

**PENGARUH PERBANDINGAN BERAT ASAM SULFAT (H_2SO_4)
DAN ASAM NITRAT (HNO_3) TERHADAP PERSENTASE MOL
NITROGEN DALAM NITROSELULOSA**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:

RENDY DELICIA TANOKO

0710920004-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

MALANG

2011

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH PERBANDINGAN BERAT ASAM SULFAT (H_2SO_4)
DAN ASAM NITRAT (HNO_3) TERHADAP PERSENTASE MOL
NITROGEN DALAM NITROSELULOSA**

oleh:

RENDY DELICIA TANOKO
0710920004-92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Moh. Farid Rahman, S.Si., M.Si
NIP. 19700720 19702 1 001

Drs. Suratmo, M.Sc
NIP. 19630706 199002 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rendy Delicia Tanoko

NIM : 0710920004-92

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

PENGARUH PERBANDINGAN BERAT ASAM SULFAT (H_2SO_4) DAN ASAM NITRAT (HNO_3) TERHADAP PERSENTASE MOL NITROGEN DALAM NITROSELULOSA

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2011
Yang menyatakan,

Rendy Delicia Tanoko
NIM. 0710920004-92

PENGARUH PERBANDINGAN BERAT ASAM SULFAT (H_2SO_4) DAN ASAM NITRAT (HNO_3) TERHADAP PERSENTASE MOL NITROGEN DALAM NITROSELULOSA

ABSTRAK

Nitroselulosa merupakan suatu senyawa yang bersifat eksplosif. Sifat eksplosif tersebut menjadikan nitroselulosa sebagai salah satu jenis bahan peledak lemah yang disebut propelan. Nitroselulosa dengan persentase berat nitrogen sebesar 12,65-13,50% merupakan komponen utama pada propelan jenis *single-base*. Nitroselulosa dibuat melalui reaksi nitrasi kapas menggunakan campuran penitrasi yang berupa larutan asam nitrat (HNO_3) 65% (b/b) dan larutan asam sulfat (H_2SO_4) 95-97% (b/b). Tujuan penelitian ini ialah untuk mengetahui pengaruh perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 dan penggunaan gelombang ultrasonik pada reaksi nitrasi kapas terhadap persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa. Reaksi nitrasi kapas dilaksanakan dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 1 : 1; 1,5 : 1; 2 : 1; 2,5 : 1; 3 : 1; dan 3,5 : 1 serta lama waktu reaksi nitrasi adalah 60 menit. Karakterisasi nitroselulosa dilakukan melalui interpretasi gugus-gugus fungsional yang teramati pada spektrum FTIR nitroselulosa dan membandingkannya dengan spektrum FTIR kapas. Penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa dilakukan menggunakan metode perbandingan absorbansi tanpa memerlukan kalibrasi eksternal. Hasil penelitian menunjukkan bahwa persentase mol nitrogen tertinggi yang dicapai pada sintesis nitroselulosa tanpa menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebesar 49,40% dengan derajat substitusi sebesar 1,48; sedangkan pada sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebesar 48,21% dengan derajat substitusi sebesar 1,45. Persentase mol nitrogen tertinggi dalam nitroselulosa dicapai pada perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 ialah 2 : 1.

THE INFLUENCE OF WEIGHT RATIO OF SULPHURIC ACID (H_2SO_4) AND NITRIC ACID (HNO_3) TO NITROGEN MOLE PERCENTAGES IN NITROCELLULOSE

ABSTRACT

Nitrocellulose is an explosive compound. That property makes nitrocellulose as a kind of low explosive which called as propellant. Nitrocellulose with weight percentages of nitrogen 12.65-13.50% is the major component in single-base propellant. Nitrocellulose is made by nitration reaction to cotton using nitrating mixture consist of nitric acid (HNO_3) 65% (w/w) solution and sulphuric acid (H_2SO_4) 95-97% (w/w) solution. The purposes of this research are to know the influences of weight ratio of sulphuric acid to nitric acid and using ultrasonic wave irradiation in nitration reaction to cotton to nitrogen mole percentages in nitrocellulose. Nitration reactions to cotton was held with weight ratio of sulphuric acid to nitric acid are 1 : 1; 1.5 : 1; 2 : 1; 2.5 : 1; 3 : 1; 3.5 : 1 and the duration of nitration reaction is 60 minutes. Characterization of nitrocellulose was done by interpreting functional groups in the nitrocellulose FTIR spectrum and then compare it with cotton FTIR spectrum. The determination of nitrogen mole percentages in nitrocellulose was done using absorbance ratio method without using external calibration. The results of research showed that the highest nitrogen mole percentages achieved in synthesis nitrocellulose without using ultrasonic wave irradiation is 49.40% with degree of substitution is 1.48; whereas in synthesis nitrocellulose using ultrasonic wave irradiation is 48.21% with degree of substitution is 1.45. The highest nitrogen mole percentages in nitrocellulose is achieved when weight ratio of sulphuric acid to nitric acid was 2 : 1.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Kuasa atas limpahan karunia yang telah dianugerahkan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Perbandingan Berat Asam Sulfat (H_2SO_4) dan Asam Nitrat (HNO_3) terhadap Persentase Mol Nitrogen dalam Nitroselulosa”** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan banyak pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh sebab itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Moh. Farid Rahman, S.Si.,M.Si, selaku Dosen Pembimbing I dan Drs. Suratmo, M.Sc, selaku Dosen Pembimbing II yang telah memberikan arahan, bimbingan, dan dukungan dalam penyelesaian skripsi ini.
2. Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc, selaku Dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan nasehat dan semangat kepada penulis selama menempuh studi.
3. Dosen Penguji yang telah memberikan kritik dan saran untuk perbaikan skripsi ini.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS, selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya beserta segenap staf pengajar dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang telah diberikan.
5. Kedua orang tua yang selalu memberikan dukungan dan semangat kepada penulis selama menempuh studi.
6. Teman-teman yang telah memberikan bantuan kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.

Akhir kata, penulis berharap bahwa skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Juli 2011

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK/ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sintesis Nitroselulosa	5
2.2 Selulosa	8
2.3 Sifat Nitroselulosa	10
2.4 Gelombang Ultrasonik	11
2.4.1 Peristiwa kavitasi	12
2.4.2 Energi dan intensitas gelombang ultrasonik	13
2.4.3 Aplikasi gelombang ultrasonik dalam bidang kimia (sonokimia)	15
2.5 Energi Disosiasi	16
2.6 Spektroskopi Inframerah	17
2.7 Analisis Kuantitatif dengan Metode Spektrofotometri Inframerah tanpa Memerlukan Kalibrasi Eksternal	18
2.8 Hipotesis	19
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	20
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	20
3.2.1 Bahan penelitian	20

3.2.2	Alat penelitian	20
3.3	Tahapan Penelitian	20
3.4	Cara Kerja Penelitian	21
3.4.1	Sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H ₂ SO ₄ terhadap HNO ₃ tanpa menggunakan gelombang ultrasonik	21
3.4.2	Sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H ₂ SO ₄ terhadap HNO ₃ menggunakan gelombang ultrasonik	21
3.4.3	Karakterisasi dan penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa	22
3.4.4	Uji fisik nitroselulosa	23
3.5	Analisis Data	23
3.5.1	Penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa	23
3.5.2	Penentuan derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa	25
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Pengaruh Perbandingan Berat H ₂ SO ₄ dan HNO ₃ terhadap Persentase Mol Nitrogen dalam Nitroselulosa	26
4.2	Pengaruh Penggunaan Gelombang Ultrasonik pada Reaksi Nitrasasi Kapas terhadap Persentase Mol Nitrogen dalam Nitroselulosa	34
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	38
5.2	Saran	38
 DAFTAR PUSTAKA		39
LAMPIRAN		43

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Nitroselulosa	5
Gambar 2.2 Mekanisme reaksi nitrasi selulosa menjadi nitroselulosa	6
Gambar 2.3 Perubahan persentase berat nitrogen sebagai fungsi kandungan air	8
Gambar 2.4 Struktur kimia selulosa	9
Gambar 2.5 Kapas	9
Gambar 2.6 Spektrum FTIR selulosa dari kapas	10
Gambar 2.7 Spektrum analisis FTIR nitroselulosa (12,83 %N)	11
Gambar 2.8 Karakteristik gelombang ultrasonik	12
Gambar 2.9 Peristiwa kavitasi	13
Gambar 2.10 Rangkaian alat <i>ultrasonic cleaning bath</i>	15
Gambar 4.1 <i>Overlay</i> spektrum FTIR nitroselulosa (sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik, perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 2 : 1$) dan kapas	28
Gambar 4.2 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$	30
Gambar 4.3 Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$	30
Gambar 4.4 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$	35
Gambar 4.5 Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$	35
Gambar 4.6 Perbandingan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis (tanpa dan menggunakan gelombang ultrasonik)	36
Gambar L.8.1 Spektrum FTIR kapas	56

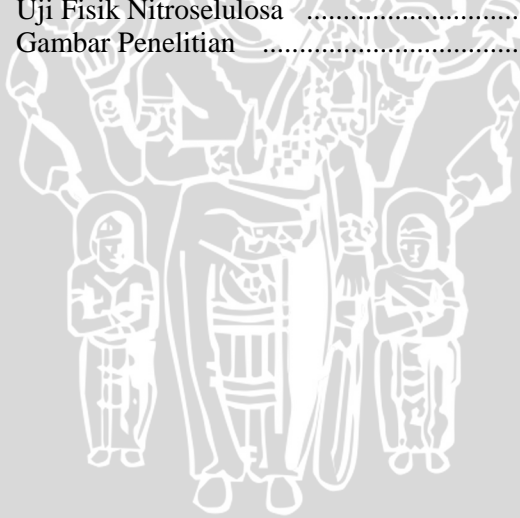
Gambar L.8.2	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 1:1)	57
Gambar L.8.3	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 1,5:1)	58
Gambar L.8.4	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 2:1)	59
Gambar L.8.5	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 2,5:1)	60
Gambar L.8.6	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 3:1)	61
Gambar L.8.7	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 3,5:1)	62
Gambar L.8.8	Spektrum FTIR kapas	63
Gambar L.8.9	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 1:1)	64
Gambar L.8.10	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 1,5:1)	65
Gambar L.8.11	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 2:1)	66
Gambar L.8.12	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 2,5:1)	67
Gambar L.8.13	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 3:1)	68
Gambar L.8.14	Spektrum FTIR nitroselulosa (H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 3,5:1)	69
Gambar L.12.1	Potongan kapas	76
Gambar L.12.2	Rangkaian alat nitrasi	76
Gambar L.12.3	Campuran reaksi nitrasi	76
Gambar L.12.4	Nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik dengan perbandingan berat H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 2 : 1	77
Gambar L.12.5	Uji pembakaran kapas	77
Gambar L.12.6	Uji pembakaran nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik dengan perbandingan berat H ₂ SO ₄ : HNO ₃ = 2 : 1	77

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Efek nitrasi selulosa dengan berbagai komposisi campuran penitrasi 7
Tabel 2.2	Entalpi pembentukan nitroselulosa 11
Tabel 2.3	Bilangan gelombang (cm^{-1}) untuk serapan O-H dan C-O pada alkohol 17
Tabel 4.1	Analisis spektrum FTIR nitroselulosa (tanpa menggunakan gelombang ultrasonik) dan kapas 26
Tabel 4.2	Analisis spektrum FTIR nitroselulosa (menggunakan gelombang ultrasonik) dan kapas 27
Tabel L.4.1	Komposisi H_2SO_4 dan HNO_3 dalam campuran penitrasi 52
Tabel L.9.1	Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol primer 70
Tabel L.9.2	Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol sekunder 70
Tabel L.9.3	Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa 71
Tabel L.9.4	Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa 71
Tabel L.9.5	Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol primer 72
Tabel L.9.6	Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol sekunder 72
Tabel L.9.7	Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa 73
Tabel L.9.8	Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa 73
Tabel L.10.1	Berat konstan nitroselulosa 74
Tabel L.10.2	Berat konstan nitroselulosa 74
Tabel L.11.1	Uji fisik nitroselulosa 75
Tabel L.11.2	Uji fisik nitroselulosa 75

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran I. Diagram Alir Penelitian	43
Lampiran II. Preparasi Bahan	44
Lampiran III. Penentuan Perbandingan (Rasio) Nitrase	46
Lampiran IV. Penentuan Komposisi H ₂ SO ₄ dan HNO ₃ dalam Campuran Penitrasi	47
Lampiran V. Penentuan Persentase Air dalam Campuran Penitrasi	53
Lampiran VI. Hubungan Derajat Substitusi dengan Persentase Berat Nitrogen Teoritis dalam Nitroselulosa	54
Lampiran VII. Hubungan Derajat Substitusi dengan Persentase Mol Nitrogen Teoritis dalam Nitroselulosa	55
Lampiran VIII. Spektrum FTIR Kapas dan Nitroselulosa	56
Lampiran IX. Pengolahan Data Hasil Penelitian	70
Lampiran X. Penimbangan Nitroselulosa	74
Lampiran XI. Uji Fisik Nitroselulosa	75
Lampiran XII. Gambar Penelitian	76



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nitroselulosa merupakan suatu senyawa yang bersifat eksplosif (mudah terbakar). Sifat eksplosif yang dimiliki terkait dengan struktur nitroselulosa yang mengandung gugus N=O. Atom N dan O yang berikatan pada gugus N=O cenderung memiliki elektronegativitas yang besar sehingga ikatan yang terbentuk di antara keduanya bersifat tidak stabil (Urbanski, 1964). Sifat eksplosif tersebut menjadikan nitroselulosa sebagai salah satu jenis bahan peledak lemah yang digunakan sebagai bahan isian pendorong pada amunisi, atau disebut juga dengan propelan. Nitroselulosa yang memenuhi kualifikasi sebagai komponen utama propelan, khususnya jenis *single-base* ialah nitroselulosa dengan persentase berat nitrogen sebesar 12,65-13,50% atau setara dengan derajat substitusi (DS) minimum sebesar 2,50. Persentase berat nitrogen tersebut dihitung untuk rumus empiris monomer selulosa ($C_6H_{10}O_5$) (Urbanski, 1965).

Nitroselulosa dapat dibuat dari berbagai jenis bahan baku yang mengandung alfa-selulosa >92%. Adapun yang dimaksud dengan alfa-selulosa ialah selulosa yang sebenarnya (Tarmansyah, 2011). Suatu molekul tunggal selulosa merupakan polimer lurus dari 1,4'- β -D-glukosa (Fessenden dan Fessenden, 1982). Selulosa memiliki sifat seperti alkohol oleh karena keberadaan gugus hidroksil. Keberadaan gugus hidroksil tersebut menjelaskan kemampuan selulosa untuk membentuk ester dengan asam-asam, seperti HNO_3 dan H_2SO_4 (Urbanski, 1965). Selulosa membentuk komponen serat dari dinding sel tanaman. Kandungan selulosa dalam tanaman bervariasi, bergantung pada jenis tanaman. Kandungan selulosa terbesar terdapat dalam tanaman kapas. Kapas mengandung 95% selulosa; 1,3% protein; 1,2% abu; 0,6% lilin; 0,3% gula; 0,8% asam-asam organik; dan 0,8% senyawa kimia non-selulosa lainnya. Dan setelah penghilangan semua senyawa kimia non-selulosa, kapas mengandung $\pm 99\%$ selulosa (Collop dan Deffenbaugh, 2008). Keberadaan selulosa yang cukup murni dalam kapas tersebut menjadikan kapas sebagai bahan baku yang paling sering digunakan dalam pembuatan nitroselulosa.

Pembuatan nitroselulosa dilaksanakan melalui reaksi nitrasi selulosa menggunakan sumber penitrasi yang berupa HNO_3 (asam nitrat) dan katalis yang berupa H_2SO_4 (asam sulfat). Nitrasi selulosa

hendaknya disertai dengan pengadukan untuk memperoleh produk yang lebih seragam (Urbanski, 1965). Nitrasi merupakan suatu reaksi kimia yang melibatkan pemasukan gugus nitro (NO_2) dalam suatu senyawa kimia. Pada dasarnya nitrasi ialah reaksi substitusi, di mana satu atau lebih gugus nitro dari sumber penitrasi menggantikan satu atau lebih gugus (biasanya atom-atom hidrogen) dari senyawa yang dinitrasi (Akhavan, 2004).

Berdasarkan penelitian Lunge (1901), diketahui bahwa terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi reaksi nitrasi selulosa, misalnya perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 . Nitroselulosa dengan persentase berat nitrogen $>12,65\%$ diperoleh melalui penggunaan campuran penitrasi dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 tidak kurang dari $\frac{1}{4}$: 1 dan tidak lebih dari 3 : 1. Faktor lain yang turut mempengaruhi ialah persentase air dalam campuran penitrasi. Untuk campuran penitrasi dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 1 : 1, persentase air maksimum yang diizinkan ialah sebesar 10%, sementara untuk campuran penitrasi dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 3 : 1, persentase air maksimum yang diizinkan ialah sebesar 12%. Penggunaan campuran penitrasi dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 1 : 1 dan persentase air sebesar 5,62% mampu menghasilkan nitroselulosa dengan persentase berat nitrogen sebesar 13,65%, sementara penggunaan campuran penitrasi dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 3 : 1 dan persentase air sebesar 11,34% mampu menghasilkan nitroselulosa dengan persentase berat nitrogen sebesar 13,92%. Adapun campuran penitrasi yang digunakan pada penelitian tersebut terdiri atas larutan HNO_3 99% (b/b) serta larutan H_2SO_4 95-97% (b/b).

Penggunaan larutan HNO_3 yang pekat kurang efisien apabila reaksi nitrasi dilaksanakan dalam skala yang cukup besar. Oleh sebab itu, perlu dilaksanakan studi lebih lanjut mengenai sintesis nitroselulosa menggunakan campuran penitrasi yang lebih encer. Berkaitan dengan penggunaan campuran penitrasi yang lebih encer tersebut, maka perlu dilakukan optimasi kembali terhadap perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 . Dalam hal ini, bagian HNO_3 dalam satuan berat dibuat tetap; sementara bagian H_2SO_4 dalam satuan berat dibuat bervariasi. Pemvariasian bagian H_2SO_4 dalam satuan berat tersebut didasarkan pada peran H_2SO_4 sebagai katalis pada reaksi pembentukan ion nitronium (NO_2^+) yang merupakan spesi aktif dalam reaksi nitrasi serta sumber dehidrasi dalam campuran penitrasi

(Urbanski, 1965). Sebagai bentuk kompensasi dari penggunaan campuran penitrasi yang lebih encer, maka pada penelitian ini digunakan gelombang ultrasonik sebagai sumber energi reaksi tambahan. Penggunaan gelombang ultrasonik pada sintesis senyawa organik telah dilakukan oleh Berthelot, *et al.* (1995), yang menunjukkan bahwa persentase hasil sintesis yang berupa senyawa (α - β)-dibromo yang diperoleh melalui reaksi brominasi para-substitusi chalcone dengan variasi waktu 3,5-10 menit mengalami peningkatan hingga lebih dari 95%. Adapun bahan baku yang digunakan pada penelitian ini ialah kapas. Reaksi nitrasi kapas dilaksanakan setelah kadar alfa-selulosa dalam kapas diketahui.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, dapat dirumuskan beberapa masalah penelitian sebagai berikut.

1. Bagaimana pengaruh perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 terhadap persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa?
2. Bagaimana pengaruh penggunaan gelombang ultrasonik pada reaksi nitrasi kapas terhadap persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bahan baku yang digunakan untuk sintesis nitroselulosa adalah kapas dengan kadar alfa-selulosa sebesar 99,00%.
2. Sonikator yang digunakan adalah jenis Ultrasonic Cleaner dengan frekuensi sebesar 47 kHz \pm 6%.
3. Perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 ialah 1 : 1; 1,5 : 1; 2 : 1; 2,5 : 1; 3 : 1; dan 3,5 : 1 serta lama waktu reaksi nitrasi adalah 60 menit.
4. Sintesis nitroselulosa disertai dengan pengadukan.
5. Penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa dilakukan menggunakan metode perbandingan absorbansi tanpa memerlukan kalibrasi eksternal.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Mengetahui pengaruh perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 terhadap persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa.

2. Mengetahui pengaruh penggunaan gelombang ultrasonik pada reaksi nitrasi kapas terhadap persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa.

1.5 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis nitroselulosa melalui reaksi nitrasi kapas menggunakan campuran penitrasi yang terdiri atas larutan HNO_3 65% (b/b) dan larutan H_2SO_4 95-97% (b/b).



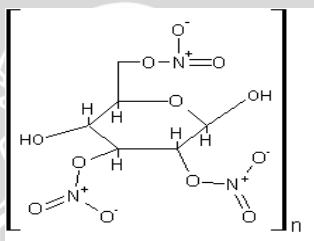
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sintesis Nitroselulosa

Nitroselulosa (Gambar 2.1) dapat diperoleh melalui esterifikasi selulosa menggunakan HNO_3 . Proses tersebut digambarkan sebagai O-nitrasi. Nitrasi selulosa dinyatakan melalui persamaan (2.1) (Urbanski, 1965).



Rumus selulosa pada persamaan di atas disederhanakan dengan mengasumsikan derajat polimerisasi $n = 1$.



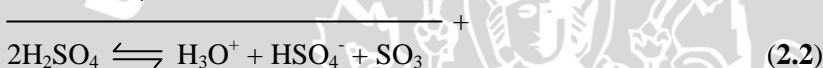
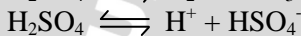
Gambar 2.1 Nitroselulosa (Ledgard, 2007)

Kecepatan reaksi nitrasi dan persentase berat nitrogen dalam nitroselulosa akan turut meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi HNO_3 yang digunakan. Hal ini dikarenakan pada konsentrasi yang semakin tinggi, keberadaan HNO_3 dalam bentuk pseudo asam $\text{O}_2\text{N-OH}$ semakin tinggi pula. Pseudo HNO_3 berperan sebagai penghasil ion NO_2^+ yang merupakan spesi aktif yang sesungguhnya dalam reaksi nitrasi selulosa. Konsentrasi ion NO_2^+ yang semakin tinggi akan menyebabkan reaksi nitrasi selulosa semakin sempurna pula. Namun, ketika HNO_3 berada dalam bentuk nir air, akan terbentuk nitronium nitrat yang tidak dapat berperan aktif sebagai agen penitrasi sehingga berakibat pada menurunnya kemampuan menitrasi. Ketika HNO_3 diencerkan hingga di bawah 77%, akan terjadi pelarutan parsial dari nitroselulosa yang terbentuk. Zat yang terlarut tersebut merupakan selulosa yang teroksidasi (oksiselulosa) sebagai akibat penggunaan HNO_3 encer. Reaksi oksidasi akan berlangsung semakin lambat ketika HNO_3 yang digunakan semakin pekat (Urbanski, 1965).

