

**PROPOSAL  
PENELITIAN MANDIRI**



**Sintesis dan Karakterisasi  
senyawa C-4-phenil-mono(etoksi-karbonilmetoksi)-  
kaliks[4]resorcinarena**

**PENGUSUL**

**Dr. Drs. Busroni, MSi  
0015055916**

**UNIVERSITAS JEMBER  
NOVEMBER 2017**

HALAMAN PENGESAHAN  
PENELITIAN MANDIRI

1. Judul : Sintesis dan Karakterisasi senyawa C-4-phenil-  
mono(etoksi-karbonil-metoksi)-  
kaliks[4]resorcinarena
2. Ketua Tim
- a. Nama : Dr/ Drs. Busroni, MSi
- b. NIDN : 0015055916
- c. Jabatan / Gol. : Lektor Kepala / IV-a
- d. Program Studi : Kimia
- e. Nomor HP : 081803516287
- f. Alamat Surel : bush\_yogyakarta@yahoo.com
3. Lokasi Kegiatan : Lab. Kimia Organik-FMIPA, Univ. Jember
4. Lama Penelitian : 7 (tujuh bulan) Mei s/d November 2016
5. Biaya Total : Rp. 2.000.000,- ( dua juta rupiah )  
(Sumber Dana Mandiri)

Jember, 28 NOV 2017

Mengetahui,  
Dekan FMIPA UNEJ

Ketua Peneliti

Drs. Sujito, PhD  
NIP. 196102041987111001

Dr Drs. Busroni, Msi  
NIP. 195905151991031007

Menyetujui,  
Ketua LP2M Universitas Jember

Prof. Ir Achmad Subagio, M.Agr. Ph.D  
NIP/NIK 196905171992011001

**DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
DAFTAR ISI	iii
RINGKASAN PENELITIAN	iv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian	2
1.3.1 Tujuan Umum Penelitian	2
1.3.2 Tujuan Khusus Penelitian	2
1.3.3 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Kaliksarena	4
2.2 Penomoran Kaliksarena	6
BAB III LANDASAN TEORI	9
3.1 Landasan Teori	9
3.2 Hipotesis	10
3.3 Rancangan Penelitian	11
BAB IV METODA PENELITIAN	12
4.1 Bahan Penelitian	12
4.2 Alat Penelitian	12
4.3 Prosedur Percobaan	13
4.4 Jadwal Penelitian	14
BAB V 5.1 Hasil dan Pembahasan	
BAB VI 6.1 Kesimpulan	
DAFTAR PUSTAKA	16
LAMPIRAN	17

## RINGKASAN PENELITIAN

Oleh:

**Dr. Drs. Busroni, Msi**

**E-mail: bush\_yogyakarta@yahoo.com**

Diversifikasi adsorben kaliksresorcinarena merupakan terobosan baru untuk mengatasi pencemaran perairan. Dalam penelitian ini akan dikembangkan adsorben relatif baru untuk mengatasi masalah pencemaran perairan sehingga perlu dilakukan sintesis material organik berbasis material. Secara khusus, tujuan penelitian ini adalah : (1) mensintesis senyawa C-4-phenilkaliks[4]resorcinarena, (2) mensintesis senyawa C-4-phenil-mono(etoksi karbonil metoksi)kaliks[4]resorcinarena dengan FTIR. Hasil penelitian ini akan diperoleh material. Hasil kajian Fundamental novelty adsorben akan diaplikasikan untuk penyerap limbah zat warna dan akan dihasilkan publikasi ilmiah

Kata kunci: C-4-phenilkaliks[4]resorcinarena, mono(kaliks[4]resorcinarena

## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Banyak upaya telah dilakukan untuk mengurangi konsentrasi kation logam berat, karena dilandasi oleh sejumlah fakta tentang akibat yang ditimbulkan oleh keberadaan kation logam berat, khususnya di perairan. Beberapa metode yang telah dikembangkan seperti: metoda ekstraksi/penjerapan, telah dilaporkan untuk mengatasi masalah lingkungan khususnya adanya polutan pada perairan serta mengatasi pencemaran lingkungan. Untuk mengatasi ini maka telah dibuatlah senyawa kaliksarena dan beberapa turunan kaliks[4]crown, material kaliks[4]crown dapat diaplikasikan sebagai adsorben/ penjerap, khususnya untuk menghilangkan senyawa bahan-bahan organik dan anorganik dalam media air (Takimoto Tatsuya, Kyoto Univ./ <http://scielinks.JP/J.east/artcle/2005>).

Sebagai konsekuensinya kehadiran kation logam berat perlu dipisahkan atau dieliminasi atau dihilangkan keberadaannya atau dikurangi konsentrasinya sebelum kation logam berat dimasukkan atau masuk ke dalam rantai makanan (Roundhill, 2004). Racun oleh timbal sangatlah berpengaruh pada anak-anak, disebabkan cat banyak digunakan pada rumah tinggal dan jika logam ini berada dalam darah sampai 10  $\mu\text{g/mL}$  dapat berpengaruh terhadap kecerdasan seseorang (reading disabilities) (Roundhill, 2004). Metoda adsorpsi telah terbukti efektif untuk mengurangi konsentrasi logam di perairan seperti yang telah dilaporkan oleh berbagai penelitian, diantaranya dengan menggunakan berbagai adsorben polimer propilkaliks[4]arena yang mana telah dapat digunakan untuk mengadsorpsi kation logam Pb(II) (Utomo, 2007).

Konsentrasi Pb dalam perairan tidak tergantung pada musim, tetapi pada kedalamannya. Ion timbal yang terdapat dalam air dapat masuk ke dalam tubuh ikan dan hewan air lainnya. Umumnya kadar alami Pb dalam air adalah 0,03  $\mu\text{g/mL}$  di air laut dan 0,3  $\mu\text{g/mL}$  di air sungai.

