

# REDUKSI UKURAN PARTIKEL AMMONIUM PERKlorAT (AP) DENGAN METODE SPRAY DRYING (PARTICLE SIZE REDUCTION OF AMMONIUM PERCHLORATE USING SPRAY DRYING METHOD)

Anita Pinalia

Pusat Teknologi Roket, Lapan

e-mail: anita\_vinel@yahoo.com

## ABSTRACT

AP reduction process aims to produce a particle size of  $<177\mu\text{m}$ . The reduction process is done by spray drying method. In this research produced particles size of AP from  $177\text{-}250\mu$  be  $38\text{-}125\mu$ . Additionally, the spray drying process also produces spherical particles of AP, with removal of the water content of 0.41 to 0.44%w/w AP. The yield resulted in this process is also relatively large, namely 79.52%. While the drying efficiency of the process is relatively small at only amounted to 46.5%.

Keywords: *Ammonium perchlorate, Spray drying, Particle reduction*

## ABSTRAK

Proses reduksi AP bertujuan untuk menghasilkan partikel yang berukuran  $<177\mu\text{m}$ . Proses reduksi dilakukan dengan metode *spray drying*. Pada penelitian ini dihasilkan partikel AP yang tereduksi dari ukuran  $177\text{-}250\mu$  menjadi  $38\text{-}125\mu$ . Selain itu, proses *spray drying* juga menghasilkan partikel AP berbentuk bulat, dengan penghilangan kandungan air sebesar 0.41 - 0.44% berat AP. Rendemen yang dihasilkan pada proses ini juga relatif besar yaitu 79.52%. Sedangkan efisiensi pengeringan pada proses ini relatif kecil yaitu hanya sebesar 46.5%.

Kata kunci: *Ammonium perklorat, Spray drying, Reduksi partikel*

## 1 PENDAHULUAN

Berbagai penelitian tentang teknologi roket terus dilakukan dalam upaya penguasaan teknologi roket di Indonesia. Salah satunya yaitu sintesis AP yang merupakan bahan baku dalam proses pembuatan propelan komposit. AP merupakan oksidator anorganik yang paling banyak dipakai sebagai komponen dalam propelan roket (Dotson, 1993: 897-904), sehingga penguasaan teknologi sintesis AP menjadi bagian penting guna mewujudkan kemandirian roket nasional.

Penggunaan AP sebagai oksidator propelan komposit telah diteliti secara intensif oleh Bircumshaw dkk. (Schumacher, 1960: 33). Sebagai

oksidator, AP dianggap memiliki kelebihan dibandingkan dengan senyawa oksidator yang lain. Beberapa kelebihan yaitu bersifat stabil, mampu memberikan performa yang tinggi, dan relatif mudah dalam penanganan (Sarner, 1966: 294). Kandungan oksigen dalam senyawa ini juga cukup tinggi yaitu mencapai 54% berat (Andric, 2007: 1), serta tidak meninggalkan residu pada saat oksidasi terhadap bahan bakar (Price, 1967: 152-157). Hal ini menjadikan AP sebagai senyawa oksidator yang banyak digunakan dalam teknologi propelan komposit termasuk di Indonesia.

Kandungan AP dalam propelan komposit mencapai 70-75% berat

(Andric, 2007: 1), yang berarti AP merupakan solid konten terbesar dalam propelan komposit. Oleh karena itu, karakteristik AP memiliki peran yang besar terhadap kualitas 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*." Selain itu, bentuk kristal juga berpengaruh terhadap sifat balistik (Jain, et al. 2009: 294-299).

Hingga saat ini Lapan telah melakukan penelitian sintesis AP yang menghasilkan AP berbentuk semi bulat dengan ukuran 177-250  $\mu\text{m}$ . Dikarenakan kebutuhan akan berbagai ukuran partikel AP terutama dengan ukuran yang lebih kecil, maka perlu dilakukan penelitian lanjutan guna menghasilkan partikel AP yang lebih halus. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan kristal ammonium perklorat dengan ukuran yang lebih kecil dari 177  $\mu\text{m}$  menggunakan metode *spray drying*.