Meskipun reaksi nitrasi selulosa dapat dilaksanakan dengan hanya menggunakan HNO_3 , namun hal tersebut tidaklah efektif karena

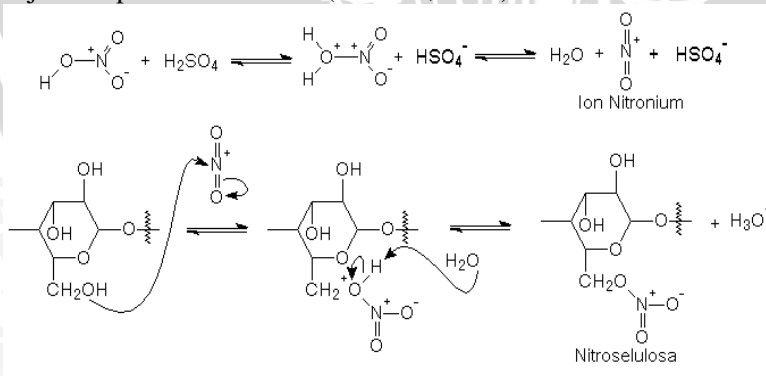
proses pembentukan ion NO_2^+ membutuhkan waktu yang lama. Lamanya proses pembentukan ion NO_2^+ berkaitan dengan sifat gugus hidroksil sebagai gugus pergi yang buruk (Fessenden dan Fessenden, 1982). Oleh sebab itu, HNO_3 umumnya digunakan dalam bentuk campuran dengan H_2SO_4 . H_2SO_4 berperan sebagai katalis pada reaksi pembentukan ion NO_2^+ , yakni dengan cara merebut gugus hidroksil dari pseudo HNO_3 (Fessenden dan Fessenden, 1982)

H_2SO_4 berperan pula sebagai agen dehidrasi dalam campuran penitrasi. Pada reaksi (2.1), tampak bahwa air akan terbentuk sebagai produk samping reaksi. Oleh karena reaksi bersifat *reversible*, maka air harus dihilangkan dari reaksi tersebut. Jika tidak, reaksi nitrasi tidak akan mencapai derajat yang diharapkan. Dalam hal ini, H_2SO_4 akan terdisosiasi di dalam air membentuk belerang trioksida (SO_3), sesuai dengan persamaan reaksi (2.2) (Morrison dan Boyd, 1992).



Air yang dihasilkan selama reaksi nitrasi berlangsung akan bereaksi dengan SO_3 dan membentuk H_2SO_4 kembali sehingga menggeser reaksi kesetimbangan (2.2) ke arah kiri, yakni ke arah reaksi yang mengurangi jumlah air. Adanya reaksi kesetimbangan ini menguntungkan bagi reaksi nitrasi karena air yang terbentuk dapat disingkirkan dengan segera sehingga laju pembentukan nitroselulosa tetap terjaga.

Mekanisme reaksi nitrasi selulosa menjadi nitroselulosa ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Siahaan, 2009).



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi nitrasi selulosa menjadi nitroselulosa

Jumlah terbesar gugus nitro yang dapat dimasukkan dalam tiap enam atom karbon adalah tiga buah. Persentase berat nitrogen teoritis yang demikian disebut “trinitrat”, yakni sebesar 14,14%. Persentase berat nitrogen tersebut dihitung untuk rumus empiris monomer selulosa ($C_6H_{10}O_5$) (Urbanski, 1965).

Menurut Bouchard, *et al.* (1946), berat campuran asam yang digunakan untuk nitrasi hendaknya 30-65 kali berat selulosa. Perbandingan berat campuran asam terhadap berat selulosa dikenal dengan perbandingan (rasio) nitrasi. Pentingnya perbandingan nitrasi ialah karena komposisi campuran asam akan mengalami perubahan selama reaksi nitrasi berlangsung sebagai akibat pemakaian (konsumsi) HNO_3 . Dengan penggunaan campuran asam yang berlebih, diharapkan perubahan komposisi campuran asam dapat diabaikan. Penggunaan campuran asam yang berlebih juga memungkinkan penggunaan asam yang kurang pekat karena pengenceran yang terjadi selama reaksi nitrasi berlangsung relatif kecil.

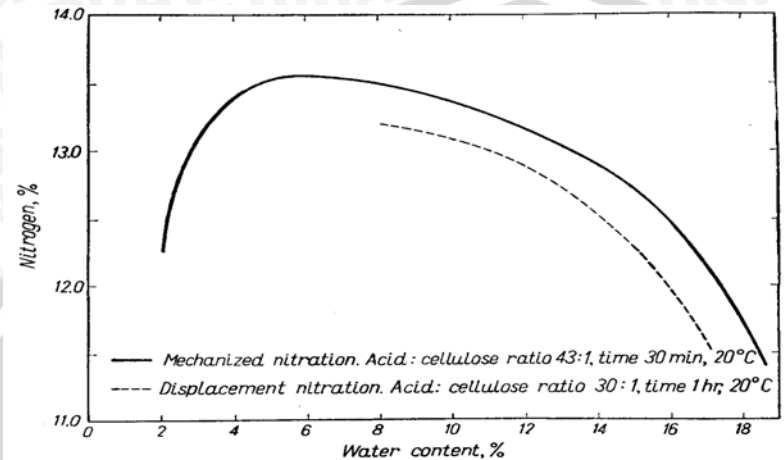
Nitroselulosa dengan persentase berat nitrogen >12,65% diperoleh melalui penggunaan campuran penitrasi yang terdiri atas HNO_3 dan H_2SO_4 dengan komposisi tertentu, dengan kandungan air dibatasi 1-13% (Urbanski, 1965). Efek nitrasi selulosa dengan menggunakan berbagai komposisi campuran penitrasi ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Urbanski, 1965).

Tabel 2.1 Efek nitrasi selulosa dengan berbagai komposisi campuran penitrasi

No.	Komposisi Campuran Penitrasi (%)			% Berat Nitrogen dalam Nitroselulosa
	H_2SO_4	HNO_3	H_2O	
1	60,00	27,43	12,57	13,62
2	62,10	25,79	12,11	13,75
3	62,95	24,95	12,10	13,83
4	63,72	25,31	10,97	13,75
5	64,56	24,65	10,79	13,71
6	68,02	25,28	5,0	13,76
7	64,55	26,55	8,88	13,72
8	63,35	25,31	11,34	13,92

Untuk campuran penitrasi dengan perbandingan HNO_3 dan H_2SO_4 tetap, persentase berat nitrogen dalam nitroselulosa menurun

seiring dengan meningkatnya kandungan air. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Urbanski, 1965).



Gambar 2.3 Perubahan persentase berat nitrogen nitrogen sebagai fungsi kandungan air

2.2 Selulosa

Selulosa merupakan poli(β -1,4-D-anhidroglukopiranos), yakni bahan penyusun utama jaringan serat dan dinding sel pada tanaman (Han dan Jeffrey, 1997). Selulosa dibedakan menjadi tiga jenis berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam larutan NaOH 17,5% (Tarmansyah, 2011).

a) Alfa-selulosa

Alfa-selulosa merupakan selulosa berantai panjang dengan DP 600–1.500. Alfa-selulosa tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% karena memiliki struktur yang rumit oleh adanya ikatan hidrogen intramolekuler dan intermolekuler.

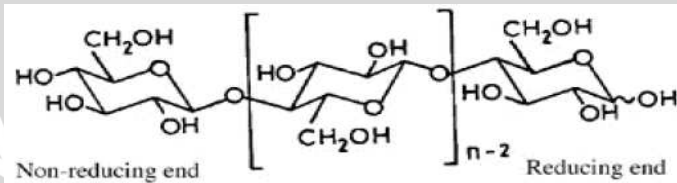
b) Beta-selulosa

Beta-selulosa merupakan selulosa berantai pendek dengan DP 15–90. Beta-selulosa larut dalam larutan NaOH 17,5%, namun dapat mengendap bila dinetralkan. Contohnya ialah hidroselulosa atau oksiselulosa.

c) Gama-selulosa

Gama-selulosa merupakan selulosa berantai pendek dengan DP kurang dari 15. Gama-selulosa larut dalam larutan NaOH 17,5% dan akan tetap tertinggal dalam larutan meskipun sudah netral.

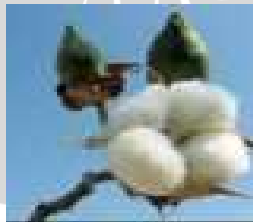
Pada rantai selulosa (Gambar 2.4), unit glukosa berada pada cincin piranosa yang beranggotakan 6. Antar cincin piranosa dihubungkan oleh atom oksigen tunggal (pertalian asetal) yang terdapat di antara C-1 dari cincin piranosa yang satu dengan C-4 dari cincin piranosa berikutnya. Oleh karena molekul air hilang ketika alkohol dan hemiasetal bereaksi membentuk asetal, maka unit glukosa pada polimer selulosa ditunjuk sebagai unit anhidroglukosa (Han dan Jeffrey, 1997).



Gambar 2.4 Struktur kimia selulosa

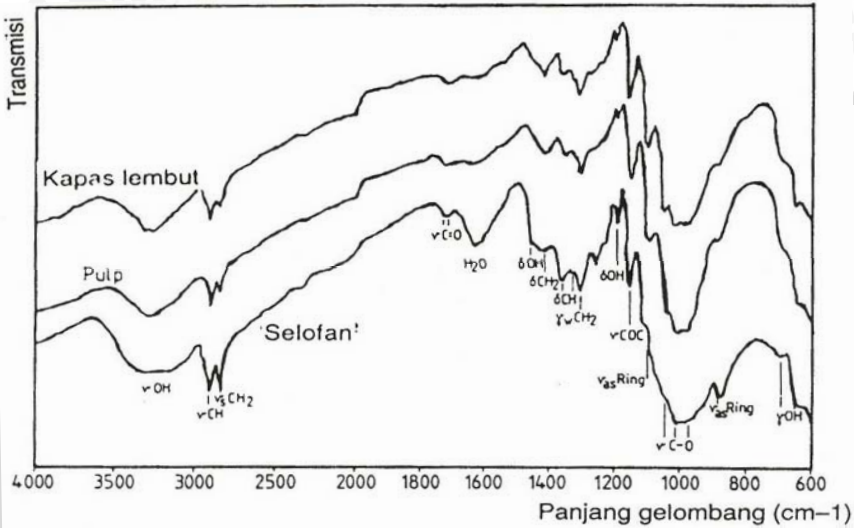
Selulosa memiliki sifat seperti alkohol oleh karena keberadaan gugus hidroksil. Keberadaan gugus hidroksil tersebut menjelaskan kemampuan selulosa untuk membentuk ester dengan asam-asam, seperti HNO_3 dan H_2SO_4 . Untuk setiap monomer, terdapat tiga gugus hidroksil bebas yang mampu mengalami esterifikasi (Urbanski, 1965). Selulosa dapat menyerap air dalam jumlah besar (Han dan Jeffrey, 1997). Pada temperatur di atas 200°C , selulosa mengalami degradasi dan menghasilkan zat-zat volatil yang mudah terbakar (Levan, 1989).

Derajat polimerisasi dari selulosa ditentukan oleh banyaknya unit molekul anhidroglukosa yang menyusun molekul selulosa tersebut. Jumlah unit anhidroglukosa dalam selulosa bervariasi, yakni sekitar 1.000-15.000 unit, bergantung pada jenis tanaman penghasil selulosa tersebut (Han dan Jeffrey, 1997). Kapas (Gambar 2.5) mengandung 95% selulosa; 1,3% protein; 1,2% abu; 0,6% lilin; 0,3% gula; 0,8% asam-asam organik; dan 0,8% senyawa kimia non-selulosa lainnya. Dan setelah penghilangan semua senyawa kimia non-selulosa, kapas mengandung $\pm 99\%$ selulosa (Collop dan Deffenbaugh, 2008).



Gambar 2.5 Kapas (Direktorat Tanaman Semusim, 2001)

Spektrum FTIR selulosa dari kapas ditunjukkan pada Gambar 2.6 (Fengel dan Wegener, 1985).



Gambar 2.6 Spektrum FTIR selulosa dari kapas

2.3 Sifat Nitroselulosa

Nitroselulosa memiliki sifat eksplosif karena di dalam molekulnya terdapat gugus fungsional yang memberikan sifat mudah terbakar. Urbanski (1964) menyebutkan bahwa gugus O-O seperti dalam peroksida, ozon, dan ozonida; O-Cl seperti dalam klorat dan perklorat; N-Cl seperti dalam nitrogen klorida; N=O seperti dalam senyawa nitro dan ester asam nitrat; serta N=C seperti dalam fulminat dan sianogen memberikan sifat mudah terbakar pada senyawa-senyawa tersebut.

Nitroselulosa yang berdaya ledak rendah digunakan pada sejumlah besar propelan tak berasap untuk senjata api dan kombinasi dengan propelan lainnya untuk membantu mengurangi produksi gas beracun. Pembakaran nitroselulosa menghasilkan nitrogen, karbon dioksida dan uap air, serta gas-gas berbobot molekul rendah dan tak beracun (Nickel, 2003).

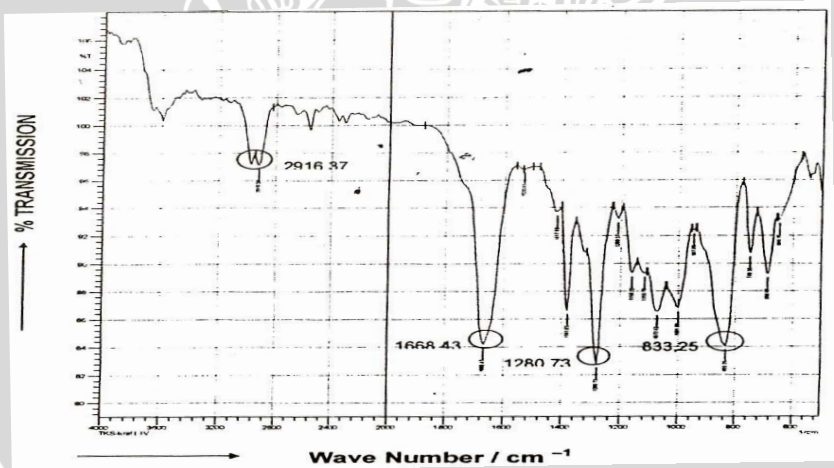
Nitroselulosa memiliki entalpi pembentukan yang rendah. Senyawa eksplosif yang mengandung oksigen pada gugus nitro memiliki entalpi pembentukan yang rendah, sementara senyawa lain

yang mengandung oksigen pada gugus karbonil atau hidroksil memiliki entalpi pembentukan yang tinggi sehingga tidak menunjukkan sifat eksplosif (Urbanski, 1964). Entalpi pembentukan dari nitroselulosa dengan berbagai persentase berat nitrogen ditunjukkan pada Tabel 2.2 (Hartaya, 2010).

Tabel 2.2 Entalpi pembentukan nitroselulosa

% Berat Nitrogen	Entalpi Pembentukan (kkal/gram)
7,66	-958,9
10,14	-804,1
11,06	-742,3
12,45	-645,2
12,88	-616,5
13,53	-594

Spektrum analisis FTIR nitroselulosa (12,83% N) (Gambar 2.7) memperlihatkan serapan yang dominan pada $2916,37\text{ cm}^{-1}$; $1668,43\text{ cm}^{-1}$; $1280,73\text{ cm}^{-1}$; dan $833,25\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus nitro (Siahaan, 2009).



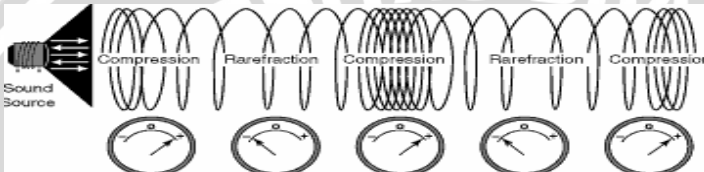
Gambar 2.7 Spektrum analisis FTIR nitroselulosa (12,83 %N)

2.4 Gelombang Ultrasonik

Gelombang ultrasonik merupakan gelombang bunyi yang memiliki frekuensi di atas batas pendengaran manusia. Telinga

manusia hanya peka terhadap gelombang dengan jangkauan frekuensi 20 Hz–20 kHz. Frekuensi gelombang ultrasonik adalah 20 kHz–10 MHz. Adapun frekuensi gelombang ultrasonik yang digunakan untuk aplikasi sonokimia berkisar 20 kHz–2 MHz (Mason, 1997).

Gelombang ultrasonik yang melalui medium mengakibatkan getaran partikel dalam medium. Amplitudo sejajar dengan arah rambatannya sehingga menyebabkan partikel medium membentuk rapatan dan renggangan. Karakteristik gelombang ultrasonik ditunjukkan pada Gambar 2.8 (Halliday dan Resnick, 1984).



Gambar 2.8 Karakteristik gelombang ultrasonik

2.4.1 Peristiwa kavitasi

Hal utama di balik teknologi ultrasonik yang bermanfaat dalam bidang sonokimia adalah peristiwa kavitasi. Kavitasi adalah salah satu efek dari radiasi gelombang ultrasonik di dalam cairan yang menyebabkan pecahnya gelembung gas (Trisnobudi, 2003). Gelombang ultrasonik yang diradiasikan melalui medium tertentu menyebabkan adanya perubahan tekanan dalam cairan. Dengan intensitas gelombang yang cukup tinggi, akan menyebabkan terbentuknya gelembung kavitasi. Gelombang ultrasonik menyebabkan tekanan cairan akan bertambah dari keadaan semula saat amplitudonya positif dan tekanan cairan akan berkurang dari keadaan semula saat amplitudonya negatif. Akibat perubahan tekanan ini, gelembung-gelembung gas yang biasanya ada di dalam cairan akan terkompresi pada saat tekanan cairan naik dan akan tereksansi pada saat tekanan cairan turun (Mason, 1997).

Bila amplitudo gelombang ultrasonik cukup besar, gelembung tersebut dapat pecah menjadi gelembung yang berukuran lebih kecil pada saat tekanan di luar gelembung sudah cukup besar untuk memecahkan gelembung yang sebelumnya sudah berukuran maksimum (mengembang akibat ekspansi). Pecahnya gelembung ini akan menimbulkan gelombang kejut (*shock waves*) karena terjadi pada tekanan yang besar. Peristiwa kavitasi dengan pecahnya gelembung

tersebut menimbulkan energi kimia dan efek mekanik (Mason, 1997). Efek mekanik dari proses kavitasi adalah Bergeraknya cairan yang disebabkan adanya arus yang sangat cepat sehingga dapat menginduksi terjadinya suatu reaksi kimia. Peristiwa kavitasi ditunjukkan pada Gambar 2.9 (Suslick dan Price, 1999).



Gambar 2.9 Peristiwa kavitasi, A. pembentukan gelembung; B. perbesaran gelembung; C. penurunan tekanan; D. gelembung pecah

2.4.2 Energi dan intensitas gelombang ultrasonik

Gelombang ultrasonik yang merambat membawa energi dari satu medium ke medium lainnya. Energi tersebut dipindahkan sebagai energi getaran pada medium yang mempunyai luas permukaan penampang melintang sebesar s . Besarnya energi gelombang ultrasonik yang melalui medium dihitung melalui persamaan (2.3) (Sahala, 2005).

$$E = 2 \cdot \pi^2 \cdot \rho \cdot s \cdot v \cdot t \cdot f^2 \cdot A^2 \quad (2.3)$$

dengan: ρ = massa jenis medium
 s = luas permukaan penampang melintang yang dilalui gelombang
 v = kecepatan gelombang ultrasonik
 t = waktu
 f = frekuensi
 A = amplitudo

Dari persamaan (2.3), diperoleh hasil bahwa energi yang dibawa oleh gelombang ultrasonik sebanding dengan kuadrat amplitudo (Sahala, 2005).

$$A = \frac{1}{\pi \cdot f} \cdot \sqrt{\frac{I}{2 \cdot \rho \cdot v}} \quad (2.4)$$

dengan: I = intensitas

Intensitas gelombang ultrasonik adalah besar daya (P) yang dibawa tiap luas permukaan (s) yang tegak lurus terhadap aliran energi (Sahala, 2005).

$$I_o = \frac{P}{s} \tag{2.5}$$

Penjalaran gelombang pada kenyataannya akan menurunkan nilai intensitas gelombang yang biasa disebut dengan atenuasi. Berkurangnya intensitas gelombang tersebut dapat dikarenakan sebagai berikut (Kane, 1988).

1. Penyebaran gelombang

Berkas gelombang dapat mengalami perubahan selama menjalar melalui suatu medium. Hal ini terjadi akibat adanya pengaruh perubahan luas medium yang dilalui gelombang sehingga terjadi penurunan intensitas gelombang.

2. Absorpsi gelombang

Absorpsi gelombang oleh medium yang dilalui dapat menurunkan intensitas karena terjadinya penyerapan energi oleh medium. Penyerapan energi dipengaruhi oleh jenis medium. Parameter yang digunakan untuk menyatakan penyerapan energi oleh medium adalah koefisien absorpsi atau koefisien atenuasi α .

Koefisien atenuasi bergantung pada sifat material. Atenuasi gelombang ultrasonik yang paling utama disebabkan oleh kekentalan dari medium yang dilaluinya. Proses atenuasi ini mengakibatkan sebagian gelombang ultrasonik diubah menjadi panas. Koefisien atenuasi dapat dihitung sebagai berikut (Puttmer, 1998).

$$\alpha = \frac{\omega^2}{2\rho \cdot c^3} \cdot \left(\eta_b + \frac{4}{3} \eta_s \right) \tag{2.6}$$

di mana

$$\left(\eta_b + \frac{4}{3} \eta_s \right) = (\eta_{air}) \tag{2.7}$$

sehingga

$$\alpha = \frac{\omega^2}{2\rho \cdot c^3} \cdot (\eta_{air}) \tag{2.8}$$

Intensitas gelombang setelah melalui medium dengan jarak tempuh x dan koefisien atenuasi α dihitung dengan persamaan (2.9) (Sears dan Zemansky, 1985).

