

LAPORAN PENELITIAN

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI PHENOL
DAN FORMALDEHYD
PADA PEMBUATAN *PHENOLIC SYNTAN TANNING AGENT***



Peneliti I : Dr. Prasetyo Hermawan, ST, M.Si.
NIP : 1975111020011210005
Peneliti II : Wahyu Fajar Winata, M.Eng.
NIP : 198807122019011002

**POLITEKNIK ATK YOGYAKARTA
PUSAT PENDIDIKAN KETRAMPILAN DAN VOKASI
BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI
2021**

I. JUDUL PENELITIAN

“ STUDI PENGARUH KONSENTRASI PHENOL DAN FORMALDEHYD
PADA PEMBUATAN PHENOLIC SYNTAN *TANNING AGENT* “

II. PENDAHULUAN

2.1. Latar Belakang

Penyamakan utama (main tanning) merupakan salah satu tahapan penting dalam proses pengolahan kulit, tahapan ini berfungsi untuk mengkonversi dan merubah kulit mentah (dari bahan yang tidak stabil secara kimia, fisikan dan biologi) menjadi material yang stabil yang perubahannya adalah reversible (tidak dapat balik). Penyamakan ulang (retanning) merupakan tahapan lanjutan dari proses pengolahan kulit untuk mendapatkan karakter kulit sesuai yang diharapkan. Pada dasarnya bahan yang digunakan untuk penyamakan utama dapat digunakan untuk untuk penyamakan ulang. Salah satu bahan tanning dan retanning yang digunakan pada proses pengolahan kulit adalah syntan.

Synthetic tanning agent (syntans) merupakan senyawa atau molekul sintetis yang memiliki berat molekul besar yang digunakan sebagai bahan alternative dalam penyamakan krom. Bahan penyamak alternative ini biasanya disintesis dari formaldehid, glutaraldehid, fenol dan akrilat. Syntans dapat disintesis melalui dua tipe tahapan yaitu tipe nerodol dan tipe novolac. Tipe nerodol merupakan tahapan sintesis syntan melalui proses sulfonasi terlebih dahulu kemudian dilanjutkan dengan proses polimerisasi. Sedangkan untuk tipe novolac tahapan sintesis syntan melalui proses polimerisasi terlebih dahulu baru kemudian dilanjutkan dengan proses sulfonasi.

Syntan sering disebut sebagai bahan penyamak nabati tiruan, karena perlu dilakukan sintesis untuk pembuatan syntan. Sedangkan bahan penyamak nabati disintesis dalam tumbuhan dan diperlukan ekstraksi untuk aplikasi sebagai bahan penyamak. Karakter syntan akan menentukan kualitas kulit yang akan dihasilkan, sehingga pengetahuan terhadap pembuatan syntan perlu untuk dilakukan elaborasi lebih mendalam.

2.2 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Melakukan pembuatan *phenolic syntan* menggunakan phenol, formaldehid dan sodium metabisulfit
2. Melakukan karakterisasi *phenolic syntan* yang dihasilkan dengan melakukan variasi jumlah penggunaan phenol. Karakter yang diamati: derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi.
3. Mengetahui dan menganalisis karakter *phenolic syntan*

2.3 Manfaat Penelitian

Penelitian yang peneliti lakukan diharapkan dapat bermanfaat bagi peneliti, maupun bagi semua *stakeholder* yang berkepentingan.

1. Manfaat akademis

Penelitian ini erat hubungannya dengan mata kuliah Teknologi Pengolahan Kulit khususnya bidang Teknologi Pasca Tanning dan Teknik Pembuatan Bahan Proses Kulit, baik dasar teoritis maupun teknis tentang pembuatan *phenolic syntan*.

2. Manfaat dalam implementasi atau praktik.

Penelitian ini memfokuskan pada proses pembuatan *reduced chrome* yang dihasilkan dengan melakukan variasi penggunaan phenol dan formaldehid. Sehingga data hasil penelitian ini diharapkan dapat berguna untuk para *stakeholder*, khususnya para praktisi dan para pengambil keputusan dalam menggunakan hasil penelitian ini.