*Spray drying* merupakan suatu metode pengeringan yang banyak digunakan untuk menghasilkan partikel halus berupa serbuk atau kristal dengan cara mendispersikan larutan ke dalam udara panas dalam bentuk *droplet* (McCabe, 1999: 281). *Droplet* dapat meningkatkan luas permukaan kontak antara fluida dengan udara pengering, yang mengakibatkan meningkatnya laju pengeringan (Abate, 2012: 3). Pembentukan *droplet* pada proses *spray drying* dapat dilakukan dengan menggunakan tiga macam atomizer yaitu *nozzle* bertekanan tinggi; *nozzle* dengan dua fluida; dan piringan putar berkecepatan tinggi (Pery, 1997: 12-81).

Kualitas dan efisiensi proses *spray drying* tergantung pada beberapa

parameter diantaranya distribusi ukuran *droplet*, pola aliran udara di dalam kolom ruang udara, inlet temperatur, laju alir umpan, dan laju alir udara pengering (Nielsen, 2010: 1).

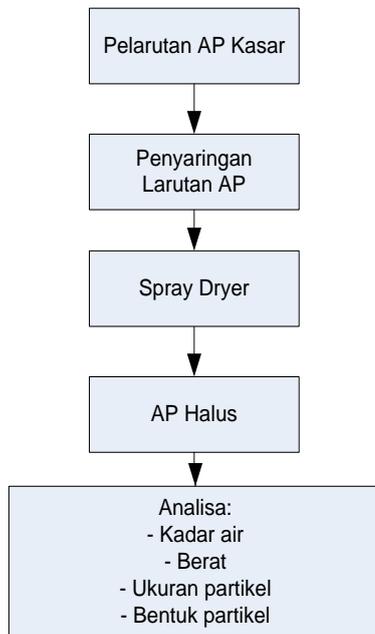
Dengan demikian, proses *spray drying* melibatkan tiga unit proses yang fundamental: atomisasi larutan; pencampuran *gas-droplet*; dan pengeringan *droplet* (Perry, 1997: 12-81). Atomisasi larutan merupakan proses pembentukan larutan menjadi tetesan kecil atau *droplet*, ukuran *droplet* bisa mencapai 2  $\mu\text{m}$ . *Droplet* kemudian kontak dengan udara panas pada unit proses pencampuran *gas-droplet*. Udara panas menguapkan kandungan air dalam *droplet* sehingga dihasilkan *droplet* kering yang berbentuk partikel halus.

## 2 METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium AP, yang berlokasi di Lapan Rumpin. Pada penelitian ini bahan utama yang digunakan adalah AP ( $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ ) hasil produksi Lapan pada tahun 2010 dan Aquadest yang digunakan sebagai pelarut. Sedangkan peralatan yang digunakan antara lain; *spray dryer* Buchi B-290 dengan kapasitas 500ml/jam yang beroperasi secara batch, timbangan, *moisture analyzer* untuk mengukur kadar air dalam partikel AP, *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat bentuk partikel AP, dan *screen mesh* yang digunakan sebagai alat untuk mengetahui distribusi ukuran partikel AP yang dihasilkan.

Alur proses reduksi ukuran partikel AP dengan metode *spray drying* dapat dilihat pada Gambar 2-1. Proses penelitian diawali dengan preparasi bahan baku, yaitu dengan melarutkan AP hasil produksi Lapan yang berukuran  $\pm 177-250 \mu\text{m}$  sebanyak 350gr, dimasukkan ke dalam 1600ml aquadest. Biasanya pada larutan AP

terdapat engotor yang harus dipisahkan secara mekanik melalui proses filtrasi. Proses filtrasi dilakukan dengan cara gravitasi yang merupakan metode pemisahan sederhana, menggunakan corong kaca dan kertas saring.



