

KRISTALISASI AMMONIUM PERKLOORAT (AP) DENGAN SISTEM PENDINGINAN TERKONTROL UNTUK MENGHASILKAN KRISTAL BERBENTUK BULAT

Anita Pinalla

Peneliti Bidang Teknologi Propelan, Pusat Teknologi Roket, LAPAN

e-mail: anita_vinel@yahoo.com

Diterima 25 Mei 2011; Disetujui 6 September 2011

ABSTRACT

AP is the solid particles with the largest composition in composite propellant, with fractions 60-80%. Rounded particles of AP indirectly gives better performance of propellant. Therefore we need experiment the crystallization process to produce rounded AP crystal. In this experiment, crystallization was conducted by using a controlled cooling system. Cooling is done through two stages and using a different coolant. The first stage of slow cooling using water (30°C), and continued rapid cooling with ethylene glycol (-27°C). These experiment generate 45.45 kg AP with a purity 99.67%, 40 mesh crystal size, crystal shape close to round, yield 39.71%.

Keywords: *Ammonium perchlorate, Crystallization, Rounded crystal*

ABSTRAK

AP merupakan partikel solid pembentuk propelan komposit dengan komposisi terbesar, kandungannya dalam propelan berkisar 60-80%. Partikel AP berbentuk bulat secara tidak langsung memperbaiki unjuk kerja propelan. Oleh karena itu, diperlukan percobaan proses kristalisasi AP untuk menghasilkan kristal berbentuk bulat. Pada percobaan ini kristalisasi dilakukan dengan metode sistem pendinginan terkontrol. Pendinginan dilakukan melalui dua tahap dan menggunakan *coolant* yang berbeda. Tahap pertama yaitu pendinginan lambat menggunakan air (30°C), dan dilanjutkan pendinginan cepat dengan ethylene glycol (-27°C). Percobaan ini menghasilkan AP sebanyak 45,45 kg dengan kemurnian AP 99,67%, ukuran kristal 40 Mesh, bentuk kristal mendekati bulat, rendemen yang dihasilkan 39,71%.

Kata kunci: *Ammonium perklorat; Kristalisasi; Kristal bulat*

1 PENDAHULUAN

AP merupakan oksidator *work-horse* pada propelan padat. Bersifat stabil, higroskopik, mampu memberikan performa yang tinggi, dan relatif mudah dalam penanganan (Sarner, 1966). Oleh karena itu, AP merupakan oksidator yang paling banyak digunakan dalam teknologi pembuatan propelan komposit.

Kecepatan pembakaran propelan komposit merupakan faktor utama yang menentukan performa motor roket. Sedangkan kecepatan pembakaran tergantung pada karakteristik partikel

oksidator, katalis laju pembakaran, dan *fuel metal*. Dari ketiga komponen tersebut, AP yang berperan sebagai oksidator merupakan komponen dengan kontribusi terbesar, karena kandungannya dalam propelan komposit berkisar 60%-80%, sedangkan senyawa pembentuk lain terdiri dari *fuel binder* (10%-15%), dan *fuel metal* (15%-20%) (Jain, 2009). Karakteristik partikel AP yang mempengaruhi kecepatan pembakaran propelan di antaranya bentuk dan ukuran partikel. Ukuran AP yang lebih halus akan lebih mampu meningkatkan kecepatan pembakaran dibandingkan ukuran AP yang

kasar. Selain itu, bentuk kristal pun berpengaruh terhadap sifat balistik.

Kristal AP yang berbentuk persegi jika dicampur membentuk propelan memungkinkan setiap butiran kristal membentuk suatu garis ke arah tertentu dan tidak merata, sehingga dalam propelan terdapat banyak rongga kosong. Hal ini menyebabkan kecepatan pembakaran tidak merata di sepanjang propelan padat.

Kristal AP berbentuk bulat lebih disukai dalam pembuatan propelan, karena bentuk partikel yang bulat lebih mudah dicampur membentuk padatan propelan. Setiap partikel akan mengisi rongga-rongga kosong satu dengan yang lain, sehingga porositas propelan semakin kecil. Semakin kecil porositas propelan, semakin padat propelan yang terbentuk, kecepatan pembakaran pun semakin merata. Dengan demikian partikel berbentuk bulat dapat meningkatkan efisiensi dalam proses pencetakan propelan padat yang mampu meningkatkan kinerja motor roket.