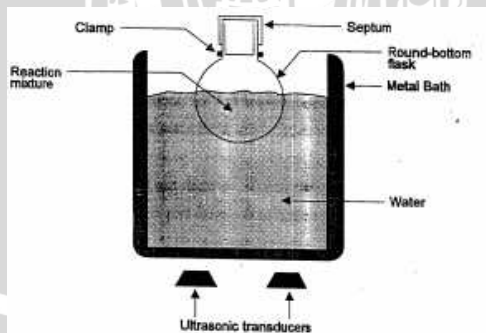
$$I = I_o \cdot e^{-\alpha \cdot x} \quad (2.9)$$

dengan: I = intensitas gelombang setelah melalui medium
 I_o = intensitas gelombang sebelum melalui medium

2.4.3 Aplikasi gelombang ultrasonik dalam bidang kimia (sonokimia)

Gelombang ultrasonik telah banyak dikembangkan dalam bidang kimia. Pada umumnya sintesis senyawa organik dengan menggunakan gelombang ultrasonik lebih efisien (Singh, *et al.*, 1998). Menurut Wenxiang dan Wang (2001), gelombang ultrasonik dapat digunakan untuk reaksi adisi; substitusi; hidrolisis; esterifikasi; transesterifikasi; alkilasi; kondensasi; dehidrogenasi; oksidasi; dan sebagainya dengan hasil yang baik.

Sumber gelombang ultrasonik adalah transduser yang dapat terekspansi dan berkontraksi jika dikenai listrik sehingga mengenai dinding *cleaning bath* dan mengkonversi energi listrik menjadi energi suara (Singh, *et al.*, 1998). Pada *ultrasonic cleaning bath*, air (H_2O) digunakan untuk mentransfer gelombang ultrasonik dari generator ke tempat reaksi. Tempat reaksi (labu alas bulat) dicelupkan sebagian ke dalam air hingga sebagian cairan dalam labu alas bulat berada sedikit di bawah permukaan air. Setelah dimulai proses sonikasi, labu diatur lagi sehingga berada di tempat yang mengalami kavitasi secara maksimum. Rangkaian alat *ultrasonic cleaning bath* ditunjukkan pada Gambar 2.10 (Singh, *et al.*, 1998).

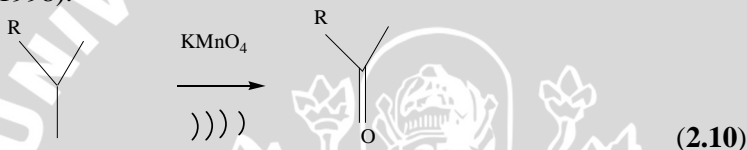


Gambar 2.10 Rangkaian alat *ultrasonic cleaning bath*

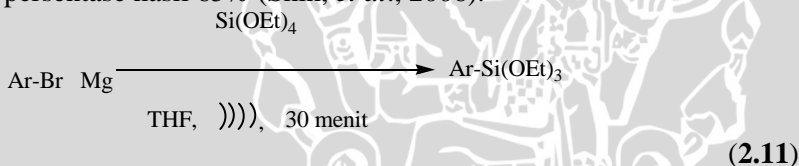
Terdapat beberapa keuntungan dari penggunaan gelombang ultrasonik, di antaranya meningkatkan hasil sintesis dan menurunkan persentase hasil samping dari reaksi sintesis; reaksi terjadi dalam waktu yang lebih cepat; serta dapat menggunakan temperatur yang lebih rendah (Singh, *et al.*, 1998).

Contoh reaksi yang menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebagai berikut.

1. Reaksi oksidasi dengan KMnO_4 menghasilkan produk 98% dengan lama waktu reaksi 30 menit dan temperatur $25\text{-}30^\circ\text{C}$, sedangkan apabila menggunakan metode konvensional diperoleh produk 50% dengan lama waktu reaksi 12 jam dan temperatur 80°C (Singh, *et al.*, 1998).



2. Sintesis aril trialkoksisilan dari aril Grignard dengan gelombang ultrasonik hanya membutuhkan temperatur rendah dengan persentase hasil 65% (Shih, *et al.*, 2006).



2.5 Energi Disosiasi

Apabila atom-atom saling terikat membentuk molekul, energi dilepaskan (biasanya sebagai kalor atau cahaya). Jadi, agar molekul terdisosiasi menjadi atom-atomnya harus diberikan energi. Terdapat dua cara agar ikatan dapat terdisosiasi. Satu cara adalah karena pemaksapisahan heterolitik, di mana kedua elektron ikatan dipertahankan pada satu atom. Hasil pemaksapisahan heterolitik adalah sepasang ion. Cara lain adalah karena pemaksapisahan homolitik, di mana setiap atom yang turut dalam ikatan kovalen menerima satu elektron dari pasangan elektron yang saling dibagi. Hasil pemaksapisahan homolitik adalah atom yang secara listrik netral atau gugus atom. Pemaksapisahan homolitik menghasilkan atom atau gugus atom yang memiliki elektron tak berpasangan yang disebut radikal bebas (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Energi disosiasi rata-rata untuk ikatan O–H adalah sebesar 463 kJ/mol (Grime, 2008), sedangkan energi disosiasi untuk ikatan HO–NO₂ adalah sebesar 194 kJ/mol pada 298 K (Melius, 1987).

2.6 Spektroskopi Inframerah

Spektroskopi inframerah merupakan studi mengenai interaksi antara energi sinar inframerah dengan molekul-molekul dalam suatu senyawa. Frekuensi dalam spektroskopi inframerah dinyatakan dengan bilangan gelombang. Spektroskopi inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam suatu senyawa pada daerah bilangan gelombang 4.000-650 cm⁻¹ (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Alkohol ialah senyawa organik yang mengandung gugus OH yang terikat pada karbon. Kenampakan dan frekuensi dari pita ulur OH amat bergantung pada ikatan hidrogen. Pita OH pada alkohol alifatik murni tampak melebar dan terpusat pada daerah sekitar 3.300 cm⁻¹ yang dikarenakan oleh adanya ikatan hidrogen antar molekul. Selain itu, uluran C-O juga bermanfaat untuk mengenali struktur alkohol. Uluran C-O yang bergabung dengan uluran C-C menyebabkan nampaknya pita C-O pada spektrum. Menurut Susanto (1998), bilangan gelombang dari vibrasi ulur ikatan C-O alkohol primer pada monomer glukosa dalam amilopektin terdapat pada daerah sekitar 1.025 cm⁻¹. Adapun bilangan gelombang untuk serapan O-H dan C-O yang berhubungan dengan alkohol ditunjukkan pada Tabel 2.3 (Robinson, *et al.*, 2005).

Tabel 2.3 Bilangan gelombang (cm⁻¹) untuk serapan O-H dan C-O pada alkohol

Gugus	Ulur			Tekuk
	O → H	C ⇒ O	C → O	
alkohol primer	3.635		1.050, 850	1.300
alkohol sekunder	3.625		1.100, 830	1.300
alkohol tersier	3.615		1.150, 780	1.300

2.7 Analisis Kuantitatif dengan Metode Spektrofotometri Inframerah tanpa Memerlukan Kalibrasi Eksternal

Penentuan kuantitatif berbagai senyawa dengan serapan inframerah didasarkan pada pengukuran konsentrasi salah satu gugus fungsional dari senyawa analit. Perhitungan kuantitatif berdasarkan hukum Lambert-Beer sesuai dengan persamaan (2.12) (Robinson, *et al.*, 2005).

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (2.12)$$

dengan A adalah absorbansi, a adalah absorptivitas spesifik, b adalah ketebalan sel sampel, dan c adalah konsentrasi analit.

Tidak semua senyawa dapat dikalibrasi eksternal. Penggunaan metode kalibrasi eksternal sulit diterapkan untuk campuran yang tak dapat dipisahkan. Hal ini dikarenakan spektra senyawa murninya tidak dapat diperoleh. Pada kasus lain, misalnya polimer, adanya unsur struktural; rantai percabangan; dan isomer dari monomernya turut menyebabkan metode kalibrasi eksternal sulit diterapkan. Kalibrasi dilakukan semata-mata dengan informasi spektroskopik yang tersedia dalam spektra campurannya (Koenig, 1982). Oleh sebab itu, dibutuhkan metode spektrofotometri secara umum untuk analisis campuran yang tidak memerlukan kalibrasi eksternal (Koenig dan Kormos, 1979).

Untuk sistem campuran biner, persamaan (2.13) dan (2.14) menggambarkan dua kemungkinan spektra yang dihasilkan dari campuran tersebut. A_p dan A_q menunjukkan spektra tiap penyusun dari absorbansi komponen murni dalam campuran p dan q , di mana a_1 dan a_2 adalah absorptivitas spesifik komponen 1 dan 2; c_1 dan c_2 adalah faktor konsentrasi komponen 1 dan 2 yang didefinisikan sebagai fraksinya dalam campuran. Persamaan tersebut ditulis dengan asumsi ketebalan sel sampel sama dan tetap serta mengikuti hukum Lambert-Beer (Koenig, 1982).

$$A_p = a_1 \cdot c_1 + a_2 \cdot c_2 \quad (2.13)$$

$$A_q = a_1 \cdot c_1' + a_2 \cdot c_2' \quad (2.14)$$

$$A_q/A_p = (a_1 \cdot c_1' + a_2 \cdot c_2') / (a_1 \cdot c_1 + a_2 \cdot c_2) \quad (2.15)$$

Kedua campuran tersebut diukur pada tiap frekuensi di sepanjang spektrum inframerah. Persamaan (2.15) menetapkan perbandingan spektrum dari A_q dan A_p ketika diukur pada tiap frekuensi di sepanjang spektrum inframerah. Pada daerah di mana kontribusi spektral komponen 2, a_2 , tidak ada (pada frekuensi ν_1), perbandingan pada persamaan (2.15) disederhanakan menjadi perbandingan faktor

konsentrasi untuk komponen 1. Dengan cara yang serupa, perbandingan faktor konsentrasi untuk komponen 2 diperoleh pada daerah spektrum di mana kontribusi a_1 tidak ada (pada frekuensi v_2). Persamaan (2.16) dan (2.17) menggambarkan dua kasus ini dan mendefinisikan koefisien perbandingan R_{v1} dan R_{v2} (R_1 dan R_2 untuk penyederhanaan), yang mana nilainya dapat diperoleh secara eksperimental untuk suatu sistem campuran biner.

$$\text{Untuk } v_1 \quad A_q/A_p = a_1 \cdot c_1'/a_1 \cdot c_1 = c_1'/c_1 = R_{v1} = R_1 = A_q^{v1}/A_p^{v1} \quad (2.16)$$

$$\text{Untuk } v_2 \quad A_q/A_p = a_2 \cdot c_2'/a_2 \cdot c_2 = c_2'/c_2 = R_{v2} = R_2 = A_q^{v2}/A_p^{v2} \quad (2.17)$$

Karena faktor konsentrasi didefinisikan sebagai fraksinya, dapat dituliskan persamaan berikut.

$$c_1 + c_2 = c_1' + c_2' = 1 \quad (2.18)$$

Dengan mengkombinasikan persamaan (2.16), (2.17), dan (2.18), penyelesaian untuk faktor konsentrasi sebagai fungsi dari R_{v1} dan R_{v2} menghasilkan persamaan (2.19).

$$c_1 = 1 - R_2/R_1 - R_2 \quad c_2 = R_1 - 1/R_1 - R_2$$

$$c_1' = R_1 \cdot c_1 \quad c_2' = R_2 \cdot c_2 \quad (2.19)$$

dengan:

- c_1 = fraksi komponen 1 dalam campuran p
- c_2 = fraksi komponen 2 dalam campuran p
- c_1' = fraksi komponen 1 dalam campuran q
- c_2' = fraksi komponen 2 dalam campuran q
- A_p^{v1} = serapan komponen 1 dalam campuran p
- A_q^{v1} = serapan komponen 1 dalam campuran q
- A_p^{v2} = serapan komponen 2 dalam campuran p
- A_q^{v2} = serapan komponen 2 dalam campuran q

2.8 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Semakin besar perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 , semakin besar pula persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa.
2. Penggunaan gelombang ultrasonik pada reaksi nitrasi kapas dapat meningkatkan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya mulai bulan Februari s.d April 2011.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kapas dengan kadar alfa-selulosa sebesar 99,00%, padatan natrium hidroksida (NaOH) p.a., asam asetat (CH_3COOH) glasial p.a., larutan asam nitrat (HNO_3) p.a. 65% (b/b), larutan asam sulfat (H_2SO_4) p.a. 95-97% (b/b), padatan natrium bikarbonat (NaHCO_3) p.a., dan akuades.

3.2.2 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas sederhana, neraca analitik Mettler tipe AE 50, oven, desikator, *hotplate stirrer*, *water bath*, *stopwatch*, sonikator, lemari asam, klem dan statif, penjepit, pengaduk magnetik, benang, termometer 150°C, bola hisap, aluminium foil, kertas saring, kertas indikator universal, botol semprot, gunting, mangkuk aluminium, kertas tisu, seperangkat alat filtrasi vakum, tempat sampel, kertas label, korek api, serta spektrofotometer FTIR Shimadzu 8400 PC.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dalam beberapa tahapan sebagai berikut.

1. Sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H_2SO_4 terhadap HNO_3 tanpa menggunakan gelombang ultrasonik
2. Sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H_2SO_4 terhadap HNO_3 menggunakan gelombang ultrasonik
3. Karakterisasi dan penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa
4. Uji fisik nitroselulosa
5. Analisis data

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H_2SO_4 terhadap HNO_3 tanpa menggunakan gelombang ultrasonik

Sintesis nitroselulosa dilakukan sesuai dengan metode menurut Urbanski (1965). Sementara itu, pencucian nitroselulosa dilakukan sesuai dengan metode menurut Ledgard (2007). Rangkaian alat nitrasi disiapkan dalam lemari asam. Kapas dipotong kecil-kecil dengan ukuran ± 2 mm. Potongan kapas ditimbang sebanyak 2,50 gram. Potongan kapas dikeringkan dalam oven selama 30 menit pada temperatur $100^\circ C$. Potongan kapas disimpan dalam desikator selama 5 menit dan ditimbang. Potongan kapas dikeringkan dalam oven lalu disimpan dalam desikator kembali (masing-masing selama 5 menit) dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan. Potongan kapas diambil sebanyak 2,00 gram dan disimpan dalam desikator. Campuran penitrasi yang terdiri atas larutan HNO_3 65% (b/b) dan larutan H_2SO_4 95-97% (b/b) dengan perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$ adalah 1 : 1 disiapkan dalam gelas kimia 100 mL yang dicelupkan sebagian dalam medium air. Potongan kapas sebanyak 2,00 gram dimasukkan ke dalam campuran penitrasi dengan bantuan spatula. Campuran reaksi nitrasi diaduk selama 60 menit menggunakan pengaduk magnetik. Temperatur sistem selama reaksi nitrasi berlangsung dipertahankan pada $28-29^\circ C$. Nitroselulosa hasil sintesis dicuci dengan cara campuran reaksi nitrasi dituang ke dalam 300 mL akuades dingin, diaduk, dan disaring menggunakan filtrasi vakum. Residu dicuci dengan 100 mL larutan $NaHCO_3$ 10% (b/v) dan 3 x 300 mL akuades hingga pH akuades (pH = 6) tercapai. Residu dibungkus dengan kertas saring yang telah diketahui berat konstannya terlebih dahulu. Residu dikeringkan dalam oven pada temperatur $31-32^\circ C$, disimpan dalam desikator, lalu ditimbang hingga diperoleh berat konstan. Langkah kerja di atas diulang kembali untuk sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$ adalah 1,5 : 1; 2 : 1; 2,5 : 1; 3 : 1; dan 3,5 : 1.

3.4.2 Sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H_2SO_4 terhadap HNO_3 menggunakan gelombang ultrasonik

Sintesis nitroselulosa dilakukan sesuai dengan metode menurut Urbanski (1965). Sementara itu, pencucian nitroselulosa dilakukan sesuai dengan metode menurut Ledgard (2007). Rangkaian alat nitrasi disiapkan dalam lemari asam. Kapas dipotong kecil-kecil dengan

ukuran ± 2 mm. Potongan kapas ditimbang sebanyak 2,50 gram. Potongan kapas dikeringkan dalam oven selama 30 menit pada temperatur 100°C . Potongan kapas disimpan dalam desikator selama 5 menit dan ditimbang. Potongan kapas dikeringkan dalam oven lalu disimpan dalam desikator kembali (masing-masing selama 5 menit) dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan. Potongan kapas diambil sebanyak 2,00 gram dan disimpan dalam desikator. Tombol waktu di sonikator diatur pada 60 menit. Campuran penitrasi yang terdiri atas larutan HNO_3 65% (b/b) dan larutan H_2SO_4 95-97% (b/b) dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 1 : 1 disiapkan dalam gelas kimia 100 mL yang dicelupkan sebagian dalam medium air. Potongan kapas sebanyak 2,00 gram dimasukkan ke dalam campuran penitrasi dengan bantuan spatula. Sonikator dinyalakan. Campuran reaksi nitrasi diaduk selama 60 menit menggunakan spatula. Sonikator dimatikan. Nitroselulosa hasil sintesis dicuci dengan cara campuran reaksi nitrasi dituang ke dalam 300 mL akuades dingin, diaduk, dan disaring menggunakan filtrasi vakum. Residu dicuci dengan 100 mL larutan NaHCO_3 10% (b/v) dan 3 x 300 mL akuades hingga pH akuades tercapai. Residu dibungkus dengan kertas saring yang telah diketahui berat konstannya terlebih dahulu. Residu dikeringkan dalam oven pada temperatur $31-32^{\circ}\text{C}$, disimpan dalam desikator, lalu ditimbang hingga diperoleh berat konstan. Langkah kerja di atas diulang kembali untuk sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 adalah 1,5 : 1; 2 : 1; 2,5 : 1; 3 : 1; dan 3,5 : 1.

3.4.3 Karakterisasi dan penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa

Nitroselulosa kering yang telah diketahui berat konstannya disimpan dalam desikator selama 24 jam. Nitroselulosa ditimbang sebanyak 0,0004 gram. Serbuk KBr ditimbang sebanyak 0,0400 gram. Nitroselulosa dicampur dengan serbuk KBr dan dihaluskan hingga homogen. Campuran dimasukkan ke dalam dua plat baja mengkilat (*micro pellet*) dengan bantuan spatula dan dijepit di antara dua plat tersebut dengan bantuan tekanan hidrolis sebesar 100 kN. Pengukuran spektrum dilakukan pada daerah bilangan gelombang $4.000-400\text{ cm}^{-1}$. Langkah kerja di atas diberlakukan pada semua nitroselulosa dari berbagai perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 serta kapas. Dari data spektrum FTIR yang diperoleh, dibandingkan nilai transmitansi pada

bilangan gelombang spesifik yang terdapat pada kapas dan nitroselulosa.

3.4.4 Uji fisik nitroselulosa

Uji fisik nitroselulosa berupa uji pembakaran. Uji pembakaran dilakukan sesuai dengan metode menurut Siahaan (2009). Nitroselulosa kering yang telah diketahui berat konstannya diambil 0,10 gram dan dibakar. Sifat nyala api serta waktu pembakaran diamati.

3.5 Analisis Data

3.5.1 Penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa

Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa ditentukan menggunakan metode perbandingan absorbansi, yakni dengan cara membandingkan nilai absorbansi C-O pada alkohol primer (sekitar 1.025 cm^{-1}) dan alkohol sekunder (sekitar 1.100 cm^{-1}) yang terdapat dalam nitroselulosa dengan nilai absorbansi C-O pada alkohol primer (sekitar 1.025 cm^{-1}) dan alkohol sekunder (sekitar 1.100 cm^{-1}) yang terdapat dalam kapas (Koenig, 1982).

