

KORELASI KADAR NITROGEN DALAM NITROSELULOSA

Kendra Hartaya

Peneliti Pusat Teknologi Dirgantara Terapan, LAPAN
e-mail: kendra19838@yahoo.co.id

ABSTRACT

One of military rocket propellant main components is nitrocellulose. Nitrocellulose is made by nitration reaction with nitrating agent mixture of nitric acid and sulphuric. The most important Nitrocellulose quality is nitrogen content. Determination of nitrogen content by using of instrumentation is avoided because of explosive material. Therefore we looked for the appropriate method. We conducted a study of nitrogen content related with the properties. From these properties We can determine the nitrogen content. From some of methods used, we can take a precise data and so can substitute a test from instrumentation.

Keywords: *Nitrogen, Nitrocellulose*

ABSTRAK

Salah satu komponen utama bahan bakar roket militer adalah nitroselulosa. Nitroselulosa dibuat dengan reaksi nitrasi selulosa menggunakan zat penitrasi campuran asam nitrat dan asam sulfat teknis. Kualitas nitroselulosa yang terpenting adalah kadar nitrogen. Karena nitroselulosa termasuk bahan eksplosif (mudah meledak) maka pengukuran kadar nitrogen dengan instrumentasi dihindari. Oleh karena itu dicari metode yang tepat. Telah dilakukan kajian kadar nitrogen dalam nitroselulosa kaitannya dengan sifat-sifat dan interaksinya. Adanya kaitan kadar nitrogen dengan sifat-sifat nitroselulosa, diharapkan dapat memberikan wawasan dalam cara pengukuran kadar nitrogen. Pengukuran dengan banyak cara akan memberikan hasil yang lebih akurat, sehingga bisa menggantikan fungsi pengukuran dengan instrumentasi.

Kata kunci: *Nitrogen, Nitroselulosa*

1 PENDAHULUAN

Mewujudkan kemandirian roket militer FFAR (*Fin Folded Aerial Rocket*) merupakan sebagian upaya dalam mewujudkan kemandirian pertahanan Negara. Roket militer ini pernah diproduksi oleh PT. DI dengan teknologi lisensi Belgia, menggunakan bahan lokal dan impor. Di dalam negeri, tidak ada industri yang memproduksi bahan bakar. Oleh karena itu bisa dinyatakan bahwa komponen yang diperoleh secara impor adalah bahan bakar. Roket militer menggunakan bahan bakar (propelan) *double base* (....., 2007).

Salah satu komponen utama propelan *double base* adalah nitroselulosa yang dibuat dengan nitrasi selulosa

dengan menggunakan zat penitrasi campuran asam nitrat dan asam sulfat. Bahan-bahan ini mudah diperoleh di dalam negeri. Selain itu proses nitrasi juga mudah dilakukan sehingga bukan tidak mungkin kemandirian roket militer bisa terwujud.

Keberhasilan dalam membuat bahan nitroselulosa tidak lepas dari uji kualitas dan pemurnian. Uji kualitas menunjukkan hasil dan impuritasnya, komposisi hasil, dan yang tidak kalah pentingnya adalah kadar nitrogen. Dari kadar nitrogen, nitroselulosa bisa dilihat apakah sudah layak memenuhi kriteria untuk roket senjata atau belum. Karena selain untuk roket senjata, nitroselulosa juga bisa digunakan untuk kepentingan

industri. Nitroselulosa yang digunakan untuk roket senjata memiliki kadar nitrogen lebih besar dari pada 13% [Fordham, S., 1980].

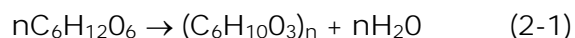
Nitroselulosa termasuk bahan eksplosif sehingga pengukuran kadar nitrogen nitroselulosa tidak mudah karena menghindari resiko-resiko yang ditimbulkan. Pengukuran dengan metode kimia biasa terutama yang terkait dengan pengupaan, tidak diijinkan.

Dalam makalah ini akan dicoba melihat kaitan antara kadar nitrogen dengan sifat-sifat nitroselusa, di antaranya kelarutan dalam pelarut tertentu, indeks bias, densitas. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan wawasan tentang kemungkinan-kemungkinan pengukuran kadar nitrogen nitroselulosa yang mudah dan murah dilaksanakan di Indonesia, serta tidak beresiko baik terhadap operator, peralatan yang digunakan, dan lingkungan kerja. Dengan wawasan itu kita bisa melaksanakan pengukuran kadar nitrogen dengan berbagai metode. Pengukuran dengan berbagai metode sangat penting dalam mendapatkan ketepatan pengukuran.

