

Pembuatan Nitroselulosa dari Kapas (*Gossypium sp.*) dan Jerami (*Oryza sativa*) Melalui Reaksi Nitrasi

Adly Rahmada, Putri Pramodya, Rr. Pantjawarni Prihatini, Mahfud
 Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
 JalanArief Rahman Hakim, Surabaya 60111
 E-mail: mahfud@chem-eng.its.ac.id

Abstrak—Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh bahan baku selulosa pada proses pembuatan nitroselulosa dari bahan selulosa kapas dan jerami dengan reaksi nitrasi, mempelajari pengaruh waktu dan suhu reaksi terhadap kualitas nitroselulosa yang dihasilkan, dan membandingkan kualitas nitroselulosa yang dihasilkan dari selulosa kapas dan jerami. Prosedur penelitian ini adalah menimbang dan memasak bahan baku dengan menggunakan larutan pemasak NaOH. Langkah selanjutnya adalah mereaksikan HNO₃ dengan H₂SO₄ dan mengkondisikan reaktor sesuai dengan variabel suhu. Langkah berikutnya adalah mereaksikan bahan bakukapas atau jerami sesuai dengan variabel waktu. Langkah terakhir adalah mencucinya dengan aquadest dan larutan NaHCO₃. Kemudian dilakukan pengukuran uji kelarutan untuk memperoleh persen yield dan uji FTIR. Kesimpulan yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah bahan baku selulosa jerami menghasilkan persen yield nitroselulosa produk lebih besar daripada kapas. Persen yield nitroselulosa jerami mencapai 86% sedangkan untuk kapas 68%. Pengaruh waktu reaksi nitrasi terhadap produk nitroselulosa didapatkan semakin bertambah waktu reaksi maka menghasilkan yield dan kandungan gugus nitro semakin besar. Sedangkan untuk pengaruh suhu reaksi didapatkan semakin rendah suhu reaksi maka persen yield dan gugus nitro yang diperoleh semakin besar. Perbedaan kualitas nitroselulosa dari bahan baku kapas dan jerami ditunjukkan dengan substitusi gugus nitro dari produk nitroselulosa, maka dapat diketahui bahwa nitroselulosa dari kedua bahan baku memiliki kualitas yang hampir sama dengan dua substitusi gugus nitro.

Kata Kunci—jerami, kapas, nitroselulosa, reaksi nitrasi, selulosa

I. PENDAHULUAN

KETERBATASAN pengolahan sumber daya alam merupakan kekurangan bangsa Indonesia. Berdasarkan ketersediaan sumber daya alam yang melimpah, sepatutnya Indonesia dapat disejajarkan dengan negara maju lainnya. Salah satu sumber daya alam yang dapat dieksplorasi adalah kekayaan akan bahan baku selulosa. Selulosa adalah komponen dasar pada dinding sel dan serat tumbuhan. Selulosa terdapat pada semua tanaman tingkat tinggi hingga organisme tumbuhan primitif. Sumber selulosa dapat ditemukan dalam berbagai macam tanaman yang ada di Indonesia, diantaranya adalah tanaman kapas dan jerami.

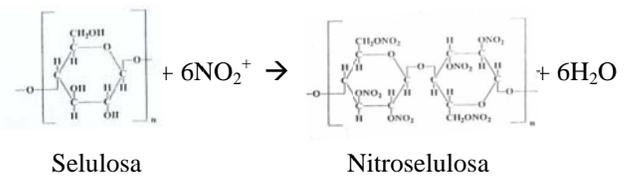
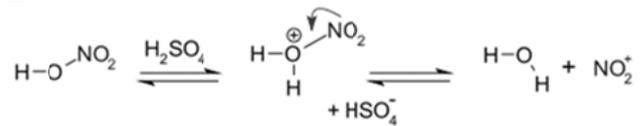
Nitroselulosa dibuat dengan nitrasi terhadap selulosa menggunakan campuran asam nitrat dan asam sulfat dengan air. Nitroselulosa dibuat dengan reaksi nitrasi selulosa yaitu

proses substitusi (penggantian) gugus -OH dengan gugus -ONO₂.

