



e-ISSN Number

Available online at <https://jurnal.teknologiindustriumi.ac.id/index.php/JCPE/index>

Journal of Chemical Process Engineering

Volume 5 Nomor 1 (2020)



SINTA Accreditation
Number 28/E/KPT/2019

Pengaruh Temperatur Operasi Terhadap Penurunan Kadar Biuret Dalam Urea Prill dari Evaporator Tingkat II di PT. Pupuk Kaltim

(Effect of Operating Temperature on Biuret Content Reduction in Urea Prill from Stage II Evaporator at PT Pupuk Kaltim)

Mimin Septiani¹, Dhasvianty Dhasvianty¹, Muhammad Miftakhul Z¹, Ratna wati²

¹Prodi Teknik Kimia, Sekolah Tinggi Teknologi Industri Bontang, Bontang, Kalimantan Timur- Indonesia 75311

²Prodi Teknik Mesin, Sekolah Tinggi Teknologi Industri Bontang, Bontang, Kalimantan Timur-Indonesia 75311

Inti Sari

Biuret merupakan hasil samping dalam sintesa pembentukan urea. Kandungan biuret yang tinggi dalam produk urea dapat menjadi racun bagi tanaman sehingga keberadaan biuret harus ditekan. Salah satu faktor terbentuknya biuret adalah temperatur yang tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan temperatur operasi optimum terhadap penurunan kadar biuret dalam urea prill. Analisa dilakukan terhadap enam variabel temperatur operasi 137 °C, 138 °C, 139 °C, 140 °C, 141°C, dan 142 °C. Sampel dari Evaporator berupa produk urea prill diambil dari *belt conveyor*, kemudian dilakukan uji kandungan biuret menggunakan spektrofotometer dan kadar air urea prill dengan metode aquatitrat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa temperatur operasi optimum pada evaporator adalah 138 °C, karena mampu menghasilkan kadar biuret yang rendah sebesar 0,798% dengan kadar air yang juga rendah sebesar 0,44%, dan tingkat efisiensi penggunaan *steam* sebesar 211,541 kg/jam.

Kata Kunci: Biuret, Urea, Prill

Key Words : Biuret, Urea, Prill

Abstract

Biuret is a by-product in the synthesis of urea formation. The high biuret content in urea can be toxic to plants so its existence must be controlled. One of the factors forming biuret is high temperatur. This research aims to determine the optimum operating temperatur to reduce levels of biuret in urea prill. Anaysis was carried out on the six operating temperature variables, i.e 137 °C, 138 °C, 139 °C, 140 °C, 141°C, and 142 °C The urea prill sample from the evaporator is taken from the belt conveyor, then the biuret content was tested using a spectrophotometer and water content using the aquatitrat method. The results showed that the optimum operating temperatue on the evaporator was 138 °C, able to produce low level of biuret 0,798% and low water content of 0,44% and an efficient level of steam usage of 211,541 kg / hour

Published by

Department of Chemical Engineering
Faculty of Industrial Technology
Universitas Muslim Indonesia, Makassar

Address

Jalan Urip Sumohardjo km. 05 (Kampus 2 UMI)
Makassar- Sulawesi Selatan

Corresponding Author

mhimns@gmail.com



Journal History

Paper received : 19 Maret 2020
Received in revised : 04 April 2020
Accepted: 14 Mei 2020

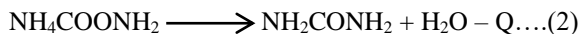
PENDAHULUAN

Pupuk memegang peran penting dalam mempertahankan produktivitas tanah dan mencegah penurunan unsur hara. Ketersediaan unsur hara ini sangat penting bagi proses metabolisme tanaman, karena memicu peningkatan proses pembelahan sel pada jaringan tanaman [1].

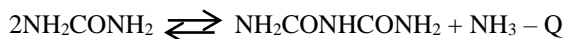
Unsur hara yang dominan dalam kesuburan tanah diantaranya, Nitrogen (N), Fosfor (P) dan Kalium (K) [2]. Nitrogen (N) merupakan nutrient yang paling penting dan produktifitasnya tinggi [3]. Urea adalah pupuk yang mengandung Nitrogen sekitar 45-46 %. Sifatnya yang mudah larut menjadikan urea cepat tersedia bagi tanaman [4].

