

Volume 24
Nomor 1
Januari 2023

p-ISSN 1411-318X
e-ISSN 2548-6101

Jurnal Teknologi Lingkungan



DIKELOLA OLEH:
ORGANISASI RISET HAYATI DAN LINGKUNGAN
BADAN RISET DAN INOVASI NASIONAL

DITERBITKAN OLEH:
PENERBIT BRIN



Published: 2023-01-31

FRONT COVER

[Front Cover JTL Vol. 24 No. 1 Januari 2023](#)

INSIDE COVER

[Inside Cover JTL Vol. 24 No. 1 Januari 2023](#)

PREFACE

[Preface JTL Vol. 24 No. 1 Januari 2023](#)

RESEARCH ARTICLES

[Uji Kinerja Insinerator dan Alat Pengendali Pencemaran Udara untuk Meminimalkan Dampak Limbah B3](#)

[Performance Testing of Incinerator and Air Pollution Control Tools to Minimize the Impact of Hazardous Waste](#)

Ninin Gusdini, Nadya Mediana, Ratih Pratiwi

001-009

[Analisis Sebaran Lindi di Sekitar Kawasan TPA Batu Layang Berdasarkan Nilai Resistivitas](#)

[Analysis of Leachate Distribution Around Batu Layang TPA Area Based on Resistivity Value](#)

Fitriana Meilasari, Hendri Sutrisno, Budhi Purwoko

010-020

[Penentuan Status Mutu Air dan Status Trofik di Perairan Danau Maninjau](#)

[Determination of Water Quality Status and Trophic Classification of Lake Maninjau](#)

Astried Sunaryani

021-027

[Identifikasi Potensi Asap Akibat Kebakaran Hutan terhadap Rencana Pembangunan Tapak PLTN Kabupaten Bengkayang](#)

Identification of Potential Smoke Due to Forest Fires on the Bengkayang Regency Nuclear Power Plant Site Development Plan

Dian Rahayu Jati, Yulisa Fitriyaningsih, Kiki Prio Utomo, Aini Sulastri

028-035

Binoculars Modification for Measurement of Smoke Density at Fixed Sources

Modifikasi Teropong untuk Pengukuran Kepadatan Asap pada Sumber Tidak Bergerak

Naris Dyah Prasetyawati, Sigid Sudaryanto

036-040

Uji Kinerja Sistem Elektrokoagulasi terhadap Kobalt, Nikel, dan Mangan

Performance Test of Electrocoagulation System to Cobalt, Nickel, and Manganese

Oman Sulaeman, Karina Anggraeni, Muhammad Haqqiyuddin Robbani, Taty Hernaningsih

041-049

Penjerapan Kation Fe^{3+} , Pb^{2+} Menggunakan TBKA dan TBMTKA sebagai Bahan Penjerap: Kajian Variasi pH, Kapasitas Adsorpsi, dan Waktu Kontak

Adsorption of Fe^{3+} , Pb^{2+} Cations Using TBKA and TBMTKA as Adsorbents: Study of pH Variations, Adsorption Capacity, and Contact Time

Busroni, Chairil Anwar, Sri Juari Santosa

050-057

Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Adsorpsi Komposit Silika/Karbon dari Limbah Sekam Padi sebagai Adsorben Tembaga (II)

Synthesis, Characterization, and Adsorption Test of Silica/Carbon Composites from Rice Husk Waste as Copper (II) Adsorbent

Haryono, Atiek Rostika Noviyanti, Engela Evy Ernawati

058-066

Pengaruh Suhu dan Waktu Pengukusan pada Sludge IPAL Industri Makanan sebagai Alternatif Pakan Maggot

The Effect of Temperature and Steaming Time on WWTP Sludge of Food Industry as An Alternative of Maggot Feed

Arifudin, R. Nida Sopiah, Tuti Suryati, Setiyono, Sri Herlina, Hanies Ambarsari, Sati Suyanti, Atang, Sabudin

067-072

Pemanfaatan Limbah Sedotan Plastik sebagai Media Lekat dalam Proses Anammox

Utilization of Waste Plastic Straws as Carrier in the Anammox Process

Zulkarnaini, Annisa Aulia Rasyidah, Ridwan

073-080

Support Vector Machine Analysis for Potential Hotspot Over Papua Island

Support Vector Machine untuk Potensi Hotspot pada Pulau Papua

Arie Vatesia, Rendra Regen, Ferzha Putra Utama, Rika Febrianti

081-088

Pemilihan Lokasi TPA Limbah Padat Menggunakan Metode Analisis Keputusan Multi Kriteria Berbasis Sistem Informasi Geografis: Sebuah Usul Modifikasi SNI 03-3241-1994

Selection of Solid Waste Landfill Sites Using the Multi-Criteria Decision Analysis Method Based on Geographical Information Systems: A Proposal Modification of SNI 03-3241-1994

Darman Ferianto Saragih

089-097

[Pra-Studi Analisis Paparan Konsentrasi PM2,5 dan CO2 di dalam Rumah](#)

[Preliminary Study Analysis of Exposure to PM2.5 and CO2 Concentrations in the House](#)

Indra Chandra, Sherly Liana Putri, Rahmat Awaludin Salam, Lulu Millatina Rachmawati, Nabil Ananta Hasmul, Muhammad Fajri Hadi Syahputra

098-106

[Control of Indoor Pollution in The Bedroom of Tuberculosis Patients Using Cl2](#)

[Pengendalian Polusi Udara dalam Ruangan Kamar Tidur Penderita Tuberculosis Menggunakan Cl2](#)

Sri Puji Ganefati, Sarjito Eko Windarso, Agus Kharmayana Rubaya, Herman Santjoko, Sri Muryani

107-115

BACK COVER

[Back Cover JTL Vol. 24 No. 1 Januari 2023](#)

Information

Information [Announcement](#) [For Readers](#) [For Authors](#) [For Librarians](#) [Publication Ethics](#) [Site Map](#)

Downloads

Downloads [Call for Papers](#) [Certificate of Accreditation](#) [Ethical Clearance Statement](#) [Template Manuscript](#) [Template Registration Guidelines](#) [Writing Guidelines](#)

StatCount

StatCounter [View Summary](#) 

Policies

- [Focus and Scope](#)
- [Section Policies](#)
- [Peer Review Process](#)
- [Publication Frequency](#)
- [Open Access Policy](#)

Submissions

- [How To](#)
- [Preparation, Guidelines, and Copyright](#)

Other

- [Journal Sponsorship](#)
- [Site Map](#)
- [About this Publishing System](#)

Jurnal Teknologi Lingkungan

ISSN 1411-318X (print) | 2548-6101 (online)

Organized and Published by BRIN Publishing

Website: <https://www.rmpi.brin.go.id/>

Email: jurnal@rmpi.brin.go.id



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](#).