1. Menghitung koefisien perbandingan absorbansi (R)
 - a. Pada bilangan gelombang sekitar 1.025 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol primer)
$$A_{1.025(\text{kapas})} = -\log T_{1.025(\text{kapas})}$$
$$A_{1.025(\text{NC})} = -\log T_{1.025(\text{NC})}$$
$$R_{1.025} = A_{1.025(\text{NC})}/A_{1.025(\text{kapas})}$$
 - b. Pada bilangan gelombang sekitar 1.100 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol sekunder)
$$A_{1.100(\text{kapas})} = -\log T_{1.100(\text{kapas})}$$
$$A_{1.100(\text{NC})} = -\log T_{1.100(\text{NC})}$$
$$R_{1.100} = A_{1.100(\text{NC})}/A_{1.100(\text{kapas})}$$
2. Menghitung persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa yang didasarkan pada absorbansi C-O pada alkohol primer (sekitar 1.025 cm^{-1}) dan alkohol sekunder (sekitar 1.100 cm^{-1})

Oleh karena $c_{\text{C-O}} + c_{\text{O-N}} = c'_{\text{C-O}} + c'_{\text{O-N}} = 1$, dengan $c_{\text{C-O}}$ dan $c_{\text{O-N}}$ adalah fraksi konsentrasi C-O dan O-N dalam kapas serta $c'_{\text{C-O}}$ dan $c'_{\text{O-N}}$ adalah fraksi konsentrasi C-O dan O-N dalam nitroselulosa, maka

- a. Berdasarkan bilangan gelombang sekitar 1.025 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol primer)

$$R_{1.025} = A_{1.025(\text{NC})}/A_{1.025(\text{kapas})}$$

$$= abc'_{\text{C-O}(1.025)}/abc_{\text{C-O}(1.025)}$$

$$R_{1.025} = c'_{\text{C-O}(1.025)}/c_{\text{C-O}(1.025)}$$

$$c'_{\text{C-O}(1.025)} = R_{1.025} \times c_{\text{C-O}(1.025)}$$

Oleh karena pada kapas tidak terdapat gugus nitro yang mensubstitusi atom H pada gugus hidroksil, maka fraksi konsentrasi O–N dalam kapas adalah 0, sehingga

$$c_{\text{C-O}} + c_{\text{O-N}} = c_{\text{C-O}} + 0 = c_{\text{C-O}} = 1, \text{ maka}$$

$$c'_{\text{C-O}(1.025)} = R_{1.025} \times c_{\text{C-O}(1.025)}$$

$$= R_{1.025} \times 1$$

$$c'_{\text{C-O}(1.025)} = R_{1.025}$$

Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa ialah sama dengan fraksi konsentrasi O–N dalam nitroselulosa dikali 100%, sehingga

$$\% \text{ mol } N_{1.025} = c'_{\text{O-N}(1.025)} \times 100\% = (1 - c'_{\text{C-O}(1.025)}) \times 100\%$$

$$\% \text{ mol } N_{1.025} = (1 - R_{1.025}) \times 100\%$$

- b. Berdasarkan bilangan gelombang sekitar 1.100 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol sekunder)

$$R_{1.100} = A_{1.100(\text{NC})}/A_{1.100(\text{kapas})}$$

$$= abc'_{\text{C-O}(1.100)}/abc_{\text{C-O}(1.100)}$$

$$R_{1.100} = c'_{\text{C-O}(1.100)}/c_{\text{C-O}(1.100)}$$

$$c'_{\text{C-O}(1.100)} = R_{1.100} \times c_{\text{C-O}(1.100)}$$

Oleh karena pada kapas tidak terdapat gugus nitro yang mensubstitusi atom H pada gugus hidroksil, maka fraksi konsentrasi O–N dalam kapas adalah 0, sehingga

$$c_{\text{C-O}} + c_{\text{O-N}} = c_{\text{C-O}} + 0 = c_{\text{C-O}} = 1, \text{ maka}$$

$$c'_{\text{C-O}(1.100)} = R_{1.100} \times c_{\text{C-O}(1.100)}$$

$$= R_{1.100} \times 1$$

$$c'_{\text{C-O}(1.100)} = R_{1.100}$$

Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa ialah sama dengan fraksi konsentrasi O–N dalam nitroselulosa dikali 100%, sehingga

$$\% \text{ mol } N_{1.100} = c'_{\text{O-N}(1.100)} \times 100\% = (1 - c'_{\text{C-O}(1.100)}) \times 100\%$$

$$\% \text{ mol } N_{1.100} = (1 - R_{1.100}) \times 100\%$$

3. Menghitung persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa

Oleh karena dalam monomer selulosa terdapat 3 gugus hidroksil, di mana 1 gugus hidroksil merupakan alkohol primer

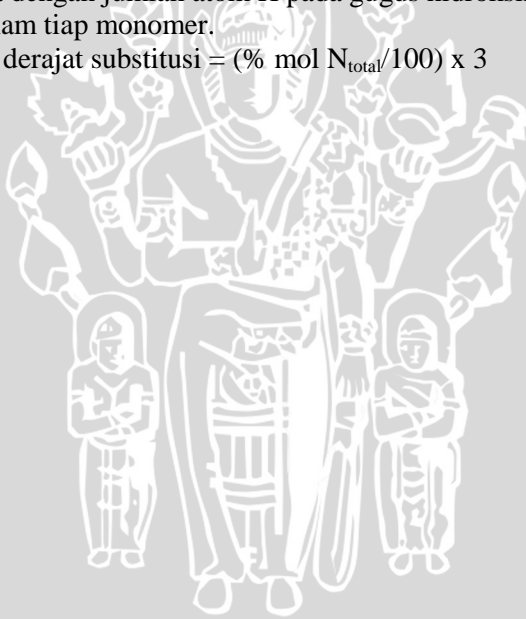
(pada atom C-6) dan 2 gugus hidroksil lainnya merupakan alkohol sekunder (pada atom C-2 dan C-3), maka

$$\% \text{ mol } N_{\text{total}} = (1/3) \times \% \text{ mol } N_{1,025} + (2/3) \times \% \text{ mol } N_{1,100}$$

3.5.2 Penentuan derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa

Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa dihitung dari persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa. Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa menyatakan fraksi mol gugus nitro dalam nitroselulosa, yakni perbandingan jumlah mol gugus nitro yang masuk terhadap jumlah mol atom H pada gugus hidroksil yang dapat disubstitusi dalam tiap monomer. Oleh karena itu, derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa dapat diperoleh dengan cara membagi persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa dengan 100 kemudian mengalikannya dengan jumlah atom H pada gugus hidroksil yang dapat disubstitusi dalam tiap monomer.

$$\text{derajat substitusi} = (\% \text{ mol } N_{\text{total}}/100) \times 3$$



4.1 Pengaruh Perbandingan Berat H₂SO₄ dan HNO₃ terhadap Persentase Mol Nitrogen dalam Nitroselulosa

Tabel 4.1 Analisis spektrum FTIR nitroselulosa (tanpa menggunakan gelombang ultrasonik) dan kapas

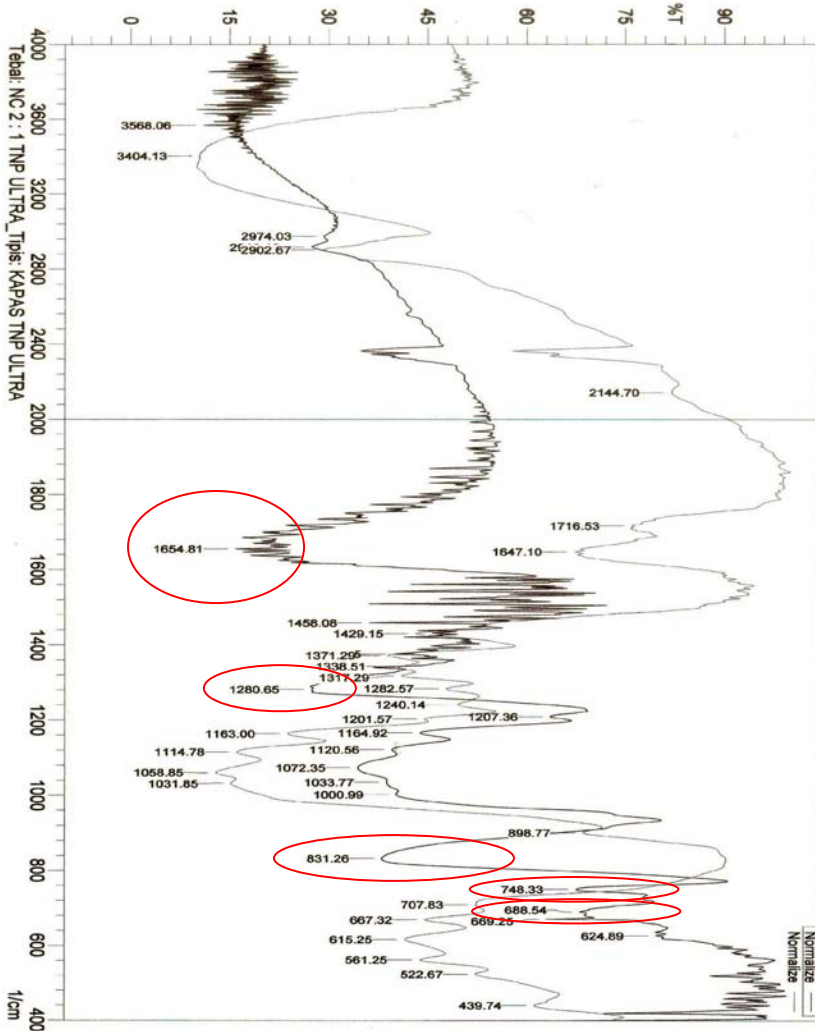
Bil. Gel. (cm ⁻¹)	Jenis Vibrasi	NC 1 : 1	NC 1,5 : 1	NC 2 : 1	NC 2,5 : 1	NC 3 : 1	NC 3,5 : 1	Kapas
1.660-1.625	ν_{as} NO	1.647,10	1.654,81	1.654,81	1.652,88	1.652,88	1.664,45	-
1.300-1.255	ν_s NO	1.282,57	1.280,65	1.280,65	1.278,72	1.278,72	1.278,72	-
1.260-1.000	ν CO	1.112,85; 1.058,85	1.120,56; 1.070,42	1.120,56; 1.072,35; 1.033,77	1.120,56; 1.070,42; 1.027,99	1.118,64; 1.070,42; 1.027,99	1.118,64; 1.070,42; 1.027,99	1.114,78; 1.058,85; 1.031,85
870-833	ν NO (ik. π)	846,69	835,12	831,26	827,41	829,33	823,55	-
763-690	δ NO	752,19; 721,33	750,26; 669,25	748,33; 688,54	748,33; 688,54	748,33; 690,47	746,40; 680,83	-
Keterangan: \square = vibrasi ulur δ = vibrasi tekuk (<i>scissoring</i>) γ = vibrasi tekuk (<i>wagging</i>)								

Tabel 4.2 Analisis spektrum FTIR nitroselulosa (menggunakan gelombang ultrasonik) dan kapas

Bil. Gel. (cm ⁻¹)	Jenis Vibrasi	NC 1 : 1	NC 1,5 : 1	NC 2 : 1	NC 2,5 : 1	NC 3 : 1	NC 3,5 : 1	Kapas
1.660-1.625	ν_{as} NO	1.654,81	1.654,81	1.685,67	1.650,95	1.670,24	1.670,24	-
1.300-1.255	ν_s NO	1.282,57	1.288,36	1.288,36	1.274,86	1.274,86	1.274,86	-
1.260-1.000	ν CO	1.112,85; 1.058,85	1.120,56; 1.068,49	1.120,56; 1.074,28; 1.033,77	1.120,56; 1.072,35; 1.027,99	1.118,64; 1.066,56; 1.024,13	1.120,56; 1.070,42; 1.020,27	1.114,78; 1.058,85; 1.031,85
870-833	ν NO (ik. π)	846,69	835,12	831,26	827,41	823,55	827,41	-
763-690	δ NO	754,12; 721,33	750,26; 680,83	748,33; 688,54	748,33; 692,40	746,40; 680,83	746,40; 692,40	-
<p>Keterangan:</p> <p>□ = vibrasi ulur</p> <p>δ = vibrasi tekuk (<i>scissoring</i>)</p> <p>γ = vibrasi tekuk (<i>wagging</i>)</p>								

Sintesis nitroselulosa dilaksanakan melalui reaksi nitirasi kapas menggunakan campuran penitirasi yang berupa larutan HNO₃ 65% (b/b) dan larutan H₂SO₄ 95-97% (b/b). Perbandingan berat H₂SO₄ : HNO₃ adalah 1 : 1; 1,5 : 1; 2 : 1; 2,5 : 1; 3 : 1; dan 3,5 : 1. Karakterisasi nitroselulosa hasil sintesis dilakukan dengan menganalisis gugus-gugus

fungsional yang terdapat pada spektrum FTIR nitroselulosa kemudian membandingkannya dengan spektrum FTIR kapas. Spektrum FTIR kapas dan nitroselulosa ditunjukkan pada Lampiran VIII (Gambar L.8.1-Gambar L.8.14) dan hasil analisis spektrum FTIR nitroselulosa dan kapas ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan Tabel 4.2.

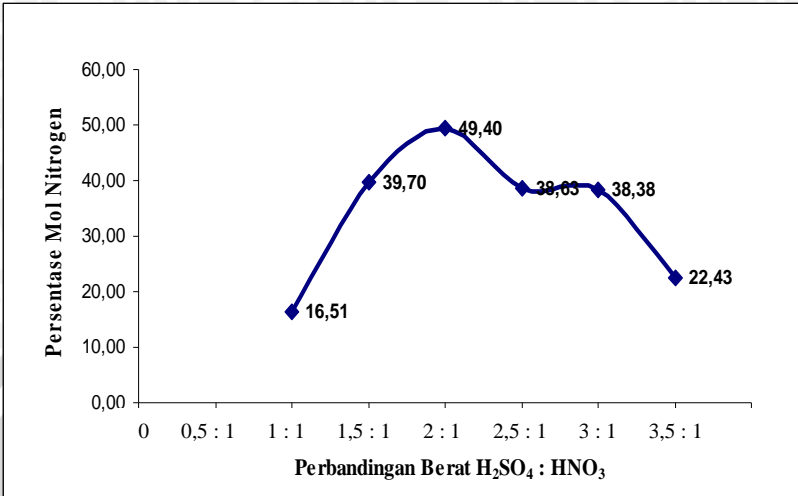


Gambar 4.1 Overlay spektrum FTIR nitroselulosa (sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik, perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 2 : 1$) dan kapas

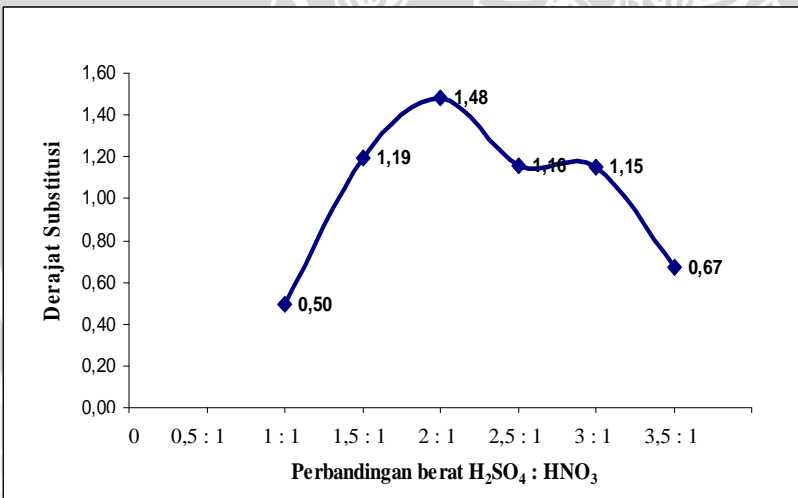
Hasil *overlay* spektrum FTIR nitroselulosa dan kapas (Gambar 4.1) menunjukkan bahwa terdapat perbedaan di antara keduanya. Perbedaan tersebut dapat diamati dari kemunculan beberapa pita serapan baru di spektrum FTIR nitroselulosa, yakni pita-pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1.650, 1.280, 830, 750, dan 680 cm^{-1} . Pita serapan dengan intensitas kuat yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 1.650 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi ulur asimetris ikatan N-O pada gugus nitro. Pita serapan dengan intensitas kuat yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 1.280 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi ulur simetris ikatan N-O pada gugus nitro. Pita serapan dengan intensitas sedang yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 830 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi ulur ikatan π pada N=O. Pita serapan dengan intensitas sedang yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 750 dan 680 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi tekuk dari gugus nitro. Berdasarkan analisis gugus-gugus fungsional tersebut, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis yang diperoleh ialah nitroselulosa.

Melalui perbandingan spektrum FTIR nitroselulosa terhadap kapas, dapat dilihat bahwa terdapat pengurangan intensitas dari pita serapan yang ditimbulkan oleh vibrasi ulur ikatan O-H dan C-OH. Hal ini mengindikasikan bahwa terdapat atom H dari gugus hidroksil yang disubstitusi oleh gugus nitro dalam nitroselulosa, yang ditandai pula dengan munculnya pita-pita serapan baru yang disebabkan oleh keberadaan gugus nitro.

Adanya variasi intensitas dari pita serapan yang ditimbulkan oleh vibrasi ulur ikatan O-H dan C-OH pada spektrum-spektrum FTIR nitroselulosa menunjukkan bahwa tingkat substitusi gugus nitro yang dapat dicapai pada tiap-tiap perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 ialah berbeda-beda. Hal ini didukung pula dengan data uji fisik berupa uji pembakaran nitroselulosa yang ditunjukkan pada Lampiran XI (Tabel L.11.1 dan Tabel L.11.2). Data uji pembakaran menunjukkan adanya perbedaan sifat nyala api dan waktu pembakaran. Sifat nyala api yang semakin besar dan waktu pembakaran yang semakin singkat mengindikasikan bahwa tingkat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa semakin besar pula.



Gambar 4.2 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3



Gambar 4.3 Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3

Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa pada penelitian ini ditentukan menggunakan metode perbandingan absorbansi, yakni melalui pengukuran penurunan intensitas pita serapan yang disebabkan oleh vibrasi ulur ikatan C-OH nitroselulosa relatif terhadap kapas. Adapun pita serapan lain yang memungkinkan digunakan untuk tujuan ini adalah pita serapan yang disebabkan oleh vibrasi ulur ikatan O-H. Namun, gugus hidroksil dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air sehingga dapat menimbulkan kesalahan analisis. Oleh karena itulah pita serapan tersebut tidak dipilih.

Melalui pengolahan data Tabel L.9.3 dan Tabel L.9.4, diperoleh grafik hubungan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$ (Gambar 4.2) serta grafik hubungan derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$ (Gambar 4.3). Gambar 4.2 dan Gambar 4.3 menunjukkan pola yang sama. Hal ini disebabkan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa merupakan representasi langsung dari derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa.

Dari Gambar 4.2, tampak terdapat peningkatan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik dari perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 1 : 1$ hingga $2 : 1$. Sementara itu, terdapat penurunan persentase mol nitrogen dari perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 2 : 1$ hingga $3,5 : 1$. Persentase mol nitrogen tertinggi dicapai pada perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 2 : 1$. Adanya peningkatan persentase mol nitrogen dari perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 1 : 1$ hingga $2 : 1$ tersebut dimungkinkan karena laju pembentukan nitroselulosa semakin tinggi, sementara laju pembentukan oksiselulosa yang merupakan produk samping semakin rendah. Hal ini didasarkan pada pernyataan Lunge (1901) yang menyebutkan bahwa oksiselulosa cenderung terbentuk lebih sedikit pada penggunaan campuran penitrasi yang lebih pekat. Adapun campuran penitrasi yang digunakan pada sintesis nitroselulosa dari perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3 = 1 : 1$ hingga $2 : 1$ ialah semakin pekat karena perbandingan berat $H_2SO_4 : HNO_3$ semakin besar. Oleh sebab itu, oksiselulosa yang terbentuk cenderung lebih sedikit. Oksiselulosa merupakan senyawa yang terbentuk sebagai hasil oksidasi dari selulosa oleh zat pengoksidasi. Dalam hal ini, selulosa dimungkinkan teroksidasi oleh HNO_3 yang merupakan oksidator kuat

(Fessenden dan Fessenden, 1982) selama reaksi nitrasi berlangsung. Struktur kimia selulosa (Gambar 2.4) menunjukkan bahwa pada tiap-tiap unit anhidroglukosa terdapat alkohol primer dan sekunder yang memiliki kecenderungan teroksidasi. Alkohol primer akan teroksidasi menjadi aldehida. Melalui oksidasi lebih lanjut, aldehida akan teroksidasi menjadi asam karboksilat. Sementara itu, alkohol sekunder akan teroksidasi menjadi keton. Adanya pembentukan oksiselulosa tersebut akan berdampak pada penurunan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa.

Pembentukan oksiselulosa dalam jumlah cukup signifikan teramati pada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$ dan $1,5 : 1$. Pembentukan oksiselulosa tersebut dapat diamati pada pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 1.650 cm^{-1} . Pada spektrum-spektrum FTIR nitroselulosa, pita serapan pada bilangan gelombang tersebut dihasilkan dari tumpang tindih dua pita serapan yang disebabkan oleh vibrasi ulur asimetris ikatan N-O pada gugus nitro dan vibrasi ulur ikatan C=O dari oksiselulosa yang dapat terbentuk. Dari spektrum FTIR nitroselulosa dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$ tanpa menggunakan gelombang ultrasonik (Gambar L.8.2), dapat dilihat bahwa terdapat pita serapan dengan intensitas kuat pada bilangan gelombang sekitar 1.650 cm^{-1} . Namun, persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa dari perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ tersebut ialah yang paling rendah di antara perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ lainnya. Hal ini mengindikasikan bahwa pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1.650 cm^{-1} tersebut didominasi oleh vibrasi ulur ikatan C=O dari oksiselulosa yang terbentuk. Sementara itu, dari spektrum FTIR nitroselulosa dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1,5 : 1$ tanpa menggunakan gelombang ultrasonik (Gambar L.8.3), dapat dilihat bahwa terdapat pita serapan dengan intensitas sedang pada bilangan gelombang sekitar 1.650 cm^{-1} dibandingkan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$. Akan tetapi, persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa dari perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1,5 : 1$ tersebut lebih tinggi daripada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$. Hal ini mengindikasikan bahwa oksiselulosa yang terbentuk pada sintesis nitroselulosa dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1,5 : 1$ lebih sedikit daripada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$.

Dari spektrum FTIR nitroselulosa dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$ dan $1,5 : 1$ tanpa menggunakan gelombang

ultrasonik, dapat dilihat pula bahwa pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1.025 cm^{-1} berhimpit dengan pita serapan di sebelah kirinya, yakni pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1.050 cm^{-1} sehingga pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1.025 cm^{-1} tidak terbedakan. Hal ini disebabkan pembentukan oksiselulosa yang lebih dominan pada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ tersebut dibandingkan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ lainnya. Di samping itu, dari spektrum FTIR nitroselulosa dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$ tanpa menggunakan gelombang ultrasonik (Gambar L.8.4), dapat dilihat bahwa kecenderungan pergeseran serapan C-O pada alkohol primer (sekitar bilangan gelombang 1.025 cm^{-1}) menuju ke nilai bilangan gelombang yang lebih besar teramati lebih jelas dibandingkan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ lainnya, yakni $2,5 : 1$ – $3,5 : 1$. Hal ini dimungkinkan karena adanya efek induksi dari gugus karbonil yang terbentuk sebagai hasil oksidasi dari gugus hidroksil pada atom C-2 dan C-3 selulosa. Gugus karbonil yang lebih bersifat menarik elektron daripada gugus hidroksil (Fessenden dan Fessenden, 1982) akan menarik elektron ikatan C-O pada alkohol primer lebih kuat sehingga ikatan C-O pada alkohol primer makin pendek. Makin pendeknya ikatan C-O pada alkohol primer tersebut akan menyebabkan energi yang dibutuhkan untuk melakukan vibrasi ulur makin besar sehingga pita serapannya akan muncul pada bilangan gelombang yang lebih besar pula.

Adanya penurunan persentase mol nitrogen dari perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$ hingga $3,5 : 1$ dikarenakan beberapa hal berikut. Pertama, seiring dengan semakin besarnya perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$, maka semakin banyak pula jumlah mol H_2SO_4 yang terdapat dalam campuran penitrasi. Hal ini berarti bahwa jumlah mol H^+ yang tersedia sebagai katalis reaksi hidrolisis nitroselulosa juga semakin banyak. Akibatnya reaksi hidrolisis nitroselulosa berlangsung semakin efektif. Selain itu, jumlah mol H_2SO_4 yang semakin banyak dalam campuran penitrasi akan memperbesar probabilitas terbentuknya ester sulfat sebagai salah satu produk samping reaksi nitrasi. Ester sulfat yang terbentuk dapat mengurangi stabilitas nitroselulosa.

