

RASIO UREA-METANOL DALAM PROSES METANOLISIS UREA SECARA VISUAL

Luthfia Hajar Abdillah

Peneliti Pusat Teknologi Dirgantara Terapan, LAPAN
e-mail: lu_haab@yahoo.com

ABSTRACT

A correction towards the mol ratio of urea-methanol as a reactant in the production of dimethyl carbonate (DMC) has been done. Dimethyl carbonate is a basic material of toluene diisocyanate propellant hardener of the LAPAN RPS 420 rocket fuel. According to the literature, the mol ratio of urea-methanol for production of DMC was 1 : 4. However, observations in a variety of experiments indicate that the ratio is over the saturated solubility of urea in methanol that make the DMC product is not optimum. Based on some teoretical calculation, it was obtained that minimum urea-methanol mol ratio was 1 : 9. Application from this result of calculation shows that, ratio 1:9 is better than ratio 1:4. This is observed in the completely solution of urea into methanol.

Keywords : *Urea, Methanol, Methanolysis, Visual*

ABSTRAK

Telah dilakukan perbaikan rasio urea-metanol sebagai reaktan dalam pembuatan dimetil karbonat (DMC). Dimetil Karbonat adalah bahan dasar dalam pembuatan toluen diisosianat yang merupakan *hardener* Propelan Roket LAPAN RPS 420. Dikaji dari literatur bahwa rasio urea-metanol dalam pembuatan DMC adalah 1:4. Pengamatan dalam berbagai percobaan menunjukkan bahwa rasio tersebut adalah rasio urea lewat jenuh yang akan menghasilkan DMC tidak maksimal. Atas dasar perhitungan teoritis diperoleh bahwa rasio urea-metanol adalah maksimal 1 : 9. Penggunaan hasil perhitungan ini menunjukkan bahwa rasio 1:9 adalah lebih baik daripada rasio 1:4. Hal ini teramati dalam pelarutan urea dalam metanol yang sempurna.

Kata Kunci: *Urea, Metanol, Metanolisis, Visual*

1 PENDAHULUAN

Propelan merupakan bahan bakar roket, dapat berbentuk propelan padat maupun cair (dengan bahan bakar kerosen). Propelan padat bisa merupakan propelan heterogen (komposit) atau propelan homogen (*single base*). Dalam propelan *single base*, baik *fuel* atau oksigen sudah terpadu dalam satu senyawa, misalnya *nitroselulos*, *nitrogliserin*, *nitroguanidin*, dan lain-lain. Propelan *single base* ini biasa digunakan untuk roket senjata misalnya FFAR (*Fin Folded Aerial Rocket*). Sedangkan propelan komposit yaitu propelan yang tersusun atas

Ammonium Perklorat (AP) sebagai oksidator, *Hidroxy Terminated Polybutadiene* (HTPB) sebagai fuel, dan *Toluene Diisocyanate* (TDI) sebagai *hardener* yang nantinya dapat membuat HTPB menjadi lebih kental, sehingga ketika dicampur dengan AP dapat menjadi adonan yang lebih padat. Selain itu juga digunakan bubuk aluminium (Al) sebagai bahan aditifnya.

Pembuatan TDI sendiri terdiri dari beberapa langkah, salah satunya adalah pembuatan *Toluen Dikarbamate* (TDC), yang dibuat dengan mereaksikan *toluendiamine* (TDA) dengan *dimetilkarbonat* (DMC). TDA dibuat

dengan cara hidrogenasi DNT, sedangkan DMC dibuat dengan cara urea metanolisis.

Proses urea metanolisis dilakukan dengan mereaksikan antara urea dan metanol dengan perbandingan tertentu dan dibantu dengan adanya katalis. Proses ini berlangsung pada suhu dan tekanan relatif tinggi.

Fokus penelitian ini adalah mengenai penentuan rasio mol dalam proses urea metanolisis. Untuk menentukan urea dan metanol yang akan dipakai dalam pembuatan DMC, perlu diperhatikan juga kelarutan urea dalam metanol. Penentuan ini penting dilakukan agar penggunaan urea tidak berlebihan dan reaksi dapat berjalan maksimal dalam arti semua urea habis bereaksi membentuk DMC.