Copyright of BRIN Publishing (p-ISSN 1907-2902, e-ISSN 2502-8537)



Penjerapan Kation Fe^{3+} , Pb^{2+} Menggunakan TBKA dan TBMTKA sebagai Bahan Penjerap: Kajian Variasi pH, Kapasitas Adsorpsi, dan Waktu Kontak

Adsorption of Fe^{3+} , Pb^{2+} Cations Using TBKA and TBMTKA as Adsorbents: Study of pH Variations, Adsorption Capacity, and Contact Time

BUSRONI^{1*}, CHAIRIL ANWAR², SRI JUARI SANTOSA²

¹Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember

²Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada

*busroni.fmipa@unej.ac.id

ARTICLE INFO

Article history:

Received 17 April 2022

Accepted 23 December 2022

Published 31 January 2023

Keywords:

TBKA

TBMTKA

Adsorption Capacity

pH Variation

ABSTRACT

Adsorption capacity is the most important physicochemical process that occurs at solid-liquid and solid-gas interfaces. Adsorption has become the method of choice for removing, recovering, and recycling toxic heavy metals from wastewater. Efforts to reduce the presence of heavy metals in the affected environment caused and contaminated by heavy metals in waters. The aim of this study was to measure the adsorption capacity of Pb^{2+} ions and Fe^{3+} ions by applying 5,11,17,23-tetra-(t-butyl)-25,26,27,28-tetra-Hidroksi-Kaliks[4]arena (TBKA) and 5,11,17,23-tetra-tert-butyl-25-monohidroksi-26,27,28tribenzoiloksi kaliks[4]arena (TBMTKA) adsorbents with varying pH. Characterization of TBMTKA using FT-IR and ¹H-NMR spectroscopy. TBKA and TBMTKA are used as adsorbents for Pb^{2+} ions and Fe^{3+} ions. The results showed that variations in pH affected the adsorption capacity by TBMTKA of Pb^{2+} and Fe^{3+} ions. The adsorption capacity of TBMTKA on Pb^{2+} ions with a large variation in pH was 6.32; 2.16; 4.14; 10.52; and 2.88 mg/g, while the adsorption capacity by TBKA for Fe^{3+} ions was 8.4; 13.32; 11.6; 14.18; and 6.66 mg/g.

INFORMASI ARTIKEL

Histori artikel:

Diterima 17 April 2022

Disetujui 23 Desember 2022

Diterbitkan 31 Januari 2023

Kata kunci:

TBKA

TBMTKA

Kapasitas Adsorpsi

Variasi pH

ABSTRAK

Kapasitas adsorpsi merupakan proses fisika-kimia terpenting yang terjadi pada zat padat-cair dan antarmuka padat-gas. Adsorpsi telah menjadi pilihan metode untuk menghilangkan, memulihkan, dan mendaur ulang racun logam berat dari air limbah. Upaya untuk mengurangi keberadaan logam berat di lingkungan terdampak yang ditimbulkan dan terkontaminasi logam berat di perairan. Penelitian bertujuan menentukan kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan ion Fe^{3+} dan mengaplikasikan bahan adsorben 5,11,17,23-tetra-(t-butyl)-25,26,27,28-tetra-Hidroksi-Kaliks[4]arena (TBKA) dan 5,11,17,23-tetra-tert-butyl-25-monohidroksi-26,27,28tribenzoiloksi kaliks[4]arena (TBMTKA) dengan berbagai variasi pH. Karakterisasi TBKA dan TBMTKA dengan spektroskopi FTIR dan ¹H-NMR. masing masing sebagai bahan penjerap terhadap ion Pb^{2+} dan ion Fe^{3+} . Hasil penelitian diperoleh bahwa variasi pH berpengaruh pada kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} . Kapasitas adsorpsi oleh TBMTKA terhadap ion Pb^{2+} dengan variasi pH besarnya adalah 6,32; 2,16; 4,14; 10,52; dan 2,88 mg/g, sedangkan kapasitas adsorpsi oleh TBKA terhadap ion Fe^{3+} adalah 8,4; 13,32; 11,6; 14,18; dan 6,66 mg/g.

1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam berat adalah jenis polutan banyak ditemukan pada lingkungan industri. Eksistensi logam berat di lingkungan limbah industri sangat berbahaya untuk kehidupan makhluk hidup karena bersifat toksik dan tidak dapat terurai sehingga perlu cara untuk mengurangi keberadaan logam berat sesuai standar kualitas lingkungan. Dengan kemajuan industri yang masih menjadi topik perbincangan dan belum ada solusinya. Polusi bahan beracun menjadikan penurunan tingkat kesehatan karena adanya ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} yang banyak ditemukan di perairan Indonesia (Arifin et al., 2012; Riza et al., 2016; Atkins, 1999). Timbal adalah bahan yang digunakan pada industri cat, bahan bakar, baterai, dan bahan peluru. Racun oleh ion Pb^{2+} sangat mempengaruhi kesehatan pada anak-anak disebabkan cat banyak ditemukan pada rumah tinggal.