Urea diproduksi dalam bentuk prill atau granul, tergantung proses *finishing* yang digunakan. Pada proses *prilling*, lelehan urea pekat keluaran dari unit evaporator diumpukan ke *rotating bucket* yang letaknya di atas menara *prilling* [5], *Bucket* diputar dengan kecepatan tinggi dan menyemburkan lelehan urea dalam bentuk tetesan. Tetesan dipadatkan dan dikeringkan menggunakan udara dingin, urea prill dikirim ke *bulk storage* melalui *belt conveyor* [6]. Segmentasi prill adalah tanaman pangan dan industri, sedangkan urea granul lebih cocok untuk segmen perkebunan [7].

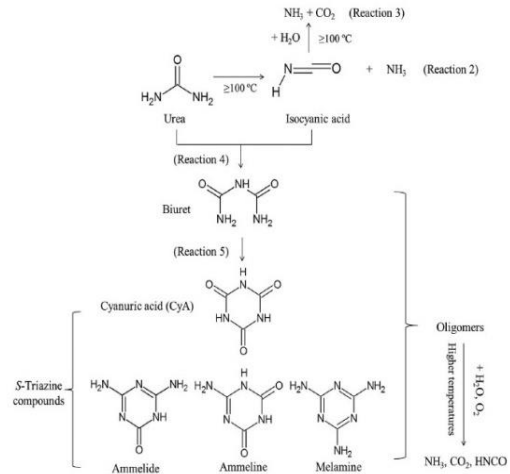
Urea disintesis dengan mereaksikan amoniak dan karbondioksida [8] dengan mekanisme reaksi :



Dalam proses pembentukan urea, terdapat reaksi samping yaitu reaksi pembentukan biuret [9] [10]:



Biuret terbentuk oleh kombinasi dua molekul urea dengan melepaskan satu molekul amonia [11]. Struktur biuret mirip dengan urea [12]. Reaksinya terjadi pada tekanan rendah dan waktu pemanasan yang cukup lama [13]. Identifikasi keberadaan biuret pertama kali dilakukan oleh Wiedmann pada tahun 1848, setelah memanaskan urea nitrat pada 150 °C - 170 °C [14]. Ketika urea dipanaskan di atas titik leburnya, maka akan terjadi laju reaksi yang tidak diinginkan sehingga memicu pertumbuhan zat yang berbeda, termasuk biuret dan turunan urea lainnya [15] [14].



Gambar 1. Skema reaksi Urea dan turunannya [9]

Sumber : Y. Ma, *et al*(2019)

Gambar 1 menunjukkan sistem reaksi urea pada beberapa tahap pemanasan. Produk samping akan semakin banyak terbentuk seiring meningkatnya temperatur dan waktu pemanasannya. Produk samping yang terbentuk diantaranya biuret, cyanuric acid, ammelide dan melamin [9]

Hasil analisis pirolisis urea, mengemukakan bahwa biuret dapat terbentuk pada suhu di atas 132,5 °C hingga 160 °C [16]. Dalam simulasi dekomposisi urea menggunakan integrasi kinetik model, urea telah meleleh dan terdekomposisi pada suhu 133 °C menghasilkan biuret [17]. Biuret mulai terdekomposisi pada suhu 190 °C – 250 °C [18][19].

Di Indonesia, Syarat mutu biuret dalam urea prill maksimum 1,2%, sedangkan dalam bentuk granular maksimum 1,5% [20]. Pembentukan biuret ini harus ditekan karena dapat mengurangi urea yang terbentuk, dan merupakan senyawa yang memiliki sifat racun bagi tanaman [21]. Pembentukan produk samping umumnya disebabkan oleh konsentrasi NCO^- [22] dan kondisi operasi yaitu tekanan dan temperatur [23], sehingga penelitian ini bertujuan untuk menekan pembentukan biuret pada produk urea prill dengan mencari temperatur operasi yang optimum.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan urea konsentrasi 68%, *steam* (pemanas), air pendingin, udara instrumentasi, Karl Fisher *Reagent*, Metanol, Larutan Kalium Natrium Tartrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), Larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Alat yang digunakan, Botol timbang, neraca analitik, Spektrofotometer Pharo 300, labu ukur, labu didih, *waterbath*, pompa *vacuum*, pipet volume.

