

DAFTAR ISI

| | | |
|-------------------------|--|----|
| HALAMAN JUDUL | i | |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii | |
| PERNYATAAN | iii | |
| PRAKATA | v | |
| DAFTAR ISI | vi | |
| DAFTAR GAMBAR | viii | |
| DAFTAR ARTI DAN LAMBANG | x | |
| DAFTAR TABEL | xii | |
| DAFTAR PUBLIKASI | xiii | |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiv | |
| INTISARI | xv | |
| ABSTRACT | xvii | |
| BAB I | PENDAHULUAN | 1 |
| | 1.1 Latar Belakang Masalah | 1 |
| | 1.2 Rumusan Masalah | 4 |
| | 1.3 Keaslian Penelitian dan <i>Novelty</i> | 4 |
| | 1.4 Tujuan Penelitian | 6 |
| | 1.5 Manfaat Penelitian | 6 |
| BAB II | TINJAUAN PUSTAKA | 7 |
| | 2.1 Kaliks[4]arena | 7 |
| | 2.2 Konformasi Kaliksarena | 9 |
| | 2.3 Penomoran Kaliksarena | 14 |
| BAB III | LANDASAN TEORI | 15 |
| | 3.1 Logam Berat | 15 |
| | 3.1.1 Logam Pb | 16 |
| | 3.1.2 Logam Fe | 18 |
| | 3.2 Adsorpsi kation logam Fe(III) dan Pb(II) | 19 |
| | 3.3 Hipotesis | 27 |
| | 3.4 Rancangan Penelitian | 30 |
| BAB IV | METODA PENELITIAN | 33 |
| | 4.1 Alat Penelitian | 33 |
| | 4.2 Bahan Penelitian | 33 |
| | 4.3 Prosedur Penelitian | 33 |
| | 4.3.1 Sintesis TBKA | 33 |
| | 4.3.2 Sintesis TBMTKA | 34 |
| | 4.3.3 Preparasi larutan Fe(III) dan Pb(II) | 34 |
| | 4.3.4 Adsorpsi Fe ³⁺ dan Pb ²⁺ pada TBKA dan | 34 |

| | | |
|---------------|--|-----------|
| | TBMTKA | |
| BAB V | HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN | 36 |
| | 5.1 Sintesis senyawa TBKA | 36 |
| | 5.2 Sintesis senyawa TBMTKA | 40 |
| | 5.3 Kajian Kinetika adsorpsi | 44 |
| BAB VI | KESIMPULAN | 55 |
| | 6.1 Kesimpulan | 55 |
| | 6.2 Saran | 56 |
| | RINGKASAN | 58 |
| | SUMMARY | 75 |
| | DAFTAR PUSTAKA | 92 |
| | LAMPIRAN-LAMPIRAN | 97 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|-------------|--|----|
| Gambar. 2.1 | (a) Calix carter (Danylyuk, 2007); (b) Kaliks[4]arena pada konformasi cone (Danylyuk, 2007); (c) Kaliksarena sebagai model guest (Gutsche, 1989) | 7 |
| Gambar 2.2 | Kompleks Zn(II)-Dendrimer asimetris (Mahouachi, 2007) | 8 |
| Gambar 2.3 | Senyawa tri-kaliks[4]arene (Mogck, 1998) | 9 |
| Gambar 2.4 | Struktur: p-tert-butilkaliks[4]arena | 10 |
| Gambar 2.5 | Model gambar ruang: Kaliks[4]arena dan Kaliks[5]arena (Gutsche, 1998) | 10 |
| Gambar. 2.6 | Penjerapan ion Na ⁺ oleh p-tert-butilkaliks[4]arena | 11 |
| Gambar 2.7 | Bentuk 4 konformasi dari kaliks[4]arena: (a) cone (b) Partial cone (c) 1,2-alternate (d) 1,3-alternate (Danylyuk, 2007) | 11 |
| Gambar 2.8 | Konformasi Struktur: Tetra(tert-butil)kaliks[4]arena-tetra-ester (No, 1994) | 12 |
| Gambar 2.9 | Struktur turunan senyawa p-tert-butilkaliks[4]arena | 13 |
| Gambar 2.10 | Struktur dan sistem penomoran kaliks[4]arena dan kaliks[6]arena | 15 |
| Gambar 3.1 | Spesies Pb(II) (10^{-6} mol/L, T=25 ⁰ C), distribusi diarakompleks hidroksi timbal dalam air. (Rosas, 2010) | 18 |
| Gambar 3.2 | Spesies Fe(III) distribusi diagram species Fe dalam air (Salgado, 2013) | 19 |
| Gambar 3.3 | Sintesis turunan amida dalam bentuk mono- (2), dan di- (3) dan (4) (Ali, 2008) | 27 |
| Gambar 5.1 | Spektrum IR TBKA | 37 |
| Gambar 5.2 | Spektrum ¹ H-NMR TBKA | 38 |
| Gambar 5.3 | Model mekanisme pembentukan TBKA | 39 |
| Gambar 5.4 | Mekanisme fragmentasi siklooktamer menjadi TBKA | 40 |
| Gambar 5.5 | Spektra IR TBMTKA | 41 |
| Gambar 5.6 | Spektrum ¹ H-NMR TBMTKA | 42 |
| Gambar 5.7 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR TBMTKA pada daerah δ 7,0 - 8,2 ppm | 42 |
| Gambar 5. 8 | Model mekanisme reaksi pembentukan senyawa TBMTKA | 43 |
| Gambar 5.9 | Struktur senyawa 5,11,17,23-tetra(tert-butil)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksi kaliks[4]arena (TBMTKA) | 44 |
| Gambar 5.10 | Pengaruh pH pada adsorpsi ion Pb(II), dan Fe(III) oleh (a) TBKA dan (b) TMBTKA | 45 |
| Gambar 5.11 | Model kompleksasi ion Pb(II) dan Fe(III) dengan (a) | 47 |

