

UPAYA KEMANDIRIAN AMMONIUM PERKHLORAT DALAM RANGKA MENUNJANG ROKET PELUNCUR SATELIT

Henny Setyaningsih

Peneliti Bidang Material Dirgantara, LAPAN

RINGKASAN

Ammonium Perkhlorat (AP) merupakan bahan utama pembuatan propelan. Hampir 80% kandungan padatan dalam propelan adalah AP. Dengan keberhasilan pembuatan AP oleh LAPAN diharapkan ketergantungan terhadap bahan impor bahan baku propelan dapat dikurangi. Proses produksi AP yang sudah dikuasai oleh LAPAN meliputi pembuatan Sodium Perchlorat (NaClO_4), proses Amoniasi dan pemurnian bahan NaCl teknis. Di samping produk utama AP, LAPAN juga telah mengembangkan KClO_4 sebagai bahan flare untuk hujan buatan. Untuk pengembangan AP selanjutnya perlu dilakukan peningkatan kapasitas produksi dan kristalisasi AP sehingga didapat bentuk kristal bulat.

1 PENDAHULUAN

Ammonium Perkhlorat (AP) merupakan bahan utama pembuatan propelan untuk bahan bakar roket. Kandungan AP di dalam propelan meliputi hampir 80% dari total berat propelan. Adapun bahan penyusun lain di dalam propelan antara lain HTPB (*Hydroxy Terminated Polybutadiene*) dan TDI (*Toluen Diisocyanat*) berfungsi sebagai *fuel binder* propelan. Sedang untuk meningkatkan temperatur bakar dan kecepatan bakar propelan ditambahkan Al (Aluminium bubuk) dan juga bahan aditif lain. Untuk memudahkan proses pencetakan, biasanya di dalam campuran propelan juga ditambahkan *plastisizer* sehingga viskositas yang dihasilkan dari campuran propelan akan turun.

Ammonium Perkhlorat (AP) dihasilkan dari rangkaian proses elektrolisis larutan sodium klorida (NaCl) untuk menghasilkan sodium klorat, yang kemudian di elektrolisis lagi menjadi sodium perkhlorat. Sodium perkhlorat yang dihasilkan direaksikan dengan larutan amonium klorida sehingga didapat ammonium perkhlorat dengan hasil samping sodium klorida.

Ammonium Perkhlorat yang digunakan oleh LAPAN untuk bahan baku propelan selama ini masih diimpor dari China. Namun

karena AP merupakan bahan strategis sehingga pergerakan perdagangannya diawasi baik oleh pemerintah Cina sendiri maupun oleh negara lain, sehingga bahan tersebut sangat sulit diperoleh di pasaran bebas.

Konsekuensi dari kondisi ini, mengakibatkan AP yang diperoleh LAPAN selalu berubah-ubah spesifikasinya, dan tentu saja akan berpengaruh terhadap kinerja roket yang diluncurkan.

Dengan adanya Program Roket Peluncur Satelit yang direncanakan akan diluncurkan pada tahun 2014 maka salah satu kegiatan yang didorong untuk segera dilaksanakan adalah adanya upaya kemandirian pembuatan AP sebagai bahan baku pembuatan propelan.

2 UPAYA KEMANDIRIAN

Seperti telah diuraikan diatas, bahwa pembuatan AP meliputi 4 tahap yaitu:

- Elektrolisis NaCl menjadi NaClO_3 .
- Elektrolisis NaClO_3 menjadi NaClO_4 .
- Ammoniasi dengan mencampur NaClO_4 dengan NH_4Cl menjadi NH_4ClO_4 (AP).
- Kristalisasi dari larutan NH_4ClO_4 (AP) yang terbentuk sehingga terbentuk kristal AP.

Penelitian pembuatan AP secara intensif dilakukan pada tahun 2003 – 2006 dan dilakukan

pada skala laboratorium. Dari produksi skala laboratorium tersebut telah dihasilkan AP yang mempunyai spesifikasi bahan baku propelan. Pembuatan roket dengan bahan AP produksi sendiri yang diberi nama Roket LOCON (*Local Content*) dengan diameter 70 mm telah diuji statik dan terbang pada bulan Juni 2007 di Pameungpeuk dengan daya dorong dan jangkauan roket yang tidak kalah dengan roket yang menggunakan AP impor.



Gambar 2-1: Roket LOCON siap terbang



Gambar 2-2: Roket LOCON dgn peluncurnya



Gambar 2-3: Roket LOCON melesat ke udara

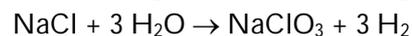
Dengan keberhasilan uji statik dan uji terbang roket dengan AP produksi sendiri, maka keyakinan untuk bisa mandiri dalam penyediaan bahan AP semakin besar.

3 UNIT PRODUKSI AP

Kondisi proses yang meliputi besarnya arus, tegangan, pH, temperatur dan lama proses yang diperoleh dari rangkaian peralatan pembuatan AP skala laboratorium, dapat digunakan sebagai acuan untuk perhitungan neraca massa pada pembuatan rangkaian peralatan skala pilot atau 2 ton/tahun.