2.4 Batasan Masalah

Dikarenakan begitu luasnya ruang lingkup dan banyaknya kemungkinan variasi yang dapat dilakukan pada penelitian "STUDI PENGARUH KONSENTRASI PHENOL DAN FORMALDEHYD PADA PEMBUATAN *PHENOLIC SYNTAN TANNING AGENT*", maka peneliti membatasi permasalahan pada hal-hal sebagai berikut:

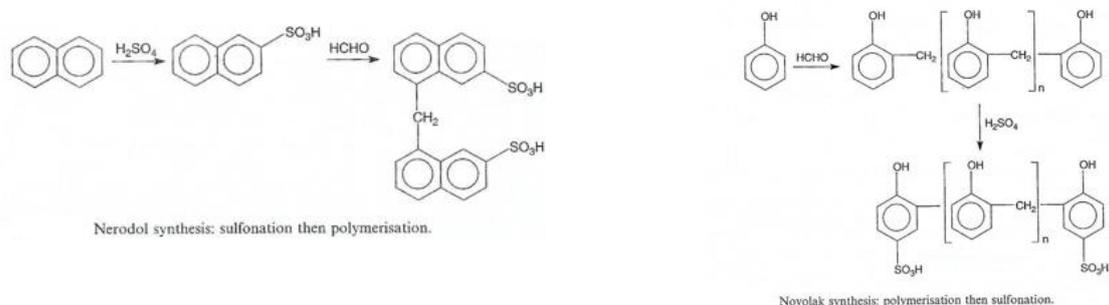
1. Penelitian ini dilakukan dalam skala laboratorium
2. Data Penelitian ini hanya berasal dari uji dan karakterisasi terhadap hasil *phenolic syntan*, berupa; derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi.
3. Variasi variabel penelitian, peneliti hanya melakukan variasi variabel berupa jumlah penambahan phenol dan formaldehid

III. TINJAUAN PUSTAKA

Pembuatan syntan dimulai pada tahun 1805 pada saat Hatchett dan Buff melakukan distilasi camphor dengan penambahan asam sulfat. Schiff melakukan kondensasi dari produk asam fenolik sulfonat dengan posphor-oksiclorid yang ternyata mempunyai daya samak untuk kulit. Dr. Edmun Stiansy pada tahun 1911 yang mempatenkan polimer sintesis yang mampu menyamak kulit berupa senyawa aromatis dengan gugus hidroksil dan sulfonat. Hal ini berupa; Produk kondensasi formaldehid dengan fenol atau cresol sulfonic acid yang larut dalam air dan juga produk kondensasi formaldehid dengan fenol atau cresol yang dilanjutkan sulfonasi dengan H_2SO_4 sehingga larut dalam air.

Syntan akan bereaksi dengan serat kulit pada saat digunakan untuk main tanning ataupun retanning dan akan membawa perubahan sifat pada kulit yang dihasilkan. Reaktivitas syntan pada protein kulit ditentukan oleh jenis: aromatis monomer prekursor, crosslinker, order reaksi, solubilitas dan ukuran molekulnya. Prekursor merupakan bahan baku syntan biasanya berupa senyawa aromatis yang mengandung gugus phenolic, sedangkan crosslinker yang digunakan biasanya berupa senyawa formaldehid.

Pada dasarnya terdapat dua tahap pada pembuatan syntan yaitu: sulfonasi dan polimerisasi kondensasi. Berdasarkan urutan reaksinya maka dapat pembuatan dibedakan menjadi 2 tipe: Tipe Nerodol: sulfonasi dilanjutkan polimerisasi dengan sifat produk: Kelarutan terhadap air naik/tinggi, tetapi astrigency "power of tanning" turun/rendah. Tipe Novolac (Novolak): polimerisasi dilanjutkan sulfonasi dengan sifat produk: kelarutan terhadap air naik/tinggi, tetapi astrigency "power of tanning" tinggi.



Gambar 2.1 Metode pembuatan *syntan*

IV. METODOLOGI PENELITIAN

Metodologi penelitian ini mencakup: data penelitian; tempat dan waktu, alat dan bahan, desain penelitian, tahapan penelitian dan pengolahan data

4.1. Data Penelitian

Data hasil eksperimen primer diperoleh dari pengamatan dan uji pada proses pembuatan *phenolic syntan* menggunakan phenol, formaldehyd dan metabisulfit . Data ini berupa; pH, kadar air, derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi dari *phenolic syntan* yang dihasilkan.

