



## SINTESIS DAN KARAKTERISASI KARBON XEROGEL DARI RESORSINOL DAN FORMALDEHID

Lintang Tyas Takayomi\*) dan Woro Sumarni

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Sejarah Artikel:  
Diterima Agustus 2015  
Disetujui September 2015  
Dipublikasikan November 2015

Kata kunci:  
resorsinol, formaldehid  
sintesis  
karbon xerogel

### Abstrak

Pencemaran limbah merupakan salah satu masalah serius yang sedang dihadapi oleh manusia. Karbon xerogel digunakan sebagai adsorben yang paling sering digunakan karena strukturnya yang berpori sehingga dapat menyerap senyawa beracun dalam pencemaran limbah. Karbon xerogel terbentuk melalui reaksi polikondensasi resorsinol-formaldehid. Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FT-IR menunjukkan bilangan gelombang sekitar  $3.448\text{ cm}^{-1}$ , antara  $2.368\text{ cm}^{-1}$  dan  $3.070\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik peregangan O-H. Pita absorpsi terdapat pada  $2.924\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus C-H. Analisis luas permukaan karbon xerogel menggunakan metode BET menghasilkan luas pori total (St) sebesar  $14,266\text{ m}^2/\text{g}$ . Analisis fasa mineral menggunakan XRD menunjukkan bahwa karbon xerogel merupakan adsorben yang mempunyai fasa *amorf*. Adapun hasil perbandingan resorsinol-formaldehid 1:1 pada sintesis karbon xerogel merupakan hasil perbandingan yang paling baik.

### Abstract

Waste pollution is one of the serious problems being faced by humans. Carbon xerogel was used as adsorbent most commonly used because of the porous structure so that it can absorb toxic compounds in waste pollution. Carbon xerogel formed through polycondensation reaction resorcinol-formaldehyde. Results of functional groups using FT-IR analysis shows wave number of about  $3,448\text{ cm}^{-1}$  and between  $2,368\text{ cm}^{-1}$  and  $3,070\text{ cm}^{-1}$  which is characteristic O-H stretching. There absorption band at  $2,924\text{ cm}^{-1}$  which is a C-H group. Analysis of the surface area of the carbon xerogel using BET method produces a total pore area (St) amounted to  $14.266\text{ m}^2/\text{g}$ . Mineral phase analysis using XRD showed that the carbon xerogel adsorbent having an amorphous phase. The results of the comparison resorcinol-formaldehyde 1:1 in the synthesis of carbon xerogel is the result of a comparison of the most well.

## Pendahuluan

Pesatnya pertumbuhan industri yang diharapkan dapat memudahkan kehidupan saat ini ternyata membawa masalah terhadap pencemaran lingkungan, diantaranya seperti industri farmasi, industri perminyakan dan petrokimia, industri kulit, dan industri cat. Pencemaran tersebut diakibatkan karena adanya limbah yang tidak ditangani dengan baik. Pada umumnya industri membuang limbah ke perairan tanpa pengolahan terlebih dahulu (Zultiniar & Yenti; 2011). Beberapa tahun terakhir, berbagai teknik untuk menghilangkan senyawa beracun dari air limbah telah dikembangkan. Teknik-teknik ini adalah oksidasi kimia, adsorpsi, pertukaran ion, dan pemisahan dengan membran (Tutuk, *et al.*; 2008). Dari beberapa metode tersebut, adsorpsi dianggap sebagai salah satu yang paling efisien yang dapat menghilangkan polutan dari air limbah tanpa meninggalkan produk beracun apapun (Goyal, *et al.*; 2007a, b).

