

KAJIAN METODE FILTRASI GRAVITASI DAN FILTRASI SISTEM VAKUM UNTUK PROSES PENYEMPURNAAN REKRISTALISASI AMONIUM PERKLOORAT

Anita Pinalia

Peneliti Bidang Propelan, Pusat Teknologi Roket, LAPAN

e-mail : anita_vinel@yahoo.com

ABSTRACT

Recrystallization process aims to improve the purity of ammonium perchlorate. In the process of recrystallization, when the supersaturated condition is reached, crystals will form and still mixed with the solvent. To separate the crystals from the solvent, needed a solid-liquid separation method that can be done either by gravity and vacuum systems filtration. This research aims to examine both the method. Based on the result of literature studies there are five techniques of gravity filtration: filter cones, fluted filters, pipette filtration, decantation, hot gravity. While the vacuum filtration systems consist of Buchner and Hirsch funnels depends on the capacity of the solution to be separated. Of the five techniques of gravity filtration, filter cones could be an option because the process is simple. But for the time efficiency of the process, vacuum filtration system is more recommended because it is more than easy to do, the process is faster than gravity filtration. For the ammonium perchlorate recrystallization with a capacity of > 10 mL Buchner funnels can be use. By knowing the right filtration method, it is expected that the crystals obtained from recrystallization can be taken to the maximum, by a simple process in a relatively short time.

Key words: *Recrystallization, Filtration, Ammonium perchlorate*

ABSTRAK

Proses rekristalisasi ammonium perklorat bertujuan untuk meningkatkan kristal. Dalam proses rekristalisasi, saat kondisi lewat jenuh tercapai, kristal akan terbentuk. Tetapi kristal yang terbentuk masih bercampur dengan pelarutnya, oleh karena itu perlu dilakukan pemisahan yang merupakan *finishing* dalam proses rekristalisasi. Untuk memisahkan kristal dari pelarutnya, diperlukan suatu metode pemisahan *solid-liquid* yang dapat dilakukan dengan filtrasi baik secara gravitasi maupun sistem vakum. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji kedua metode filtrasi tersebut. Berdasarkan hasil studi literatur terdapat lima teknik filtrasi gravitasi yaitu: *filter cones*, *fluted filters*, filtrasi pipet, dekantasi, dan gravitasi panas. Sementara filtrasi sistem vakum terdiri dari Buchner funnels dan Hirsch funnels yang penggunaannya tergantung pada kapasitas larutan yang akan dipisahkan. Dari kelima teknik filtrasi gravitasi, *filter cones* dapat menjadi pilihan karena prosesnya sederhana. Tetapi untuk efisiensi waktu proses, filtrasi sistem vakum lebih direkomendasikan karena selain mudah untuk dilakukan, prosesnya juga lebih cepat dibanding filtrasi gravitasi. Untuk rekristalisasi ammonium perklorat dengan kapasitas >10 mL dapat digunakan Buchner funnels. Dengan mengetahui metode filtrasi yang tepat, diharapkan kristal yang diperoleh dari hasil rekristalisasi dapat diambil secara maksimal, dengan proses sederhana dalam waktu yang relatif singkat.

Kata kunci: *Rekristalisasi, Filtrasi, Ammonium Perklorat*

1 PENDAHULUAN

Rekristalisasi ammonium perklorat merupakan proses akhir dari serangkaian proses produksi ammonium perklorat yang dilakukan di Laboratorim Amonium Perklorat Bidang Propelan, Lembaga Penerbangan dan Antariksa Nasional (LAPAN). Proses rekristalisasi dilakukan untuk meningkatkan kemurnian ammonium perklorat hingga diperoleh kemurnian minimum yang sesuai dengan spesifikasi untuk proses pembuatan propelan.

Rekristalisasi merupakan salah satu cara pemurnian zat padat yang jamak digunakan. Zat-zat tersebut dilarutkan dalam suatu pelarut kemudian dikristalkan kembali. Cara ini bergantung pada kelarutan zat dalam pelarut tertentu dikala suhu dinaikkan, karena konsentrasi total pengotor biasanya lebih kecil dari konsentrasi zat yang dimurnikan. Dalam kondisi dingin, pengotor yang berkonsentrasi rendah tetap larut, sementara yang berkonsentrasi tinggi akan mengendap.