2 TINJAUAN PUSTAKA

Dalam pembuatan DMC, digunakan bahan dasar urea dan metanol. Sebelum proses pembuatan DMC terdapat percobaan pendahuluan, yaitu pelarutan urea dalam metanol. Urea atau dikenal pula dengan nama *carbamide resin*, *isourea*, *carbonyl diamide* dan *carbonyldiamine* berupa bubuk kristal putih. Urea dapat larut dalam air dan alkohol dengan komposisi tertentu. Di dalam alkohol, urea memiliki kelarutan 20g/100g pelarut pada 20° C, sedangkan di dalam air 100g/100g pelarut pada 17° C. (Perry, 1997).

Ketika konsentrasi zat terlarut meningkat, batas kelarutan zat dalam larutan mungkin berlebih dan bisa saja terbentuk kristal. Dalam banyak kasus kelarutan zat meningkat dengan peningkatan suhu. Ini berarti bahwa ketika larutan pekat panas dari evaporator didinginkan ke suhu ruangan, bisa saja terjadi kristalisasi. (Geankoplis).

Kelarutan zat dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain sebagai berikut:

- a. Suhu
Umumnya kelarutan akan naik dengan kenaikan suhu, meskipun beberapa hal yang istimewa (seperti kalium sulfat) terjadi yang sebaliknya. Dalam beberapa hal perubahan kelarutan dengan berubahnya suhu dapat menjadi dasar pemisahan.
- b. Pelarut
Kebanyakan garam anorganik lebih larut dalam air murni daripada pelarut organik.
- c. Ion sejenis
Adanya ion sekutu akan mempengaruhi kelarutan. Ion sekutu ialah ion yang juga merupakan salah satu bahan endapan. Pada umumnya dapat dikatakan bahwa kelarutan suatu endapan akan berkurang banyak jika salah satu ion sekutu terdapat dalam jumlah berlebihan, meskipun efek ini diimbangi dengan pembentukan suatu kompleks yang dapat larut.
- d. Ion asing
Dengan adanya ion asing maka kelarutan akan bertambah, tetapi pada umumnya penambahan ini sedikit, kecuali bila terjadi reaksi kimia (seperti pembentukan kompleks) antara endapan dengan ion asing, biasanya kenaikan larutan lebih mencolok.
- e. pH
Kelarutan garam dari asam lemah bergantung pada pH larutan.
- f. Kompleks
Banyak endapan membentuk kompleks yang larut dengan ion dari pereaksi pengendap sendiri, dalam hal ini kelarutan mula-mula turun karena pengaruh ion sejenis melewati minimum dan kemudian naik karena pembentukan kompleks menjadi nyata.

g. Konsentrasi

Bila konsentrasi lebih kecil dari kelarutan, zat padat akan terlarut dan sebaliknya bila konsentrasi melebihi dari kelarutan, maka akan terjadi pengendapan.

(<http://www.anehnie.com/2009/07/kelarutan.html>)

3 METODOLOGI

Salah satu proses pembuatan dimetil karbonat adalah melalui proses urea metanolisis, yaitu mereaksikan urea dan metanol. Di dalam literatur disebutkan bahwa rasio mol urea: metanol yang digunakan bervariasi antara lain 1:3, 1:4, dan ada pula yang menyebutkan 1:20.

Dalam pembuatan Dimetil Karbonat, sebelum proses dilakukan pekerjaan pendahuluan berupa pelarutan urea dalam metanol. Dalam pelarutan urea ke dalam metanol dilakukan dengan mereaksikan urea dan metanol dan pemanasan pada suhu di atas 100° C selama beberapa waktu yang diinginkan dalam ruangan tertutup. Setelah selesai, larutan didinginkan hingga suhu kamar, dan ke dalamnya ditambahkan katalis ZnO.

4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Percobaan

Dalam pelarutan ini digunakan rasio mol urea : metanol 1:4 pada suhu di atas 100° C. Pada suhu ini, urea dapat larut dalam metanol pada rasio mol tersebut. Setelah itu dibiarkan dingin hingga suhu ruangan sebagaimana disajikan Gambar 4-1.

Dari Gambar 4-1 tampak bahwa setelah beberapa lama di dalam larutan tersebut terdapat padatan putih yang menempel pada dinding *erlenmeyer*. Dimungkinkan padatan ini merupakan urea yang mengkristal kembali ketika suhu larutan menurun.