Campuran nitrasi terdiri dari asam nitrat dan asam sulfat yang umum digunakan pada skala komersial. Bahan awal selulosa kapas yang dirobek-robek sebelum perlakuan dengan asam-asam campuran dalam bejana nitrasi. Pada proses ini tidak akan merusak selulosa apabila dibandingkan dengan penjelasan sebelumnya. Jika selulosa direaksikan dengan asam sulfat sendiri atau asam nitrat sendiri maka akan mengubah struktur kimia dari selulosa itu sendiri sehingga tidak akan terbentuk nitroselulosa. Hal ini dikarenakan pada proses nitrasi, sudah terjadi reaksi antara larutan asam sulfat dan larutan asam nitrat yang menghasilkan ion nitronium (NO₂⁺) yang akan mensubstitusi gugus -OH pada selulosa.

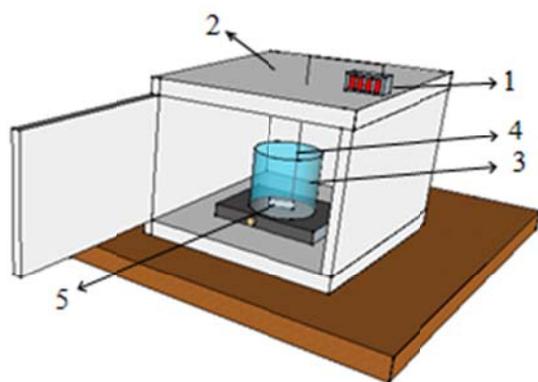
Proses ini dikendalikan oleh rasio di antara asam, rasio asam-selulosa, suhu reaksi, dan waktu perlakuan. Hal-hal tersebut akan menentukan kualitas yang berbeda dari nitroselulosa yang dihasilkan. Jika terjadi penggantian satu gugus, dua gugus, tiga gugus, maka kadar Nitrogen dalam nitroselulosa adalah berturut-turut 7,3% ; 12,73% ; 16,86%. Kadar N akan menentukan sifat fisik dan kimia nitroselulosa. (Nuraini, 2011)

Reaksi nitrasi selulosa menjadi nitroselulosa adalah sebagai berikut :



Pemisahan nitroselulosa dari sisa asam penitrasi dapat dilakukan dengan pencucian. Pencucian dengan air bertujuan untuk menghilangkan asam yang menempel sebagai stabilisasi awal. Untuk stabilisasi lanjutan dapat menggunakan larutan Na₂CO₃. Natrium Bikarbonat akan bereaksi dengan sisa asam menghasilkan gas CO₂.

Pembuatan nitroselulosa umumnya menghasilkan dua jenis, yaitu nitroselulosa komersial dan nitroselulosa eksplosif (*guncotton*). Perbedaan ini terletak pada kadar nitrogennya.



Gambar 1. Skema Alat

Keterangan alat utama:

- 1) Indikator suhu
- 2) Sistem pendingin berupa lemari es/ lemari pendingin
- 3) Reaktor berupa *beaker glass* 1000 ml
- 4) *Termocouple*
- 5) *Magnetic Stirrer*

Nitroselulosa dengan kadar N < 13,1% diklasifikasikan sebagai nitroselulosa komersial, sedang untuk kadar N > 13,1% diklasifikasikan sebagai nitroselulosa eksplosif. (Hartaya, 2010).

II. URAIAN PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahapan, yaitu tahap *pre-treatment* bahan baku, tahap penelitian pembuatan nitroselulosa dan tahap analisis produk nitroselulosa yang meliputi perhitungan besarnya % *yield* nitroselulosa produk dan uji FTIR untuk mengetahui gugus nitro yang telah terbentuk.