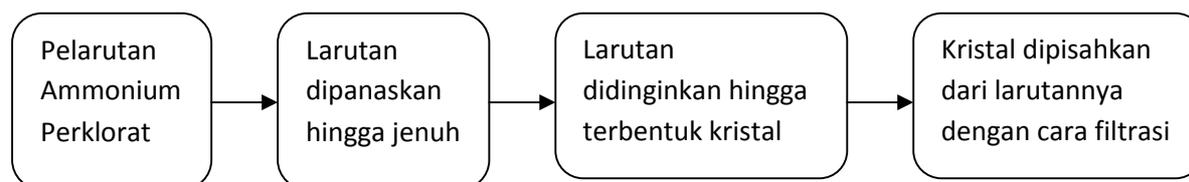
Proses pemurnian kristal ammonium perklorat dengan cara rekristalisasi perlu dilakukan, karena berdasarkan hasil analisa menggunakan *High Pressure Liquid Chromatography* (HPLC) kristal ammonium perklorat yang diperoleh dari reaktor amoniasi memiliki kemurnian < 99,0%. Sementara ammonium perklorat yang dibutuhkan untuk proses pembuatan propelan harus

memenuhi batas kemurnian minimal 99,0%. (Schumacher, 1960)

Proses rekristalisasi dengan cara melarutkan kembali kristal ammonium perklorat dalam pelarut yang sesuai yaitu air pada suhu 90°C, diharapkan pengotor terlarut sempurna dalam pelarut. Setelah larutan mencapai titik jenuh, larutan ammonium perklorat dikondisikan hingga lewat jenuh dengan cara pendinginan pada suhu 27°C. Kondisi supersaturasi ini akan mengakibatkan kristal terbentuk lagi. Proses pengkristalan ulang ini diharapkan dapat melarutkan pengotor secara sempurna. Dengan demikian proses rekristalisasi mampu menghasilkan kristal dengan kemurnian yang lebih tinggi.

Proses rekristalisasi tidak berakhir pada pembentukan kristal. Setelah kristal terbentuk, larutan akan membentuk *slurry* (campuran antara kristal dengan larutannya). Oleh karena itu, untuk mengambil kristal yang terbentuk, diperlukan proses separasi solid-liquid, dengan cara filtrasi yang merupakan proses *finishing* dalam rekristalisasi. Diagram alur proses rekristalisasi dapat dilihat pada Gambar 1-1.

Filtrasi adalah operasi pemisahan campuran yang heterogen antara fluida dan partikel-partikel padatan oleh media filter yang meloloskan fluida tetapi menahan partikel-partikel padatan, dengan cara melewatkan fluida melalui suatu media penyaring atau septum yang dapat menahan zat padat.



Gambar 1-1 Diagram Alur Proses Rekristalisasi

Hal yang paling penting dalam filtrasi adalah mengalirkan fluida melalui media berpori. Fluida mengalir melalui media filter karena adanya perbedaan tekanan pada media tersebut. Oleh karena itu, berdasarkan perbedaan tekanan yang digunakan, filter terdiri atas dua macam, yaitu filter yang beroperasi pada tekanan yang lebih tinggi dari tekanan atmosfer di sebelah hulu media filter yang disebabkan oleh adanya gravitasi atau disebut filtrasi gravitasi, dan yang beroperasi dengan tekanan atmosfer di sebelah hulu dan vakum di sebelah hilir atau disebut dengan filtrasi sistem vakum.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengkaji dan menentukan metode filtrasi yang tepat untuk memisahkan kristal ammonium perklorat dari filtratnya dalam proses *finishing* kristalisasi. Dengan demikian dapat diketahui metode filtrasi yang paling tepat yang dapat mengambil kristal secara maksimum, dengan proses yang sederhana, dan efisien.

2 DATA DAN METODE

2.1 Data

Gambar 2-1 merupakan gambar *slurry* ammonium perklorat hasil rekristalisasi di LAPAN sebelum dilakukan pemisahan dengan metode filtrasi (a). Juga disajikan gambar kristal ammonium perklorat setelah dipisahkan dari filtratnya dengan metode filtrasi (b).



