

PEMANFAATAN LIMBAH KORAN SEBAGAI ALTERNATIF BAHAN BAKU NITROSELULOSA UNTUK PENGEMBANGAN KEMANDIRIAN INDUSTRI PROPELAN DI INDONESIA

UTILIZATION OF OLD NEWSPAPER AS AN ALTERNATIVE OF NITROCELLULOSE RAW MATERIAL FOR DEVELOPMENT OF PROPELLANT INDUSTRIAL INDEPENDENCE IN INDONESIA

Putry Dessy Primia Khusnul Khotimah¹, Timbul Siahaan², Mirad Fahri³

Program Studi Teknologi Persenjataan, Universitas Pertahanan Indonesia
(putry.primia@gmail.com)

Abstrak - Bagian terpenting dari munisi adalah bahan pendorong (propelan). Jenis propelan untuk pengisi munisi yaitu Double Base Propellant (DBP). Bahan pembentuk DBP ialah Nitroselulosa (NC) dan Nitroglycerin (NG). NG yang sensitif terhadap benturan tidak dapat berfungsi optimal sebagai bahan baku DB jika tidak dikombinasi dengan NC, sedangkan NC yang tersedia belum memenuhi kadar kriteria kebutuhan militer. Untuk mendapatkan NC dibutuhkan bahan dasar yakni Selulosa, dan di Indonesia bahan baku selulosa melimpah. Kertas Koran yang berasal dari kayu mengandung selulosa, sehingga untuk meningkatkan nilai fungsi limbah koran diolah bahan baku NC yang sesuai kriteria kebutuhan militer. Penelitian ini menggunakan metode eksperimen laboratorium dan bertujuan untuk mengetahui kadar α -selulosa dan cara peningkatan kandungan nitrogen pada limbah koran sebagai alternatif bahan baku nitroselulosa. Bahan yang digunakan untuk isolasi dan pemurniaaan α -selulosa adalah reagen Schweitzer, proses bleaching (H_2O_2 dan $NaOCl$) dan alkalisasi berulang ($NaOH$), sedangkan untuk pembuatan NC melalui proses nitrasi dengan bahan HNO_3/H_2SO_4 dan HNO_3/Ac_2O . Dari hasil penelitian didapatkan nilai kadar α -selulosa dari hasil penelitian 91.72% - 93.53%, serta kadar nitrogen dalam NC melalui proses nitrasi berbahan HNO_3/H_2SO_4 dan HNO_3/Ac_2O ialah berturut-turut 12.6% dan 12.9%, sehingga peningkatan kadar nitrogen dapat diperoleh melalui nitrasi dengan menggunakan Ac_2O (*acetic anhydride*), dilakukan uji unjuk kerja NC dengan hasil larut dalam acetone, menghasilkan percikan api ketika uji nyala, terjadi perubahan pada kertas indikator pada uji penguapan, dan pada pengujian FTIR terdapat gugus $-NO_2$. Oleh karena itu dapat disarankan NC berasal dari limbah koran sebagai alternatif bahan baku pembuatan propelan.

Kata Kunci : propelan, nitroselulosa, α -selulosa, limbah koran

Abstract - The important part of the munitions is propellant. The type of propellant for filling the munitions is Double Base Propellant (DBP). Formulation material of DBP are Nitrocellulose (NC) and Nitroglycerin (NG). NG is sensitive to impact, if it isn't combined with NC will be not a function optimally as a raw material for DB, while the available NC doesn't the criteria for military requirements. We need a cellulose as raw material for obtained NC and in Indonesia that materials is abundant. Newspaper originating from wood contains cellulose, so that to increase the function value of old newspaper processed by NC raw materials that meet the criteria of military needs. This study uses laboratory experimental methods and aims to determine the levels of α -cellulose and how to increase the nitrogen content in old newspaper as an alternative raw material for nitrocellulose. The materials used for isolation and purification of α -cellulose were Schweitzer reagents, bleaching process (H_2O_2 and

¹ Program Studi Teknologi Persenjataan, Fakultas Teknologi Pertahanan, Universitas Pertahanan

² Prodi Teknologi Pertahanan Universitas Pertahanan

³ Prodi Manajemen Pertahanan Universitas Pertahanan

NaOCl) and repeated alkalization (NaOH), while for NC production through nitration with HNO₃ / H₂SO₄ and HNO₃ / Ac₂O. From the result of the study, the value of α -cellulose content from the results of the study was 91.72% - 93.53%, and nitrogen levels in NC through the nitration process made from HNO₃ / H₂SO₄ and HNO₃ / Ac₂O were 12.6% and 12.9%, so that an increase in nitrogen content can be obtained through nitration using Ac₂O (acetic anhydride). NC performance tests were carried out with the results dissolved in acetone, producing sparks when the flame test, there was a change in indicator paper in the evaporation test, and in the FTIR test there were groups of $-NO_2$. Therefore, it can be suggested that NC originates from old newspaper as an alternative raw material for making propellants.

Keywords: propellant, nitrocellulose, α -cellulose, old newspaper.

Pendahuluan

Kebutuhan akan alutsista seperti munisi dan senjata dari tahun ke tahun terus meningkat, contohnya pada tahun 2018 kebutuhan munisi TNI AD sebanyak 288.360.000 butir sedangkan pengadaan munisi yang tersedia adalah sebanyak 85.014.641 butir⁴. Hal ini dapat diinterpretasikan bahwa kebutuhan munisi dengan pasokan bahan baku berbanding terbalik yang akan berimbang pada kemandirian industri pertahanan, dalam hal ini adalah industri propelan.

Kemandirian industri pertahanan merupakan hal atau kegiatan yang dilakukan oleh industri pertahanan yang mampu bertindak sendiri tanpa bantuan berlebihan dari pihak luar. Kemandirian

ini akan terwujud dengan terlaksananya 7 program industri pertahanan nasional yakni program pesawat tempur, kapal selam, tank (MBT), roket, rudal, radar dan propelan⁵.

Bagian terpenting dari munisi adalah bahan pendorong (propelan). Propelan merupakan bahan peledak yang terbakar secara kontinu dengan cara terkontrol dan menghasilkan gas panas dalam volume besar⁶. Gas-gas panas yang dihasilkan ini kemudian dimanfaatkan tekanannya sebagai zat pendorong dalam sistem propulsi suatu balistik. Jenis propelan untuk munisi yaitu Double Base Propellant (DBP). Propelan yang digunakan saat ini oleh perusahaan dalam negeri berasal dari luar negeri.

