

## **SINTESIS TURUNAN SENYAWA *p*-TERT.BUTILKALIKS[4]ARENA DAN PENGGUNAANNYA UNTUK PENJERAP KATION LOGAM Pb(II) dan Fe(III)**

Busroni

NIM: 09/293145/SPA/00242

### **Intisari**

Serangkaian studi sintesis senyawa turunan *p-tert*-butilkaliks[4]arena sebagai adsorben yaitu 5,11,17,23-tetra-*tert*-butil-25,26,27,28-tetrahidroksi-kaliks[4]arena (TBKA) dan 5,11,17,23-tetra-*tert*-butil-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksi kaliks[4]arena (TBMTKA) serta studi adsorpsi senyawa tersebut sebagai adsorben kation logam Pb(II) dan Fe(III) telah dilakukan. Sintesis dilakukan melalui dua tahapan reaksi. Tahap pertama kondensasi siklis pembentukan senyawa TBKA dengan mereaksikan *p-tert*-butilfenol dengan formaldehida, menghasilkan TBKA berupa padatan putih (46,07%) dan titik leleh 340-343 °C. Tahap kedua pembentukan TBMTKA dengan mereaksikan TBKA dan benzoil klorida dengan perbandingan mol (1:3,5), menghasilkan padatan kuning muda (94,3%) dan titik leleh 306-310°C. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektroskopi FT-IR dan <sup>1</sup>H-NMR. Kajian adsorpsi dilakukan dengan variasi keasaman larutan, waktu interaksi dan konsentrasi larutan. Kinetika adsorpsi dipelajari menggunakan persamaan Lagergren dan Ho, sedangkan isoterm adsorpsi dianalisis menggunakan persamaan Langmuir dan Freundlich.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa adsorpsi Pb(II) dan Fe(III) optimum pada TBKA diperoleh masing-masing pada pH 5 dalam waktu kontak optimum 90 menit dengan kapasitas adsorpsi sebesar 10,52 and 14,18 mg/g. Adapun pada TBMTKA, adsorpsi Pb(II) dan Fe(III) optimum diperoleh masing-masing pada pH 4 dan 5 dalam waktu kontak optimum 30 menit dengan kapasitas adsorpsi 9,88 dan 11,2 mg/g. Untuk kinetika adsorpsi pada adsorben TBKA, ion Pb(II) mengikuti model Ho dengan konstanta laju adsorpsi (k) sebesar  $143 \times 10^{-3} \text{ g mg}^{-1} \text{ min}^{-1}$ , sedangkan ion Fe(III) mengikuti model Lagergren dengan konstanta laju adsorpsi (k) sebesar  $9,21 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$ . Untuk adsorben TBMTKA, adsorpsi ion Pb(II) mengikuti model kinetika Lagergren dengan konstanta laju adsorpsi (k) sebesar  $6,91 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$  sedangkan ion Fe(III) mengikuti model kinetika Ho dengan konstanta laju adsorpsi (k) sebesar  $6 \times 10^{-3} \text{ g mg}^{-1} \text{ min}^{-1}$ . Isoterm adsorpsi ion Pb(II) and Fe(III) pada TBKA dan TBMTKA keduanya lebih sesuai dengan model isoterm Langmuir dengan energi adsorpsi ( $E_{\text{ads}}$ ) masing-masing sebesar 5,81 and 7,01 kJ/mol untuk TBKA dan 6,51 and 8,07 kJ mol<sup>-1</sup> untuk TBMTKA.

Kata kunci: Tribenzoiloksi-monohidroksi-*tert*-butilkaliks[4]arena (TBMTKA), *p-tert*-butilkaliks[4]arena (TBKA), adsorpsi, logam berat

***SYNTHESIS DERIVATIVE  
COMPOUNDS OF p-tert-BUTYLCALIX[4]ARENE  
AND ITS UTILIZATION AS ADSORBENT FOR Pb(II) and Fe(III)  
METAL CATIONS***

Busroni

NIM: 09/293145/SPA/00242

**ABSTRACT**

Studies on the synthesis of derivative compounds of p-tert-butylcalix[4]arene as adsorbents, i.e. 5,11,17,23-tetra(t-butyl)-25,26,27,28-tetrahydroxycalix[4]arene (TBCA) and 5,11,17,23-tetra(tert-butyl)-25-monohydroxy-26,27,28-tribenzoyloxycalix[4]arene (TBMTCa) and its adsorption ability toward Pb(II) and Fe(III) metal cations have been carried out. The synthesis was conducted in two stages of the reaction. The first reaction was a cyclic condensation reaction to form TBCA by reacting p-tert-butyl phenol with formaldehyde, to yield glowy white solid (46,07%) with mp. of 340-343 °C. Then the second reaction was the formation of TBMTCa through a reaction between TBKA and benzoyl chloride with the mol ratio of 1:3.5, to yield a yellowish solid (94,3%) with mp of 306-310°C. The compounds were characterized using FT-IR and <sup>1</sup>H-NMR Spectroscopy. Adsorption experiments were carried out in the batch system under variation of medium acidity, interaction time and initial metal concentration. Adsorption kinetic was studied using Lagergren and Ho equations, while adsorption isotherm was analyzed using Langmuir and Freundlich equations.

The result showed that adsorption of Pb(II) and Fe(III) of TBCA was optimum at pH 5 and contact time of 90 min with an adsorption capacity of 10,52 and 14,18 mg/g, respectively. As for the TBMTCa, adsorption of Pb(II) and Fe (III) optimum at pH 4 and 5 and contact time of 30 min with the adsorption capacity of 9,88 and 11,2 mg/g, respectively. Adsorption of Pb(II) on TBCA followed Ho kinetic model with the adsorption rate constant (k) of  $143 \times 10^{-3} \text{ g mg}^{-1} \text{ min}^{-1}$ , while of Fe(III) followed Lagergren kinetics model with a k value of  $9,21 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$ . With TBMTCa as adsorbent, adsorption of Pb(II) ion followed the kinetic models Lagergren with a k value of  $6,91 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$  and Fe(III) followed Ho kinetic model with a k value of  $6 \times 10^{-3} \text{ g mg}^{-1} \text{ min}^{-1}$ . Adsorption isotherms of Pb(II) and Fe(III) ions both on TBCA and TBMTCa followed Langmuir adsorption isotherm Langmuir with the adsorption energy of 5,81 and 7,01 kJ/mol for TBCA and 6,51 and 8.07 kJ mol<sup>-1</sup> for TBMTCa, respectively.

**Keywords:** Tribenzoyloxymonohydroxy-tert-butylcalix[4]arene (TBMTCa), p-tert-butylcalix[4]arene (TBCA), adsorption, heavy metals