Selama beberapa tahun terakhir, metode analisis untuk senyawa atau logam renik, menjadi suatu tantangan serius seperti kespesifikan, selektifitas serta keakuratan yang sangat diutamakan. Shamsipur (2004), melaporkan bahwa salah satu dari pencemaran atau polusi kimia adalah logam berat. Beberapa peneliti mengakui masalah-masalah lingkungan disebabkan oleh keracunan logam berat. Adapun jenis kation logam berat yang banyak membawa masalah adalah merkuri, kadmium, timbal, tembaga, kromium, dan actinida. Sebagai konsekuensinya kehadiran kation logam berat perlu dipisahkan atau dieliminasi keberadaannya sebelum kation logam berat dimasukkan atau masuk ke dalam rantai makanan. Salah satu cara untuk mengurangi jenis kation logam tertentu melalui proses penjerapan. Hasil kajian diperoleh bahwa penjerapan menggunakan polimer kaliks[6]amide diperoleh hasil bahwa kapasitas adsorpsi tertinggi adalah kation Ag^+ terhadap kation Cu^{2+} (Yang, 2003). Hasil kajian oleh Yang (2003) kapasitas adsorpsi memakai polimer kaliks[6]amide terhadap kation Ag , Hg , Cu , K , dan Na besarnya nilai kapasitas adsorpsi adalah $38,5 \times 10^{-5}$, $31,7 \times 10^{-5}$, $10,6 \times 10^{-5}$, $4,9 \times 10^{-5}$, dan $3,2 \times 10^{-5}$ mmol/mg dan juga dilakukan ekstraksi beberapa kation logam (Hg , Ag , Ni , Co , Cs , K , Na , Li) memakai Biskaliksarene. Yang (2010), melaporkan hasil kajian bahan adsorben baru yaitu Netty Polimer Thiakaliks[4]arena diaplikasikan untuk adsorpsi terhadap ion logam Cd , Zn , Ni , Co , Cu , Hg , Ag ; K , dan Na . Beberapa penelitian dengan menggunakan adsorben berbasis turunan tert-butilkaliks[4]arena oleh Kusumaningsih, (2011) melaporkan bahwa kajian kapasitas adsorpsi ion Cd menggunakan adsorben poli-tetra-p-propeniltetrahidroksikaliks[4]arena, dapat mengadsorpsi kation Cd dengan baik. Berbagai metode telah dikembangkan untuk mengurangi kandungan logam berat di perairan seperti metode pengendapan, ekstraksi pelarut (Ludwig dan Gauglitz, 1999), pertukaran ion (Sivaiah dkk., 2004), dan adsorpsi (Goswani dan Ghosh, 2005). Metode adsorpsi merupakan metode alternatif yang relatif sederhana prosesnya, pada konsentrasi rendah, dapat didaur ulang dan biayanya relatif murah. Utomo (2012) melaporkan bahwa kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan ion Cd^{2+} menggunakan tetrakis-thiometil-C-4-methoksi fenilikaliks[4]resorsinarena kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} lebih tinggi daripada ion Cd^{2+} dipengaruhi sifat asam larutan. Penelitian oleh Dwi

Siswanta (2016) bahwa penjerapan terhadap ion Pb^{2+} oleh 3 jenis bahan jerap yaitu kaliks[4]resorsinarena, kitosan, dan bahan hybrid hasil kajian kapasitas adsorpsi untuk ion Pb^{2+} diperoleh daya jerap kaliks(4)resorsinarena lebih tinggi dari kitosan > kitosan > hybrid. Faktor suhu terhadap penjerapan oleh jenis-jenis penjerap adalah fisisorbsi maka bertambahnya suhu dapat menurunkan kapasitas adsorpsi. Sebaliknya, pada kemisorbsi meningkatnya suhu akan menaikkan kapasitas adsorpsi. Menurut kajian oleh hasil penelitian Pearson (1963) faktor yang berpengaruh adalah interaksi analit dan penjerap. Salah satu cara yang digunakan untuk menganalisis kapasitas adsorpsi interaksi antara analit dengan penjerap adalah adanya konsep hubungan asam-basa keras-lunak Hard-Soft Acid Base menurut Pearson (1963). Pengelompokan asam-basa menurut konsep HSAB Pearson (1963) disajikan pada Tabel 1. dan Tabel 2 berikut:

Tabel 1. Asam -Basa menurut Pearson (1963)

ASAM	BASA
	Keras
H^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , Be^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Sn^{2+} , Al^{3+} , Sc^{3+} , Ga^{3+} , In^{3+} , La^{3+} , Cr^{3+} , Co^{3+} , Fe^{3+} , As^{3+} , Ir^{3+} , Si^{4+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} , Th^{4+} , Pu^{4+} , VO^{2+} , UO_2^{2+} , $(CH_3)_2Sn^{2+}$, $BeMe_2$, BF_3 , BCl_3 , $B(OR)_3$, $Al(CH_3)_3$, $Ga(CH_3)_3$, RPO^{2+} , $ROPO^{2+}$, RSO^{2+} , $ROSO^{2+}$, SO_3 , I_7^+ , I_5 , Cl_7^+ , R_3C^+ , RCO^+ , CO_2 , NC^+	H_2O , OH^- , F^- , CH_3CO^{2-} , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , ClO_4^- , NO_3^- , ROH , RO , R_2O , NH_3 , RNH_2 , N_2H_4
	Menengah
Fe^{2+} , CO^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , $B(CH_3)_3$, SO_2 , No^+	$C_6H_5NH_2$, C_5H_5N , N_3^- , Cl^- , NO_2^- , SO_3^{2-}
	Lunak
Cu^+ , Ag^+ , Au^+ , Tl^+ , Hg^+ , Cs^+ , Pd^{2+} , Cd^{2+} , Pt^{2+} , Hg^{2+} , CH_3Hg^+ , Tl^+ , $Tl(CH_3)_3$, BH_3 , RS^+ , Rse^+ , Rte^+ , I^+ , Br^+ , HO^+ , RO^+ , I_2 , Br_2 , ICN , O , Cl , Br , I	R_2S , RSH , RS^- , I^- , SCN^- , $S_2O_3^{2-}$, Br^- , R_3P , R_3As , $(RO)_3P$, CN^- , RNC , CO , C_2H_4 , C_6H_6 , H^- , R^-

Tabel 2. Basa lunak dan basa keras (Pearson, 1963)

Sifat Kimia	Basa Keras	Asam Keras	Basa Lunak	Asam Lunak
	Basa Lewis	Basa lewis	Asam Lewis	Basa lewis
Elektronegatifitas	3,0 – 4,0	3,0 – 4,0	2,5 – 3,0	rendah
Polaritas	rendah	rendah	tinggi	tinggi
Oksidasi	sukar	sukar	mudah	mudah
Peran sebagai atom	Donor	Aseptor	Donor	Aseptor
Muatan Ion	Positif besar	Positif besar	Positif besar	Positif besar

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini untuk mengkaji faktor pH, waktu kontak, dan kapasitas adsorpsi (TBKA dan TBMTKA) sebagai bahan penjerap ion Pb^{2+} dan ion Fe^{3+} metode rendam.

2. METODE

2.1 Alat dan Bahan

Bahan penjerap TBMTKA dibuat mengacu metode Kim, (1997), bahan kimia yang dipakai Merck tanpa perlakuan khusus. Peralatan yang digunakan meliputi FTIR Shimadzu-PRESTIGE 21 SPEKTROMETER, alat titik leleh, ¹H-NMR (AGILENT Varian 400 MHz), dan AAS (Buck Scientific).