⁴ Colonel Chb IGN Wisnu Wardana, "Kebutuhan Munisi/Roket & Nilai Strategis Smokeless Powder Propellant dari Perspektif Pengguna", pada National Seminar of Energetic Material – Application of Smokeless Powder Propellant in Ammunition and Rocket PT.Pindad (persero), 8-9 mei 2018, slide 6.

⁵ Puskompublik, "KKIP Jelaskan Perkembangan Pengelolaan Industri Pertahanan", website : <https://www.kemhan.go.id/puskompublik/2016/11/10/kkip-jelaskan-perkembangan-pengelolaan-industri-pertahanan.html>, diakses pada agustus 2018.

⁶ Jai Prakash Agrawal, *High Energy Materials-Propellant, Explosives and Pyrotechnics*, (Weiheim : Wiley-VCH Verlag GmbH, 2010), hlm.209

Bahan pembentuk DBP ialah Nitroselulosa (NC) dan Nitroglycerin (NG). NG yang sensitif terhadap benturan tidak dapat berfungsi optimal sebagai bahan baku DBP jika tidak dikombinasikan dengan NC. Sedangkan ketersediaan NC saat ini belum memenuhi kadar kriteria bahan baku militer yaitu 12.5 – 13.5 % Nitrogen dalam NC. Di Indonesia, pabrik pembuatan NG telah dibangun sedangkan pabrik NC khusus kebutuhan militer belum tersedia. Sehingga diperlukan bahan dasar yang banyak dalam pembuatan NC. Untuk memperoleh NC dibutuhkan bahan dasar yakni selulosa, sedangkan ketersediaan selulosa di indonesia sangat melimpah.

Sumber bahan baku selulosa umumnya berasal dari kapas dan kayu. Contoh salah satu produk olahan kayu adalah kertas. Konsumsi kertas terus meningkat hingga 220.000 ton per tahun⁷. Koran yang tersusun dari beberapa lembar kertas berasal dari kayu pepohonan, sedangkan di dalam kayu terkandung selulosa. Konsumsi kertas tanpa pengendalian penggunaan dapat

meningkatkan pula limbah kertas yang dihasilkan, salah satunya adalah limbah koran atau koran bekas.

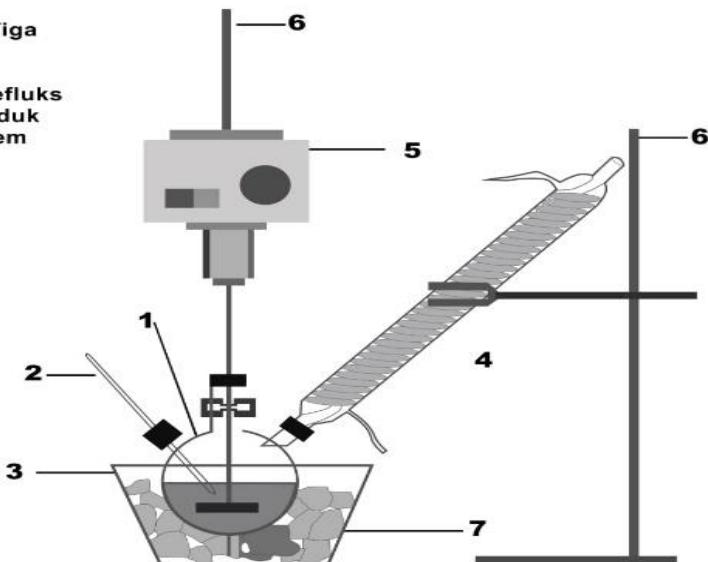
Terkait kandungan selulosa koran, maka koran yang tidak terpakai dapat dialih fungsikan sebagai alternatif bahan baku nitroselulosa sebagai bentuk peningkatan nilai guna dari limbah koran tersebut. Sedangkan diketahui sebelumnya nitroselulosa merupakan salah satu bahan baku propelan. Penelitian mengenai koran sebagai bahan baku nitroselulosa telah dilakukan sebelumnya oleh Ledgard meskipun kadar yang N dalam NC yang dihasilkan belum memenuhi kriteria kebutuhan militer yakni hanya 11 - 12%⁸. Karena belum adanya dukungan riil bahan baku nitroselulosa yang sesuai kebutuhan militer bagi pengembangan kemandirian industri propelan, maka diperlukan adanya penelitian lanjutan peningkatan kadar N dalam NC dengan memperhatikan kadar selulosa dari limbah koran/koran bekas.

⁷ Nurediyanto, *Kita dan Environmental Cost dalam* <https://www.kompasiana.com/nurediyanto/551877d9a333114f07b664af/kita-dan-environmental-cost>, di akses pada tanggal 23 juli 2018

⁸ Jared B.Ledgard, *The Preparatory Manual of Explosives – A Comprehensive Laboratory Manual*, 2nd Edition, (Seattle – Washington USA, 2007), hlm. 217

Keterangan :

1. Labu Leher Tiga
2. Termometer
3. Ice Bath
4. Pendingin Refluks
5. Motor Pengaduk
6. Statif dan Klem
7. Es



Gambar 1. Model Alat Percobaan Nitrasi

Sumber : olahan peneliti, 2018

Metodologi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Dinas Penelitian dan Pengembangan TNI-AU. Metode penelitian yang digunakan adalah eksperimen laboratorium. Waktu penelitian yang dilakukan dari bulan Juli 2018 hingga Februari 2019 dengan proses penyusunan judul penelitian hingga sidang akhir penelitian.

Alat Penelitian

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas laboratorium seperti labu leher tiga, termometer, magnetic stirer atau batang pengaduk yang terpasang pada motor pengaduk, kondensor atau pengaduk refluks, statif dan klem, ice bath, buret, pipet dan corong buchner.

Bahan Penelitian

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah koran/koran bekas, larutan HNO_3 70%, H_2SO_4 95-97% dan Ac_2O sebagai dehydrating agent pada nitrasi, Reagen Schweitzer : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, Amonia 29%, Aquadest, NaOH , HCl , pelarut Bleaching (H_2O_2 dan NaOCl), kertas saring, aseton, dan larutan KI .

Variabel Penelitian

Penelitian ini memiliki variabel kontrol yaitu limbah koran/koran bekas, larutan HNO_3 , dan serta suhu dan tekanan ruang laboratorium. Variabel bebas pada penelitian ini adalah H_2SO_4 dan Ac_2O sedangkan variabel terikatnya ialah kandungan kadar α -selulosa dan kadar total nitrogen (%) dalam NC.

