

SINTESIS AMIDA, ESTER DAN ASAM TURUNAN POLIEUGENOL DAN KAJIAN APLIKASINYA UNTUK PENGOMPLEKS LOGAM PADA METODE PEMISAHAN EKSTRAKSI CAIR-CAIR DAN TRANSPOR MEMBRAN CAIR RUAH

La Harimu

NIM: 05/1759/PS

Abstrak

Penambangan nikel yang dilakukan PT Aneka Tambang menghasilkan produk utama yang disebut feronikel. Kandungan utama feronikel adalah logam besi dan nikel dengan persentase masing-masing 72% dan 18-25% yang selama ini belum dipisahkan. Kendala utama untuk mendapatkan logam yang lebih murni adalah karena mereka ada dalam campuran logam sehingga untuk memisahkannya membutuhkan pengemban ion yang bersifat selektif. Selain pengemban ion, metode yang sesuai terhadap ion logam yang dipisahkan juga menentukan keberhasilan pemisahan. Salah satu pengemban ion yang mempunyai selektivitas yang baik dan kapasitas pemisahan besar adalah senyawa dari golongan polimer dengan gugus aktif tertentu sesuai logam yang dipisahkan.

Dalam penelitian ini disintesis pengemban ion poli(asam eugenil oksiasetat)(PEAS), poli(etil eugenil oksiasetat)(PEES) dan poli(2-metil piridin eugenil oksiasetamida)(PEAM) dari polieugenol hasil polimerisasi eugenol. Polimerisasi eugenol menjadi polieugenol dilakukan pada suhu 10°C selama 24 jam menggunakan katalis $\text{BF}_3 \cdot \text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ dengan perbandingan mol katalis : monomer = 1 : 4. Senyawa PEAS diperoleh dari reaksi antara polieugenol dengan asam kloro asetat pada suhu 70-80°C selama 40 jam. Senyawa PEES diperoleh dari reaksi polieugenol dengan etil kloro asetat pada suhu 60°C selama 24 jam. Senyawa PEAM diperoleh dari merreaksikan PEES dengan 2-amino metil piridin pada suhu kamar selama 24 jam. Pengemban ion hasil sintesis digunakan untuk memisahkan ion Fe(III), Cr(III), Cu(II), Ni(II), Co(II) dan Pb(II) serta aplikasinya untuk memisahkan besi dari nikel pada konsentrat feronikel dengan metode ekstraksi cair-cair dan transpor membran cair ruah.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa polimerisasi eugenol menjadi polieugenol diperoleh padatan kuning kecoklatan, rendemen 84,5% dengan titik leleh 119-122°C. Senyawa PEAS berupa padatan coklat kekuningan dihasilkan rendemen 68,9% dengan titik leleh 125-128°C. Senyawa PEES berupa padatan berwarna kuning, rendemen 87% dengan titik leleh 127-130°C. Senyawa PEAM berupa gel berwarna coklat kemerahan dengan rendemen 89%. Terbentuknya PEAS terkonfirmasi dalam spektrum spektroskopi IR dan $^1\text{H-NMR}$, masing-masing dengan munculnya serapan pada 1735 cm^{-1} sebagai vibrasi rentang karbonil (C=O) dan pergeseran kimia pada 4,64 ppm sebagai proton metilen ($\text{O-CH}_2\text{-C=O}$) asam. Senyawa PEES terkonfirmasi dalam spektrum spektroskopi IR dan $^1\text{H-NMR}$, masing-masing dengan munculnya serapan pada 1759 cm^{-1} sebagai vibrasi rentang karbonil (C=O) ester dan pergeseran kimia 4,74 ppm berasal dari proton metilen ($\text{O-CH}_2\text{-C=O}$). Senyawa PEAM terkonfirmasi dalam spektra spektroskopi IR dan $^1\text{H-NMR}$, masing-masing dengan munculnya serapan 3348 cm^{-1} sebagai vibrasi rentang N-H dan 1674 cm^{-1} sebagai vibrasi rentang karbonil (C=O) amida dan pergeseran kimia 4,97 ppm berasal dari proton metilen ($\text{O-CH}_2\text{-C=O}$) dan 4,62 ppm berasal dari proton metilen ($\text{NH-CH}_2\text{-}$). Pemisahan ion-ion logam yang dikaji pada metode ekstraksi cair-cair baik ekstraksi ion logam tunggal maupun campuran logam diperoleh hasil terbaik untuk ion Fe(III) pada kondisi pH 4, volume pengemban ion 5 mL 10^{-3} M , waktu ekstraksi 2,5 jam untuk pengemban ion PEAS dan PEES dan 10 jam untuk PEAM serta konsentrasi ion logam 10^{-4} M untuk pengemban ion PEAS.



PEES dan PEAM. Aplikasi pemisahan besi dari nikel dalam feronikel pada metode ekstraksi cair-cair menggunakan kondisi optimum ion Fe(III) terbaik untuk pengemban ion PEAS dan PEES dengan persentase masing-masing 79,48% besi dan 6,43% nikel dan 72,95% besi dan 5,29% nikel. Pemisahan ion-ion logam yang dikaji pada metode transpor membran cair ruah ketiga pengemban ion terbaik untuk ion Fe(III) pada kondisi pH 4, volume pengemban ion 8,5 mL 10^{-3} M, konsentrasi pelucut 2,0 M, waktu transpor 36 jam, dan konsentrasi ion logam 10^{-4} M. Aplikasi pemisahan besi dari nikel dalam feronikel pada metode transpor membran cair ruah terbaik untuk pengemban ion PEAM menggunakan kondisi optimum transpor ion logam murni dengan persentase masing-masing 34,87% besi dan 2,64% nikel.