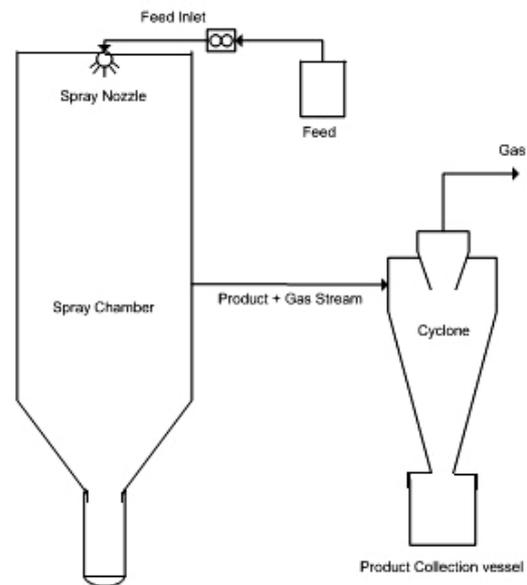
Gambar 2-1: Diagram alir proses reduksi ukuran partikel AP dengan metode *spray drying*

Larutan AP yang sudah disaring, kemudian diumpukan dalam alat *spray dryer*. Proses *spray drying* berlangsung secara *co-current* dan *open mode*. Proses *co-current* merupakan proses yang terjadi dengan cara mengalirkan udara panas searah dengan aliran *droplet*. Sedangkan sistem *open mode* merupakan sistem dengan penggunaan udara sekali lewat atau sekali pakai, yaitu udara panas yang telah mengeringkan *droplet* dibawa dan dibuang ke atmosfer.

Proses yang terjadi dalam alat *spray dryer* dapat dilihat pada Gambar 2-2. Larutan AP dengan laju alir 5ml/menit diumpukan ke dalam kolom ruang udara atau *spray chamber* dengan metode penyemprotan oleh *spray nozzle*. Larutan umpan disemprotkan melalui *spray nozzle* akan terdispersi membentuk *droplet*, *droplet* tersebut dikontakkan dengan udara pengering secara

langsung. Kontak antara *droplet* dan udara panas dengan suhu inlet 200 °C mengakibatkan terjadinya evaporasi, sehingga terbentuklah partikel AP kering yang terpisah dari pelarutnya. Partikel AP kering yang terdapat pada *spray* ruang udara bersama dengan udara panas dipompa oleh aspirator, sehingga mengalir ke *cyclone*. Pada *cyclone* terjadi pemisahan antara udara panas dengan produk. Udara panas akan mengalir ke luar *cyclone* sementara produk AP akan terkumpul di tangki produk.

Untuk memperoleh data yang akurat, penelitian ini dilakukan sebanyak dua kali pengulangan dengan kondisi proses yang sama.



Gambar 2-2: Proses *spray drying*

### 3 HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses reduksi ukuran partikel AP dengan metode *spray drying*, menghasilkan beberapa parameter proses yaitu ukuran partikel, bentuk partikel, kandungan air, rendemen, dan efisiensi pengeringan.

#### 3.1 Ukuran Partikel

Analisa distribusi ukuran kristal dilakukan dengan metode pengayakan menggunakan *screen mesh*. Distribusi ukuran kristal pada kedua proses penelitian dapat dilihat pada Tabel 3-1.

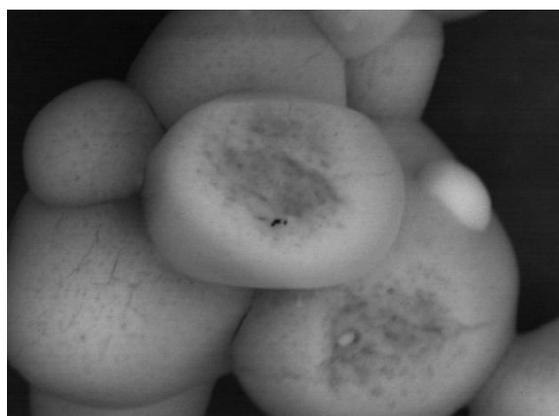
Tabel 3-1: DISTRIBUSI UKURAN KRISTAL

Ukuran ( $\mu\text{m}$ )	Proses 1		Proses 2	
	Berat (gr)	% Berat	Berat (gr)	% Berat
<38	197.031	73.1	239.93	91.2
38-74	55.306	20.5	22.30	8.5
74-125	17.127	6.4	0.74	0.3
TOTAL	269.463	100	262.97	100

Tabel 3-1 menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan 100% berukuran lebih kecil dari 177  $\mu\text{m}$ . Distribusi ukuran kristal baik pada proses 1, maupun proses 2, keduanya didominasi oleh kristal berukuran <38 $\mu\text{m}$  yaitu sebanyak 73.1% dan 91.2%. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa proses *spray drying* dapat diaplikasikan untuk proses reduksi ukuran partikel AP dari 177  $\mu\text{m}$  hingga lebih kecil dari 38  $\mu\text{m}$ .

