

**SINTESIS SENYAWA *p-t*-BUTIL-HEKSA-  
ESTERKALIKS[6]ARENA DAN PENGGUNAANNYA  
SEBAGAI EKSTRAKTAN LOGAM BERAT Cr(III)**

**Skripsi  
Untuk memenuhi sebagian persyaratan  
mencapai derajat Sarjana Kimia**



**Oleh :  
FADHLAN NUR HANIFA  
09630007**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UIN SUNAN KALIJAGA YOGYAKARTA  
2013**

**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Fadhlhan Nur Hanifa

NIM : 09630007

Judul skripsi : Sintesis Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dan Penggunaannya Sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III)

sudah dapat diajukan kembali kepada Fakultas Sains dan Teknologi Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Program Studi Kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqasyahkan. Atas perhatiannya kami menyampaikan terimakasih.

*Wassalamu'alaikum wr. wb.*

Yogyakarta, 29 Oktober 2013

Pembimbing



Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si

NIP. 19760621 199903 2 005

## SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : NOTA DINAS KONSULTASI SKRIPSI

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

Di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum Wr. Wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Fadhlan Nur Hanifa

NIM : 09630007

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dan Penggunaannya sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III)

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Bidang Kimia.

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Yogyakarta, 23 Desember 2013  
Konsultan



Esti Wahyu Widowati, M. Si, M. Biotech  
NIP. 19760830 200312 2 001

## SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : NOTA DINAS KONSULTASI SKRIPSI

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

Di Yogyakarta

*Assalamu`alaikum Wr. Wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Fadhlan Nur Hanifa


NIM : 09630007

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dan Penggunaannya sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III)

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Bidang Kimia.

*Wassalamu`alaikum Wr. Wb.*

Yogyakarta, 23 Desember 2013  
Konsultan

  
Irwan Nugraha, M.Sc.  
NIP. 19820329 20110 1 005

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Fadhlan Nur Hanifa  
NIM : 09630007  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi

Menyatakan bahwa Skripsi saya yang berjudul:

**“SINTESIS SENYAWA *p-t*-BUTIL-HEKSA-ESTERKALIKS[6]ARENA  
DAN PENGGUNAANNYA SEBAGAI EKSTRAKTAN LOGAM BERAT  
Cr(III)”**

merupakan hasil penelitian saya sendiri dan bukan duplikasi ataupun saduran dari karya orang lain kecuali pada bagian secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila dikemudian hari terbukti adanya penyimpangan dalam karya ini maka tanggung jawab sepenuhnya ada pada penulis.

Yogyakarta, 30 Oktober 2013  
Penulis,



Fadhlan Nur Hanifa  
NIM. 09630007



**PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/3795/2013

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : Sintesis Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks(6)arena dan Penggunaannya sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III)

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :  
Nama : Fadhlan Nur Hanifa  
NIM : 09630007  
Telah dimunaqasyahkan pada : 28 November 2013  
Nilai Munaqasyah : A

Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

**TIM MUNAQASYAH :**

Ketua Sidang

Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si  
NIP.19760621 199903 2 005

Penguji I

Esti Wahyu Widowati, M.Si, M.Biotech  
NIP.19760830 200312 2 001

Penguji II

Irwan Nugraha, M.Sc  
NIP.19820329 201101 1 005

Yogyakarta, 23 Desember 2013  
UIN Sunan Kalijaga  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Dean



Dr. S. H. Akh. Minhaji, M.A, Ph.D  
NIP. 19580919 198603 1 002

## **MOTTO**

"Hidup adalah sebuah perjuangan untuk meraih impian dan kesuksesan"

"Sebaik-baik manusia adalah yang bermanfaat bagi orang lain"



## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Karya ini kami dedikasikan  
Untuk almamater Program Studi Kimia  
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta





## KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah SWT atas segala rahmat, nikmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Sholawat dan salam semoga terlimpahkan kepada junjungan nabi besar Muhammad saw, keluarga, para sahabat dan seluruh umatnya.

Skripsi ini disusun guna memenuhi syarat mencapai Sarjana Kimia bagi mahasiswa Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta. Skripsi ini berjudul “*Sintesis Senyawa p-t-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dan Penggunaannya Sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III)*”.

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari semua pihak yang telah memberikan bimbingan, bantuan, saran, nasehat, dan motivasi. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Drs. H. Akh. Minhaji, MA. Ph.D. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Esti Wahyu Widowati, M.Si, M.Biotech. selaku Ketua Prodi Kimia Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.
3. Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si. selaku dosen pembimbing akademik sekaligus dosen pembimbing skripsi.
5. Wijayanto, S.Si., Indra Nafiyanto, S.Si., dan Isni Gustanti, S.Si. selaku laboran Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.

6. Papaku Ir. Muhammad Nur Hadi, mamaku Sumarni Tri Hartanti, S.Pd, dan adik-adikku tercinta: Azizah Nafi' Millatina, Ahmad Dzikri Al-Kafi dan Almas Shidqi Al-Hasib yang selalu mendo'akan penulis serta memberikan dorongan baik moril maupun materil yang tidak ternilai harganya.
7. Yoneka Putra yang selalu memberiku semangat dan motivasi.
8. Mukhlasoh rekan seperjuangan dalam menyelesaikan penelitian skripsi.
9. Semua teman-teman Program Studi Kimia angkatan 2009.
10. Serta semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu yang telah banyak membantu tersusunnya skripsi ini.

Semoga Skripsi ini bermanfaat bagi kita semua. Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna, untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini.