Kata kunci: ekstraksi, transpor, ion logam, pengemban ion dan efisiensi

ABSTRACT

SYNTHESIS OF POLYEUGENOL DERIVATIVES AMIDE, ESTER AND ACID AND STUDY ON THEIR APPLICATION AS METAL COMPLEXING AGENTS ON SEPARATION METHODS OF LIQUID-LIQUID EXTRACTION AND BULK LIQUID MEMBRANE TRANSPORT

By

LA HARIMU
NIM: 05/1759/PS

The nickel mining practiced by PT Aneka Tambang yielded ferronickel as main product. The main components of ferronickel are iron and nickel metals with the proportion of 72% and 18-25%, respectively, which have never been separated. The main constrain to obtain a more pure metals is because they are in a mixture that a selective metal ion carrier is needed for their separation. In addition to metal carrier, an appropriate method of separation for the metals contributes also to the success of the separation. One of the ion carriers having good selectivity and high capacity of separation is a compound of the class of polymer with specific active groups which are suitable for the target metals.

In this study, ion carrier poly (eugenyl oxyacetic acid) (PEAS), poly (ethyl eugenyl oxyacetic) (PEES) and poly (2-methyl pyridine eugenyl oxyacetamide) (PEAM) have been synthesized from polyeugenol resulted from the polymerization of eugenol. Polymerization of eugenol to polyeugenol was conducted at temperature 10°C for 24 h using catalyst $\text{BF}_3\text{-O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ with mole ratio of catalyst to monomer was 1: 4. PEAS compound was obtained from the reaction between polyeugenol and chloroacetic acid at 70-80°C for 40 h. PEES compounds was obtained from the reaction of polyeugenol and ethyl chloro acetate at 60 °C for 24 h. PEAM compounds was yielded from the reaction of PEES and 2-amino methyl pyridine at room temperature for 24 h. The synthesized ion carrier were utilized to separate Fe(III), Cr (III), Cu (II), Ni (II), Co (II) and Pb (II), and applied to separate iron from nickel in ferronickel concentrate using methods of liquid-liquid extraction and bulk liquid membrane transport.

The results showed that the polymerization of eugenol to polyeugenol gave brownish yellow solid, 84.5% yield with a melting point of 119-122 °C. PEAS compound was produced in the form yellowish brown solid, 68.9% yield with a melting point of 125-128°C. PEES compound was in the form yellow solid, 87% yield with a melting point of 127-130°C. PEAM compound was in the form of reddish brown gel with 89% yield. The formation of PEAS was confirmed by IR and $^1\text{H-NMR}$ spectroscopies, with the appearance of peak at 1735 cm^{-1} for the streatching vibration of carbonyl (C=O) and chemical shift at 4.64 ppm originated from the proton of methylen ($\text{CH}_2\text{-C=O}$) acid, respectively. PEES was verified by IR and $^1\text{H-NMR}$ spectroscopies as shown by the existence of peak at 1759 cm^{-1} as the streatching vibration of carbonyl (C=O) and at chemical shift at 4.74 ppm from the proton methylen ($\text{O-CH}_2\text{-C=O}$). PEAM was identified in IR and $^1\text{H-NMR}$ spectra with the presence of streatching vibration of N-H at

3348 cm^{-1} and at 1674 cm^{-1} of carbonyl ($\text{C}=\text{O}$) amide and chemical shift at 4.97 ppm from the proton methylen in $\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$ and at 4.62 ppm from the proton methylen ($\text{NH}-\text{CH}_2$). For the metal ion separation which was studied by the method of liquid-liquid extraction in single and mixed metal ion showed that the best condition for 10^{-4} M Fe(III) was at pH 4, volume of ion carrier 10^{-3} M was 5 mL, and extraction time was 2.5 h when PEAS and PEES were ion carrier and 10 h when PEAM was ion carrier. Application to separate iron from nickel in ferronickel at optimum condition of Fe(III) using the method of liquid-liquid extraction with PEAS ion carrier gave 79.48% iron and 6.43% nickel, while that with PEES ion carrier yielded 72.95% iron and 5.29% nickel. The separation of metal ions studied by the method of bulk liquid membrane for 10^{-4} M Fe(III) was at pH 4, volume of 10^{-3} M ion carrier was 8.5 mL, the concentration of stripping 2.0 M, transport time 36 h. The application to separate iron from nickel in ferronickel by using the method of bulk liquid membrane transport with PEAM ion carrier at optimum condition for pure metal ion yielded 34.87% iron and 2.66% nickel.

Keywords: extraction, transport, metal ion, the ion carrier, and efficiency



UNIVERSITAS
GADJAH MADA

**SINTESIS AMIDA, ESTER DAN ASAM TURUNAN POLLEUGENOL DAN KAJIAN APLIKASINYA UNTUK
PENGOMPLEKS LOGAM**

PADA METODE PEMISAHAN EKSTRAKSI CAIR-CAIR DAN TRANSPOR MEMBRAN CAIR RUAH

La Harimu, Prof. Dr. Sabirin Matsjeh

Universitas Gadjah Mada, 2019 | Diunduh dari <http://etd.repository.ugm.ac.id/>

