

**OPTIMASI PROSES SINTESIS NITROSELULOSA BERBAHAN DASAR
MICRO FIBER KAPUK (*Ceiba pentandra*) SEBAGAI UPAYA
PENINGKATAN KUALITAS BIOMASSA**

TESIS

**Karya tulis sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister dari
Universitas Lambung Mangkurat**

Oleh

FITRIANNOOR

NIM: 2120834310006

(Program Studi Magister Teknik Kimia)



UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT

JUNI 2023

LEMBAR PENGESAHAN

TESIS PROGRAM STUDI S-2 TEKNIK KIMIA

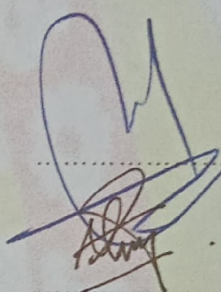
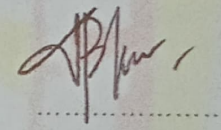
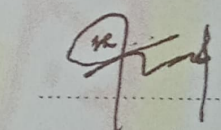
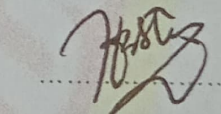
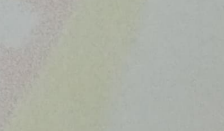
OPTIMASI PROSES SINTESIS NITROSELULOSA BERBAHAN DASAR *MICRO FIBER*
KAPUK (*Ceiba pentandra*) SEBAGAI UPAYA PENINGKATAN KUALITAS BIOMASSA

Oleh

Fitriannoor (2120834310006)

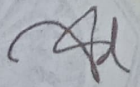
Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada hari Rabu tanggal 14 Juni 2023 dan dinyatakan

LULUS

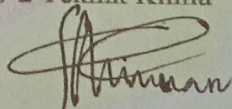
Komite	:		
Penguji	:		
Ketua	:	Prof. Ir. Muthia Elma, S.T., M.Sc., Ph.D. NIP. 19740521 200212 2 003	
Anggota I	:	Prof. Ir. Meilana Dharma Putra, S.T., M.Sc., Ph.D. NIP. 19820501 200604 1 014	
Anggota II	:	Dr. Ir. Doni Rahmat Wicakso, ST., M.Eng. NIP. 19810112 200312 1001	
Pembimbing Utama	:	Prof. Ir. Iryanti Fatyasari Nata, ST., MT., Ph.D. NIP. 19750113 200003 2 003	
Pembimbing Pendamping	:	Ir. Hesti Wijayanti, ST., M.Eng., Ph.D. NIP. 19800529 200501 2 003	

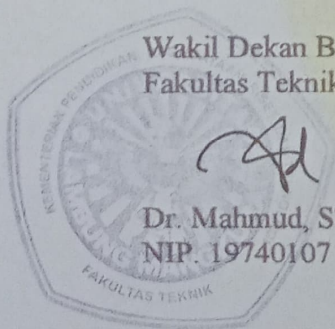
Banjarbaru, 26 JULI 2023
Diketahui dan disahkan oleh:

Wakil Dekan Bidang Akademik
Fakultas Teknik ULM,


Dr. Mahmud, ST., MT.
NIP. 19740107 199802 1 001

Koordinator Program Studi
S-2 Teknik Kimia


Dr. Ir. Agus Mirwan, ST., MT.
NIP 19760819 200312 1 001





SERTIFIKAT

No Reg : 1797



Diberikan kepada

Fitriannoor

NIM 2120834310006

Program Studi S2 Teknik Kimia
Fakultas Teknik Universitas Lambung Mangkurat

Telah dilakukan uji plagiasi artikel jurnal Tugas Akhir Mahasiswa :

Mild Nitric Acid Treatments to Produce Nitrocellulose from Kapok Fiber (Ceiba Pentandra)

dengan tingkat kemiripan :

9%

Banjarbaru, 21 Juli 2023
a.n. Dekan Fakultas Teknik ULM
Wakil Dekan bidang Akademik,



