

PENGARUH SURFAKTAN DALAM PROSES REKRISTALISASI AP TERHADAP UKURAN PARTIKEL

Anita Pinalia, Bayu Prianto, Ratna Rizki Puspitasari
Pusat Teknologi Roket, LAPAN
Email: anita.pinalia@lapan.go.id

Abstrak

Proses rekristalisasi amonium perklorat (AP) merupakan proses pengkristalan kembali guna memperoleh kualitas AP yang lebih baik. Pada penelitian ini proses rekristalisasi dilakukan dengan metode pengeringan semprot dalam rangka mereduksi ukuran partikel AP. Proses pengeringan semprot dilakukan dengan dua metode yaitu dengan penambahan surfaktan dan tanpa penambahan surfaktan. Dari penelitian ini diperoleh perbedaan ukuran produk yang dihasilkan dari kedua metode tersebut. Pada proses rekristalisasi dengan penambahan surfaktan dihasilkan partikel AP yang memiliki ukuran <25 μm , partikel yang dihasilkan tersebut memiliki ukuran yang lebih kecil jika dibandingkan dengan proses rekristalisasi tanpa penambahan surfaktan dengan ukuran partikel <38 μm .

Kata kunci: amonium perklorat, propelan, rekristalisasi, pengering semprot.

Abstract

The recrystallization of ammonium perchlorate (AP) is a re-crystallizing process in order to obtain a better quality of AP. In this research the recrystallization process was conducted by spray drying method in order to reduce AP particle size. The spray drying process was carried out by two methods, i.e., by the addition and without surfactant. This research was obtained difference of product size from both method. In the recrystallization process by the addition of surfactant generated AP particles having a size <25 μm , the resulting particles have a smaller size when compared to the recrystallization process without the addition of surfactants with <38 μm in particle size.

Keywords: ammonium perchlorat, propellant, recrystallization, spray drying.

1. PENDAHULUAN

Amonium perklorat merupakan oksidator dalam propelan komposit yang telah banyak digunakan untuk berbagai jenis roket sipil maupun militer. Amonium perklorat dihasilkan melalui proses elektrolisis garam NaCl untuk menghasilkan perklorat yang kemudian direaksikan dengan amonium klorida agar terbentuk amonium perklorat. Pada proses elektrolisa, ion klorida akan dioksidasi menjadi ion perklorat secara bertahap melalui pembentukan hipoklorit (ClO^-), pembentukan klorit (ClO_2^-), pembentukan klorat (ClO_3^-) dan terakhir perklorat (ClO_4^-) [1]. Penelitian tentang sintesis pembuatan amonium perklorat telah dilakukan di LAPAN secara intensif dari tahun 2003 - sekarang sebagai upaya untuk mencapai kemandirian dalam produksi amonium perklorat sehingga Indonesia nantinya tidak lagi bergantung pada impor [2].

Masalah yang sering ditemui pada senyawa berbentuk kristal adalah kecenderungan mereka untuk saling berikatan satu sama lain atau membentuk padatan “cake” selama proses penyimpanan. Faktor-faktor yang mempengaruhi hal tersebut adalah sifat dan karakteristik serta kondisi lingkungan [3]. Amonium perklorat sebagai senyawa higroskopis akan menyerap air di atmosfer ketika terdapat perbedaan tekanan uap air antara lingkungan dengan bahan. Kristal yang saling menempel ini akan mempengaruhi *flow ability* dan waktu simpan bahan, sehingga akan menghambat saat proses pembuatan propelan [4].

