

BAB III

PENELITIAN

3.1. Metoda Penelitian

3.1.1. Nitrasi selulosa.

Metoda yang dipakai adalah optimasi terhadap variabel-variabel yang akan memberikan hasil yang paling optimal. Variabel-variabel yang akan diamati pengaruhnya dalam optimasi nitrasi selulosa terhadap sampel kapas dan kapuk adalah :

- Volume HNO_3
- Volume H_2SO_4
- Volume H_2O

Adapun sebagai variabel tetapnya adalah :

- Berat sampel kapas dan kapuk (masing-masing sebanyak 27 buah) dengan berat tiap sampel 250 mgram.
- Waktu reaksi : 12 menit ; temperatur reaksi : 17°C

Adapun pengamatan yang dilakukan terhadap variabel perubah adalah sebagai berikut :

- a. Sampel kapas dinitrasi dengan campuran larutan HNO_3 , H_2SO_4 dan H_2O dalam berbagai variasi volume.
- b. Setelah dinitrasi, masing-masing sampel ditimbang. Dari sini dapat diketahui sampel dengan berat terbesar, yakni hasil perlakuan dengan larutan penitrasi yang optimum.
- c. Cara yang sama dikerjakan pula untuk sampel kapuk.

3.1.2. Uji kelarutan dengan aseton.

Masing-masing sampel diuji waktu kelarutannya dalam pelarut aseton. Dari perlakuan 3.1.1.b dan 3.1.2 maka dipilih sampel dengan berat terbesar serta yang mempunyai waktu kelarutan terkecil (sebagai sampel hasil perlakuan yang optimum).

3.1.3. Uji viskositas dan penentuan M_v .

Sampel yang dimaksud dalam 3.1.2 dibuat dalam berbagai macam konsentrasi (dengan pelarut aseton), kemudian masing-masing konsentrasi diukur waktu alirnya dengan viskosimeter (terlebih dulu dilakukan pengamatan terhadap waktu alir aseton). Data-data yang diperoleh diolah menjadi grafik menurut persamaan Huggins, yang kemudian digabungkan dengan persamaan Mark-Houwink untuk memperoleh harga M_v (Berat molekul rata-rata viskositas).

3.1.4. Pembuatan spektrum IR.

Untuk menguji terdapatnya gugus nitrat dari sampel hasil perlakuan yang optimum maka perlu pembuatan spektrum IR. Adanya gugus nitrat dari selulosa nitrat harus ditunjukkan dengan terdapatnya puncak-puncak serapan khas gugus nitro; yakni pada daerah $1700-1600\text{ cm}^{-1}$, $1300-1225\text{ cm}^{-1}$, $870 - 830\text{ cm}^{-1}$ dan $763 - 690\text{ cm}^{-1}$.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat yang digunakan :

Instrumen :

- Spektrofotometer IR (Buck Scientific M500).
- Timbangan analitik.
- Oven.
- Pompa Vakum (untuk penyaringan).

Alat gelas :

- Erlenmayer.
- Labu ukur.
- Stopwatch.
- Gelas ukur.
- Corong buchner.
- Beaker gelas.
- pipet tetes
- pengaduk
- viskosimeter ostwald

3.2.2. Bahan yang digunakan :

- kapas
- kapuk
- es
- HNO_3 pekat
- H_2SO_4 pekat
- Aquadest
- aseton

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Pembuatan larutan penitrasi.

- disiapkan campuran : H_2O (dengan variasi : 0, 4, 8 mL) dengan variasi asam nitrat pekat 7, 11, 15 mL.
- campuran tersebut didinginkan dalam es, kemudian ditambah dengan variasi H_2SO_4 pekat 7, 11, 15 mL.

3.3.2. Pembuatan selulosa nitrat (pada 17°C).

- sejumlah 250 mgram kapas direndam dalam larutan penitrasi di atas sambil diaduk selama 12 menit.
- Selulosa nitrat yang terbentuk dicuci dengan air sampai bebas asam.
- Hal yang sama dikerjakan terhadap sampel kapuk.
- Kemudian kesemua sampel yang telah dinitrasi tersebut ditimbang kembali dengan neraca analitis. Dari sampel-sampel tersebut dipilih yang mempunyai berat terbesar.

