

INTISARI

SINTESIS SERI SENYAWA C-4-FENASILOKSIFENILKALIKS[4]RESORSINARENA SEBAGAI ADSORPEN ION Pb(II), Cd(II), DAN Cr(III) SERTA SEBAGAI ANTIOKSIDAN

Oleh

Undri Rastuti
13/350449/SPA/00454

Penelitian ini bertujuan mensintesis seri senyawa C-4-fenasiloksi-fenilkaliks[4]resorsinarena, yaitu C-4-fenasiloksifenilkaliks[4]resorsinarena (K1), C-4-fenasiloksi-3-metoksifenilkaliks[4]resorsinarena (K2), C-4-(4'-bromo)-fenasiloksifenilkaliks[4]resorsinarena (K3), dan C-4-(4'-bromo)-fenasiloksi-3-metoksifenilkaliks[4]resorsinarena (K4). Seri senyawa K1-K4 selanjutnya diuji aktivitasnya sebagai adsorben logam berat Pb(II), Cd(II), dan Cr(III) serta sebagai antioksidan.

Seri senyawa K1-K4 disintesis melalui reaksi resorsinol dengan seri senyawa 4-fenasiloksibenzaldehida, yaitu 4-fenasiloksibenzaldehida (FB1), 4-fenasiloksi-3-metoksibenzaldehida (FB2), 4-(4'-bromo)-fenasiloksibenzaldehida (FB3), dan 4-(4'-bromo)-fenasiloksi-3-metoksibenzaldehida (FB4) dengan adanya katalis asam. Seri senyawa FB1-FB4 disintesis dari 4-hidroksi-benzaldehida dan 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida (vanilin) yang direaksikan dengan fenasil bromida dan 4'-bromofenasilbromida menggunakan katalis trietilamina dalam media misel pada suhu kamar. Senyawa hasil sintesis diuji titik lelehnya dan dianalisis strukturnya dengan spektrofotometer IR, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, GCMS, dan HRMS. Senyawa K1, K2, K3, dan K4 diuji aktivitas adsorpsinya terhadap kation logam Pb(II), Cd(II), dan Cr(III) dengan metode *batch*. Konsentrasi logam dalam uji adsorpsi dianalisis dengan menggunakan AAS. Senyawa K1, K2, K3, dan K4 juga diuji aktivitasnya sebagai antioksidan dengan metode DPPH.

Senyawa FB1, FB2, FB3, dan FB4 diperoleh dalam bentuk padatan berwarna putih kekuningan (krem) dengan titik leleh berturut-turut adalah 120, 126, 98, dan 108 °C, serta rendemen sebesar 60, 66, 66, dan 46% dengan kemurnian 97, 96, 90, dan 90%. Senyawa K1, K2, K3, dan K4 diperoleh sebagai padatan berwarna merah bata dengan titik leleh berturut-turut adalah 288, 300, 205, dan 238 °C serta rendemen sebesar 76, 61, 95, dan 71%. Kajian kinetika adsorpsi K1, K2, K3 dan K4 terhadap kation Pb(II), Cd(II) dan Cr(III) menunjukkan mengikuti kinetika adsorpsi orde kedua semu Ho dan isoterm adsorpsinya mengikuti model isoterm Langmuir. Kapasitas adsorpsi terhadap logam Pb(II), Cd(II) dan Cr(III) untuk K1 berturut-turut adalah 26,7; 8,92; 37,0 $\mu\text{mol g}^{-1}$, K2: 37,7; 16,7; 37,7 $\mu\text{mol g}^{-1}$, K3: 33,7; 19,1; 61,0 $\mu\text{mol g}^{-1}$ dan K4: 38,4; 11,8; 8,17 $\mu\text{mol g}^{-1}$. Hasil uji aktivitas antioksidan menunjukkan besarnya IC_{50} untuk senyawa quersetin, asam askorbat, K1, K2, K3, dan K4 berturut turut adalah 20,1; 33,1; 97,7; 95,1; 115 dan 95,7 $\mu\text{g mL}^{-1}$. Berdasarkan hasil tersebut, senyawa K1, K2, dan K4 dapat dikategorikan sebagai antioksidan kuat sedangkan K3 termasuk dalam antioksidan sedang.