(a) Campuran padat-cair Ammonium perklorat



(b) Kristal Ammonium perklorat

Gambar 2-1: Ammonium perklorat LAPAN

2.2 Metode

Metode filtrasi adalah metode separasi *solid-liquid*, yang digunakan untuk memisahkan kristal ammonium perklorat hasil rekristalisasi dari filtratnya yang masih berbentuk *slurry* sebagaimana Gambar 2-1a sehingga diperoleh kristal ammonium perklorat seperti Gambar 2-1b. Pemisahan dilakukan dengan suatu metode filtrasi yang pemilihannya akan dikaji. Metode pemilihan cara filtrasi ini adalah kajian terhadap dua metode filtrasi, yaitu gravitasi dan sistem vakum. Pemilihan cara didasarkan pada kemudahan pelaksanaan, efisiensi waktu proses, dan hasil optimal yang bisa dicapai.

Filtrasi gravitasi merupakan metode pemisahan yang sederhana, menggunakan polietilen atau corong kaca dan kertas saring. Kertas saring memiliki ukuran pori yang sangat bervariasi dari ukuran pori yang kecil hingga besar untuk memperlambat proses penyaringan yang berlangsung cepat. Proses pemisahan dilakukan berdasarkan gaya gravitasi secara alamiah. Sementara filtrasi vakum dilakukan dengan cara campuran padat-cair dituangkan melalui kertas saring dalam corong Buchner atau corong Hirsch kemudian padatan akan terperangkap dalam kertas saring, sementara cairan ditarik oleh vakum melalui saluran ke dalam labu.

3 HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Metode Filtrasi Gravitasi

Filtrasi gravitasi dapat dilakukan dengan beberapa teknik antara lain:

- *Filter cones*

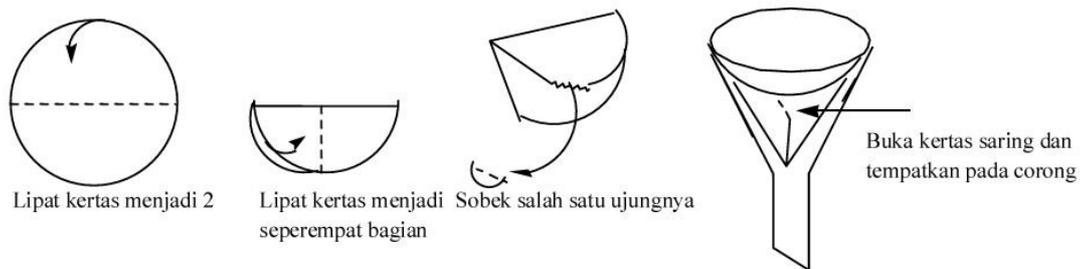
Filtrasi gravitasi *filter cones* merupakan filtrasi dengan menggunakan kertas saring yang dilipat hingga membentuk kerucut. Kertas dilipat dua, kemudian dilipat lagi hingga membentuk seperempat bagian. Salah satu ujungnya kemudian disobek untuk memudahkan pemasangan dalam corong. Kertas saring berbentuk kerucut, dimasukkan dalam corong dengan batang memanjang. Kemudian corong ditempatkan pada labu erlenmeyer (Gambar 3-1). Campuran senyawa cair-padat yang

akan dipisahkan dituangkan melalui corong (Gambar 3-2c). Cairan akan melewati corong dan turun ke dalam labu erlenmeyer secara gravitasi, sedangkan padatan akan tertahan pada kertas saring (Gambar 3-2d).

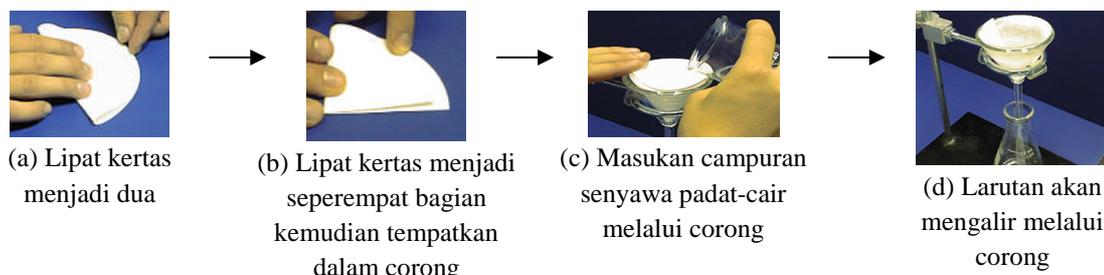
Teknik filtrasi seperti ini umum digunakan dalam laboratorium kimia, dan dapat digunakan untuk kapasitas > 10 mL.