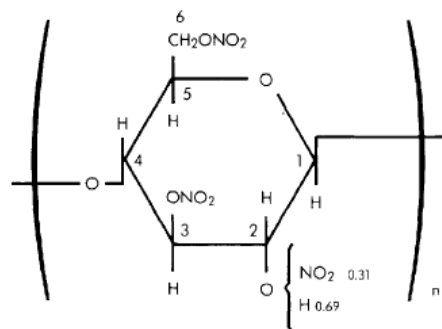
2 BAHAN DAN METODE

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah komparasi, eksplanatori, dan eksplorasi. Metode ini adalah pencarian kepustakaan yang terkait dengan pengukuran kadar nitrogen dan penjelasannya tentang kemudahan dan kenyamanan pelaksanaan, serta perbandingan di antara metode-metode tersebut yang mengarah kepada

ketepatan pengukuran. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pustaka, metode yang ada. Pembuatan nitroselulosa adalah berdasar reaksi di bawah ini (Akhavan, Jacqueline,).



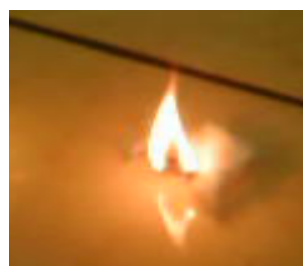
Struktur kimia dari nitroselulosa dengan derajat substitusi 2,3 disajikan dalam Gambar 2-1.



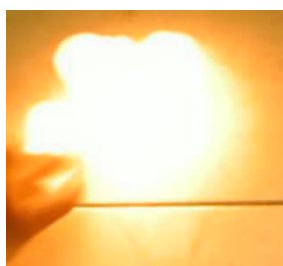
Gambar 2-1: Struktur kimia nitroselulosa

3 HASIL PERCOBAAN

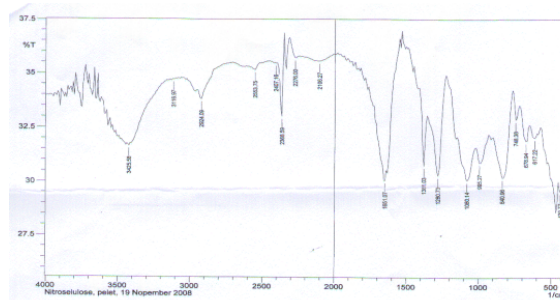
Dalam penelitian yang telah dilakukan, dihasilkan nitroselulosa dengan uji kualitas menggunakan FTIR (*fourier Transform Infrared*) yang menunjukkan adanya gugus $-NO_2$ pada puncak 1280, 1381, 1651 cm^{-1} , dan uji bakar dengan nyala menjilat yang khas bagi propelan dan ternyata nyala nitroselulosa sangat berbeda dengan nyala selulosa (lihat Gambar 3-1). Selain itu uji dengan *bomb calorimeter* menghasilkan panas pembakaran 1175 kal/gr yang relevan dengan nitroselulosa dengan kadar N maksimum (>14%).



a. Nyala selulosa



b. Nyala nitroselulosa



c. Kurva FTIR nitroselulosa

Gambar 3-1: Nitroselulosa hasil sintesa

3-1 Sifat-Sifat Nitroselulosa Terkait Dengan Kadar Nitrogen

a. Hubungan %N dengan *space* kisi kristal

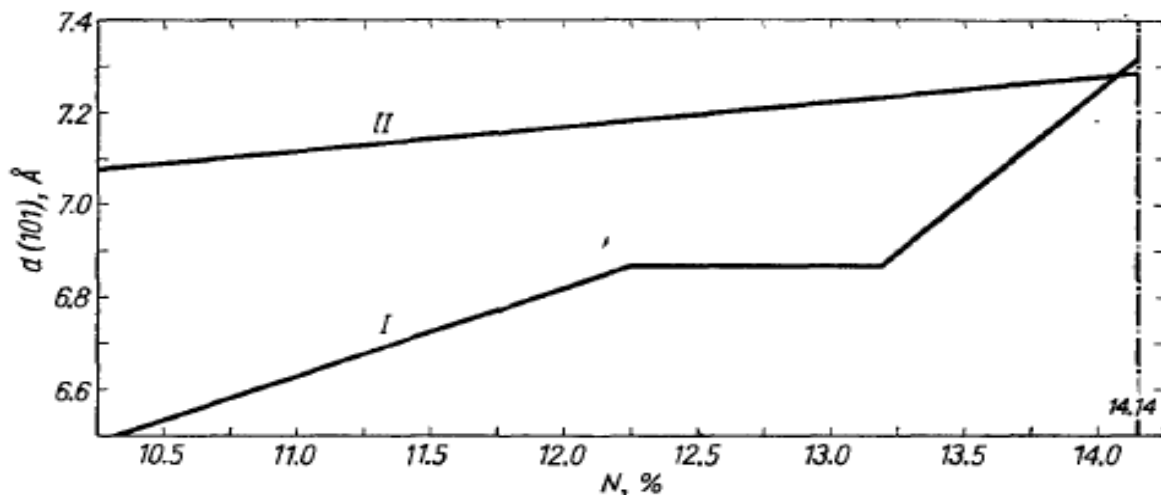
Selulosa yang ternitrasi sempurna membentuk nitroselulosa memiliki dua bentuk kristal ortorombik yaitu kristal dengan parameter kisi $a = 12.40 \text{ \AA}$, $b = 25.4 \text{ \AA}$, $c = 9.0 \text{ \AA}$, angle $\beta = 90^\circ$ dan parameter kisi $a = 13.81 \text{ \AA}$, $b = 10.45 \text{ \AA}$, $c = 7.92 \text{ \AA}$, $\beta = 90^\circ$. Selain selulosa bisa dinitrasi, hasil nitroselulosa pun juga bisa mengalami denitrasi. Di dalam kristal terdapat banyak bidang Bragg, di antaranya bidang 101. Jarak antara bidang ini ternyata berubah sesuai dengan peningkatan kadar N nitroselulosa (lihat Tabel 3-1 dan Gambar 3-2). Dengan melihat gambar ini, menentukan kadar