Untuk perhitungan volume peralatan produksi AP, maka basis perhitungan digunakan 1L larutan NaCl dengan konsentrasi 300 g/lit dengan $\rho_{40^\circ\text{C}} = 1,1861 \text{ g/cc}$. Larutan elektrolit ini dielektrolisis langsung menjadi NaClO_4 dengan produk akhir mengandung 5 g/L NaClO_3 . (2)

Reaksi:

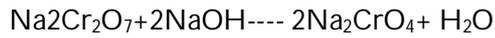


Reaksi ini berlangsung pada temperatur 90°C . Diinginkan hasil akhir reaksi mengandung NaCl sebanyak 30 g/ 100 g H_2O . Perhitungan arus yang digunakan untuk mengubah 1 mol NaCl menjadi 1 mol NaClO_4 diperlukan 8 elektron yang identik dengan $8 \times 26,802 \text{ Ah} = 214.424 \text{ Ah}$. (1) Dengan rencana produksi 2 ton/th akan dapat dihitung kebutuhan arus pada sel elektrolisis juga waktu yang dibutuhkan agar NaCl terkonversi menjadi NaClO_4 .

Pada proses produksi AP yang telah dilakukan di LAPAN, arus yang digunakan adalah 1500 A dengan tegangan sekitar 4 Volt dengan lama proses sekitar 10 hari, proses dijaga berlangsung pada pH 6 dan temperatur 30°C . Pada proses elektrolisis, *Chromat* ditambahkan untuk menaikkan efisiensi arus sehingga efisiensi produksi khlorat meningkat (4). Penambahan *Chromat* adalah sebesar 2 gr/lit larutan NaCl.

Setelah elektrolisis pembentukan NaClO_4 selesai, dilakukan penghilangan *Chromat* dengan menambahkan NaOH dan BaCl_2 .

Reaksi:



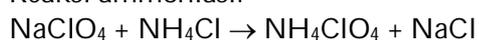
NaOH di sini berfungsi agar larutan menjadi basa sehingga $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ akan menjadi Na_2CrO_4 dimana dengan adanya BaCl_2 akan terbentuk BaCrO_4 yang mempunyai kelarutan lebih rendah dibanding BaCrO_7 . Dengan kelarutan yang lebih rendah ini diharapkan semua *Chromat* yang ada di dalam larutan NaClO_4 akan terendapkan sebagai BaCrO_4 .



Gambar 3-1: Sel Elektrolisis NaCl menjadi NaClO_4

Setelah penghilangan *chromat* yang ada di dalam larutan NaClO_4 , proses selanjutnya adalah reaksi amoniasi dengan menambahkan NH_4Cl yang didahului pemanasan pada suhu 90°C . Setelah pencampuran antara NH_4Cl dan NaClO_4 pada suhu 90°C yang disertai dengan pengadukan, dilakukan pendinginan sampai suhu kamar. Pada saat pendinginan ini akan terbentuk kristal NH_4ClO_4 , yang akan disaring dan dilakukan *recrystalisasi* lagi sehingga akan terbentuk ukuran kristal sesuai dengan yang diinginkan.

Reaksi amoniasi:



Gambar 3-2: Reaktor amoniasi

Di dalam reaktor amoniasi ini biasanya pengambilan kristal dilakukan bertahap, pengalaman yang ada di lapangan saat ini, proses amoniasi (pencampuran) dilakukan pada suhu 90°C , kemudian setelah didinginkan sampai suhu 30°C kristal AP yang terbentuk diambil (dipanen), kemudian pendinginan dilanjutkan sampai pada 25°C dan kristal yang terbentuk diambil lagi. Pendinginan diteruskan sampai suhu 15°C dan biasanya kristal yang terbentuk pada temperatur ini tinggal sedikit dan proses kristalisasi dihentikan. Larutan sisa kristalisasi (*mother liquor*) yang terbentuk ini kemudian dikumpulkan dan ditampung untuk digunakan sebagai bahan pembuatan KClO_4 untuk bahan baku flare hujan buatan. *Mother liquor* ini masih mengandung cukup banyak NaClO_4 yang sudah tidak bisa mengendap lagi sebagai AP karena kelarutan AP lebih tinggi dibanding kelarutan KClO_4 .

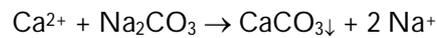
Pembuatan KClO_4 dilakukan dengan mereaksikan larutan sisa kristalisasi (*mother liquor*) dengan KCl . Proses pencampuran sama dengan pembuatan AP, namun karena kelarutan KClO_4 rendah maka kristal yang terbentuk lebih cepat dan tidak memerlukan pendinginan bertahap, hanya dilakukan pada suhu kamar saja. Kristal KClO_4 yang terbentuk disimpan untuk digunakan sebagai bahan baku flare untuk hujan buatan yang saat ini dikembangkan oleh BPPT.