Adsorpsi adalah proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik menarik antar molekul atau interaksi kimia atau suatu akibat dari gaya pada permukaan padatan yang menarik molekul gas atau

cairan. Senyawa kaliksarena merupakan objek penelitian yang luas dan mempunyai kapasitas untuk membentuk kompleks dengan variasi tamu (kation logam) dan karena mempunyai gugus fungsi selektif, penggunaannya sangat luas serta memiliki banyak keunggulan salah satunya dapat dikembangkan pada senyawa makrosiklis dalam pengetahuan supramolekul.

Berdasarkan uraian tersebut maka pada penelitian ini akan disintesis senyawa tert-butilkaliks[4]arena yang akan difungsikan sebagai penjerap kation logam berat

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan dari beberapa fakta yang telah dipaparkan, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa C-4-Phenilkaliksresorcinaarena. Keunggulan dari penelitian ini adalah senyawa C-4-Phenilkaliksresorcinaarena dan monokaliksresorcinaarena diharapkan bermanfaat sebagai adsorben. Sejauh pelurusan peneliti bahwa senyawa monokaliksresorcinaarena yang menjadi senyawa target sintesis dalam penelitian ini dapat dimanfaatkan sebagai senyawa adsorben untuk polutan zat warna, serta dapat diaplikasi sebagai bahan penjerap kation logam berat .

## **1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian**

### **1.3.1 Tujuan Umum Penelitian**

Secara umum tujuan penelitian ini adalah mengkaji pembuatan dan karakterisasi senyawa C-4-Phenilkaliksresorcinaarena dan monokaliksresorcinaarena dan penggunaannya sebagai penjerapan zat warna dan kation logam berat.

### **1.3.2 Tujuan penelitian :**

1. Mensintesis senyawa adsorben baru yaitu: C-4-Phenilkaliksresorcinaarena dan monokaliksresorcinaarena dan dapat dipergunakan sebagai bahan penjerap zat warna dan kation logam berat
2. Melakukan Karakterisasi senyawa target menggunakan spektroskopi FTIR, titik leleh

3. Adsorben organik dan dimungkinkan menjadi acuan dasar untuk pengembangan IPTEK dalam bidang material adsorben organik
4. Terciptanya atmosfer akademik yang kondusif.

### 1.3.3 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diberikan dari penelitian antara lain:

1. Senyawa C-4-Phenilkaliksresorcinarena dan monokaliksresorcinarena , merupakan senyawa makromolekul dengan multiligan dan dapat berinteraksi dengan kation membentuk senyawa kompleks sehingga senyawa ini dapat dimanfaatkan sebagai penjerap zat warna dan kation logam, dampak secara luas, senyawa C-4-Phenilkaliksresorcinarena dan monokaliksresorcinarena adalah material sorbent yang relatif baru dan dapat diaplikasikan untuk penjerapan dalam pengendalian lingkungan yang mengandung polutan zat warna dan kation logam berat.
2. Metoda penjerapan dengan pengadukan menggunakan C-4-Phenilkaliksresorcinarena dan monokaliksresorcinarena sebagai bahan penjerap untuk menghilangkan zat warna dan logam berat, dan adsorbent dapat dilakukan regenerasi.
3. Adsorben organik dan dimungkinkan menjadi acuan dasar untuk pengembangan IPTEK dalam bidang material adsorben organik.
4. Terciptanya iklim atmosfer akademik yang kondusif.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Kaliksarena

Kaliksaren dan kaliksresorcinarena adalah senyawa makrosiklis yang terdiri dari unit-unit fenolik yang dihubungkan oleh jembatan metilen, membentuk rongga hidrofobik yang mampu membentuk kompleks dengan molekul ataupun kation. Kaliksaren dan kaliksresorcinarena berasal dari bahasa Yunani yaitu kaliks berarti pot atau mangkok dan arene menunjukkan jumlah cincin fenolik yang dihubungkan dengan jembatan metilen. Senyawa kaliksarena dan kaliksresorcinarena adalah berbentuk oligomer siklik dari fenol dan dapat menerima bermacam – macam bentuk konformasi dan rongga yang bersifat hidrofobik/takut air. Kaliksresorcinarena dapat ditata ulang atau dimodifikasi dengan mengembangkan gugus fungsi pada cincin aromatik atau pada gugus fenol dan secara berturut turut adalah bagian *upper rim* dan *lower rim* pada kaliksarena. Sebagai contoh, sebuah siklik tetramer diturunkan dari resorcinol dinamakan C-4-phenilkalksresorcinarena

#### 3.2 Kaliks[4]arena dan kaliks[4]resorcinarena

Kaliksarena dan kaliksresorcinarena adalah senyawa makrosiklis yang terdiri dari unit-unit fenolik yang dihubungkan oleh jembatan metilen, membentuk rongga hidrofobik yang mampu membentuk kompleks dengan molekul ataupun kation. Kaliksaren berasal dari bahasa Yunani yaitu kaliks berarti pot atau mangkok dan arene menunjukkan jumlah cincin fenolik yang dihubungkan dengan jembatan metilen. Senyawa kaliksarena adalah berbentuk oligomer siklik dari fenol. Senyawa kaliksarena berbentuk oligomer siklik dari fenol dan dapat menerima bermacam–macam bentuk konformasi dan rongga yang bersifat hidrofobik. Kaliksarena dan kaliksresorcinarena adalah senyawa makromolekul dapat ditata ulang atau dimodifikasi dengan mengembangkan gugus fungsi pada