Formulasi propelan komposit sebagian besar mengandung AP sebagai oksidator dan serbuk aluminium (Al) sebagai bahan bakar logam. Partikel Al dan AP disatukan oleh pengikat yang juga merupakan bahan bakar, meskipun konten energiknya sangat kurang dibandingkan logam. Yang paling umum digunakan sebagai pengikat adalah *Hydroxil Terminated Poly Butadiena* (HTPB). Selain itu juga terdapat aditif untuk meningkatkan sifat-sifat propelan yaitu *bonding agent*, *plasticizer*, *katalis curing* dan katalis laju pembakaran [5]. Sifat viskoelastik dan rheologi propelan sebagian besar dipengaruhi

oleh sifat alami dari bahan padatan, ukuran dan bentuk, dan jumlah pengikat yang digunakan. Dari ketiga faktor tersebut, yang paling berpengaruh adalah AP sebagai oksidator utama. Partikel AP yang baik besar pengaruhnya terhadap kecepatan pembakaran^{10,5}. Karena sifat alami AP yang memiliki kecenderungan saling berikatan akan mengubah distribusi ukuran AP menjadi tidak uniform. AP akan sulit terdispersi dalam medium cair HTPB sehingga campuran pasta propelan menjadi tidak homogen dan akan menurunkan performa propelan padat[6].

Penggunaan surfaktan sebagai pelapis AP seperti senyawa *organosilane*, *tricalcium phosphate*, *aziridine*, *sodium dodesil sulfate* dll, telah banyak dilakukan untuk menghilangkan kecenderungan kristal AP yang saling berikatan satu sama lain. Dalam penelitian ini, surfaktan yang digunakan adalah surfaktan sodium dodesil sulfat, karena surfaktan dapat berfungsi sebagai *stabilizer* dan dapat mencegah terjadinya aglomerasi. Surfaktan berfungsi mengubah tegangan antarmuka campuran dua fasa. Untuk antarmuka padat – cair, surfaktan akan menurunkan adhesi kapiler antar partikel dan menghambat nukleasi atau pertumbuhan kristal[3].

Penelitian rekristalisasi AP menggunakan pengering semprot merupakan proses pengkristalan kembali partikel AP yang berfungsi untuk memperkecil ukuran partikel AP. Pada penelitian ini dilakukan proses rekristalisasi tanpa surfaktan dan dengan penambahan surfaktan yang juga berfungsi untuk melapisi permukaan partikel.