4.2. Tempat dan Waktu Penelitian

Eksperimen proses pembuatan pembuatan *phenolic syntan* menggunakan phenol, formaldehyd dan metabisulfit dan analisis karakter *phenolic syntan* akan dilaksanakan di Laboratorium Teknologi Kimia, Jurusan Teknologi Pengolahan Kulit Politeknik ATK Yogyakarta. Sedangkan analisis karakter akan dilaksanakan di Laboratorium Pengujian Eksternal. Waktu yang akan diperlukan 4 Bulan (Juli sd Oktober 2021)

4.3 Alat Dan Bahan

4.3.1 Alat

Alat yang digunakan

1. Refluks
2. Labu leher tiga
3. Gelas Erlenmeyer 100 ml
4. Pipet Volume 100 ml
5. Matel Pemanas
6. Pompa air
7. Ember

4.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan;

1. Aquades
2. Fenol
3. Formaldehid
4. NaOH
5. Asam asetat glasial
6. Natrium metabisulfit

7. Asam klorida

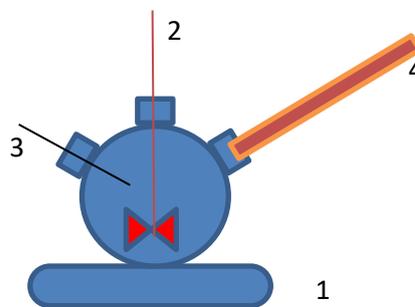
4.4. Desain Penelitian

4.4.1 Tahapan Penelitian

Pada tahap ini dilakukan dengan menjalankan eksperimen melakukan pembuatan *phenolic syntan* dilanjutkan pengambilan data berupa; pH, kadar air, derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi dari *phenolic syntan* yang dihasilkan

4.4.2 Skematik Peralatan Penelitian

Skematik peralatan penelitian adalah sebagai berikut;



Gambar 4.1 Rangkaian Alat Penelitian

Keterangan Gambar :

- | | | | |
|---|---------------|---|-------------|
| 1 | heater mantel | 3 | thermometer |
| 2 | pengaduk | 4 | refluk |

4.4.3 Variasi variabel Penelitian

Variasi variabel penelitian ditampilkan seperti pada tabel 4.1 dan tabel 4.2 berikut ini;

Tabel 4.1. Data pH, kadar air, derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi (1,0 mol formaldehyde 37%, 0,06 mol NaOH, 0,06 mol asam asetat glasial, 0,2 mol natrium metabisulfit, 0,12 mol HCl 37%)

Pengamatan	Phenolic yang ditambahkan (mol)			
	0	0,5	1	1,5
pH				
Kadar air				
Derajat sulfonasi				
Derajat polimerisasi				
Gugus fungsi				

Tabel 4.2. Data pH, kadar air, derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi (1,0 mol phenol, 0,06 mol NaOH, 0,06 mol asam asetat glasial, 0,2 mol natrium metabisulfit, 0,12 mol HCl 37%)

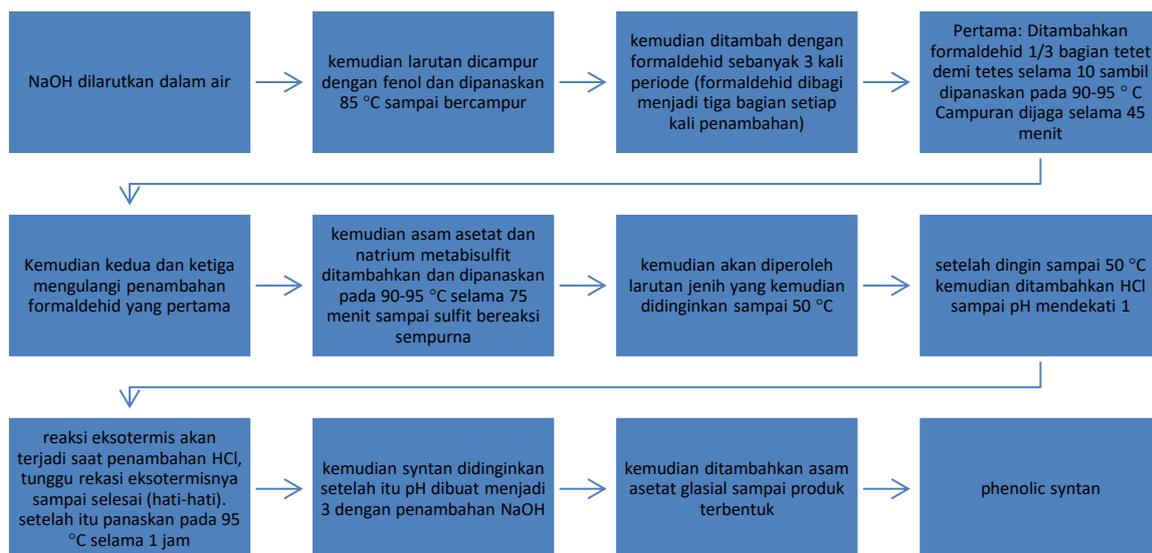
Pengamatan	Formaldehid 37% yang ditambahkan (mol)			
	0	0,5	1	1,5
pH				
Kadar air				
Derajat sulfonasi				
Derajat polimerisasi				
Gugus fungsi				