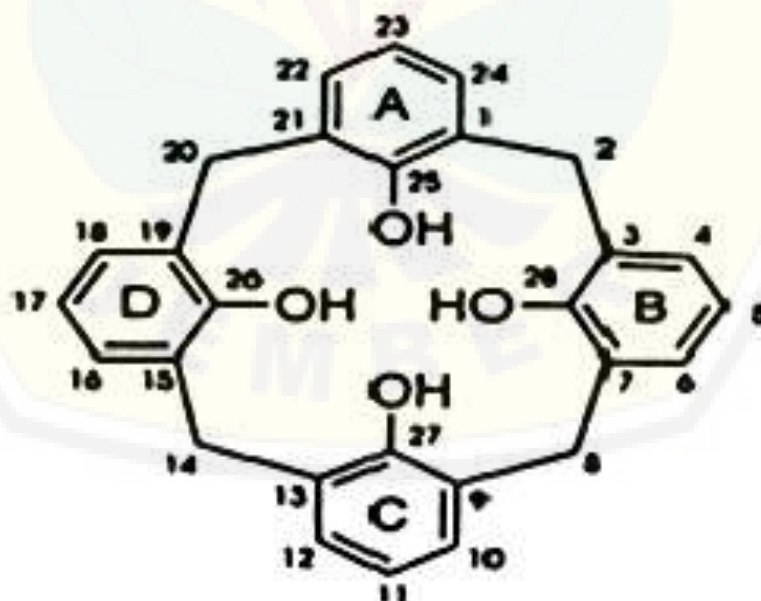


cincin aromatik atau pada gugus fenol atau bagian atas “upper rim” dan bagian bawah “lower rim” baik pada kaliksarena atau kaliksresorcinaarena

## 2.2 Penomoran Kaliks[4]arena

Struktur kaliksarena dapat diderivatisasi dalam hal ukuran rongga dan gugus fungsi pada bagian atas maupun bagian bawah untuk menghasilkan senyawa yang secara analitis selektif membentuk kompleks. Struktur kaliksarena berbentuk rongga silindris dan tajam, dimana sisi rongga lebar pada bagian atas (*Upper rim*) dan sempit pada bagian bawah (*Lower rim*), Hamilton (1995). Jembatan metilen di antara cincin fenol dapat berotasi sehingga kaliksarena memiliki bentuk konformasi yang berbeda-beda. Seperti pada p-tert-butilkalis[4]arena lebih sering diasumsikan memiliki konformasi kerucut, kerucut sebagian, 1,2-berselang dan 1,3-berselang (Shinkai, 1997).

Struktur dasar kaliks[4]arena mempunyai tatanama penomoran tersendiri didasarkan dari urutan atom C. Kaliks[4]arena, kaliks[6]arena, kaliks[8]arena tergolong senyawa makromolekul seperti pada Gambar 2.1 berikut:



**Gambar 2.1** Model gambar penomoran berturut turut adalah: kaliks[4]arena-25,26,27,28-tetrol (sumber: Gutsche Kaliksarene in Monographs in Supramolecular Chemistry; Stoddart, J. F., Ed.; Royal Society of Chemistry: Cambridge; (1989.)

### BAB III

#### LANDASAN TEORI

##### 3.1 Landasan Teori

Menurut Tung *et al.* (1997), kaliksaren dapat membentuk kompleks dengan jenis senyawa aromatik dalam larutan polar non-air. Senyawa kaliksaren berbentuk basket sangat berpotensi sebagai host-guest. Dalam hal ini senyawa kaliksaren berkemampuan sebagai penjepit molekul organik. Senyawa kaliksaren dapat disintesis serta diderivatisasi pada “*Lower Rim*”, oleh karena itu bagian upper rim pada kaliksaren merupakan bagian yang lambat untuk dikembangkan. Kestabilannya dapat meliputi seluruh molekul dalam bentuk padatan dan jelas terbukti untuk masukan kompleks kaliksaren dalam larutan dan sebagian besar meliputi bagian takut akan air dengan sifat relatif non polar pada rongga kaliksaren dan hanya beberapa kompleks dalam pengomplekan dengan molekul netral. Hal ini diperlihatkan oleh beberapa turunan kaliksaren yang mempunyai kemampuan untuk mengikat substrat non polar di dalam larutan polar non aquaeous dan sebagai pemacu interaksi kompleks dengan lipofilik.

Kebanyakan senyawa makrosiklis dapat dikembangkan sebagai supramolekul, serta kombinasi beberapa konsep-konsep dendrimer. Kaliksaren dapat memberikan alasan penting tentang kelas baru untuk ditingkatkan sebagai dendrimer serta dapat disintesis melalui reaksi yang sederhana serta dapat diakui sebagai senyawa supramolekul yaitu: (1). Senyawa kaliksaren mempunyai dua sifat yaitu bagian tidak suka air dan bagian suka air, (2). Mudah dilakukan modifikasi, (3). Mempunyai kemampuan dalam pembentukan kompleks dengan jenis tamu (kation atau anion) dan selektif terhadap gugus fungsi, (4). Memperkuat penggunaan dalam kontruksi arsitektur seperti kalikscrown, kalikskriptand, kaliksperand, dan kalikskavitand. Penerapan kaliksaren sudah cukup luas yaitu diantaranya sebagai bahan katalis, surfaktan, material sensor, elektronik moses, sensor ion selektif, industri potografi, toner, stabilizer film, adsorben logam berat, fasa diam kromatografi, industri kosmetik, membran, dan sebagai agen ekstraksi.