Karbon xerogel merupakan salah satu mikro karbon aktif yang baik dan dapat digunakan sebagai adsorben. Hal ini dikarenakan struktur karbon xerogel yang berpori, dan kelimpahan bahan bakunya (Xia, *et al.*; 2007). Umumnya bahan karbon dibuat dengan polimerisasi hidroksilasi benzena dan aldehid dalam suatu pelarut, diikuti dengan pengeringan dan pirolisis (Muhtaseb & Ritter; 2003). Resorsinol dan formaldehid adalah senyawa organik yang digunakan untuk sintesis karbon xerogel, melalui proses polimerisasi yang biasanya dilakukan di dalam air sebagai pelarut dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebagai katalis (Muhtaseb; 2011). Resorsinol-formaldehid banyak digunakan sebagai prekursor karbon aktif, karena cocok untuk berbagai aplikasi, cara pembuatan (sintesis) bahan karbon yang mudah, mempunyai sifat pori khusus yang mempunyai manfaat praktis dan menguntungkan (Torres, *et al.*; 2012). Secara umum karbon didapatkan dengan pembakaran atau karbonisasi pada material-material tersebut. Terdapat beberapa jenis metode karbonisasi antara lain metode pirolisis dan metode *sample heating* (Rosi, *et al.*; 2011). Karbon yang diperoleh dapat diaplikasikan untuk mempelajari aspek adsorpsi fenol dari larutan ke CX (Rodrigues, *et al.*; 2012).

## Metode Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain oven *Memmert, furnace*, spektrofotometer UV-Vis, XRD (*X-Ray Diffraction*) *Bruker 6000*, dan FT-IR (*Fourier Transform*

*Infrared*) *Shimadzu 8201 PC*. Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah resorsinol, formaldehid,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , aseton dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, serta gas argon dari *PT. Samator Gas*, dan aquademin.

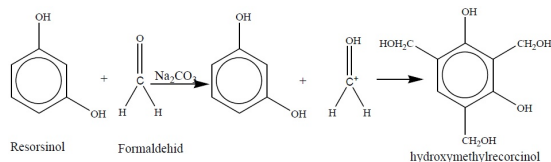
Sintesis karbon xerogel diawali dengan memvariasi konsentrasi larutan resorsinol dan formaldehid dengan perbandingan 1:2 lalu mencampurkan kedua larutan di dalam erlenmeyer dengan variasi perbandingan volume (1:1; 1:2; 1:3). Setelah itu dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit agar homogen, hasil pengadukan lalu dioven selama 3x24 jam dengan temperatur 80°C hingga terbentuk gel. Gel basah yang terbentuk direndam menggunakan aseton selama 24 jam lalu disaring, perendaman diulangi sebanyak 3x, setelah itu gel basah di oven pada temperatur 150°C hingga terbentuk gel kering (Rodrigues, *et al.*; 2012). Gel kering kemudian di pirolisis pada temperatur 500°C menggunakan gas argon hingga terbentuk karbon (Rosi, *et al.*; 2011). Karbon xerogel yang diperoleh kemudian di karakterisasi menggunakan FT-IR, SAA, dan XRD.

## Hasil dan Pembahasan

Karbon xerogel merupakan hasil polikondensasi antara resorsinol dengan formaldehid. Rodriguez (2012) menyatakan perbandingan resorsinol dan formaldehid adalah 1:2, sehingga perlakuan yang diberikan adalah membuat konsentrasi resorsinol-formaldehid dengan perbandingan 1:2. Tahap selanjutnya adalah membuat variasi volume dari perbandingan tersebut dengan variasi perbandingan resorsinol : formaldehid sebanyak 1:1; 1:2; 1:3. Masing-masing perbandingan selanjutnya ditambah katalis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  untuk mempercepat terjadinya reaksi. Campuran dimasukkan kedalam gelas kimia yang tertutup rapat dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Pengadukan ini bertujuan untuk mendapatkan hasil larutan yang tercampur merata.