4.5 Pelaksanaan Tahapan Penelitian

Reduced chrome (krom tereduksi) dibuat dengan mereduksi Cr(6+) menjadi Cr(3+) sehari sebelum digunakan untuk tanning. Dibuat dengan memasukkan as. sulfat dalam garam kromat (pada gelas beker). Dengan perlahan kemudian dimasukkan larutan glukosa (10%) sangat perlahan, aduk pelan dan perlu pendinginan (reaksi sangat eksotermis/ menghasilkan panas) . Perlu ditambahkan es batu di luar gelas beker sebagai pendingin reaksi yang sangat eksotermis

Pelaksanaan Desain Penelitian

Desain Penelitian



Gambar 4.2 Desain Penelitian

Karakterisasi Penelitian

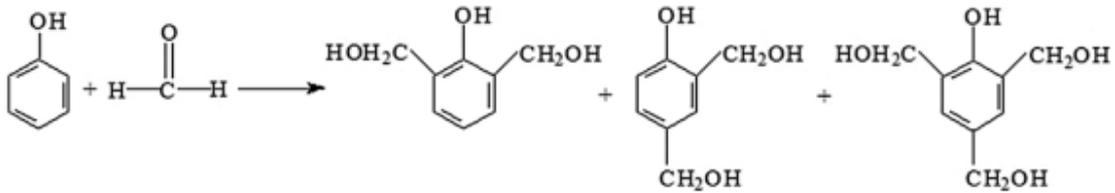
Karakterisasi yang diambil berupa; pH, kadar air, derajat sulfonasi, derajat polimerisasi dan gugus fungsi dari *phenolic syntan* yang dihasilkan

4.6. Pengolahan Data Penelitian

Pengolahan data yang dilakukan adalah menggunakan metode statistik baik dengan visualisasi berupa tabel maupun grafik.