A. Bahan Yang Digunakan

1. Kapas : Digunakan kapas komersial yang dibeli di supermarket. Kapas disobek terlebih dahulu untuk mempermudah reaksi dan mencegah penggumpalan.
2. Jerami : Didapatkan dari sawah di daerah Mojokerto. Jerami dicacah kecil dengan ukuran ± 2 mm.
3. Larutan HNO_3 (65%) : Digunakan sebagai reaktan untuk nitrasi.
4. Larutan H_2SO_4 (98%) : Digunakan sebagai reaktan untuk nitrasi.
5. Larutan NaOH (17,5%) : Digunakan sebagai larutan pemasak bahan selulosa kapas dan jerami untuk menghilangkan lignin dan zat pengotor lainnya.
6. Larutan NaHCO_3 : Digunakan untuk mencuci nitroselulosa dengan tujuan menghilangkan sisa asam hasil reaksi nitrasi.

B. Deskripsi Peralatan

Skema Alat Penelitian dapat dilihat pada Gambar 1.

C. Prosedur

1) Prosedur *Pre-treatment* Bahan Baku Selulosa

Pada tahapan *pre-treatment* bahan baku merupakan proses delignifikasi dengan tujuan untuk menghilangkan lignin dan kandungan pengotor lain. Langkah pertama adalah mencacah

dan menimbang kapas dan jerami sesuai dengan variabel berat yang ditentukan yaitu sebesar 5 gram. Selanjutnya menyiapkan larutan NaOH 17,5 dan memanaskan sampai suhu 80°C dengan menggunakan heater. Langkah berikutnya memasukkan jerami dan kapas ke dalam larutan NaOH dan memasaknya selama 15 menit. Kemudian mencuci jerami dan kapas hingga bersih dan mengeringkannya.

2) Prosedur Pembuatan Nitroselulosa

Pada tahap pembuatan nitroselulosa, langkah pertama yang dilakukan adalah mereaksikan 50 ml HNO_3 65% dengan 60 ml H_2SO_4 98% di dalam reaktor dengan menggunakan berbagai variabel suhu yaitu pada suhu 5°C , 10°C , 15°C , 20°C dan 25°C yang dikontrol dengan menggunakan termocouple di dalam lemari pendingin. Ketika suhu reaksi yang diinginkan sudah tercapai, langkah berikutnya memasukkan variabel kapas dan jerami ke dalam reaktor dengan variabel waktu 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Langkah selanjutnya adalah mencuci kapas dan jerami dengan menggunakan aquadest dan dilanjutkan dicuci dengan NaHCO_3 untuk stabilisasi dan menyamakan distribusi gugus nitro (NO_2) dalam nitroselulosa yang sudah terbentuk. Setelah dilakukan pencucian dengan NaHCO_3 selanjutnya nitroselulosa yang terbentuk dicuci kembali dengan menggunakan aquadest hingga bersih dan dikeringkan dengan kondisi suhu kamar selama ± 36 jam.

D. Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

Variabel percobaan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- Bahan baku kapas dan jerami
- Suhu reaksi 5°C , 10°C , 15°C , 20°C dan 25°C
- Waktu reaksi 10, 20, 30, 40, 50, 60 menit.

E. Analisa Yield Produk

Analisa *yield* produk dilakukan dengan melarutkan hasil produk nitroselulosa dengan etil asetat sehingga diperoleh massa produk nitroselulosa murni. Prosentase *yield* produk diperoleh dari perbandingan massa produk nitroselulosa murni dengan massa awal.

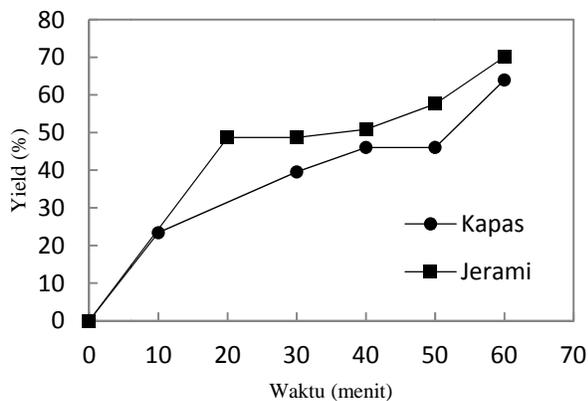
F. Uji FTIR

Uji FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus nitro yang telah terbentuk. Langkah analisa yang dilakukan yaitu sampel di-*scan* dengan menggunakan alat FTIR, sampel disinari dengan infra merah dan gelombang yang diteruskan oleh sampel akan ditangkap oleh detektor yang dihubungkan ke komputer. Komputer akan memberikan gambaran spektrum sampel yang diuji, struktur kimia dan bentuk ikatan molekul serta gugus fungsional nitro akan dapat diketahui.

III. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Yield Nitroselulosa

Berikut ini adalah grafik hubungan antara waktu reaksi terhadap *yield* nitroselulosa yang dihasilkan berdasarkan Gambar 1 terlihat bahwa pada variabel kapas terlihat bahwa semakin lama reaksi nitrasi berlangsung, *yield* produk nitroselulosa yang dihasilkan semakin besar. Persen *yield* terus meningkat hingga variabel waktu 60 menit, hal ini menunjukkan kemungkinan masih terjadi reaksi nitrasi setelah waktu 60 menit.



Gambar 1. Hasil Perhitungan Yield Nitroselulosa terhadap Waktu (Suhu 15°C)

Kecenderungan yang sama juga terlihat pada variabel jerami, yield produk nitroselulosa bahan baku jerami terus meningkat hingga waktu 60 menit. Nilai persen yield nitroselulosa jerami lebih besar daripada kapas, hal ini dapat disebabkan karena selama proses reaksi nitrasi, bahan baku kapas cenderung menggumpal sehingga pengadukan kurang maksimal.

Selulosa merupakan rantai polimer yang panjang, sehingga semakin lama waktu reaksi nitrasi akan semakin banyak gugus hidroksil (-OH) yang tersubstitusi oleh ion nitronium (-NO₂⁺). Semakin banyaknya gugus hidroksil yang tersubstitusi, maka nilai yield nitroselulosa akan semakin besar (Bayu, 2012).

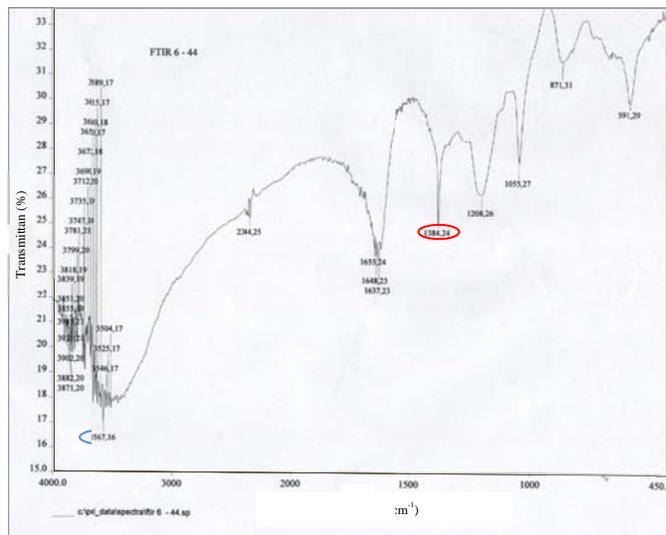
B. Pengaruh Waktu terhadap Kandungan Gugus Nitro

Keberhasilan penelitian mengenai pembuatan nitroselulosa melalui reaksi nitrasi dapat ditunjukkan dengan banyaknya reaksi substitusi gugus hidroksil (-OH) dengan ion nitronium (-NO₂⁺). Salah satu cara untuk mengetahui kandungan gugus hidroksil dan keberadaan ion nitronium adalah dengan uji *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Pada grafik hasil uji FTIR, sebagai absis adalah bilangan panjang gelombang dalam cm⁻¹ dan sebagai ordinatnya adalah transmittan dalam persen (%). Gugus hidroksil memiliki panjang gelombang antara 3600-3200 cm⁻¹, sedangkan keberadaan gugus nitro dapat terlihat pada panjang gelombang 1390-1260 cm⁻¹ (Nuraini, 2010).