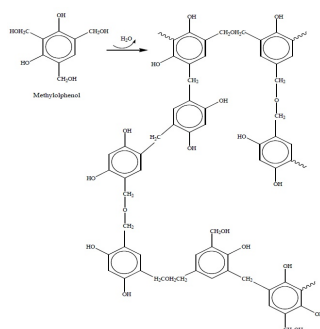
Hasil pengadukan dipanaskan selama 3 hari di dalam oven dengan suhu 80°C hingga terbentuk gel (hidrogel). Setelah tahap pemanasan, hidrogel didinginkan pada suhu kamar. Hidrogel direndam dalam aseton selama 12 jam, pelarut disaring menggunakan kertas saring, gel yang tersisa dari saringan ditambah aseton lagi, pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali. Perendaman ini bertujuan untuk mengikat zat pengotor yang ada pada gel yang terbentuk. Gel yang dihasilkan dikeringkan menggunakan

oven dengan suhu 150°C hingga beratnya konstan. Gel kering yang dihasilkan disebut RF xerogel, dan reaksinya disebut dengan reaksi adisi. Reaksi yang terjadi pada proses ini ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Reaksi adisi resorsinol-formaldehid (Regalbuto; 2006)

Gambar 1. menunjukkan reaksi adisi antara resorsinol dan formaldehid yang menghasilkan turunan hidroksimetilresorsinol pada posisi orto maupun para dengan bantuan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebagai katalis. Hidroksimetilresorsinol akan mengalami reaksi kondensasi antara gugus  $\text{CH}_2\text{OH}$  dan atom hidrogen dari inti benzena, menghasilkan polimetilresorsinol dan hasil samping air (Fernandez; 2011). Reaksi yang terjadi pada reaksi kondensasi ditunjukkan oleh Gambar 2.



**Gambar 2.** Reaksi polikondensasi resorsinol-formaldehid (Regalbuto; 2006)

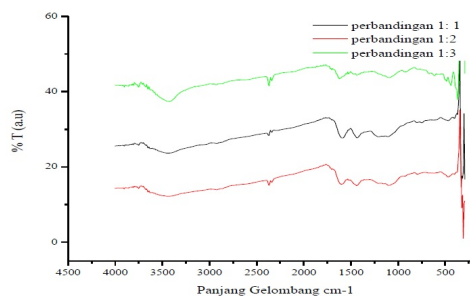
Reaksi polikondensasi resorsinol-formaldehid pada Gambar 2. menyebabkan viskositas larutan semakin tinggi dan terjadi perubahan dari larutan (sol) menjadi gel. Reaksi ini diawali dengan pembentukan ion diikuti pembentukan rantai polimer. Pada suasana asam ion  $\text{H}^+$  membuka ikatan rangkap gugus  $\text{C}=\text{O}$  formaldehid membentuk molekul bermuatan positif  $[\text{CH}_2\text{OH}]^+$  (Mahreni & Ilcham; 2011). Molekul bermuatan positif bereaksi dengan resorsinol melalui reaksi polikondensasi menghasilkan polimer resorcinol-formaldehid dengan melepaskan satu molekul air. Formaldehid di dalam sistem reaksi polikondensasi berperan sebagai jembatan yang menghubungkan antara satu molekul resorsinol dengan molekul resorsinol lain dan membentuk polimer. Pembentukan polimer ini merubah campuran yang semula berupa larutan menjadi gel. Air yang dihasilkan