- *Fluted Filters*

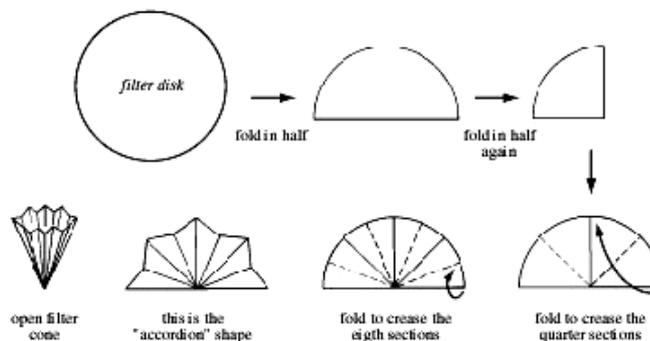
Pada prinsipnya *Fluted Filters* cara kerjanya hampir sama dengan *filter cones* hanya saja kertas saring yang digunakan merupakan kertas saring dengan lipatan khusus (sangat kusut). Teknik melipatnya disajikan dalam Gambar 3-3.



Gambar 3-1: Pemasangan kertas saring pada corong



Gambar 3-2: Filtrasi gravitasi dengan *filter cones*



Gambar 3-3: Teknik membuat *fluted filters*

Sama seperti pada *filter cones*, kertas saring yang telah dilipat kemudian dimasukkan dalam corong. Corong kemudian ditempatkan pada labu erlenmeyer.

Teknik filtrasi *fluted filters* ini sangat sering digunakan untuk pelarut organik, dan bisa digunakan untuk kapasitas > 10 mL.

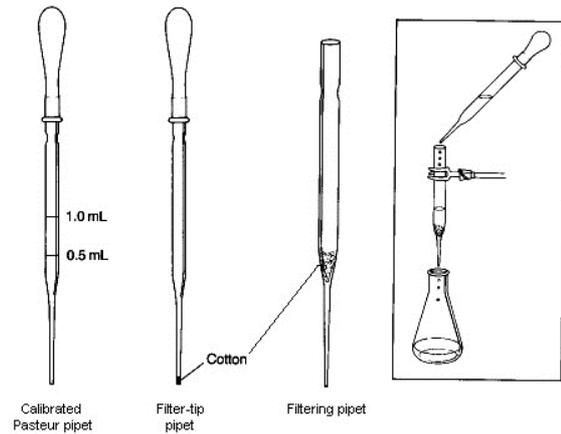
• Filtrasi Pipet

Filtrasi dapat dilakukan menggunakan pipet Pasteur, jika volume pelarut tidak lebih dari 3.0 mL.

Untuk proses filtrasi, pipet Pasteur disiapkan dengan cara memasukkan sepotong kapas kecil ke bagian atas pipet Pasteur dan didorong hingga ke bagian awal penyempitan pipet. Kapas yang digunakan harus cukup untuk mengumpulkan semua padatan yang disaring. Tetapi jumlah kapas juga tidak boleh terlalu banyak, sehingga laju alir pipet dapat dibatasi secara signifikan.

Pipet Pasteur yang telah diberi kapas kemudian dijepit sehingga filtrat dapat turun ke labu erlenmeyer. Campuran yang akan disaring ditransfer ke pipet Pasteur yang lain. Jika volume campuran yang disaring kurang dari 1-2 mL, filter dan kapas harus dibilas dengan sejumlah kecil pelarut setelah filtrat terakhir melewati pipet. Jika diinginkan laju filtrasi dapat ditingkatkan dengan cara memberikan tekanan genly menggunakan bulb pipet.