Yogyakarta, 30 Oktober 2013

Penulis

Fadhlan Nur Hanifa  
NIM. 09630007

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
HALAMAN NOTA DINAS KONSULTAN. ....	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN. ....	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
HALAMAN MOTTO .....	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	viii
KATA PENGANTAR .....	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
ABSTRAK .....	xvi
BAB I PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Rumusan Masalah .....	5
C. Batasan Masalah.....	5
D. Tujuan Penelitian .....	6
E. Manfaat Penelitian .....	6
BAB II KAJIAN PUSTAKA .....	7
A. Tinjauan Pustaka .....	7
1. Kaliksarena.....	7
2. Kegunaan Kaliksarena .....	8
B. Dasar Teori.....	10
1. Sintesis Kaliksarena .....	10
2. Konformasi dari Kaliksarena .....	12
3. Sifat Fisika Kaliksarena .....	15
4. Modifikasi Kaliksarena .....	16
5. Sintesis <i>p-t</i> -butilkaliks[6]arena dan Turunannya .....	17
6. Reaksi Esterifikasi.....	17
7. Spektrofotometer Infra Merah (IR).....	19
8. Spektrofotometer Resonansi Magnet Inti ( <sup>1</sup> H-NMR) .....	22
9. Logam Kromium.....	23
10. Ekstraksi Pelarut.....	25
11. Ekstraksi Logam Berat.....	27
12. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	29
BAB III METODE PENELITIAN.....	31
A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	31
B. Alat dan Bahan.....	31
1. Alat.....	31

2. Bahan.....	31
C. Prosedur Penelitian.....	32
1. Sintesis Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena.....	32
2. Aplikasi Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III) .....	32
a. Ekstraksi dengan Variasi pH Larutan Logam Cr <sup>3+</sup> .....	32
b. Ekstraksi dengan Variasi Waktu .....	33
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	34
A. Hasil Sintesis <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena.....	34
B. Aplikasi Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III) .....	40
1. Pengaruh Keasaman (pH) Awal Larutan Ion Logam Cr(III) .....	40
2. Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Daya Ekstraksi Logam Berat Cr(III) oleh <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	43
3. Daya Ekstraktabilitas Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena terhadap Ion Logam Berat Cr(III).....	44
4. Mekanisme Ekstraksi Ion Logam Cr(III) dengan <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	47
<b>BAB V PENUTUP</b> .....	50
A. Kesimpulan .....	50
B. Saran.....	51
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	52
<b>LAMPIRAN</b> .....	56

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Kenampakan spektrum $^1\text{H}$ -NMR dari proton dan $^{13}\text{C}$ -NMR dari karbon pada jembatan metilen senyawa turunan kaliks[4]arena.....	15
Tabel 4.1. Tabel hasil perhitungan proses ekstraksi pada variasi pH awal larutan.....	56
Tabel 4.2. Tabel hasil perhitungan proses ekstraksi pada variasi waktu.....	57
Tabel 4.3. Perbandingan persentase ekstraksi antara senyawa <i>p-t</i> -butilkaliks[6]arena dengan <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	45



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1. Struktur dasar kaliksarena .....	2
Gambar 2.1. Dua kemungkinan model rotasi dari unit fenol.....	13
Gambar 2.3. Inversi cincin dari kaliks[4]arena.....	13
Gambar 2.3. <i>Upper rim</i> dan <i>lower rim</i> kaliksarena .....	14
Gambar 2.4. Konformasi kaliks[4]arena.....	14
Gambar 2.5. Mekanisme reaksi esterifikasi .....	18
Gambar 2.6. Hubungan antara gugus fungsional dengan bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) .....	21
Gambar 2.7. Mekanisme ekstraksi logam $\text{Cr}^{3+}$ .....	28
Gambar 2.8. Mekanisme ekstraksi logam $\text{Cd}^{2+}$ dan $\text{Pb}^{2+}$ .....	28
Gambar 4.1. Reaksi Esterifikasi <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	36
Gambar 4.2. Spektrum FTIR <i>p-t</i> -butilkaliks[6]arena (atas) (Prabawati, 2012) dan Spektrum FTIR <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	38
Gambar 4.3. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	39
Gambar 4.4. Jumlah ion logam terekstraksi pada variasi pH awal larutan ...	43
Gambar 4.5. Pengaruh waktu pada ekstraksi ion logam $\text{Cr(III)}$ .....	44
Gambar 4.6. Mekanisme ekstraksi <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena dengan ion logam $\text{Cr(III)}$ .....	49
Gambar 4.7. Model interaksi senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena dengan ion logam $\text{Cr(III)}$ .....	49

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Tabel Hasil Perhitungan pada Variasi pH .....	56
Lampiran 2. Tabel Hasil Perhitungan pada Variasi Waktu .....	57
Lampiran 3. Perhitungan Persentase Ekstraksi untuk Logam Cr(III) Oleh Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena pada Variasi pH .....	58
Lampiran 4. Perhitungan Persentase Ekstraksi untuk Logam Cr(III) oleh Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena pada Variasi Waktu .....	59
Lampiran 5. Perhitungan Integrasi Spektra <sup>1</sup> H-NMR.....	61
Lampiran 6. Gambar Spektrum <sup>1</sup> H-NMR Senyawa <i>p-t</i> -butil-heksa- esterkaliks[6]arena Hasil Program Chembiodraw Ultra.....	62
Lampiran 7. Tabel Gugus Fungsi Sprktrofotometer Inframerah <i>p-t</i> -butilikaliks[6]arena (Prabawati, 2012) .....	63
Lampiran 8. Tabel Gugus Fungsi Sprktrofotometer Inframerah <i>p-t</i> -butil-heksa-esterkaliks[6]arena .....	64
Lampiran 9. Tabel Gugus Fungsi Sprktrofotometri Resonansi Magnet Inti ( <sup>1</sup> H-NMR).....	65
Lampiran 10. Dokumentasi.....	66

## ABSTRAK

### Sintesis Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dan Penggunaannya Sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III)

Kaliksarena merupakan suatu senyawa oligomer siklis yang tersusun dari satuan-satuan aromatis dan dihubungkan oleh suatu jembatan metilen. Kaliksarena dapat dimodifikasi baik itu pada cincin bagian atas maupun pada cincin bagian bawah. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis turunan senyawa kaliksarena dengan memodifikasi gugus –OH pada bagian bawah kaliksarena dengan gugus ester dan digunakan sebagai ekstraktan ion logam berat Cr(III).

Senyawa yang disintesis pada penelitian ini adalah senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena. Sintesis senyawa tersebut dilakukan melalui reaksi esterifikasi menggunakan bahan dasar *p-t*-butilkaliks[6]arena, etil-2-kloroasetat, NaI, dan K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, serta menggunakan pelarut aseton kering. Identifikasi struktur produk hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer IR dan spektrofotometer <sup>1</sup>H-NMR. Aplikasi senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dilakukan dengan menggunakan sistem *shaker* pada variasi pH dan waktu kontak awal ion logam.

Produk hasil sintesis berupa padatan kuning kecoklatan dengan rendemen sebesar 68,55% dan titik lebur 210-212°C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses ekstraksi ion logam berat Cr(III) oleh senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena mencapai pH optimum pada pH 4 dengan persentase ekstraksi sebesar 16,01%. Proses ekstraksi selanjutnya dilakukan pada variasi waktu kontak awal ion logam dan mencapai waktu optimum sebesar 23,95% pada waktu 90 menit.