Prosedur Penelitian

Tahapan penelitian ini terdiri dari preparasi pulp selulosa dari limbah

koran/koran bekas, isolasi selulosa dari pulp limbah koran (proses solvasi, bleaching, ekstraksi dan penentuan kadar α-selulosa), pembuatan nitroselulosa melalui proses nitrasi, dilanjutkan uji unjuk kerja NC (uji nyala, uji kelarutan, uji kestabilan, dan uji FTIR).

Proses Isolasi Selulosa

Proses awal isolasi selulosa dari limbah koran dengan berbantuan pelarut khusus yaitu reagen Schweitzer. Hal pertama yang perlu dilakukan adalah menyiapkan bahan pelarutnya dengan cara sebagai berikut :

Melarutkan 60 gr kristal CuSO₄.5H₂O ke dalam air panas 1 L, menambahkan beberapa tetes larutan H₂SO₄ dengan kondisi temperatur di atas 50°C, selanjutnya tambahkan beberapa tetes larutan amonia, hingga terbentuk endapan sempurna (biru tosca). Endapan yang dihasilkan kemudian dicuci dan dibilas dengan air panas, setelah endapan bersih tambahkan larutan NaOH 20% sebanyak 200 mL, aduk homogen dan kemudian saring kembali. Endapan yang tersaring kemudian ditambahkan larutan amonia 800 mL hingga terbentuk larutan warna biru keunguan (reagen

Schweitzer) dan disimpan ke dalam botol kedap cahaya⁹.

Reagen Schweitzer yang tersedia selanjutnya dapat digunakan sebagai pelarut selulosa dalam proses isolasi selulosa dari limbah koran. Sebanyak 10 gr sampel pulp limbah koran di larutkan dalam pelarut Schweitzer, kemudian aduk homogen, campuran larutan selanjutnya di saring menggunakan corong buchner, dan larutan hasil saringan di bilas dengan larutan asam kuat (HNO₃ 15%).

Sampel selulosa yang diperoleh kemudian di bilas, dikeringkan dan ditimbang bobotnya. Setelah di timbang selanjutnya sampel di bleaching dengan pelarut H₂O₂ 5% (70°C, 40 menit) dan NaOCl 5% (60°C, 2 jam) untuk menghilangkan kadar lignin yang tersisa.

Sampel yang telah di bleaching kemudian lanjut ke tahapan berikutnya yakni ekstraksi dengan menggunakan pelarut NaOH 17.5%. larutan NaOH 17.5% diolah dari 17,5 gr NaOH yang dilarutkan homogen kedalam 100 mL aquadest. Proses ekstraksi dilakukan selama ± 30 menit. Endapan sampel yang tersisa kemudian di bilas dan di keringkan serta di timbang bobotnya. Penentuan kadar α-

⁹ L. J. Wolfram. Action of Cuprammonium Hydroxide (Schweitzer Reagent) on Keratin.

Washington. Harris Research Laboratorium, Inc. 1964. hlm. 68-71

selulosa dalam pulp menggunakan metode SNI 14-0444-1989.

Pembuatan Nitroselulosa

Pembuatan nitroselulosa dengan menggunakan metode nitrasi pada selulosa dilakukan dengan menggunakan 2 bahan *dehydrating agent* yang berbeda. Sehingga prosedur pembuatan nitrasi dibagi dengan 2 tahapan berbeda yaitu:

Nitrasi dengan $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$

Sediakan 2000 gr HNO_3 70% ke dalam gelas kimia dan tambahkan perlahan dan hati-hati 1000 gr larutan H_2SO_4 98% ke dalam gelas kimia tersebut, aduk menggunakan magnetik stirrer (1 jam, 10°C), setelah 1 jam panaskan campuran larutan asam tersebut hingga suhu 40°C dengan pengadukan konstan, yang selanjutnya diamkan campuran asam tersebut hingga dingin pada suhu ruang.

Masukkan sampel selulosa ke dalam campuran asam tersebut yang telah didinginkan, aduk dan pertahankan campuran larutan tersebut pada suhu -10°C selama ± 2 jam. Setelah 2 jam bilas dengan es batu 1000 gram hingga pH sampel mendekati netral. Untuk

memastikan kadar asam yang tersisa pada sampel hilang, maka ditambahkan 500 mL NaHCO_3 10%, aduk homogen, bilas dengan aquadest dan saring dengan corong buchner. Hasil saringan sampel dikeringkan serta ditimbang¹⁰.

Nitrasi dengan $\text{HNO}_3/\text{Ac}_2\text{O}$

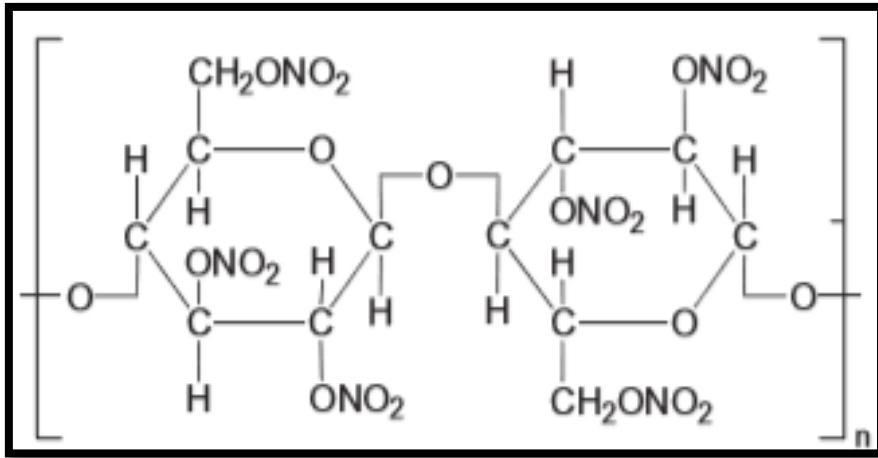
Sediakan labu bundar ukuran 250ml yang telah didinginkan hingga -10°C dan diisi dengan 50 mL HNO_3 (69-71%). Kemudian tambahkan 75 mL Ac_2O secara perlahan kedalam labu bundar dengan corong tambahan hingga diperoleh campuran larutan bening. Selanjutnya campuran larutan ini dipanaskan hingga suhu 0°C dalam penangas air dan tambahkan perlahan sampel selulosa hingga mencapai dispersi yang seragam (0°C, 3 jam), kemudian didinginkan dengan menuangkan campuran ke dalam 1,5 L air es. Endapan putih yang dihasilkan kemudian disaring dengan corong pisah dan dibilas dengan aquadest hingga pH netral, keringkan dan timbang endapan tersebut¹¹.

