

## Pembuatan Nitroselulosa dari Daun Pandan Duri (*Pandanus Tectorius*) dengan Optimasi Waktu dan Rasio Asam Penitrasi

Mego Patria Johan, Bambang Kusmartono

Jurusan Teknik Kimia, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta  
[Marchblood89@gmail.com](mailto:Marchblood89@gmail.com)

### INTISARI

Proses pembuatan nitroselulosa dari daun pandan duri dilakukan dalam dua tahapan, yaitu proses *pre-treatment*, dan proses nitrasi. Penelitian ini bertujuan bagaimana *pre-treatment* untuk menghasilkan gugus  $\alpha$ -selulosa yang tinggi untuk daun pandan duri dan bagaimana kondisi optimum pada proses nitrasi dengan bahan baku pandan duri agar diperoleh kandungan nitrogen yang tinggi. Proses *pre-treatment* dilakukan dengan cara *pre-hidrolisis*, *delignifikasi*, dan *bleaching*, sedangkan proses nitrasi dilakukan dengan mereaksikan daun pandan duri yang sudah melalui tahapan *pre-treatment* dengan asam nitrat dan katalis asam sulfat dengan variasi waktu dan rasio asam penitrasi. Hasil penelitian memberikan kadar nitrogen yang tinggi pada waktu 120 menit, dengan perbandingan asam sulfat – asam nitrat 2:1. Pada kondisi ini diperoleh kadar nitrogen sebesar 11,78 % dengan yield sebanyak 74,4 % dan dari uji FTIR di temukan dua puncak gugus  $-\text{NO}_2$  pada kisaran gelombang  $1260\text{-}1390\text{ cm}^{-1}$  dan  $1560\text{-}1660\text{ cm}^{-1}$  sehingga bisa disimpulkan bahwa penelitian ini menghasilkan selulosa di-nitrat.

Kata kunci : Nitroselulosa, *pre-treatment*, *pre-hidrolisis*, *bleaching*, nitrasi

### PENDAHULUAN

Indonesia sangat kaya dan melimpah akan sumber daya alam, tapi sangat terbatas dalam pengolahannya, keterbatasan pengolahan ini merupakan suatu tantangan bagi bangsa Indonesia.

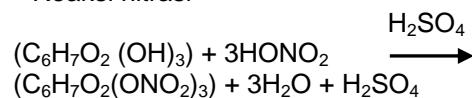
Salah satu sumber daya alam yang masih kurang pengolahannya adalah daun pandan duri. Selama ini daun pandan duri hanya diolah sebagai hasil kerajinan tangan saja, seperti anyam – anyaman, tikar, tas atau alat pembungkus, oleh karena itu disisi lain penelitian ini juga merupakan suatu upaya untuk meningkatkan nilai ekonomi dari daun pandan duri. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pembuatan nitroselulosa dari selulosa yang terkandung pada daun pandan duri dengan proses nitrasi menggunakan asam nitrat dan asam sulfat sebagai katalisator yang sebelumnya pandan duri dilakukan perlakuan khusus.

Selulosa merupakan komponen struktural utama dari tumbuhan dan tidak dapat dicerna oleh manusia. Selulosa yang berasal dari tumbuh-tumbuhan hampir mencapai 50%, karena selulosa merupakan unsur struktural dan komponen utama bagian yang terpenting dari dinding sel tumbuh-tumbuhan [Tillman dkk, 1998]. Selulosa dengan kadar  $\alpha$ -selulosa diatas 92 % memenuhi syarat untuk digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan propelan dan bahan peledak [Nuringtyas, 2010].