Gambar 4-1: Pelarutan Urea dalam metanol rasio mol 1:4

4.2 Pembahasan

Padatan yang menempel pada dinding *erlenmeyer* pada Gambar 4-1 di atas dimungkinkan urea yang mengkristal kembali. Karena dengan rasio mol urea-methanol 1:4 tersebut, sudah melebihi batas kelarutan urea dalam metanol. Sehingga ketika suhu larutan kembali ke suhu kamar maka kelarutan urea dalam metanol juga menurun. Hal ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa kelarutan suatu zat sebanding dengan kenaikan suhu. Untuk itu perlu mengetahui berapa banyaknya urea maksimum yang bisa terlarut ke dalam methanol. Maka akan dilakukan perhitungan rasio mol untuk mengetahui kelarutan urea maksimum dalam metanol.

Dengan rasio mol urea : metanol = 1 : 4

Misal :

$$n_{\text{urea}} = 1 \text{ mol}$$

maka :

$$m_{\text{urea}} = n \times \text{BM} = 1 \times 60 = 60 \text{ g}$$

$$n_{\text{metanol}} = 4 \text{ mol}$$

maka :

$$m_{\text{metanol}} = n \times \text{BM} = 4 \times 32 = 128 \text{ g}$$

sedangkan menurut literatur, kelarutan urea dalam alkohol adalah 20 g/100 g alkohol (pada 20°C). Jadi perbandingan mol 1 : 4 adalah terlalu besar.

berdasarkan data kelarutan tersebut:

Urea :

$$m = 20 \text{ g}$$

$$BM = 60 \text{ g/mol}$$

Maka mol urea:

$$n = \frac{m}{BM} = \frac{20}{60} = 0.333 \text{ mol}$$

Alkohol (metanol):

$$m = 100 \text{ g}$$

$$BM = 32 \text{ g/mol}$$

Maka mol metanol :

$$n = \frac{m}{BM} = \frac{100}{32} = 3.125 \text{ mol}$$

Rasio mol urea terhadap metanol :

$$\text{rasio} = \frac{n_{\text{urea}}}{n_{\text{metanol}}} = \frac{0.333}{3.125} = \frac{1}{9}$$

Keterangan:

m = massa

n = mol

BM = berat molekul

Berdasarkan perhitungan rasio mol urea: metanol dengan memperhitungkan kelarutan urea dalam alkohol tersebut, diperoleh maksimal rasio urea: metanol adalah 1:9. Maka dalam percobaan selanjutnya bisa digunakan rasio mol yang lebih kecil dari 1:9, misal 1:10, 1:15, atau 1:20. Sehingga diharapkan ketika produk sudah dalam keadaan dingin tidak lagi terbentuk padatan yang kemungkinan adalah urea yang sudah lewat jenuh dari metanol. Di dalam percobaan yang telah dilakukan, rasio mol urea metanol yang digunakan adalah 1:10.

Dari Gambar 4-2 tampak bahwa di dalam larutan produk tidak terbentuk padatan putih di dinding *erlenmeyer*. Dengan demikian rasio mol 1:10 dianggap sudah cukup, dengan tidak terlewatinya batas jenuh kelarutan urea dalam metanol. Dengan demikian maka rasio 1:10 akan digunakan dalam percobaan pembuatan DMC.



Gambar 4-2: Sampel hasil proses dengan rasio mol 1:10

5 KESIMPULAN

Dari percobaan dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Rasio mol urea-metanol 1 : 4 menghasilkan larutan urea-metanol yang lewat jenuh sehingga banyak urea sisa yang tidak terlarut. Dan ini nampak dalam DMC yang dihasilkan sebagai kristal putih yang menempel di dinding *erlenmeyer*.
- Rasio mol urea-metanol dalam proses urea metanolisis maksimal hasil perhitungan adalah 1 : 9.
- Penggunaan rasio urea-metanol 1:9 dapat memperbaiki pelarutan urea dalam metanol.

DAFTAR RUJUKAN

- Geankoplis, Christie J. *Transport Processes and Unit Operations 3rd ed.* Mc Graw Hill : USA.
- Perry, Robert H; Green, Don W., 1997. *Perry's Chemical Engineers' Handbook 7th ed.* Mc Graw Hill : USA.
- Wang, Mouhua; Wei, Tong; Wei, Wei; Yang, Jinhai; Wang, Xiuzhi; Sun, Yuhan. *Synthesis of Dimethyl Carbonate from Urea and Metanol over Heterogeneous Catalysts.* Institute of Coal Chemistry : China.
- <http://www.anehnie.com/2009/07/kelarutan.html>