diuapkan untuk mendapatkan gel kering. Gel kering ini adalah gel yang mempunyai matrik berupa kerangka karbon. Kerangka karbon yang terbentuk kemudian dilakukan perlakuan panas pada suhu tinggi tanpa oksigen (pirolisis) dengan temperatur 500°C dialiri gas argon. Pirolisis ini bertujuan untuk mendapatkan luas permukaan aktif yang tinggi dari gel kerangka karbon dan untuk mengkonversi xerogel resorcinol-formaldehid menjadi kerangka karbon (Ko; 1997; Caballero, *et al.*; 2008). Hal ini didukung dengan penelitian Rissa (2012), yang menyatakan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi (pirolisis), akan berpengaruh terhadap struktur fisik karbon yang dihasilkan. Selama pirolisis CX membebaskan molekul air dan komponen organik ringan berlangsung secara simultan dengan perubahan struktur karbon menjadi struktur grafit (grafitisasi) (Mahreni & Ilcham; 2011). Gas argon berperan sebagai gas *inert* yang dapat meminimalisir impuritas dan menghindari asupan oksigen ( $\text{O}_2$ ) (Perkasa & Darminto; 2011). Pirolisis xerogel resorcinol-formaldehid mendorong pembentukan material dengan struktur nano kristal. Material berstruktur nano kristal merupakan tujuan yang ingin dicapai karena mempunyai porositas lebih tinggi dibandingkan dengan grafit. Pirolisis menghasilkan material dengan luas permukaan lebih tinggi karena membentuk struktur mikro dan mesopori di dalamnya. Namun pada penelitian ini tidak dilakukan karakterisasi untuk penentuan jenis nano kristalnya. Porositas yang didistribusikan di dalam fase gel memungkinkan distribusi komponen secara merata di dalam materi karbon. Persyaratannya temperatur pirolisis harus dijaga tidak boleh lebih dari 1000°C karena di atas temperatur tersebut akan terjadi sintering (penyatuan partikel menjadi partikel besar) (Mahreni&Ilham; 2011).

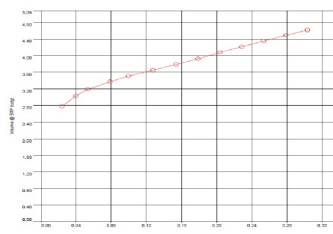
Setelah proses pirolisis karbon dapat berperan sebagai adsorben pada penyerapan phenol. Hal ini dikarenakan karbon xerogel memiliki luas permukaan aktif yang sangat besar yang dapat menyerap senyawa beracun (phenol) dengan baik (Rodrigues, *et al.*; 2012).

Analisis hasil gugus fungsi menggunakan FT-IR ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3. menunjukkan hasil analisis IR tiga perbandingan volume dari sampel karbon xerogel. Pola transmitan yang ditunjukkan tidak jauh berbeda dengan perbedaan jumlah atau perbandingan prekursor posisi sintesis CX. Karakteristik dari peregangan O-H pada karbon xerogel mempunyai lebar pita yang berpusat disekitar 3.500

$\text{cm}^{-1}$  dan antara 2.500 dan 3.000  $\text{cm}^{-1}$ , dan pita adsorpsi terletak pada kisaran 2.900  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus C-H (Rodriguez, *et al.*; 2012). Pada ketiga spektra hasil analisis, diketahui bahwa sampel 1 (perbandingan 1:1) memiliki peregangan dengan pusat sekitar 3.448,72  $\text{cm}^{-1}$  dan antara 2.368,59 dan 3.070,68  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus O-H, pita adsorpsi pada 2.924,09  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus C-H. Sampel 2 (perbandingan 1:2) memiliki peregangan dengan pusat sekitar 3.425,58  $\text{cm}^{-1}$  dan antara 2.337,72  $\text{cm}^{-1}$  dan 2.368,59  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus O-H, dan pita adsorpsi pada 2.924,09  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus C-H. Sedangkan sampel 3 memiliki peregangan dengan pusat sekitar 3.425,58  $\text{cm}^{-1}$  dan 2.931,8  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus O-H dan pita adsorpsi pada 2.931,8  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus C-H. Hal ini berarti dari ketiga jenis sampel, sampel pertama dengan perbandingan 1:1 dimungkinkan sebagai sampel yang paling baik untuk digunakan sebagai adsorpsi dilihat dari peregangan pita yang paling mendekati angka pada penentuan gugus fungsi. Gugus C-O-C seharusnya muncul pada peregangan 1.000 dan 1.300  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus metilen eter (Rodrigues, *et al.*; 2012). Namun pada penelitian ini gugus tersebut tidak muncul. Ini dimungkinkan kurangnya suhu pemanasan pada proses pirolisis.