### 3.2 Bentuk Partikel

Proses reduksi AP dengan metode *spray drying* menghasilkan partikel berbentuk bulat seperti terlihat pada Gambar 3-1. Hal ini sesuai dengan karakteristik dari proses *spray drying* selain waktu pengeringannya yang singkat, proses *spray drying* juga dapat menghasilkan produk yang berbentuk bulat (Wallas 1998: 269). Partikel bulat bisa berbentuk pejal maupun berongga tergantung pada material, kondisi umpan, dan kondisi pengeringan (Perry, 1997: 12-85).



Gambar 3-1: Bentuk Partikel AP Produk *Spray drying* (hasil analisa SEM dengan perbesaran 5000x)

### 3.3 Kandungan Air

*Spray dryer* digunakan untuk mengeringkan umpan yang mengandung padatan dan pelarut. Pengeringan berlangsung dengan cara penyemprotan umpan berbentuk *droplet* ke dalam kolom ruang udara. Di dalam kolom ruang udara, terjadi kontak antara *droplet* dengan aliran udara panas yang menyebabkan penguapan larutan. Produk kering yang dihasilkan berbentuk serbuk dengan residu kandungan air kemudian dikumpulkan dan dapat dikeluarkan dari *spray dryer* (Nielsen, 2010: 1).

Pada penelitian ini digunakan AP hasil produksi Lapan tahun 2010. AP hasil produksi Lapan yang masih berukuran 177-250  $\mu\text{m}$  dan belum terlapisi. Pada penelitian ini digunakan AP yang belum terlapisi dikarenakan AP buatan Lapan yang sudah terlapisi jumlahnya sangat sedikit dan masih dalam tahap penelitian. AP yang belum terlapisi bersifat sangat higroskopis. Oleh karena itu, walaupun pada saat proses sintesis AP telah dilakukan pengeringan, dalam kurun waktu penyimpanan, AP akan menyerap kandungan air dari udara sekitar.

Kandungan air pada AP yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 0.67% berat AP. Produk AP yang dihasilkan dari *spray dryer* memiliki kandungan air 0.23% berat AP (proses 1) dan 0.26% berat AP (proses 2). Dengan demikian, pada penelitian ini proses *spray drying* mampu menghilangkan kandungan air sebesar 0.41 - 0.44% berat AP.

### 3.4 Rendemen

Partikel AP yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 350gr dengan kandungan air 0.67% berat. Sementara produk yang dihasilkan yaitu sebesar 335gr AP dengan kandungan air 0.23% berat. Untuk menghitung rendemen yang dihasilkan, digunakan persamaan berikut:

$$Y = \frac{W_p - (W_p \times MC_p)}{W_f - (W_f \times MC_f)} \times 100\% \quad (3-1)$$

Dimana:

- Y : Rendemen (%)  
 W<sub>p</sub> : Berat produk (gr)  
 W<sub>f</sub> : Berat umpan (gr)  
 MC<sub>p</sub> : Kandungan air produk  
 MC<sub>f</sub> : Kandungan air umpan

Melalui persamaan 4-1 diperoleh rendemen sebesar 80.6% berat produk/umpan (proses 1) dan 78.44% berat produk/umpan (proses 2). Dengan demikian rata-rata rendemen yang dihasilkan sebesar 79.52%.

Pada penelitian ini, rendemen yang dihasilkan tidak dapat mencapai 100%, hal ini disebabkan adanya penempelan *droplet* pada dinding kolom ruang udara yang mengakibatkan terbentuknya lapisan ammonium perklorat pada dinding kolom dan sulit untuk dipanen. Selain itu, pada proses ini juga terbentuk partikel yang sangat halus sehingga terbawa oleh aliran udara panas dan tidak dapat dipisahkan dalam *cyclone*. Partikel yang sangat halus tersebut terjebak dalam saringan udara keluar dan tidak dapat dipanen.