Kandungan gugus nitro dapat diestimasi dari jumlah substitusi gugus hidroksil (-OH) menjadi gugus nitro (-NO₂) sehingga Jika terjadi pergantian satu gugus, dua gugus, tiga gugus, maka kandungan gugus nitro berturut-turut ± 7.3%, ± 12.73% dan ± 16.86%. (Hartaya, 2010)

Besar kandungan gugus nitro ditunjukkan dengan tingkat kecuraman puncak dari grafik hasil uji FTIR dalam persen transmittan. Persen transmittan menunjukkan prosentase fraksi daya cahaya yang diteruskan terhadap fraksi daya cahaya yang masuk. Jadi semakin rendah prosentase transmittan, maka kandungan gugus nitro semakin besar (Bayu, 2012).

Berikut ini merupakan contoh hasil analisa uji FTIR untuk variabel kapas, suhu reaksi 5°C dan variabel waktu reaksi 10 dan 60 menit.



Gambar 2. Hasil Uji FTIR Kapas (Suhu 5°C, Waktu 10 menit)

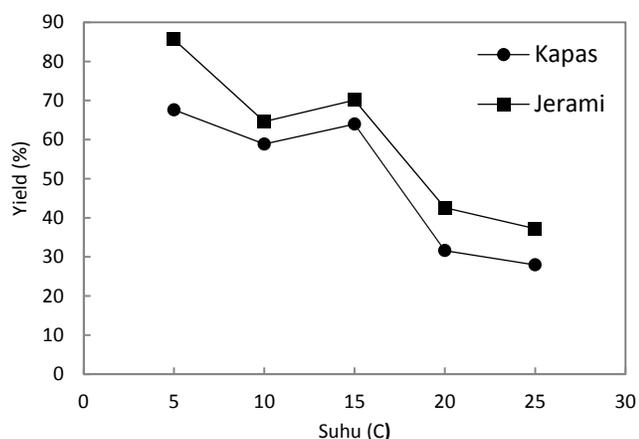
Tabel 1. Hasil Analisa FTIR Variabel Waktu (Suhu 5°C)

Bahan Baku	Waktu (menit)	Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	Banyak Substitusi NO ₂	Transmittan (%)
Kapas	10	1384.24	1	24.8
	60	1384.43 dan 1276.48	2	43.2 dan 48.5
Jerami	10	1384.20 dan 1277.26	2	20 dan 26.4
	60	1384.18 dan 1281.21	2	18.1 dan 19.5

Kandungan gugus nitro (-NO₂) pada Gambar 2 dapat dilihat pada puncak gelombang dengan tanda lingkaran. Hasil analisa FTIR diatas ditampilkan dalam Tabel 1. Berdasarkan data Tabel 1, variabel bahan baku kapas menunjukkan jumlah substitusi NO₂ semakin sedikit besar dengan bertambahnya variabel waktu reaksi yang mengindikasikan bahwa kandungan gugus pertama NO₂ bertambah besar. Kecenderungan yang sama didapatkan pada variabel jerami dimana terjadi dua substitusi gugus nitro dengan kandungan yang meningkat dengan bertambahnya waktu reaksi. Kedua hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi, maka kualitas nitroselulosa meningkat, tetapi masih belum didapatkan nitroselulosa dengan tiga substitusi gugus nitro. Gugus hidroksil (-OH) yang ketiga memang sulit untuk disubstitusi karena hibridisasi atom C dalam bangun ruang nitroselulosa adalah sp³ dimana efek sterik akan mengganggu penyerangan gugus nitro terhadap gugus hidroksil sehingga perlu energi cukup besar untuk reaksi substitusi gugus ketiga (Nuraini, 2010). Untuk mendapatkan tiga substitusi gugus nitro perlu dilakukan *multi-step* reaksi nitrasi dengan penambahan reaktan murni pada tiap langkahnya. (Alam, 2012)

C. Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Yield Nitroselulosa

Berikut ini merupakan hasil analisa nitroselulosa kapas dan jerami dengan waktu reaksi 60 menit dan variabel suhu 10°C sampai dengan 25°C.