Sampel NC yang diperoleh melalui nitrasi $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ maupun nitrasi $\text{HNO}_3/\text{Ac}_2\text{O}$ selanjutnya dihitung kadar

¹⁰ Jared B.Ledgard, *op.cit.*,

¹¹ Clement Cheung, "Studies of Nitration of Cellulose – Application in New Membrane

Materials", A thesis of master of science program, University of British Columbia, 2014, hlm.23



Gambar 2. Rumus Struktur Kimia Nitroselulosa

Sumber: Jai Prakash Agrawal, op.cit., hlm.74

nitrogen dengan menggunakan metode Kjeldahl serta uji unjuk kerja NC.

Metode Kjeldahl

Metode Kjeldahl banyak digunakan untuk oleh laboratorium di seluruh dunia dalam mengukur dan analisis nitrogen berasal dari makanan, minuman, produk-produk pertanian, sampel lingkungan, bahan kimia, biokimia dan obat-obatan¹². Prinsip kerja metode ini terbagi dalam tiga langkah yaitu digesti, destilasi, dan titrasi.

Spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared)

Analisis spektroskopi FTIR pada nitroselulosa sebagai indikator dari keberhasilan proses nitrasi pada selulosa, dengan ditandai adanya pergantian gugus $-\text{OH}$ dengan gugus $-\text{NO}_2$. Semakin hilang gugus $-\text{OH}$ yang tergantikan oleh

gugus $-\text{NO}_2$ maka akan semakin baik nitroselulosa yang dihasilkan. Serapan bilangan gelombang gugus $-\text{OH}$ ialah $3350 - 3250 \text{ cm}^{-1}$, sedangkan serapan bilangan untuk gugus $-\text{NO}_2$ ialah $1500 - 1600 \text{ cm}^{-1}$.

Hasil dan Pembahasan

Propelan disebut juga sebagai *low explosive*¹³. Prinsip dari proses pembakaran pada propelan terjadi dalam keadaan adiabatik, serta dengan adanya kandungan gas oksigen akan membantu proses pembakaran propelan.

Berdasarkan fasenya, propelan terbagi menjadi 2 jenis yaitu propelan padat dan propelan cair. Propelan padat terbagi menjadi beberapa macam yaitu Single Base (SB), Double Base (DB), Triple Base (TB), Nitramine-Base (NB) dan Composite Propellant¹⁴.

¹² Purificacion saes-plaza, et.al., "An Overview of the Kjeldahl Methode of Nitrogen Determination. Part II. Early History, Chemistry of the Procedure, and Titrimetric Finish",

Article in Critical Reviews in Analytical Chemistry
No.43. Oktober 2013, Hlm.224

¹³ Jai Prakash Agrawal, op.cit.,

¹⁴ Ibid., hlm.210

Nitroselulosa (NC) memiliki rumus molekul $(C_6H_7O_5(NO_2)_3)n$. Berikut rumus struktur nitroselulosa :

Menurut Fengel dan Wegener (1995), NC adalah polimer komersial pada abad ke-19 yang digunakan dalam pembuatan film foto grafik, bahan peledak, serat tekstil dan beberapa aplikasi percetakan lainnya¹⁵. Nitroselulosa dibuat dengan melakukan reaksi nitrasi pada selulosa yakni proses penggantian gugus -OH dengan gugus -ONO₂. Stabilitas termal NC akan berkurang seiring dengan peningkatannya nitrogen serta tergantung pada penghilangan semua jejak asam dalam proses pembuatannya. Jumlah gugus nitrat yang terdapat dalam NC dapat dihitung dengan persamaan berikut¹⁶:

$$y = \frac{162N}{1400-45N}$$

Suatu produk dengan kandungan tiga gugus nitrat, yaitu $[C_6H_7O_2(ONO_2)_3]$ maka akan terkandung nitrogen sebesar 14.14% walaupun dalam praktek bahan

peledak memiliki komposisi NC bervariasi dari 10 – 13.5% N.

Selulosa merupakan polimer linier glukosa yang dihubungkan oleh ikatan β -1.4 glikosidik¹⁷. Selulosa yang digunakan dalam pembuatan nitroselulosa untuk militer memiliki satuan anhidroglukosa 1000 – 1500 (hartaya,2009). Banyaknya rantai ikatan atom H pada selulosa menyebabkan kestabilan kristal selulosa¹⁸.

Selulosa dapat dibedakan menjadi 3 jenis berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutannya dalam pelarut NaOH 17.5% yakni sebagai berikut:

- 1) α -selulosa, merupakan selulosa berantai panjang, tidak larut dalam NaOH 17,5% dengan DP 600 – 1500, serta sebagai penentu tingkat kemurnian selulosa
- 2) β -selulosa, adalah selulosa berantai pendek, larut dalam NaOH 17.5% dengan DP 15 - 90.

¹⁵ Raissa Desriani, Padli, dan Yelmida, "Proses Pembuatan Nitroselulosa dari Limbah Pelepas Sawit", *Jurnal Teknik Kimia*, Universitas Riau, 2012

¹⁶ Jacquen Akhavan, *The Chemistry and Technology of Explosive – Vol.2, 1st*, Pergamon Press, (Warszawa : Polish Scientific Publisher,1965), hlm.33

¹⁷ Dietrich Fengel dan Gerd Wegener, "Wood-Chemistry, Ultrastructure, Reaction", (New York : de Gruyter,1989), Hlm.26

¹⁸ Tongye Shen, et.al., "Conformational Flexibility of Soluble Cellulose Oligomers : Chain Length and Temperature Dependence", Article of *J.Am.Chem.Soc*, Vol.131, No.41, 2009, hlm.14793

3) γ -selulosa, adalah selulosa yang larut dalam NaOH 17.5% dan memiliki DP kurang dari 15.

