

**SINTESIS C-PARA-DIMETIL-AMINOFENIL-
KALIKS[4]RESORSINARENA DENGAN METODE *GRINDING*
SEBAGAI ADSORBEN LOGAM BERAT TIMBAL (II)**

SKRIPSI

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



**Oleh:
Titis Ratna Djuwita
15630038**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
YOGYAKARTA
2019**



KEMENTERIAN AGAMA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

Jl. Marsda Adisucipto Telp. (0274) 540971 Fax. (0274) 519739 Yogyakarta 55281

PENGESAHAN TUGAS AKHIR

Nomor : B-4296/Un.02/DST/PP.00.9/10/2019

Tugas Akhir dengan judul : Sintesis C-pura-dimetil-aminofenil-kaliks(4)resorsinarena dengan Metode Grinding sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)

yang dipersiapkan dan disusun oleh:

Nama : TITIS RATNA DJUWITA
Nomor Induk Mahasiswa : 15630038
Telah diujikan pada : Jumat, 20 September 2019
Nilai ujian Tagas Akhir : A

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

TIM UJIAN TUGAS AKHIR

Ketua Sidang

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

Penguji I

Dr. Maya Rahmayanti, S.Si, M.Si.
NIP. 19810627 200604 2 003

Penguji II

Endangji Setyadi, M.Sc.
NIP. 19820205 201503 1 003

Yogyakarta, 20 September 2019

UIN Sunan Kalijaga
Sains dan Teknologi



Dr. H. M. H. H. H., M.Si.
NIP. 19690220 200003 1 001

SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Peretujuan Skripsi / Tugas Akhir
Lamp :

Kepada
Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UITN 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 : Titis Ratna Djuwita
NIM : 15630038
Judul Skripsi : Sintesis C-*para*-dimetil-aminofenil- kaliks[4]resorsinarena dengan Metode *Grinding* sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)

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 Program Studi Kimia.

Dengan ini kami berharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 12 September 2019
Pembimbing



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

NOTA DINAS KONSULTASI

Hal : Persetujuan Skripsi / Tugas Akhir

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 berpendapat bahwa skripsi Saudara:


Nama : Titis Ratna Djuwita
NIM : 15630038
Judul Skripsi : Sintesis *C-para*-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dengan Metode *Grinding* sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)"

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terimakasih

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 01 Oktober 2019
Konsultan


Dr. Maya Rahmayanti, S.Si., M.Si

NIP: 19810627 2000604 2 003

NOTA DINAS KONSULTASI

Hal : Persetujuan Skripsi / Tugas Akhir

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 berpendapat bahwa skripsi Saudara:


Nama : Titis Ratna Djuwita
NIM : 15630038
Judul Skripsi : Sintesis *C-para*-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dengan Metode *Grinding* sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terimakasih

Wassalamu 'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 01 Oktober 2019
Konsultan



Endaruj Sedjadi, S.Si., M.Sc.
NIP: 19820205-000000 1 301

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Titis Ratna Djuwita
NIM : 15630038
Tempat, Tanggal Lahir : Puntari Makmur, 04 September 1997
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi saya yang berjudul "**Sintesis C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dengan Metode Grinding sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)**" adalah asli hasil karya atau penelitian saya sendiri, bukan plagiasi dari hasil karya orang lain, dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 06 September 2019

Yang membuat pernyataan



Titis Ratna Djuwita
NIM. 15630038

MOTTO

Menyia-nyiakan waktu lebih buruk dari kematian. Karena kematian memisahkanmu dari dunia sementara menyia-nyiakan waktu memisahkanmu dari Allah SWT.

~ Imam bin Al-Qayim ~

ليخفف الم البلاء عليك علمك بانه سبحانه هو المبلي لك. فالذي واجهك منه الاقدار هو الذي
عودك حسن الاختيار

“Agar pedihnya ujian terasa ringan, hendaklah engkau mengetahui bahwa Allah-lah yang tengah mengujimu. Dan karena yang menimpakan takdir-Nya kepadamu adalah zat yang juga biasa memberimu sebaik-baik pilihan (dalam hidup)”.

~ Syekh Ibnu Atha’illah, Al-Hikam ~

KATA PENGANTAR

Bismillahirrohmanirrohim. Segala puji hanya milik Allah SWT. atas segala limpahan rahmat, karunia, taufik, dan hidayahnya sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “*Sintesis C-Para-Dimetil-Aminofenil-Kaliks[4]Resorsinarena dengan Metode Grinding sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)*” sebagai salah satu syarat mencapai derajat sarjana kimia. Sholawat dan salam juga semoga senantiasa terlimpah kepada Rasul pembawa risalah kebenaran yakni Nabi Muhammad SAW.