Kata kunci : kaliksarena, *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena, ekstraksi, ion logam berat Cr(III)



# BAB I

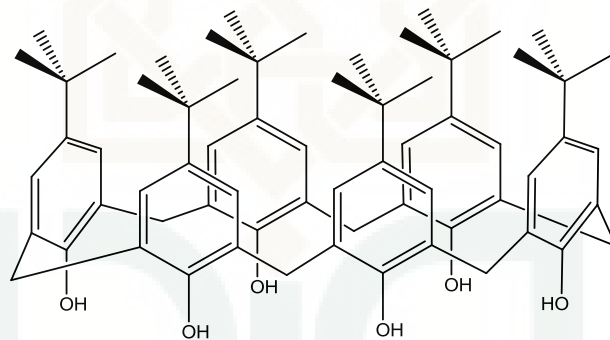
## PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Permasalahan lingkungan merupakan topik serius untuk ditindaklanjuti, karena dampaknya dapat menimbulkan permasalahan lain yang dapat mengancam kehidupan manusia dan makhluk hidup lainnya. Salah satu permasalahannya adalah pencemaran lingkungan oleh limbah bahan kimia serta limbah hasil usaha pertambangan yang mengandung logam-logam berat yang sulit untuk diolah kembali, termasuk logam krom(III). Logam ini sangat berbahaya apabila makhluk hidup tanpa sengaja mengkonsumsinya ke dalam tubuh. Logam krom bersifat stabil dan toksik, sehingga menyebabkan kanker paru-paru, iritasi, kerusakan hati (*liver*), ginjal bahkan kematian (Widowati, 2008), dan juga dapat membahayakan ekosistem di dalamnya. Selain itu, logam krom dengan valensi 6 akan mudah tereduksi menjadi krom tivalensi apabila bersinggungan dengan bahan organik daripada krom trivalensi (Holm, dkk., 2002).

Berbagai macam metode penelitian telah dikembangkan sebagai upaya penyelamatan lingkungan, diantaranya yaitu metode adsorpsi dan metode ekstraksi dengan bahan kimia tertentu (Chao dkk., 1998). Beberapa golongan senyawa yang dapat digunakan untuk dijadikan sebagai senyawa penjebak diantaranya adalah eter mahkota, siklodoktrin (Mutihac dkk., 2002; Ohto dan Maeda, 1994), dan makrosiklik kaliksarena (Parzhuchowski dkk., 1999).

Senyawa yang memiliki potensi besar untuk dikembangkan dan diharapkan dapat memenuhi kriteria bahan kimia yang digunakan sebagai bahan penjebak ion logam berat Cr(III) adalah kaliksarena, yaitu suatu senyawa oligomer siklis yang tersusun dari satuan-satuan aromatis yang dihubungkan oleh suatu jembatan metilen (Gambar 1.1). Kaliksarena mempunyai kemungkinan untuk dimodifikasi pada jenis dan jumlah satuan aromatis, jenis jembatan, maupun jenis gugus fungsional. Kaliksarena mempunyai geometri yang berbentuk seperti keranjang dan berongga sehingga dapat digunakan sebagai penjebak molekul atau ion tamu (Gutsche, 1989).



**Gambar 1.1. Struktur dasar kaliksarena**

Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa kaliksarena telah banyak digunakan sebagai ekstraktor logam karena geometri dan gugus fungsinya seperti yang telah dilaporkan oleh Shinkai dkk., (1986) dan Sonoda dkk., (1999). Kedua peneliti ini telah berhasil mengekstrak logam uranium ( $\text{UO}_2^{2+}$ ) dari larutan air sebanyak 81-84% menggunakan hidroksi kaliks[n]arena-p-sulfonat.

Sintesis kaliksarena dapat dilakukan melalui berbagai cara. Kelompok senyawa ini lazim disintesis dari 4-alkilfenol, khususnya 4-*t*-butilfenol dalam suasana basa, asam maupun netral. Produk yang dihasilkan dapat berupa kaliks[4]arena, kaliks[6]arena maupun kaliks[8]arena tergantung dari basa yang digunakan (Gutsche, 1998), sedangkan dalam suasana asam menghasilkan kaliksarena non hidroksilat (Wu dan Speas, 1987). Pemberian nomor di antara kata kaliks dan arena menunjukkan jumlah unit fenolik, sehingga bila kaliksarena mengandung 6 cincin fenol maka disebut kaliks[6]arena.

Sintesis senyawa kaliks[6]arena jauh lebih mudah daripada kaliks[4]arena. Selain itu, molekul kaliks[6]arena memiliki diameter rongga yaitu 2,0 – 2,9 Å yang sesuai dengan diameter ion logam berat periode bawah yang memiliki ukuran kation antara 1,3 – 2,4 Å, sedangkan kaliks[8]arena memiliki ukuran rongga yang terlalu besar sehingga kurang efektif sebagai ekstraktan logam berat (Gutsche, 1998).

Cincin kaliksarena dapat dimodifikasi pada gugus bagian bawah dan/atau atas. Modifikasi ini menghasilkan berbagai macam turunan kaliksarena seperti masuknya gugus ester, keto, dan amida pada bagian bawah cincin menghasilkan senyawa turunan kaliksarena yang mempunyai ekstrabilitas yang tinggi terhadap Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Rb<sup>+</sup> dan Cs<sup>+</sup> (Collin dkk., 1989).