Utomo (2007), melaporkan sintesis senyawa polipropilkaliks(4)arena dari reaksi polimerisasi 25-alliloksi-26,27,28-trihidroksikaliks(4)arena dan senyawa tersebut dapat digunakan sebagai bahan pengadsorpsi kation  $Pb^{2+}$

Monoalkilasi juga telah dilakukan oleh Groenen *et al.* (1997), untuk mendapatkan turunan senyawa mono(etoksikarbonil metoksi)kaliks[4]arena dengan cara merefluks selama 50 jam campuran senyawa p-tert-butilkaliks[4]arena dengan etil-2-kloroasetat,  $K_2CO_3$ ,  $CH_3CN$ , diperoleh rendemen 61% dan titik leleh 275-276 °C.

### 3.3 Rancangan Penelitian

#### 4.4.1.1 Sintesis C-4-phenilkaliks[4]resorcinarena (1)

(Utomo, 2007 dan Sarjono, dkk., 1999, Jumina, dkk., 2007)

1 mol benzaldehida dilarutkan dalam etanol absolut sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga kemudian dimasukkan 1 mol resorcinol sambil dilakukan pengadukan dan dipanaskan serta ditambahkan 1 mL asam sulfat sebagai katalis. Larutan campuran dilakukan proses refluks selama 24 jam kemudian didinginkan. Endapan yang terjadi disaring dan dicuci dengan aquadest sampai netral. Endapan kemudian di keringkan dalam oven dengan panas sedang sampai kering. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR

#### 4.4.1.2 C-4-phenil-mono-(etoksi-karbonil-metoksi)-kaliks[4]resorcinarena (2)

(Utomo, 2007 dan Sarjono, dkk., 1999, Jumina, dkk., 2007)

1 mol senyawa (1) dilarutkan dalam kloroform sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga kemudian dimasukkan 0,125 mol ethyl-2-bromoasetat sambil dilakukan pengadukan dan dipanaskan serta ditambahkan 1 mL Kalium Karbonat. Larutan campuran dilakukan proses refluks selama 24 jam kemudian didinginkan. Pelarut dievaporasi akan diperoleh endapan dan dikeringkan sedang sampai kering. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

Metode penelitian yang menggambarkan seluruh Penelitian Disertasi disajikan dalam bagan metode Penelitian yang terdiri atas lima tahapan, yaitu:

Sintesis : C-4-phenilkaliks[4]resorcinarena (1)

Sintesis : C-4-phenil-mono-(etoksi-karbonil-metoksi)-kaliks[4]resorcinarena (2)

**Karakterisasi senyawa menggunakan:** Spektroskopi: FTIR

#### **4.1. Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang diperlukan pada penelitian ini meliputi:

Resorcinol p.a. (Merck); HCl p.a. (Merck); NaHCO<sub>3</sub>, p.a. (Merck); K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, p.a. (Merck); ethanol p.a. (Merck); Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrous; Khloroform p.a. (Merck); Aceton p.a. (Merck); lokasi penelitian Laboratorium Kimia Organik, FMIPA - UNEJ

#### **4.2 Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan: alat-alat gelas laboratorium, penangas es, pengaduk magnet, satu set alat refluks, penangas listrik, lemari asam, penyaring Buchner, timbangan analitis (Libror EB-30 Shimadzu), satu alat Dean-Stark; desikator, pendingin bola, alat penentu titik lebur (Electrothermal-9100), spektrofotometer inframerah (FTIR, Shimadzu-8201PC)

### 4.3. Prosedur Percobaan

#### 4.3.1. C-4-phenilkaliks[4]resorcinarena (1) (Utomo, 2007 dan Sarjono, dkk., 1999, Jumina, dkk., 2007)

1 mol benzaldehida dilarutkan dalam etanol absolut sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga kemudian dimasukkan 1 mol resorcinol sambil dilakukan pengadukan dan dipanaskan serta ditambahkan 1 mL asam sulfat sebagai katalis. Larutan campuran dilakukan proses refluks selama 24 jam kemudian didinginkan. Endapan yang terjadi disaring dan dicuci dengan aquadest sampai netral. Endapan kemudian di keringkan dalam oven dengan panas sedang sampai kering. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR

#### 4.3.2 C-4-phenil-mono-(etoksi-karbonil-metoksi)-kaliks[4]resorcinarena (2) (Utomo, 2007 dan Sarjono, dkk., 1999, Jumina, dkk., 2007)

1 mol senyawa (1) dilarutkan dalam kloroform sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga kemudian dimasukkan 0,125 mol ethyl-2-bromoasetat sambil dilakukan pengadukan dan dipanaskan serta ditambahkan 1 mL Kalium Karbonat. Larutan campuran dilakukan proses refluks selama 24 jam kemudian didinginkan. Pelarut dievaporasi akan diperoleh endapan dan dikeringkan sedang sampai kering. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR

### 4.4 Jadwal Penelitian

No.	Jenis Kegiatan	Tahun ke-1						
		1	2	3	4	5	6	7
1	Persiapan Alat dan Bahan	1						
2	C-4-phenilkaliks[4]resorcinarena (1)		1	1				
3	C-4-phenil-mono-(etoksi-karbonil-metoksi)-kaliks[4]resorcinarena (2)		1	1				
4	Karakterisasi Hasil : FTIR				1			
5	Pengolahan Data						1	
6	Laporan						1	