2.2 Prosedur Kerja

Sintesis 5,11,17,23-tetra(t-butyl)-25-monohidoksi-,26,27,28-tribenzoiloksi-kaliks[4]arena

Ditimbang TBKA (1,5 g) dalam kloroform sebanyak 30 mL, piridin, ditambahkan sedikit demi sedikit benzoil klorida (0,95 mL) dalam kloroform 30 mL. Kemudian diaduk pada suhu 3 jam. Pelarut diuapkan dan dicuci dengan akuades. Hasil direkris dengan methanol-kloroform, dikeringkan, dan diidentifikasi titik leleh, FTIR, dan ¹H-NMR. Kemudian dimurnikan dengan kloroform akan diperoleh padatan kuning dengan titik leleh 94,3%; mp 306-310°C. FTIR 3232 cm⁻¹ (-OH), 3054 cm⁻¹ (C_{sp2}-H), 1605 cm⁻¹ (C=C aromatis), 1750 cm⁻¹ (ester C=O), 2870 cm⁻¹ dan 2955 cm⁻¹ (C_{sp3}-H), 1458 cm⁻¹ (-CH₂-) dan 1204 cm⁻¹ (C-O eter), dan dianalisis ¹H-NMR (400 MHz, DMSO): benzylation pada serapan δ 7.0-8.2 ppm (m, 15H, PhC=O) dan δ 10.3370 ppm (s, 1H, Ar-OH). dublet pada δ 4.37-δ 4.35 dan 3.51-3.48 ppm (H.axial -CH₂-methylene) pada δ 1.25 ppm C(CH₃)₃/(t-butyl). Aromatis H equatorial (-CH₂- methylene) pada δ 7.0-8.2 ppm (δ 7.04 ppm (m, 4H, ph), δ 7.17 ppm (s, 8H, Ar-H), δ 7.33 ppm (t, t, 2H, ph), δ 7.47 ppm (t, 4H, ph), δ 7.60 ppm (t, 2H, ph), δ 8.10 ppm (d, 3H, ph).

2.3 Preparasi larutan kation logam

Preparasi larutan konsentrasi ion Pb²⁺

Ditimbang kristal Pb(NO₃)₂·4H₂O sebanyak 0,195 g dan 300 mL larutan 1% HNO₃ dan dilarutkan dalam labu alas bulat 1.000 mL dengan aquabides sampai tanda batas.

Preparasi larutan konsentrasi ion Fe³⁺

Ditimbang kristal kristal FeCl₃·6 H₂O sebanyak 0,3 g dan dilarutkan dalam labu alas bulat 1.000 mL dan dilarutkan dalam labu alas bulat 1.000 mL dengan aquabides sampai tanda batas.

2.4 Pengaruh Keasaman pH larutan

Preparasi keasaman terhadap jerapan ion Pb²⁺ dengan TBKA

Sejumlah bahan 10 × 10⁻³ g TBKA ditambahkan ke dalam 10 mL larutan ion Pb²⁺ 5 ppm. Variasi pH dilakukan pada nilai pH 2, 3, 4, 5, dan 6. Penentuan pH larutan dilakukan dengan menambahkan HNO₃ dan NaOH masing-masing 3%. Campuran tersebut kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik selama 3 jam.

Preparasi keasaman terhadap jerapan ion Fe³⁺ dengan TBMTKA

Sebanyak bahan 10 × 10⁻³ g TBMTKA ditambahkan ke dalam 10 mL larutan ion Fe³⁺ 5 ppm. Variasi pH dilakukan pada nilai pH 1,5; 3; 4; 5, dan 6. Pengaturan pH larutan dilakukan dengan menambahkan HNO₃ dan NaOH masing-masing 3%. Campuran tersebut kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik selama 3 jam.

2.5 Variasi Waktu Kontak

Variasi waktu kontak ion Fe³⁺ menggunakan adsorben TBKA dan TBMTKA

Ditimbang 5 mg TBKA ditambahkan ke dalam 5 botol larutan Fe³⁺ 8 ppm (10 mL) dengan pH 5. Kelima suspensi diaduk dengan interval waktu 10, 20, 30, 90, 180, dan 240 menit, kemudian masing-masing disaring. Filtrat yang diperoleh dianalisis konsentrasi ion Fe³⁺ menggunakan SSA. Prosedur yang sama dilakukan untuk sistem adsorpsi Fe³⁺ pada TBMTKA.

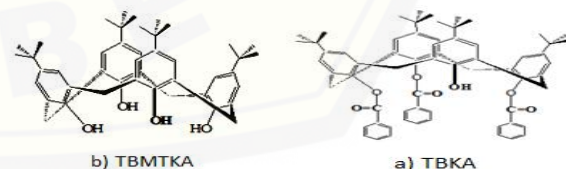
Variasi waktu kontak ion Pb²⁺ menggunakan adsorben TBKA dan TBMTKA

Ditimbang 5 mg TBKA ditambahkan ke dalam 5 botol larutan Pb²⁺ 8 ppm (10 mL) dengan pH 5. Kelima suspensi diaduk dengan interval waktu 10, 20, 30, 90, 180, dan 240 menit, dan masing-masing disaring. Filtrat yang diperoleh dianalisis konsentrasi ion Pb²⁺ menggunakan SSA. Prosedur yang sama dilakukan untuk sistem adsorpsi Pb²⁺ pada TBMTKA.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis TBKA

Pada penelitian ini dilakukan sintesis TBKA (Busroni *et al.*, 2017). Senyawa hasil sintesis yang diperoleh berupa kristal putih mengkilat (rendemen 46,07%), titik leleh antara 340 - 343 °C. Gambar 2 menunjukkan struktur TBKA dan TBMTKA. Berdasarkan hasil penelitian TBKA (Busroni, 2017), produk dikarakterisasi dengan FT-IR, 3.232 cm⁻¹ (C-H) alifatik, 2.870 dan 2.955 cm⁻¹ C-H jenuh, 1.458 cm⁻¹ gugus metilen -CH₂, 1.204 cm⁻¹ CO eter seperti pada Gambar 2



Gambar 2. Struktur (a)TBKA dan (b)TBMTKA

3.2 Kajian Kinetika Adsorpsi

Pengaruh Keasaman pH

Pada percobaan ini, adsorpsi ion Pb²⁺ dan Fe³⁺ optimum pada TBKA dan TBMTKA diperoleh masing-masing pada pH 5 dengan kapasitas adsorpsi sebesar 10,521 mg/g (Tabel 3) dan 14,181 mg/g (Tabel 4). Adapun pada TBMTKA, adsorpsi ion Pb²⁺ dan Fe³⁺ optimum diperoleh masing-masing pada pH 4 dan 5 dengan kapasitas adsorpsi 9,881 mg/g (Tabel 5 dan Gambar 3) dan 11,201 mg/g (Tabel 6).