Dr. Mahmud, S.T., M.T.,
NIP 197401071998021001

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Fitriannoor
NIM : 2120834310006
Program Studi : Magister Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Perguruan Tinggi : Universitas Lambung Mangkurat
Judul Tesis : **“OPTIMASI PROSES SINTESIS
NITROSELULOSA BERBAHAN DASAR
MICRO FIBER KAPUK (*Ceiba pentandra*)
SEBAGAI UPAYA PENINGKATAN
KUALITAS BIOMASSA”**

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa tesis yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dicantumkan sebagai kutipan/acuan dalam naskah dengan disebutkan sumber kutipan/acuan dan dicantumkan dalam daftar pustaka.

Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan tesis ini hasil jiplakan, plagiat maupun manipulasi, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Demikian pernyataan ini saya buat dalam keadaan sehat dan tanpa paksaan dari siapapun.

Banjarbaru, 17 Juli 2023

Yang membuat pernyataan



Fitriannoor

NIM. 2120834310006

ABSTRAK

OPTIMASI PROSES SINTESIS NITROSELULOSA BERBAHAN DASAR *MICRO FIBER* KAPUK (*Ceiba pentandra*) SEBAGAI UPAYA PENINGKATAN KUALITAS BIOMASSA

Oleh

FITRIANNOOR

NIM: 2120834310006

(Program Studi Magister Teknik Kimia)

Kapuk (*Ceiba pentandra*) adalah jenis tanaman dan digunakan sebagai bahan pengisi bantal, guling, matras dan lain-lain. Kapuk mengandung selulosa 53-55% yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai biomaterial yang fungsional dan mempunyai nilai jual lebih tinggi untuk dikembangkan menjadi nitroselulosa. Penelitian ini bertujuan mengevaluasi pengaruh konsentrasi asam nitrat (15%, 20%, dan 25% v/v), suhu (5^oC, 10^oC, 15^oC, 20^oC, 25^oC, dan 30^oC) dan waktu reaksi (15, 30, 45, 60 menit) pada proses nitrasi selulosa kapuk berdasarkan konsentrasi nitrogen yang tersubstitusi. Mengkarakterisasi selulosa hasil proses nitrasi berupa struktur morfologi, gugus fungsional, struktur kristal dan ketahanan terhadap suhu. Isolasi *micro fiber*/selulosa dari kapuk dilakukan dengan dua langkah proses, yaitu proses delignifikasi dan *bleaching*. Delignifikasi dilakukan dengan metode alkali *hydrothermal*, kapuk (K) (2 g) dicampurkan dengan 5% NaOH (b/v) sebanyak 80 mL dan dimasukkan *Teflon Stainless Autoclave* dan reaksi berlangsung suhu 121 °C selama 2 jam. Kapuk dicuci hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven 100 °C selama 4 jam. Proses *bleaching* dengan 2 g kapuk hasil delignifikasi ditambahkan 30% H₂O₂ dalam 108 mL dan dilakukan dalam *autoclave* pada 121 °C selama 1 jam. Selanjutnya dicuci dengan aquadest hingga pH netral dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 4 jam dalam oven sebagai selulosa kapuk (SK). 5% SK (b/b), 15% (v/v) asam nitrat, dan 15% (v/v) asam fosfat dicampurkan dan diaduk dengan kecepatan 300 rpm suhu dan waktu reaksi yang telah divariasikan. Setelah reaksi dicuci dengan aquadest hingga pH netral. Padatan SK kemudian disaring serta dimasukkan ke dalam air panas selama 5 menit. Residu dibilas kembali dengan aquadest dan 10% (b/v) natrium bikarbonat sampai nilai pH netral dan dikeringkan dengan oven pada suhu 60 °C hingga berat konstan dan diperoleh nitroselulosa (NS). Berdasarkan hasil nitrasi terbaik pada konsentrasi 20% asam nitrat, reaksi selama 30 menit pada suhu 10 °C dengan nilai derajat substitusi (DS) 0,885, kadar air 4,94% dan *yield* 52,21%. Material yang dihasilkan nantinya dapat diarahkan sebagai biomaterial yang fungsional.