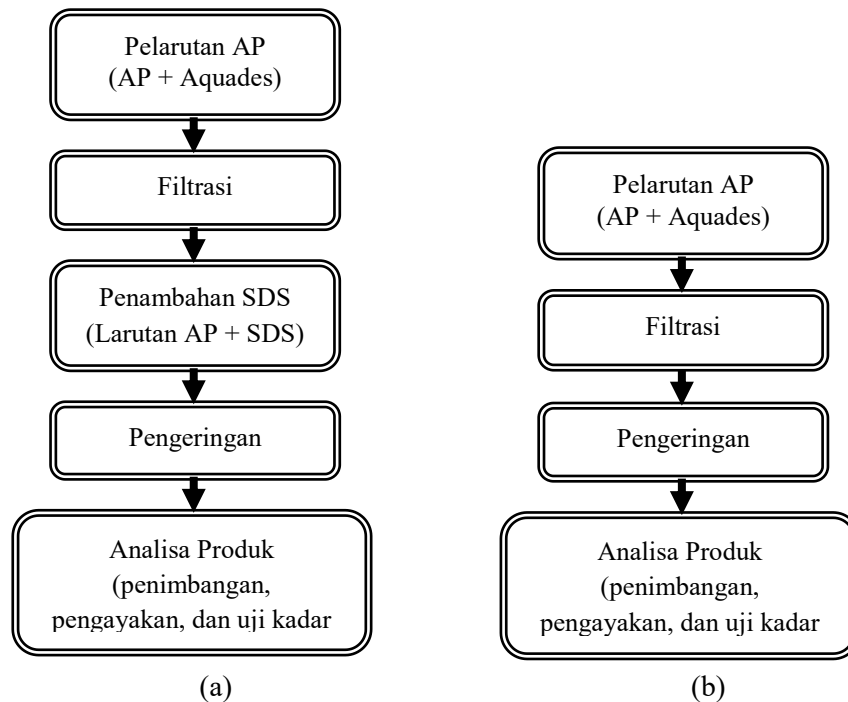
2. METODOLOGI

Proses rekristalisasi AP dilakukan di Laboratorium amonium perklorat, Pusat Teknologi Roket, LAPAN. Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah AP buatan LAPAN berukuran 177-250 μm , berbentuk semi bulat dengan kemurnian 99%; *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS) sebagai surfaktan berbentuk serbuk dengan kemurnian 99%, n-heksan dan *Aquadest* sebagai pelarut. Sedangkan peralatan utama yang digunakan yaitu *mini spray dryer* merk Buchi B-290, dan peralatan pendukung antara lain timbangan analitik, gelas ukur, *magnetic stirrer hot plate*, serta *screen mesh* untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dan *moisture analyzer* untuk mengukur kadar air produk.

Pada Gambar 1 dapat dilihat tahapan proses rekristalisasi AP. Proses rekristalisasi AP dilakukan dengan tiga tahapan. Yang pertama yaitu persiapan bahan. Proses persiapan bahan dilakukan dengan cara melarutkan AP ke dalam *aquadest* dengan konsentrasi tertentu menggunakan *magnetic stirrer hot plate* pada suhu 40°C, setelah larut kemudian disaring dengan metode filtrasi gravitasi untuk menghilangkan pengotor. Pada proses kristalisasi dengan penambahan surfaktan, sejumlah SDS ditambahkan pada larutan AP yang telah disaring menggunakan parameter perbandingan AP dengan SDS 200: 1, perbandingan air dengan n-heksan 100 : 114 kemudian diaduk hingga terlarut. Tahap kedua yaitu proses rekristalisasi, larutan AP yang telah dicampur SDS diumpankan ke dalam alat pengering semprot. Larutan umpan dengan laju alir tertentu disemprotkan melalui nosel berbahan titanium berukuran 0,7mm sehingga membentuk tetesan pada ruang *chamber*. Pada saat yang sama, tetesan yang terbentuk dikontakkan dengan udara pengering secara langsung dengan arah aliran yang sama. Adanya pemanasan secara langsung mengakibatkan terjadinya penguapan air sebagai pelarut, sehingga terbentuklah partikel kering berbentuk serbuk yang terbawa oleh udara panas menuju *cyclone* yang dapat memisahkan udara panas dengan produk. Tahap terakhir dari rangkaian proses ini yaitu analisa produk, produk ditimbang dan diayak dengan *screen mesh* untuk mengetahui distribusi ukuran partikel yang dihasilkan. Selain itu juga dilakukan *sampling* untuk mengukur kandungan air kristal. Adapun variabel yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Variabel penelitian

Variabel Tetap		Variabel Berubah	
Variabel	Nilai	Variabel	Nilai
Konsentrasi Larutan AP	10%	T_{in}	180°C, 200°C
SDS	0,25gr		
<i>Spray Gas Flow Rate</i>	505 l/j		
Aspirator	100%		
Laju Alir umpan	5 ml/menit		



Gambar 1. Tahapan proses rekristalisasi AP (a) Dengan penambahan surfaktan (b) Tanpa surfaktan

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses rekristalisasi AP dengan surfaktan merupakan penggabungan antara proses pengecilan partikel dengan metode pengeringan semprot, dan pelapisan AP menggunakan SDS sebagai *coating agent*. Hasil percobaan pada proses ini disajikan pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Tabel 2. Data parameter proses yang berubah sesuai kondisi proses

Proses	T in oC	T out oC	ΔT oC	P Filter awal (mbar)	P Filter akhir (mbar)	ΔP (mbar)
Tanpa SDS	180	108	72	-65	-70	5
Dengan SDS	200	99	101	-65	-90	25
Tanpa SDS	180	108	72	-65	-66	1
Dengan SDS	200	109	91	-64	-70	6

Tabel 3. Data karakterisasi kristal rekristalisasi AP dengan surfaktan dengan 2 varian suhu inlet (T in)