Penelitian dilakukan pada Pabrik Urea Pupuk Kaltim dengan studi kasus terhadap enam variabel temperatur, 137 °C, 138 °C, 139 °C, 140 °C, 141 °C, dan 142 °C. Untuk mengubah temperatur dilakukan dengan mengatur bukaan pada level kontrol yang menuju ke alat *ejector*. Metode pengambilan dimulai dari menyiapkan botol bersih, membuka penutup *belt conveyor*, produk urea Prill dimasukkan ke dalam botol, lalu dilakukan analisa.

Uji Kadar Air Metode Aquatitator

Uji kadar air mengikuti instruksi operasi alat KF4B aquameter. Metanol sebanyak 25-50 ml ditambahkan ke dalam botol titrasi dan dinetralkan dengan Karl Fisher *Reagent*. Sampel ditimbang 2-5 gram, lalu dimasukkan kedalam alat titrasi. Aduk contoh sampai larut kemudian dilakukan titrasi dengan Karl Fisher *Reagent* hingga titik akhir. Dicatat volume *reagent* yang digunakan. Kadar air dihitung menggunakan rumus :

$$\text{H}_2\text{O}, \% \text{ wt} = \frac{a \times \text{FK}}{\text{mg Contoh}} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

a = ml Karl Fisher *Reagent*

FK = Faktor kalibrasi

Uji Kadar Biuret metode Spektrofotometri

Sampel Urea Prill ditimbang sebanyak 3 gram, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml, diencerkan dengan air demin secukupnya. Ditambahkan 10 ml $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 10 ml $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ lalu diimpitkan sampai tanda batas. Didiamkan selama 15 menit. Pengukuran absorbansinya dilakukan pada panjang gelombang 550 nm dengan menggunakan larutan blank sebagai pembanding. Blank yang digunakan adalah blank 1 dan blank 2 dengan prosedur pembuatan Blank 1 = ke dalam labu ukur 50 ml, ditambahkan 10 ml larutan $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, diencerkan dengan air demin hingga garis miniskus ; Blank 2 = kedalam labu ukur 50 ml ditambahkan 10 ml larutan Kalium Natrium Tartrate dan 10 ml larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, diimpitkan hingga tanda batas. Blank 1 digunakan untuk standar blank 2.

Perhitungan kadar biuret menggunakan persamaan:

$$\text{Biuret}, \% \text{ wt} = \frac{(B-A) \text{FK}}{\text{gram contoh}} \dots \dots \dots (2)$$

A = Absorbansi blank 2 pada Spektrofotometer

B = Absorbansi contoh pada Spektrofotometer

HASIL DAN PEMBAHASAN

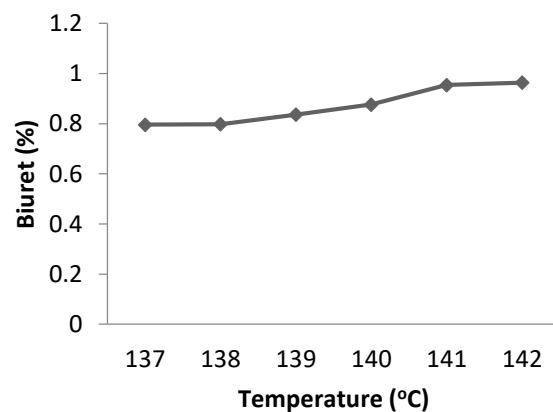
Hasil Analisis Hubungan antara Temperatur Operasi terhadap kadar Biuret

Analisis dilakukan terhadap enam variabel perubahan temperatur operasi, untuk mencari temperatur optimum dengan kadar biuret yang rendah. Pengambilan data secara periodik sebanyak lima kali untuk satu jenis temperatur :

Tabel 1. Data kadar biuret pada berbagai variabel temperatur

No.	137 °C	138 °C	139 °C	140 °C	141 °C	142 °C
	(% wt Bi)	(% wt Bi)	(% wt Bi)	(% wt Bi)	(% wt Bi)	(% wt Bi)
1	0,80	0,80	0,90	0,92	0,93	0,97
2	0,78	0,81	0,82	0,84	0,97	0,96
3	0,82	0,79	0,78	0,85	0,98	0,95
4	0,79	0,79	0,84	0,94	0,92	0,99
5	0,79	0,80	0,84	0,83	0,97	0,95
Rata- rata	0,796	0,798	0,836	0,876	0,954	0,964

Dari data tersedia dilakukan perhitungan nilai rata-rata untuk selanjutnya dibuat grafik hubungan antara temperatur dan kadar biuret.