Keuntungan lain dari bentuk bulat ini adalah bahwa pada pencampuran AP dengan komponen propelan yang lain akan terjadi sedikit gesekan. Gesekan antar partikel-partikel propelan akan menimbulkan panas. Dengan semakin sedikitnya gesekan antar partikel, maka kemungkinan timbulnya panas semakin kecil, dan semakin berkurang pula kemungkinan terjadinya bahaya ledakan (Kralik, 1970).

Penguasaan teknologi pembuatan AP di Lapan sudah sampai pada keberhasilan pembuatan kristal dengan kemurnian 99,5% hingga 100%. Tingkat kemurnian tersebut sudah memenuhi spesifikasi yang dibutuhkan untuk oksidator propelan. Tetapi masih perlu dilakukan penelitian dan pengembangan untuk penyempurnaan kualitas kristal AP, yang pada penelitian ini dicoba dengan membuat kristal berbentuk bulat.

Kristal AP yang diproduksi Lapan selama ini diperoleh dari proses amoniasi

dan kristalisasi dengan cara pendinginan secara "alamiah" dari suhu larutan AP 90°C didinginkan hingga 30°C. Sistem pendinginan tersebut memiliki kecenderungan membentuk kristal AP berbentuk jarum (*needle crystal*). Selain itu, kemurnian kristal yang dihasilkan relatif rendah yaitu 97%, sehingga diperlukan pemurnian (rekristalisasi) untuk mendapatkan kemurnian yang lebih tinggi, yaitu antara 99,5% hingga 100%. Dengan sistem pendinginan terkontrol diharapkan mampu mempengaruhi pertumbuhan kristal sehingga lebih mengarah pada bentuk bulat, dengan tingkat kemurnian yang diinginkan tanpa harus dilakukan rekristalisasi.

2 LANDASAN TEORI

2.1 Ammonium Perchlorat (AP)

AP merupakan kristal tidak berwarna, dengan densitas 1,95 g/cc index refraksi kristal 1,4824 dan 1,4868. Refraksi molar 17,22. Dihasilkan dari reaksi pertukaran ion antara sodium perklorat dengan ammonium klorida, dan dikristalkan dari air sebagai garam anhidrat (Schumacher, 1960).

Sintesis AP terdiri dari dua tahap, pertama sintesis elektrokimia sodium perklorat (NaClO_4) dari sodium klorat (NaClO_3) dan yang kedua konversi NaClO_4 dalam amonium perklorat (NH_4ClO_4) yang mengacu pada reaksi:



NH_4ClO_4 dan NaCl hasil reaksi *double exchange* harus dipisahkan pada tahap kristalisasi (Andric, 2007).

Modifikasi reaksi pembentukan AP sebelumnya telah dikembangkan oleh Schumacher (1960), AP terbentuk dari hasil reaksi antara ammonia, asam hidroklorida dan sodium perklorat:



AP merupakan bahan eksplosif tetapi tidak menunjukkan masalah penanganan yang signifikan. Dapat menyebabkan iritasi pada kulit dan selaput lendir, tetapi relatif tidak berbahaya untuk

kontak dalam waktu singkat (Sarner, 1966).

2.2 Kristalisasi

Kristalisasi atau penghabluran ialah peristiwa pembentukan partikel-partikel zat padat di dalam suatu fase homogen. Kristalisasi dapat terjadi sebagai pembentukan partikel padat di dalam uap, seperti dalam pembentukan salju; sebagai pembekuan (*solidification*) di dalam lelehan cair (McCabe, 1999). Kristalisasi juga merupakan proses pemisahan *solid-liquid*, karena pada kristalisasi terjadi perpindahan massa *solute* dari larutan *liquid* ke padatan murni pada fasa kristal (Greankoplis, 1993).