Kata kunci: *adsorben, kaliksarena, kaliks[4]resorsinarena, C-4 fenasiloksifenilkaliks[4]resorsinarena, antioksidan*

ABSTRACT

SYNTHESIS OF C-4-PHENACYLOXYPHENYLCALIX[4]RESORCINARENE SERIES AS ADSORBENTS FOR Pb(II), Cd(II), Cr(III) IONS AND ANTIOXIDANT

By

Undri Rastuti
13/350449/SPA/00454

This study was aimed to synthesize a series of C-4-phenacyloxyphenyl-calix[4]resorcinarene, i.e. C-4-phenacyloxyphenylcalix[4]-resorcinarene (K1), C-4-phenacyloxy-3-methoxyphenylcalix[4]resorcirene (K2), C-4-(4'-bromo)-phenacyloxyphenylcalix[4]resorcinarene (K3) and C-4-(4'-bromo)-phenacyloxy-3-methoxyphenylcalix[4]resorcinarene (K4). This series of resorcinarene K1-K4 were further tested their activity as the adsorbent of heavy metals Pb(II), Cd(II) and Cr(III) as well as their antioxidants.

The series of K1-K4 compounds were synthesized by reaction of resorcinol with the series of 4-phenacylbenzaldehyde: 4-phenacylbenzaldehyde (FB1), 4-phenacyl-3-methoxybenzaldehyde (FB2), 4-(4'-bromo)-phenacylbenzaldehyde (FB3), and 4-(4'-bromo)-phenacyl-3-methoxybenzaldehyde (FB4) in the presence of an acid catalyst. The series of FB1-FB4 compounds were previously prepared from 4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde (vanillin), which were respectively reacted with phenacyl bromide and phenacyl dibromide using triethylamine as a catalyst in the micelles at room temperature. The synthesized compounds were tested its melting point and analyzed its structure using IR, ¹H-NMR, ¹³C-NMR, GCMS and HRMS spectrophotometer. The adsorption of K1, K2, K3, and K4 toward Pb(II), Cd(II) and Cr(III) metal cations was studied by the batch method. The metal concentration in the adsorption studies was analyzed using AAS (Atomic Absorption Spectroscopy). Compounds K1, K2, K3, and K4 have also been tested their antioxidant activity with DPPH method.

The compounds of FB1, FB2, FB3, and FB4 were afforded in the form of white (beige) solids with the melting point of 120, 126, 98, and 108 °C respectively, in a yield of 60, 66, 66, and 46%, with purity of 97, 96, 90, and 90%. The compounds of K1, K2, K3, and K4 were obtained as a brick red solid with melting point of 288, 300, 205, and 238 °C and in a yield of 76, 61, 95, and 71% respectively. The adsorption kinetics studies of K1, K2, K3, and K4 toward Pb(II), Cd(II) and Cr(III) cations were found to follow the Ho's pseudo-second-order kinetic model, while the adsorption isotherms follow the Langmuir isotherm model. The adsorption capacity of metal Pb(II), Cd(II) and Cr(III) for K1 was 26.7, 8.92, 37.0 μmol g⁻¹, for K2: 37.7, 16.7, 37.7 μmol g⁻¹, for K3: 33.7, 19.1, 61.0 μmol g⁻¹ and for K4: 38.4, 11.8, 8.17 μmol g⁻¹. The antioxidant activity test showed the IC₅₀ of quercetin, ascorbic acid, K1, K2, K3, and K4 were 20.1, 33.1, 97.7, 95.1, 115 and 95.7 μg mL⁻¹ respectively. Based on this result, compounds K1, K2, and K4 could be categorized as a strong antioxidant, while K3 as a moderate antioxidant.

Keywords: *adsorbent, calixarene, calix[4]resorcinenes, C-4-phenacyloxyphenyl-calix[4]resorcinarene, antioxidants*