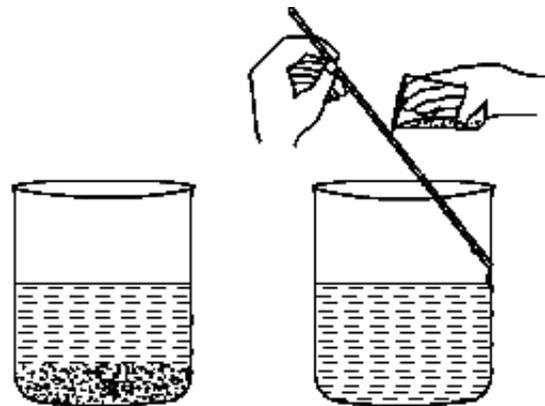
Jika campuran cair-padat hanya memiliki sejumlah kecil padatan, maka penyaringan cukup dilakukan dengan *filter tip*. Pipet Pasteur yang telah diberi kapas kemudian digunakan untuk menarik campuran yang akan disaring dengan menekan *bulb* pipet. Saat campuran melewati ujung pipet, padatan akan tertahan dalam kapas, dan terpisah dari filtratnya. Filtrasi pipet disajikan pada Gambar 3-4.



Gambar 3-4: Filtrasi pipet

• Dekantasi

Filtrasi gravitasi juga dapat dilakukan dengan dekantasi, metode pemisahan ini sangat sederhana tetapi harus dilakukan dengan sangat hati-hati. Selain itu kemungkinan terikutnya padatan dalam filtrat yang akan dipisahkan juga sangat besar. Proses dekantasi dilakukan dengan cara: cairan dituangkan dengan hati-hati ke dalam tabung yang lain dan meninggalkan padatan dalam tabung sebelumnya.

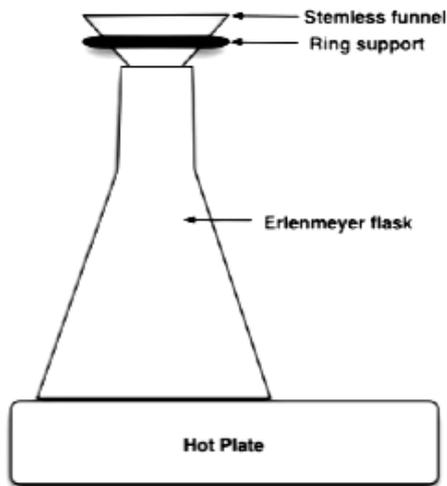


Gambar 3-5: Dekantasi

• Filtrasi Gravitasi Panas

Teknik filtrasi ini merupakan proses filtrasi yang dilakukan pada kondisi hangat. Filtrasi gravitasi panas diperlukan jika produk yang diinginkan larut dalam pelarut panas, tetapi presipitat dalam pelarut dingin. Sehingga jika campuran mendingin selama filtrasi berlangsung, maka produk yang diinginkan akan mengendap dan terjebak pada kertas saring bersama pengotor.

Untuk mengkondisikan proses filtrasi panas, lalu erlenmeyer ditempatkan di atas *hot plate*, kemudian corong tak berbatang dipasang di atas labu, dengan menggunakan cincin agar posisinya stabil. Corong tak bertangkai digunakan karena kristal dapat terbentuk pada sepanjang batang corong sehingga dapat menyumbat aliran saat filtrasi berlangsung.



Gambar 3-6: Filtrasi gravitasi panas

3.2 Metode Filtrasi Sistem Vakum

Filtrasi vakum tidak dapat digunakan untuk proses pemisahan padat-cair jika produk yang diinginkan adalah cairannya. Terutama jika cairan tersebut memiliki titik didih rendah. Setiap pelarut yang memiliki titik didih $\leq 125^{\circ}\text{C}$ akan mendidih dalam labu vakum.