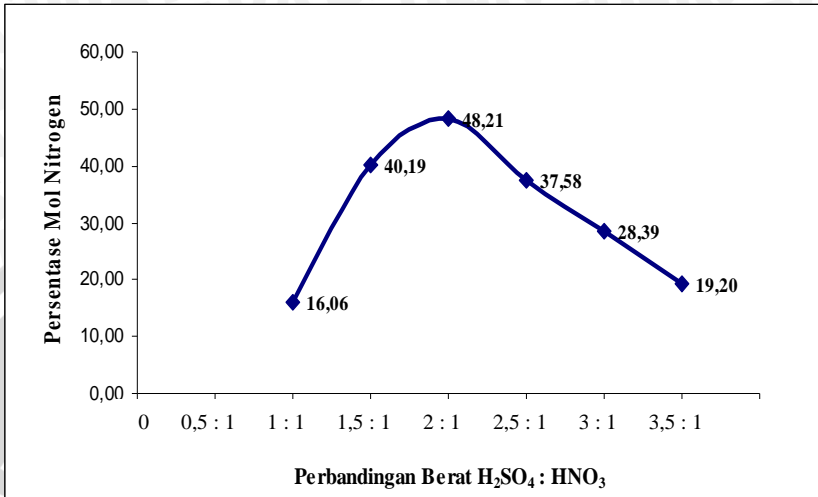
Persentase mol nitrogen tertinggi yang dapat dicapai ialah sebesar 49,40% atau setara dengan derajat substitusi sebesar 1,48. Persentase mol nitrogen tertinggi tersebut dicapai pada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$. Hal ini dimungkinkan karena derajat

substitusi gugus nitro telah mencapai nilai maksimum pada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ tersebut.

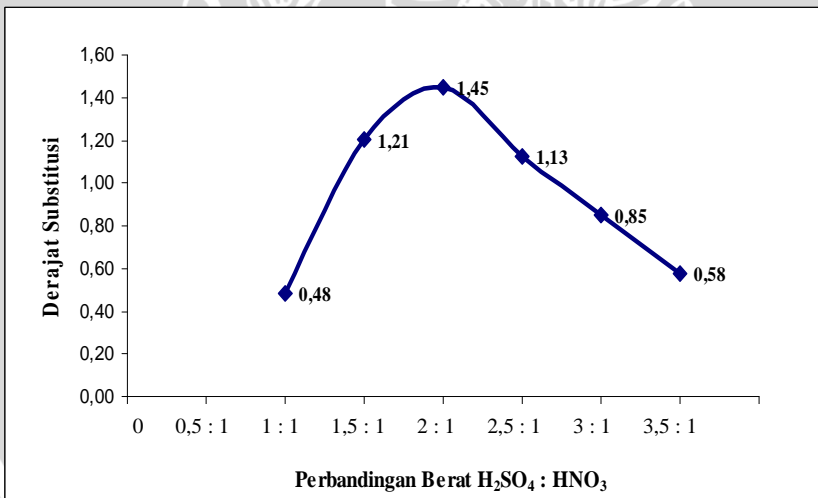
4.2 Pengaruh Penggunaan Gelombang Ultrasonik pada Reaksi Nitrasi Kapas terhadap Persentase Mol Nitrogen dalam Nitroselulosa

Dari Gambar 4.4, tampak terdapat peningkatan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik dari perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1 : 1$ hingga $2 : 1$. Sementara itu, terdapat penurunan persentase mol nitrogen dari perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$ hingga $3,5 : 1$. Adapun persentase mol nitrogen tertinggi dicapai pada perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$, yakni sebesar 48,21% atau setara dengan derajat substitusi sebesar 1,45. Pola peningkatan dan penurunan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik tersebut serupa dengan tanpa menggunakan gelombang ultrasonik. Namun, terdapat kecenderungan bahwa persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik lebih rendah daripada tanpa menggunakan gelombang ultrasonik (Gambar 4.6). Hal ini dikarenakan laju pembentukan oksiselulosa semakin besar di bawah pengaruh temperatur reaksi nitrasi yang semakin tinggi (Urbanski, 1965). Temperatur sistem pada sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik mencapai hingga 42°C .

Dari spektrum FTIR nitroselulosa hasil sintesis dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$; $2,5 : 1$; $3 : 1$; dan $3,5 : 1$ menggunakan gelombang ultrasonik (Gambar L.8.11-Gambar L.8.14), dapat dilihat bahwa fenomena pergeseran serapan C-O pada alkohol primer (sekitar bilangan gelombang 1.025 cm^{-1}) menuju ke nilai bilangan gelombang yang lebih besar teramati lebih jelas dibandingkan spektrum FTIR nitroselulosa hasil sintesis dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$; $2,5 : 1$; $3 : 1$; dan $3,5 : 1$ tanpa menggunakan gelombang ultrasonik. Hal tersebut menunjukkan bahwa produk samping yang berupa oksiselulosa terbentuk semakin banyak pada sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik yang tidak disertai dengan penjagaan temperatur sistem selama reaksi nitrasi berlangsung.

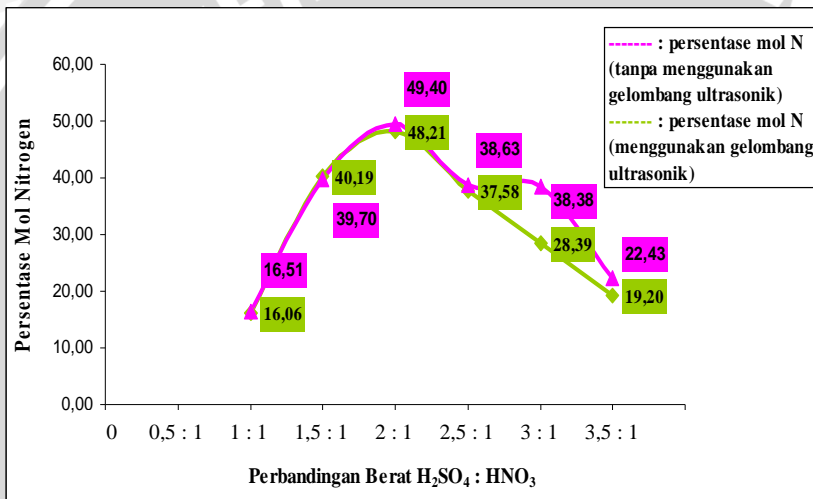


Gambar 4.4 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3



Gambar 4.5 Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik terhadap perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3

Adapun proses pengadukan yang dilakukan (secara manual) turut mempengaruhi tren persentase mol nitrogen yang teramati. Pengadukan tersebut dapat menyebabkan penyerapan energi gelombang ultrasonik oleh medium semakin besar sehingga menurunkan nilai intensitas gelombang ultrasonik. Akibatnya, transfer energi oleh gelombang ultrasonik ke dalam sistem melalui medium air menjadi kurang optimal. Dengan demikian, faktor yang lebih dominan mempengaruhi tren persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik adalah faktor peningkatan temperatur.



Gambar 4.6 Perbandingan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis (tanpa dan menggunakan gelombang ultrasonik)

Data persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa yang dihitung secara terpisah berdasarkan alkohol primer dan sekunder (Tabel L.9.1, Tabel L.9.2, Tabel L.9.5, dan Tabel L.9.6) menunjukkan reaktivitas relatif dari tiap gugus hidroksil tersebut. Dari data tersebut, diketahui bahwa persentase mol nitrogen yang dihitung berdasarkan alkohol primer cenderung lebih tinggi daripada alkohol sekunder, baik pada sintesis nitroselulosa tanpa maupun menggunakan gelombang ultrasonik. Hal itu mengindikasikan bahwa alkohol primer yang terikat pada atom C-6 cenderung memiliki reaktivitas yang lebih tinggi dalam reaksi nitrasi daripada alkohol sekunder yang terikat pada atom C-2

dan C-3. Kecenderungan reaktivitas tersebut sesuai dengan pernyataan Solomons (1991) yang menyebutkan bahwa reaktivitas glukosa terletak pada atom C-6. Reaktivitas ini meningkat oleh adanya efek induksi dari beberapa gugus hidroksil di sekitar atom C-6 yang menyebabkan sifat keasaman hidroksil yang terikat pada atom C-6 lebih besar.

Nitroselulosa hasil sintesis memiliki derajat substitusi di bawah nilai minimum yang memenuhi kualifikasi untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan propelan, khususnya jenis *single-base*, yakni derajat substitusi sebesar 2,50 (Tarmansyah, 2011). Adapun derajat substitusi tertinggi yang dapat dicapai pada sintesis nitroselulosa tanpa menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebesar 1,48; sedangkan pada sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebesar 1,45. Hal ini dikarenakan besarnya persentase air dalam campuran penitrasi sehingga menyebabkan pembentukan ion NO_2^+ menjadi kurang maksimum serta pembentukan produk samping yang berupa oksiselulosa meningkat.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa:

1. Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa cenderung meningkat hingga perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 ialah 2 : 1 dan cenderung menurun setelahnya. Persentase mol nitrogen tertinggi yang dicapai pada sintesis nitroselulosa tanpa menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebesar 49,40% atau setara dengan derajat substitusi sebesar 1,48; sedangkan pada sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik ialah sebesar 48,21% atau setara dengan derajat substitusi sebesar 1,45.
2. Penggunaan gelombang ultrasonik pada reaksi nitrasi kapas tidak efektif untuk meningkatkan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa.

5.2 Saran

Sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik hendaknya tidak disertai pengadukan (secara manual) agar proses transfer energi oleh gelombang ultrasonik melalui medium air tidak terganggu.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhavan, J., 2004, **The Chemistry of Explosives**, Globalspec, Inc., New York.
- Berthelot, J.Y. Bernard, and B. Desmazieres, 1995, Action of Tetrabutylammonium Tri Bromide with *Para*-substituted Chalcones in Protic and Aprotic Media, *Chan. J. Chem.* **15**: 1526-1530.
- Bouchard, F.J., R.C. Gunnes, and R.L. Stern, 1946, Manufacturing Nitrocellulose, *United States Patent*, **2,403,493**: 2.
- Collop, C. and M. Deffenbaugh, 2008, **Cotton Classroom**, University of Missouri, Columbia.
- Direktorat Tanaman Semusim, 2001, **Tanaman Kapas**, Direktorat Jenderal Perkebunan, Jakarta.
- Fengel, D. dan G. Wegener, 1985, **Kayu: Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-Reaksi**, Alih Bahasa: Dr. Hardjono Sastrohamidjojo, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Fessenden, R.J. dan J.S. Fessenden, 1982, **Kimia Organik, Edisi Ketiga, Jilid 1**, Alih Bahasa: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- Grime, R.W., 2008, Enthalpy Calculation, <http://www.chemsheets.co.uk/AS/CHEM2.1/AS.CHEM2.1.006.pdf>, Tanggal akses: 2 Maret 2011.
- Halliday, D. dan R. Resnick, 1984, **Fisika, Jilid 1**, Alih Bahasa: Pantur Silaban dan Erwin Sucipto, Erlangga, Jakarta.
- Han, J.S. and S.R. Jeffrey, 1997, **Chemical Composition of Fibers**, CRC Press, London.
- Hartaya, K., 2010, Korelasi Kadar Nitrogen dalam Nitroselulosa, *Majalah Sains dan Teknologi Dirgantara*, **5**: 82.

- Kane, W., 1988, **Fisika, Edisi Ketiga**, ITB, Bandung.
- Koenig, J.L., 1982, New Data Processing Techniques in FT-IR Spectroscopy, *Pure & Appl. Chem.*, **54**: 439-446.
- Koenig, J.L. and D. Kormos, 1979, Quantitative Infrared Spectroscopic Measurement of Mixture without External Calibration, *J. App. Spec.*, **33**: 349-350.
- Ledgard, J.B., 2007, **The Preparatory Manual of Explosives**, Seattle, USA.
- Levan, 1989, Thermal Degradation, <http://www.fpl.fs.fed.us/documnts/pdf1989/levan89a.pdf>, Tanggal akses: 2 Maret 2011.
- Lunge, G., 1901, Researches on Nitrocellulose, *J. Am. Chem. Soc.*, **23**: 553-556.
- Mason, T.J., 1997, **Sonochemistry**, Oxford University Press, New York.
- Melius, C.F., 1987, Molecular Decomposition Mechanisms of Energetic Materials, *J. de Phys.*, **4**: 341.
- Morrison, R.T. and R.N. Boyd, 1992, **Organic Chemistry, Sixth Edition**, Prentice Hall Inc., New York.
- Mulyono, 2005, **Membuat Reagen Kimia di Laboratorium**, Bumi Aksara, Bandung.
- Nickel, R. R., 2003, Fast-Burning Nitrocellulose Compositions, *United States Patent*, **6,645,325**: 4.
- Puttmer, A., 1998, **Ultrasonic Density Sensor for Liquid**, Shaker Verlag, Germany.

Robinson, J.W., E.M.S. Frame, and G.M. Frame II, 2005, **Undergraduate Instrumental Analysis, Sixth Edition**, Taylor & Francis e-Library, New York.

Sahala, S.S., 2005, Pengendalian Hama Belalang Kembara (*Locusta migratoria*) dengan Menggunakan Gelombang Ultrasonik di Kalimantan Barat, <http://www.damandiri.or.id/file/stepanussahalaunairringkasan.pdf>, Tanggal akses: 2 Maret 2011.

Sears, F.W. dan M.W. Zemansky, 1985, **Mekanika, Panas, dan Bunyi**, Alih Bahasa: Sudarjana, Binacipta, Jakarta.

Shih, A., L. Yuan, T.C. Yu, F.G. Shu, and W.T. Kuo, 2006, A Facile and Efficient Synthesis of Aryltriethoxysilanes via Sonochemical Barbier-Type Reaction, *Tetrahedron Letters*, **47**: 7085-7087.

Siahaan, T., 2009, Potensi Tandan Kosong Kelapa Sawit sebagai Sumber Selulosa dalam Pembuatan Nitroselulosa, Fakultas Pertanian Program Pascasarjana Universitas Brawijaya, Disertasi.

Singh, V.P.K., K. Kanwal, Anupam, and G.L. Kad, 1998, **Ultrasound: A Boon in the Synthesis of Organic Compounds**, Department of Chemistry Panjab University, Chandigarh.

Solomons, T.W.G., 1991, **Organic Chemistry, Fifth Edition**, John Wiley and Sons, New York.

Susanto, R., 1998, Sintesis Senyawa Asetil Amilopektin Melalui Reaksi Asetilasi, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Skripsi.

Suslick, K.S. and G.J. Price, 1999, Application of Ultrasound to Material Chemistry, *Annual Review of Urbana*, **29**: 295-326.

Tarmansyah, 2011, **Pemanfaatan Serat Rami untuk Pembuatan Selulosa**, Departemen Pertahanan Republik Indonesia, Jakarta.

Trisnobudi, A., 2003, **Aplikasi Ultrasonik**, ITB, Bandung.

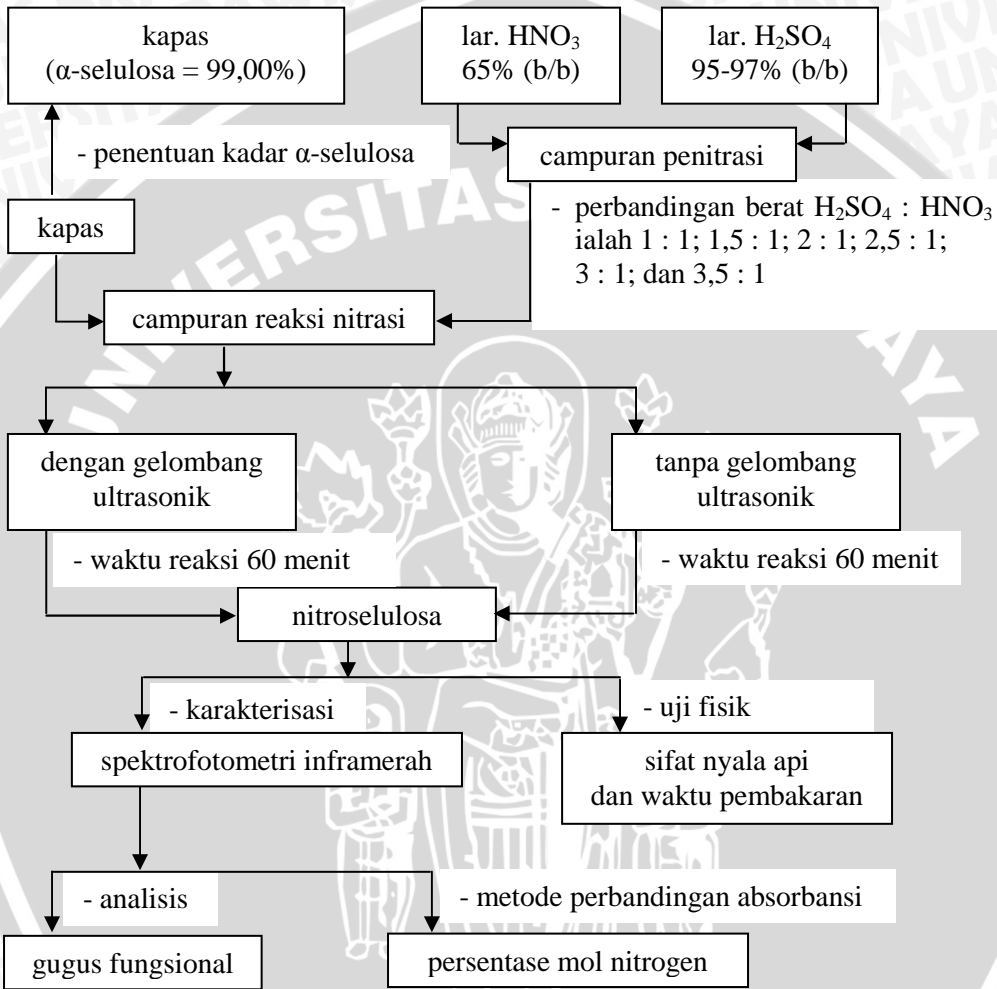
Urbanski, T., 1964, **Chemistry and Technology of Explosives, Vol. I**, Pergamon Press, London.

Urbanski, T., 1965, **Chemistry and Technology of Explosives, Vol. II**, Pergamon Press, London.

Wenxiang, H. and J. Wang, 2001, Combinatorial Catalysis with Physical, Chemical, and Biological Methodologies, *J. National Sciences Foundation of China*, **3**: 44.



Lampiran I. Diagram Alir Penelitian



Lampiran II. Preparasi Bahan

L.2.1 Penentuan kadar alfa-selulosa dalam kapas

Kapas ditimbang sebanyak 2,50 gram. Kapas dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada temperatur 100°C. Kapas disimpan dalam desikator selama 60 menit. Kapas ditimbang sebanyak 2,00 gram dalam gelas kimia 250 mL yang dilengkapi penutup berupa gelas arloji lalu ditempatkan dalam *water bath*. Temperatur dalam *water bath* diatur pada 20°C. Larutan NaOH 17,5% (b/v) dituang sebanyak 25 mL ke dalam gelas ukur lalu ditempatkan dalam *water bath*. Temperatur dalam *water bath* diatur pada 20°C. Larutan NaOH 17,5% (b/v) (20°C) dituang sebanyak 10 mL ke dalam gelas kimia 250 mL yang berisi kapas. Gelas kimia ditutup dengan gelas arloji. Setelah 2 menit, campuran diaduk dengan spatula. Tiap selang 5 menit berikutnya, larutan NaOH 17,5% (b/v) (20°C) ditambahkan kembali sebanyak 5 mL ke dalam campuran dan campuran diaduk hingga total penambahan sebanyak 25 mL. Campuran dibiarkan selama 30 menit. Akuades (20°C) ditambahkan sebanyak 33 mL ke dalam campuran. Campuran diaduk lalu dibiarkan selama 60 menit. Campuran disaring menggunakan filtrasi vakum. Residu dicuci dengan 100 mL larutan NaOH 8,3% (b/v) (20°C). Pencucian residu dilanjutkan dengan 100 mL akuades. Tahap pencucian diulang sebanyak 2 kali. Larutan CH₃COOH 10% (b/v) sebanyak 15 mL dituang ke dalam corong Buchner yang berisi residu. Residu dibiarkan terendam dalam larutan CH₃COOH 10% (b/v) selama 3 menit sebelum disaring. Residu dicuci dengan 100 mL akuades. Pencucian dengan akuades diulang kembali hingga residu bebas asam, yang ditunjukkan melalui kertas indikator universal. Setelah pH akuades tercapai, residu dicuci kembali dengan 250 mL akuades. Residu dipindahkan ke gelas arloji dan dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada temperatur 100-105°C. Residu disimpan dalam desikator selama 60 menit. Residu ditimbang.

Kadar alfa-selulosa dalam kapas dihitung melalui persamaan berikut.

$$\% \text{ alfa-selulosa (b/b)} = (W_2/W_1) \times 100\%$$

dengan W_1 adalah berat kapas awal dan W_2 adalah berat residu kapas setelah perlakuan.

L.2.2 Preparasi 25 mL larutan NaOH 17,5% (b/v)

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 17,50 gram lalu dilarutkan dengan 100 mL akuades bebas CO₂ dalam gelas kimia 100 mL. Larutan tersebut dituang sebanyak 25 mL ke dalam botol penyimpanan dan diberi label.

Keterangan: Akuades bebas CO₂ dibuat dengan cara sejumlah akuades dididihkan selama beberapa menit lalu didinginkan pada temperatur kamar. Akuades ditutup rapat dengan aluminium foil selama proses pendinginan agar tidak terkena udara luar.

L.2.3 Preparasi 200 mL larutan NaOH 8,3% (b/v)

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 8,30 gram lalu dilarutkan dengan 100 mL akuades bebas CO₂ dalam gelas kimia 100 mL. Langkah kerja di atas diulang sekali lagi agar diperoleh total volume larutan NaOH 8,3% (b/v) sebanyak 200 mL. Larutan tersebut dituang sebanyak 200 mL ke dalam botol penyimpanan dan diberi label.

L.2.4 Preparasi 15 mL larutan CH₃COOH 10% (b/v)

CH₃COOH glasial dipipet sebanyak 2,5 mL ke dalam labu takar 25 mL, ditambahkan akuades hingga tanda batas, dan dikocok hingga homogen. Larutan tersebut dituang sebanyak 15 mL ke dalam botol penyimpanan dan diberi label.