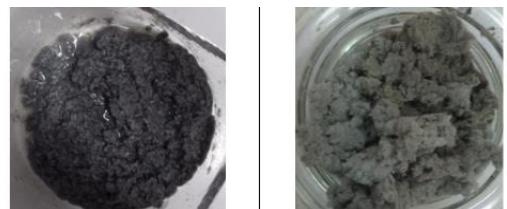
Proses pembuatan nitroselulosa diperlukan bahan baku selulosa dengan kandungan α -selulosa minimal 90% (Siahaan,2009). Proses isolasi α -selulosa melalui proses kimiawi, yakni dilarutkan dalam pelarut khusus. Contoh pelarut tersebut ialah Reagen Schweitzer¹⁹, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$.

Limbah koran ialah lembaran – lembaran kertas berisi berita namun tidak digunakan kembali akibat berkurangnya nilai.

Nitrasasi dapat diartikan sebagai masuknya gugus nitro (-NO₂) pada suatu senyawa melalui proses kimiawi dengan menggunakan pelarut khusus. Salah satu pelarut yang digunakan dalam proses nitrasasi adalah larutan asam nitrat (HNO₃). Namun proses nitrasasi akan optimal dengan menambahkan bahan dehydrating agent yakni H₂SO₄ (asam sulfat) atau Ac₂O (Acetic anhydride).

Sebelum limbah koran/koran bekas diolah menjadi selulosa langkah yang harus dilakukan adalah

menghancurkan kertas koran menjadi serpihan-serpihan yang seragam dengan cara di blender. Perendaman kertas dengan aquadest yang telah dipanaskan, sebelum akhirnya di blender bertujuan untuk membantu proses pemutusan ikatan hidrogen pada selulosa secara mekanis. Aquadest ini bertindak sebagai



Gambar 3. Cacahan Koran Basah (kiri); Pulp Koran seperti Kapas (kanan)

Sumber: olahan peneliti, 2018
media swelling. Pulp yang dihasilkan berwujud padatan seperti kapas.
Perhatikan Gambar 3.

Tinta pada koran tidak dapat dihilangkan sepenuhnya karena tinta koran tergolong pewarnaan jenis Dye. Pewarnaan terdiri dari dua jenis yaitu Dye dan Pigmen²⁰. Perbedaan jenis pewarnaan ini terlihat dari kemampuan zat pewarna berikatan dengan media substratnya, jenis Dye merupakan jenis yang mampu berikatan dan terserap ke dalam media substrat, sehingga untuk memisahkan zat pewarna dengan media

¹⁹ Carina Olsson dan Gunnar Westman, “Direct Dissolution of Cellulose : Background, Means and Applications”, Intech, *Journal of Cellulose – Fundamental Aspects*, website : <https://www.intechopen.com/books/cellulose-fundamental-aspects/direct-dissolution-of-cellulose-background-means-and-applications>, chapter 6, 2013, hlm. 144-178

²⁰ R.M.Christie, “Colour Chemistry”, (Cambridge : RSC Paperbacks, 2001), hlm.23

substrat membutuhkan metode dan pelarut khusus. Pulp yang dihasilkan kemudian dikeringkan dengan oven selama 24 jam (temperatur 50°C).

Proses isolasi selulosa dari pulp limbah koran, melalui proses solvasi, bleaching dan ekstraksi. Proses solvasi dengan menggunakan reagen Schweitzer. Sampel pulp koran yang digunakan sebanyak 10.0758 gr kemudian dilarutkan ke dalam reagen schweitzer yang terkandung ion asam dan basa dari H_2SO_4 dan NaOH bertujuan untuk melindungi selulosa dari proses oksidasi selama pelarutan. Kondisi reagen schweitzer perlu diperhatikan pada saat penggunaan yakni harus dalam kondisi larutan berbentuk koloid (tidak encer). Selulosa yang diambil pada proses solvasi

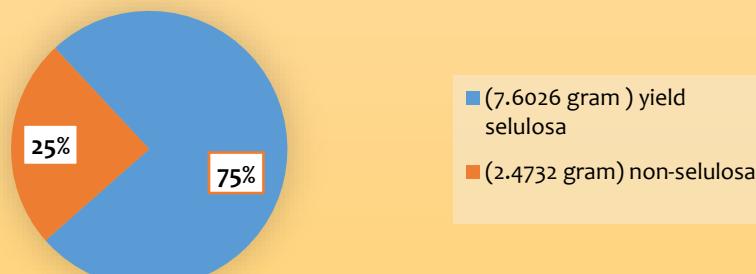


Gambar 4. Selulosa mengalami autoignition

Sumber: olahan peneliti, 2018 adalah jenis α -selulosa. karena serat yang panjang dan sebagai acuan kemurnian dari selulosa yang akan digunakan sebagai bahan baku nitroselulosa. Selulosa yang diperoleh melalui proses solvasi selanjutnya dibilas hingga pH normal, karena jika sampel dibiarkan dalam kondisi masih terdapat kandungan asam nitrat (HNO_3) akan mudah terjadi *autoignition* (terbakar dengan sendirinya), berikut gambar selulosa yang mengalami *autoignition* :

Hal ini dikarenakan masih adanya gugus nitro (-NO₂) yang bersifat mudah

Persentase kadar kandungan pulp koran (%)



Gambar 5. Diagram Kandungan Pulp Koran
Sumber: Olahan Peneliti, 2019

meledak atau pengapian²¹ sehingga terjadi *autoignition*.

Dari hasil proses solvasi pulp koran sebanyak 10.0758 gr diperoleh selulosa dengan total yield sebesar 7.6026 gr, mengalami pengurangan bobot sekitar 24.5459%. Untuk lebih jelasnya perhatikan diagram kandungan pulp koran berikut.

Endapan sampel hasil dari solvasi selanjutnya di *bleaching* dengan H₂O₂ 5% di peroleh endapan 7.0704 gr dan NaOCl 5% dengan endapan 6.5221 gr.