Penyusun menyadari bahwa dalam menyelesaikan penyusunan Skripsi ini tentunya tak luput dari dukungan, bantuan, dan dorongan serta semangat dari semua pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Dalam kesempatan ini izinkan penyusun mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Dr. Murtono, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
2. Ibu Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia sekaligus Dosen Pembimbing Akademik dan Dosen Pembimbing Skripsi yang telah memberikan pengarahan selama penyusunan skripsi sekaligus sebagai pembimbing yang secara ikhlas dan sabar untuk membimbing, mengarahkan, dan memotivasi penyusun dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Semua Dosen program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah memberikan ilmunya dalam proses belajar dan mengajar.

4. Bapak A. Wijayanto, S. Si., Indra Nafiyanto, S. Si., dan Isni Gustanti, S. Si. selaku laboran yang membimbing dan membantu dalam melakukan penelitian di Laboratorium.
5. Seluruh Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu sehingga penyusunan Skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.
6. Bapak Warih dan Ibu Indrawati selaku kedua orang tuaku dan Bapak Miseli dan Ibu Wari, serta alm. Bpk Hadi Mulyono dan Ibu Siti Solikah selaku kakek dan nenek serta adik-adikku yang telah mendoakanku, mendukung dan membantu dalam penyelesaian penyusunan Skripsi ini.
7. Teman-teman Kalium (Kimia 2015) seperjuangan yang telah memberikan saran dan masukan serta dukungan moril.
8. Keluarga besar UKM JQH al-Mizan yang turut mendukung dan terus memberikan semangat.
9. Teman-teman kelompok KKN 96 yang memberikan dorongan dan motivasi.
10. Dan semua pihak yang tidak bisa penyusun sebutkan satu persatu atas bantuannya dalam penyelesaian Skripsi ini.

Demi kesempurnaan Skripsi ini, penyusun sangat mengharapkan kritik dan saran sebagai bahan pembelajaran. Semoga Skripsi ini dapat memberi sumbangsih manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan secara umum dan khususnya dalam bidang studi kimia.

Yogyakarta, September 2019

Penyusun

HALAMAN PERSEMBAHAN

*Karya ini kami dedikasikan
untuk almamater Program Studi Kimia
UIN Sunan Kalijaga*



DAFTAR ISI

PENGESAHAN TUGAS AKHIR	i
SURAT PERSETUJUAN TUGAS AKHIR	ii
NOTA DINAS KONSULTASI	iii
NOTA DINAS KONSULTASI	iv
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN.....	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	6
C. Tujuan Penelitian	6
D. Batasan Masalah.....	6
E. Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI ...	Error! Bookmark not defined.
A. Tinjauan Pustaka	Error! Bookmark not defined.
B. Landasan Teori.....	Error! Bookmark not defined.
1. Kaliksarena.....	Error! Bookmark not defined.
2. <i>Solvent-Free (Grinding)</i>	Error! Bookmark not defined.
3. Substitusi Elektrofilik.....	Error! Bookmark not defined.
4. Logam Berat Timbal (Pb).....	Error! Bookmark not defined.
5. Asam-Basa Lunak-Keras	Error! Bookmark not defined.
6. Adsorpsi.....	Error! Bookmark not defined.
BAB III METODE PENELITIAN.....	Error! Bookmark not defined.
A. Waktu dan Tempat Penelitian	Error! Bookmark not defined.
B. Alat-alat Penelitian.....	Error! Bookmark not defined.
C. Bahan-bahan Penelitian.....	Error! Bookmark not defined.
D. Cara Kerja Penelitian	Error! Bookmark not defined.

1. Sintesis C- <i>para</i> -dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena Berdasarkan Prosedur Sobariah, S. (2011)	Error! Bookmark not defined.
2. Karakterisasi C- <i>para</i> -dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena ...	Error! Bookmark not defined.
3. Uji Adsorpsi C- <i>para</i> -dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena....	Error! Bookmark not defined.
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	Error! Bookmark not defined.
A. Sintesis C- <i>para</i> -dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena.....	Error! Bookmark not defined.
B. Karakterisasi C- <i>para</i> -dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena.....	Error! Bookmark not defined.
D. Uji Adsorpsi C- <i>para</i> -dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena Terhadap Ion Pb(II) dari Larutan Pb(NO ₃) ₂	Error! Bookmark not defined.
a. Pengaruh Variasi pH Larutan Terhadap Adsorpsi Ion Logam Pb(II)	Error! Bookmark not defined.
b. Pengaruh Variasi Konsentrasi Awal Ion Logam Terhadap Adsorpsi	Error! Bookmark not defined.
BAB V PENUTUP.....	43
A. Kesimpulan	43
B. Saran.....	43
LAMPIRAN.....	Error! Bookmark not defined.