Pada prinsipnya kristalisasi terbentuk melalui dua tahap yaitu, nukleasi atau pembentukan inti kristal dan pertumbuhan kristal. Faktor pendorong untuk laju nukleasi dan laju pertumbuhan kristal ialah supersaturasi. Baik nukleasi maupun pertumbuhan tidak dapat berlangsung di dalam larutan jenuh atau tak jenuh (McCabe, 1999). Inti kristal dapat terbentuk dari berbagai jenis partikel: molekul, atom, atau ion. Karena adanya gerakan dari partikel-partikel tersebut, beberapa partikel mungkin membentuk suatu gerombol atau klaster, klaster yang cukup banyak membentuk embrio pada kondisi *leat* jenuh yang tinggi embrio tersebut membentuk inti kristal.

Urutan tahap evolusi kristal adalah: Gerombol (klaster) → Embrio → Inti (Nukleus) → Kristal.

Dalam Proses pemisahan padat-cair mekanisme nukleasi terbagi 2 kategori, yaitu:

• Nukleasi Primer

Nukleasi akibat penggabungan molekul-molekul *solute* membentuk klaster yang kemudian tumbuh menjadi kristal. Dalam larutan supersaturasi, terjadi penambahan *solute* sehingga mendifusi ke klaster dan tumbuh menjadi lebih stabil. Ukuran kristal besar, maka *solubility* kecil, sebaliknya ukuran

kristal kecil maka *solubility* besar. Oleh karenanya, jika ada kristal yang berukuran lebih besar maka kristal akan tumbuh, sedangkan kristal kecil akan terlarut lagi.

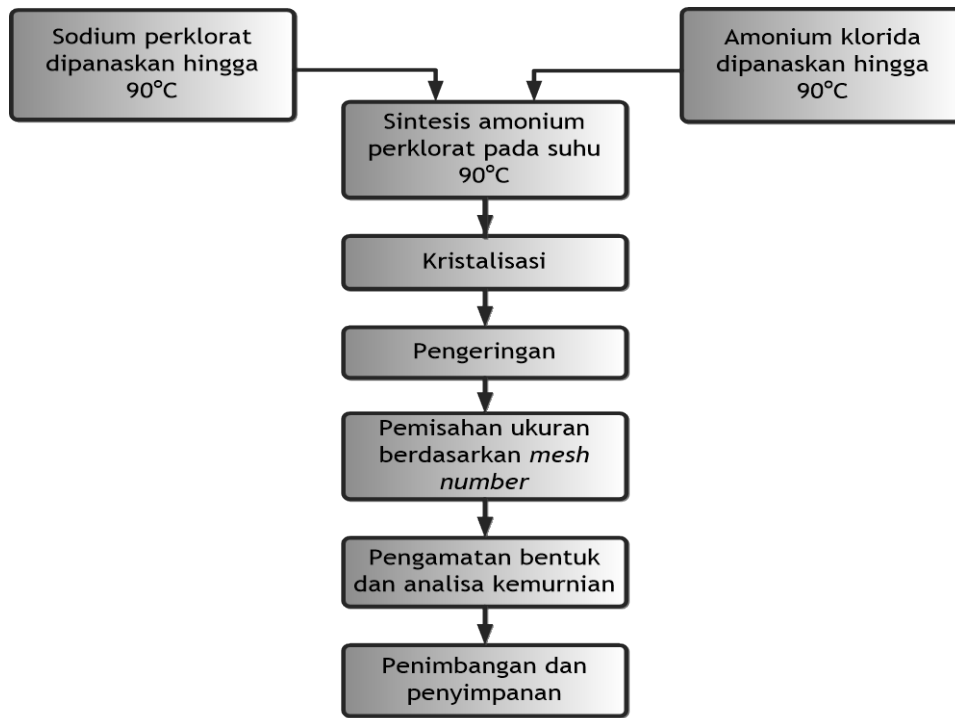
• Nukleasi Sekunder

Merupakan pembentukan inti yang dipengaruhi oleh kristal-kristal makroskopik yang sudah ada di dalam magma. Ada dua macam nukleasi yang dikenal; yang pertama disebabkan oleh geser fluida, dan yang kedua oleh tumbukan antara sesama kristal yang ada atau antara kristal dengan dinding kristalisator dan *impeller* putar atau daun agitator (McCabe, 1999).

Pertumbuhan kristal adalah suatu proses difusi, yang dimodifikasi oleh pengaruh permukaan padat tempat pertumbuhan itu berlangsung. Molekul-molekul atau ion-ion zat terlarut men-capai permukaan kristal yang tumbuh dengan cara difusi melalui fase zat cair (McCabe, 1999).