L.2.5 Preparasi larutan NaHCO₃ 10% (b/v)

Padatan NaHCO₃ ditimbang sebanyak 10,00 gram, ditambahkan ±80 mL akuades, dipanaskan di atas *hotplate stirrer* dan diaduk dengan pengaduk magnetik hingga semua padatan terlarut, dituang ke dalam labu takar 100 mL, ditambahkan akuades hingga tanda batas, dan dikocok hingga homogen. Larutan tersebut dituang ke dalam botol penyimpanan dan diberi label.

Lampiran III. Penentuan Perbandingan (Rasio) Nitrasi

R = berat campuran asam/berat kapas
dengan R adalah perbandingan (rasio) nitrasi

Pada penelitian ini dipilih:

$R = 40$

berat kapas = 2,00 gram

maka

R = berat campuran asam/berat kapas

$40 = \text{berat campuran asam} / 2,00 \text{ gram}$

berat campuran asam = $40 \times 2,00 \text{ gram}$

berat campuran asam = 80,00 gram



Lampiran IV. Penentuan Komposisi H₂SO₄ dan HNO₃ dalam Campuran Penitrasi

Berat kapas = 2,00 gram

ρ HNO₃ 65% (b/b) = 1,39 gram/mL

ρ H₂SO₄ 95-97% (b/b) = 1,84 gram/mL

R = 40

a) Perbandingan berat H₂SO₄ : HNO₃ = 1 : 1

Untuk larutan H₂SO₄ 95-97% (b/b)

$$\text{Berat H}_2\text{SO}_4 = \frac{1}{2} \cdot 80,0000 \text{ gram}$$

$$= 40,0000 \text{ gram}$$

Berat air

$$= \frac{4}{96} \cdot 40,0000 \text{ gram}$$

$$= 1,6667 \text{ gram}$$

Total berat H₂SO₄ dan air

$$= 41,6667 \text{ gram}$$

Volume larutan H₂SO₄ 95-97% (b/b)

$$= \frac{41,6667}{1,84} \text{ mL}$$

$$= 22,6449 \text{ mL}$$

$$\approx 22,6 \text{ mL}$$

Untuk larutan HNO₃ 65% (b/b)

$$\text{Berat HNO}_3 = \frac{1}{2} \cdot 80,0000 \text{ gram}$$

$$= 40,0000 \text{ gram}$$

Berat air

$$= \frac{35}{65} \cdot 40,0000 \text{ gram}$$

$$= 21,5385 \text{ gram}$$

Total berat HNO₃ dan air

$$= 61,5385 \text{ gram}$$

Volume larutan HNO₃ 65% (b/b)

$$= \frac{61,5385}{1,39} \text{ mL}$$

$$= 44,2723 \text{ mL}$$

$$\approx 44,3 \text{ mL}$$

- b) Perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1,5 : 1$
Untuk larutan H_2SO_4 95-97% (b/b)

$$\text{Berat } \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{1,5}{2,5} \cdot 80,0000 \text{ gram}$$

$$= 48,0000 \text{ gram}$$

$$\text{Berat air} = \frac{4}{96} \cdot 48,0000 \text{ gram}$$

$$= 2,0000 \text{ gram}$$

$$\text{Total berat } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ dan air} = 50,0000 \text{ gram}$$

$$\text{Volume larutan } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 95-97\% (b/b)} = \frac{50,0000}{1,84} \text{ mL}$$

$$= 27,1739 \text{ mL}$$

$$\approx 27,2 \text{ mL}$$

Untuk larutan HNO_3 65% (b/b)

$$\text{Berat } \text{HNO}_3 = \frac{1}{2,5} \cdot 80,0000 \text{ gram}$$

$$= 32,0000 \text{ gram}$$

$$\text{Berat air} = \frac{35}{65} \cdot 32,0000 \text{ gram}$$

$$= 17,2308 \text{ gram}$$

$$\text{Total berat } \text{HNO}_3 \text{ dan air} = 49,2308 \text{ gram}$$

$$\text{Volume larutan } \text{HNO}_3 \text{ 65\% (b/b)} = \frac{49,2308}{1,39} \text{ mL}$$

$$= 35,4178 \text{ mL}$$

$$\approx 35,4 \text{ mL}$$

- c) Perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$
Untuk larutan H_2SO_4 95-97% (b/b)

$$\text{Berat } \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{2}{3} \cdot 80,0000 \text{ gram}$$

$$= 53,3333 \text{ gram}$$

$$\text{Berat air} = \frac{4}{96} \cdot 53,3333 \text{ gram}$$

$$= 2,2222 \text{ gram}$$

$$\text{Total berat } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ dan air} = 55,5555 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume larutan H}_2\text{SO}_4 \text{ 95-97\% (b/b)} &= \frac{55,5555}{1,84} \text{ mL} \\ &= 30,1932 \text{ mL} \\ &\approx 30,2 \text{ mL} \end{aligned}$$

Untuk larutan HNO₃ 65% (b/b)

$$\begin{aligned} \text{Berat HNO}_3 &= \frac{1}{3} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\ &= 26,6667 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat air} &= \frac{35}{65} \cdot 26,6667 \text{ gram} \\ &= 14,359 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Total berat HNO}_3 \text{ dan air} = 41,0257 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume larutan HNO}_3 \text{ 65\% (b/b)} &= \frac{41,0257}{1,39} \text{ mL} \\ &= 29,5149 \text{ mL} \\ &\approx 29,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

d) Perbandingan berat H₂SO₄ : HNO₃ = 2,5 : 1

Untuk larutan H₂SO₄ 95-97% (b/b)

$$\begin{aligned} \text{Berat H}_2\text{SO}_4 &= \frac{2,5}{3,5} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\ &= 57,1429 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat air} &= \frac{4}{96} \cdot 57,1429 \text{ gram} \\ &= 2,381 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Total berat H}_2\text{SO}_4 \text{ dan air} = 59,5239 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume larutan H}_2\text{SO}_4 \text{ 95-97\% (b/b)} &= \frac{59,5239}{1,84} \text{ mL} \\ &= 32,3499 \text{ mL} \\ &\approx 32,3 \text{ mL} \end{aligned}$$

Untuk larutan HNO₃ 65% (b/b)

$$\begin{aligned} \text{Berat HNO}_3 &= \frac{1}{3,5} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\ &= 22,8571 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Berat air} &= \frac{35}{65} \cdot 22,8571 \text{ gram} \\
 &= 12,3077 \text{ gram} \\
 \text{Total berat HNO}_3 \text{ dan air} &= 35,1648 \text{ gram} \\
 \text{Volume larutan HNO}_3 \text{ 65\% (b/b)} &= \frac{35,1648}{1,39} \text{ mL} \\
 &= 25,2984 \text{ mL} \\
 &\approx 25,3 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- e) Perbandingan berat H_2SO_4 : HNO_3 = 3 : 1
 Untuk larutan H_2SO_4 95-97% (b/b)

$$\begin{aligned}
 \text{Berat H}_2\text{SO}_4 &= \frac{3}{4} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\
 &= 60,0000 \text{ gram} \\
 \text{Berat air} &= \frac{4}{96} \cdot 60,0000 \text{ gram} \\
 &= 2,5000 \text{ gram} \\
 \text{Total berat H}_2\text{SO}_4 \text{ dan air} &= 62,5000 \text{ gram} \\
 \text{Volume larutan H}_2\text{SO}_4 \text{ 95-97\% (b/b)} &= \frac{62,5000}{1,84} \text{ mL} \\
 &= 33,9674 \text{ mL} \\
 &\approx 34,0 \text{ mL} \\
 \text{Untuk larutan HNO}_3 \text{ 65\% (b/b)} & \\
 \text{Berat HNO}_3 &= \frac{1}{4} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\
 &= 20,0000 \text{ gram} \\
 \text{Berat air} &= \frac{35}{65} \cdot 20,0000 \text{ gram} \\
 &= 10,7692 \text{ gram} \\
 \text{Total berat HNO}_3 \text{ dan air} &= 30,7692 \text{ gram} \\
 \text{Volume larutan HNO}_3 \text{ 65\% (b/b)} &= \frac{30,7692}{1,39} \text{ mL} \\
 &= 22,1361 \text{ mL} \\
 &\approx 22,1 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- f) Perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 3,5 : 1$
Untuk larutan H_2SO_4 95-97% (b/b)

$$\begin{aligned}\text{Berat } \text{H}_2\text{SO}_4 &= \frac{3,5}{4,5} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\ &= 62,2222 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat air} &= \frac{4}{96} \cdot 62,2222 \text{ gram} \\ &= 2,5926 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Total berat } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ dan air} = 64,8148 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume larutan } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 95-97\% (b/b)} &= \frac{64,8148}{1,84} \text{ mL} \\ &= 35,2254 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}& \approx 35,2 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk larutan HNO_3 65% (b/b)

$$\begin{aligned}\text{Berat } \text{HNO}_3 &= \frac{1}{4,5} \cdot 80,0000 \text{ gram} \\ &= 17,7778 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat air} &= \frac{35}{65} \cdot 17,7778 \text{ gram} \\ &= 9,5727 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Total berat } \text{HNO}_3 \text{ dan air} = 27,3505 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume larutan } \text{HNO}_3 \text{ 65\% (b/b)} &= \frac{27,3505}{1,39} \text{ mL} \\ &= 19,6766 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}& \approx 19,7 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk lebih jelasnya, komposisi H_2SO_4 dan HNO_3 dalam campuran penitrasi disajikan dalam Tabel L.4.1.

Tabel L.4.1 Komposisi H_2SO_4 dan HNO_3 dalam campuran penitrasi

No	$\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$	Berat H_2SO_4 (gram)	Berat HNO_3 (gram)	Volume Larutan H_2SO_4 95-97% (b/b) (mL)	Volume Larutan HNO_3 65% (b/b) (mL)
a)	1 : 1	40,0000	40,0000	22,6	44,3
b)	1,5 : 1	48,0000	32,0000	27,2	35,4
c)	2 : 1	53,3333	26,6667	30,2	29,5
d)	2,5 : 1	57,1429	22,8571	32,3	25,3
e)	3 : 1	60,0000	20,0000	34,0	22,1
f)	3,5 : 1	62,2222	17,7778	35,2	19,7

Lampiran V. Penentuan Persentase Air dalam Campuran Penitrasi

Persentase air dalam tiap-tiap campuran penitrasi dihitung sebagai berikut.

$$\% \text{ air (b/b)} = (\text{berat air total/berat larutan total}) \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{a) } \% \text{ air (b/b)} &= \{(1,6667 + 21,5385) \text{ gram}/(40,0000 + 40,0000 + \\ & 1,6667 + 21,5385) \text{ gram}\} \times 100\% \\ &= 22,4845\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{b) } \% \text{ air (b/b)} &= \{(2,0000 + 17,2308) \text{ gram}/(48,0000 + 32,0000 + \\ & 2,0000 + 17,2308) \text{ gram}\} \times 100\% \\ &= 19,3799\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{c) } \% \text{ air (b/b)} &= \{(2,2222 + 14,359) \text{ gram}/(53,3333 + 26,6667 + \\ & 2,2222 + 14,359) \text{ gram}\} \times 100\% \\ &= 17,1681\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{d) } \% \text{ air (b/b)} &= \{(2,381 + 12,3077) \text{ gram}/(57,1429 + 22,8571 + \\ & 2,381 + 12,3077) \text{ gram}\} \times 100\% \\ &= 15,5126\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{e) } \% \text{ air (b/b)} &= \{(2,5000 + 10,7692) \text{ gram}/(20,0000 + 60,0000 + \\ & 2,5000 + 10,7692) \text{ gram}\} \times 100\% \\ &= 14,2268\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{f) } \% \text{ air (b/b)} &= \{(2,5926 + 9,5727) \text{ gram}/(62,2222 + 17,7778 + \\ & 2,5926 + 9,5727) \text{ gram}\} \times 100\% \\ &= 13,1994\% \end{aligned}$$

Lampiran VI. Hubungan Derajat Substitusi dengan Persentase Berat Nitrogen Teoritis dalam Nitroselulosa

Rumus umum nitroselulosa = $C_6H_{10-x}O_{5-x}(ONO_2)_x$

dengan: x = jumlah gugus nitro yang masuk

Hubungan derajat substitusi gugus nitro terhadap atom H pada gugus hidroksil dengan persentase berat nitrogen teoritis dalam nitroselulosa dihitung sebagai berikut.

derajat substitusi = 1

maka $x = 1$, rumus molekul nitroselulosa = $C_6H_9O_4ONO_2$

$$\begin{aligned}\% N &= (1 \times \text{Ar N} / \text{Mr } C_6H_9O_4ONO_2) \times 100\% \\ &= [(1 \times 14) / \{(6 \times 12) + (9 \times 1) + (4 \times 16) + (1 \times 16) + (1 \times 14) + (2 \times 16)\}] \times 100\% \\ &= (14/207) \times 100\% \\ &= 6,7633\%\end{aligned}$$

derajat substitusi = 2

maka $x = 2$, rumus molekul nitroselulosa = $C_6H_8O_3(ONO_2)_2$

$$\begin{aligned}\% N &= (2 \times \text{Ar N} / \text{Mr } C_6H_8O_3(ONO_2)_2) \times 100\% \\ &= [(2 \times 14) / \{(6 \times 12) + (8 \times 1) + (3 \times 16) + (2 \times 16) + (2 \times 14) + (4 \times 16)\}] \times 100\% \\ &= (28/252) \times 100\% \\ &= 11,1111\%\end{aligned}$$

derajat substitusi = 3

maka $x = 3$, rumus molekul nitroselulosa = $C_6H_7O_2(ONO_2)_3$

$$\begin{aligned}\% N &= (3 \times \text{Ar N} / \text{Mr } C_6H_7O_2(ONO_2)_3) \times 100\% \\ &= [(3 \times 14) / \{(6 \times 12) + (7 \times 1) + (2 \times 16) + (3 \times 16) + (3 \times 14) + (6 \times 16)\}] \times 100\% \\ &= (42/297) \times 100\% \\ &= 14,1414\%\end{aligned}$$

Lampiran VII. Hubungan Derajat Substitusi dengan Persentase Mol Nitrogen Teoritis dalam Nitroselulosa

derajat substitusi = 1

$$\begin{aligned}\% N &= (1 \text{ mol}/3 \text{ mol}) \times 100\% \\ &= 33,3333\%\end{aligned}$$

derajat substitusi = 2

$$\begin{aligned}\% N &= (2 \text{ mol}/3 \text{ mol}) \times 100\% \\ &= 66,6667\%\end{aligned}$$

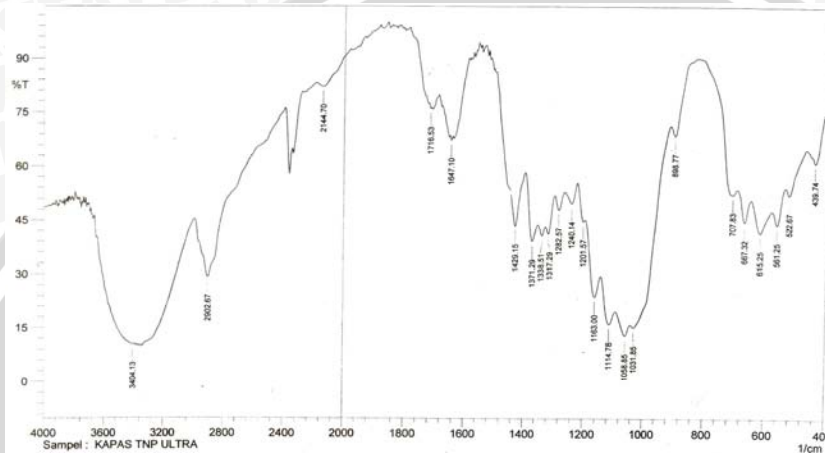
derajat substitusi = 3

$$\begin{aligned}\% N &= (3 \text{ mol}/3 \text{ mol}) \times 100\% \\ &= 100\%\end{aligned}$$



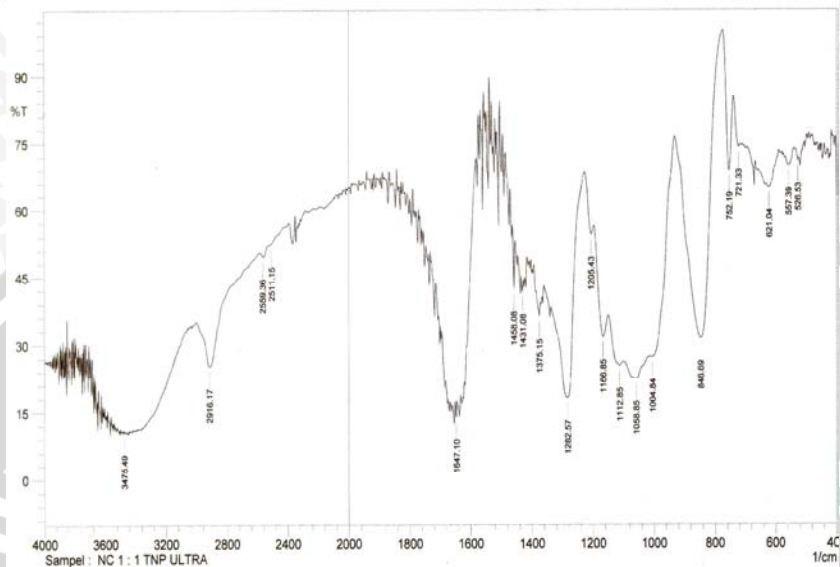
Lampiran VIII. Spektrum FTIR Kapas dan Nitroselulosa

L.8.1 Sintesis nitroselulosa tanpa menggunakan gelombang ultrasonik



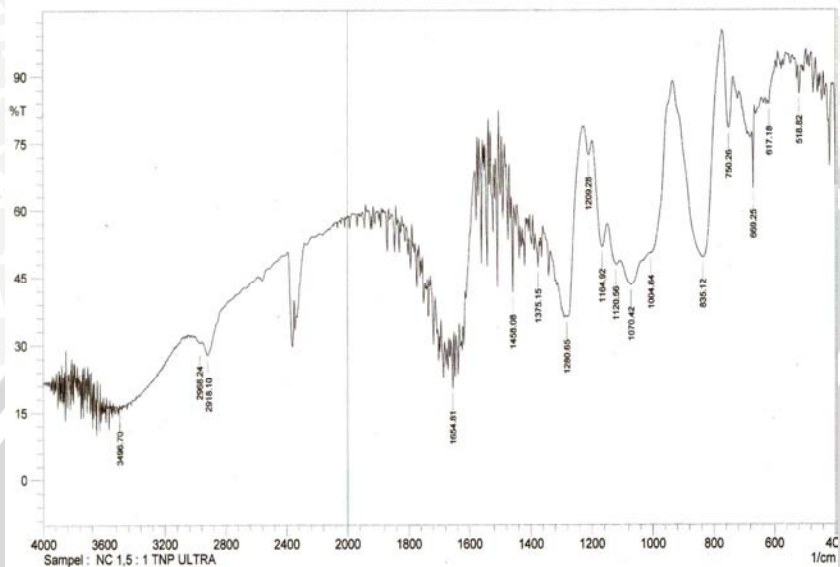
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	439,74	61,259	8,559	468,67	408,88	11,011	1,678
2	522,67	52,351	3,782	534,25	468,67	15,41	0,581
3	561,25	43,94	6,364	578,6	534,25	14,081	1,071
4	615,25	41,613	7,869	646,11	578,6	23,226	2,506
5	667,32	44,684	7,471	692,4	646,11	14,364	1,315
6	707,83	52,368	5,512	825,48	692,4	18,578	-2,389
7	898,77	68,608	6,157	914,2	825,48	8,282	-0,156
8	1031,85	15,216	4,986	1041,49	914,2	63,566	6,416
9	1058,85	12,967	4,192	1093,56	1043,42	40,658	2,958
10	1114,78	16,165	7,744	1143,71	1093,56	35,074	4,148
11	1163	23,841	11,51	1195,78	1143,71	26,823	4,06
12	1201,57	44,613	2,871	1220,86	1195,78	7,922	0,369
13	1240,14	49,649	4,495	1261,36	1220,86	11,58	0,763
14	1282,57	47,877	4,448	1296,08	1261,36	10,356	0,616
15	1317,29	41,119	4,841	1326,93	1296,08	10,673	0,67
16	1338,51	40,609	2,831	1352,01	1326,93	9,44	0,366
17	1371,29	39,038	11,017	1396,37	1352,01	15,35	2,181
18	1429,15	43,246	24,051	1498,59	1396,37	24,157	8,922
19	1647,1	67,309	1,346	1650,95	1641,31	1,616	0,039
20	1716,53	76,027	0,629	1722,31	1714,6	0,897	0,019
21	2144,7	82,042	2,827	2189,06	2005,83	13,12	1,795
22	2902,67	29,206	20,656	2991,39	2391,57	166,114	27,423
23	3404,13	10,381	1,165	3649,07	3394,48	193,093	17,675