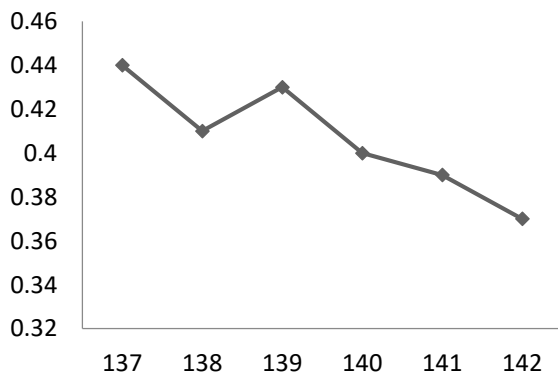


Gambar 2. Grafik hubungan antara temperatur dan kadar biuret

Gambar 2 menunjukkan bahwa temperatur operasi sangat berpengaruh pada peningkatan kadar biuret dalam produk urea prill. Semakin tinggi temperatur operasi maka semakin tinggi kadar biuret dalam urea [16]. Penurunan temperatur akan berpengaruh pada komposisi bahan dan kondisi prosesnya. Sesuai dengan prinsip Le Chatelier, penurunan temperatur reaksi sistem akan mengakibatkan semakin rendahnya nilai Q yang disuplai, reaksi akan berjalan ke kiri [24] sehingga biuret yang terbentuk akan semakin menurun.

Kualitas urea ditentukan oleh beberapa faktor, kandungan Nitrogen, *moisture*, ukuran distribusi prill dan kandungan biuretnya [21] Menurut standart nasional Indonesia no. SNI 2801:2010 bahwa kandungan biuret pada produk prill maksimal 1,2%, tetapi dengan sifatnya yang toxic maka upaya penekanan mutlak untuk dilakukan. Kadar biuret terendah diperoleh dari temperatur operasi 137 °C namun sebelum menetapkan temperatur tersebut sebagai temperatur operasi optimum terlebih dahulu dilakukan analisis kadar air pada produk urea prill.

Hasil Analisis hubungan temperatur operasi terhadap kadar air urea prill



Gambar 3. Grafik hubungan temperatur operasi terhadap kadar air urea prill

Hasil analisis kadar air pada Gambar 3 menunjukkan bahwa temperatur yang tinggi sangat berpengaruh pada penurunan kadar air, namun justru meningkatkan kadar biuretnya. Dalam SNI 2801-2010, kadar air maksimum dalam produk urea prill adalah 0,5%. Setelah melihat kadar air dalam produk urea prillnya, temperatur 138 °C lebih rendah daripada kadar air di temperatur 137 °C.

Temperatur 138 °C ditetapkan sebagai temperatur optimum selain karena biuret yang terkandung sebesar 0,798%, kadar air dalam produk urea prill hanya 0,41%. Sedangkan pada suhu 137 °C memang mampu menghasilkan kadar biuret yang lebih rendah, namun kadar air dalam urea prillnya masih lebih tinggi yakni 0,44%. Untuk menguatkan hipotesis dalam penentuan temperatur optimum, maka dilakukan uji banding antara 138 °C dengan temperatur rekomendasi dari *Licencor* Stamicarbon yaitu 140 °C [25] Analisis ini dilakukam dengan menghitung neraca massa komponen dan neraca panas pada kedua temperatur operasi tersebut menggunakan persamaan :

Perhitungan neraca massa :

$$L_{si} = L_{so} + V_{so} \dots\dots\dots (3)$$

L_{si} = total mol liquid yang masuk (Kmol/jam)
 L_{so} = total mol liquid yang keluar (kmol/jam)
 V = total mol uap yang keluar (kmol/jam)

Perhitungan neraca komponen :

$$L_{si} \times X_{lsi} = L_{so} \times X_{lso} + V_{so} \times y_{vso} \dots\dots\dots (4)$$

X_{lsi} = fraksi mol komponen liquid masuk
 X_{lso} = fraksi mol komponen liquid keluar
 y_{vso} = fraksi mol komponen gas keluar

Penentuan neraca entalpi :

$$L_{si} \times \Delta H_{lsi} = L_{so} \times \Delta H_{lso} + V_{so} \times \Delta H_{vso} \dots\dots (5)$$

ΔH_{lsi} = entalpi komponen liquid masuk (kkal/jam)
 ΔH_{lso} = entalpi komponen liquid keluar (kkal/jam)
 ΔH_{vso} = entalpi komponen gas keluar (kkal/jam)