Prabawati (2012) melaporkan telah mensintesis senyawa kaliks[6]arena dan turunannya yaitu poli-propilkaliks[6]arena dengan memodifikasi gugus bagian bawah kaliks[6]arena dengan reaksi esterifikasi dan hidrolisis

sehingga membentuk turunan senyawa ester dan asam karboksilatnya. Penggunaan senyawa kaliks[6]arena dan turunannya sebagai adsorben untuk ion logam berat Cu(II), Cd(II) dan Cr(III) memberikan hasil bahwa senyawa kaliks[6]arena dengan gugus hidroksi (-OH) pada bagian bawah yaitu *p-t*-butil-37-monoalilloksi-38-39-40-41-42-pentahidroksikaliks[6]arena dapat mengadsorp sebesar 29,38  $\mu\text{mol/g}$  untuk logam Cd(II), 41,08  $\mu\text{mol/g}$  untuk logam Cu(II) dan 77,39  $\mu\text{mol/g}$ . Sedangkan turunan senyawa ester yaitu *p-t*-butil-37-monoalilloksi-38-39-40-41-41-penta-ester-kaliks[6]arena dapat mengadsorp ion logam Cd(II) sebesar 24,41  $\mu\text{mol/g}$ , Cu(II) sebesar 58,69  $\mu\text{mol/g}$  dan Cr(III) 25,27  $\mu\text{mol/g}$ . Firdaus (2007) juga melaporkan telah mensintesis turunan senyawa kaliks[4]arena dengan memodifikasi cincin bagian atas kaliks[4]arena dengan gugus amina yang berfungsi sebagai ekstraktor logam  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  dan  $\text{Pb}^{2+}$ . Dalam penelitiannya dijelaskan bahwa kemampuan senyawa kaliksarena sebagai ekstraktan lebih besar bila dibandingkan sebagai adsorben, yakni 80,3% untuk logam  $\text{Cr}^{3+}$ , 40,2% logam  $\text{Cd}^{2+}$ , dan 73,0% logam  $\text{Pb}^{2+}$ .

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dari *p-t*-butilkaliks[6]arena. Sintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dilakukan dengan mengubah ke-enam gugus -OH menjadi gugus ester melalui reaksi esterifikasi. Perubahan gugus -OH bertujuan untuk mengetahui daya ekstraktabilitas senyawa kaliksarena yang telah dimodifikasi pada cincin bagian bawah terhadap ion logam berat Cr(III) yang terdapat di perairan.

Hasil sintesis senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena diharapkan dapat membantu dalam menangani permasalahan pencemaran lingkungan, khususnya terhadap limbah yang mengandung logam berat yang sulit diolah, dengan cara mengekstrak kation logam berat yang terdapat pada limbah industri.

## **B. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana cara mensintesis senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dari bahan dasar *p-t*-butilkaliks[6]arena?
2. Bagaimanakah kondisi optimum sintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena terhadap variasi pH dan waktu?
3. Bagaimanakah mekanisme ekstraksi ion logam berat Cr(III) dengan senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena?

## **C. Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian yang dilakukan adalah :

1. Bahan dasar utama yang digunakan untuk mensintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena adalah *p-t*-butilkaliks[6]arena.
2. Karakterisasi senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dilakukan menggunakan spektrofotometer infra merah (IR) dan spektrofotometer resonansi magnet inti ( $^1\text{H-NMR}$ )

3. Optimasi kondisi sintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dari *p-t*-butilikaliks[6]arena dilakukan pada variasi pH dan waktu.

#### **D. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui cara mensintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dari bahan dasar *p-t*-butilikaliks[6]arena.
2. Mengetahui kondisi optimum *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena pada variasi pH dan waktu.
3. Dapat mengetahui mekanisme ekstraksi ion logam berat Cr(III) dengan senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena.

#### **E. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi dunia sains dan dapat memperkaya hasil-hasil penelitian sebelumnya. Hasil dari penelitian ini berupa diperolehnya suatu ekstraktan baru yang murah, mudah diperoleh, dan efektif beserta kondisi operasional ekstraksi yang menyertainya, dapat dimanfaatkan oleh masyarakat luas dan dunia industri untuk menangani permasalahan logam berat di perairan lingkungannya.

## BAB V

### PENUTUP

#### A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dapat disintesis dari *p-t*-butilikaliks[6]arena dengan metode refluks dan menghasilkan rendemen sebesar 68,55% berupa padatan kuning kecoklatan dengan titik lebur 210-212°C.
2. Kondisi optimum sintesis *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena pada pH 4,0 dengan persentasi ekstraksi sebesar 16,01% dan pada waktu 90 menit sebesar 23,95%.
3. Mekanisme ekstraksi ion logam berat Cr(III) oleh senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena diperkirakan terjadi melalui pembentukan kompleks antara ion logam Cr(III) dengan senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena.

## B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka penulis dapat memberikan saran sebagai berikut :

1. Perlu adanya sintesis senyawa turunan *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dengan memodifikasi gugus bagian bawah kaliks[6]arena sehingga menghasilkan senyawa turunan kaliks[6]arena yang lebih beragam.
2. Perlu adanya kajian lebih lanjut mengenai ekstraksi senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dengan beberapa ion logam berat lainnya sehingga dapat mengetahui daya ekstraktabilitas senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena terhadap beberapa ion logam berat seperti Cu(II), Pb(II), Cd(II) dan masih banyak lagi.
3. Perlu adanya kajian lebih lanjut mengenai ekstraksi senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena dengan variasi massa dan variasi konsentrasi ekstraktan, sehingga dapat diketahui seberapa besar daya ekstraktabilitas senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena terhadap ion logam berat Cr(III).