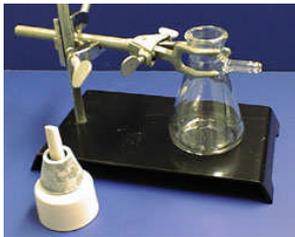
Berdasarkan corong yang digunakan, filtrasi terdiri dari dua macam yaitu:

- *Buchner Funnels*: Biasanya digunakan untuk pemisahan dalam skala besar seperti pemisahan cairan dan padatan, atau memisahkan kristal hasil rekristalisasi. Bisa digunakan untuk kapasitas $> 10\text{ mL}$
- *Hirsch Funnels*: Pada dasarnya sama dengan *Buchner Funnels* tetapi lebih kecil, dengan slop digunakan dalam

mikro teknik. Bisa digunakan untuk kapasitas $< 10\text{ mL}$

Untuk pengumpulan kristal, filtrasi vakum lebih cepat dibanding filtrasi gravitasi karena pelarut atau larutan dan udara dipaksa untuk melalui kertas saring dikarenakan kurangnya tekanan. Tetapi dalam prosesnya tidak lebih sederhana dari filtrasi gravitasi, karena harus melalui prosedur berikut ini:

- Menyiapkan peralatan filtrasi vakum
Labu erlenmeyer berpipa samping disiapkan, kemudian labu diperiksa keretakannya dengan teliti. Labu yang retak tidak dapat digunakan karena dapat mengakibatkan labu pecah saat kondisi vakum diaplikasikan. Jepit labu, tambahkan adaptor dan corong Buchner. Tempatkan sepotong kertas saring dalam corong. Kertas yang digunakan harus cukup kecil untuk dapat dipasang dengan datar di atas corong, tetapi juga mampu menutupi semua lubang filter pada corong (Gambar 3-7).
- Kertas saring diasahi dengan sejumlah kecil pelarut yang akan digunakan dalam filtrasi (Gambar 3-8), kemudian sumber vakum dinyalakan.
- Proses penyaringan
Campuran padat-cair yang akan di pisahkan dituang ke dalam corong, vakum akan menarik cairan melalui saluran dengan sangat cepat. (Gambar 3-9)
- Pengambilan Padatan
Sebelum diambil, padatan dibilas dengan sejumlah kecil pelarut (a), kemudian lepas selang sebelum mematikan aspirator air (b). Padatan kemudian dikumpulkan (c), disimpan dalam kaca arloji dan dibiarkan sebentar hingga kering (d). (Gambar 3-10)



Jepit labu



Tempatkan adaptor karet di atas labu



Tempatkan corong Buchner di atas adaptor



Ambil kertas saring



Taruh kertas saring di dalam corong Buchner

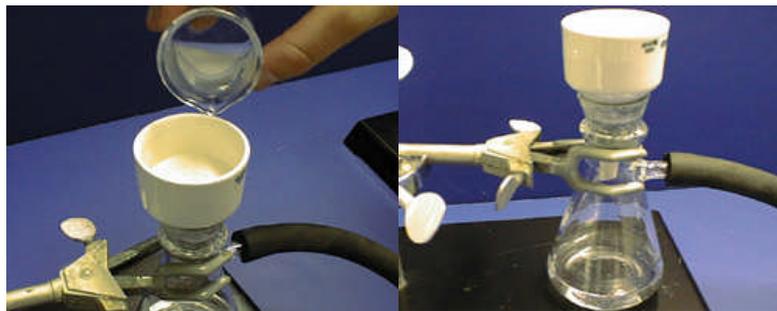


Hubungkan pipa labu ke sumber vakum dengan menggunakan selang yang tebal

Gambar 3-7: Persiapan peralatan filtrasi vakum



Gambar 3-8: Kertas saring dibasahi dengan pelarut



Gambar 3-9: Proses Penyaringan Vakum



(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 3-10: Pengambilan padatan

3.3 Metode Filtrasi untuk Rekrystalisasi Ammonium Perklorat LAPAN

Pada sub bab sebelumnya telah diuraikan tentang metode filtrasi gravitasi dan filtrasi vakum. Filtrasi gravitasi dapat dilakukan dengan lima teknik yaitu, *filter cones*, *fluted filters*, filtrasi pipet, dekantasi, dan filtrasi gravitasi panas. Sementara filtrasi vakum dapat dilakukan dengan corong Buchner maupun dengan corong Hirsch, tergantung pada kapasitas campuran yang akan dipisahkan.

Pada dasarnya kedua metode filtrasi tersebut dapat diaplikasikan untuk pemisahan kristal ammonium perklorat dari pelarutnya setelah proses rekrystalisasi. Tetapi dalam prosesnya dibutuhkan suatu metode yang paling tepat agar proses dapat berlangsung secara efektif, efisien, dan mampu menghasilkan produk secara optimum.