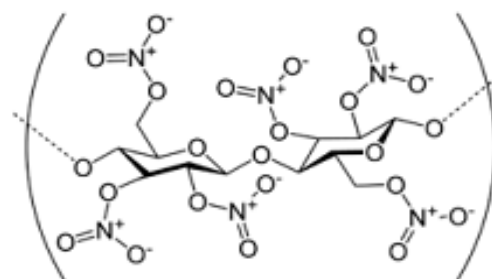
Nitrasi adalah reaksi substitusi (penggantian) menggunakan senyawa nitrous yang menghasilkan hasil samping berupa air. Selulosa juga bisa mengalami reaksi kondensasi yaitu pembentukan senyawa baru melalui terjadinya ikatan baru. Dalam hal ini,

perpindahan H dari  $-\text{OH}$  ke dalam N dari  $-\text{NCO}$  membentuk uretan  $-\text{O-CO-NH-}$ . Dengan cara ini memungkinkan menentukan banyaknya gugus  $-\text{OH}$  dalam selulosa secara keseluruhan atau sisa reaksi. Melalui cara demikian %N bisa ditentukan [Hartaya, 2009].

Reaksi nitrasi



Reaksi nitrasi selulosa yaitu proses penggantian atom H dari gugus  $-\text{OH}$  selulosa dengan gugus  $-\text{NO}_2$ . Proses ini dikendalikan oleh rasio diantara rasio asam-selulosa, dan suhu reaksi. Kadar N akan menentukan sifat fisik dan kimia nitroselulosa. Substitusi berlangsung sepanjang rantai polimer bukan mengumpul pada satu monomer [Hartaya, 2009].



Gambar 1. Struktur nitroselulosa

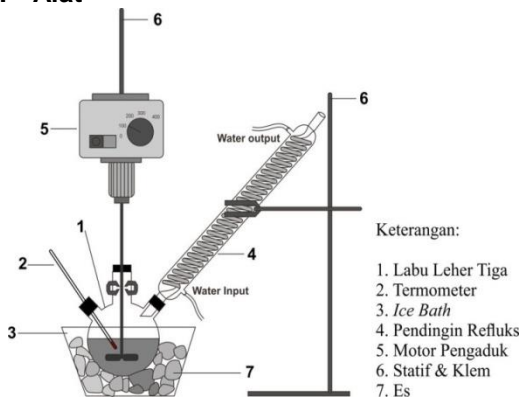
### METODE PENELITIAN

#### 1. Bahan

- Daun pandan duri sebagai bahan baku selulosa
- Larutan  $\text{HNO}_3$  65%
- Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  95% s

- d. Larutan NaHCO<sub>3</sub> 10%
- e. *Aquadest*
- f. Larutan NaOH 17,5%
- g. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3%
- h. HCl 0,1 N
- i. CH<sub>3</sub>COOH 10 %
- j. Asam Borat 4%
- k. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>72%
- l. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>1 N
- m. NaOH 40 %
- n. NaOH 8,3 %.

**2. Alat**



Gambar 2. Struktur nitroselulosa

**3. Prosedur Penelitian**

Pertama – tama dilakukan proses pre-treatment, pada tahap ini daun pandan duri dilakukan proses prehidrolisis dengan cara sampel dimasak dalam aquadest pada suhu 100 °C dengan rasio bahan terhadap cairan pemasak 1:6, selanjutnya dilakukan proses delignifikasi dengan menggunakan larutan NaOH 17,5 % pada suhu 100 °C dengan rasio berat bahan terhadap volume larutan 1:8 serta dilakukan pencucian dan yang terakhir dari proses pre-treatment ini adalah bleaching dengan menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3% sebanyak 1:10 dan serat juga dicuci dengan aquadest sampai pH netral.

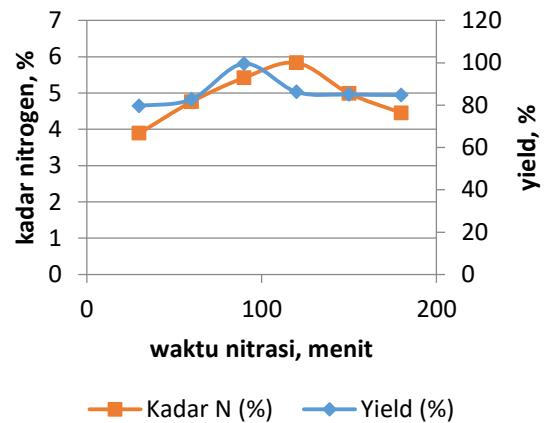
Selanjutnya dilakukan proses nitrasasi, proses nitrasasi dilakukan dengan cara mereaksikan daun pandan duri dengan asam nitrat dan asam sulfat sebagai katalisator dengan variasi waktu dan juga variasi asam penitrasinya, setelah itu dilakukan berbagai macam analisis diantaranya, analisis kadar selulosa bahan baku, analisis kadar air, analisis kadar α-selulosa hasil *pre-treatment*, analisis yield produk, analisis kadar nitrogen dengan menggunakan metode semi-mikro kjeldahl, analisis gugus nitro dengan FTIR dan uji fisik nitroselulosa (uji nyala, massa jenis dan daya larut).