Proses	T in	AP Halus		AP Chamber		Yield %	Ukuran partikel (%)		
		Berat (gr)	Moisture content	Berat (gr)	%Moisture content		>38 μ	<38 μ	<25 μ
Tanpa SDS	180	87.3092	0.19	6.9783	0.20	94.29	18.02	81.97	0
Dengan SDS	200	83.5608	0.29	8.0974	0.15	91.65	0	100	0
Tanpa SDS	180	91.7930	0.29	3.0472	0.36	94.84	0	0	100
Dengan SDS	200	88,1541	0.24	3,6901	0.30	91.84	0	0	100

Berdasarkan Tabel 2 diperoleh data bahwa semakin besar temperatur inlet maka semakin besar juga temperatur *outlet*, pada proses pengeringan semprot temperatur *outlet* tidak dapat diatur, berbeda dengan temperatur inlet. Hasil temperatur *outlet* didapatkan dari kombinasi temperatur inlet (udara pengeringan), debit bahan, dan konsentrasi bahan[7]. Pada penelitian ini debit bahan dan konsentrasi bahan yang digunakan nilainya sama pada setiap varian temperatur inlet, sehingga hanya temperatur inlet yang berpengaruh terhadap temperatur *outlet*. Dengan temperatur *outlet* yang semakin semakin tinggi, maka kadar air produk yang dihasilkan semakin rendah. Temperatur sistem akan berbanding lurus dengan tekanan sistem itu, pada temperatur yang rendah maka tekanan sistem pun akan rendah

juga. Jika membandingkan antara tekanan sistem (tekanan di lingkungan luar *droplet*) dengan tekanan di dalam *droplet* itu sendiri. Air akan mengalir atau mengalami proses penguapan dari dalam *droplet* ke luar *droplet* dikarenakan tekanan di dalam *droplet* yang lebih tinggi dibandingkan dengan tekanan diluar *droplet*. Karena tekanan sistem pengeringan semprot bernilai minus (sistem pemvakuman), berarti semakin rendah tekanan sistem artinya semakin besar nilai minus tekanan sistem tersebut. Semakin besar perbedaan suhu antara media pengeringan dan partikelnya, semakin besar pula tingkat perpindahan panas ke partikel, yang memberikan tekanan untuk menghilangkan kelembaban. Bila media pengeringan yang digunakan yaitu udara, suhu akan memainkan peran penting kedua. Seperti air didorong dari partikel dalam bentuk uap air, harus terbawa, atau kelembaban akan menciptakan atmosfer jenuh di permukaan partikel. Ini akan memperlambat laju penguapan air selanjutnya. Lebih panas udara, kelembaban akan terus semakin tinggi sebelum mencapai titik jenuh[7].

Temperatur inlet juga berpengaruh terhadap rendemen produk, semakin tinggi temperatur inlet pada pengeringan suatu bahan, maka rendemen yang dihasilkan semakin rendah. Hal ini dikarenakan semakin tinggi temperatur inlet, jumlah kandungan air dalam bahan yang diuapkan lebih banyak, sehingga berpengaruh terhadap massa produk. Hal ini sesuai dengan data penelitian yang disajikan pada Tabel 3, Yield yang lebih besar diperoleh pada kondisi temperatur inlet yang lebih kecil baik pada proses pengeringan semprot (tanpa SDS) maupun pada proses rekristalisasi AP dengan surfaktan (dengan SDS).

Berdasarkan Tabel 3 tidak ditemukan perbedaan yang signifikan antara ukuran partikel AP pada kondisi proses dengan Temperatur inlet 180C, dan Temperatur inlet 200C. Hal ini dikarenakan “dalam proses pengeringan semprot, ukuran partikel merupakan fungsi dari kondisi operasi *atomizer*, solid konten, viskositas larutan, densitas larutan, dan laju alir umpan. Pada umumnya ukuran partikel meningkat seiring dengan peningkatan solid konten, viskositas larutan, densitas larutan, dan laju alir umpan.” Dengan demikian temperatur inlet tidak berpengaruh secara langsung terhadap ukuran kristal AP yang dihasilkan. Sedangkan ukuran kristal yang dihasilkan dari proses dengan SDS dan proses tanpa SDS diperoleh bahwa, pada proses dengan SDS dihasilkan ukuran partikel <25 μ m, sedangkan pada proses tanpa SDS ukuran partikel <38 μ m.