## BAB 5 HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode adsorpsi merupakan tehnik konvensional yang dinilai sangat efektif dalam mengeliminasi berbagai jenis polutan baik zat warna maupun logam berat. Metode ini mengandung banyak keuntungan karena menggunakan tehnik sederhana dan fleksibel, menggunakan sedikit energi dan biaya operasional sangat murah. Metode ini dapat digunakan jika material yang digunakan juga harus memiliki nilai ekonomis tinggi dengan biaya pembuatannya harus murah dan bersifat green chemistry artinya proses pembuatannya sangat mempertimbangkan aspek green dan tidak mencemari lingkungan. Adapun material adsorben yang akan disintesis menggunakan material sederhana antara lain resorcinol, benzaldehyde, Asam dan Etanol, dimana setelah bahan bahan tersebut dicampur dan direfluks selama 24 jam, apabila komposisi bahan bahan tersebut sebelum dicampur dan dihitung komposisinya secara proporsional maka limbah yang dibuang ke lingkungan tidak akan mencemari lingkungan. Senyawa yang akan disintesis adalah C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena dan turunannya akan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

Secara umum, penelitian ini terbagi menjadi dua bagian yaitu 1) sintesis dua turunan *p-tert-butilkaliks[4]arena* (TBKA dan TBMTKA); 2) kajian adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBKA dan TBMTKA. Sintesis dua turunan *p-tert-butilkaliks[4]arena* dilakukan dalam dua tahap reaksi meliputi siklokondensasi *p-tert-butilfenol* dan formaldehida menghasilkan TBKA dan asilasi TBKA dengan benzoil klorida dan katalis piridina menghasilkan TBMTKA. Kajian adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada kedua adsorban dilakukan dalam tiga tahap yaitu optimasi beberapa parameter dalam proses adsorpsi (pH, waktu kontak, dan konsentrasi awal ion logam), kajian kinetika adsorpsi (model kinetika Lagergren dan model kinetika Ho), dan isoterm adsorpsi (persamaan Langmuir dan persamaan Freundlich).

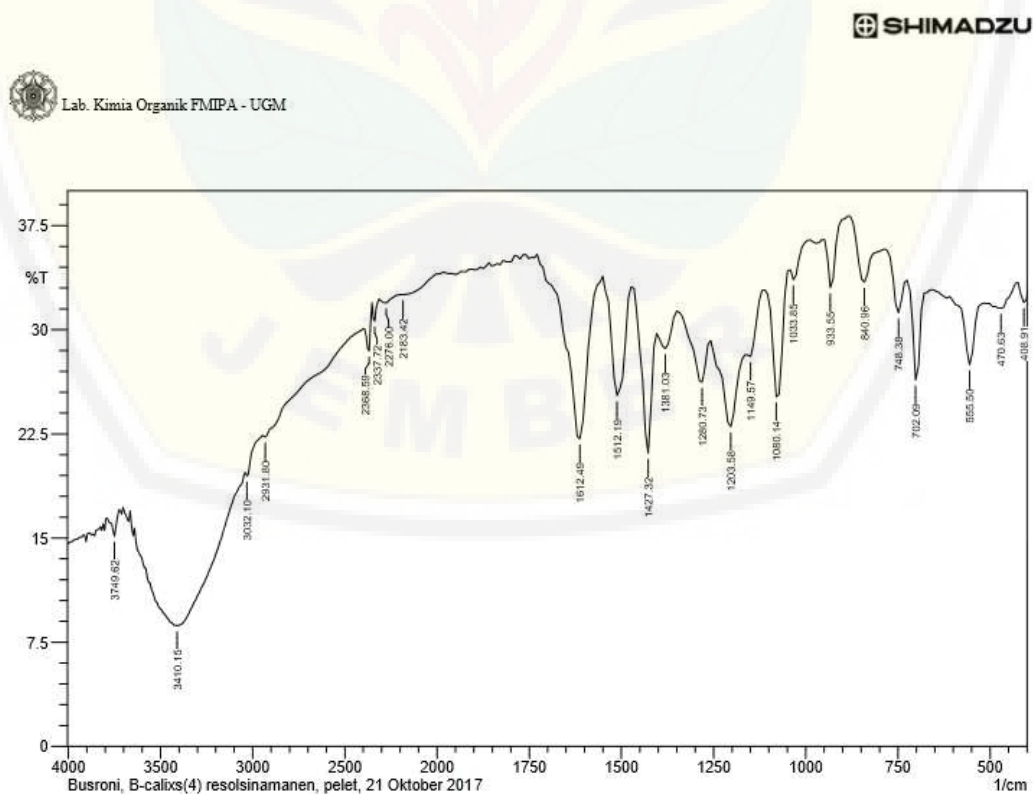
### 5.1 Sintesis senyawa C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena

Sintesis senyawa C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena dilakukan melalui reaksi siklokondensasi resorcinol dengan benzaldehyde dalam suasana asam.



Produk yang di peroleh berupa kristal putih dengan rendemen 70 % dan titik leleh 350-353 °C(ref). Reaksi terjadi dalam dua tahap yaitu reaksi kondensasi terkatalis asam membentuk prekursor siklooligomer atau siklooktamer dalam media etanol, dan pembentukan siklotetramer melalui pemanasan hingga 40 °C selama 24 jam dalam pelarut etanol.

Spektra IR dari produk reaksi menunjukkan beberapa serapan khas dari gugus-gugus pada senyawa C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena antara lain keberadaan serapan kuat yang melebar pada 3410,15  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan daerah serapan O-H, serapan pada 1381,03  $\text{cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ , dan adanya serapan pada 1612,49  $\text{cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}=\text{C}$  aromatik. Gugus-gugus lain yang teridentifikasi adalah  $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$  pada daerah 2931,8  $\text{cm}^{-1}$ ,  $-\text{CH}_2-$  jembatan metilen pada 1458  $\text{cm}^{-1}$ , dan C-O eter pada 1204  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra IR juga menunjukkan bahwa tidak ada perubahan pada gugus fungsi lain seperti serapan pada daerah 1612,12  $\text{cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}=\text{C}$  aromatik, 2931,8  $\text{cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ , 1427,32  $\text{cm}^{-1}$  dari jembatan metilen ( $-\text{CH}_2-$ ) dan 1280,73  $\text{cm}^{-1}$  dari gugus C-O aromatik.