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dari penelitian yang telah dilakukan pada tahap analisis bahan baku kadar selulosa yang didapat dari daun pandan duri sebesar 84 % dan kadar lignin 9 %, sedangkan kadar air yang didapat dari baku berdasarkan analisis sebesar 8,8 %. Pada tahap pretreatment mulai dari prehidrolisis, delignifikasi, dan bleaching didapatkan kadar α-selulosa yang terus meningkat dengan tingkat kemurnian secara berurutan 73%, 84%, 95,5 % dengan memvariasikan waktu nitrasasi didapatkan yield dan kadar nitrogen yang ditunjukkan oleh tabel dan grafik dibawah ini

Tabel 1. Pengaruh waktu terhadap % yield dan % kadar nitrogen

Waktu (menit)	Yield (%)	Kadar N (%)
30	79,6	3,89
60	82,8	4,76
90	99,6	5,42
120	86,2	5,83
150	85	4,99
180	84,8	4,45



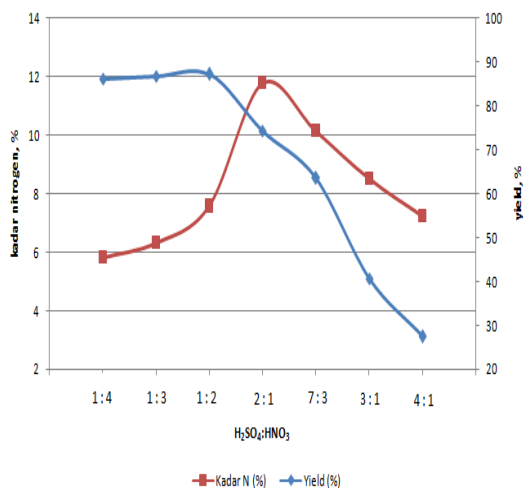
Gambar 3. Pengaruh waktu terhadap % yield dan % kadar nitrogen

Dari tabel 1 dan gambar 3 dapat dilihat bahwa waktu reaksi mempegaruhi persen yield produk dan % kadar nitrogen. % yield maksimum tercapai pada waktu reaksi 90 menit, sedangkan % kadar nitrogen maksimum dicapai pada saat waktu reaksi 120 menit. Pada penelitian ini kami memprioritas hasil kadar nitrogen yang tinggi maka kami ambil waktu reaksi untuk proses optimasi selanjutnya dengan waktu reaksi 120 menit dan yield 86,2 %.

Dari optimasi yang telah dilakukan dengan memvariasikan rasio asam penitrasasi didapatkan hasil yang ditunjukkan oleh tabel dan grafik dibawah ini

Tabel 2. Pengaruh waktu terhadap % yield dan % kadar nitrogen

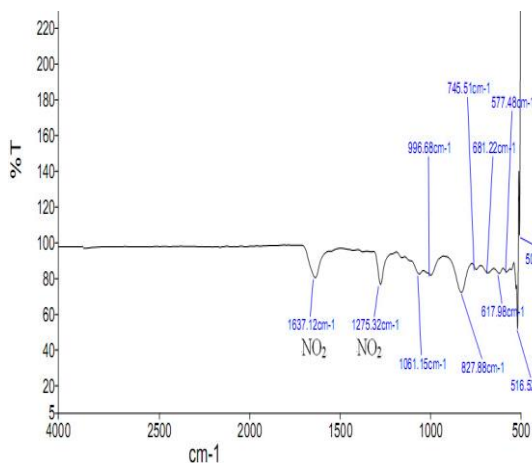
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> :HNO <sub>3</sub>	Yield (%)	Kadar N (%)
1 : 4	86,2	5,83
1 : 3	86,8	6,31
1 : 2	87,2	7,57
2 : 1	74,4	11,78
7 : 3	63,6	10,14
3 : 1	40,6	8,50
4 : 1	27,4	7,25



