan kembali. Penggunaan metanol dalam jumlah berlebih juga sesuai dengan prinsip esterifikasi pada penelitian Yadav dan Rahuman, yaitu untuk menggeser kesetimbangan menuju pembentukan ester.



PRA RANCANGAN PABRIK

“Pabrik *Dimethyl Phthalate* dari *Phthalic Anhydride* Dan Metanol Dengan Katalis *Amberlyst-15* Menggunakan Proses Esterifikasi Kapasitas 25.000 Ton/Tahun”

Aliran keluaran dari reactive distillation kemudian dialirkan menuju tahap pemisahan menggunakan unit distilasi. Sistem recycle pada BFD digunakan untuk mengembalikan MMP dan metanol yang masih terdapat dalam aliran proses sehingga dapat digunakan kembali dalam proses reaksi.

3. Pemisahan dan Pemurnian

Produk atas keluaran dari reactive distillation selanjutnya dialirkan menuju unit distilasi pertama. Distilasi pertama berfungsi untuk memisahkan komponen-komponen yang lebih volatil seperti Metanol dari komponen berat. Uap dari bagian atas kolom dialirkan menuju kondensor dan selanjutnya ditampung di accumulator. Sebagian aliran dari accumulator dikembalikan ke kolom sebagai reflux, sedangkan Metanol hasil pemisahan kemudian dialirkan kembali menuju proses sebagai metanol recycle yang masuk ke reaktor, sehingga dapat mengurangi kebutuhan metanol segar. Pemanfaatan kembali metanol juga mendukung penggeseran kesetimbangan reaksi esterifikasi ke arah pembentukan produk. Produk bawah dari distilasi 1 dialirkan ke UPL untuk di olah sebelum dibuang.

Produk berat dari Reaktif Distilasi diteruskan menuju distilasi 2. Distilasi 2 bertujuan untuk memurnikan DMP dan merecycle MMP. Pada bagian atas kolom, komponen yang lebih volatile yakni DMP dikeluarkan sebagai aliran produk utama. DMP kemudian dialirkan menuju cooler untuk menurunkan suhu hingga sekitar 30 °C sebelum ditampung di Tangki DMP sebagai produk akhir. sedangkan MMP diperoleh dari kolom bawah sebagai aliran produk yang akan direcycle ke reactive distillation. MMP kemudian dialirkan menuju cooler untuk menurunkan suhu hingga sekitar 120 °C sebelum recycle ke RD.