N bisa dilakukan dengan pemeriksaan menggunakan difraksi sinar-x dan mengamati jarak antar bidang 101.

Banyaknya gugus $-\text{ONO}_2$ yang bisa masuk ke dalam struktur selulosa adalah tiga. Kandungan nitrogen teoritis maksimum adalah 14.15%. Kandungan ini dihitung atas dasar rumus empiris $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$. Selulosa adalah polimer, sehingga makin panjang rantai selulosa makin rendah nilai teoritis ini. Nitroselulosa 14.04%N telah diperoleh oleh Berl and Ruff, dengan nitrasi selulosa menggunakan campuran asam nitrat dan asam pospat. Terakhir Dalmon memperoleh nitroselulosa 14.12%N dengan nitrasi menggunakan gas N_2O_5 .

Tabel 3-1: DIMENSI SATUAN SEL NC PADA AXIS 110

NC yang diuji	%N	d. \AA
NC hasil nitrasi	11,14	6,67
NC hasil nitrasi	12,77	6,85
NC hasil nitrasi	13,57	7,25
NC Terdenitrasi dari 13,75%N	11,52	7,10
NC Terdenitrasi dari 13,75%N	10,42	7,05



Gambar 3-2: Kurva %N vs $d(\text{\AA})$ NC hasil nitrasi dan NC terdenitrasi

b. Hubungan %N dengan Specific Gravity

Kadar Nitrogen juga bisa dideteksi dengan melihat *specific gravity* karena kedua faktor itu berbanding lurus. Lihat Tabel 3-2.

Tabel 3-2: Sg NC DALAM XYLENE DAN AIR

%N NC	Specific gravity pada 15°C	
	Dalam Xylene	Dalam air
11,61	1,616	1,655
11,73	1,622	1,655
12,20	1,630	1,655

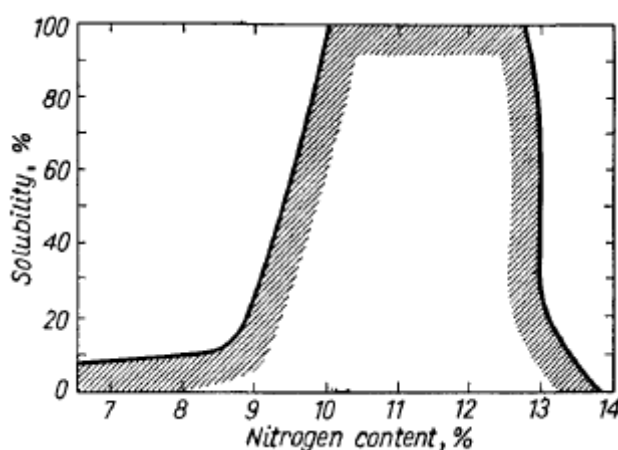
Petitpas dan **Mathieu** telah memperkirakan *specific gravity* nitroselulosa pada suhu 20°C dalam berbagai jenis cairan. Selain itu juga dilaporkan *specific gravity* nitroselulosa dalam air. Hasilnya disajikan dalam Tabel 3-3.

Tabel 3-3: Sg NC DALAM BERBAGAI PELARUT DAN DALAM AIR

paraffin oil	1.608	nitrogen content, %	specific gravity
benzene	1.636	11.52	1.654
cyclohexane	1.644	11.9	1.659
water	1.669	12.2	1.674
ethanol	1.696	13.1	1.662

Tabel 3-4: PERSENTASE N DAN KELARUTAN SEBAGAI FUNGSI LAMA PEMANASAN

Lama pemanasan NC	Kelarutan, %	%N dalam NC
20 jam	5,2	12,99
60 jam	11,3	12,94
100 jam	10,9	12,95
140 jam	14,8	12,91
220 jam	21,2	12,94
260 jam	22,4	12,92



Gambar 3-3: Kelarutan NC dalam eter-alkohol vs %N

Dengan demikian, kadar N bisa dideteksi dengan melihat *specific gravity* Nitroselulosa dalam air.

c. Hubungan %N dengan Kelarutan dalam eter-alkohol

Pemanasan nitroselulosa lama akan meningkatkan kelarutan nitroselulosa dalam eter-alkohol disebabkan timbulnya depolimerisasi dan denitrasi. Ini diamati oleh **Bruley** yang hasilnya disajikan dalam Tabel 3-4.