3 METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium AP, yang berlokasi di Lapan Rumpin. Pada penelitian ini bahan utama yang digunakan adalah ammonium klorida (NH_4Cl) sebanyak 130 liter, sodium perklorat (NaClO_4) sebanyak 150 liter dan sodium hidroksida (NaOH) (15%). Bahan-bahan tersebut direaksikan dalam reaktor kristalizer AP yang beroperasi secara *batch* dengan kapasitas 0,14 kg/jam. Reaktor kristalizer dilengkapi dengan pengering putar yang berfungsi untuk mengeringkan kristal yang dihasilkan. Selain reaktor kristalizer, beberapa peralatan lain yang digunakan yaitu, *screen mesh* untuk mengklasifikasikan ukuran kristal, timbangan, mikroskop untuk mengamati bentuk kristal yang dihasilkan, dan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) sebagai alat analisis kemurnian kristal berbasis ion. Alur proses kristalisasi yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 3-1.



Gambar 3-1: Diagram alir proses kristalisasi AP

Proses penelitian diawali dengan preparasi bahan baku, yaitu pemanasan larutan ammonium klorida (NH_4Cl) dan larutan sodium perklorat (NaClO_4) hingga suhu 90°C . Kemudian dilanjutkan dengan proses amoniasi. Larutan ammonium klorida (NH_4Cl) dan larutan sodium perklorat (NaClO_4) dengan suhu 90°C dialirkan ke reaktor kristalizer serta ditambahkan sodium hidroksida (NaOH) (15%) untuk menjaga pH tetap basa. Selama proses transfer ke reaktor, larutan ammonium klorida (NH_4Cl) dan larutan sodium perklorat (NaClO_4) mengalami *heat loss* sehingga suhunya turun menjadi 70°C , untuk menjaga suhu di reaktor *heating chamber* pada reaktor kristalizer dinyalakan. Campuran kedua larutan disirkulasi dari reaktor ke *heating chamber* hingga diperoleh suhu 90°C selama kurang lebih 30 menit. Pada tahap ini terjadi sintesis AP dengan reaksi:

$$\text{NaClO}_4 + \text{NH}_4\text{Cl} \rightarrow \text{NH}_4\text{ClO}_4 + \text{NaCl}$$

Proses dilanjutkan dengan kristalisasi. Kristalisasi dilakukan dengan dua tahap pendinginan, yaitu pendinginan lambat menggunakan air pendingin dengan suhu 30°C dan *ethylene glycol* dengan suhu -27°C .

Air pendingin dialirkan ke reaktor melalui koil pendingin menggunakan 3 pompa dengan *flowrate* yang berbeda secara bergantian. Yaitu, dengan *flowrate* 4,5 liter/menit mendinginkan larutan dari suhu 90°C menjadi $64,6^\circ\text{C}$, kemudian dengan *flowrate* 9 liter/menit mendinginkan larutan dari suhu $64,6^\circ\text{C}$ menjadi $59,4^\circ\text{C}$, dilanjutkan dengan *flowrate* 15 liter/menit, mendinginkan larutan dari suhu $59,4^\circ\text{C}$ menjadi $55,4^\circ\text{C}$. Proses pendinginan dilanjutkan dengan pendinginan cepat menggunakan *coolant ethylene glycol* dengan suhu -27°C . *Ethylene glycol* dialirkan dari *chiller* ke reaktor melalui 2 buah koil pendingin dengan *flowrate* 30 liter/menit, mendinginkan larutan dari $55,4^\circ\text{C}$ hingga $14,8^\circ\text{C}$. Pada tahap pendinginan ini kristal terbentuk.

Proses kristalisasi dilanjutkan dengan penanganan kristal yang diperoleh, di antaranya pemurnian kadar air, klasifikasi kristal berdasarkan ukurannya, analisa, dan penyimpanan kristal. Pemurnian kadar air dilakukan dengan mengeringkan kristal dalam pengering putar pada suhu 120°C , kemudian dipisahkan berdasarkan ukurannya menggunakan *screen mesh* 20, 40, dan 60.

Selanjutnya sampel kristal dianalisa menggunakan HPLC untuk mengetahui kemurniannya, sementara bentuknya diamati melalui mikroskop. Kristal kemudian ditimbang dan disimpan dalam tempat yang kering dilengkapi dengan *dehumidifier* untuk menjaga kelembabannya.