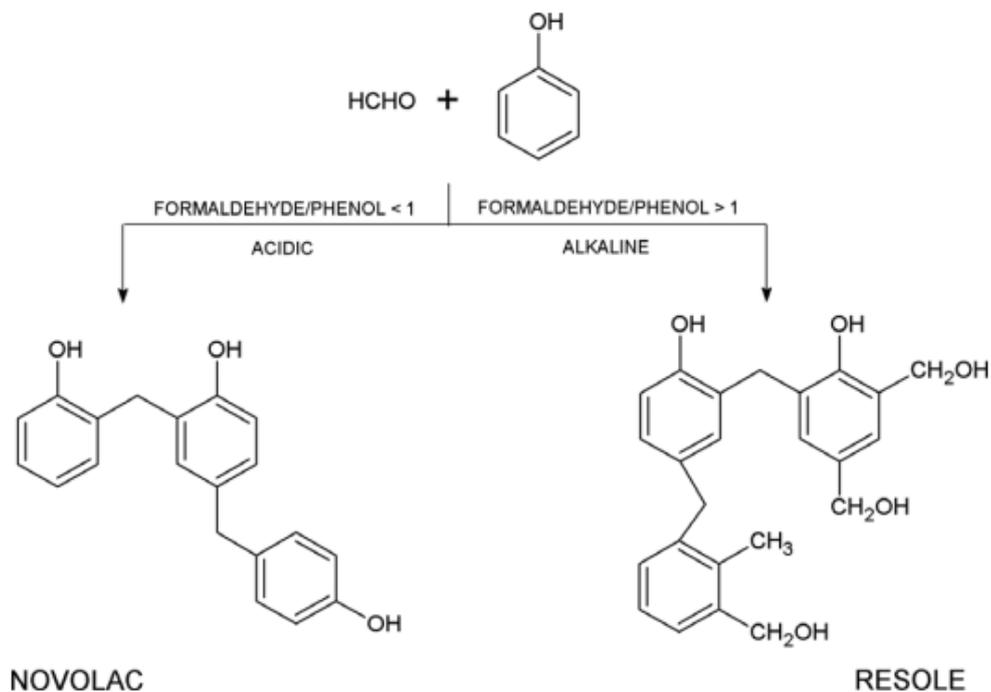
V. PEMBAHASAN

Sintesis *Sulfonated Phenolic Formaldehyde Resin* (pH)



Gambar 1. Reaksi pembentukan oligomer fenol formaldehid

Gambar 1 menunjukkan bahwa reaksi pembentukan oligomer fenol formaldehid akan menghasilkan struktur ortho dan para. Semakin sedikit formaldehid yang digunakan maka produk yang terbentuk hanya akan terbetuk orto atau para saja tetapi jika jumlah formaldehid yang digunakan banyak maka kemungkinan produk yang dihasilkan dapat kombinasi keduanya orto, para atau orto para.



Gambar 2. Polimerisasi fenol formaldehid

Tabel 1. Sifat dari *Sulfonated Phenolic Formaldehyde Resin* (pH)

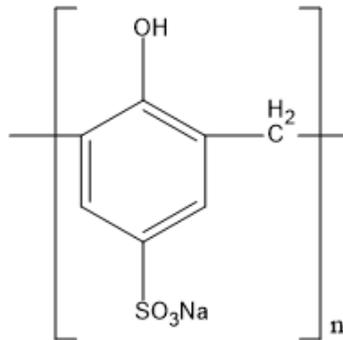
Parameter	Sampel Syntan fenol:formaldehid					
	(0:1)	(0.5:1)	(1:1)	(1.5:1)	(1:0)	(1:0.5)
	A	B	C	D	E	F
pH	4	4	4	3.5	5	4
Derajat sulfonasi	0	2.2	1.3	0.9	1.6	1.6
Massa jenis (kg.L ⁻¹)	0.98	0.96	1.02	0.95	0.81	0.86
Distribusi	1 fasa	2 fasa	1 fasa	2 fasa	3 fasa	2 fasa
Warna	Kuning keruh	Kuning Jernih	Kuning	Kuning Jernih	Kuning Jernih Putih	Kuning Jernih

Berdasarkan pada Tabel 1 diketahui bahwa massa jenis dari senyawa SPR yang dihasilkan memiliki massa jenis yang mendekati 1, hal ini disebabkan karena SPR larut di dalam air akibat gugus sulfonate yang dimilikinya. Akan tetapi dari beberapa formulasi yang dilakukan untuk sintesis SPR hanya formulasi rasio fenol:formaldehid (1:1) yang menghasilkan produk dengan kelarutan yang sempurna di dalam air. Hal tersebut diketahui dengan terbentuknya 1 (satu) fasa saja dengan warna larutan kuning jernih. Produk yang terbentuk 2 fasa akan menghasilkan warna larutan kuning dan larutan bening. Produk yang terbentuk 3 fasa menghasilkan larutan berwarna kuning, bening dan terdapat endapan putih di bawahnya. Larutan kuning tersebut adalah senyawa SPR, larutan jernih merupakan sisa formaldehid yang tidak bereaksi sedangkan endapan berwarna putih merupakan natrium bisulfit. Produk yang dihasilkan tanpa adanya fenol akan terbentuk 1 fasa larutan yang berwarna putih susu.