Gambar L.8.1 Spektrum FTIR kapas



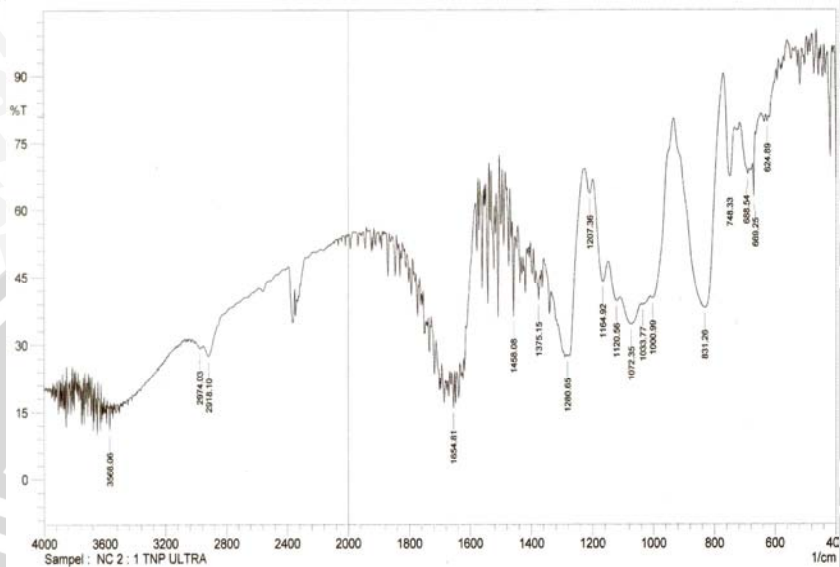
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	526,53	70,949	1,057	536,17	524,6	1,617	0,011
2	557,39	69,903	2,537	567,03	540,03	4,009	0,272
3	621,04	65,031	0,546	622,96	588,25	5,688	0,11
4	721,33	74,094	2,673	736,76	717,47	2,098	0,21
5	752,19	68,848	22,704	773,4	736,76	3,259	2,004
6	846,69	31,456	57,481	929,63	773,4	40,103	3,093
7	1004,84	27,363	3,683	1010,63	931,55	29,07	3,082
8	1058,85	22,42	4,373	1097,42	1012,56	51,84	3,39
9	1112,85	25,384	3,698	1147,57	1099,35	26,811	2,076
10	1166,85	31,749	12,267	1195,78	1149,5	19,083	3,221
11	1205,43	54,535	5,7	1226,64	1195,78	6,884	0,519
12	1282,57	18,181	34,451	1334,65	122,64	49,318	17,946
13	1375,15	36,248	3,707	1384,79	1371,29	5,598	0,298
14	1431,08	41,797	3,04	1434,94	1427,23	2,81	0,123
15	1458,08	42,371	12,134	1463,87	1454,23	2,892	0,375
16	1647,1	13,981	3,541	1650,95	1645,17	4,727	0,348
17	2511,15	52,312	0,292	2516,93	2426,28	24,092	0,07
18	2559,36	49,602	1,359	2576,72	2516,93	17,538	0,239
19	2916,17	25,281	12,823	3001,03	2725,23	125,724	14,981
20	3475,49	10,625	0,232	3479,34	3473,56	5,596	0,026

Gambar L.8.2 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 1:1$)



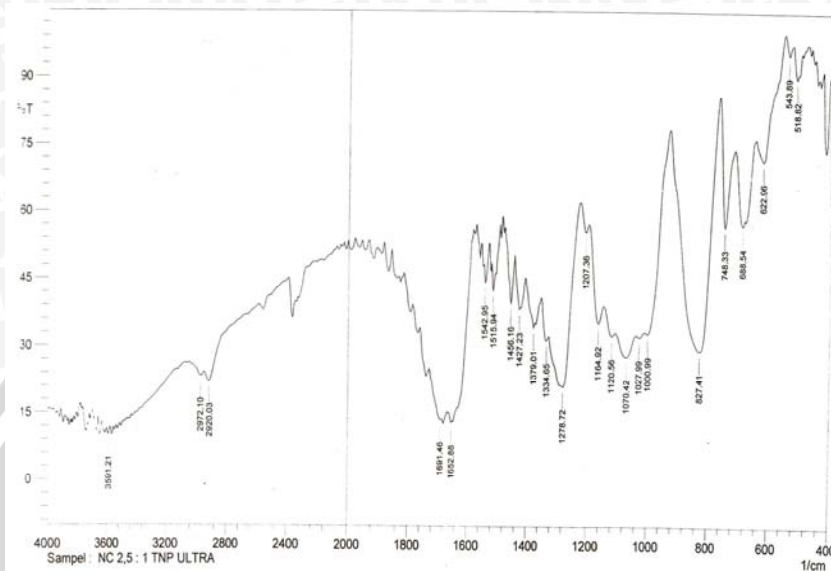
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	518,82	86,01	6,231	522,67	511,1	0,564	0,158
2	617,18	83,591	2,732	622,96	595,96	1,496	0,095
3	669,25	65	15,361	673,11	665,4	1,039	0,305
4	750,26	78,416	15,645	771,47	734,83	2,246	1,385
5	835,12	49,459	46,177	933,48	771,47	27,917	23,775
6	1004,84	50,407	1,041	1006,77	933,48	13,561	0,794
7	1070,42	43,366	5,931	1107,06	1006,77	33,111	2,509
8	1120,56	47,844	3,54	1147,57	1107,06	12,02	0,718
9	1164,92	51,796	11,76	1195,78	1147,57	11,088	2,227
10	1209,28	72,394	4,664	1222,79	1195,78	3,432	0,374
11	1280,65	36,135	3,128	1284,5	1226,64	15,111	-0,581
12	1375,15	47,325	6,184	1384,79	1371,29	3,928	0,3
13	1458,08	41,663	20,157	1463,87	1454,23	2,596	0,594
14	1654,81	20,414	11,746	1660,6	1650,95	5,546	0,77
15	2918,1	27,807	4,718	2952,81	2769,59	85,905	2,584
16	2968,24	30,493	0,182	2972,1	2952,81	9,904	0,015
17	3496,7	15,918	0,745	3500,56	3492,85	6,068	0,064

Gambar L.8.3 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 1,5:1$)



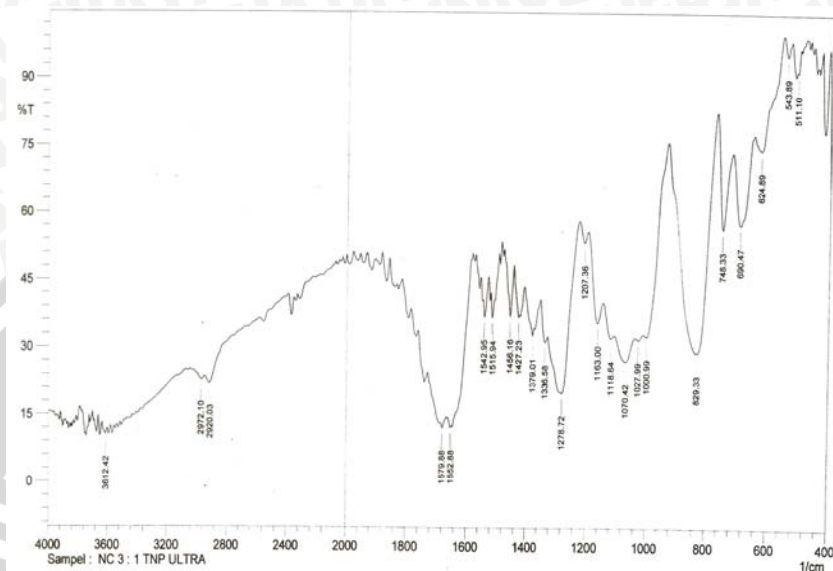
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	624,89	79,734	1,261	630,68	621,04	0,909	0,028
2	669,25	63,062	10,789	673,11	665,4	1,236	0,217
3	688,54	68,098	2,877	715,54	683,75	4,6	0,335
4	748,33	67,578	15,936	769,54	732,9	4,443	1,716
5	831,26	38,129	48,469	931,55	771,47	40,885	29,808
6	1000,99	40,254	4,39	1008,7	933,48	19,441	1,836
7	1033,77	38,841	0,32	1037,63	1010,63	10,916	0,099
8	1072,35	34,512	5,124	1108,99	1037,63	30,992	2,321
9	1120,56	39,638	3,164	1147,57	1108,99	14,357	0,69
10	1164,92	43,942	11,098	1195,78	1147,57	14,281	2,464
11	1207,36	63,651	4,217	1222,79	1195,78	4,909	0,392
12	1280,65	27,489	0,208	1284,5	1276,79	4,314	0,013
13	1375,15	39,911	5,699	1384,79	1371,29	4,891	0,321
14	1458,08	36,243	19,088	1463,87	1454,23	3,091	0,636
15	1654,81	15,971	8,017	1660,6	1650,95	6,679	0,692
16	2918,1	27,498	3,922	2952,81	2775,38	85,667	1,891
17	2974,03	29,248	0,187	2985,8	2970,17	8,196	0,028
18	3568,06	11,016	5,89	3573,65	3564,21	8,196	0,732

Gambar L.8.4 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 2:1$)



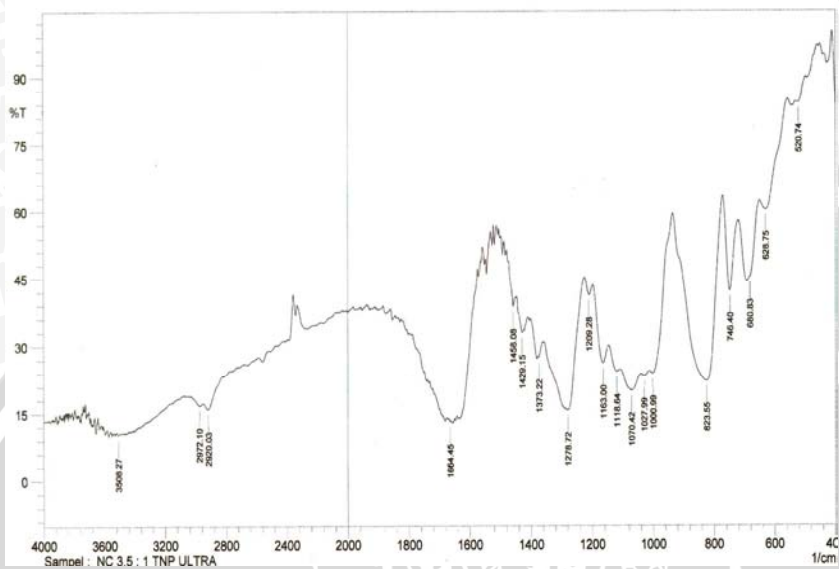
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	518,82	90,075	3,016	532,32	513,03	0,646	0,159
2	543,89	95,301	3,367	559,32	532,32	0,338	0,2
3	622,96	71,655	11,838	649,97	559,32	7,932	2,656
4	688,54	57,093	3,94	717,47	682,75	6,966	0,656
5	748,33	56,733	24,446	769,54	717,47	8,615	3,528
6	827,41	29,249	54,039	933,48	771,47	54,069	40,234
7	1000,99	32,866	6,082	1010,63	933,48	24,136	1,675
8	1027,99	32,133	0,73	1039,56	1010,63	14,092	0,136
9	1070,42	27,818	4,983	1107,06	1039,56	35,396	2,734
10	1120,56	32,366	2,691	1147,57	1107,06	18,689	0,684
11	1164,92	35,153	10,183	1197,71	1147,57	18,969	2,649
12	1207,36	55,362	3,492	1226,64	1197,71	6,878	0,382
13	1278,72	21,092	25,558	1326,93	1226,64	50,45	15,797
14	1334,65	31,326	3,581	1352,01	1326,93	11,845	0,808
15	1379,01	34,114	2,368	1407,94	1375,15	13,541	0,486
16	1427,23	38,052	2,81	1444,58	1423,37	7,988	0,454
17	1456,16	39,355	13,077	1477,37	1444,58	10,905	1,932
18	1515,94	42,187	5,361	1521,73	1508,23	4,721	0,34
19	1542,95	43,992	5,338	1546,8	1529,45	5,598	0,46
20	1652,88	13,022	1,085	1660,6	1649,02	9,966	0,214
21	1691,46	13,731	1,121	1730,03	1687,6	31,724	0,776
22	2920,03	22,117	3,485	2950,89	2677,01	140,826	-2,991
23	2972,1	23,314	1,357	3024,18	2950,89	44,943	0,841
24	3591,21	10,158	1,498	3600,85	3579,64	20,499	0,703

Gambar L.8.5 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 2,5:1$)



No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	511,1	91,818	1,211	513,03	503,39	0,254	0,018
2	543,89	95,425	3,853	559,32	532,32	0,309	0,235
3	624,89	74,339	9,229	648,04	559,32	7,211	2,367
4	690,47	57,505	4,856	717,47	682,75	6,98	0,721
5	748,33	56,548	22,558	769,54	717,47	8,979	3,401
6	829,33	29,166	51,063	933,48	771,47	54,42	38,074
7	1000,99	32,609	5,87	1010,63	933,48	24,275	1,171
8	1027,99	31,91	0,755	1039,56	1010,63	14,171	0,141
9	1070,42	27,177	5,413	1108,99	1039,56	36,794	3,011
10	1118,64	32,255	2,515	1145,64	1108,99	16,825	0,698
11	1163	35,593	9,957	1195,78	1145,64	18,969	2,676
12	1207,36	53,405	3,421	1224,71	1195,78	7,455	0,404
13	1278,72	20,033	24,898	1326,93	1226,64	51,957	16,036
14	1336,58	31,284	4,468	1352,01	1326,93	11,839	0,854
15	1379,01	32,727	3,194	1407,94	1373,22	15,022	0,726
16	1427,23	36,713	2,658	1444,58	1423,37	8,3	0,424
17	1456,16	36,965	11,783	1471,59	1444,58	10,06	1,647
18	1515,94	36,623	4,994	1521,73	1508,23	5,518	0,362
19	1542,95	36,821	5,014	1546,8	1529,45	6,838	0,511
20	1652,88	12,198	1,103	1660,6	1649,02	10,276	0,233
21	1679,88	12,144	1,421	1683,74	1666,38	15,194	0,345
22	2920,03	22,015	2,798	2950,89	2675,08	147,448	-2,775
23	2972,1	22,841	1,133	3024,18	2950,89	45,829	0,724
24	3612,42	10,447	0,734	3616,28	3606,64	9,293	0,136

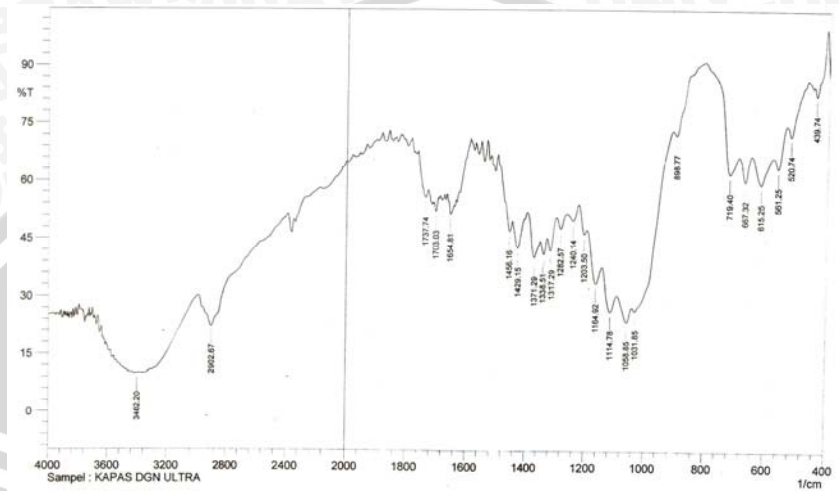
Gambar L.8.6 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 3:1$)



No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	520,74	84,321	0,434	522,67	497,6	1,546	0,041
2	628,75	60,27	6,673	648,04	555,46	14,766	1,943
3	680,83	45,126	1,067	682,75	648,04	9,492	-0,065
4	746,4	42,171	18,607	769,54	719,4	14,6	3,655
5	823,55	22,186	39,661	933,48	771,47	74,26	39,702
6	1000,99	23,853	4,942	1010,63	935,41	33,106	2,473
7	1027,99	23,287	0,672	1039,56	1012,56	16,906	0,173
8	1070,42	20,112	4,039	1107,06	1039,56	44,583	2,959
9	1118,64	24,289	1,878	1143,71	1108,99	20,404	0,706
10	1163	26,23	8,482	1195,78	1145,64	25,465	3,165
11	1209,28	41,259	2,985	1222,79	1195,78	9,974	0,409
12	1278,72	15,736	23,501	1355,86	1224,71	81,436	25,48
13	1373,22	27,636	0,467	1375,15	1361,65	7,238	0,018
14	1429,15	32,99	1,867	1446,51	1425,3	9,461	0,311
15	1458,08	38,736	4,899	1471,59	1450,37	7,995	0,544
16	1664,45	13,155	0,362	1668,31	1662,52	5,048	0,032
17	2920,03	16,004	2,572	2950,89	2769,59	125,432	1,194
18	2972,1	16,821	0,953	3029,96	2950,89	59,517	0,862
19	3508,27	10,307	0,55	3517,92	3496,7	20,712	0,249

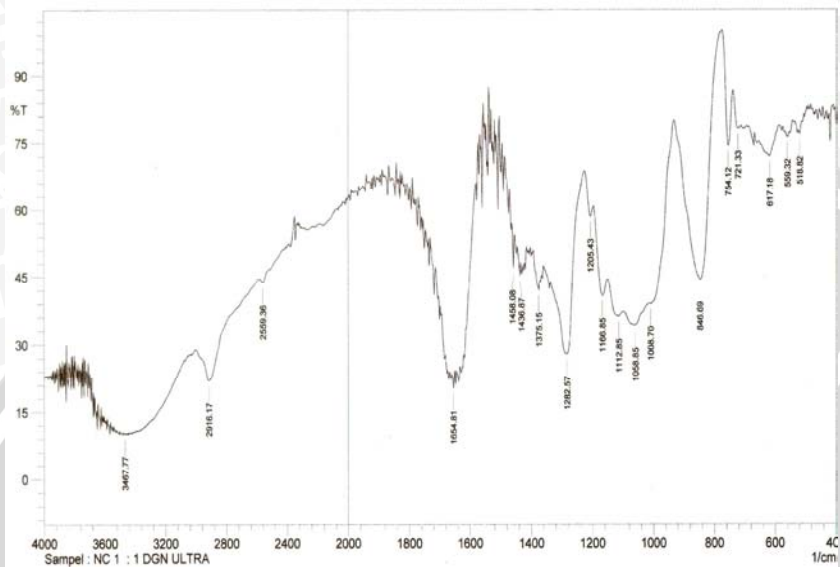
Gambar L.8.7 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 3,5:1$)

L.8.2 Sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik



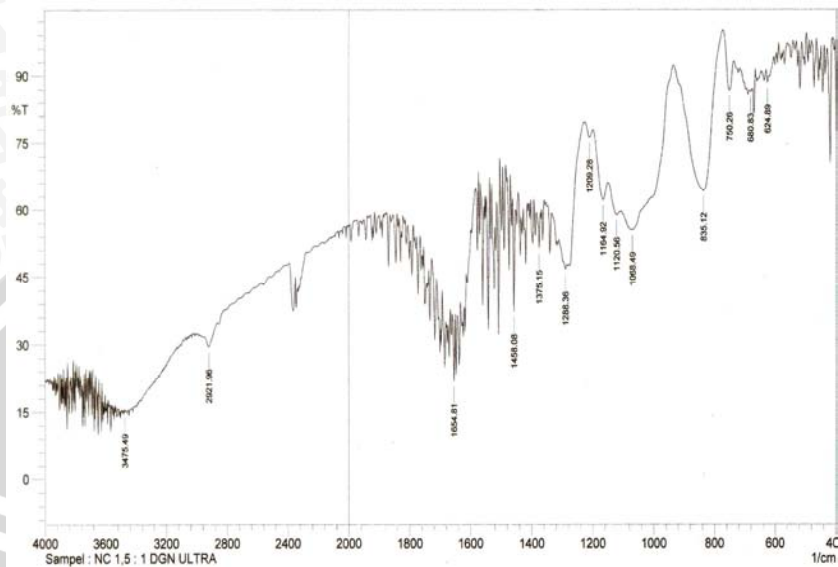
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	439,74	82,502	3,229	447,45	430,1	1,32	0,166
2	520,74	72,185	5,431	536,17	468,67	6,979	0,667
3	561,25	63,624	6,256	578,6	536,17	7,2	0,764
4	615,25	59,333	7,339	648,04	578,6	13,867	1,637
5	667,32	60,131	6,611	688,54	648,04	7,953	0,839
6	719,4	62,019	11,138	804,26	688,54	13,395	0,879
7	898,77	72,175	3,424	912,27	804,26	8,543	-0,859
8	1031,85	26,396	4,387	1041,49	912,27	48,388	4,865
9	1058,85	23,565	4,78	1091,63	1043,42	28,05	1,986
10	1114,78	26,25	7,331	1143,71	1093,56	26,444	2,827
11	1164,92	33,401	8,194	1193,85	1145,64	20,364	2,252
12	1203,5	46,308	3,3	1222,79	1193,85	8,953	0,389
13	1240,14	49,861	3,033	1261,36	1222,79	11,211	0,502
14	1282,5	47,779	3,338	1296,08	1261,36	10,551	0,461
15	1317,29	41,98	5,24	1328,86	1296,08	11,182	0,716
16	1338,51	41,087	3,881	1352,01	1328,86	8,531	0,484
17	1371,29	40,22	7,583	1396,37	1352,01	15,617	1,536
18	1429,15	42,627	7,385	1446,51	1407,94	13,065	1,468
19	1456,16	47,05	5,984	1496,66	1446,51	13,069	1,097
20	1654,81	51,442	3,647	1666,38	1643,24	6,32	0,323
21	1703,03	52,173	2,743	1708,81	1695,31	3,665	0,16
22	1737,74	55,717	4,32	1762,82	1730,03	7,446	0,764
23	2902,67	22,329	7,188	2958,6	2391,57	244,554	-2,198
24	3402,2	10,024	0,012	3404,13	3386,77	17,312	0,002