4 HASIL DAN PEMBAHASAN

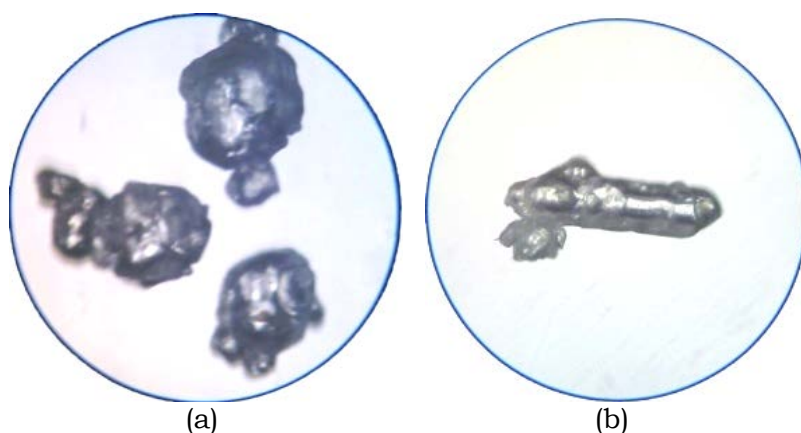
Proses pembuatan kristal AP berbentuk bulat dengan sistem pendinginan terkontrol menghasilkan kristal AP berukuran 40 Mesh sebanyak 45,42 kg, dan ukuran 20 Mesh sebanyak 0,03 kg. Sehingga total kristal yang diperoleh sebanyak 45,45 kg, dengan rendemen sebesar 39,71%. Melalui metode analisis berbasis ion menggunakan HPLC, kemurnian kristal yang dihasilkan sebesar 99,67%. Jika dibandingkan dengan kristal AP yang selama ini diproses di laboratorium Lapan, menggunakan metode sistem pendinginan “alamiah,” terlihat perbedaan bentuk kristal yang signifikan. Kristal dengan sistem pendinginan terkontrol ini lebih mengarah ke bentuk bulat, seperti terlihat pada Gambar 4-1.

Pada percobaan ini kristalisasi AP dilakukan secara *batch*, hal ini berdasarkan pertimbangan ekonomis. Untuk reaktor yang beroperasi dengan kapasitas lebih kecil dari 500 kg/jam, kristalizer *batch* lebih ekonomis dibandingkan

dengan yang kontinyu (Wey & Karpinski, 2002). Keuntungan lain dari kristalizer *batch* adalah bahwa distribusi ukuran kristal atau *Crystal Size Distribution* (CSD) yang diperoleh lebih sempit. Hal ini berarti bahwa ukuran kristal tidak terlalu bervariasi. Oleh karena itu, 99,999% kristal yang dihasilkan dalam penelitian ini berukuran seragam, yaitu 40 Mesh.

Syarat mutlak untuk terjadinya kristalisasi adalah adanya supersaturasi (keadaan lewat jenuh). Keadaan lewat jenuh dapat dicapai dengan tiga metode. Jika kelarutan zat terlarut meningkat seiring kenaikan suhu, maka larutan jenuh dapat menjadi lewat jenuh hanya dengan pendinginan. Jika ketergantungan kelarutan terhadap suhu relatif kecil, maka kondisi lewat jenuh dapat diciptakan dengan cara penguapan. Jika tidak menghendaki pendinginan atau penguapan maka kondisi lewat jenuh dapat diciptakan dengan penambahan komponen ketiga, yang dikenal dengan proses penggaraman (*salting*) (McCabe 1999).

Kelarutan sodium klorida dan AP ditampilkan bersama pada Gambar 4-2. Kelarutan sodium klorida (simbol segitiga) hampir konstan di semua temperatur, sedangkan kelarutan AP, yang disimbolkan dengan lingkaran kecil, meningkat tajam dengan naiknya temperatur.