Tabel 3. Variasi pH larutan terhadap jerapan ion Pb^{2+} terhadap TBKA

pH	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mg/L)	$C_{teradrop}$ (mmol/g) $\times 10^{-2}$	% adsorb	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
2	7,680	4,520	3,160	1,520	41,141	6,321
3	6,941	5,863	1,081	0,522	15,563	2,163
4	7,680	5,610	2,072	0,991	26,950	4,142
5	7,683	2,422	5,262	2,543	68,493	10,521*
6	7,360	5,960	1,403	0,673	19,021	2,882

Tabel 4. Variasi pH larutan terhadap jerapan ion Fe^{3+} dengan TBKA

pH	Co (g/L)	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mmol/g) $\times 10^{-2}$	% adsorp	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
1,5	7,730	7,731	3,532	4,201	7,533	54,332	8,401
3	9,332	9,331	2,672	6,661	11,922	71,382	13,322
4	8,202	8,202	2,402	5,801	10,381	70,731	11,601
5	8,202	8,203	1,111	7,092	12,691	86,461	14,181*
6	7,532	7,533	4,202	3,333	5,962	44,221	6,661

Tabel 5. Variasi pH larutan terhadap jerapan ion Pb^{2+} dengan TBMTKA

pH	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mmol/g) $\times 10^{-2}$	% adsorpsi	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
2	7,681	4,211	3,471	1,671	45,181	6,941
3	6,941	5,892	1,051	0,512	15,123	2,102
4	7,682	2,743	4,941	2,380	64,322	9,881*
5	7,681	5,582	2,100	1,011	27,341	4,202
6	7,360	5,891	1,471	0,711	19,970	2,941

Tabel 6. Variasi pH larutan terhadap jerapan ion Fe^{3+} dengan TBMTKA

pH	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mg/L)	$C_{teradsorp}$ (mmol/g) $\times 10^{-2}$	% adsorpsi	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
1,5	7,732	5,061	2,721	4,872	34,961	5,441
3	9,332	4,862	4,473	8,011	47,912	8,942
4	8,202	5,062	3,140	5,623	38,290	6,282
5	8,201	2,602	5,601	10,021	68,002	11,201*
6	7,530	4,401	3,132	5,601	41,562	6,261

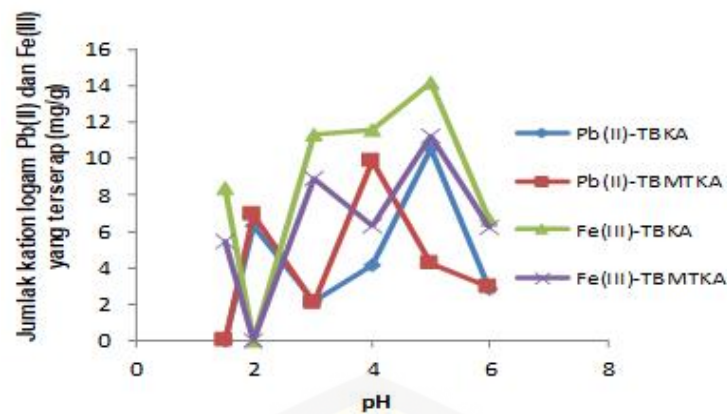
*kapasitas adsorpsi pada pH optimum

Tabel 3, Tabel 4, Tabel 5, dan Tabel 6 menjelaskan ternyata faktor pH terjadi kapasitas adsorpsi TBKA dan TBMTKA berbeda. Gugus -OH pada TBKA merupakan asam lemah terjadi deprotonasi sebesar 4,11 (Araki dkk., 1990). Sehingga, pada $pH < pK_a$, semua gugus -OH pada TBKA dapat terprotonasi menghasilkan muatan positif dan proses adsorpsi ion logam akan menurun. Sebaliknya, jika $pH > pK_a$, satu atau lebih gugus -OH dapat mengalami deprotonasi menghasilkan muatan negatif sehingga meningkatkan interaksi dengan ion logam.

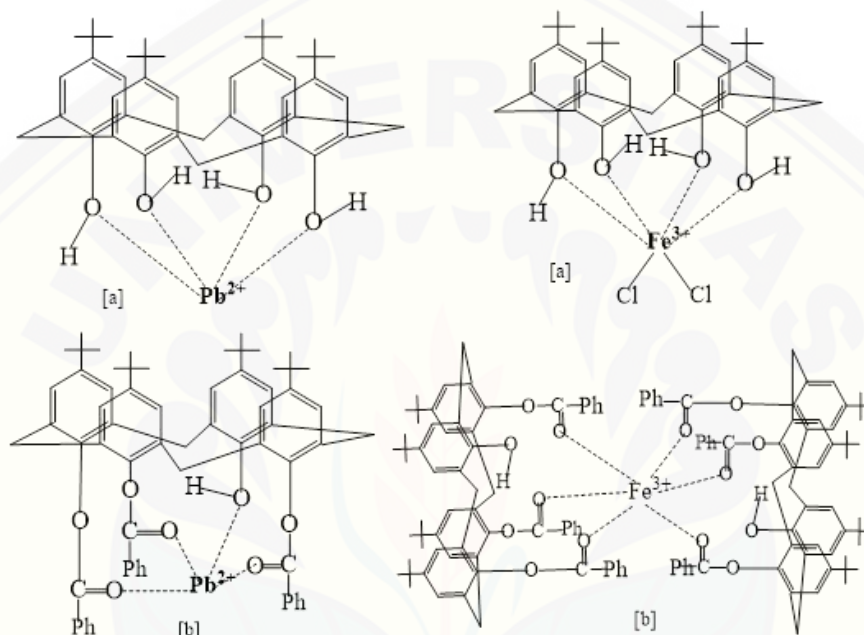
Kapasitas Adsorpsi

Besarnya nilai kapasitas adsorpsi dipengaruhi oleh perubahan pH terhadap kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} dengan TBKA dan TBMTKA, disajikan pada Tabel 3, Tabel 4, Tabel 5, dan Tabel 6 pengaruh pH terhadap adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} secara terpisah pada TBKA dan TBMTKA dilakukan dengan variasi pH awal dari larutan ion logam