Jauh sebelumnya telah diketahui bahwa nitroselulosa bisa larut dalam eter-alkohol, namun besarnya kelarutan tergantung pada kadar nitrogen. Untuk nitroselulosa dengan 10.5-12.2%N larut, sementara 12.8-14.1%N atau kurang dari 10%N tidak larut. Ini merupakan pengamatan dari **Trommel**, yang bisa dilihat pada Gambar 3-3.

d Hubungan %N dengan %reaktan, Kelarutan dalam eter-alkohol, Berat molekul

Schiemann dan **Kiihne** juga menunjukkan hubungan kandungan air dalam campuran asam terhadap kelarutan nitroselulosa (yang dihasilkan) dalam pelarut eter-alkohol 4/3, kadar N, berat molekul nitroselulosa. Hasilnya disajikan pada Tabel 3-5.

e. Hubungan %N dengan komposisi pelarut eter-alkohol

Gibson dan **McCall** mempelajari komposisi pelarut (rasio eter-etanol) terhadap maksimal kelarutan nitroselulosa. Mereka menunjukkan campuran eter-etanol yang paling baik untuk nitroselulosa kadar N tertentu dalam Tabel 3-6.

Perubahan sedikit dalam rasio pelarut akan menyebabkan penggumpalan dan menaikkan viskositas. Kelarutan nitroselulosa dalam alkohol rendah, sementara aseton mampu melarutkan nitroselulosa <10%. Penelitian ini menekankan kepada komposisi pelarut

eter-alkohol untuk tiga %N nitroselulosa. Data ini kurang bisa dipakai sebagai rujukan untuk menentukan %N nitroselulosa.

f. Hubungan viskositas nitroselulosa dengan komposisi pelarut aseton-air

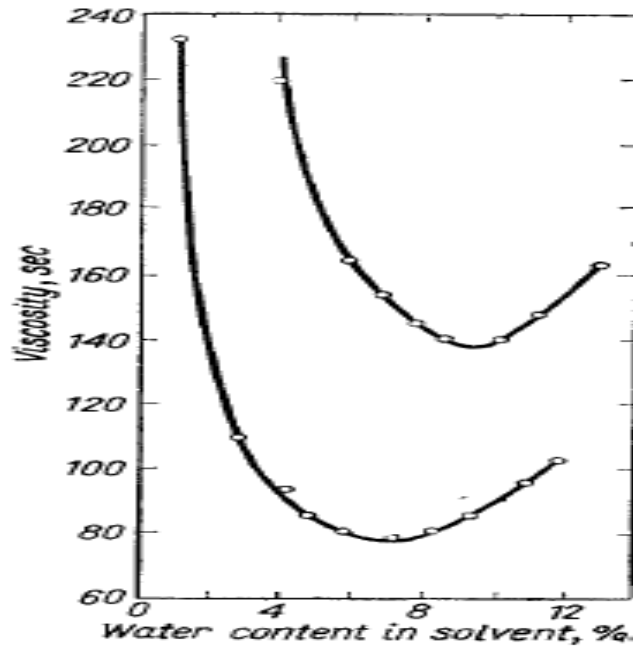
Kelarutan dan viskositas adalah sifat yang terpenting dalam karakterisasi berbagai jenis nitroselulosa. Penentuan viskositas digunakan untuk menentukan derajat polimerisasi. Viskositas tergantung pada komposisi pelarut dan kekuatan pelarut. **McCall** mempelajari viskositas dalam komposisi pelarut aseton-air. Hasilnya disajikan dalam Gambar 3-4, dengan viskositas minimum dicapai pada kadar air 7%. Ini adalah lebih baik daripada dalam pelarut aseton *anhydrous*. Jika ada data penelitian yang menghubungkan viskositas dengan %N maka hasil penelitian McCall ini sangat praktis untuk menentukan %N (Urbanski, Tadeusz, 1965).