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Klasifikasi asam-basa lunak-keras Lewis	21
Tabel 4.1. Hasil analisis spektrum H-NMR	35
Tabel 4.2. Model isoterm Langmuir dan Freundlich	41



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Skema umum reaksi sintesis kaliks[4]resorsinarena polihidroksi	14
Gambar 2.2. Skema umum kaliksarena	15
Gambar 2.3. Spesiasi Pb pada berbagai rentan pH	20
Gambar 2.4. Grafik isoterm adsorpsi	23
Gambar 2.5. (a) Grafik Freundlich; (b) Grafik Langmuir	25
Gambar 4.1. Spektra FTIR dari CPDAFKR dan Resorsinol	32
Gambar 4.2. Spektrum H-NMR senyawa CPDAFKR.....	33
Gambar 4.3. Monomer senyawa CPDAFKR.....	33
Gambar 4.4. Delokalisasi Elektron pada Senyawa Resorsinol	35
Gambar 4.5. Mekanisme reaksi pembentukan kaliks[4]resorsinarena	36
Gambar 4.6. Pengaruh variasi pH terhadap adsorpsi ion logam Pb(II)	39
Gambar 4.7. Pengaruh konsentrasi awal ion kompleks Pb(II)	39

DAFTAR LAMPIRAN

1. Perhitungan Rendemen	49
2. Spektrum FTIR Senyawa Hasil Sintesis	50
3. Spektrum H-NMR Senyawa Hasil Sintesis	51
4. Pembuatan Larutan Pb(II)	52
5. Uji Adsorpsi CPDAFKR	52



Sintesis C-*para*-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dengan Metode *Grinding* sebagai Adsorben Logam Berat Timbal (II)

Oleh:
Titis Ratna Djuwita

ABSTRAK

Senyawa C-*para*-dimetil-amino-fenilkaliks[4]resorsinarena (CPDAFKR) dapat disintesis dari bahan dasar resorsinol dan 4-dimetil-aminobenzaldehid dalam suasana asam menggunakan metode *grinding* (*solvent free*). Metode *grinding* merupakan metode sintesis ramah lingkungan yang dilakukan dengan cara menggerus reaktan tanpa menggunakan pelarut. Sintesis dapat terjadi melalui reaksi substitusi elektrofilik. Produk yang diperoleh berupa padatan berwarna coklat, mempunyai titik leleh $>300\text{ }^{\circ}\text{C}$, tidak larut dalam air tetapi larut dalam metanol dan asam kuat, serta mempunyai rendemen sebesar 61,94 %. Karakterisasi produk dilakukan dengan spektrometer FTIR dibuktikan dengan adanya serapan pada bilangan gelombang $1450,47\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan terbentuknya jembatan *methyn* C-H serta spektrometer H-NMR yang menunjukkan jenis proton berdasarkan lingkungan kimia dan pergeseran kimianya. Berdasarkan hasil uji sebagai adsorben logam Pb(II), pH optimum diperoleh pada pH 6 sedangkan pada variasi konsentrasi mengikuti jenis isoterm Langmuir dengan kapasitas adsorpsi sebesar $1,27 \times 10^{-5}\text{ mol g}^{-1}$ dan energi adsorpsinya adalah $30,791\text{ kJ mol}^{-1}$

Kata Kunci : Resorsinol, C-*para*-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena, *grinding*.

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Dewasa ini permasalahan lingkungan menjadi tantangan bagi keberlangsungan hidup makhluk hidup, salah satunya adalah pencemaran perairan oleh logam berat. Logam berat merupakan polutan yang banyak ditemukan dalam limbah industri pertambangan, penyepuhan logam, pembuatan baterai, pupuk, kimia, farmasi, elektronik, dan tekstil (Sardjono R. E., 2009). Logam berat bersifat toksik dan berbahaya bagi tubuh karena sukar terdegradasi dan dapat terakumulasi dalam jangka waktu tertentu.

Salah satu jenis logam berat yang bersifat toksik adalah timbal (Pb). Timbal merupakan salah satu logam berat yang biasanya ditemukan di dalam batu-batuan, tanah, tumbuhan, dan hewan. Sumber kontaminasi timbal untuk air permukaan dan air tanah meliputi debu atmosfer, limbah cair industri kota, pupuk dan pestisida, cat berbasis timbal, dan limbah dari industri pertambangan, industri metalurgi, kimia, dan petrokimia. Timbal yang berasal dari pembakaran bahan bakar merupakan sumber dominan logam timbal tercemar ke lingkungan (Wilkin, R. T. *et.al.*, 2007).