antara pH 1,5-6 untuk ion Pb dan antara 2-6 untuk ion Fe^{3+} dengan menambahkan HNO_3 1% atau $NaOH$ 1%. Konsentrasi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} dianalisis menggunakan SSA. Nilai kapasitas adsorpsi disajikan pada Tabel 3, Tabel 4, Tabel 5, dan Tabel 6 secara keseluruhan nilai kapasitas adsorpsi disajikan pada Gambar 3. Pada pH rendah, larutan memiliki ion H^+ dalam jumlah yang tinggi sehingga proses protonasi pada gugus -OH (TBKA atau TBMTKA) serta gugus $C=O$ (TBMTKA) sebagai gugus aktif untuk berinteraksi dengan ion logam. Spesies TBKA dan TBMTKA terprotonasi ini memiliki kerapatan elektron yang rendah sehingga menurunkan kapasitas adsorpsi baik TBKA atau TBMTKA dalam menyerap ion logam. Muatan positif pada gugus -OH dan $C=O$ terprotonasi pada TBKA dan TBMTKA bahkan mengakibatkan efek tolakan dengan ion logam sehingga harga kapasitas adsorpsinya menjadi menurun.



Gambar 3. Variasi pH pada kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} terhadap (a) TBKA dan (b) TBMTKA



Gambar 4. Model kompleksasi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} terhadap (a) TBKA dan (b) TBMTKA

Perbedaan kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} pada kedua adsorban dapat dijelaskan menggunakan konsep asam-basa keras-lunak (HSAB) di mana asam keras (kation dengan ukuran yang kecil dan muatan yang besar) cenderung memiliki interaksi yang lebih kuat dengan basa keras (anion dengan ukuran ion yang kecil dan muatan yang besar), dan sebaliknya. Dalam hal ini, ion Fe^{3+} sebagai asam keras memiliki interaksi yang kuat dengan basa keras (gugus -OH dan C=O) yang ada pada gugus aktif pada TBKA dan TBMTKA dibandingkan dengan ion Pb^{2+} yang relatif lebih lunak. Selain itu, gugus -OH pada TBKA juga merupakan basa keras dibandingkan dengan karbonil sehingga memiliki kapasitas adsorpsi yang baik. Interaksi antara gugus aktif pada TBKA dan TBMTKA, ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} dapat dilihat pada Gambar 4.

Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} pada TBKA dan TBMTKA

Kajian tentang faktor waktu kontak terhadap kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} untuk TBKA dan TBMTKA dilakukan dengan parameter waktu yang diperlukan untuk tercapainya titik kesetimbangan. Untuk melakukan ini, waktu kontak antara larutan ion logam dan adsorban

divariasikan dengan kisaran 0-240 menit (0, 10, 20, 30, 90, 180, dan 240 menit) pada pH optimum hingga diketahui waktu kesetimbangannya (adsorban menjadi jenuh). Merujuk hasil penelitian waktu kontak untuk jerapan ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} masing-masing pada 90 menit pada TBKA dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar $12,69 \times 10^{-2}$ and $34,77 \times 10^{-2}$ mmol g^{-1} . Adapun pada TBMTKA, waktu optimum untuk jerapan ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} masing-masing adalah 30 menit dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar $13,55 \times 10^{-2}$ and $34,38 \times 10^{-2}$ mmol/g. Hasil intepretasi dapat disimpulkan bahwa pada menit-menit awal ($t=10-30$ menit) terjadi kenaikan jumlah ion yang teradsorpsi. Hal ini terjadi karena gugus aktif (gugus OH) pada TBKA sebagian besar belum berinteraksi ion logam hingga pada waktu optimum ($t=30$ menit) di mana gugus aktif pada permukaan TBKA telah jenuh dan perubahan jumlah ion logam yang teradsorpsi tidak lagi signifikan. Hal yang sama juga terjadi pada ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} pada TBMTKA dengan waktu kontak 90 menit. Adapun pada TBMTKA, waktu optimum untuk jerapan ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} masing-masing adalah 30 menit dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar $13,55 \times 10^{-2}$ and $34,38 \times 10^{-2}$ mmol/g pada Gambar 5 dan Tabel 7-10 berikut:

Tabel 7. Variasi waktu kontak terhadap jerapan ion Pb²⁺ terhadap TBKA

Waktu (menit)	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	C _{terjerap} (mg/L)	C _{terjerap} (mmol/g)x10 ⁻²	% adsorpsi
10	30,46	7,66	22,80	11,00	74,85
20		5,90	24,56	11,85	80,63
30		5,20	25,26	12,19	82,92
90		4,15	26,31	12,69	86,37
180		4,49	25,97	12,54	85,26
240		4,49	25,97	12,54	85,26

Waktu kontak optimum = 90 menit, Co larutan awal dan homogen (Cuma satu nilai konsentrasi Co)

Tabel 8: Variasi waktu kontak terhadap jerapan ion Pb²⁺ terhadap TBMTKA

Waktu (menit)	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	C _{terjerap} (mg/L)	C _{terjerap} (mmol/g)x10 ⁻²	% adsorpsi
10	30,46	6,95	23,51	11,35	77,18
20		5,90	24,56	11,85	80,63
30		2,39	28,07	13,55	92,15
90		3,44	27,02	13,04	88,71
180		3,09	27,37	13,09	89,85
240		3,09	27,37	13,09	89,85

Waktu kontak optimum = 30 menit, Co larutan awal dan homogen (Cuma satu nilai konsentrasi Co)