4. KESIMPULAN

Temperatur inlet berpengaruh secara langsung terhadap temperatur *outlet*, kadar air, serta rendemen yang dihasilkan, tetapi tidak berpengaruh terhadap ukuran partikel. Sedangkan penambahan surfaktan berpengaruh pada ukuran partikel yang dihasilkan. Dari penelitian ini diperoleh bahwa proses dengan SDS dan proses tanpa SDS diperoleh bahwa, pada proses dengan SDS dihasilkan ukuran partikel <25 μ m, sedangkan pada proses tanpa SDS ukuran partikel <38 μ m.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ditujukan kepada Bapak Drs. Sutrisno, M.Si. selaku Kepala Pusat Teknologi Roket atas fasilitas dan dukungan dalam melakukan kegiatan penelitian, Bapak Kendra Hartaya dan Ibu Geni Rosita atas bimbingan dalam melakukan penelitian dan penulisan karya ilmiah ini.

PERNYATAAN PENULIS

Penulis dengan ini menyatakan bahwa seluruh isi menjadi tanggung jawab penulis.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] B. Prianto, “PRODUKSI AMONIUM PERKlorat (NH₄ClO₄) SEBAGAI SIMBOL KEMAJUAN TEKNOLOGI ROKET DAN RUDAL,” *Ber. Dirgant.*, vol. 9, no. 1, p. 5, 2008.
- [2] H. Setyaningsih, “Upaya Kemandirian Ammonium Perkhlorat Sebagai Bahan Oksidator Propelan,” *Ber. Dirgant.*, vol. 8, no. 1, pp. 3–5, 2007.

- [3] Puspitasari R.Ratna and Prianto Bayu, "Pengaruh Bahan Pelapis dan Komposisi Larutan terhadap Coating Partikel AP 150-250 mikron," in *Buku Ilmiah: Hasil Penelitian dan Pemikiran Ilmiah tentang Teknologi Pesawat Terbang tanpa Awak, Roket serta Satelit*, 2014.
- [4] H. Setyaningsih, "Upaya Kemandirian Ammonium Perchlorat Dalam Rangka Menunjang Roket Peluncur Satelit," *Ber. Dirgant.*, vol. 10, no. 4, pp. 96–100, 2009.
- [5] S. Nandagopal, M. Mehilal, M. A. Tapaswi, S. N. Jawalkar, K. K. Radhakrishnan, and B. Bhattacharya, "Effect of coating of ammonium perchlorate with fluorocarbon on ballistic and sensitivity properties of AP/A1/HTPB propellant," *Propellants, Explos. Pyrotech.*, 2009.
- [6] S. Jain, M. P. Mulay, Mehilal, P. P. Singh, and B. Bhattacharya, "Prediction of particle size of ammonium perchlorate during pulverisation," *Def. Sci. J.*, vol. 56, no. 3, pp. 423–431, 2006.
- [7] A. M. Goula and K. G. Adamopoulos, "A new technique for spray drying orange juice concentrate," *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, vol. 11, no. 2, pp. 342–351, 2010.

DAFTAR RIWAYAT HIDUP PENULIS

DATA UMUM

Nama Lengkap : Anita Pinalia
Tempat & Tgl. Lahir : Bogor, 23 Februari 1985
Jenis Kelamin : Perempuan
InstansiPekerjaan : LAPAN
NIP. / NIM. : 19850223 200912 2 001
Pangkat / Gol.Ruang : Penata / III.c



DATA PENDIDIKAN

SLTA : SMUN 1 Rumpin Tahun: 1999-2002
STRATA 1 (S.1) : Univ. Jayabaya Jakarta Tahun: 2002-2006

ALAMAT

Alamat Kantor / Instansi : Jl. Raya Mekarsari LAPAN No. 2, Rumpin Bogor
Email : anita.pinalia@lapan.go.id