3.3.3. Uji kelarutan.

- Diambil sejumlah 1 mgram sampel selulosa nitrat kemudian dimasukkan dalam 1 mL aseton. Waktu hingga melarutnya selulosa nitrat dicatat.
- Uji kelarutan dikerjakan terhadap semua sampel (baik dari kapas maupun kapuk), hingga akan diperoleh sampel yang mempunyai waktu kelarutan terkecil.

3.3.4. Uji viskositas.

- Dipilih sampel yang mempunyai berat hasil nitrasi terbesar dan waktu larut dalam aseton yang terkecil sebagai selulosa nitrat untuk perlakuan selanjutnya.
- Sejumlah 250 mgram selulosa nitrat ini dilarutkan dengan aseton dalam labu ukur 25 mL.
- Diukur waktu alir 10 mL pelarut aseton dalam

viskosimeter (dilakukan 3 kali pengukuran).

- Dibuat larutan polimer selulosa nitrat dengan ketentuan sebagai berikut :
 - a. Larutan induk dengan konsentrasi C.
 - b. Larutan dengan konsentrasi $3/4$ C.
 - c. Larutan dengan konsentrasi $1/2$ C.
 - d. Larutan dengan konsentrasi $1/4$ C.
- Diukur waktu alir larutan tersebut di atas (diambil 10 mL dan dilakukan 3 kali pengukuran).
- Viskositas dikerjakan terhadap sampel kapas dan kapuk.

3.3.5. Pembuatan spektrum IR.

3.3.5.1. Persiapan sampel (pembuatan pelet KBr).

- Sampel dan KBr dikeringkan dalam oven.
- Sampel sebanyak ± 1 mgram digerus dengan ± 50 mgram KBr dalam lumpang porselin hingga menjadi homogen.
- Serbuk ditekan dengan alat pembuat pelet hingga membentuk lapisan tipis yang tembus cahaya (pelet).

3.3.5.2. Pembuatan spektrum IR untuk selulosa nitrat.

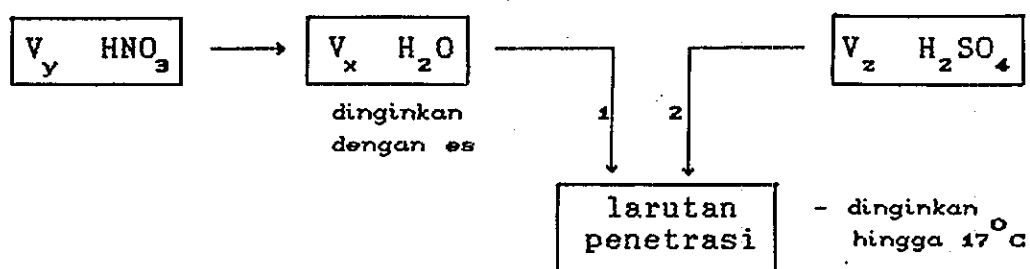
- Pelet ditempatkan dalam ruang sampel spektrofotometer IR yang selanjutnya alat tersebut dioperasikan pada waktu pembacaan (time scan) 3 menit dan bilangan gelombang $600 - 4000 \text{ cm}^{-1}$.
- Dibuat spektrum IR untuk udara sebagai spektrum IR-blanko (referensi).

- Dibuat spektrum IR untuk selulosa nitrat, kemudian dibandingkan dengan spektrum IR-blanko sehingga diperoleh spektrum IR selulosa nitrat yang sebenarnya (yakni spektrum IR perbandingan selulosa nitrat terhadap udara/blanko).