Tabel 9. Variasi waktu kontak terhadap jerapan ion Fe³⁺ terhadap TBMTKA

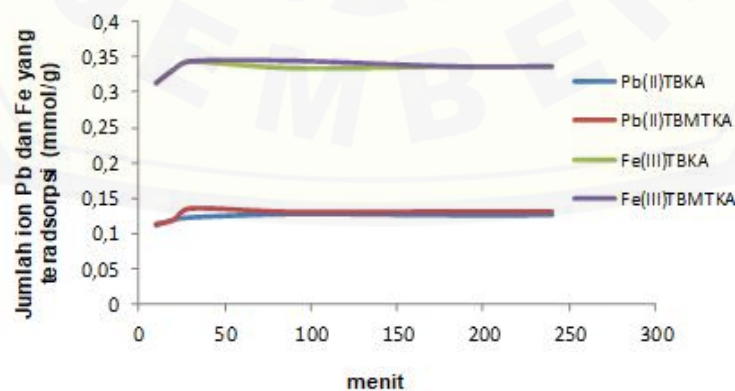
Waktu (menit)	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	C _{terjerap} (mg/L)	C _{terjerap} (mmol/g)x10 ⁻²	% adsorpsi
10	22,44	5,00	17,44	31,23	77,72
20		3,93	18,51	33,14	82,49
30		3,24	19,20	34,38	85,56
90		3,44	18,67	33,42	83,24
180		3,66	18,78	33,63	83,69
240		3,66	18,78	33,63	83,69

Waktu kontak optimum = 30 menit, Co larutan awal dan homogen (Cuma satu nilai konsentrasi Co)

Tabel 10. Variasi waktu kontak terhadap jerapan ion Fe³⁺ terhadap TBKA

Waktu (menit)	Co (mg/L)	Ca (mg/L)	C _{terjerap} (mg/L)	C _{terjerap} (mmol/g)x10 ⁻²	% adsorpsi
10	22,44	5,69	16,71	29,92	74,46
20		5,02	17,42	31,19	77,63
30		3,91	18,08	32,37	80,57
90		3,02	19,42	34,77	86,54
180		3,47	18,98	33,98	84,58
240		3,24	19,20	34,38	85,71

Waktu kontak optimum = 90 menit, Co larutan awal dan homogen (Cuma satu nilai konsentrasi Co)



Gambar 5. Variasi waktu kontak pada jerapan ion Pb²⁺ dan Fe³⁺ pada terhadap (a) TBKA, dan (b) TBMTKA

Dari Gambar 5, dapat diamati bahwa pada menit awal (t=10-30 menit) terjadi kenaikan jumlah ion yang teradsorpsi. Hal ini terjadi karena gugus OH pada permukaan TBKA sebagian besar belum berinteraksi ion logam hingga pada waktu optimum (t=30 menit) di mana gugus aktif pada

permukaan TBKA telah jenuh dan perubahan ion logam yang terjerap tidak lagi signifikan. Hal yang sama juga terjadi pada adsorbansi ion Pb²⁺ dan Fe³⁺ pada TBMTKA dengan waktu optimum 90 menit (Gambar 5). Perbedaan kapasitas adsorpsi ion Pb²⁺ dan Fe³⁺ pada kedua bahan

penjerap dapat dijelaskan menggunakan konsep asam-basa keras-lunak (HSAB) di mana asam keras (kation dengan ukuran yang kecil dan muatan yang besar) cenderung memiliki interaksi yang lebih kuat dengan basa keras (anion dengan ukuran ion yang lebih kecil dan muatan yang lebih besar). Dalam hal ini, ion Fe^{3+} sebagai asam keras memiliki interaksi yang lebih kuat dengan basa keras (gugus hidroksil dan ester) yang ada pada gugus aktif pada TBKA dan TBMTKA dibandingkan dengan ion Pb^{2+} yang relatif lebih lunak. Selain itu, gugus hidroksil pada TBKA juga merupakan basa keras dibandingkan dengan ester (gugus karboksilat) sehingga memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih baik sehingga proses interaksi antara gugus aktif dengan ion logam pada TBKA lebih rendah kapasitas adsorpsinya dibandingkan dengan TBMTKA

4. KESIMPULAN

Kajian kapasitas adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} terhadap TBKA dan TBMTKA yang digunakan sebagai bahan penjerap telah dilakukan. Proses jerapan dengan variasi pH dapat mempengaruhi kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dan Fe^{3+} . Kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dengan TBKA pada pH 2; 3; 4; 5; dan 6 berturut-turut adalah 6,32; 2,16; 4,14; 10,52; dan 2,88 mg/g dan kapasitas adsorpsi ion Fe^{3+} dengan TBKA pada pH 1,5; 3; 4; 5 dan 6 berturut-turut adalah 8,4; 13,32; 11,6; 14,18; dan 6,66 mg/g, untuk kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} dengan TBMTKA pada pH 2; 3; 4; 5; dan 6 berturut-turut adalah 6,94; 2,10; 9,88; 4,20; dan 2,94 mg/g dan kapasitas adsorpsi ion Fe^{3+} dengan TBMTKA pada pH 1,5; 3; 4; 5 dan 6 berturut-turut adalah 5,44; 8,94; 6,28; 11,20; dan 6,26 mg/g.

PERSANTUNAN

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya atas bantuan keuangan yang diberikan oleh Proyek Sumber Daya Iptek dan DIKTI (Nomor Kontrak: T/125/D2.3/KK.04.03/2019).