4 UNIT PEMURNIAN NaCl

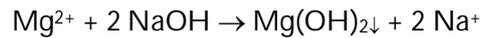
Bahan baku pembuatan AP seperti yang telah disampaikan di atas adalah NaCl, dimana bahan yang digunakan adalah bahan teknis. Sehubungan dengan persyaratan pengotornya yang meliputi ion Ca, Mg dan Ba yang tidak boleh melebihi dari 1 ppm maka dilakukan proses pemurnian. Di dalam proses yang ada sistem *recycle*, menumpuknya bahan-bahan inert/pengotor sangat mempengaruhi proses secara keseluruhan. Persoalan ini tidak akan timbul jika di dalam elektrolisis digunakan garam NaCl *extra pure* dengan kemurnian >99%, akan tetapi harga garam *extra pure* sangat mahal, yaitu Rp 500.000,0 per kg. Harga garam *extra pure* ini jauh berbeda dengan harga garam industri yang hanya Rp 6.000,0 per kg. Yang menjadi masalah untuk garam industri ini adalah tingginya kandungan zat-zat pengotor, yaitu ion Ca, Mg, Ba, dan pengotor-pengotor lain yang berupa kekeruhan.

Jika garam industri ini digunakan sebagai bahan baku dalam elektrolisis, *recycle* terhadap *mother liquor* akan menyebabkan konsentrasi senyawa-senyawa pengotor ini makin lama makin bertambah, dan sangat memungkinkan untuk terjadinya kerak pada permukaan katoda. Jika hal ini terjadi, maka tahanan listrik dari sel elektrolisis menjadi semakin besar, sehingga menyebabkan biaya operasi semakin besar akibat konsumsi energi listrik yang semakin besar. Oleh karena itu terhadap larutan garam yang akan masuk ke sel elektrolisis harus dilakukan pemurnian untuk menghilangkan atau mengurangi kandungan senyawa-senyawa pengotor.

Pemurnian larutan garam dapat dilakukan secara kimiawi dengan cara menambahkan Na_2CO_3 untuk mengendapkan ion Ca, NaOH untuk mengendapkan ion Mg, dan Na_2SO_4 untuk mengendapkan ion Ba. Na_2CO_3 ditambahkan dalam larutan garam yang mengandung impuritas ion Ca^{2+} maka ion CO_3^{2-} dari Na_2CO_3 akan berikatan dengan ion Ca^{2+} membentuk endapan CaCO_3 menurut reaksi:



Sedangkan ion Mg^{2+} bereaksi dengan ion OH^- dari NaOH membentuk $\text{Mg}(\text{OH})_2$ menurut reaksi:



Untuk mendapatkan kadar Ca dan Mg kurang dari 1 ppm, maka proses pemurnian dilanjutkan dengan menggunakan kolom penukar ion. Adapun resin yang digunakan adalah Lewatit 260. Penelitian pemurnian NaCl teknis dimulai dengan skala laboratorium menggunakan *beaker glass* 1 lt, setelah didapat variabel optimum dilanjutkan dengan peralatan skala 20 lt yang dilengkapi dengan resin penukar ion. Dengan adanya kebutuhan pemakaian NaCl yang hampir 200 lt per proses elektrolisis, maka dirancanglah peralatan pemurnian NaCl dengan kapasitas 200 lt.



Gambar 4-1: Rangkaian alat pemurnian NaCl

5 PENUTUP

Keberhasilan LAPAN dalam kemandirian bahan baku propelan yang dalam hal ini adalah AP, diharapkan akan berlanjut pada peningkatan kapasitas produksi. Hal ini bisa dicapai dengan penambahan peralatan sel elektrolisis dan penambahan tangki pereaksi untuk kapasitas yang lebih besar. Sehingga diharapkan peralatan yang sudah ada bisa digabung dengan peralatan tambahan tersebut. Di samping peningkatan kapasitas produksi,

penyempurnaan bentuk kristal agar didapat AP dengan bentuk bulat dan sistem pelapisan (*coating*) untuk mempermudah waktu pencampuran pada waktu pembuatan propelan masih harus terus dilakukan. Hal ini merupakan kunci sukses produksi AP LAPAN.

DAFTAR RUJUKAN

Dotson, R., L., 1993. *A Novel Electrochemical Process for the Production of Ammonium Perchlorat*, *J. of Applied Electrochemistry*, 23, 897-904.

<http://www.geocities.com/CapeCanaveral/Campus/5361/chlorate/nh4clo4.html>.

Janssen, L.J.J. and van der Heyden, P.D.L., *Mechanism of Anodic Oxidation of Chlorate to Perchlorate on Platinum Electrodes*, *J. Appl. Electrochem.* 25 (1995), 126-.

Tanrikulu, S.Ü., Eroğlu, İ., Bulutcu, A.N., and Özkar, S., 2000. *Crystallization Kinetics of Ammonium Perchlorate in MSMRP Crystallizer*, *J. of Crystal Growth*, 208, 533-540.