Penentuan neraca entalpi total :

$$L_{si} \times \Delta H_{lsi} + \lambda = L_{so} \times \Delta H_{lso} + V_{so} \times \Delta H_{vso} \dots\dots (6)$$

λ = Panas laten dari *steam* yang masuk (kkal/jam)

Pada temperatur lisensi 140 °C biuret yang terkandung dalam urea sebesar 682,9594667 kg/jam. Pada temperatur 138 °C biuret yang terkandung sebesar 632,290544 kg/jam. Hal ini menunjukkan bahwa dengan penurunan temperatur sebesar 2 °C, kandungan biuret dapat ditekan sebanyak 59,6689227 kg/jam.

Dari hasil perhitungan neraca entalpi dapat diketahui jumlah energi yang dibutuhkan. Pada temperatur lisensi 140 °C, kebutuhan *steam* sebesar 7.974,885637 kg/jam. Setelah temperatur diturunkan menjadi 138 °C, kebutuhan *steam* menjadi 7.763,344548 kg/jam. Hal ini menunjukkan ada penurunan pemakaian *steam* pemanas sebesar 211,541 kg/jam.

Jika ditinjau dari segi keamanan pengoperasian, temperatur 138 °C masih dapat ditoleransi karena masih dalam *range* kondisi operasi, sehingga apabila terjadi kendala operasional dari segi operasi pabrik maupun dari *steam*, urea tidak akan meleleh kembali pada suhu tersebut.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian pengaruh temperatur pada penurunan kadar buret dalam produk urea prill dapat disimpulkan bahwa :

1. Temperatur operasi optimum pada Evaporator tingkat II yang mampu menekan pembentukan biuret pada produk urea prill adalah 138 °C. Dengan temperatur tersebut mampu menghasilkan kadar biuret terendah sebesar 0,798% dan kondisi operasi tersebut masih tergolong aman, namun perlu diperhatikan karena sangat dekat dengan titik leleh urea (132,7 °C)
2. Kadar air dalam produk urea prill pada temperatur 138 °C sebesar 0,41%, nilai ini masih di bawah batas maksimum yang ditetapkan SNI.
3. Tingkat efisiensi penggunaan *steam* pada temperatur 138 °C sebesar 211,541 kg/jam.
4. Saran untuk penelitian selanjutnya adalah melakukan analisis tentang pengaruh variabel tekanan, waktu pemanasan serta mengkaji laju pemanasan pada Evaporator.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada PT Pupuk Kaltim yang telah memberikan izin pengambilan data penelitian dan kepada Sekolah Tinggi Teknologi Industri Bontang atas bantuannya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. P. I. Maulidiah Lutfiani Safira, Henry Adhi Kurniawan, Ana Rochana, "Pengaruh

Pemupukan Nitrogen Terhadap Produksi Dan Kualitas Hijauan Kacang Koro Pedang (*Canavalia gladiata*) The Effect of Nitrogen Fertilization on the Production and Quality of Sword Bean Forage (*Canavalia gladiata*)," *J. Nutr. Ternak Trop. dan Ilmu Pakan*, vol. 1, no. 1, pp. 25–33, 2019.