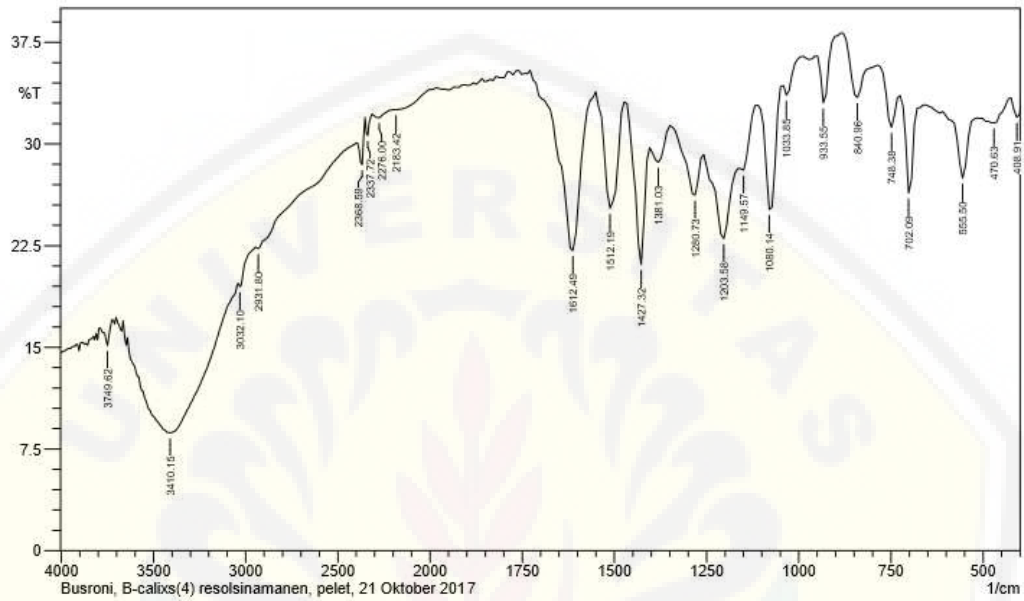


Gambar 5.1 Spektrum IR calixresorcinarena

Data spectra FTIR C-4-PhenilKaliks[4]resorcinarena



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	11.224	6.661	316.33	293.18	21.153	3.389
2	370.33	31.816	10.128	378.05	347.19	11.582	2.499
3	408.91	31.955	1.79	424.34	385.76	18.62	0.501
4	470.63	31.55	1.056	509.21	432.05	38.115	0.63
5	555.5	27.471	4.646	609.51	516.92	47.592	1.947
6	702.09	26.373	6.93	725.23	663.51	31.656	2.075
7	748.38	31.215	2.941	779.24	732.95	22.345	0.851
8	840.96	33.411	3.77	879.54	786.96	41.919	1.798
9	933.55	33.028	3.871	948.98	887.26	27.266	0.935
10	1033.85	33.598	1.072	1041.56	995.27	20.99	0.229
11	1080.14	25.171	8.377	1111	1049.28	32.707	3.492
12	1149.57	28.057	1.673	1165	1118.71	24.168	0.5
13	1203.58	23.013	5.608	1257.59	1165	54.096	3.848
14	1280.73	26.219	3.179	1342.46	1265.3	42.141	1.743
15	1381.03	28.65	1.777	1404.18	1350.17	28.488	0.751
16	1427.32	21.104	8.893	1465.9	1411.89	31.619	3.786
17	1512.19	25.26	8.213	1550.77	1473.62	41.309	4.599
18	1612.49	22.142	11.918	1728.22	1558.48	89.726	10.991
19	2183.42	32.523	0.067	2191.13	1982.82	99.767	0.44
20	2276	31.939	0.298	2306.86	2198.85	53.109	0.157
21	2337.72	30.615	1.459	2353.16	2314.58	19.385	0.362
22	2368.59	28.47	2.72	2391.73	2353.16	20.29	0.763
23	2931.8	22.286	0.332	2947.23	2399.45	316.683	0.198
24	3032.1	19.46	0.486	3039.81	2947.23	62.145	0.183
25	3410.15	8.701	8.521	3641.6	3047.53	544.679	95.924
26	3749.62	15.131	1.329	3765.05	3726.47	30.69	0.652

Comment:

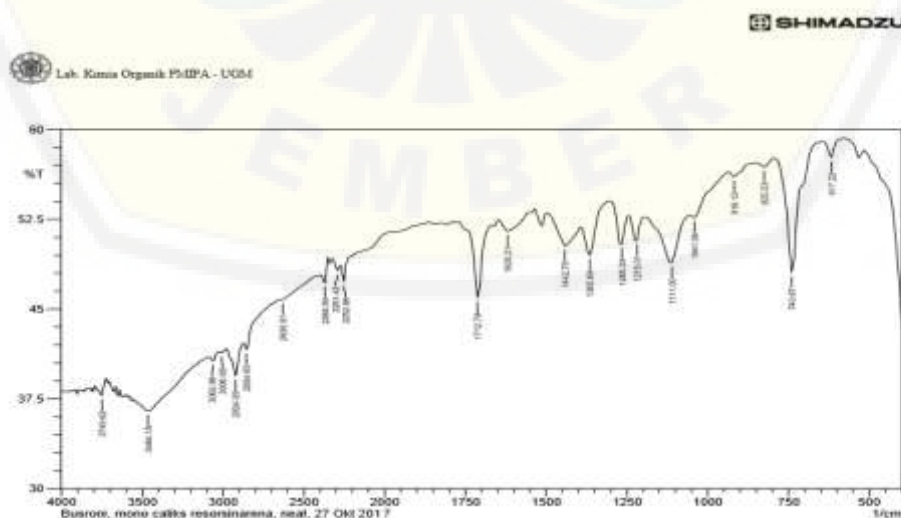
Busroni, B-calixs(4) resolsinamanen, pelet, 21 Oktober 2017



## 5.2 Sintesis senyawa Mono-C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena

Sintesis senyawa Mono-C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena di direaksi dengan bromo etil asetat dalam suasana basa lemah. Produk yang di peroleh berupa kristal putih dengan rendemen 50 % dan titik leleh 340-345 °C. Reaksi terjadi dalam satu tahap yaitu reaksi eterifikasi terkatalis basa leah membentuk ater, dan dengan pemanasan refluks 140 °C selama 24 jam dalam pelarut kloroform.