Kata Kunci: *hydrothermal*, kapuk, nitrasi, nitroselulosa, selulosa.

ABSTRACT

PROCESS OPTIMIZATION OF NITROCELLULOSE SYNTHESIS BASED ON KAPUK (*Ceiba pentandra*) MICRO FIBER TO IMPROVE THE BIOMASS QUALITY

By:

FITRIANNOOR

NIM: 2120834310006

(Master Degree of Chemical Engineering)

Kapok (*Ceiba pentandra*) is a plant used as a pillow, filler, mattress, and for other purposes. It contains 53-55% cellulose, which has the opportunity to develop a high value-added product as nitrocellulose. The purposes of this research are to evaluate the influence of nitric acid variation (15%, 20%, and 25% v/v), temperature (5 °C, 10 °C, 15 °C, 20 °C, 25 °C, and 30 °C), and time of reaction (15, 30, 45, and 60 min) on the nitration process based on substituted nitrogen concentration. The characterization of nitrocellulose includes morphology, functional groups, crystal structure, and thermal analysis. The kapok cellulose went through a delignification process, which was done by alkaline hydrothermal treatment. Kapok (K, 2 g) was mixed with 5% NaOH (w/v, 80 mL), poured into a *Teflon Stainless Autoclave*, and kept at 121 °C for 2 h. After the delignification process, the material was washed with aquadest until a neutral pH was reached and dried at 100 °C for 4 h. Furthermore, to the bleaching process of delignified kapok (2 g), 30% of H₂O₂ (108 mL) was added and put in an autoclave at 121 °C for 1 h. After the bleaching process, the material was washed with aquadest until it reached a neutral pH and dried at 100 °C for 4 h in an oven labeled cellulose kapok (CK). The 5% of CK (w/v), 15% of nitric acid (v/v), and 15% of phosphoric acid (v/v) were mixed and stirred at 300 rpm, and the temperature and reaction time were set. After the reaction, the sample was washed with aquadest until it reached a neutral pH and then kept in hot water for 5 min. The solid part was rinsed with aquadest and sodium bicarbonate until pH was neutral and dried in an oven at 60 °C until constant weight, the product is called nitrocellulose (NC). Optimum nitration conditions for a high product of nitrocellulose are 20% nitric acid, a reaction time of 30 min at 10 °C with a degree of substitution (DS) value of about 0.885, 4.94% water content, and a *yield* of 52.21%. In addition, the application of nitrocellulose as a functional biomaterial will be developed.

keyword: hydrothermal, kapok, nitration, nitrocellulose, cellulose.



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
FAKULTAS TEKNIK

Alamat Jl. Achmad Yani Km. 35,5 Banjarbaru-Kalimantan Selatan 70714

Telepon/Fax.: (0511) 4773858-4773868

Laman: <http://www.ft.ulm.ac.id>, Email: dekan.ft@ulm.ac.id

SURAT KETERANGAN

Nomor: 006/UN8.4.X.X/PJ/2023

Bersama ini kami menerangkan bahwa Ringkasan Bahasa Inggris dari Tesis yang berjudul **"PROCESS OPTIMIZATION OF NITROCELLULOSE SYNTHESIS BASED ON KAPUK (*Ceiba pentandra*) MICRO FIBER TO IMPROVE THE BIOMASS QUALITY"** yang disusun oleh:

Nama : Fitriannoor
NIM : 2120834310006
Program Studi : Magister Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Perguruan Tinggi : Universitas Lambung Mangkurat

Telah diperiksa dan diverifikasi Bahasa Inggris yang digunakan sesuai dengan makna dan Abstrak Bahasa Indonesia yang ditulis oleh mahasiswa yang bersangkutan (abstrak terlampir).