Timbal adalah suatu logam toksik yang bersifat kumulatif, serta tergolong zat non-esensial keberadaannya di dalam tubuh makhluk hidup. Keberadaan logam berat Pb dalam sistem hemopoietik berpengaruh terhadap pematangan normal sel darah merah yang melambat sehingga dapat menyebabkan anemia. Timbal dalam tubuh juga dapat mempengaruhi kelangsungan hidup sel darah merah dan memperlambat biosintesa hemoglobin. Kandungan Pb berlebih pada tubuh dapat

mengakibatkan keracunan dan dapat menimbulkan kerusakan pada otak. Selain itu, timbal yang larut dalam darah dapat berpindah ke sistem urinaria yang dapat mengganggu fungsi kerja ginjal. Timbal juga dapat berpengaruh terhadap kelainan pada janin (cacat pada bayi) serta bayi terlahir prematur (Riwayati, I., *et.al.*, 2014).

Konsentrasi logam berat yang mencemari lingkungan khususnya perairan dapat dikurangi dengan beberapa metode. Metode yang banyak dilakukan dan dikembangkan untuk mengatasi masalah limbah perairan adalah presipitasi, transpor membran cair (Maming, *et.al.*, 2008), menggunakan tumbuhan (Siswoyo, E., *et.al.*, 2009), makroalga *Gracilaria sp.* (Ihsan, Y. N., *et.al.* 2015), elektrokoagulasi (Susetyaningsih, R., *et.al.*, 2008), dan adsorpsi (Riwayati, I. *et.al.*, 2014). Diantara metode-metode tersebut, metode adsorpsi merupakan salah satu metode alternatif yang potensial karena relatif sederhana, dapat bekerja pada konsentrasi rendah, dapat didaur ulang, dan membutuhkan biaya yang relatif murah.

Proses adsorpsi logam berat seperti timbal oleh permukaan telah dilakukan dalam berbagai penelitian berbasis laboratorium. Selain interaksi fisik, adsorpsi pada permukaan mineral juga dapat disebabkan oleh serangkaian reaksi kimia antara timbal dan berbagai situs aktif dari permukaan adsorben contohnya permukaan oksida. Sebagian besar reaksi melibatkan pelepasan ion H yang menyumbang kemampuannya dalam adsorpsi (Wilkin, R. T. *et.al.*, 2007).

Salah satu material organik yang berpotensi sebagai adsorben adalah kaliksarena. Kaliksarena merupakan salah satu senyawa makromolekul siklik, terdiri atas satuan-satuan aromatik yang dihubungkan oleh suatu jembatan dan membentuk seperti jaring-jaring atau keranjang. Kaliksarena dapat diperoleh

dengan cara sintesis. Struktur geometri molekulnya yang membentuk rongga membuat senyawa ini dapat digunakan sebagai *guets-host* (inang-tamu). Dimana senyawa kaliksarena berperan sebagai *host* atau inang, dan molekul lain sebagai *guest*-nya (Sardjono, *et.al.*, 2012). Mekanisme kerja adsorpsi logam berat menggunakan senyawa kaliksarena serupa dengan material berpori anorganik. Susunan molekul yang berbentuk lingkaran bertindak sebagai pori menjadikan senyawa kaliksarena memiliki rongga sehingga material logam dapat terjebak di dalam rongga tersebut.

Selain dari strukturnya yang menyerupai pori atau berbentuk rongga, senyawa kaliksarena memiliki keunikan lain yaitu dapat dimodifikasi secara hampir tak terbatas. Modifikasi dapat dilakukan pada jenis dan jumlah satuan aromatis, jenis jembatan, atau gugus fungsionalnya. Berdasarkan sifatnya yang dapat dimodifikasi, membuat senyawa ini dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang sesuai dengan karakteristik modifikasinya. Misalnya pemanfaatannya sebagai katalis (Silvia, D., *et. al.*, 2011), inhibitor kerak material anorganik (Suharso, *et.al.*, 2015), adsorben logam berat (Hanifa, F.N., 2013; Setiawan, A., 2016), ekstraktnan logam berat (Mukhlasoh, 2014), dan tabir surya (Setyawan, T., 2013).

Menurut Handayani, *et.al.* (2011) di dalam Prabawati, S., *et.al.* (2012) proses adsorpsi oleh senyawa kaliksarena dan turunannya umumnya dipengaruhi interaksi antara logam dan gugus-gugus aktif yang berada di permukaan adsorben. Salah satu gugus yang berpengaruh terhadap kapasitas adsorpsi adalah gugus hidroksi dari senyawa hidroksi poli-kaliks[6]arena. Adanya gugus OH pada fenolik dapat disubstitusi oleh gugus fungsional yang lain, membuat senyawa kaliksarena

dapat bertindak sebagai adsorben yang lebih efektif dan selektif (Prabawati, S., *et.al.*, 2012).