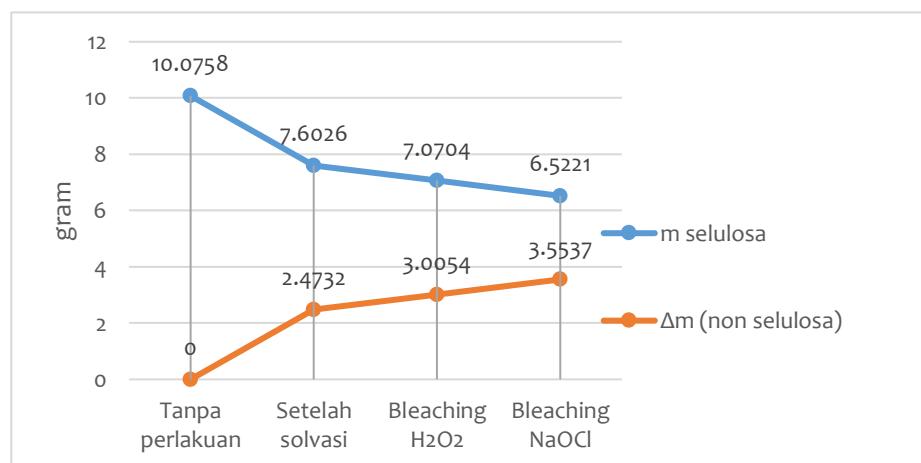
Berdasarkan data grafik di atas meningkatnya nilai total yield zat-zat non selulosa yang dihasilkan akan berimbang pada meningkatnya kemurnian selulosa yang dihasilkan, meskipun massa selulosa yang dihasilkan semakin berkurang. Sampel yang dihasilkan setelah proses *bleaching* memiliki tingkat

warna putih yang lebih baik dibandingkan sebelumnya, hal ini menunjukkan bahwa zat non selulosa seperti lignin telah berkurang atau menghilang. Karena lignin merupakan senyawa yang menyebabkan warna kuning pada kertas.

Sampel yang telah di *bleaching* kemudian akan di ekstraksi dengan menggunakan bahan pelarut NaOH 17.5%, proses ini dikenal dengan proses alkalisasi. Alkalisasi yang dilakukan juga berulang dengan harapan dapat memperoleh α-selulosa dengan kadar lebih dari 90%. Berikut tabel hasil alkalisasi ulang pada Tabel 1.

Tabel 1. Pengaruh Alkalisasi Terhadap Hasil Pengukuran Kadar α-selulosa

Sampel selulosa	Massa selulosa (g)	α-selulosa (%)
Awal	10.0758	-
Alkalisasi I	6.0005	59.55
Alkalisasi II	5.6123	93.53
Alkalisasi III	5.5041	91.72



Gambar 6. Perbandingan Massa Sampel Setelah di Bleaching
Sumber: Olahan Peneliti, 2019

²¹ Rafal Madaj, Halina Kalinowska, Elzbieta Sobiecka, "Utilisation of Nitrocompounds",

Sumber: olahan peneliti, 2019

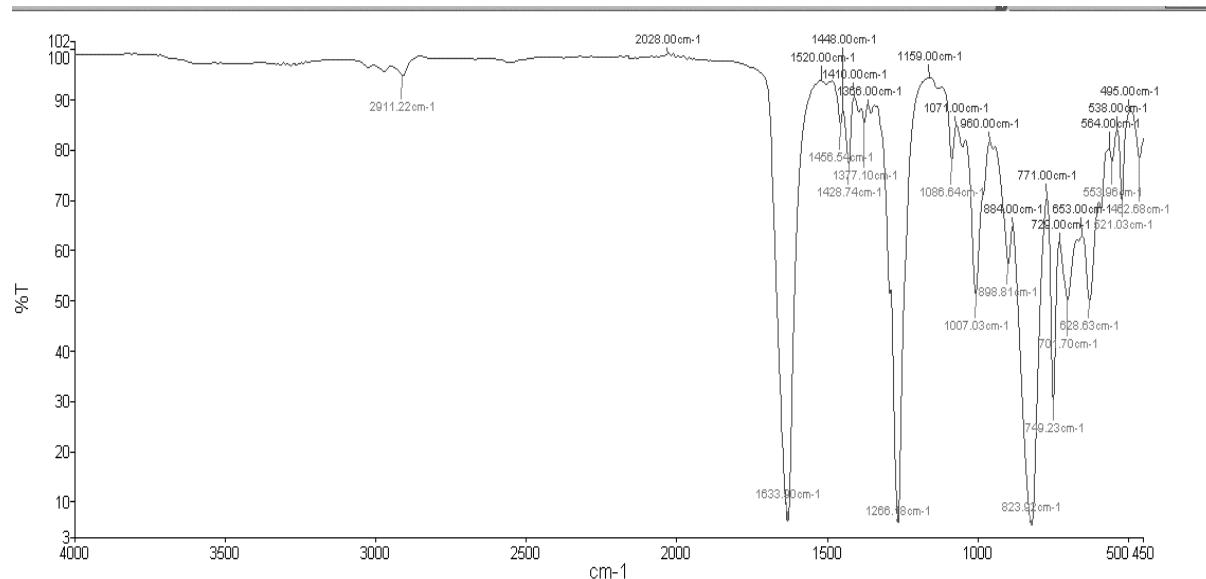
Dari tabel tersebut terlihat bahwa dengan proses alkalisasi berulang diperoleh kadar α -selulosa yaitu 91.72 - 93.53%, yang memenuhi kadar minimal selulosa sebagai bahan baku pembuatan nitroselulosa.

Sampel sebanyak 5.5041 gr kemudian dibagi dua dengan masing-masing sampel akan dilakukan proses nitrasi dengan bahan *dehydrating agent* yang berbeda yaitu H_2SO_4 dan Ac_2O untuk menghasilkan produk nitroselulosa (NC). Sediaan sampel selulosa yang telah dinitrasi dengan H_2SO_4 dan Ac_2O adalah serbuk hablur warna putih kekuningan, meskipun warna yang dihasilkan dari nitrasi HNO_3/Ac_2O lebih putih

dibandingkan HNO_3/H_2SO_4 . Masing-masing bobot NC yang dihasilkan dari nitrasi dengan H_2SO_4 dan Ac_2O adalah 3.1354 gr dan 4.1863 gr.