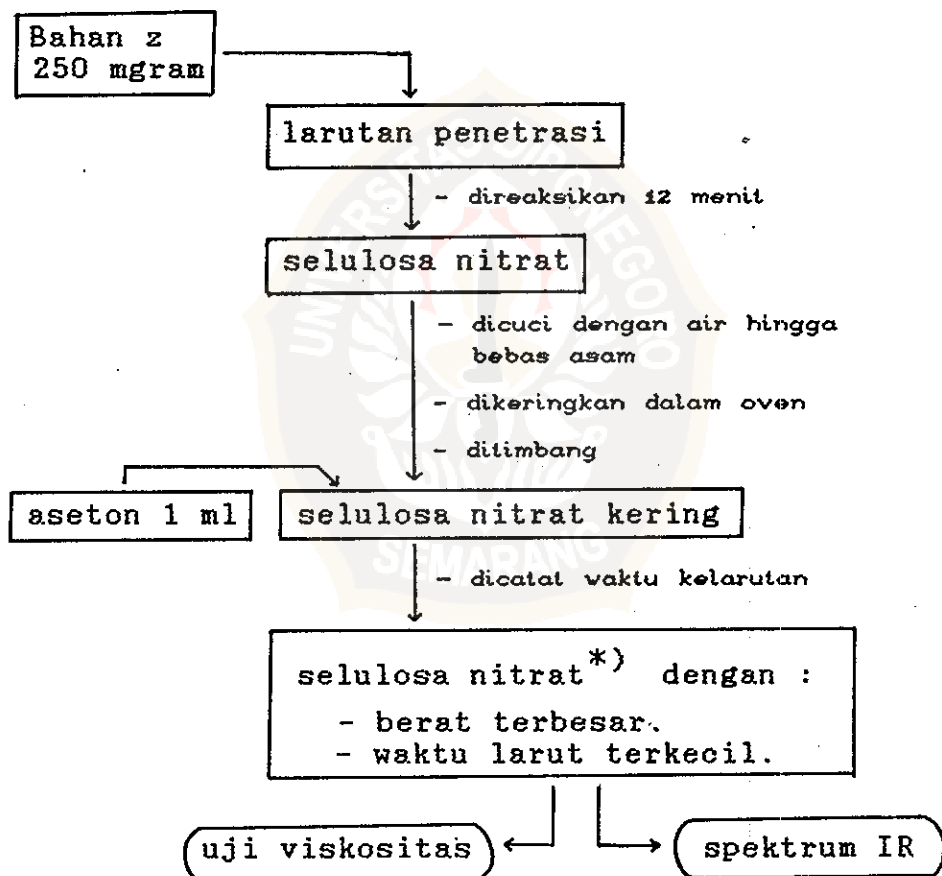


3.4. Skema Kerja

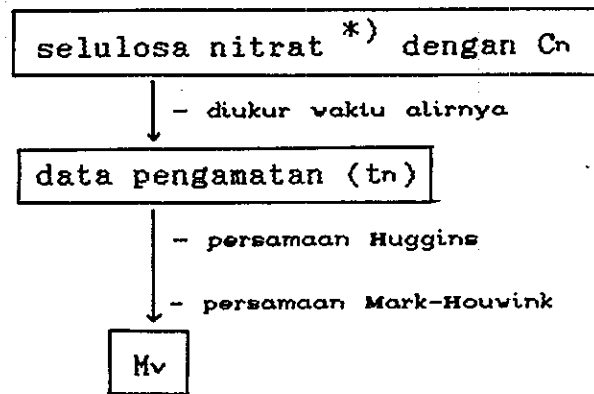
3.4.1. Penyiapan larutan penetrasi.



3.4.2. Transformasi selulosa dan uji kelarutan.



3.4.3. Uji viskositas.



Keterangan :

- V_x : variasi volume H_2O = 0, 2, 4 mL
- V_y : variasi volume HNO_3 = 7, 11, 15 mL
- V_z : variasi volume H_2SO_4 = 7, 11, 15 mL
- bahan z : sampel-sampel kapas dan kapuk.
- C_n : variasi konsentrasi larutan selulosa nitrat : 1C, $\frac{3}{4}C$, $\frac{1}{2}C$, $\frac{1}{4}C$;
dengan C : 1 gram selulosa nitrat dalam 100 ml larutan.