Salah satu gugus fungsi yang mempunyai potensi untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi kaliksarena terhadap logam berat adalah gugus yang mengandung unsur nitrogen (N). Menurut Nomura dan Ohto dalam Firdaus., *et.al.* (2007), kaliksarena yang mengandung gugus N seperti azo dan amida dapat meningkatkan selektifitas terhadap ion logam berat daripada ion logam alkali. Fungsionalisasi yang dilakukan pada gugus atas cincin kaliks[4]arena dengan gugus amino dan memasukkan gugus butil pada gugus bawah cinci akan diperoleh suatu senyawa yang berstruktur kaku dan dapat diharapkan menjadi penjerat ion-ion logam berat yang baik (Firdaus., *et.al.*, 2007).

Molekul makrosiklik kaliksarena dapat disintesis dari bahan dasar senyawa aromatis baik turunan fenol atau resorsinol dengan suatu aldehida dalam berbagai media dan katalis. Kaliksarena yang disintesis dari turunan fenol disebut kaliksarena, sedangkan hasil sintesis dari turunan resorsinol disebut kaliksresorsinarena. Jenis aldehida yang dapat digunakan dalam mensintesis kaliksarena dapat berupa aldehida alifatik maupun aromatik. Aldehida alifatik yang pernah digunakan diantaranya etanal, propanal, butanal, pentanal, dodekanal, isopentanal, 3-fenilpropanal, 5-hidroksipentanal, 6-kloropentanal, 3-(4-bromofenil)propanal dan formaldehida. Golongan aldehida aromatis diantaranya adalah benzaldehida, 4-bromobenzaldehida, 2-hidroksibenzaldehida, 3-nitroksibenzaldehida, 4-aminobenzaldehida, 4-metoksibenzaldehida, vanilin, dan 2-furanaldehida (Utomo, A. B., 2014).

Berbagai penelitian dalam upaya penyelamatan lingkungan telah banyak dikembangkan ke arah kimia hijau atau *green chemistry*. Salah satu konsep *green chemistry* yang diterapkan dalam penelitian ini adalah sintesis senyawa organik dengan metode *grinding*. Metode *grinding* merupakan metode sintesis suatu senyawa dengan cara penumbukan atau digerus. Metode *grinding* sering disebut sebagai metode *solvent free* karena dalam prosesnya tidak menggunakan pelarut, sehingga meminimalisir dihasilkannya limbah. Metode penggerusan ini memiliki beberapa kelebihan diantaranya mudah dilakukan yaitu dengan menumbuk reaktan dalam mortar (Fitriyani, 2015).

Beberapa kelebihan dari sintesis menggunakan metode *grinding* telah diakui oleh Sobariah, S. (2011). Dalam penelitiannya dikemukakan bahwa sintesis senyawa kaliksresorsinarena menggunakan metode *grinding* menghasilkan produk yang lebih efektif dan lebih ramah lingkungan. Sintesis kaliks[4]resorsinarena menggunakan metode refluks membutuhkan pelarut etanol dan membutuhkan waktu refluks selama 17 – 24 jam. Berdasarkan hal tersebut sehingga metode refluks dianggap kurang efisien serta menghasilkan limbah pelarut yang berlimpah dibanding metode *grinding*.

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut, maka pada penelitian ini akan disintesis suatu senyawa kaliksresorsinarena dari resorsinol dan 4-dimetilaminobenzaldehida dengan metode *grinding*. Keterbaruan penelitian yang akan dilakukan dengan penelitian sebelumnya adalah pada jenis aldehida dan metode yang digunakan. Pemilihan 4-dimetilaminobenzaldehida sebagai aldehida diharapkan akan memperbesar daya adsorpsi kaliksresorsinarena terhadap logam

berat. Hal ini karena pada 4-dimetil-aminobenzaldehida mengandung gugus amina, dimana terdapat unsur N yang memiliki pasangan elektron bebas. Adanya gugus ini diharapkan proses adsorpsi tidak hanya terjadi secara interaksi fisik saja, namun juga dapat terjadi secara kimia.

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian yang dilakukan adalah:

1. Bagaimana cara sintesis senyawa C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena menggunakan metode *grinding*?
2. Bagaimana kemampuan C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dalam mengadsorpsi logam berat timbal (Pb^{2+}) dengan parameter variasi pH dan konsentrasi logam?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian yang dilakukan adalah:

1. Memahami cara sintesis senyawa C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena menggunakan metode *grinding*.
2. Memahami kemampuan C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dalam mengadsorpsi logam berat timbal (Pb^{2+}) dengan variasi pH dan konsentrasi logam.

D. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian yang dilakukan adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan untuk mensintesis C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena adalah resorsinol dan 4-dimetil-aminobenzaldehida.

2. Identifikasi senyawa C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena menggunakan spektrofotometer inframerah (FTIR) dan spektrometer resonansi magnet inti (H-NMR).
3. Kemampuan adsorpsi terhadap timbal diuji menggunakan parameter variasi pH larutan logam (3, 4, 5, 6, dan 7) dan konsentrasi logam (3,61; 4,95; 11,05; 14,63; dan 16,97 ppm).
4. Analisis filtrat hasil adsorpsi menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).
5. Logam berat yang digunakan adalah logam berat timbal (Pb^{2+}) hasil dari pengenceran $Pb(NO_3)_2$.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Manfaat bagi perindustrian, dapat dijadikan sebagai dasar dalam pengembangan pengolahan limbah khususnya adalah sektor industri yang menghasilkan limbah berupa logam berat Pb^{2+} .
2. Manfaat bagi masyarakat umum, dapat diaplikasikan untuk menciptakan lingkungan yang sehat dan aman khususnya pada ekosistem perairan.
3. Manfaat bagi pelajar adalah sebagai referensi untuk penelitian selanjutnya khususnya dalam bidang kimia sintesis senyawa organik dengan menggunakan metode *grinding* yang lebih ramah lingkungan. Penerapan metode sintesis menggunakan metode *grinding* diharapkan dapat mengurangi limbah dari proses penelitian itu sendiri.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan:

1. Senyawa C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena dapat disintesis dari para-dimetil-aminobenzaldehida dan resorsinol dengan katalis asam-*p*-toluen sulfonat menggunakan metode *grinding*.
2. Diperoleh rendemen hasil sintesis sebesar 61,94 % dengan karakteristik berwarna coklat, memiliki titik leleh lebih dari 300 °C, tidak larut dalam air dan larut dalam pelarut metanol serta asam kuat.
3. Kemampuan C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena diuji melalui variasi pH dan konsentrasi. Berdasarkan penelitian diperoleh pH optimum sebesar 6 sedangkan pada variasi konsentrasi diperoleh hasil isotermnya mengikuti jenis isoterm Langmuir dan energi adsorpsi sebesar 30,791 kJ mol⁻¹ serta kapasitas adsorpsinya sebesar 1,27 x 10⁻⁵ mol g⁻¹.

B. Saran

1. Perlu dilakukan pengujian dengan parameter variasi waktu kontak dan suhu ruangan agar diketahui kemampuan adsorpsinya lebih maksimum.
2. Perlu dilakukan pengujian struktur pori dan permukaan material senyawa C-para-dimetil-aminofenil-kaliks[4]resorsinarena.
3. Perlu dilakukan pengaplikasian pada limbah yang sesungguhnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W., 1990. *Physical Chemistry of Surface. Fourth Edition*. New York: John Willey and Sons.
- Benfield, L. D., Judkins, J. F., and Weand, B. L. 1982. *Proses Chemistry for Water and Waste Water Treatment Prentice-Hall*. Inc Hew Jersey 199-200.
- Dali, N., Wahab, A.W., Firdaus, Maming, and Nurdin, M. 2016. Synthesis of Hexa(*p*-tert-butyl)hexa(carboxylicacid)calix[6]arene from Hexa(*p*-tert-butyl)hexa(ethylester)calix[6]arene. *International Journal of ChemTech Research*. Vol. 9, No. 07 pp 86-490.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Day dan Underwood. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden R. J., dan Fessenden J. S., 2010. *Dasar-Dasar Kimia Organik*. Tangerang: Binapura Aksara Publisher.
- Fessenden, R. J. Dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Firdaus, Jumina, dan Sastrohamidjojo, H. 2007. Effect of De-tert-Butylation and Functionalization with Amine Groups at the Upper Rim of *p*-tert-Butylcalix[4]arene to the Extractability for Cr³⁺, Cd²⁺, and Pb²⁺ Ions. *Indo. J. Chem.*, 2007, & (1), 289 – 296.
- Firdaus, Jumina, dan Sastrohamidjojo, H. 2007. Synthesis and Conformation of *p*-(amino)butoxycalix[4]arene. *Indo. J. Chem.*, 2007, & (1), 49 – 57.
- Firdaus, Jumina, dan Sastrohamidjojo, H. 2007. Synthesis and Conformation of *p*-(acetamido)-Butoxycalix[4]arene and *p*-(Benzamido)-Butoxycalix[4]arene. *Indo. J. Chem.*, 2007. 7 (2), 166 – 171.
- Fitriyani. 2015. Optimasi Pembentukan Senyawa 3-Metoksi-4-Hidrokalikon pada Variasi Jenis dan Konsentrasi Katalis Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt

- dengan Teknik *Grinding*. *Skripsi*, Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaya: Yogyakarta.
- Griffin, Pauline. (2007). Pyrogallol[4]arenes: A Synthetic Investigation. *Thesis*. K. Nolan Research Group.
- Gutsche, C.D. 1985. *Calixarenes an Introduction 2nd Edition*. (Taylor, S. H., and Artevelde, P. V. 1834. Chapter 2: Making the Baskets: Synthesis of Calixarenes). University of Arizona, Tucson, USA: RSCPublishing.
- Halminton, Kim. 2003. Synthesis, Characterization, and Application of Water-Soluble Chiral Calix[4]arene Derivatives in Spectroscopy and Capillary Electrokinetic Chromatography. *LSU Doctoral Dissertations*. 3087. http://digitalcommons.lsu.edu/gradschool_dissertations/3087.
- Handayani, D. S., Amin, Zainal A. A., Kusumaningsih, T., dan Masykur, Abu. 2014. Sintesis dan Karakterisasi C-Heptil Kaliks[4]resorsinarena dari Kondensasi Resorsinol-Heptanal. *Jurnal Penelitian Kimia*, Vol. 10, No. 1, hal. 49-53.
- Hanifa, F.N. 2013. Sintesis Senyawa *p-t*-Butil-heksa-esterkaliks[6]arena dan Penggunaannya Sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III). *Skripsi*, Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaya: Yogyakarta.
- Ihsan, Y. N., Aprodita, A., Rustikawati, I., dan Pribadi, T. D. K. 2015. Kemampuan *Gracilaria sp.* Sebagai Agen Bioremediasi dalam Menyerap Logam Berat Pb. *Jurnal Kelautan* Vol. 8, No. 1, April 2015. ISSN: 1907-9931: <http://journal.trunojoyo.ac.id/jurnalkelautan>.
- Kesuma, E. P. 2015. Sintesis C-4-aliloksi-3-metoksifenilkaliks[4]resorsinarena dari Vanilin dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Kation Logam Pb(II). *Skripsi*. FMIPA Universitas Gajah Mada: Yogyakarta.
- Khamidinal. 2009. *Teknik Laboratorium Kimia*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Khopkar. 2010. *Konsep-Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press.

- Lynam, M. M., Kliduf, J. E., and Waber W. J., 1995. Adsorption of Nitrophenol from Dilute Aqueous Solution. *J. Chem. Education*.
- Maming, Firdaus, dan Hala, Y. 2008. Sintesis *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetra-*n*-(etilglisil)asetamida untuk Digunakan Sebagai Pengemban Ion pada Pemisahan Ion-Ion Logam Berat dengan Transpor Membran Cair. *Jurnal Chemica Vol. 9 Nomor 2, Desember 2008, 8-11*.
- Meriatna. 2008. Penggunaan Membran Kitosan untuk Menurunkan Kadar Logam Krom (Cr) dan Nikel (Ni) dalam Limbah Cair Industri Pelapisan Logam. *Tesis*. Program Studi Teknik Kimia Sekolah Pascasarjana Universitas Sumatra Utara.
- Mukhlasoh. 2014. Sintesis Senyawa *p-t*-Butil-Heksa-Asamkaliks[6]arena dan Penggunaannya Sebagai Ekstraktan Logam Berat Cr(III). *Skripsi*, Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaga: Yogyakarta.
- Prabawati, S. Y., Jumina, Santosa, S. J., dan Mustofa. 2011. Synthesis of Polypropylcalix[6]arene from *p-t*-Butylphenol as Adsorbent for Cr(III) Metal Ion. *Indo. J. Chem.*, 2011, 11 (1), 37 – 42.
- Prabawati, S. Y., Jumina, Santosa, S. J., Mustofa, dan Ohto Keisuke. 2012. Study on the Adsorption Properties of Novel Calix[6]arene Polymers for Heavy Metal Cations. *Indo. J. Chem.*, 2012, 12 (1), 28 – 34.
- Prabawati, S., Khusnuryani, A., dan Khamidinal. 2017. Sintesis Senyawa Calcon Bebas Pelarut Sebagai Zat Antibakteri. *Jurnal Penelitian Kimia, Vol. 13 (2017), No. 1, Hal. 95-102*.
- Pringgodigdo. 1977. *Ensiklopedia Umum*. Yogyakarta: Kanisius.
- Riwayati, I., Hartati, I., Purwanto, H., Suwardiyono. 2014. Adsorpsi Logam Berat Timbal dan Kadmium pada Limbah Batik Menggunakan Biosorbent Pulpa Kopi Terxanthasi. *Prosiding Seminar Nasional Aplikasi Sains & Teknologi (SNAST) 2014: ISSN: 1979-911X: Yogyakarta*.