Demikian Surat Keterangan ini dibuat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Banjarbaru, 17 Juli 2023
Koordinator Prodi,

Dr. Ir. Agus Mirwan, ST., MT.
NIP 19760819 200312 1 001

RIWAYAT HIDUP



Fitriannoor dilahirkan di Banjarmasin pada tanggal 22 Februari 1996. Ia merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Ayahnya bernama Suwardi dan Ibunya bernama Ida Royani. Fitriannoor memasuki SD pada tahun 2002-2009 di SDN Pemurus Dalam 6 Banjarmasin. Kemudian melanjutkan SMP di SMP Negeri 3 Banjarmasin. ia telah menyelesaikan pendidikan sekolah menengah kejuruan di SMK ISFI Banjarmasin jurusan farmasi pada tahun 2015. Ia masuk Program Studi Kimia FMIPA ULM pada tahun 2015 dan selesai pada tahun 2020. Kemudian saya melanjutkan S2 teknik kimia FT ULM pada tahun 2021 dan selesai pada tahun 2023. Saya memiliki riwayat pekerjaan sebagai guru PJOK (Pendidikan Jasmani Olahraga dan Kesehatan) dan Bahasa Inggris di SDN Kuin Utara 1 Banjarmasin selama 6 bulan pada tahun 2021. Saya memiliki pekerjaan sebagai admin IPAL (Instalasi Pengolahan Air Limbah) di pabrik CV. Boga Jaya Banjarbaru (Amanda Brownies) selama 2 bulan pada tahun 2023.

Fitriannoor

PEDOMAN PENGGUNAAN TESIS

Tesis S2 tidak dipublikasikan terdaftar dan tersedia di perpustakaan Universitas Lambung Mangkurat dan terbuka untuk umum dengan ketentuan hak cipta ada pada pengarang dengan mengikuti aturan HaKI yang berlaku di Universitas Lambung Mangkurat. Referensi kepustakaan di perkenankan dicatat, tetapi pengutipan ringkasan hanya dilakukan seijin pengarang dan harus disertai dengan kaidah ilmiah untuk menyebutkan sumbernya

Sitasi hasil penelitian tesis ini dapat ditulis dalam Bahasa Indonesia sebagai berikut:

Fitriannoor, (2022): OPTIMASI PROSES SINTESIS NITROSELULOSA BERBAHAN DASAR MICRO FIBER KAPUK (*Ceiba pentandra*) SEBAGAI UPAYA PENINGKATAN KUALITAS BIOMASSA, Tesis Program Magister, Universitas Lambung Mangkurat.

Dan dalam Bahasa Inggris sebagai berikut:

Fitriannoor, (2022): PROCESS OPTIMIZATION OF NITROCELLULOSE SYNTHESIS BASED ON KAPUK (*Ceiba pentandra*) MICRO FIBER TO IMPROVE THE BIOMASS QUALITY, Master Degree Thesis Program, Lambung Mangkurat University.

Memperbanyak dan menerbitkan sebagian atau seluruh tesis haruslah seizin Direktur Pascasarjana Universitas Lambung Mangkurat.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah Subhanahu Wa Ta'ala yang telah melimpahkan rahmat dan taufik hidayat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul **“Optimasi Proses Sintesis Nitroselulosa Berbahan Dasar *Micro Fiber Kapuk (Ceiba Pentandra)* sebagai Upaya Peningkatan Kualitas Biomassa”** yang dimaksudkan untuk memenuhi salah satu syarat guna mencapai gelar Magister Strata 2 (S2). terselesaikannya penulisan ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis ingin berterima kasih tak terhingga kepada semua pihak yang telah membantu baik dalam proses penelitian selama penulisan ucapan terima kasih kepada:

1. Ibu Prof. Ir. Iryanti Fatyasari Nata, Ph.D selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan dan arahan selama penyusunan tesis ini, serta ilmu yang diberikan selama masa studi Program Studi Magister Teknik Kimia Program Pascasarjana ULM.
2. Ibu Ir. Hesti Wijayanti, ST., M. Eng., Ph.D selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dan memberikan semangat motivasi selama penyusunan tesis.
3. Ibu Prof. Ir. Muthia Elma, ST, M. Sc, Ph.D, Bapak Prof. Ir. Meilana Dharma Putra, ST, MT., Ph.D dan Bapak Dr. Ir. Doni Rahmat Wicakso, ST., M. Eng, selaku dosen penguji dan penjamin mutu yang telah memberikan kritik dan saran dalam penulisan tesis.
4. Ketua Program Studi Pasca Sarjana Teknik Kimia Bapak Dr. Ir. Agus Mirwan, ST., MT yang telah memberikan arahan dan bimbingan dalam penulisan tesis.
5. Ayahanda Suwardi, Ibunda Ida Royani, adik-adik penulis Leili Kirana dan Aliya Mahira atas kepercayaan, kesabaran, serta dukungan moril dan material semangat yang mendorong penulis menyelesaikan tesis ini.
6. Rekan-rekan Magister Teknik Kimia ULM angkatan 2021, Bapak Agus Hadi Wibowo, Ibu Retno Febrianti, Bapak Satria Anugrah Suhendra, Ibu Precellia, Ibu Andika Putri Paramita.
7. Adik-adik Magister Teknik Kimia ULM angkatan 2022 atas dukungan dan bantuannya.

8. Adik-adik Program Studi Teknik Kimia ULM angkatan 2019 atas bantuan dan kerjasamanya dalam penelitian di laboratorium
9. Semua pihak yang turut membantu penelitian dan penulisan tesis ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam tesis ini masih dapat terdapat kekurangan untuk itu masukan berupa kritik dan saran sangat membantu penulis sesuai yang diharapkan. Semoga tesis ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca dan semua pihak

Banjarbaru, Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
PEDOMAN PENGGUNAAN TESIS	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR NOTASI.....	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Luaran	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
1.6 Hipotesis	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Kapuk sebagai Sumber Selulosa	5
2.2 Nitroselulosa	6
BAB III METODE PENELITIAN	13
3.1. Alat	13
3.2. Bahan	13
3.3 Variabel Penelitian	13
3.4 Prosedur Penelitian	14
3.4.1. Isolasi Selulosa dari Kapuk.....	14
3.4.2. Proses Nitrasasi Selulosa Kapuk.....	15
3.5 Karakterisasi.....	16
3.5.1 <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	16
3.5.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	16
3.5.3 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	16
3.5.4 <i>Thermal Gravimetric Analysis (TGA)</i>	16
3.5.5 <i>Brunauer-Emmeett-Teller Surface Area Analysis</i>	17

3.6	Analisis	17
3.6.1	Analisis <i>Fourier Transform-Infra Red</i> (FT-IR) dan Penentuan Derajat Substitusi.....	17
3.6.2	Penentuan Kadar Air	21
3.6.3	Perhitungan <i>Yield</i>	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		22
4.1	Isolasi dan Karakterisasi Selulosa dari Kapuk	22
4.2	Proses Nitrasasi Selulosa Kapuk	27
4.2.1	Pengaruh Konsentrasi Asam Nitrat terhadap Produk Nitroselulosa	27
4.2.2	Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Produk Nitroselulosa	30
4.2.3	Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Produk Nitroselulosa	32
4.3	Karakterisasi Produk Nitroselulosa dari Kapuk.....	33
BAB V PENUTUP		37
5.1	Kesimpulan	37
DAFTAR PUSTAKA		38
LAMPIRAN		