- [2] I. Firmansyah, M. Syakir, and L. Lukman, "Pengaruh Kombinasi Dosis Pupuk N, P, dan K Terhadap Pertumbuhan dan Hasil Tanaman Terung (*Solanum melongena* L.)," *J. Hortik.*, vol. 27, no. 1, p. 69, 2017.
- [3] Z. Shui-qin, *et al.*, "Effects of urea enhanced with different weathered coal-derived humic acid components on maize yield and fate of fertilizer nitrogen," *J. Integr. Agric.*, vol. 18, no. 3, pp. 656–666, 2019.
- [4] R. H. Ramadhani, M. Roviq, and M. D. Maghfoer, "Pengaruh Sumber Pupuk Nitrogen dan Waktu Pemberian Urea pada Pertumbuhan dan Hasil Tanaman Jagung Manis (*Zea mays* Sturt . var . *saccharata*)," *Produksi Tanam.*, vol. 4, no. 1, pp. 8–15, 2016.
- [5] A. Dwimasputra, *et al.*, "Desain Pabrik Pupuk Urea berbahan baku Batubara Kelas Rendah di Kabupaten Muara Enim Sumatera Selatan," vol. 6, no. 2, pp. 1–4, 2017.
- [6] N. Rahmanian, *et al.*, "Urea finishing process: Prilling versus granulation," *Procedia Eng.*, vol. 102, pp. 174–181, 2015.
- [7] pupukkaltim.com, "UREA," *pupukkaltim*, 2017. [Online]. Available: <https://www.pupukkaltim.com/id/produk-distribusi-tentang-produk#tentang-produk-urea>. [Accessed: 01-Feb-2020].
- [8] S. Yonathan, E. Ekawati, and A. Samsi, "Pembuatan Operator Training Simulator Unit Proses Stripping dan Purification pada Pabrik Urea Menggunakan Fasilitas Pemrograman Function Block pada Distributed Control System," *J. Otomasi Kontrol dan Instrumentasi*, vol. 5, no. 1, p. 29, 2015.
- [9] Y. Ma, *et al.*, "Deactivation of Cu-SAPO-34 by urea-related deposits at low temperatures and the regeneration," *J. Environ. Sci.*, vol. 81, no. 4, pp. 43–51, 2019.
- [10] S. Fu, Q. Song, and Q. Yao, "Journal of Analytical and Applied Pyrolysis Influence of CaO on urea pyrolysis in the selective non-catalytic reduction deNO_x process," *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 2017.
- [11] S. R. Wilkinson and A. J. Ohlrogge, "Influence of Biuret and Urea Fertilizers Containing Biuret on Corn Plant Growth and

- Development 1 ,” *Agron. J.*, vol. 52, no. 10, pp. 560–562, 1960.
- [12] H. McLachlan and X. W. Ni, “On the effect of added impurity on crystal purity of urea in an oscillatory baffled crystallizer and a stirred tank crystallizer,” *J. Cryst. Growth*, vol. 442, pp. 81–88, 2016.
- [13] D. I. Muthawali, “Penetapan kadar biuret dalam pupuk urea prill dengan metode spektrofotometri,” *FMIPA Univ. Sumatra Utara*, vol. 31, 2018.
- [14] R. L. Mikkelsen, “Biuret in urea fertilizer,” *Fertil. Res.*, vol. 26, no. 1–3, pp. 311–318, 1990.
- [15] A. Woods, A. Quirk, and I. J. Burgess, “Electrochemical and SEIRAS studies of urea and biuret adsorption on polycrystalline gold,” *J. Electroanal. Chem.*, vol. 819, pp. 152–158, 2018.
- [16] D. Wang, *et al.*, “Analysis of urea pyrolysis in 132.5–190 °C,” *Fuel*, vol. 242, no. January, pp. 62–67, 2019.
- [17] M. Börnhorst, *et al.*, “Urea derived deposits in diesel exhaust gas after-treatment: Integration of urea decomposition kinetics into a CFD simulation,” vol. 211, 2020.
- [18] D. Wang, *et al.*, “A Review of Urea Pyrolysis to Produce NH₃ Used for NO_x Removal,” vol. 2019, no. x, 2019.
- [19] D. Wang, S. Hui, and C. Liu, “Mass loss and evolved gas analysis in thermal decomposition of solid urea,” *Fuel*, vol. 207, no. 2, pp. 268–273, 2017.
- [20] SNI, “Pupuk Urea,” *Sni*, p. 1, 2010.
- [21] P. Baboo, “Urea product quality,” *Int. J. Eng. Res. Technol.*, vol. 7, no. 04, pp. 1–5, 2018.
- [22] H. Huang, *et al.*, “Analysis of deposit formation mechanism and structure optimization in urea-SCR system of diesel engine,” *Fuel*, vol. 265, p. 116941, 2020.
- [23] J. Schmid, *et al.*, “Crystallization of urea from an evaporative aqueous solution sessile droplet at sub-boiling temperatures and surfaces with different wettability,” *Exp. Therm. Fluid Sci.*, 2017.
- [24] L. J. Erawati Dewi, “Pengembangan Media Pembelajaran Reaksi Kesetimbangan Kimia,” *J. Pendidik. Teknol. dan Kejur.*, vol. 6, no. 2, pp. 71–80, 2009.
- [25] Stamicarbon, “Licencor Stamicarbon.” [Online]. Available: https://www.stamicarbon.com/downloads?search_api_fulltext=&page=2. [Accessed: 17-Apr-2020].