Gambar L.8.8 Spektrum FTIR kapas



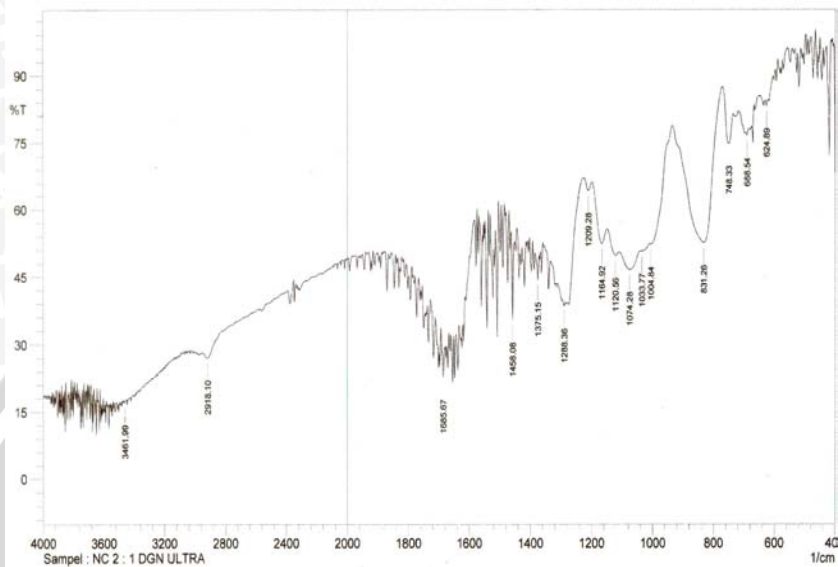
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	518,82	76,891	1,595	522,67	513,03	1,045	0,04
2	559,32	76,258	1,046	567,03	553,53	1,554	0,045
3	617,18	71,986	5,168	653,82	584,39	8,88	1,013
4	721,33	78,158	3,988	736,76	709,76	2,595	0,357
5	754,12	74,38	18,682	773,4	736,76	2,709	1,584
6	846,69	44,378	46,243	929,63	775,33	29,649	22,185
7	1008,7	38,944	1,1	1010,63	931,55	21,649	2,216
8	1058,85	34,229	3,827	1095,49	1012,56	36,646	1,961
9	1112,85	36,226	2,943	1149,5	1099,35	20,935	1,277
10	1166,85	40,788	9,815	1195,78	1149,5	15,343	2,2
11	1205,43	58,453	4,976	1224,71	1195,78	5,974	0,489
12	1282,57	27,934	28,035	1336,58	1226,64	41,195	12,677
13	1375,15	41,978	3,338	1392,51	1371,29	7,378	0,493
14	1436,87	45,312	3,501	1446,51	1434,94	3,637	0,148
15	1458,08	46,974	8,46	1463,87	1454,23	2,702	0,25
16	1654,81	20,324	3,583	1660,6	1650,95	6,306	0,296
17	2559,36	43,69	1,619	2578,65	2426,28	49,51	0,603
18	2916,17	22,097	10,115	3001,03	2588,29	198,002	14,842
19	3467,77	10,16	0,042	3471,63	3465,84	5,737	0,004

Gambar L.8.9 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 1:1$)



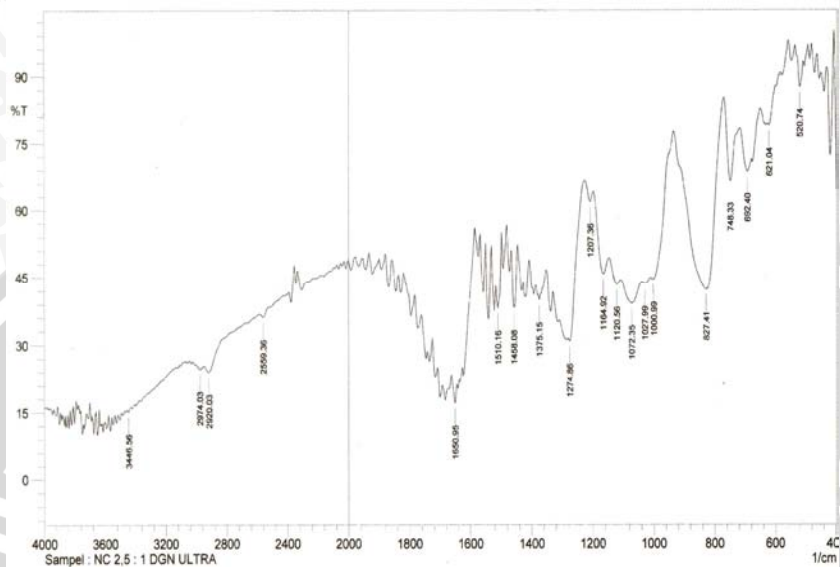
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	624,89	88,397	2,174	630,68	619,11	0,54	0,043
2	680,83	86,481	0,448	684,68	675,04	0,597	0,012
3	750,26	86,711	9,337	771,47	734,83	1,318	0,755
4	835,12	64,25	32,719	933,48	771,47	17,001	14,177
5	1068,49	55,492	11,385	1107,06	933,48	32,208	9,875
6	1120,56	58,793	2,966	1147,57	1107,06	8,671	0,473
7	1164,92	62,212	7,905	1197,71	1147,57	8,516	1,267
8	1209,28	76,256	2,368	1222,79	1197,71	2,79	0,18
9	1288,36	46,665	1,903	1309,58	1284,5	7,688	0,232
10	1375,15	51,456	7,846	1384,79	1371,29	3,347	0,285
11	1458,08	37,285	24,169	1461,94	1452,3	2,843	0,785
12	1654,81	21,934	14,752	1660,6	1650,95	5,088	0,888
13	2921,96	29,569	3,17	2950,89	2862,17	44,136	1,698
14	3475,49	15,19	0,369	3477,42	3471,63	4,704	0,027

Gambar L.8.10 Spektrum FTIR nitroselulosa ($\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 1,5:1$)



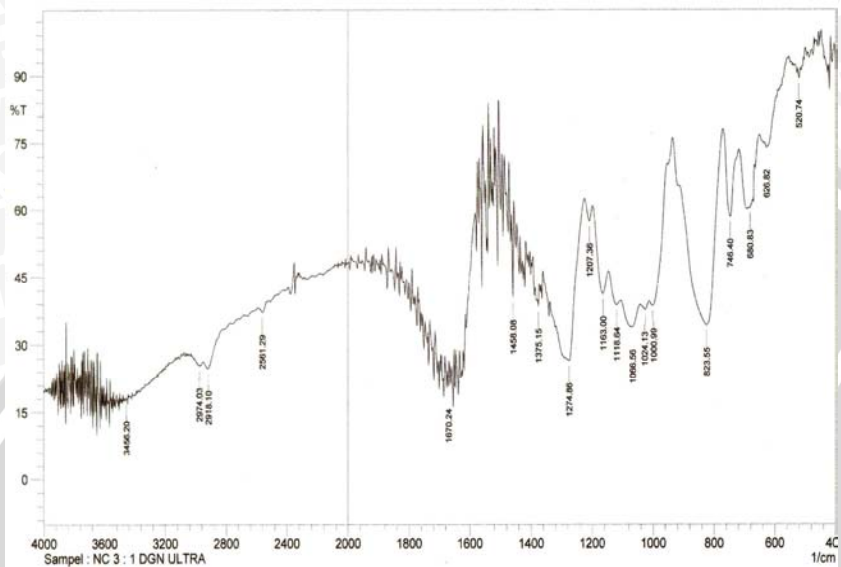
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	624,89	83,133	1,277	628,75	619,11	0,733	0,024
2	688,54	76,583	1,018	692,4	682,75	1,078	0,021
3	748,33	74,794	8,973	769,54	734,83	3,462	0,905
4	831,26	52,582	31,6	931,55	769,54	30,085	17,032
5	1004,84	52,256	0,732	1006,77	933,48	14,597	0,48
6	1033,77	50,736	0,215	1037,63	1006,77	8,939	0,05
7	1074,28	46,573	4,051	1107,06	1037,63	21,905	1,383
8	1120,56	49,738	2,465	1147,57	1107,06	11,631	0,462
9	1164,92	52,419	6,997	1195,78	1147,57	11,886	1,421
10	1209,28	64,23	2,497	1222,79	1195,78	4,966	0,222
11	1288,36	38,455	1,01	1294,15	1284,5	3,938	0,05
12	1375,15	44,26	5,623	1384,79	1371,29	4,312	0,251
13	1458,08	35,445	18,838	1461,94	1450,37	3,809	0,703
14	1685,67	22,734	8,085	1693,38	1681,81	6,522	0,712
15	2918,1	27,018	2,426	2952,81	2812,02	73,995	1,6
16	3461,99	17,122	0,362	3465,84	3452,34	10,22	0,031

Gambar L.8.11 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 2:1$)



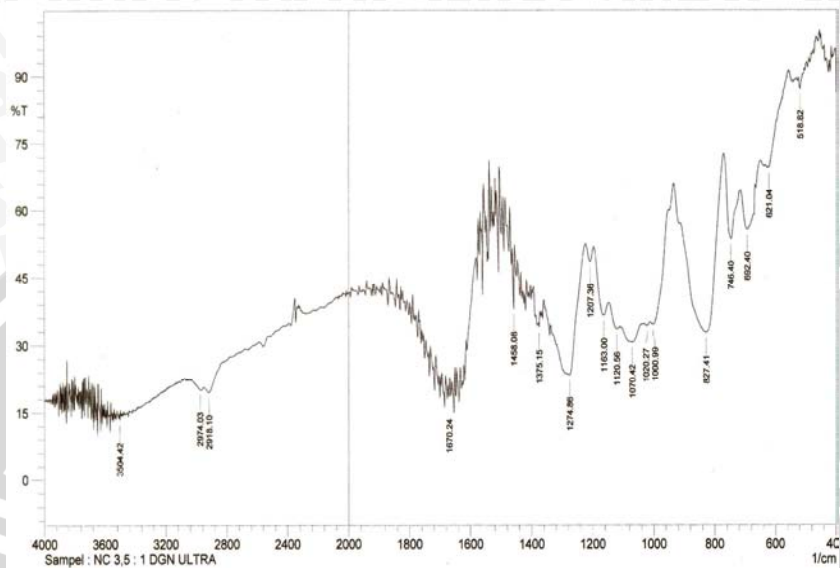
No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	520,74	87,559	6,304	528,46	509,17	0,863	0,322
2	621,04	78,918	1,693	624,89	599,82	2,055	0,084
3	692,4	68,659	5,199	717,47	678,9	5,511	0,645
4	748,33	66,551	15,776	769,54	717,47	6,65	2,056
5	827,41	42,275	40,23	933,48	769,54	39,844	25,161
6	1000,99	44,477	4,438	1010,63	933,48	18,756	1,074
7	1027,99	43,529	0,649	1037,63	1010,63	9,645	0,101
8	1072,35	39,26	4,782	1107,06	1039,56	25,953	1,913
9	1120,56	43,397	2,614	1145,64	1107,06	13,318	0,559
10	1164,92	45,719	9,029	1197,71	1145,64	15,097	2,06
11	1207,36	61,897	3,071	1226,64	1197,71	5,621	0,282
12	1274,86	30,866	4,298	1280,65	1226,64	17,896	-0,448
13	1375,15	39,947	1,994	1379,01	1353,94	9,354	0,346
14	1458,08	38,259	13,263	1467,73	1446,51	7,596	1,496
15	1510,16	38,153	9,625	1517,87	1498,59	7,197	1,154
16	1650,95	17,113	4,875	1662,52	1645,17	12,31	1
17	2559,36	36,171	1,304	2586,36	2391,57	79,632	0,272
18	2920,03	23,996	2,429	2950,89	2675,08	143,069	-2,133
19	2974,03	24,685	0,864	3004,89	2950,89	32,407	0,433
20	3446,56	15,175	0,756	3456,2	3431,13	20,176	0,225

Gambar L.8.12 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 2,5:1$)



No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	520,74	89,475	2,181	524,6	514,96	0,419	0,054
2	626,82	73,915	0,594	632,61	622,96	1,245	0,016
3	680,83	60,381	0,369	682,75	673,11	2,069	0,018
4	746,4	58,411	17,633	769,54	717,47	8,947	2,667
5	823,55	34,288	43,133	933,48	769,54	49,59	31,06
6	1000,99	38,541	6,78	1012,56	950,84	19,691	2,537
7	1024,13	37,75	1,486	1041,49	1012,56	12,022	0,241
8	1066,56	33,824	5,236	1103,21	1043,42	26,657	2,307
9	1118,64	38,767	3,123	1145,64	1105,14	15,695	0,792
10	1163	41,177	9,926	1197,71	1145,64	16,897	2,549
11	1207,36	57,433	3,973	1222,79	1197,71	5,664	0,388
12	1274,86	26,447	6,246	1284,5	1224,71	23,092	1,174
13	1375,15	38,464	3,651	1379,01	1373,22	2,309	0,1
14	1458,08	40,414	20,796	1463,87	1456,16	2,331	0,645
15	1670,24	20,699	4,951	1674,1	1668,31	3,745	0,29
16	2561,29	37,156	1,613	2588,29	2518,86	28,946	0,526
17	2918,1	24,739	3,281	2950,89	2819,73	71,253	2,227
18	2974,03	25,415	0,108	2985,6	2972,1	7,999	0,026
19	3456,2	18,044	0,145	3460,06	3454,27	4,289	0,009

Gambar L.8.13 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 3:1$)



No.	Peak	Intensity	Corr. Inte	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Are
1	518,82	87,257	3,073	524,6	505,31	0,951	0,136
2	621,04	69,601	1,459	624,89	578,6	5,235	-0,018
3	692,4	55,676	6,066	713,61	671,18	10,006	1,102
4	746,4	53,58	15,757	769,54	713,61	12,163	2,974
5	827,41	32,758	33,601	912,27	769,54	51,333	24,15
6	1000,99	34,524	4,652	1010,63	952,77	21,719	2,342
7	1020,27	34,271	0,611	1029,92	1012,56	8,014	0,068
8	1070,42	30,676	0,245	1072,35	1037,63	16,987	0,091
9	1120,56	33,483	2,022	1145,64	1110,92	15,691	0,531
10	1163	36,444	7,137	1195,78	1145,64	19,432	2,128
11	1207,36	48,532	3,607	1222,79	1195,78	8,061	0,433
12	1274,86	23,43	1,126	1276,79	1224,71	22,597	0,246
13	1375,15	33,964	2,142	1377,08	1373,22	1,758	0,051
14	1458,08	37,957	14,142	1463,87	1456,16	2,706	0,507
15	1670,24	18,563	3,698	1674,1	1668,31	4,063	0,254
16	2918,1	19,49	2,636	2950,89	2815,88	87,199	2,121
17	2974,03	20,151	0,087	3002,96	2972,1	21,118	0,065
18	3504,42	13,412	1,89	3508,27	3500,56	6,487	0,197

Gambar L.8.14 Spektrum FTIR nitroselulosa ($H_2SO_4 : HNO_3 = 3,5:1$)

Lampiran IX. Pengolahan Data Hasil Penelitian

L.9.1 Penentuan kadar alfa-selulosa dalam kapas

$$\begin{aligned}\% \text{ alfa-selulosa (b/b)} &= (W_2/W_1) \times 100\% \\ &= (1,98 \text{ gram}/2,00 \text{ gram}) \times 100\% \\ &= 99,00\%\end{aligned}$$

L.9.2 Penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik

1. Berdasarkan bilangan gelombang sekitar 1.025 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol primer)

Tabel L.9.1 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol primer

Sampel	Bil. Gel. (cm^{-1})	T	A	Rv_1	% Mol N
kapas	1.031,85	0,15216	0,8177	1	0
NC 1 : 1	-	-	-	-	-
NC 1,5 : 1	-	-	-	-	-
NC 2 : 1	1.033,77	0,38841	0,41071	0,5023	49,77
NC 2,5 : 1	1.027,99	0,32133	0,49305	0,603	39,70
NC 3 : 1	1.027,99	0,3191	0,49607	0,6067	39,33
NC 3,5 : 1	1.027,99	0,23287	0,63289	0,774	22,60

2. Berdasarkan bilangan gelombang sekitar 1.100 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol sekunder)

Tabel L.9.2 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol sekunder

Sampel	Bil. Gel. (cm^{-1})	T	A	Rv_1	% Mol N
kapas	1.114,78	0,16165	0,79142	1	0
NC 1 : 1	1.112,85	0,25384	0,59544	0,7524	24,76
NC 1,5 : 1	1.120,56	0,47844	0,32017	0,4046	59,54
NC 2 : 1	1.120,56	0,39638	0,40189	0,5078	49,22
NC 2,5 : 1	1.120,56	0,32366	0,48991	0,619	38,10
NC 3 : 1	1.118,64	0,32255	0,49140	0,6209	37,91
NC 3,5 : 1	1.118,64	0,24289	0,61460	0,7766	22,34

- T = transmitansi
 A = absorbansi
 Absorbansi = - log transmitansi
 Rv_1 = absorbansi nitroselulosa/absorbansi kapas
 % mol N = $(1-Rv_1) \times 100\%$

3. Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa

Tabel L.9.3 Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa

Sampel	% Mol N (I)	% Mol N (II)	% Mol N Total
kapas	0	0	0
NC 1 : 1	-	24,76	16,51
NC 1,5 : 1	-	59,54	39,70
NC 2 : 1	49,77	49,22	49,40
NC 2,5 : 1	39,70	38,10	38,63
NC 3 : 1	39,33	37,91	38,38
NC 3,5 : 1	22,60	22,34	22,43

- % mol N (I) = % mol N berdasarkan alkohol primer
 % mol N (II) = % mol N berdasarkan alkohol sekunder
 % mol N total = $(1/3) \times \% \text{ mol N (I)} + (2/3) \times \% \text{ mol N (II)}$

L.9.3 Penentuan derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik

Tabel L.9.4 Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa

Sampel	% Mol N Total	Derajat Substitusi
kapas	0	0
NC 1 : 1	16,51	0,50
NC 1,5 : 1	39,70	1,19
NC 2 : 1	49,40	1,48
NC 2,5 : 1	38,63	1,16
NC 3 : 1	38,38	1,15
NC 3,5 : 1	22,43	0,67

derajat substitusi = $(\% \text{ mol N total}/100) \times 3$

L.9.4 Penentuan persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik

1. Berdasarkan bilangan gelombang sekitar 1.025 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol primer)

Tabel L.9.5 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol primer

Sampel	Bil. Gel. (cm^{-1})	T	A	Rv_1	% Mol N
kapas	1.031,85	0,26396	0,57846	1	0
NC 1 : 1	-	-	-	-	-
NC 1,5 : 1	-	-	-	-	-
NC 2 : 1	1.033,77	0,50736	0,29468	0,5094	49,06
NC 2,5 : 1	1.027,99	0,43529	0,36122	0,6245	37,55
NC 3 : 1	1.024,13	0,3775	0,42308	0,7314	26,86
NC 3,5 : 1	1.020,27	0,34271	0,46507	0,804	19,60

2. Berdasarkan bilangan gelombang sekitar 1.100 cm^{-1} (ikatan C-O pada alkohol sekunder)

Tabel L.9.6 Persentase mol nitrogen dalam nitroselulosa berdasarkan alkohol sekunder

Sampel	Bil. Gel. (cm^{-1})	T	A	Rv_1	% Mol N
kapas	1.114,78	0,2625	0,58087	1	0
NC 1 : 1	1.112,85	0,36226	0,44098	0,7592	24,08
NC 1,5 : 1	1.120,56	0,58793	0,23067	0,3971	60,29
NC 2 : 1	1.120,56	0,49738	0,30331	0,5222	47,78
NC 2,5 : 1	1.120,56	0,43397	0,36254	0,6241	37,59
NC 3 : 1	1.118,64	0,38767	0,41154	0,7085	29,15
NC 3,5 : 1	1.120,56	0,33483	0,47053	0,81	18,99

T = transmitansi

A = absorbansi

Absorbansi = $-\log$ transmitansi

Rv_1 = absorbansi nitroselulosa/absorbansi kapas

% mol N = $(1-Rv_1) \times 100\%$

3. Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa

Tabel L.9.7 Persentase mol nitrogen total dalam nitroselulosa

Sampel	% Mol N (I)	% Mol N (II)	% Mol N Total
kapas	0	0	0
NC 1 : 1	-	24,08	16,06
NC 1,5 : 1	-	60,29	40,19
NC 2 : 1	49,06	47,78	48,21
NC 2,5 : 1	37,55	37,59	37,58
NC 3 : 1	26,86	29,15	28,39
NC 3,5 : 1	19,60	18,99	19,20

% mol N (I) = % mol N berdasarkan alkohol primer

% mol N (II) = % mol N berdasarkan alkohol sekunder

% mol N total = $(1/3) \times \% \text{ mol N (I)} + (2/3) \times \% \text{ mol N (II)}$

L.9.5 Penentuan derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa hasil sintesis menggunakan gelombang ultrasonik

Tabel L.9.8 Derajat substitusi gugus nitro dalam nitroselulosa

Sampel	% Mol N Total	Derajat Substitusi
kapas	0	0
NC 1 : 1	16,06	0,48
NC 1,5 : 1	40,19	1,21
NC 2 : 1	48,21	1,45
NC 2,5 : 1	37,58	1,13
NC 3 : 1	28,39	0,85
NC 3,5 : 1	19,20	0,58

derajat substitusi = $(\% \text{ mol N total}/100) \times 3$

Lampiran X. Penimbangan Nitroselulosa

L.10.1 Sintesis nitroselulosa tanpa menggunakan gelombang ultrasonik

Tabel L.10.1 Berat konstan nitroselulosa

Sampel	Berat Konstan (gram)
NC 1 : 1	3,58
NC 1,5 : 1	3,21
NC 2 : 1	3,34
NC 2,5 : 1	3,48
NC 3 : 1	3,55
NC 3,5 : 1	3,60

L.10.2 Sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik

Tabel L.10.2 Berat konstan nitroselulosa

Sampel	Berat Konstan (gram)
NC 1 : 1	2,85
NC 1,5 : 1	3,01
NC 2 : 1	3,30
NC 2,5 : 1	3,17
NC 3 : 1	3,49
NC 3,5 : 1	3,55

Lampiran XI. Uji Fisik Nitroselulosa

L.11.1 Sintesis nitroselulosa tanpa menggunakan gelombang ultrasonik

Tabel L.11.1 Uji fisik nitroselulosa

Sampel	Sifat Nyala Api	Waktu Pembakaran
kapas	kecil	±8 detik
NC 1 : 1	kecil	±4 detik
NC 1,5 : 1	sedang	<1 detik
NC 2 : 1	besar	<1 detik
NC 2,5 : 1	sedang	<1 detik
NC 3 : 1	sedang	<1 detik
NC 3,5 : 1	kecil	±3 detik

L.11.2 Sintesis nitroselulosa menggunakan gelombang ultrasonik

Tabel L.11.2 Uji fisik nitroselulosa

Sampel	Sifat Nyala Api	Waktu Pembakaran
kapas	kecil	±8 detik
NC 1 : 1	kecil	±4 detik
NC 1,5 : 1	sedang	<1 detik
NC 2 : 1	besar	<1 detik
NC 2,5 : 1	sedang	<1 detik
NC 3 : 1	sedang	±1 detik
NC 3,5 : 1	kecil	±3 detik

Lampiran XII. Gambar Penelitian



Gambar L.12.1 Potongan kapas



Gambar L.12.2 Rangkaian alat nitration



Gambar L.12.3 Campuran reaksi nitration



Gambar L.12.4 Nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$



Gambar L.12.5 Uji pembakaran kapas



Gambar L.12.6 Uji pembakaran nitroselulosa hasil sintesis tanpa menggunakan gelombang ultrasonik dengan perbandingan berat $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3 = 2 : 1$