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur Selulosa (Heinze dkk., 2015).....	5
Gambar 2.2. Struktur Nitroselulosa (Lai, 2020)	6
Gambar 2.3. Konversi Selulosa menjadi Nitroselulosa dengan Campuran Asam Nitrat dan Asam Sulfat (Lai, 2020).	7
Gambar 2.4. Skema Proses Nitration menggunakan Campuran Asam Nitrat dan Asam Sulfat (Cheung, 2014).....	8
Gambar 2.5. Persentasi Kadar Nitrogen Nitroselulosa beserta Aplikasinya (Lai, 2020).....	10
Gambar 2.6. Persentasi Kadar Nitrogen Nitroselulosa Beserta Aplikasinya (Lai, 2020).....	13
Gambar 3.1. Diagram Alir Isolasi Selulosa dari Kapuk.....	14
Gambar 3.2. Diagram Alir Nitration Selulosa Kapuk.....	15
Gambar 3.3. Perhitungan Derajat Substitusi pada Nitration Kapuk	21
Gambar 4.1. (a) Kapuk (K), (b) kapuk setelah delignifikasi (KD), dan (c) kapuk setelah bleaching (KB)	22
Gambar 4.2. SEM images (a) Kapuk (K) dan (b) kapuk setelah bleaching (KB) dengan perbesaran 500 x	23
Gambar 4.3. XRD pattern (a) Kapuk (K) dan (b) kapuk setelah bleaching (KB).....	24
Gambar 4.4. FT-IR spectra dari (a) Kapuk (K) dan (b) kapuk setelah bleaching (KB).....	26
Gambar 4.5. Reaksi nitration selulosa menggunakan asam fosfat sebagai katalis..	27
Gambar 4.6. Mekanisme reaksi nitration selulosa menggunakan asam fosfat sebagai katalis.....	27
Gambar 4.7. Hubungan konsentrasi asam nitrat terhadap derajat desosiasi dan kadar air produk nitroselulosa. Kondisi operasi: suhu 10 °C, waktu reaksi 30 menit, 300 rpm.	29
Gambar 4.8. Hubungan suhu reaksi dan kadar air terhadap derajat desosiasi produk nitroselulosa. Kondisi operasi: konsentrasi 20% asam nitrat dan waktu reaksi 30 menit.....	31

Gambar 4.9. Hubungan waktu reaksi dan kadar air terhadap derajat desosiasi produk nitroselulosa. Kondisi operasi: konsentrasi asam nitrat 20% dan suhu 10 °C.	32
Gambar 4.10. SEM images, (a) perbesaran 70 x dan (b) perbesaran 500 x untuk nitroselulosa kapuk (KN-20) pada kondisi operasi nitrasi 20% asam nitrat, suhu 10 °C selama 30 menit.....	34
Gambar 4.11. XRD pattern (a) Kapuk (K); (b) kapuk setelah bleaching (KB) dan kapuk hasil nitrasi (KN-20).	34
Gambar 4.12. FT-IR spectra dari nitrosellulosa kapuk dengan asam nitrat 15% (NK-15), asam nitrat 20% (NK-20), dan asam nitrat 25% (NK-25).	35
Gambar 4.13. TGA analisis dari (a) kapuk (K); (b) kapuk setelah bleaching (KB), dan kapuk hasil nitrasi (KN-20).....	36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Derajat Substitusi pada Nitroselulosa dan Kesesuaian Kadar Nitrogen (%N).....	9
Tabel 2.2. Penelitian Sintesis Nitroselulosa dari Berbagai Macam Bahan Baku Lignoselulosa.....	11
Tabel 4.1. Karakteristik Kapuk berdasarkan Hasil XRD	25
Tabel 4.2. Hasil Analisis Komponen Kapuk (K) dan kapuk setelah bleaching (KB)	26
Tabel 4.3. Yield Produk Nitroselulosa pada berbagai Konsentrasi Asam Nitrat .	29
Tabel 4.4. Yield Produk Nitroselulosa pada berbagai Suhu Reaksi Nitration dengan 20% Asam Nitrat.....	31
Tabel 4.5. Yield Produk Nitroselulosa pada berbagai Waktu Reaksi Nitration dengan 20% Asam Nitrat suhu 10 °C,.....	33