Gambar 3. Hasil Perhitungan Yield Nitroselulosa Terhadap Suhu (waktu 60 menit)

Tabel 2. Hasil Analisa FTIR Variabel Suhu (waktu 60menit)

Bahan Baku	Suhu (°C)	Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	Banyak Substitusi NO ₂	Transmittan (%)
Kapas	5	1384.43 dan 1276.48	2	16.7 dan 20
	25	1383.16 dan 1276.19	2	43.2 dan 48.5
Jerami	5	1384.18 dan 1281.21	2	18.1 dan 19.5
	25	1384.26 dan 1276.26	2	26 dan 26.2

Berdasarkan Gambar 4, nilai *yield* nitroselulosa kapas dan jerami turun seiring dengan bertambahnya suhu. Hal ini sesuai dengan hukum kesetimbangan reaksi dimana reaksi eksoterm akan menghasilkan produk yang optimal maka dikondisikan pada suhu rendah.

Nilai prosentase *yield* jerami pada Gambar 4 lebih besar daripada kapas. Hal ini dikarenakan saat reaksi nitrasasi berlangsung, potongan jerami tersebar merata dan teraduk sempurna sedangkan kapas cenderung menggumpal.

D. Pengaruh Suhu terhadap Kandungan Gugus Nitro

Berikut ini merupakan hasil analisa uji FTIR untuk variabel kapas dan jerami dengan waktu reaksi 60 menit dan suhu 5°C dan 25°C. Berdasarkan hasil analisa di atas, pada suhu 5°C, nitroselulosa dengan bahan baku kapas dan jerami memiliki kualitas lebih baik jika dibandingkan dengan variabel suhu reaksi 25°C. Selulosa dapat mengalami degradasi apabila direaksikan pada suhu cukup tinggi dan berada dalam larutan asam yang cukup lama. (Fengel dan Wrangler, 1995)

Hasil uji analisa FTIR menunjukkan bahwa masih terdapatnya gugus hidroksil (-OH) pada panjang gelombang 3600-3200 cm⁻¹. Hal ini sesuai dengan hasil analisa yang menunjukkan sebagian besar hanya menghasilkan dua gugus nitro, sedangkan kualitas nitroselulosa yang baik mengandung tiga gugus nitro. (Nuraini, 2010)

E. Perbandingan Bahan Baku Kapas dan Jerami

Tujuan akhir dari penelitian ini adalah untuk membuat nitroselulosa dari bahan baku kapas dan jerami dan

Tabel 3. Perbandingan Nitroselulosa Kapas dan Jerami

No.	Kriteria Pembeding	Nitroselulosa Kapas	Nitroselulosa Jerami
1.	Tampilan Fisik	Berwarna putih	Berwarna kekuningan
2.	Persen Yield	5- 68%	7-86%
3.	Gugus Nitro	2 Substitusi	2 Substitusi
4.	Waktu reaksi dengan yield terbanyak	60 menit	60 menit
5.	Suhu reaksi dengan yield terbanyak	5°C	5°C

membandingkan kualitas hasil nitroselulosa dari kedua bahan baku tersebut baik dari segi yield maupun kandungan gugus nitro. Kandungan selulosa pada kapas jauh lebih besar daripada jerami seperti yang telah disebutkan di atas. Dari segi harga bahan baku, harga kapas terlampau mahal sedangkan jerami relatif murah karena jerami yang dipakai adalah batang jerami yang sudah dipanen. Pokok permasalahan bahan baku adalah kandungan lignin dan hemiselulosa yang banyak pada jerami. Lignin dan hemiselulosa menghambat reaksi nitrasasi karena lebih mudah didegradasi oleh ion nitronium daripada reaksi substitusi gugus hidroksil sehingga hasil nitroselulosa kurang optimal.

Proses penghilangan kandungan lignin dan hemiselulosa dilakukan dengan memasak bahan baku jerami dengan larutan NaOH 17.5% selama 15 menit dengan suhu pemasakan ± 80°C. Proses pemasakan ini akan melarutkan kandungan lignin dan hemiselulosa sehingga didapatkan kapas dan jerami yang memiliki kandungan selulosa tinggi. Pemasakan bahan baku mengakibatkan berkurangnya massa dari bahan baku terutama jerami. Berdasarkan hasil penelitian di atas dimana yield dan keberadaan gugus nitro, kualitas nitroselulosa antara kapas dan jerami tidak jauh berbeda dan dapat menghasilkan yield yang tinggi.