Dari kelima teknik filtrasi gravitasi, *filter cones* merupakan metode yang paling cocok untuk digunakan. Karena tekniknya cukup sederhana dan bisa digunakan untuk kapasitas >10 mL. Selain *filter cones*, *fluted filters* yang prinsip kerjanya sama dengan *filter cones* juga dapat digunakan tetapi tidak efisien. Karena dalam prosesnya membutuhkan waktu untuk melipat kertas saring lebih lama dibanding *filter cones*. Selain itu, pelarut yang digunakan pada rekrystalisasi ammonium perklorat bukan pelarut organik, sehingga tidak membutuhkan *fluted filters*. Sementara teknik filtrasi pipet tidak dapat digunakan karena kapasitasnya terlalu kecil, dan pengambilan padatan di dalam kapas sangatlah sulit untuk dilakukan. Teknik ini lebih cocok digunakan jika produk yang diinginkan adalah cairan. Teknik dekantasi juga sulit untuk dilakukan. Karena kemungkinan terikutnya kristal yang tertuang dalam cairan sangat besar. Selain itu cairan yang tersisa dalam kristal pun kemungkinan masih sangat banyak. Teknik kelima yaitu gravitasi

panas, metode ini merupakan metode yang paling tidak sesuai. Karena pemanasan dapat mengakibatkan kristal ammonium perklorat larut kembali dalam pelarutnya.

Walaupun teknik gravitasi *filter cones* dapat dilakukan, tetapi filtrasi vakum merupakan metode yang paling tepat. Karena filtrasi vakum merupakan metode yang digunakan untuk memisahkan campuran padat-cair jika produk yang diinginkan berupa padatan. Selain itu filtrasi vakum lebih cepat dibanding filtrasi gravitasi, karena sistem vakum akan menarik cairan, sehingga proses pemisahan padatan dan cairannya berlangsung cepat.

Metode filtrasi vakum yang dapat digunakan untuk rekrystalisasi ammonium perklorat yaitu, dengan corong Buchner, karena kapasitas rekrystalisasi ammonium perklorat >10 mL.

4 KESIMPULAN

Pemisahan kristal ammonium perklorat dari larutannya dilakukan dengan separasi mekanik menggunakan metode filtrasi. Metode filtrasi gravitasi dengan teknik *filter cones* dapat menjadi pilihan. Tetapi, jika diinginkan proses pemisahan yang lebih cepat filtrasi vakum merupakan metode yang paling tepat. Untuk pemisahan ammonium perklorat dari larutannya dengan kapasitas >10 mL, dapat digunakan filtrasi vakum dengan corong Buchner.

DAFTAR RUJUKAN

- Geankoplis, Christiee J., 1993. *Transport Processes and Unit Operations*, 3rd edition, India: Asoke K. Ghosh, Prentice-Hall.
- J. W. Zubrick, 1997. *The Organic Chem Lab Survival Manual* 4th ed., Wiley: New York, NY.
- McCabe, W.L., Smith, Inc., 1976. *Unit Operation of Chemical Engineering*, 3rd edition. Tokyo: Mc Graw-Hill Book Company, Kogakusha, Ltd.

- Rosydi, M. Fakhrur., 2009, *Pemurnian Ammonium Perchlorat (AP) Melalui Proses Rekristalisasi* dalam Laporan Kegiatan Poklit AP-LAPAN Rumpin.
- Scumacher J.C., 1960. *Perchlorates Their Properties, Manufacture and Uses*. New York: Reinhold Publishing Corporation.
- Williamson, 1999. *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, Houghton Mifflin Company, USA.
<http://orgchem.colorado.edu/hndbksupport/filt/filtration.html>, University of Colorado, Boulder, Chemistry and Biochemistry Department, 2011.
- <http://www.chemistry.mcmaster.ca/~chem206/labmanual/microscale/complete.html>, McMaster University - Chem2006 Lab Manual.
- http://www.nvcc.edu/home/dhoroszewski/45su11/45_recrist.pdf, Northern Virginia Community College (NOVA).
- <http://classweb.gmu.edu/jschorni>, George Mason University- Departement of Chemistry and Biochemistry.