**Gambar 3.** Hasil analisis gugus fungsi karbon xerogel menggunakan FT-IR

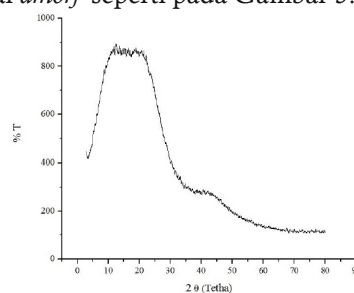


**Gambar 4.** Analisis luas permukaan pori menggunakan metode BET

Luas permukaan aktif karbon xerogel yang didapatkan ditunjukkan dengan Gambar 4. Dari Gambar 4 terlihat kurva adsorpsi  $\text{N}_2$  pada karbon xerogel. Berdasarkan hasil perhitungan, luas permukaan yang diperoleh pada CX adalah 14,266  $\text{m}^2/\text{g}$ . Namun nilai tersebut tidak sesuai

atau masih jauh dari standar yang ada. Jika metode analisis yang dilakukan hanya adsorpsi nilai yang didapatkan seharusnya  $\pm 128 \text{ m}^2/\text{g}$  dan nilai desorpsinya 110  $\text{m}^2/\text{g}$  untuk karbon xerogel (Rodriguez, *et al.*; 2012). Perbedaan tersebut disebabkan oleh masih adanya molekul adsorbat atau pengotor pada pori sampel, sehingga mempengaruhi luas permukaan sampel tersebut (Syaiful, *et al.*; 2013). Kurangnya temperatur pada saat pirolisis juga dimungkinkan menjadi penyebab rendahnya nilai luas permukaan yang dihasilkan. Hal ini diperkuat oleh Mahreni & Ilcham (2011) yang menyatakan untuk mendapatkan luas permukaan aktif yang tinggi dari gel kerangka karbon, diperlukan perlakuan panas pada suhu tinggi tanpa oksigen (pirolisis) pada suhu (600-1000) $^{\circ}\text{C}$ .

Analisis kandungan fase mineral karbon xerogel dengan menggunakan metode XRD menunjukkan bahwa karbon xerogel merupakan material *amorf* seperti pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Hasil analisis fase mineral menggunakan XRD

Gambar 5. menunjukkan bahwa hasil sampel yang diperoleh pada karbon xerogel merupakan sampel dengan fase *amorf*. Hal ini ditandai dengan bentuk pola yang berupa gundukan. Pratapa (2008) menyatakan keberadaan fase kristal dapat dilihat dari adanya puncak-puncak difraksi yang tajam, sedangkan material *amorf* memberikan pola difraksi berbentuk gundukan (*hump*) atau intensitas latar (*background*) yang tidak teratur.

### Simpulan

Karbon xerogel hasil sintesis resorsinol 0,075 M dan formaldehid 0,150 M dengan perbandingan volume 1:1 adalah hasil yang paling baik dengan karakter analisis gugus fungsi O-H dengan lebar pita yang berpusat pada 3.448,72  $\text{cm}^{-1}$  dan antara 2.368,59 dan 3.070,68  $\text{cm}^{-1}$ . Pita adsorpsi terletak pada kisaran 2.924,09  $\text{cm}^{-1}$  dengan gugus C-H. Karbon xerogel memiliki luas permukaan sebesar 14,266  $\text{m}^2/\text{g}$  dengan jenis fase *amorf* yang ditandai dengan pola difraksi yang berbentuk gundukan.