Gambar 4. Pengaruh rasio asam penitrasi terhadap % yield dan % kadar nitrogen

Dari tabel 2 dan gambar 4 dapat dilihat bahwa rasio campuran antara asam nitrat dengan asam sulfat mempengaruhi % yield dan % kadar nitrogen. % kadar nitrogen tinggi dicapai pada saat perbandingan asam sulfat dengan asam nitrat 2:1, dengan kadar nitrogen 11,78 % dan dengan yield 74,4 %. Dengan bertambahnya jumlah asam sulfat di dalam campuran asam penitrasi menurunkan % yield, selain berfungsi sebagai katalis, asam sulfat juga bersifat *dehydrating agent* yang berfungsi sebagai pengikat air yang terbentuk pada proses nitrasi. Kadar nitrogen yang dihasilkan pada penelitian ini cukup baik, mengingat kadar nitrogen maksimum secara teoritis pada nitroselulosa sebesar 14,14 %. Hasil nitroselulosa dengan kadar nitrogen paling tinggi ini juga dilakukan uji fisik yaitu uji nyala nitroselulosa. Pengujian nyala nitroselulosa juga dilakukan untuk mengamati laju bakarnya. Nitroselulosa memiliki laju bakar yang lebih cepat dibandingkan selulosa sebab nitroselulosa memiliki gugus nitro. Laju bakar selulosa sangat lambat dan menghasilkan arang sebagai sisa pembakaran, sedangkan nitroselulosa memiliki laju bakar yang cepat dan habis terbakar tanpa menghasilkan arang. Pada analisis massa jenis dari analisis didapatkan massa jenisnya 1,53

gram/cm<sup>3</sup>, secara teoritis massa jenis relative nitroselulosa berkisar antara 1,58-1,65 gram/cm<sup>3</sup>, meskipun hasilnya hampir mendekati massa jenis teoritis namun masih belum cukup akurat. Untuk daya larut nitroselulosa yang di ujicoba dengan menggunakan aseton dan hasilnya nitroselulosa hasil penelitian dapat larut dalam aseton. Untuk melengkapi analisis, nitroselulosa ini di uji dengan alat FTIR yang hasilnya dapat dijelaskan pada gambar dibawah ini.



Gambar 5. Spektrum FTIR nitroselulosa pada rasio H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:HNO<sub>3</sub> 2:1

Pada Gambar 5 menunjukkan terdapat puncak-puncak pada kisaran angka gelombang 1260-1390 cm<sup>-1</sup> dan 1560-1660 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus -NO<sub>2</sub>. Namun, pada puncak dengan kisaran angka gelombang 3200-3600 cm<sup>-1</sup> tidak menunjukkan adanya gugus -NO<sub>2</sub> maupun gugus -OH. Hal ini dikarenakan butiran nitroselulosa hasil penelitian ini masih berukuran kasar, sehingga sinar *infrared* pada alat FTIR tidak bisa menembus partikel secara sempurna, selain itu juga menyebabkan tampilan *peak* pada grafik yang kurang tajam.

**KESIMPULAN**

1. Proses *pre-treatment* dapat meningkatkan kadar α-selulosa dalam daun pandan duri melalui tiga tahapan, yaitu *pre-hidrolisis*, *delignifikasi*, dan *bleaching*. Sehingga kandungan selulosa dalam daun pandan duri dapat dimanfaatkan untuk pembuatan nitroselulosa.
2. Pengaruh waktu terhadap *yield* produk dan kadar nitrogen adalah semakin lama waktu nitrasi maka *yield* produk dan kadar nitrogen yang dihasilkan juga akan semakin besar. Akan tetapi jika sudah mencapai kondisi setimbang *yield* produk dan kadar nitrogennya cenderung akan semakin berkurang. Sedangkan pengaruh rasio asam campuran terhadap *yield*