Bentuk tampilan fisik nitroselulosa kapas berwarna putih dan sedikit menggumpal, sedangkan nitroselulosa jerami berwarna kekuningan. Warna kuning dari nitroselulosa jerami diakibatkan karena masih adanya kandungan lignin yang belum termasak secara sempurna pada proses pemasakan bahan baku awal.

Berikut ini merupakan tabel perbandingan hasil nitroselulosa dari bahan baku kapas dan jerami (Lihat Gambar 3). Berdasarkan data perbandingan kualitas nitroselulosa di atas yang didasarkan pada banyaknya substitusi gugus nitro, kualitas nitroselulosa jerami tidak jauh berbeda dengan nitroselulosa kapas. Sedangkan untuk nilai persen yield, nitroselulosa jerami memiliki nilai yield lebih tinggi. Yield produk nitroselulosa kapas lebih tinggi daripada jerami, hal ini disebabkan karena bahan baku jerami banyak mengandung pengotor seperti lignin dan hemiselulosa dengan kandungan selulosa 38% sedangkan kapas mencapai 96%. Proses pengembangan selanjutnya adalah membuat nitroselulosa dalam bentuk gel sehingga dapat dipakai untuk bahan bakar alternatif. Nitroselulosa dari jerami lebih berpotensi untuk dikembangkan karena memiliki kualitas hampir sama dengan nitroselulosa kapas dengan harga murah dan ketersediaan bahan baku yang melimpah di Indonesia.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan data penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Proses pembuatan nitroselulosa dari bahan baku kapas dan jerami menghasilkan nitroselulosa dengan prosentase *yield* bahan baku selulosa jerami lebih besar dibandingkan dengan selulosa kapas. Persen *yield* nitroselulosa jerami mencapai 86% sedangkan untuk bahan baku kapas 68% pada kondisi suhu 5°C dengan waktu reaksi 60 menit.
2. Pengaruh waktu reaksi nitrasi terhadap produk nitroselulosa didapatkan semakin bertambah waktu reaksi maka menghasilkan *yield* dan kandungan gugus nitro semakin besar. Sedangkan untuk pengaruh suhu reaksi didapatkan semakin rendah suhu reaksi maka persen *yield* dan kandungan gugus nitro yang diperoleh semakin besar.
3. Perbedaan kualitas nitroselulosa dari bahan baku kapas dan jerami ditunjukkan dengan substitusi gugus nitro dari produk nitroselulosa, maka dapat diketahui bahwa nitroselulosa dari kedua bahan baku memiliki kualitas yang hampir sama dengan dua substitusi gugus nitro.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Alam, F.A., Ibrahim, M., Rahman, M., Hossain, M., Farouqul, F., Sayed, A.(2012), Synthesis and Characterization of Cellulose Nitrate from Environmental Pollutant Textile Wastes, Canadian Journal on Scientific and Industrial Research, 3(3),92-97.
- [2]. Bayu, Iman, F.(2012), Pembuatan Nitroselulosa dari Kapas dan Kapuk melalui reaksi nitrasi, Jurusan Teknik Kimia ITS, 23-25.
- [3]. Fengel, D.,Wenger, G.(1995),Kayu, Kimia Ultra Struktur Reaksi–reaksi, Gajah Mada University Pers.
- [4]. Hartaya, Kendra.(2010), Analisis Kurva FTIR untuk Nitroselulosa, Nitrogliserin dan Propelan Double Base Sebagai dasar Penentuan Kadar Nitrogen dalam Nitroselulosa buatan LAPAN, Pusat Teknologi Dirgantara Terapan LAPAN, 1-7.
- [5]. Nuraini, Padil, Yelmida.(2010), Proses Pembuatan Nitroselulosa dari Limbah Pelepah Sawit Dengan Variasi Waktu dan Temperatur Nitrasi, Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau,1-10.
- [6]. Satibi, Loekman. (2002),Nitroselulosa dari Kulit Batang Pisang, Peneliti Bidang Propulsi LAPAN,103-106.