Tabel 3-5: KELARUTAN NC DALAM ETER-ALKOHOL, BM, %AIR DALAM ASAM VS %N

%air dalam reaktan asam	%N dalam NC	Kelarutan, %	Berat Molekul NC
3,73	13,34	1,81	220000
5,12	13,38	3,76	150000
6,99	13,43	3,51	170000
12,92	13,33	3,12	190000
13,77	13,40	3,67	185000
15,61	12,62	89	150000
15,87	12,72	100	130000
18,6	11,81	100	90000
18,76	11,94	100	95000
21,5	10,03	36,21	40000
22,33	9,64	28,25	25000

Tabel 3-6: RASIO OPTIMUM ETER-ALKOHOL VS %N

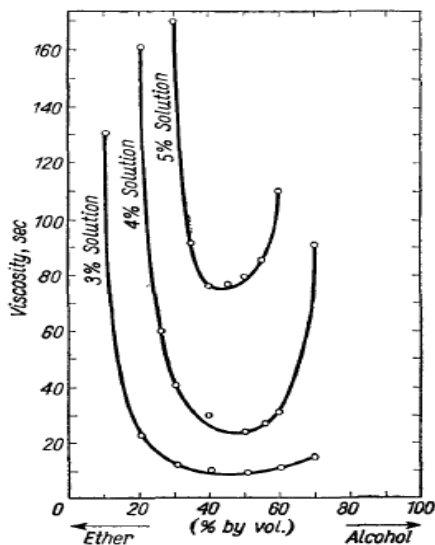
%N NC	Rasio volume optimum eter-alkohol
11,80	50 : 50
12,20	53 : 47
12,55	70 : 30



Gambar 3-4: Perubahan viskositas sebagai %air dalam *acetone* akues

g. Hubungan viskositas nitroselulosa dengan komposisi pelarut eter-alkohol

Gibson dan McCall mempelajari pelarutan nitroselulosa dalam pelarut eter-alkohol, hasil disajikan Gambar 3-5. Selain penelitian McCall, melalui penelitian Gibson dan McCall juga bisa digunakan untuk menentukan %N nitroselulosa jika ada korelasi data antara %N dan viskositas nitroselulosa dalam pelarut campuran eter-alkohol (Urbanski, Tadeusz, 1965).



Gambar 3-5: Pengaruh rasio eter-alkohol terhadap viskositas NC

h. Hubungan %N dengan viskositas nitroselulosa dalam air

Berl dan Klaye mempelajari pengaruh viskositas terhadap %N. Dalam hal ini nitroselulosa harus bebas asam yang dibuat dengan pelarutan dalam air dingin setelah selesai proses nitrasi. Hasil penelitian mereka disajikan dalam Tabel 3-7.

Tabel 3-7: HUBUNGAN %N NC DAN VISKOSITAS

%N NC	Viskositas, detik
9,09	447
10,41	1800
12,48	16200
13,02	18600
13,50	322500

i. Hubungan %N dengan berat molekul nitroselulosa paska pembuburan

Staudinger dan Dreher mempelajari pengaruh waktu pembuburan (*pulping*) nitroselulosa terhadap berat molekul yang diukur melalui viskositas. Hasil pengukurannya disajikan pada Tabel 3-8.

Tabel 3-8:HUBUNGAN LAMA PEMANASAN NC DAN BM

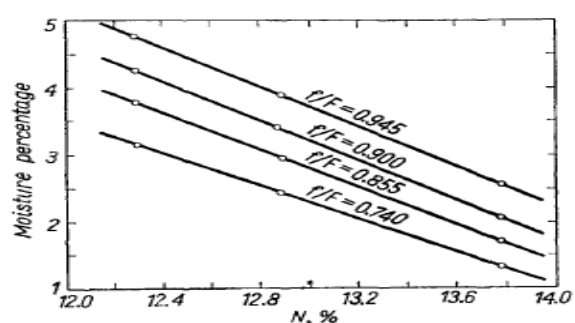
Lama pemanasan	%N NC	BM
0 jam	12,95	430000
4 jam	12,80	125000
8 jam	12,46	80000
12 jam	11,75	47000

j. Hubungan %N dengan kelembaban

Pada mulanya dinyatakan bahwa makin rendah kandungan nitrogen nitroselulosa makin banyak embun yang diserap nitroselulosa. Kenyataan ini dipelajari oleh **Will**. Dia mengeringkan nitroselulosa 9,0-13,3%N hingga berat konstan pada suhu 40°C, dan menemukan hubungan sebagai $\%N + \%H_2O = 14.6$. **Demougin** menguji dengan nitroselulosa 10.94-14.1%N, dan menegaskan bahwa aturan Will hanya berlaku dalam atmosfer pada kelembaban rendah. **De Pauw** menguji hubungan tersebut dengan nitroselulosa 12.3-13.8%N dan ternyata jumlah $\%N + \%H_2O$ tidak konstan. Untuk nitroselulosa 12.3%N jumlahnya 17.1, sedang nitroselulosa 13.8%N jumlahnya 16.4. De Pauw menyajikan secara lengkap dalam bentuk grafik pada Gambar 3-6 (Urbanski, Tadeusz, 1965).

k. Hubungan %N nitroselulosa dengan indeks bias

Tidak hanya selulosa, nitroselulosa juga memiliki indeks bias ganda (anisotropik). Ini membuktikan bahwa keduanya kristal. Hubungan antara %N nitroselulosa dan indeks bias ditemukan oleh **Ambronn**, disajikan pada Tabel 3-9. Indeks bias nitroselulosa pada berbagai panjang gelombang berkas dalam dua arah berkisar $-0,50 \cdot 10^{-3}$ hingga $+2,8 \cdot 10^{-3}$. Dengan mengukur indeks bias pada panjang gelombang tersebut bisa ditentukan kadar N dalam nitroselulosa.