- produk adalah semakin besar rasio asam sulfat terhadap asam nitrat maka *yield* produk akan semakin menurun.
3. Pengaruh rasio asam campuran terhadap kadar nitrogen ialah semakin besar rasio  $H_2SO_4$  terhadap  $HNO_3$ , maka kadar nitrogen pada nitroselulosa akan semakin besar. Namun setelah mencapai kondisi optimum, kadar nitrogen menjadi semakin berkurang.
  4. Kondisi optimal proses pembuatan nitroselulosa dari daun pandan duri (*Pandanus Tectorius*) dicapai pada rasio  $H_2SO_4$  95% terhadap  $HNO_3$  65% sebesar 2:1 dengan waktu nitrasi selama 120 menit. Pada kondisi ini diperoleh *yield* produk sebesar 74,4% dengan kadar nitrogen sebesar 11,78% dan termasuk dalam kualitas *AM grades* serta di bidang industri dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar *film* dan *lacquer*.
  5. Produk yang diperoleh pada kondisi optimal, hasil analisisnya menggunakan FTIR menunjukkan bahwa telah terbentuk nitroselulosa yang ditandai dengan munculnya dua serapan gugus  $-NO_2$  pada kisaran angka gelombang  $1260-1390\text{ cm}^{-1}$  dan  $1560-1660\text{ cm}^{-1}$ , sehingga termasuk dalam jenis selulosa di-nitrat.
- Hartaya, K. 2009. Analisis Kurva FTIR untuk Nitroselulosa, Nitrogliserin, dan Propelan *Double Base* sebagai dasar Penentuan Kadar Nitrogen dalam Nitroselulosa, Laporan Penelitian. LAPAN.
- Nuraini, Padil, Yelmida. 2010. Proses Pembuatan Nitroselulosa dari Limbah Pelepah Sawit. Jurusan Teknik Kimia, Universitas Riau, 1-10.
- Nuringtyas, T.R. 2010. Karbohidrat. Gajah Mada University Press: Yogyakarta.
- Purnawan. 2010. Optimasi Proses Nitrasi pada Pembuatan Nitroselulosa dari Serat Industri Limbah Sagu. Jurusan Teknik Lingkungan, IST AKPRIND. Yogyakarta.
- Stephenson, J.N. 1950. Pulp and Paper Manufacture 1, pp. 364-662. McGraw Hill Book Company, Inc. New York.
- Tillman, D.A., Hartadi H., Reksahadiprodjo, S., Lebdoesoekojo S. 1991. Ilmu Makanan Ternak Dasar. Gajah Mada University Press. Fakultas Peternakan UGM. Yogyakarta.
- Zulfieni, W.Y. 2011. *Research into Hidrolisis Pelepah Sawit Untuk Memurnikan Selulosa- $\alpha$  Menggunakan Larutan Pemasak dari Ekstrak Abu TKS*, Skripsi. Universitas Riau.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2009. Dikutip dari <http://wikipedia.com/natrium-hidroksida/> yang diakses pada tanggal 01 Desember 2015, pukul 13.12 WIB.
- Anonim. 2010. Dikutip dari <http://wahyurahman92.blogspot.co.id/2010/10/analisa-kadar-nitrogen.html/> yang diakses pada tanggal 01 Desember 2015, pukul 13.18 WIB.
- Anonim. 2011. Dikutip dari <http://wikipedia.com/nitrocellulose/> yang diakses pada tanggal 11 November 2015, pukul 13.10 WIB.
- Anonim. 2012. Dikutip dari <http://dowwolffcellulosics.com/> yang diakses pada tanggal 11 Desember 2015, pukul 10.30 WIB.
- Dalal. 1984. *Inclusion of Nitrate and Nitrite in The Kjeldahl Nitrogen Determination of Soils and Plant Materials Using Sodium Thiosulphate*. Queensland Wheat Research Institute. Toowoomba 4350. Australia.
- Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S. 1986. Kimia Organik Jilid 2. Erlangga: Jakarta.