## DAFTAR PUSTAKA

- Alberty, R.A., dan Daniel, F. 1987. Physical Chemistry. 5<sup>th</sup> edition. *John Wiley and Sons. Inc.* New York.
- Andretti, G.D. 1983. Molecular Inclusion in Functionalized Macrocycles. Part 6. The Crystal and Molecular Structures of Calix[4]arene from p-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol and its 1:1 Complex with Toluene. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. II* 1773-1779
- Arduini, A., Fabbi, M., Mantovani, M., Mirone, L., Secchi, A., dan Ungaro, R. 1995. Calix[4]arene Blocked in Rigid Cone Conformation by Selective Functionalization at Lower Rim. *J. Org. Chem.* 60.1454-1457
- Arimura, T., Nagasaki, T., Shinkai, S., dan Matsuda, T. 1989. Host-Guest Properties of New Water-Soluble Calixarene Derived from p-(Chloromethyl)-calixarene. *J. Org. Chem.* 54. 3766-3768
- Armud-Neu, F., Collin, E.M., Deasy, M., Ferguson, G., Harris, S.J., Kaitner, B., Lough, A.J., McKervey, M.A., and Seward, E.M. 1989. Synthesis, X-ray Crystal Structure, and Cation-Binding Properties of Alkyl Calixaryl Ester and Ketones, New Family of Macrocyclic Molecular Receptor. *J. Am. Chem. Soc.* 111. 8661-8691
- Arora, T.B.G. 2006. Calix[4]arenes with Proton-Ionizable Groups on The Lower And Upper Rim. *Thesis.* Texas Tech. University
- Bohmer, V. 1995. Calixarenes, Macrocycles with (Almost) Unlimited Possibilities. *Angew. Chem. Int. Engl.* 34, 714-745
- Chang, Raymond. 2005. *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti*, edisi Ketiga, Jilid 2, Terjemahan: Achmadi S.S. Erlangga : Jakarta
- Chao, J.C., Hong, A., Okey, R.W., and Peters, R.W. 1998. Proceeding of Conference on Hazardous Waste Research.
- Collins, E.M., McKervey, M.A. and Harris, S.J. 1989. Molecular Receptors with the Calix[4]arene Substructure. Synthesis of Derivatives with Mixed Ligating Functional Groups. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, 372-374
- Coruzzi, M., dan Andretti, G. 1982. Molecular Inclusion in Functionalized Macrocycles. Part 5. The Crystal and Molecular Structure of 25,26,27,28,29-Pentahydroxycalix[5]arene. Acetone (1:2) Clathrate. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, 1133-1138
- Darmono. 1995. Logam dalam Sistem Biologi makhluk Hidup, UI-Press, Jakarta
- Dedek, P., Janout, V., dan Regen, S.L. 1993. Porous Surfactants from Cone Conformer of Calix[5]arenes, *J. Org. Chem.* 58, 6553-6555
- Deligoz, H., Amin, E. 2008. Comparative studies on the solvent Extractions of Transition Metal Cation by Calixarene, Phenol and Ester Derivatives. *J. Hazard Mater.* 154: 29-32
- Dondoni, A., Kleban, M., Hu, X., Marra A., dan Banks, H.D. 2002. Glycoside-Clustering Round Calixarenes toward the Development of Multivalent Carbohydrate Ligands, Synthesis and Conformational Analysis of Calix[4]arenes O- and C-Glycoconjugates. *J. Org. Chem.* 67. 4722-4733

- Duynhoven, J.P.M., Janssen, R.G., Verboom, W., Franleen, S.M., Casnati, A., Pochini, A., Unaro, R., de Mendoza, Neito, P.M., Prados, P., dan Reinhoudt, D.N. 1994. Control of Calix[6]arene Conformation by Self-Inclusion of 1,3,5-tri-O-alkyl Substituents : Synthesis and NMR Studies. *J. Am. Chem. Soc.* 116, 5814-5822
- Dyker, G., Michael, M., and Klaus, M. 2003. From a Calix[4]arene to a Hexameric Supracycle, *Eur. J. Org. Chem.* 4355-4362
- Fanni, S., Arnaud, N. F. McKerverey, M.A., Sehwing, A.J., dan Ziat, K. 2000. Dramatic Effect of p-Dealkylation on the Binding Abilities of p-tert-Butylcalix[6]arenes New Cs<sup>+</sup> dan Sr<sup>+</sup> Selective Receptor. *Tetrahedron Lett.* 37. 7975-7978
- Fessenden, Ralp. J. dan Joan S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 1*. Erlangga : Jakarta
- Fessenden, Ralp. J. dan Joan S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Erlangga : Jakarta
- Firdaus. 2007. Sintesis Turunan Amina, Amida, Asam Aminoasetat dan Ester Etil Amino Asetat Kaliks[4]Arena serta Penggunaannya Sebagai Ekstraktan Ion Logam Berat Cr<sup>3+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, dan Pb<sup>2+</sup>. *Disertasi*. Pascasarjana UGM. Yogyakarta
- Fukushima, M., Nakayasu, K., Tanaka, S., dan Nakamura, H. 1995. Chromium (III) Binding Abilities of Humic Acid. *Anal. Chem. Acta.* 317 : 195-206
- Floriani, C. ; Jacoby, D.; Chilesi-Villa, A.; Guastini, C. 1989. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* 28, 1376
- Gandjar, DES., Apt., Prof. Dr. Ibnu Gholib dan Abdul Rohman n, M.Si., Apt. 2010. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar : Yogyakarta
- Gelder, J.M., Aleksiuik, O., dan Biali, S.E. 1996. Preparation and Conformation of Monohalotetrahydroxycalix[5]arenes. *J. Org. Chem.* 61, 8419-8424
- Goswani, S., and Ghosh, U.C. 2005. Studies on Adsorption Behavior of Cr (VI) onto Synthetic Hydrous Stannic Oxide. *Water. SA.* 31. 597-602
- Gutsche, C.D., Dhawan, B., Hyun-No, K., Muthukrishnan, R. 1981. The Syntesis, Characterization and Properties of the Calixarene from p-tert-Butylphenol. *J. Am. Chem. Soc.* 109, 4314-4320
- Gutsche, C.D., Dhawam, B., Levine, J.A., No, K.H., and Bauer, L.J. 1983. Conformational Isomer of the Ethers and Esters of Calix[4]arenes. *Tetrahedron.* 39, 3, 409-426
- Gutsche, C.D., dan Pagoria, P.F. 1985. Calixarenes 16. Functionalized Calixarenes : The Direct Substitution Route. *J. Am. Chem. Soc.* 50, 5795-5802
- Gutsche, C.D. 1989. Calixarene, Monograph in Supramolecular Chemistry. *Royal Society of Chemistry*. Chambridge
- Gutsche, C.D. 1998. Calixarenes Revisited, Monograph in Supramolekular Chemistry. *Royal Society of Chemistry*. Cambridge
- Hodgson, E., Levi, P.E. 2000. *A Text of Modern Toxicology*. 261-264, 2<sup>nd</sup> Edition. McGraw Hill : Singapore