### 3.5 Efisiensi Pengeringan

Kandungan air dapat dihilangkan lebih banyak lagi dengan cara meningkatkan efisiensi proses pengeringan. Efisiensi pengeringan seringkali didefinisikan sebagai berikut:

$$\eta = \frac{(T_{in} - T_{out})}{(T_{in} - T_{amb})} \quad (3-2)$$

Dimana:

- $\eta$  : Efisiensi pengeringan  
 T<sub>in</sub> : Suhu udara masuk  
 T<sub>out</sub> : Suhu udara keluar  
 T<sub>amb</sub> : Suhu ruangan

Melalui persamaan 3-2 diperoleh efisiensi pengeringan pada penelitian ini yaitu sebesar 46.5%.

## 4 KESIMPULAN

Proses *spray drying* merupakan metode pengeringan yang mampu mereduksi ukuran partikel AP dari ukuran partikel AP awal 177 $\mu$ m - 250  $\mu$ m menjadi lebih kecil dari 177 $\mu$ m. Bahkan berdasarkan hasil penelitian ini, produk hasil *spray drying* didominasi oleh partikel AP yang lolos *screen mesh* 400 atau berukuran lebih kecil dari 38 $\mu$ m. Ukuran pasti dari partikel ini belum diketahui dikarenakan sulitnya mencari alat analisa ukuran partikel yang tepat untuk ammonium perklorat. Selain dapat mereduksi ukuran partikel, proses *spray drying* juga memberikan keuntungan yang lebih, yaitu mampu menghasilkan partikel AP berbentuk bulat, menghasilkan produk yang kering dengan pengurangan kandungan air sebesar 0.41 - 0.44% berat AP, dan rendemen yang dihasilkan relatif besar yaitu 79.52%. Sedangkan efisiensi pengeringan pada proses ini relatif kecil yaitu hanya sebesar 46.5%.

Hasil penelitian dapat diaplikasikan pada proses pembuatan AP, dan mendukung upaya peningkatan kualitas oksidator propelan mandiri. Sehingga kedepannya Indonesia tidak lagi bergantung kepada negara asing dalam memenuhi kebutuhan AP.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Bapak Bayu Priyanto, M.Si, Ibu Ratna Rizki Puspitasari, S.Si., Ibu Prawita Dhewi, A.Md., dan seluruh personil dalam kelompok penelitian AP-

Lapan yang telah membantu dalam kegiatan penelitian ini.

#### DAFTAR RUJUKAN

- Abate, Adam R., 2012. *Spray drying Technique*, United States: US Patent (No. US. 2012/0167410).
- Andric A. M. Zivko, 2007. *Crystallization of Ammonium-Perchlorate from Solution of Electrolytically Produced Sodium-Perchlorate in a Pilot-Scale Plant*, Copenhagen: European Congress of Chemical Engineering, 16-20 September 2007.
- Dotson R., L., 1993. *A Novel of Electrochemical Process for the Production Ammonium Perchlorate*, Journal of Applied Electrochemistry Vol. 23.
- Jain, Sunil, Nandagopal, 2009. *Size and Shape of Ammonium Perchlorate and their Influence on Properties of Composite Propellant Defence*, Defence Science Journal.
- McCabe, W.L., Smith, Inc., 1976. *Unit Operation of Chemical Engineering*, 3<sup>rd</sup> edition, Tokyo: Mc Graw-Hill Book Company, Kogakusha, Ltd.
- Nielsen, Peter S., 2010. *Method of Controlling Spray dryer Apparatus By Regulating an Inlet Air Flow Rate, and a Spray dryer Apparatus*, United States: US Patent (No. US 2010/0005683 A1).
- Perry, Robert H., Green Don W., 1997. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, 7<sup>th</sup> edition, Amerika Serikat: Mc. Graw-Hill Book Company.
- Price D., Clairmont A.R, Jaffe I., 1967. *Explosive Behavior of Ammonium Perchlorate*, Combution and Flame Vol. 11.
- 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.
- Walas, Stanley M., 1988. *Chemical Process Equipment Selection and Design*, Stoneham USA: Butterworth Publisher.