**Daftar Pustaka**

- Al-Muhtaseb and Ritter, J.A. 2003. *Preparation and Properties of Resorcinol-Formaldehyde Organic and Carbon Gels*. University of South Carolina: USA
- Abdullah, A. Yudistira, V. Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. *Sintesis Nanomaterial*. Institut Teknologi Bandung. Bandung
- Deraei, H., Mittal, A., Noorisepehr, M. 2012. *Kinetic and Equilibrium Studies of Adsorptive Removal of Phenol onto Eggshell Waste*. Berlin. Heidelberg
- Fatimah. 2003. *Analisis Fenol dalam Sampel Air Menggunakan Spektrofotometri Derivatif*. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta
- Fernandes, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Universitas Andalas. Padang
- Goyal, R.N., Gupto, V.K., Oyama, M., Bachcheti, N. 2007a. Gold Nano Particles Modified Indium Tin Oxide Electrode For the Simultaneous Determination of Dopamine and Serotonin. Application in Pharmaceutical Formulations and Biological Fluids. *Talanta*, 72: 976-983
- Goyal, R.N., Gupta, V.K., Neeta, B. 2007b. Volumetric Determination of Adenosine and Guanosine using Fullerene-C60-Modified Glossy Carbon Electrode. *Talanta*, 72:1110-1111
- Ko E.I. 1997. *Sol-Gel Process in the Handbook of Heterogeneous Catalysis*. edited by G. Ertl, H. Knözinger, and J. Weitkamp. Wiley-VCH, Weinheim
- Mahreni, dan Ilham, A. 2011. *Pengembangan Teknologi Bersih Berbasis Hidrogen Menggunakan Sumber Daya Alam Indonesia*. UPN "Veteran". Yogyakarta
- Morales, T.S., Hodar, M.F., Cadenas, P.A.F., Marin, C.F. 2012. Structural characterization of carbon xerogels: from film to monolith. *Microporous Mesoporous Mater.*, : 24-29
- Muleja, A.A., Mbianda, X.Y., Krause, R.W., Pillay, K. 2012. Synthesis, characterization and thermal decomposition behaviour of triphenylphosphine-linked multiwalled carbon nanotubes. *Carbon*,: 2741-2751
- Nweke, C.O. Okpokwasili, G.C. 2013. *Removal of phenol from aqueous solution by adsorption onto activated carbon and fungal biomass*. University of Port Harcourt, P.M. Port Harcourt. Nigeria
- Perkasa, A.Y & Darminto. 2011. *Pembentukan Fasa Kristalin dalam Proses Pemanasan Tempurung Kelapa Muda dalam Sawarna (Cocos Nucifera L.) dengan Atmosfer Udara*. ITS. Surabaya
- Pratapa. 2011. *Prinsip-prinsip Difraksi Sinar-X*. Institut Teknologi Surabaya. Surabaya
- Rissa, L.V., Priatmoko, S., Harjito. 2012. Sintesis Lapis Tipis Berbasis Nanopartikel Titania Termodifikasi Silika Secara Sol-Gel Sebagai Bahan Antifogging. *Indonesia Journal of Chemical Science*, 3(1): 56-65
- Rodrigues, L.A., Campos, T.M.B., Alvares-Mendes, M.O., Coutinho, A.D.R., Sakane K.K., Thim, G.P. 2012. *Phenol Removal From Aqueous Solution by Carbon Xerogel*. Brazil
- Rosi, L., Undri, A. and Frediani, M. 2011. *Microwave Pyrolysis of Polymeric Materials*. In Tech
- Syaiful, A., Takayomi, L.T., Ariyanti, D. 2013. *Analisis Luas Permukaan Tanah Diatome Menggunakan Metode BET*. Universitas Negeri Semarang. Semarang
- Tutuk. D.K., Ahmad. F.I., Azeman. M. & Kang Li. 2008. The Effect of Type Zeolite on the Gas Transport Properties of Polyimide-Based Mixed Matrix Membranes. *Reaktor*, 12(2): 68-77
- Xia, K., Gao, Q., Wu, C., Song, S., Ruan, M. 2007. Activation, Characterization and Hydrogen Storage Properties of the Mesoporous Carbon MCK-3. *Carbon*.
- Zultiniar, dan S.R. Yenti. 2011. Adsorpsi Fenol dengan Adsorben Kimia. *Journal Pilar Sains*, 11(1): 38-42