- Holm, O., Hansen, E., Lassen, C., Stuer-Lauridsen, F., and Kjølholt, J. 2002. Heavy Metals in Waste, Final Report, European Commission DG ENV. E3 Project ENV.E3/ETU/2000/0058, COWI A/S, Denmark
- Huheey, J.E. 1978. *Inorganic Chemistry-Prinsiples of Structure and Reactivity*. 71-74, 162-163, 276-279, 2<sup>nd</sup> Edition. Happer International Edition. London
- Jain, V.K., Pillai, S.G., Pandya, R.A., Agrawal, Y.K., dan Shrivastav, P.S. 2005. Selective Extraction, Preconcentration, and Transport Studies of Thorium(IV) Using Octa-Functionalized Calix[4]resorcinarene-Hydroamic Acid. *Anal. Sci.* 21, 129-135
- Karger, B.L., Snyder, L.R., and Hervath, C. 1973. *An Introduction to Separation Science*. 247-261. John Wiley & Sons. New York
- Kanamathareddy, S., dan Gutsche, C.D. 1992. Calixarene 19. Aroylation dan Arylmethylation of Calix[6]arenes. *J. Org. Chem.* 57, 3160-3166
- Khopkar, SM. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press : Jakarta
- Kunsagi-Mate, S. 2000. Investigation of Interaction of Calixarene (host) and Neutral Benzotrifluoride Derivatives (guest). *Paper*. University of Pecs. Hungary
- Kyha, E.P., Helgerson, R.C., Madan, K., Gokel, G.W., Tarnowski, T.L., Moore, S.S. dan Cram, D.J. 1977. Host-Guest Complexation 1. Concept and Illustration. *J. Am. Chem. Soc.* 99, 2564-2571
- Lynane, P., dan Shinkai, S. 1994. Calixarenes : Adaptable Hosts Par Excellence, *Chem. Ind.* 811-814
- McMohan, G., O'Mally, S., Nalon, K., dan Diamond, D. 2003. Important Calixarene Derivatives-Their Synthesis and Application. *Arkivoc*. VII. 23-31
- Mocerino, M., Mishima, K., Nishioka, H., Yaneda, A., dan Ouchi, M. 2001. Solvent Extraction of Metal Picrates with Calixarene Derivatives. *Anal. Sci.* 17, 223-247
- Mutihac, I., Buschmann, H., J., and Diacu, W. 2002. Calixarene derivatives as carries in liquid membrane transport. *Desalination*. 148, 253-256
- Neri, P., Geraci, C.m dan Piatellu, M. 1993. Conformation Isomerism of Calix[6]arenes : Isolation of Two Conformational Isomerism of the 1,2-Bis(p-tertbutylbenzil) Ether of p-tert-Butylcalix[6]arene. *J. Org. Chem.* 58, 6535-6537
- Noerdin, M.Sc., Drs. Dasli. 1985. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik dengan Cara Spektroskopi Ultralembayung dan Inframerah*. Angkasa : Bandung
- Nomura, E., Hosoda, A. dan Taniguchi, H. 2001. Synthesis and Conformational Property of Tanin-like-p-ter-Butylcalix[4]arene 1,3-Diesters Stabilized by Intramolecular Hydrogen Bonds. *J. Org. Chem.* 66, 8030-8039
- Ohto, K., Yamaga, h., Murakami, E., dan Inoue, K. 1997. Spesific Extraction Behavior of Amide Derivative of calix[4]arene for Silver (I) and Gold (III) Ions from Highly Acidic Chloride Media. *Talanta*. 44, 1123-1130
- Prabawati, M.Si., Susy Yunita, Jumina, Santoso, Sri Juari dan Mustofa. 2009. Sintesis Polimer Poli-37-monoalil-38,39,40,41,42-pentahidroksikaliks[6]arena dari p-t-butilfenol. *Jurnal Kimia Organik*. UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.

- Prabawati, M.Si., Susy Yunita. 2012. Sintesis dan Penggunaan Poli-propilkaliks[6]arena sebagai Adsorben serta Uji Aktivitasnya sebagai Antidontum Keracunan Logam Berat. *Disertasi*. FMIPA. UGM: Yogyakarta
- Prabawati, M.Si., Dr. Susy Yunita, Hanifa, Fadhlun Nur dan Mukhlash. 2013. Pemanfaatan Kaliks[6]arena sebagai Ekstraktan Ion Logam Berat dalam Upaya Penanganan terhadap Pencemaran Lingkungan. *Laporan Penelitian Program Hibah Pengembangan Prodi*. Hibah Pengembangan Prodi Kimia. UIN Sunan Kalijaga: Yogyakarta
- Purzuchowski, p., Malinowska, E., Rokicki, G., Brzozka, Z., Bohmer, V., Arnaud-Neu, F., and Souley, B. 1999. Calix[4]arene derived tetraester receptor modified at their wide rim by polymerizable groups. *New J. Chem.* 23, 757-763
- Sastrohamidjojo, DR. Hardjono. 2007. *Spektroskopi*. Liberty : Yogyakarta
- Shinkai, S., Mori, S., Arimura, T., dan Manabe, O. 1986. Hexasulphonated calix[6]arene Derivative, a New Class of Catalyst, Surfactants and Host Molecules. *J. Am. Chem. Soc.* 108. 2409-2416
- Shu, C., Liu, W., Ku, M., Yeh, M., dan Lin, L. 1994. 25,27-Bis(benzoyloxy)calix[4]arene: Synthesis and Structure Elucidation of syn and anti Isomers. *J. Org. Chem.* 59. 3730-3733
- Shu, C.M., Lin, W.L., Lee, G.H., Peng, S.M., Chung, W.S. 2000. Calix[4]arenes with a Lid in their Upper Rim : 1,3-dipolar Cycloaddition Reaction of Benzonitrile Oxides with 5-Allyl-5,11-Diallyl-and 5,17-Diallylcalix[4]arenes. *J. Chin. Chem. Soc.* 47, 173-182
- Sivaiah, M. V., Venkatesan, K.A., Sasidhar, P., Krishna, R.M., and Murthy, G.S. 2004. Ion Exchange Studies of Cerium (III) on Uranium Antimonate, *J. Nucl. Radiochem. Sci.* 5. 1. 7-10.
- Sudjadi M.S. Apt, Drs. 1985. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Ghalia Indonesia : Jakarta Timur
- Suh, J.K., Kim, I.W., Chang, S.H., Kim, B.E., Ryu, J.W., dan Park, J.H. 2001. Separation of Position Isomer on a Calix[4]arene-methylsiloxane Polymer as Stationer Phase in Capillary GC. *Bull. Korean. Chem. Soc.* 22, 4, 409-412
- Sonoda, M., Nishida, M., Ishii, D., dan Yoshida, I. 1999. Super Uranophile, Water-Soluble Calixarenes : Their Metal Complexes, Stability Constants and Selective reactivity to Uranyl Ion. *Anal. Sci.* 15. 1207-1213
- Stum, W., and J.J. Morgan. 1981. Aquatic Chemistry. *John Willey & Sons. Inc*, New York
- Vincens, J. dan Bohmer, V. 2000. *Calixarenes*. University of Cambridge
- Yan, Z., Haijia, S., and Tianwei, T. 2007. Adsorption Behavior of Animated Chitosan Adsorbent. *Korean J. Chem. Eng.* 24 (6) : 1047-1052
- Widowati, Dr. Wahyu, dkk. 2008. *Efek Toksik Logam*. Yogyakarta: Penerbit Andi
- Wu, T-T., dan Speas, J.R. 1987. Synthesis and Characterization of a Novel Calix[4]arene Tetramethyl Tetraether. *J. Org. Chem.* 52, 2330-2332