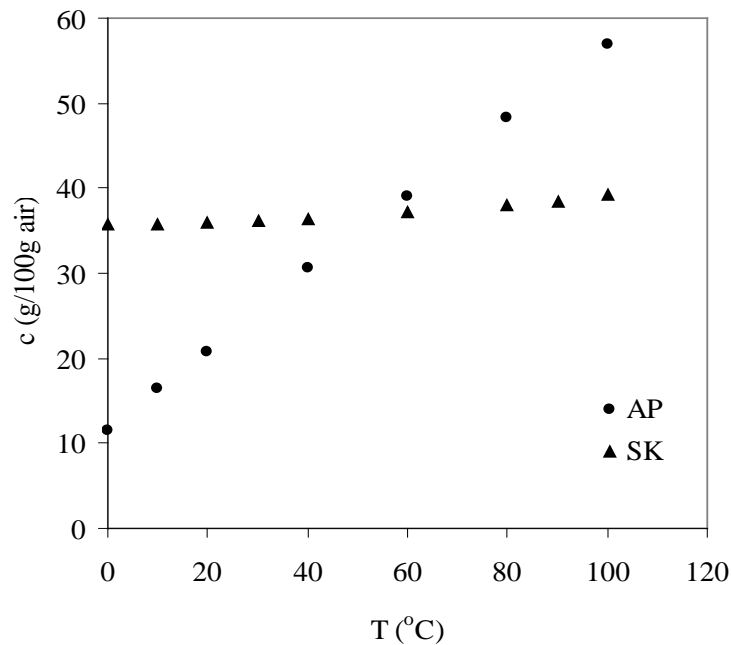
Gambar 4-1: (a) Kristal AP dengan sistem pendinginan terkontrol; (b) Kristal AP dengan sistem pendinginan “alamiah” (gambar diperoleh dari pengamatan melalui mikroskop dengan perbesaran 100x)

Untuk mengkristalkan AP dari larutan yang mengandung AP dan sodium klorida perlu diketahui profil kelarutan bersama (*mutual solubility*) dari keduanya, sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4-4.

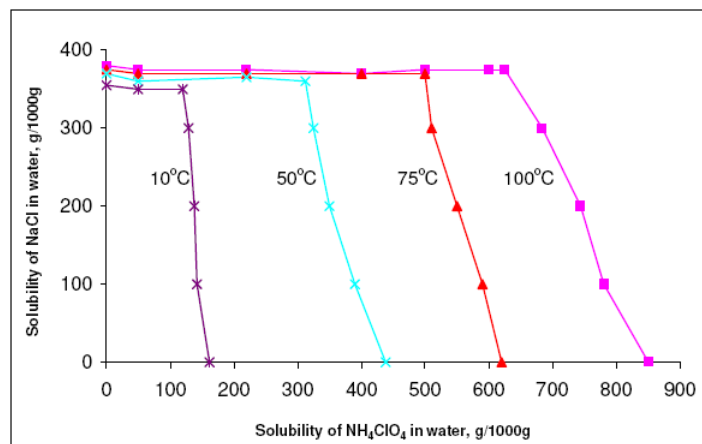
Gambar 4-3 menunjukkan bahwa kelarutan AP sedikit dipengaruhi oleh keberadaan sodium klorida. Meskipun demikian, perilaku utama dari kedua garam tersebut masih sama dengan garam murninya, yaitu bahwa kelarutan AP sangat dipengaruhi oleh temperatur, sedangkan sodium klorida tidak terpengaruh. Oleh karena itu, untuk mem-

peroleh supersaturasi AP digunakan metode pendinginan.

Pada percobaan ini larutan jenuh dalam kondisi panas diumpangkan ke dalam kristalizer yang dilengkapi dengan pengaduk dan koil pendingin. Supersaturasi terjadi segera setelah pendinginan dimulai, yang akan diikuti dengan nukleasi dan pertumbuhan kristal, sampai pada akhirnya supersaturasi akan turun. CSD produk sangat dipengaruhi oleh profil supersaturasi, sehingga laju pendinginan menjadi sesuatu yang sangat kritis.