DAFTAR PUSTAKA

- Akkus, G.U., Memon, S., Sezgin, M., & Yilmaz, M. (2009). Synthesis of Calix(aza)crown and its Oligomeric Analogue for the Extraction of Selected Metal Cations and Dichromate Anions. *Clean*, 37(2), 109–114.
- Albretsen, J. (2006). The Toxicity of Iron, An Essential Element. *Veterinary Medicine*, 82–90.
- Araki, K., Iwamoto, K., Shinkai, S., & Matsuda, T. (1990). "pKa" of Calixarenes and Analogs in Nonaqueous Solvents. *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 63(12), 3480–3485.
- Arifin, Z., Puspitasari, R., & Miazaki, N. (2012). Heavy Metal Contaminations in Indonesian Coastal Marine Ecosystems: A Historical Perspective. *Coast. Mar. Sci.*, 5(1), 227–233.
- Atkins. P.W. (1999). *Kimia Fisika*, jilid II, Edisi Ke-empat. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Babel, S., & Kurniawan, T.A. (2003). Low-Cost Adsorbents for Heavy Metals Uptake from Contaminated Water: A Review. *J. Hazard. Mater.*, B97, 219–243.
- Bhasin, G., Kauser, H., & Athar, M. (2002). Iron Augments Stage-I and Stage-II Tumor Promotion in Murine Skin. *Cancer Lett.*, 183, 113–122.
- Busroni, Siswanta, Santosa, S.J., & Jumina. (2017). Study of Pb(II) and Fe(III) Metal Cations Adsorption into p-tertbutylcalix[4]arene as adsorbent: Kinetic Adsorption. *Int. J. Adv. Res.*, 5(9), 574–580.
- Busroni. (2013). Synthesis and Characterization of mono(carboxy methoxy)-tert.butylcalix[4]arenes via In Direct Alkylation. *Proceeding. The 2nd Internasional, Conference of The Indonesian Chemical Society 2013 (ICICS)*, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Chaturvedi, S., & Dave, P.N. (2012). Removal of Iron for Safe Drinking Water. *Desalination*, 303, 1–11.
- Deligöz H., and Erdem, E. (2000). Solvent Extractions of Fe^{3+} Cation by Diazo-Coupling Calix[4]arenes, *Turk. J. Chem.*, 24, 157–163.
- Firdaus. (2007). Sintesis Turunan Amina, Amida, Asam Aminoasetat, dan Ester Etil Aminoasetat Kaliks[4]arena dan Penggunaannya sebagai Ekstraktan Ion Logam Berat Cr^{3+} , Cd^{2+} , dan Pb^{2+} , Disertasi Doktor, Pascasarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Flora, G., Gupta, D., & Tiwari, A. (2012). Toxicity of Lead: A Review with Recent Updates. *Interdiscip. Toxicol.*, 5(2), 47–58.
- Gutsche, C.D., & Iqbal, M. (2005). *Organic Syntheses, Inc. All Rights Reserved.*
- Gutsche, C.D., Lin, L-G. (1986). Calixarenes 12. The Synthesis of Functionalized Calixarenes, *Tetrahedron*, 42(6), 1633–1640.
- Handayani, D.S., Jumina, J., Siswanta, D., & Mustofa. (2012). Adsorpsi Ion Logam Pb(II), Cd(II), dan Cr(III) oleh Poly-5-Allil-Kaliks[4]arena Tetraester. *J. Manusia dan Lingkungan*, 19(3), 218–225.
- Handayani, D.S., Jumina, J., Siswanta, D., Mustofa, M., Ohto, K., & Kawakita, H. (2011). Adsorption of Pb(II), Cd(II), and Cr(III) from Aqueous Solution by Poly-5-Allyl-Calix[4]arene Tetra Carboxylic Acid. *IJC*, 11(2), 191–195.
- Jumina, Ratnaningsih, E. S., Brajna, P., Ika H., Siswanta, D, Sri, J.S, Chairil A., Hardjono S., Keisuke O., & Tatsuya O. (2007). Adsorption Characteristics of Pb(II) and Cr(III) onto C-4-Methoxyphenylcalix[4]resorcinarene in Batch and Fixed Bed Column Systems, *Journal of the Chinese Chemical Society*, 54, 1167–1178.
- Kusumaningsih, T., Jumina, Siswanta, D., Mustofa, Ohto, K., & Kawakita H. (2011). Synthesis, Characterization and Adsorption Test of poly-tetra-p-propenyltetrahydroxycalix[4]arene for Cadmium Ion. *186 Indo. J. Chem. (2)*, 186–190.
- Kusumaningsih, T., Jumna, Siswanta, D., Mustofa, Ohto, K., & Kawakita, H. (2012). Synthesis of Poly-Tetra-p-Allylcalix[4]arene tetra acetic acid Adsorbent for Cr(III) and Pb(II) Metal ions. *Internatiol Journal of*

- Technology, 2, 93–102.
- Ngurah, B.I.G.M., Jumina, J., Anwar, C., & Mustofa, M. (2014). Synthesis and Characterization of Octaethoxycalix[4]arene for Heavy Metal Cations Adsorbent. *Adv. Mater. Res.* 1043, 81–84.
- Pearson, R.G. & Jon S. (1966). Application of the Principle of Hard and Soft Acids and Bases to Organic Chemistry, *J. Am. Chem. Soc.*, 89(8), 1827–1836.
- Pearson, R.G. (1963). Hard and Soft Acids and Bases, *J. Am. Chem. Soc.*, 85, 3533–3539.
- Prabawati, S.Y., Jumina, J., Santosa, S.J., & Mustofa, M. (2011). Synthesis of Polypropylcalix[6]arene from p-tert-Butylphenol as Adsorbent for Cr(III) Metal Ion. *Indo. J Chem.* 11(1), 37–42.
- Prabawaty, S., Y., Jumina, Santosa, S. J., & Mustofa, Ohto, K. (2012). “ Study On The Adsorption Properties Of Novel calyx[6]arene Polymer For Heavy Metal Cations”, *Indo. J. Chem.* 12, (1), 28–34.
- Riza, F., Bambang, A.N., & Kismartini, K. (2016). Water Environment Pollution of Heavy metals Pb, Cd and Hg in Jepara Kartini Beach central Java, Indonesia. *Res. J. Marine Sci.*, 4(1), 1–4.
- Rosas, C. C. (2010). Synthesis and Application of Manganese Dioxide Coated Magnetite for Removal of Metal Ions from Aqueous solutions, Dissertation Doctor.
- Roundhill, D. M. (2004). Strategis for The Removal of Toxic Metal from Soils and Waters. *Journal of Chemical Education*, 81 (2), 275–282.
- Salgado, P., Melin, V., Contresas, D., Moreno, Y., & Mansilla, H.D. (2013). Fenton Reaction Driven by Iron Ligands. *J. Chil.Chem. Soc.* 58(54), Concepcion.
- Siswanta, D., Jumina, Anggraini, M., Mardjan, M.I.D., Mulyono., & Ohto, K. (2016). Adsorption Study of Pb(II) on Calx[4]resorcinarene-Chitosan Hybrid. *International Journal of Applied Chemistry*, 12(1), 11–22.
- Solangi, I.B., Memon, S., & Bhangar, M.I. (2009). Synthesis and Application of A Highly Efficient Tetraester Calix[4]arene Based Resin for The Removal of Pb²⁺ from Aqueous Environment. *Anal. Chim. Acta.*, 638, 146–153.
- Tabakci, M., Erdemir, S., & Yilmaz, M. (2007). Preparation, Characterization of Cellulose-Grafted with Calix[4]arene Polymers for The Adsorption of Heavy Metals and Dichromate Anions. *J. Hazard. Mater.*, 148, 428–435.
- Utomo, S.B. (2012). Kinetics and Equilibrium Model Of Pb(II) and Cd(II) Adsorption Onto Tetrakis-Thiomethyl-C-4-Methoxyphenylkaliks[4]resorcinarene, *Indo J. Chem.*, 12(1), 49–56.