Gambar 3-6: Higroskopisitas NC sebagai fungsi %N

l. Hubungan %N dengan warna cahaya terpolarisasi

Fenson dan **Fordam** mengadakan studi mikroskopik terhadap pelarutan serat nitroselulosa yang permukaannya dilapis dengan bahan yang lebih sukar larut. Nitroselulosa di tempatkan dalam cahaya dan warna cahaya polarisasi diamati. Hasil studinya disajikan dalam Tabel 3-10. Dengan demikian bisa ditentukan kadar N sesuai dengan warna cahayanya.

m. Hubungan %N dengan kandungan asam sulfat bebas

Smith melakukan eksperimen dengan nitroselulosa dipisahkan dari campuran asam dan dicuci dengan air mengalir sampai air netral. Kandungan asam total dan konsentrasi ester asam sulfat dalam produk ditentukan. Hasil disajikan dalam Tabel 3-11. Dengan menentukan kandungan asam sulfat maka bisa diketahui %N.

Tabel 3-9: Perbedaan indeks bias 2 arah tegak lurus untuk λ berbeda

%N NC	435 m μ	546 m μ	579 m μ	650 m μ
13,16	-0,50	-0,32	-0,31	-0,23
12,85	-0,32	-0,20	-0,17	-0,12
11,88	-0,12	-0,08	0	-0,02
10,55	+0,35	+0,32	+0,31	+0,30
selulosa	+2,8	+2,2	+2,07	+1,91

Tabel 3-10: WARNA NC DALAM CAHAYA TERPOLARISASI

%N NC	Warna cahaya
11,4	Merah pucat hingga abu-abu
11,5-11,8	Hijau pucat, coklat hingga merah
11,9	Netral
12,0-12,6	Biru pucat hingga abu-abu
12,6	Biru mengkilat hingga putih kehijauan

Tabel 3-11: ASAM SULFAT DAN ESTERNYA DALAM NITROSELULOSA

Jenis Nitroselulosa	%N	%H ₂ SO ₄ sbg as bebas	%H ₂ SO ₄ sbg NC hydrogen sulfat
<i>Guncotton</i>	13,4	0,69	0,08
Kapas Pirokoloid	12,6	0,44	0,16
Kapas koloid viskositas tinggi	12,1	0,17	0,30
Kapas koloid viskositas rendah	10,7	0,00	0,52

n. Hubungan %N dengan suhu dekomposisi

Menurut penelitian Will, nitroselulosa sangat murni menjalani dekomposisi dengan laju konstan. Dari eksperimen dekomposisi nitroselulosa 13,1%N pada suhu 126,5-157°C dia menemukan persamaan estimasinya sebagai

$$\text{Log } N = a + 0,9932bt \quad (3-1)$$

Dimana:

N = milligrams nitrogen yang dibebaskan dari 2.5 gram nitroselulosa selama 15 menit,

t = suhu (°C),

a = 8.84,

b = -22.86.

Rumus ini sederhana tetapi dalam pelaksanaannya tetap harus mengukur banyaknya nitrogen yang dibebaskan. Ini merupakan kesulitan tersendiri. Pengukuran banyaknya

nitrogen secara langsung yang menjadi kesulitan pada awalnya.

o. Hubungan %N dengan ledakan (detonasi), panas pembakaran, panas pembentukan

Milus meneliti dekomposisi ledakan nitroselulosa dengan berbagai kadar Nitrogen. Hasilnya disajikan dalam Tabel 3-12. Dengan peledakan (detonasi) nitroselulosa dan mengukur beberapa variabel dalam Tabel 3-12, maka kadar nitrogen bisa ditentukan. Mungkin dalam hal ini bisa digunakan *calorimeter* bom yang mudah didapat di dalam negeri dengan biaya pengukuran murah. Dari hasil penelitian yang dilakukan untuk nitroselulosa buatan LAPAN dengan pembakaran 1175 kal/gr ternyata kadar $N > 13,45$.

Taylor dan **Hall** melaporkan panas ledakan nitroselulosa (kal/gr, Q) pada volume konstan dan air dalam bentuk cairan pada suhu 0°C, dinyatakan sebagai fungsi linier %N.

$$Q = 144,9N - 850,3 \quad (3-2)$$

Panas pembakaran (eksperimen) dan panas pembentukan (terhitung) oleh **Tomioaka** dan **Lenze** dkk untuk nitroselulosa pada berbagai %N disajikan Tabel 3-13.