Penentuan Keasaman Sampel *Sulfonated Phenolic Formaldehyde Resin* (pH)

Pada penentuan keasaman sampel syntan dari *sulfonated phenolic formaldehyde resin* (SPF), semua sampel berada dalam kondisi asam (pH < 7) berdasarkan data dari Table 1 dan Tabel 2. Hal tersebut disebabkan pada akhir polimerisasi ditambahkan asam asetat glasial sampai terbentuk gumpalan. Keasaman sampel dari SPR sendiri juga dipengaruhi oleh jumlah fenol dan formaldehid yang digunakan dalam sintesis SPR. Hal tersebut dapat dilihat pada

Tabel 2 bahwa semakin banyak fenol yang digunakan dalam sintesis SPR akan menyebabkan pH dari produk (SPR) menjadi semakin asam. Keasaman yang semakin tinggi seiring dengan fenol yang semakin besar tersebut akibat dari terbentuknya monomer dari SPF yang mana gugus hidroksil (-OH) memiliki keasaman yang lebih tinggi daripada gugus hidroksil pada senyawa fenol biasa.



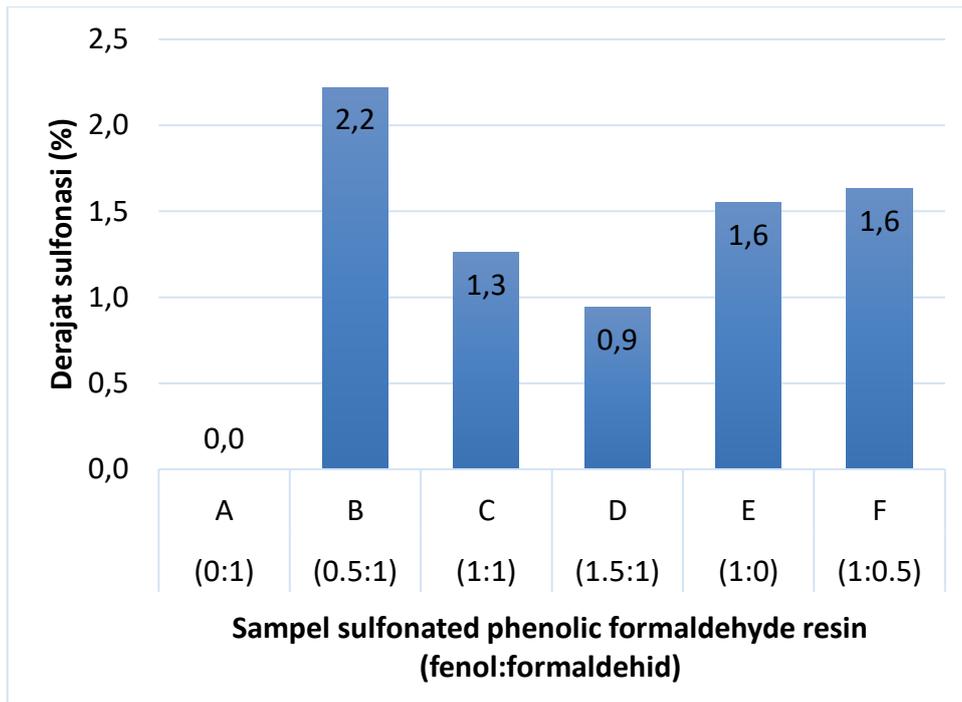
Gambar 3. Struktur *Sulfonated Phenolic Formaldehyde* (SPF) resin

Tabel 2. Data keasaman sampel (pH) dari *sulfonated phenolic resin* (SPF)

Parameter	Sampel Syntan fenol:formaldehid)					
	(0:1)	(0.5:1)	(1:1)	(1.5:1)	(1:0)	(1:0.5)
	A	B	C	D	E	F
pH	4	4	4	3.5	5	4

Penentuan Derajat Sulfonasi (%)

Berdasarkan pada Gambar 4 diketahui bahwa nilai DS dipengaruhi oleh jumlah fenol yang ditambahkan dalam sintesis SPF. Semakin besar fenol yang digunakan dalam sintesis SPF maka nilai DS semakin kecil pula. Hal ini kemungkinan disebabkan karena tidak semua monomer resin mengalami sulfonasi. Sedangkan pada resin yang menggunakan fenol sedikit nilai DS tinggi, kemungkinan hampir semua monomer dari SPF mengalami sulfonasi. Resin dengan nilai DS yang lebih tinggi menunjukkan bahwa ia mengandung lebih banyak kelompok sulfonat, dan akan lebih mudah untuk larut dalam larutan polar (air).