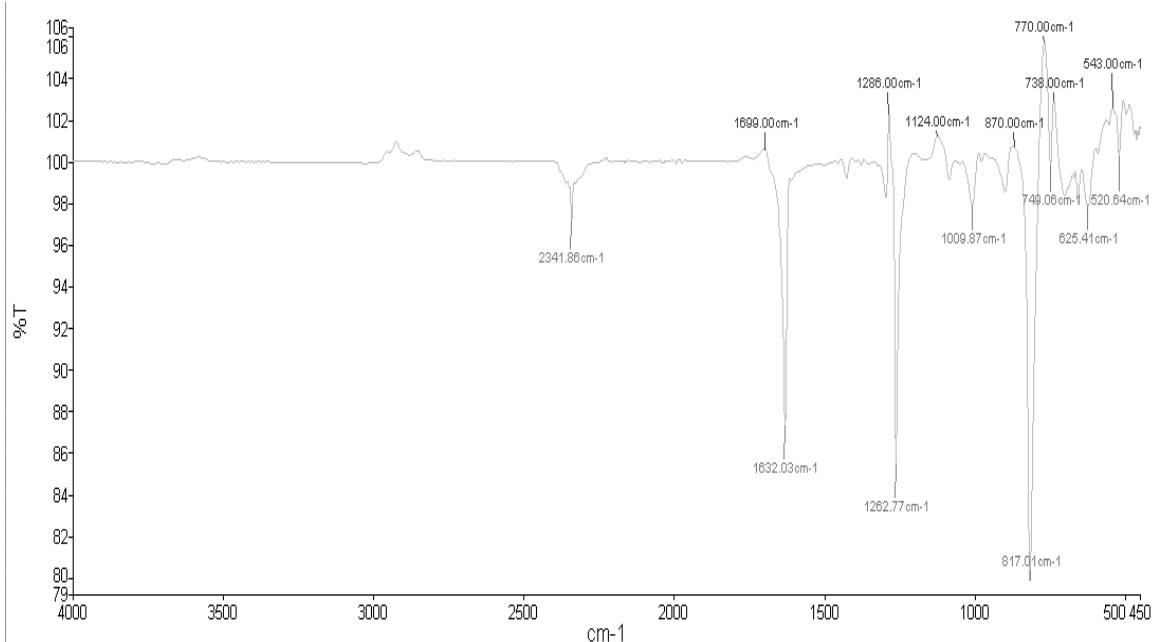
NC yang diperoleh kemudian dilakukan uji lanjutan yakni uji kualitatif seperti uji kadar N sebagai persyaratan untuk bahan energetik material dan uji unjuk kerja NC (uji nyala, uji penguapan (kestabilan), gugus $-NO_2$ dengan FTIR, dan uji kelarutan).

Uji kadar Nitrogen (N) dalam NC dengan menggunakan metode kjeldahl diperoleh hasil kadar N dalam NC dengan nitrasi berbahan HNO_3/H_2SO_4 dan HNO_3/Ac_2O berturut-turut adalah 12.6% dan 12.9%. Dari hasil uji nyala, uji penguapan, uji kelarutan dan uji gugus –



Gambar 7. Hasil Uji FTIR Nitroselulosa dari Nitrasi dengan HNO_3/Ac_2O

Sumber: Olahan peneliti, 2018



Gambar 8. Hasil Uji FTIR Nitroselulosa dari Nitrasi dengan $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$

Sumber: Olahan Peneliti, 2018

NO_2 pada FTIR, menunjukkan hasil yang positif. Grafik gugus fungsi pada sampel hasil uji FTIR dapat dilihat pada Gambar 7 dan 8.

Nitroselulosa (kadar N = 12.9%) yang berasal dari proses nitrasi $\text{HNO}_3/\text{Ac}_2\text{O}$ setelah di uji dengan FTIR diperoleh hasil nilai serapan dominan yakni 1633.90; 1266.18; 823.92 cm^{-1} , dari uji FTIR tersebut tertera serapan bilangan gelombang 1633.90 cm^{-1} yang menunjukkan adanya pergantian gugus –OH dengan gugus – NO_2 , puncak dominan dari serapan bilangan gelombang tersebut dikarenakan adanya vibrasi pada molekul sampel NC. Gugus –OH tergantikan oleh gugus – NO_2 karena pada hasil grafik tidak terdapat vibrasi oleh molekul pada bilangan gelombang dengan range 3350 – 3250 cm^{-1} , dapat dilihat pada Gambar 8. Serapan bilangan 823,92 cm^{-1}

menunjukkan adanya ikatan antara atom karbon dengan atom nitrogen yang berasal dari gugus nitro (ikatan C-N).

Sama halnya dengan nitroselulosa (kadar N = 12.6%) hasil dari nitrasi $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ pada Gambar 9, terdapat serapan bilangan gelombang dominan pada titik 1632.03; 1262.77; 817.01 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan adanya pergantian gugus –OH dengan gugus –NO, bilangan gelombang yang ditampilkan akan dibandingkan dengan bilangan gelombang standar masing-masing gugus fungsi. Perbandingan tersebut akan membantu dalam mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada suatu sampel sehingga dapat diketahui senyawa dari sampel tersebut. Sedangkan serapan panjang gelombang pada angka 817.01 cm^{-1} menunjukkan pula adanya ikatan atom C-N meskipun tidak terlalu kuat, dimana

range ikatan ini berada pada 920 – 830 cm⁻¹. Hal ini bisa disebabkan pada saat mengolah pelet sampel dengan KBr belum tercampur dengan baik, sehingga ketika dilakukan pengujian data yang ditampilkan angkanya kurang tinggi.

Angka 1633.90 cm⁻¹ (Gambar 8) dan 1632.03 cm⁻¹ (Gambar 9) menunjukkan gugus nitro dengan kriteria vibrasi regangan (*stretching*) asimetri yakni pada range 1500 – 1600 cm⁻¹, sedangkan kriteria vibrasi simetri gugus nitro berada pada range gelombang 1300 - 1390 cm⁻¹ kekuatan tampilan gugus asimetri lebih kuat dibandingkan tampilan gugus simetri²².

Tabel 2. Perbandingan Hasil Nitroselulosa (NC)

	NC dari HNO ₃ /H ₂ SO ₄	NC dari HNO ₃ /Ac ₂ O
Kadar N	12.6%	12.9%
Serapan I (cm ⁻¹)	1632.03	1633.90
Serapan II (cm ⁻¹)	1262.77	1266.18
Serapan III (cm ⁻¹)	817.01	823.92
Kelarutan dalam aceton	+	+
Uji nyala	+	+
Uji penguapan	+	+
Massa NC (gram)	3.1354	4.1863
DS	2.55	2.41