**LAMPIRAN - LAMPIRAN**

## LAMPIRAN 1

### Tabel Hasil Perhitungan pada Variasi pH

**Tabel 4.1. Tabel hasil perhitungan proses ekstraksi pada variasi pH awal larutan**

pH	$[\text{Cr}^{3+}]_{\text{Awal}}$	$[\text{Cr}^{3+}]_{\text{Akhir}}$	$[\text{Cr}^{3+}]_{\text{Organik}}$	D	% E
2	4,695	4,101	0,594	0,145	12,66
3	4,101	3,508	0,593	0,169	14,46
4	3,054	2,565	0,489	0,191	16,007
5	1,803	1,692	0,111	0,066	6,156
6	0,610	0,575	0,035	0,061	5,749

## LAMPIRAN 2

### Tabel Hasil Perhitungan pada Variasi Waktu

**Tabel 4.2. Tabel hasil perhitungan proses ekstraksi pada variasi waktu**

Waktu	$[\text{Cr}^{3+}]_{\text{Awal}}$	$[\text{Cr}^{3+}]_{\text{Akhir}}$	$[\text{Cr}^{3+}]_{\text{Organik}}$	D	% E
30	3,825	3,395	0,430	0,127	11,269
60	3,861	3,431	0,430	0,125	11,14
90	4,040	3,072	0,968	0,315	23,954
120	3,861	3,144	0,717	0,228	18,571
150	3,538	3,072	0,466	0,152	13,19
180	3,789	3,503	0,286	0,082	7,548

### LAMPIRAN 3

#### Perhitungan Persentasi Ekstraksi untuk Logam Cr(III) Oleh Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena pada Variasi pH

pH	Perhitungan
2	$C_{\text{org}} = 4,695 - 4,101 = 0,594$ $D = \frac{0,594}{4,101} = 0,145$ $\%E = \frac{100 (0,145)}{(0,145)+1} = \frac{14,5}{1,145} = 12,66$
3	$C_{\text{org}} = 4,101 - 3,508 = 0,593$ $D = \frac{0,593}{3,508} = 0,169$ $\%E = \frac{100 (0,593)}{0,593+1} = \frac{16,9}{1,169} = 14,46$
4	$C_{\text{org}} = 3,054 - 2,565 = 0,489$ $D = \frac{0,486}{2,565} = 0,191$ $\%E = \frac{100 (0,191)}{0,191+1} = \frac{19,1}{1,191} = 16,007$
5	$C_{\text{org}} = 1,803 - 1,692 = 0,111$ $D = \frac{0,111}{1,692} = 0,0656$ $\%E = \frac{100 (0,0656)}{0,0656+1} = \frac{6,56}{1,0656} = 6,156$
6	$C_{\text{org}} = 0,610 - 0,575 = 0,035$ $D = \frac{0,035}{0,575} = 0,061$ $\%E = \frac{100 (0,061)}{0,061+1} = \frac{6,1}{1,061} = 5,749$



## LAMPIRAN 4

### Perhitungan Persentasi Ekstraksi untuk Logam Cr(III) Oleh Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena pada Variasi Waktu

Waktu	Perhitungan
30 menit	$C_{\text{org}} = 3,825 - 3,395 = 0,43$ $D = \frac{0,43}{3,395} = 0,127$ $\%E = \frac{100 (0,127)}{(0,127)+1} = \frac{12,7}{1,127} = 11,269$
60 menit	$C_{\text{org}} = 3,861 - 3,431 = 0,43$ $D = \frac{0,43}{3,431} = 0,125$ $\%E = \frac{100 (0,125)}{0,125+1} = \frac{12,5}{1,125} = 11,14$
90 menit	$C_{\text{org}} = 4,040 - 3,072 = 0,968$ $D = \frac{0,968}{3,072} = 0,315$ $\%E = \frac{100 (0,315)}{0,315+1} = \frac{31,5}{1,315} = 23,954$
120 menit	$C_{\text{org}} = 3,861 - 3,144 = 0,717$ $D = \frac{0,717}{3,144} = 0,228$ $\%E = \frac{100 (0,228)}{0,228+1} = \frac{22,8}{1,228} = 18,571$
150 menit	$C_{\text{org}} = 3,538 - 3,072 = 0,466$ $D = \frac{0,466}{3,072} = 0,152$ $\%E = \frac{100 (0,152)}{0,152+1} = \frac{15,2}{1,152} = 13,19$
180 menit	$C_{\text{org}} = 3,789 - 3,503 = 0,286$

$$D = \frac{0,286}{3,503} = 0,0816$$

$$\%E = \frac{100 (0,0816)}{0,0816+1} = \frac{8,16}{1,0816} = 7,548$$



## LAMPIRAN 5

Tabel Integrasi Luasan Puncak Spektra  $^1\text{H-NMR}$

Puncak	Pergeseran Kimia (ppm)	Integrasi
Puncak 1	7,47 – 7,05	1,8
Puncak 2	4,54 – 4,50	1,0
Puncak 3	4,31 – 4,28	2,2
Puncak 4	3,87 – 3,76	1,6
Puncak 5	1,34 – 1,32	2,7
Puncak 6	1,14 – 1,03	7,8
Total Integrasi		17,1