Gambar 4-2: Kelarutan AP (AP) murni dan sodium klorida (SK) murni dalam air pada berbagai temperatur



Gambar 4-3: Kelarutan bersama AP dan sodium klorida dalam air pada berbagai temperatur (Andrić, 2007)

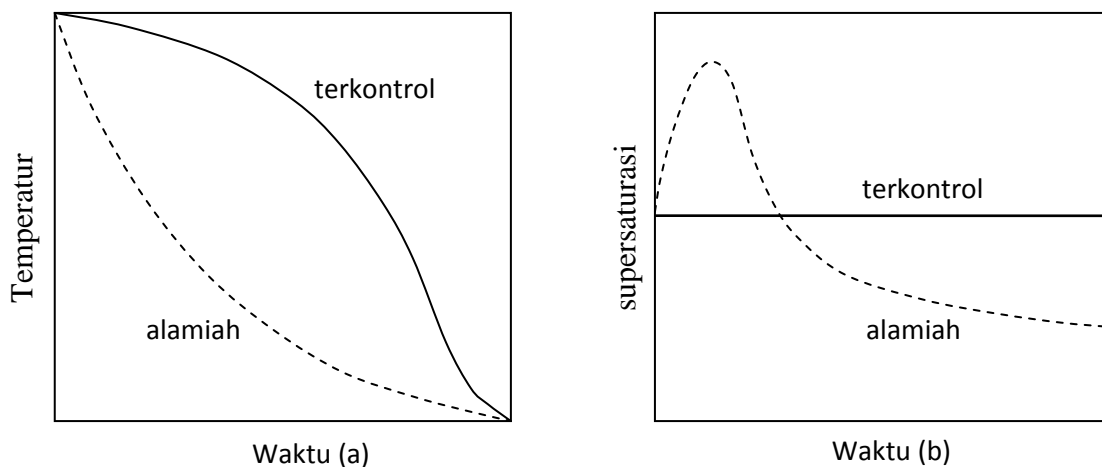
Jika pendinginan "alamiah" digunakan, yaitu dengan melewati pendingin melalui jaket atau koil dengan laju alir dan temperatur masuk yang konstan, maka temperatur di dalam kristalizer akan turun secara eksponensial sebagaimana digambarkan sebagai garis patah-patah pada Gambar 4-4a. Sebaliknya supersaturasi naik dengan cepat di awal *batch* dan mencapai puncak pada saat nukleasi terjadi, yaitu setelah melewati batas zona metastabil (garis patah-patah pada Gambar 4-4b). Kejadian seperti ini menyebabkan terjadinya nukleasi yang tak terkontrol, dan pada akhirnya akan dihasilkan kristal dengan ukuran kecil dan CSD lebar.

Pada percobaan ini sistem pendingin menggunakan 2 (dua) jenis *coolant*, yaitu air pendingin (30°C) dan *ethylene glycol* (-27°C). Penggunaan dua jenis *coolant* ini dimaksudkan untuk mengatur laju pendinginan agar sistem tetap berada dalam zona metastabil. Proses pendinginan berlangsung lambat di awal *batch* dan semakin lama semakin cepat, sebagaimana ditunjukkan oleh kurva garis penuh pada Gambar 4-4a. Profil supersaturasi pada pendinginan terkontrol ini digambarkan sebagai garis datar pada Gambar 4-4b.

Dengan sistem pendinginan terkontrol puncak supersaturasi dapat dihindari. Pada nukleasi primer pembed-

tukan inti kristal dapat diminimalisasi akibat sistem pendinginan lambat di awal *batch*, sehingga inti kristal yang terbentuk tidak terlalu banyak dan dihasilkan kristal yang cenderung mengarah ke bentuk bulat, ukuran tidak terlalu lembut dengan CSD yang sempit.

Selain itu, pendinginan lambat akan menghambat pertumbuhan kristal yang mengakibatkan impuritas tidak ikut terperangkap dalam kristal AP. Impuritas tidak hanya berpengaruh pada kemurnian, tetapi juga pada bentuk kristal yang dihasilkan. Impuritas yang terperangkap dalam kristal biasanya membentuk runcing pada permukaan kristal, sehingga bentuk kristal yang diperoleh cenderung bersudut. Pada percobaan ini, impuritas juga diminimalisasi dengan adanya pelarutan kembali kristal yang terbentuk melalui sirkulasi dari reaktor kristalizer ke *heating chamber* selama proses pendinginan berlangsung. Melalui sirkulasi, sudut-sudut yang terbentuk oleh adanya impuritas dapat terkikis. Dengan demikian selain menghasilkan bentuk kristal yang mendekati bulat, proses ini mampu menghasilkan kristal dengan kemurnian cukup tinggi, yaitu 99,67% tanpa perlu dilakukan rekristalisasi.