Spektra IR dari produk reaksi menunjukkan beberapa serapan khas dari gugus-gugus pada senyawa mono-C-4-Phenilkaliks[4]resorcinarena antara lain keberadaan serapan kuat yang melebar pada  $3464,15 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan daerah serapan O-H, serapan pada  $1365,6 \text{ cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ , dan adanya serapan pada  $1612,49 \text{ cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}=\text{C}$  aromatik. Selain itu, hilangnya serapan kuat pada  $1612,49 \text{ cm}^{-1}$  dan munculnya pada  $1712,79 \text{ cm}^{-1}$  menjadi indikasi kuat bahwa reaksi kondensasi telah terjadi. Gugus-gugus lain yang teridentifikasi adalah  $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$  pada daerah  $2870 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2955 \text{ cm}^{-1}$ ,  $-\text{CH}_2-$  jembatan metilen pada  $1442,75 \text{ cm}^{-1}$ , dan C-O eter pada  $1219,01 \text{ cm}^{-1}$ . Spektra IR juga menunjukkan bahwa tidak ada perubahan pada gugus fungsi lain seperti serapan pada daerah  $1612,12 \text{ cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}=\text{C}$  aromatik,  $2924,09$  dan  $2854,55 \text{ cm}^{-1}$  dari gugus  $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ ,  $1442,75 \text{ cm}^{-1}$  dari jembatan metilen ( $-\text{CH}_2-$ ) dan  $1265,3 \text{ cm}^{-1}$  dari gugus C-O aromatik.



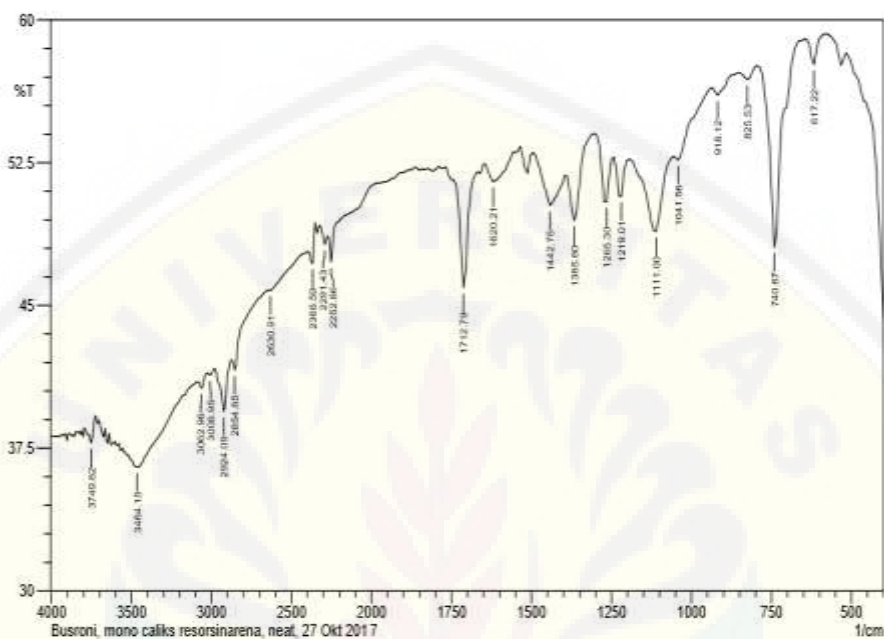
Gambar 5.2 Spektrum IR monocaliksresorcinarena

## Data spectra FTIR Mono-C-4-PhenilKaliks[4]resorcinarena

SHIMADZU



Lab Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	35.181	6.406	308.61	293.18	6.772	0.546
2	324.04	34.817	13.27	331.76	308.61	8.913	1.273
3	617.22	57.651	1.449	640.37	586.36	12.531	0.211
4	740.67	48.057	10.061	794.67	648.08	37.676	3.366
5	825.53	56.857	0.526	848.68	802.39	11.257	0.1
6	918.12	56.03	0.57	933.55	856.39	19.024	0.122
7	1041.56	52.644	0.67	1056.99	941.26	30.366	0.134
8	1111	48.884	3.896	1195.87	1056.99	40.389	1.833
9	1219.01	50.73	1.955	1242.16	1203.58	11.079	0.342
10	1265.3	50.442	2.637	1303.88	1249.87	15.285	0.519
11	1365.6	49.455	2.997	1388.75	1311.59	21.975	0.702
12	1442.75	50.241	2.144	1496.76	1396.46	29.034	0.868
13	1620.21	51.495	1.096	1643.35	1558.48	24.063	0.503
14	1712.79	45.922	6.151	1766.8	1674.21	27.763	1.536
15	2252.86	47.264	1.47	2268.29	1913.39	106.041	0.338
16	2291.43	48.19	0.658	2322.29	2276	14.513	0.128
17	2368.59	47.207	1.532	2391.73	2353.16	12.308	0.265
18	2630.91	45.798	0.08	2638.62	2399.45	78.653	0.042
19	2854.65	41.603	0.766	2870.08	2646.34	78.771	0.137
20	2924.09	39.426	2.507	2978.09	2877.79	38.993	1.135
21	3008.95	41.341	0.206	3024.38	2965.81	14.748	0.051
22	3062.96	40.644	0.46	3078.39	3032.1	17.926	0.108
23	3464.15	36.504	1.692	3556.74	3086.11	195.038	3.878
24	3749.62	37.785	1.15	3788.19	3726.47	25.687	0.369