- Romukti D., Priesta. 2017. Sintesis C-Heptilkaliks[4]resorsinarena dengan Metode *Microwave Assited Organic Synthesis* (MAOS) dan Penggunaannya Sebagai Adsorben Ion Logam Pb(II). *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga: Yogyakarta.
- Sardjono, R. E., Kadarohman, A., Mardhiyah, A. 2012. Green Synthesis of Some Calix[4]resorcinarene Under Microwave Irradiation. *Procedia Chemistry 4* (2012) 224-231.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2001. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty Yogyakarta.
- Setiawan, Angga. 2016. Sintesis Senyawa C-Heptil Kaliks[4]resorsinaren Oktaasetat dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Berat Cr(III). *Skripsi*, Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaga: Yogyakarta.
- Setyawan, Timur. 2013. Sintesis Senyawa Tabir Surya Turunan Kaliks[4]resorsinarena Benzofenon dari Vanilin. *Tesis*, Program Studi S2 Ilmu Kimia UGM: Yogyakarta.
- Silva, D.L da, Fernandees, S.A., Sabino A.A., Fatima, A. 2011. P-Sulfonic Acid Calixarenes as Efficient and Reusable Organocatalysts for the Synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones/-Thiones. *Journal homepage: www.elsevier.com/locate/tetlet*. *Tetrahedron Letters* 52 (2011) 6328-6330.
- Siswoyo, E., Kasam, dan Widyanti, D. 2009. Penurunan Logam Berat Timbal (Pb) pada Limbah Cair Laboratorium Kualitas Lingkungan UII dengan Menggunakan Tumbuhan Enceng Gondok (*Eichhornia crassipes*). *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan Volume 1 No. 1 Januari 2009. ISSN: 2085-1227*.
- Sobariah, Siti. 2011. Penggunaan Metode Solvent-Free Pada Sintesis Tetramer Siklik Kaliks[4]resorsinarena dari 7-Hidroksisitroneal. *Skripsi*. Program Studi Pendidikan Kimia FPMIPA.
- Sugiyarto, K. H. 2000. *Kimia Anorganik 1: Dasar-Dasar Kimia Anorganik Nonlogam*. Yogyakarta: FMIPA UNY.

- Suharso, Buhani, dan Tugiono. 2015. Pembuatan Senyawa Turunan Kaliksarena Untuk Inhibitor Kerak Material Anorganik. *Prosiding SEMIRATA 2015 Bidang MIPA BKS-PTN Barat: Universitas Tanjungpura, Pontianak*. Hal 197-2006.
- Susetyaningsih, R., Kismolo, E., dan Prayitno. 2008. Kajian Proses Elektrokoagulasi untuk Pengolahan Limbah Cair. *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008*.
- Utomo, S. B. 2014. Rekayasa Molekul Makrosiklik Untuk Aplikasi Lingkungan dan Medis. *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia VI: Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS Surakarta*.
- Widayatno, T., Yuliawati, T., dan Susilo A. A. 2017. Adsorpsi Logam Berat (Pb) dari Limbah Cair dengan Adsorben Arang Bambu Aktif. *Jurnal Teknologi Bahan Alam Vol. 1, No. 1, April 2017*.
- Wilkin, R. T., Brady, P. V., and Kent, D. B., 2007. *Lead. US Environment Protection Agen (EPA)*. Washington.
- Yastuti, A.P., 2013. Penggunaan C-Hidroksisitroneal Kaliks[4]resorsinarena untuk Adsorpsi Kation Logam Berat Pb(II), Cd(II), dan Cu(II). *Skripsi*. Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Pendidikan Indonesia.

DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Data Diri

Nama : Titis Ratna Djuwita
 Alamat : Desa Puntari Makmur, Kec. Wita Ponda,
 Kab. Morowali, Sulawesi Tengah
 Email : titisratnadjuwita@gmail.com
 Tempat Tanggal Lahir : Puntari Makmur, 04 September 1997



Riwayat Pendidikan

No.	Pendidikan	Tahun
1	SD N 2 Puntari Makmur	2003-2009
2	MTs Nurul Ummah Lambelu	2009-2012
3	MA S Nurul Ummah	2012-2015
4	UIN Sunan Kalijaga	2015-2019

Riwayat Organisasi

No	Organisasi	Tahun
1	Forum Kajian Islam dan Sains Teknologi (FKIST)	2015-2018
2	UKM JQH al-Mizan	2016-2019