Tabel 3-12: DEKOMPOSISI EKSPLOSIVE NITROSELULOSA (MILUS)

	%N NC				
	12,62	13,0	13,15	13,2	13,45
Panas ledakan					
Kal/gr (air cair)	973	1025	1046	1055	1096
Kal/gr (air uap)	865	925	946	955	955
Volume gas					
V_0 cm ³ /gr (air cair)	900	880	874	868	857
Komposisi gas (air cair)					
CO ₂	21,2	23,8	24,3	24,4	27,0
CO	45,9	43,9	43,7	43,5	41,0
H ₂	18,7	17,3	16,7	16,5	16,1
CH ₄	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3
N ₂	13,8	14,6	14,9	15,1	15,6
Suhu ledakan (t _e °C)	2840	3025	3095	3130	3245
Komp gas terhitung pd t _e					
CO ₂	10,5	13,9	14,3	14,4	16,0
CO	43,8	40,8	40,5	40,2	38,6
H ₂	9,5	9,6	9,2	9,0	7,9
N ₂	11,1	11,7	11,9	12,1	12,5
H ₂ O	25,1	24,0	24,1	24,3	25,0

Tabel 3-13: PANAS PEMBAKARAN DAN PANAS PEMBENTUKAN NC

%N NC	Panas Pembakaran kkal/gr	Panas Pembentukan kkal/gr	Peneliti
7,66	3071	958,9	Tomioaka
10,14	2717	804,1	Tomioaka
11,06	2612	742,3	Tomioaka
12,45	2434	645,2	Tomioaka
12,88	2390	616,5	Tomioaka
13,53	2236	594	Lenze. Metz, Rubens
13,58	2286	568,7	Tomioaka
13,92	2239	513	Lenze. Metz, Rubens
14,12	2208	504	Lenze. Metz, Rubens

Harga yang lebih rendah ditemukan oleh **Taylor and Hall** untuk panas pembentukan (Tabel 3-14).

Jessup dan Prosen menyimpulkan persamaan yang menyatakan panas pembakaran dan panas pembentukan sebagai fungsi kadar Nitrogen untuk nitroselulosa di bawah ini. Persamaan ini hanya berlaku untuk harga $f' = 0,115 - 0,135$.

Panas Pembakaran: $-4176.70 + 14.126f'$
kal/gr (3-3)

Panas pembentukan: $-5896.88 + 21.178f'$
kal/gr (3-4)

Dengan f' , massa nitrogen dalam nitroselulosa=1.

Metode penentuan dengan cara Jessup dan Prosen ini sederhana cukup dengan mengukur panas pembakaran.

Namun kondisi proses ini tidak ditampilkan. Jika ini di-crosscheck dengan data Tomioka dan Lenze pada 13,5%N, maka tidak sesuai. Sehingga lebih mudah merujuk pada data Tomioka dan Lenze.

Lunge dkk juga menyajikan hubungan antara %N nitroselulosa dengan kelarutan nitroselulosa dalam pelarut eter-etanol (Tabel 3-15). Data ini secara lengkap menyajikan komposisi reaktan untuk membuat nitroselulosa dengan kadar N tertentu, berikut uji penegasan dengan pelarutan hasil dalam pelarut eter-etanol. Namun untuk %N>13 kelarutannya sangat kecil, sulit dibedakan sehingga mengalami kesulitan dalam menentukan %N (Fordham, S., 1980, Urbanski, Tadeusz., 1965).

Tabel 3-14: PANAS PEMBENTUKAN NITROSELULOSA (TAYLOR DAN HALL)

%N NC	Banyak - NO ₂ terkait dg C ₆	BM satuan C ₆	Panas pembentukan, - ΔH_f	
			kcal/mol	Kkal/kg
10	1,71	238,8	181,4	759,6
11	1,97	250,6	174,0	694,3
12	2,26	263,8	165,7	628,1
13	2,58	278,3	156,5	562,3
14	2,94	294,6	146,3	496,6

Tabel 3-15: KELARUTAN NC SEBAGAI FUNGSI %N DAN KOMPOSISI ASAM (LUNGE)

Komposisi asam campuran, %			%N	Kelarutan dlm eter-alkohol	Hasil, %
H ₂ SO ₄	HNO ₃	H ₂ O			
45,31	49,07	5,62	13,65	1,50	177,5
42,61	46,01	11,38	13,21	5,40	176,2
41,03	44,45	14,52	12,76	22,00	-
40,66	43,85	15,49	12,58	60,00	167
40,14	43,25	16,61	12,31	99,14	159
39,45	42,73	17,82	12,05	99,84	153
38,95	42,15	18,90	11,59	110,02	156,5
38,43	41,31	20,26	10,93	99,82	144,2
37,20	40,30	22,50	9,76	74,22	146,0
33,72	39,78	23,50	9,31	1,15	138,9
35,87	38,83	25,30	8,40	0,61	131,2
34,41	37,17	28,42	6,50	1,73	-

4 PEMBAHASAN

Yang paling mudah dilakukan dalam penentuan %N adalah dengan XRD karena tinggal mencocokkan grafik hasil pemeriksaan dengan kartu Hanawalt. Preparasi sampel pun sangat sederhana. Namun kesulitannya membuat nitroselulosa menjadi bubuk yang siap dibuat pellet, karena itu berhubungan dengan tekanan pemadatan yang akan berefek panas pada bahan. Sementara bahan eksplosif sensitif terhadap panas. Namun cara ini yang paling didahulukan dalam memperbaiki pengukuran %N nitroselulosa.