$$\text{Jumlah H total} = 120$$

$$\text{Integrasi tiap atom} = \frac{120}{17,1} = 7,0$$

$$\text{Puncak 1} = 1,8 \times 7,0 \approx 12 \text{ atom H}$$

$$\text{Puncak 2} = 1,0 \times 7,0 \approx 7 \text{ atom H}$$

$$\text{Puncak 3} = 2,2 \times 7,0 \approx 15 \text{ atom H}$$

$$\text{Puncak 4} = 1,6 \times 7,0 \approx 12 \text{ atom H}$$

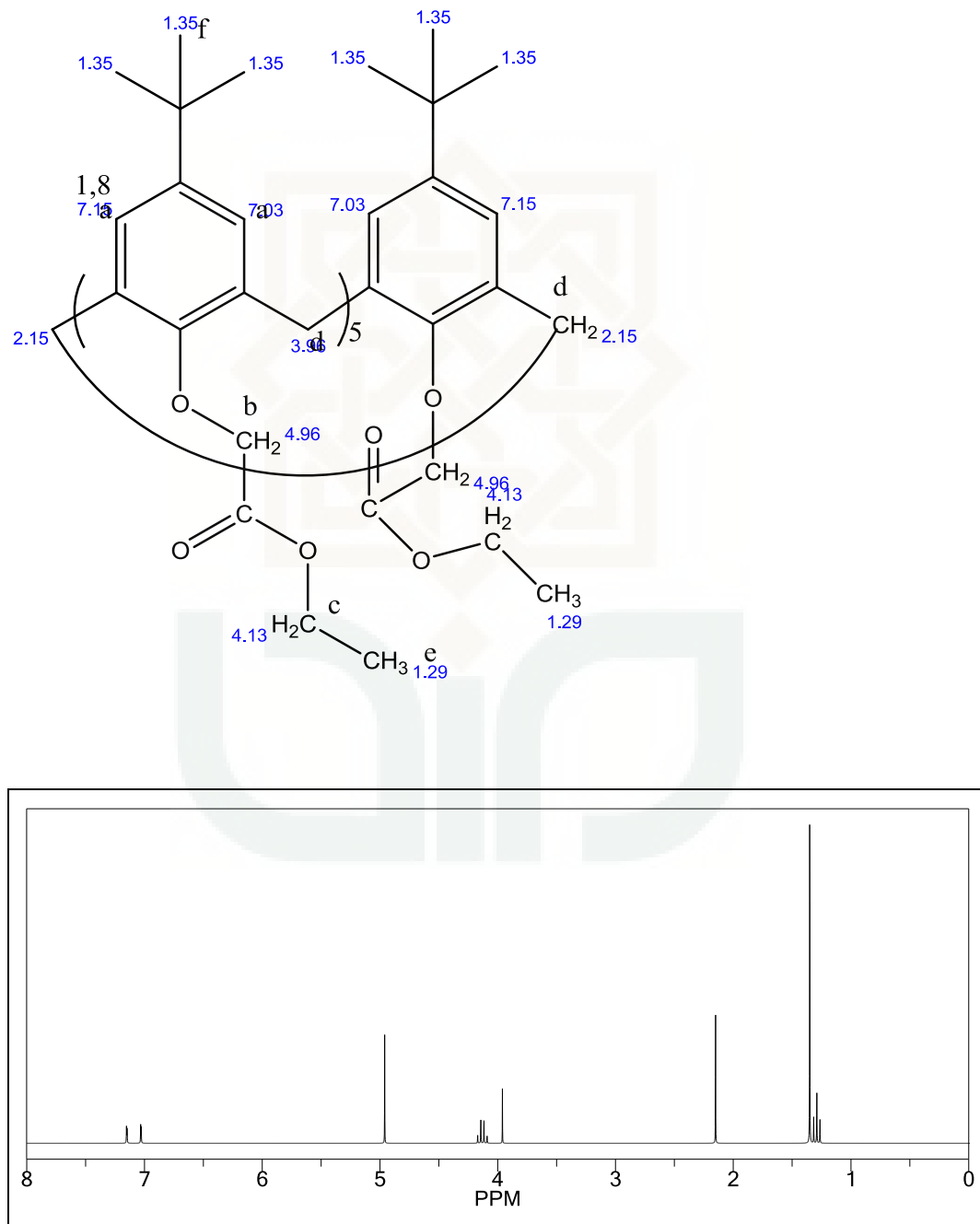
$$\text{Puncak 5} = 2,7 \times 7,0 \approx 18 \text{ atom H}$$

$$\text{Puncak 6} = 7,8 \times 7,0 \approx 54 \text{ atom H}$$

$$\underline{118 \text{ atom H}}$$

## LAMPIRAN 6

Gambar Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  Senyawa *p-t*-butil-heksa-esterkaliks[6]arena Hasil Program Chembiodraw Ultra



## LAMPIRAN 7

Tabel Gugus Fungsi Spektrofotometer Inframerah *p-t*-butilkaliks[6]arena  
(Prabawati, 2012)

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Intensitas Serapan	Gugus
3425,58	Melebar	Gugus -OH
1203,58	Tajam	Gugus -C-O pada cincin benzena
3055,24	Lemah	C-H tak jenuh aromatik
1627,92	Sedang	C=C aromatik
871,82	Lemah	Cincin tersubstitusi para
2870-3000	Tajam	C-H sp <sup>3</sup> alifatik
1365 dan 1291,16	Lemah	Gugus CH <sub>3</sub> pada t-butil
1481,33	Tajam	CH <sub>2</sub> pada jembatan metilen

## LAMPIRAN 8

Tabel Gugus Fungsi Spektrofotometer Inframerah *p-t*-butil-heksa-  
esterkaliks[6]arena

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Intensitas Serapan	Gugus
1759,08	Tajam	Gugus Karbonil (C=O)
1288,45-1064,71	Tajam	Gugus C-O-C ester
3147,83	Lemah	C-H tak jenuh aromatik
1581,63	Sedang	C=C aromatik
879,54	Lemah	Cincin tersubstitusi para
2850-3000	Tajam	C-H sp <sup>3</sup> alifatik
1442,75	Lemah	Gugus CH <sub>3</sub> pada t-butil
1473,62	Tajam	CH <sub>2</sub> pada jembatan metilen

## LAMPIRAN 9

Tabel Gugus Fungsi Spektrofotometri Resonansi Magnet Inti ( $^1\text{H-NMR}$ )

Pergeseran Kimia ( $\delta$ ) ppm	Gugus	Integrasi
7,26 (a)	Ar-H	12 atom H
4,54 (b)	$-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$	7 atom H
4,29 (c)	$-\text{O}-\text{CH}_2-$	15 atom H
3,80 (d)	Jembatan metilen	12 atom H
1,32 (e)	$-\text{CH}_3$ ester	18 atom H
1,03 (f)	T-butil	54 atom H

## LAMPIRAN 10

### Dokumentasi



Proses pencucian dan pemisahan senyawa produk dalam kloroform (bawah) dengan NaCl jenuh (atas).



Senyawa hasil sintesis



Proses pengadukan dengan sistem shaker



Proses pengukuran titik lebur