Sumber: olahan peneliti, 2019

Selulosa sebagai bahan baku nitroselulosa memiliki gugus –OH yang terikat, namun karena adanya proses reaksi nitrasi, maka gugus tersebut diganti oleh gugus nitro. Penggantian gugus inilah yang mencirikan dari adanya komponen nitro dalam suatu material, terutama untuk bahan baku energetik material kelompok nitro. Terdapat variabel lain pula yang menentukan proses nitrasi yaitu nilai Derajat Subtitusi (DS), nilai DS akan menunjukkan kompatibilitas sampel yang dihasilkan dengan komponen garam lainnya dan akan berpengaruh pada nilai viskositasnya. Diantara kedua bahan *dehydrating agent* tersebut nitrasi dengan menggunakan Ac₂O memiliki nilai DS lebih tinggi dibandingkan nilai DS dari nitrasi dengan menggunakan H₂SO₄ yaitu 2.55, sedangkan dari H₂SO₄ hanya bernilai 2.41. Meskipun demikian selisih perbedaan dari kedua sampel tersebut tidak terlalu jauh. Dari identifikasi ini dapat diidentifikasi sebagai nitroselulosa, karena adanya gugus alkohol (-OH) tergantikan oleh gugus Nitro (-NO₂). Untuk lebih jelas perbedaan antara nitroselulosa yang diperoleh melalui nitrasi dengan HNO₃/H₂SO₄ dan nitrasi dengan

²² Anonim ,”Spectroscopy Tables”, dalam : <https://www.cpp.edu/~psbeauchamp/pdf/spe>

c_ir_nmr_spectra_tables.pdf, diakses pada tanggal 1 Januari 2019

$\text{HNO}_3/\text{Ac}_2\text{O}$ secara kualitatif, terlihat pada Tabel 2.

Simpulan

1. Melalui proses isolasi selulosa pada pulp koran dengan metode solvasi, *bleaching*, dan ekstraksi (alkalisasi berulang) diperoleh kadar α -selulosa sebesar 91.72% - 93.53%, yang memenuhi persyaratan bahan baku pembuatan nitroselulosa dalam pengembangan material energetik.
2. Kadar N dalam NC hasil nitrasi $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ dan hasil nitrasi $\text{HNO}_3/\text{Ac}_2\text{O}$ berturut-turut 12.6% dan 12.9% menunjukkan pemenuhan syarat sebagai bahan baku material energetik (propelan) yaitu dalam rentang kadar N 12.5% – 13.5%, diperkuat dengan data positif hasil uji nyala, uji kelarutan, uji penguapan (kestabilan), keberadaan gugus – NO_2 pada uji FTIR.
3. Industri propelan dapat mempertimbangkan bahan baku kertas limbah koran sebagai alternatif bahan baku nitroselulosa dengan memperhatikan kembali kesediaan bahan baku limbah koran di era media internet lebih meningkat dibandingkan media cetak.

Saran

1. Dalam proses solvasi dengan menggunakan pelarut reagen Schweitzer, perlu memperhatikan kestabilan

fase koloid larutan, jika pelarut tidak memiliki viskositas (kekentalan) tinggi, maka akan sukar untuk solvasi sampel selulosa.

2. Penelitian ini memerlukan dana dan sarana prasarana laboratorium yang memadai terutama terkait *safety* praktikan mengingat bahan yang digunakan bersifat volatil (mudah menguap) dan kestabilan kondisi laboratorium seperti temperature.

3. Industri propelan dapat mempertimbangkan bahan baku kertas limbah koran sebagai alternatif bahan baku nitroselulosa dengan memperhatikan kembali kesediaan bahan baku limbah koran di era media internet lebih meningkat dibandingkan media cetak.

DAFTAR PUSTAKA

Buku

- Agrawal, Jai Prakash. 2010. *High Energy Materials-Propellant, Explosives and Pyrotechnics*, Weiheim : Wiley-VCH Verlag GmbH

- Akhavan, Jacquen. 1965. *The Chemistry and Technology of Explosive – Vol.2*, 1st, Pergamon Press, Warszawa : Polish Scientific Publisher.
- Fengel, Dietrich dan Gerd Wegener. 1989. “Wood-Chemistry, Ultrastructure, Reaction”, New York : de Gruyter.
- Ledgard, Jared B. 2007. *The Preparatory Manual of Explosives – A Comprehensive Laboratory Manual*, 2nd Edition, Seattle – Washington USA
- Purificacion saes-plaza, et.al., “An Overview of the Kjeldahl Methode of Nitrogen Determination.Part II. Early History, Chemistry of the Procedure, and Titrimetric Finish”, Article in Critical Reviews in Analytical Chemistry No.43. Oktober 2013, Hlm.224
- R.M.Christie,R.M., 2001. “Colour Chemistry”, Cambridge: RSC Paperbacks
- Jurnal/artikel**
- Desriani, Raissa, Padli, dan Yelmida. 2012. “Proses Pembuatan Nitroselulosa dari Limbah Pelepah Sawit”, *Jurnal Teknik Kimia*, Universitas Riau
- Seminar/Kuliah**
- Cheung, Clement. 2014. “Studies of Nitration of Cellulose – Application in New Membrane Materials”, A thesis of master of science program, University of British Columbia.
- Colonel Chb IGN Wisnu Wardana, “Kebutuhan Munisi/Roket & Nilai Strategis Smokeless Powder Propellant dari Perspektif Pengguna”, pada National Seminar of Energetic Material – Application of Smokeless Powder Propellant in Ammunition and Rocket PT.Pindad (persero), 8-9 mei 2018, slide 6.
- Madai, Rafal, Halina Kalinowska, Elzbieta Sobieka. 2018. “Utilisation of Nitrocompounds”, Journal of Biotechnol Food Science, <http://www.bfs.p.lodz.pl/>,
- Shen, Tongye. et.al., 2009. “Conformational Flexibility of Soluble Cellulose Oigomers : Chain Length and Temperature Dependence”, Article of J.Am.Chem.Soc.Hlm, Vol.131, No.41.
- Wolfram, L.J. 1964. Action of Cuprammonium Hydroxide (Schweitzer Reagent) on Keratin. Washington. Harris Research Laboratorium,Inc.
- Internet**
- Anonim ,”Spectroscopy Tables”, dalam : https://www.cpp.edu/~psbeauchamp/pdf/spec_ir_nmr_spectra_table s.pdf, diakses pada tanggal 1 Januari 2019
- Olsson, Carina dan Gunnar Westman. 2013. “Direct Dissolution of Cellulose : Background, Means and Applications”, Intech, *Journal of Cellulose – Fundamental Aspects*, website : <https://www.intechopen.com/books/cellulose-fundamental-aspects/direct-dissolution-of-cellulose-background-means-and-applications>, chapter 6.
- Puskompublik, “KKIP Jelaskan Perkembangan Pengelolaan Industri Pertahanan”, website : <https://www.kemhan.go.id/puskom/publik/2016/11/10/kkip-jelaskan-perkembangan-pengelolaan-industri-pertahanan.html>, diakses pada agustus 2018.