Kendala pertama dalam pengukuran dengan cara lainnya adalah angka *digit* di belakang koma. Karena membedakan dua angka di belakang koma tingkat kesalahannya tinggi dan ketepatannya rendah. Termasuk dalam hal pelarut yang kemampuan melarutkannya rendah. Juga uji dengan membedakan *specific gravity* larutan nitroselulosa, dan uji dengan penentuan asam sulfat bebas.

Pengukuran dengan *pretreatment* dihindari karena proses *pretreatment* (misal pemanasan dahulu) dikhawatirkan akan menurunkan %N, sementara untuk mencapai nitroselulosa dengan %N tinggi (*guncotton*) tidak mudah. Bahkan harus dengan nitrasasi bertingkat atau menggunakan bahan dengan kemurnian tinggi seperti asam nitrat *fumes*. Di samping itu bekerja dengan asam nitrat *fumes* memiliki resiko tinggi.

Hasil kerja Trommel bisa digunakan sebagai rujukan mengukur %N. Namun, hanya sampai pada 12,5%. Lebih dari itu kecil kelarutannya, apalagi mulai 13%N nitroselulosa *guncotton*. Kecilnya kelarutan %N>13 ini ditunjukkan oleh hasil penelitian Schiemann dan Kiihne. Meski begitu paling tidak untuk bahan evaluasi proses sudah dirasa cukup. Mungkin untuk mengukur %N>13 bisa ditempuh

dengan pengukuran berat molekul. Di Indonesia tidak mudah mendapatkan alat uji BM setinggi ini, apalagi bahan eksplosif. Alat uji BM biasanya diperlukan untuk studi polimer, namun tidak banyak perguruan tinggi yang memiliki jurusan polimer.

Mengukur %N dengan mengukur viskositas larutan nitroselulosa dalam air dingin sangat praktis dan mudah dilakukan. Namun perlu mengetahui kuantitas air dan nitroselulosa. Mengukur %N dengan kelembaban sangat membantu untuk %N>13 dan ini mudah dilakukan. Mengukur %N dengan indeks bias dan cahaya terpolarisasi dirasa sulit mendapatkan alat uji di Indonesia.

Mengukur %N mengikuti cara Milus dirasa mudah karena kriterianya mudah diperoleh seperti panas dan suhu ledakan. Cara ini juga bisa diarahkan kepada cara Taylor dan Hall untuk mengikuti persamaan $Q = 144.9N-850.3$. Dengan persamaan ini, dari panas pembakaran dengan *bomb calorimeter* 1175 kal/gr nitroselulosa yang dibuat, diperoleh %N=13,97. Cara Tommioka dan Lenze juga mudah ditempuh karena hanya membutuhkan panas pembakaran. Dengan data panas pembakaran juga bisa diarahkan ke percobaan Jessup dan Prosen.

5 KESIMPULAN

Dari kajian dan pembahasan yang telah diuraikan di atas dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- Uji kualitas nitroselulosa bisa dilakukan dengan uji bakar dan uji menggunakan FTIR. Dengan kedua uji ini nitroselulosa telah berhasil dibuat LAPAN dengan nitrasasi menggunakan zat penitrasasi campuran asam nitrat dan asam sulfat.
- Uji kuantitas yang dimungkinkan mudah dilakukan adalah menggunakan

XRD, merujuk data percobaan Tommioka dan Lenze, merujuk kurva hasil percobaan Trommel, mengukur kelembaban, mengukur panas pembakaran, panas dan suhu detonasi, menggunakan persamaan Taylor dan Hall, atau dengan Jessup dan Proses.

- Mengukur viskositas memungkinkan penentuan %N secara langsung atau melalui perantara berat molekul.
- Pemeriksaan silang (*crosscheck*) terhadap hasil %N nitroselulosa yang diukur dari berbagai cara memungkinkan mendapatkan %N nitroselulosa lebih akurat.

DAFTAR RUJUKAN

- Akhavan, Jacqueline, *The Chemistry of Explosive*, The Royal Society of Chemistry.
- Fordham, S., 1980. *Heigh Explosives and Propellants*, edisi II, Pergamon press, New York.
- Urbanski, Tadeusz, 1965. *Chemistry and Technology of Explosives*, vol II, Pergamon Press, New York.
-, 2007. *PT Dirgantara produksi 10.000 roket FFAR*, Kementrian Negara BUMN.
- Selwitz, Charles, 1988. *Cellulose Nitrate in Conservation*, The Getty Conservation Institute, New York.