Comment:

Busroni, mono caliks resorsinarena, neat, 27 Okt 2017

**BAB V****KESIMPULAN**

Senyawa **Mono-C-4-PhenilKaliks[4]resorcinarena ono**

1. Senyawa telah disintesis **C-4-PhenilKaliks[4]resorcinarena** menggunakan resorcinol dengan benzaldehyde dengan katalis asam dengan pelarut etanol dan direfluks selama 24 jam. Hasil sintesis berupa Kristal kuning muda cerah dengan mp. 350-353<sup>0</sup>C. dan dapat dimanfaatkan sebagai adsorben.
2. Senyawa telah disintesis **Mono-C-4-PhenilKaliks[4]resorcinarena** menggunakan **C-4-PhenilKaliks[4]resorcinarena** dengan bromo etil asetat dengan katalis basa lemah dengan pelarut kloroform dan direfluks selama 24 jam. Hasil sintesis berupa Kristal kuning tua cerah dengan mp. 340-345 °C. dan dapat dimanfaatkan sebagai adsorben.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, **2005**, Utilization of calix[4]arene derivatives as Adsorbens for removing enviromental pollutants, (Kyoto Univ/ <http://sciencelinks.JP/J.east/artcle/2005>)
- Anonim, <http://www.synaptec-gmbh.de/article/calix2003.pdf>
- Darmono, **1995**, Logam dan Sistem Biologi Mahluk Hidup, Jakarta-Universitas Indonesia Press.
- Firdaus, **2007**, Sintesis Turunan Amina, Amida, Asam Aminoasetat, dan ester etil aminoasetat Kaliks[4]arena dan penggunaannya Sebagai Ekstraktan Ion Logam Berat  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ , dan  $\text{Pb}^{2+}$ , Disertasi Doktor Pascasarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Groenen, L.C., Ruel, B.H.M, Casnati, A., Verboom, W., Pochini, A., Ungaro, R., and Reinhoudt, D.N., **1991**, Synthesis of Monoalkylated Calix[4]arenes via, Direct Alkylaton, *Tetrahedron*, 47,(39), 8379-8384
- Gutsche, C.D., **1998**, Calixarenes Revisited; Stoddart, J.F., Ed.; Monographs in Supramolecular Chemistry, Royal Society of Chemistry, London
- Gutsche, C.D., **1989**, "Calixarenes," in Monograph in Supramolecular Chemistry, J. Stoddart, Ed., Royal Society of Chemistry, Cambridge, Mass, USA
- Gutsche, C.D., and Iqbal, M., **2005**, Organic Syntheses, Inc. All Rights Jumina,
- Sarjono, R.E., Paramitha, B., Hendaryani, I., Siswanta, D., Santosa, S.J., Anwar, C., Sastrohamidjojo, H., Ohto, K., and Oshima, T., 2007, Adsorption Characteristic of Pb(II) and Cr(III) onto C-4-Methoxyphenylcalix[4]resorcinarene in Batch and Fixed Bed Column System, *Journal of the Chinese Chemical Society*, 54, 1167-1178Reserved
- Maming, **2008**, Transpor Cr(III), Cd(II), Pb(II), dan Ag(I) Melalui membran cair ruah yang mengandung turunan karboksilat, ester, dan amida p-tert.butilikaliks[4]arena sebagai pengemban ion, Disertasi Doktor Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Makha, M and Raston, C.L. **2001**, Shynthesis of p-benzylcalix[4]arene and its sulfonated water soluble derivative, *Chem. Commun.*, 2470-2471
- Sastrohamidjojo, H., **1992**, Spektroskopi Inframerah, Edisi Pertama, Liberty, Yogyakarta
- Sykes, P., terjemahan Hartono, A.J., Sugiharjo, C. J., Leo Broto dan Sukartini, **1989**, Penuntun Mekanisme Reaksi Organik, Gramedia Jakarta.
- Sardjono, R. E., 1999, Sintesis Kaliksresorcinarena dari Minyak Adas dan Penggunaannya Sebagai Penjebak Kation Logam Berat, *Tesis*, Program

Siswanta, D., 1993, Design and Synthesis of Highly Selective Ammonium Ionophores for an Ion Selective Electrode, *Thesis*, Keio University, Yokohama.

Studi Ilmu Kimia, FMIPA, Program Pasca Sarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

Tung C. H., and Ji, H. F., 1997, A Novel Host Molecule p-[1-(4-hidroxyphenyl)-1-methylethyl]-calix[8]arene. Synthesis and Complexation Properties in non-aqueous Polar Solution, *J. Chem. Soc., Perkin Trans 2*, 185-188

Utomo, S.B., **2007**, Sintesis Polipropilkaliks[4]arena dari p-t-Butilfenol Untuk Adsorpsi Pb(II), Tesis, Program Studi Ilmu Kimia, FMIPA, Sekolah Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Utomo, S.B., 2012, Kinetics and Equilibrium Model Of Pb(II) and Cd(II) Adsorption Onto Tetrakis-Thiomethyl-C-4-Methoxyphenylkaliks[4]resorcinarene, *IJC* , 12(1), 49-56