Gambar 4. Derajat sulfonasi dari sampel *sulfonated phenolic formaldehyde* (SPF) resin dengan perbandingan mol antara fenol dan formaldehid

Penambahan formaldehid juga mempengaruhi nilai DS resin. Hal tersebut disebabkan karena formaldehid bertindak sebagai agen substitusi pada struktur fenol pada posisi ortho dan para. Semakin banyak formaldehid yang ditambahkan maka semakin besar pula kemungkinan penambahan gugus metil pada posisi orto dan para pada struktur fenol sehingga menyulitkan atau mengganggu masuknya gugus sulfonate melalui reaksi sulfonasi pada struktur fenol.

Pada saat rasio konsentrasi fenol lebih besar daripada formaldehid (>1) dan konsentrasi sulfonate tetap maka nilai DS tinggi. Hal tersebut kemungkinan besar disebabkan karena masih ada ruang kosong pada posisi orto atau para milik fenol yang tidak tersubstitusi oleh metil dari formaldehid (Gambar 2). Gugus sulfonate akan leluasa untuk masuk ke dalam struktur fenol tersebut pada posisi orto maupun para yang kosong sehingga menyebabkan nilai DS tinggi pada penambahan formaldehid yang sedikit (rasio fenol:formaldehid <1).

VI. RENCANA BIAYA PENELITIAN

Penelitian ini direncanakan dapat menjadi karya ilmiah peneliti pada tahun 2021. Hal ini sejalan dengan salah satu tugas utama utama sebagai Dosen pada Politeknik ATK Yogyakarta dalam melaksanakan Tri Dharma Perguruan Tinggi. Sebagian dana/pembiayaan ini diharapkan dapat diperoleh dari stimulan program penelitian dari Politeknik ATK Yogyakarta.

Peneliti I : Dr. Prasetyo Hermawan, ST, M.Si
Peneliti II : Wahyu Fajar Winata, M.Eng
Jurusan : Teknologi Pengolahan Kulit, Politeknik ATK Yogyakarta
Judul Penelitian : STUDI PENGARUH KONSENTRASI PHENOL DAN FORMALDEHYD PADA PEMBUATAN PHENOLIC SYNTAN *TANNING AGENT*
Jumlah Dana : Rp. 13.500.000;

NO.	KETERANGAN	JUMLAH
I	BELANJA BARANG (BAHAN DAN ALAT PENUNJANG)	Rp. 3.500.000;
	Pembelian Bahan	Rp. 2.000.000;
	Pembelian Alat Penunjang	Rp. 1.500.000;
II	BELANJA JASA	Rp. 10.000.000;
	Sewa / Kontribusi Laboratorium	Rp. 500.000;
	Biaya pengujian sampel, pengolahan data, dll.	Rp. 9.500.000;
	JUMLAH	Rp. 13.500.000;

VIII. DAFTAR PUSTAKA

BASF, 1994, Pocket Book for The Leather Technologist, 3 edition. Aktingesellschaft 67056 Ludwigshafer Germany.

Bayer, 1990, Tanning, Dyeing and Finishing, 5th edition. Geschäftshereich Farben 5090 Leverkusen.

Bienkiewicz, K., 1983, Physical Chemistry of Leather Making, Robert E. Krieger Publishing Company Malabar, Florida

Covington, A.D., 2009, *Tanning Chemistry, The Science of Leather*, Royal Society of Chemistry, Cambridge CB4 0WF, UK

Hermawan, P., Abdullah, S.S. dan Purnomo, E., 2014, *Teknologi Pengolahan Kulit*, Puspita Komunikasi, Yogyakarta

Sarkar, K.T., 1995, Theory and Practice of Leather Manufacture, 5 ed, The CLS Press, Madras India

Sharphouse, J.H., 1983, Leather Technician's Hand Book, Leather Producers Association, King Park Road, Moultn Park, Northampton.

Thortensen, T.C. , 1993, Practical Leather Technologist, 4 ed, Robert E. Krieger Publishing Co Inc. Huntington New York

Wolesensky, E, 1925, Investigation Of Shyntetc Tanning Material, Tecnologic Papers of The Bureau of Standars