Gambar 4-4: Moda pendinginan "alamiah" dan terkontrol dalam kristalizer *batch*: (a) profil temperatur, (b) profil supersaturasi (Nývtl et al., 1985)

Pada nukleasi sekunder diperlukan pendinginan cepat untuk menghasilkan kristal dengan ukuran yang tidak terlalu lembut. Karena pada nukleasi sekunder *solute* akan mengkristal membentuk lapisan pada permukaan inti kristal. Dengan pendinginan cepat, jumlah *solute* yang mengkristal akan semakin banyak.

Tetapi, laju pendinginan yang tidak optimum pada sistem pendinginan terkontrol yang disertai sirkulasi, dapat mengakibatkan minimnya jumlah kristal yang terbentuk. Hal ini dikarenakan, pendinginan lambat di awal *batch* meminimalisasi jumlah inti kristal yang terbentuk, sementara kristal yang terbentuk sebagian akan larut saat sirkulasi berlangsung. Kondisi ini cenderung mengakibatkan rendemen yang dihasilkan pada percobaan ini relatif kecil, yaitu 39,71%.

5 KESIMPULAN

Kristalisasi AP dengan sistem pendingin terkontrol memiliki beberapa kelebihan dibanding kristalisasi dengan sistem pendinginan secara "alamiah". Di antaranya, mampu mengontrol proses nukleasi primer sehingga dihasilkan kristal berbentuk mendekati bulat, kemurnian yang diperoleh cukup tinggi yaitu 99,67% tanpa perlu rekristalisasi, CSD yang terbentuk sangat sempit, ukuran kristal yang terbentuk hampir seragam yaitu sebesar 40 Mesh.

Oleh karena rendemen yang dihasilkan masih relatif kecil, yaitu 39,71%, maka pada penelitian lanjutan akan diteliti pengaruh kecepatan pendinginan serta waktu yang dibutuhkan untuk pendinginan terhadap rendemen dan ukuran kristal sehingga diperoleh kondisi optimum untuk menghasilkan rendemen mencapai 85% dengan variasi ukuran kristal yang diinginkan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Ibu Ir. Henny Setyaningsih, M.Si., Sdr. Ratna Rizki Puspitasari dan seluruh personil dalam kelompok pene-

litian ammonium perklorat LAPAN yang telah membantu kegiatan penelitian ini. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Bapak Dr. Patuan Lam P. Siagian yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam penyempurnaan karya tulis ilmiah ini.

DAFTAR RUJUKAN

- Andrić, A.M.Ž., 2007. *Crystallization of Ammonium-Perchlorate from Solution of Electrolytically Produced Sodium-Perchlorate in a Pilot-Scale Plant. European Congress of Chemical Engineering*, Copenhagen, 16-20 September 2007.
- Geankoplis, Christee J., 1993. *Transport Processes and Unit Operations*, 3rd edition, India: Asoke K. Ghosh, Prentice-Hall.
- Jain, Sunil, Nandagopal, 2009. *Size and Shape of Ammonium Perchlorate and their Influence on Properties of Composite Propellant Defence*, Defence Science Journal, 59(3): 294-299.
- Kralik, R.J., 1970. *Production of Rounded Ammonium Perchlorate Crystals*, US Patent No. 3498759.
- McCabe, W.L., Smith, Inc., 1976. *Unit Operation of Chemical Engineering*, 3rd edition, Tokyo: Mc Graw-Hill Book Company, Kogakusha, Ltd.
- Nývlt, J., Söhnel, O., Matuchová, M., dan Broul, M., 1985. *The Kinetics of Industrial Crystallization*. New York: Elsevier Science Publisher.
- Sarner, Stanley. F., 1966. *Propellant Chemistry*. New York: Reinhold Publishing Corporation.
- Scumacher J.C., 1960. *Perchlorates Their Properties, Manufacture and Uses*. New York: Reinhold Publishing Corporation.
- Wey, J.S. dan Karpiski, P.H. 2002. *Batch Crystallization*. in: Myerson, A.S. (Ed.), *Handbook of Industrial Crystallization*, 2nd ed. Boston: Butterworth-Heinamann.