| | | |
|-------------|---|----|
| | TBKA dan TBMTKA | |
| Gambar 5.12 | Pengaruh waktu kontak pada adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada (a) TBKA dan (b) TBMTKA | 48 |
| Gambar 5.13 | Kurva kinetika adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBKA berdasarkan model kinetika Lagergren dan kinetika Ho | 50 |
| Gambar 5.14 | Kurva kinetika adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBMTKA berdasarkan model kinetika Lagergren dan kinetika Ho | 51 |
| Gambar 5.15 | Kurva isotherm adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBKA menurut model isotherm Langmuir dan freundlich | 52 |
| Gambar 5.16 | Kurva isotherm adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBMTKA menurut model isotherm Langmuir dan Freundlich | 53 |

ARTI LAMBANG DAN SINGKATAN

| Lambang/Singkatan | Arti |
|--------------------|--|
| IR | Infra Red |
| ¹ H-NMR | Resonansi Magnetik Inti Proton |
| Me | Gugus Metil |
| Et | Gugus Etil |
| ETOH | Etanol |
| THF | Tetrahidrofur |
| t.b | Tert.butil |
| m.p. | Melting Point |
| mL | Milliter |
| R _f | Retardation factor (factor penghambatan) |
| Hz | Hertz |
| t.l. | Titik leleh |
| M | Molaritas |
| mM | Millimolar |
| p.a | Pro-analisis |
| cm ⁻¹ | Per sentimeter |
| ppm | Part per million (Seper Juta) |
| Bz Cl | Benzoyl Chlorida |

DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|---|----|
| Tabel 2.1 | H-NMR dari konformasi p-tert-butilkaliks[4]arena-tetraester (No, et al, 1994 dan Maming 2008) | 13 |
| Tabel 3.1 | Klasifikasi asam-basa berdasarkan prinsip HSAB | 21 |
| Tabel 5.1 | Pengaruh pH larutan terhadap adsorpsi Pb(II) pada TBKA | 46 |
| Tabel 5.2 | Pengaruh pH larutan terhadap adsorpsi Fe(III) pada TBKA | 46 |
| Tabel 5.3 | Pengaruh pH larutan terhadap adsorpsi Pb(II) pada TBMTKA | 46 |
| Tabel 5.4 | Pengaruh pH larutan terhadap adsorpsi Fe(III) pada TBMTKA | 46 |
| Tabel 5.5 | Hasil perhitungan kinetika adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBKA dan TBMTKA | 51 |
| Tabel 5.6 | Parameter isoterm adsorpsi ion Pb(II) dan Fe(III) pada TBKA dan TBMTKA untuk model isoterm Langmuir dan Freundlich | 54 |
| Tabel 5.7 | Parameter interaksi pada kajian kinetika adsorpsi terhadap Kaliks[4]resorcinarena ¹⁾ , Kaliks[4]resorcinarena hibrid ²⁾ , Poly-kaliks[6]arena ³⁾ , TBKA/TBMTKA ⁴⁾ oleh Jumina (2007), Siswanta (2016), Prabawati (2012), Busroni (2017) | 54 |

DAFTAR PUBLIKASI

- | No. | Nama dan Judul Makalah |
|-----|--|
| 1 | Busroni , Jumina, Sri Juari Santosa, dan Dwi Siswanta, 2013, Synthesis and Characterization of Mono(carboxy methoxy)-tert-Butylkaliks[4]arenes via In Direct Alkylation, Proceeding The 2 th International Conference of the Indonesian Chemical Society, UII-Yogyakarta |
| 2 | Busroni , Jumina, Sri Juari Santosa, dan Dwi Siswanta, 2016, Sintesis dan Karakterisasi Senyawa 5,11,17,23-tetra(tert-butyl)-25,26,27,28-tetrahidroksikaliks[4]arena: Kajian Adsorpsi Kation Logam Pb(II), Proseding Seminar Nasional Kimia, FMIPA-UNY, Yogyakarta, 29 Oktober 2016 |
| 3 | Busroni , Siswanta, D., Santosa, S.J., dan Jumina, Synthesis of Tribenzoyloxycalix[4]arene and Its Application As Pb(II) and Fe(III) Ions Adsorbent, IJBSAC Journal (Notification For B0063122216: ACCEPTED, 12 Desember 2016) |

DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|-------------|---|-----|
| Lampiran 1 | Perhitungan rendemen senyawa p-tert-butyl- kaliks[4]arena | 97 |
| Lampiran 2 | Perhitungan rendemen tribenzoiloksi-tb-kaliks[4]arena | 98 |
| Lampiran 3 | Spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) Senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25,26,27,28-tetrahidroksi kaliks[4]arena | 99 |
| Lampiran 4 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25,26,27,28-tetrahidroksi-kaliks[4]arena, pada serapan δ 0,8 ppm – δ 2,5 ppm | 100 |
| Lampiran 5 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25,26,27,28-tetrahidroksi kaliks[4]arena, pada serapan δ 6,95 ppm - δ 7,40 ppm | 101 |
| Lampiran 6 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25,26,27,28-tetrahidroksi kaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 3,8 ppm - δ 4,4 ppm | 102 |
| Lampiran 7 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25,26,27,28-tetrahidroksi kaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 10,3 ppm | 103 |
| Lampiran 8 | Spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksikaliks[4]arena | 104 |
| Lampiran 9 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksi kaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 1,19 ppm - δ 1,45 ppm | 105 |
| Lampiran 10 | ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksi kaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 3,8 ppm - δ 4,4 ppm | 106 |
| Lampiran 11 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksikaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 7,0 ppm - δ 8,2 ppm | 107 |
| Lampiran 12 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksi kaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 7,0 ppm -10,3 ppm | 108 |
| Lampiran 13 | Fragmen spektrum ¹ H-NMR (400 MHz, CDCl ₃) senyawa 5,11,17,23-tetra(<i>tert-butyl</i>)-25-monohidroksi-26,27,28-tribenzoiloksikaliks[4]arena, pada daerah serapan δ 9,4 ppm -10,4 ppm | 109 |
| Lampiran 14 | Hasil Pengukuran Absorbansi untuk membuat kurva kalibrasi standar Fe | 110 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| Lampiran 15 | Hasil Pengukuran Absorbansi untuk membuat kurva kalibrasi standar Pb | 111 |
| Lampiran 16 | Pengaruh Keasaman terhadap adsorpsi kation Pb(II)-TBKA | 112 |
| Lampiran 17 | Pengaruh Keasaman terhadap adsorpsi kation Fe(III)-TBKA | 113 |
| Lampiran 18 | Pengaruh Keasaman terhadap adsorpsi kation Pb(II)-TBMTKA | 114 |
| Lampiran 19 | Pengaruh Keasaman terhadap adsorpsi kation Fe(III)-TBMTKA | 115 |
| Lampiran 20 | Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi kation Pb(II) – TBKA pada pH=4 | 116 |
| Lampiran 21 | Kinetika adsorpsi Pb(II)-TBKA menurut pers. kinetika <i>orde pseudo-satu</i> / Model Kinetika Lagergren | 117 |
| Lampiran 22 | Kinetika adsorpsi Pb(II)-TBKA menurut pers. kinetika <i>orde pseudo-dua Ho</i> | 118 |
| Lampiran 23 | Pengaruh konsentrasi awal larutan Pb(II)-TBKA | 119 |
| Lampiran 24 | Isoterm adsorpsi Pb(II) –TBKA .menurut persamaan Langmuir | 120 |
| Lampiran 25 | Isoterm adsorpsi menurut persamaan Freundlich | 121 |
| Lampiran 26 | Pengaruh Keasaman terhadap adsorpsi kation Pb(II)-TBMTKA | 122 |
| Lampiran 27 | Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi kation Fe(III)-MTTBKA pada pH=4 | 123 |
| Lampiran 28 | Kinetika adsorpsi Pb(II)-TBMTKA menurut pers. kinetika <i>Orde pseudo-satu</i> / Model Kinetika Lagergren | 124 |
| Lampiran 29 | Kinetika adsorpsi Pb(II)-TBMTKA menurut pers. kinetika <i>Orde pseudo-dua Ho</i> | 125 |
| Lampiran 30 | Pengaruh konsentrasi awal larutan Pb(II)-TBMTKA | 126 |
| Lampiran 31 | Isoterm adsorpsi Pb(II) –TBMTKA .menurut persamaan Langmuir | 127 |
| Lampiran 32 | Isoterm adsorpsi Pb-TBMTKA menurut persamaan Freundlich | 128 |
| Lampiran 33 | Pengaruh keasaman terhadap adsorpsi kation Fe(III)-TBMTKA | 129 |
| Lampiran 34 | Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi kation Fe(III)-TBMTKA pada pH=5 | 130 |
| Lampiran 35 | Kinetika adsorpsi Fe(III)-TBMTKA menurut pers. kinetika <i>orde pseudo-satu</i> Model Kinetika Lagergren | 131 |
| Lampiran 36 | Kinetika adsorpsi Fe(III)-TBMTKA menurut pers. kinetika <i>orde pseudo-dua Ho</i> | 132 |
| Lampiran 37 | Pengaruh konsentrasi awal larutan Fe(III)-TBMTKA | 133 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Lampiran 38 | Isoterm adsorpsi Fe(III)-TBMTKA menurut persamaan Langmuir | 134 |
| Lampiran 39 | Isoterm adsorpsi Fe(III)-TBMTKA menurut persamaan Freundlich | 135 |
| Lampiran 40 | Pengaruh keasaman terhadap adsorpsi kation Fe(III)-TBKA | 136 |
| Lampiran 41 | Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi kation Fe(III)-TBKA pada pH=5 | 137 |
| Lampiran 42 | Kinetika adsorpsi Fe(III)-TBKA menurut pers. kinetika <i>orde pseudo-satu</i> Model Kinetika Lagergren | 138 |
| Lampiran 43 | Kinetika adsorpsi Fe(III)-TBKA menurut pers. kinetika <i>orde pseudo-dua</i> Ho | 139 |
| Lampiran 44 | Pengaruh konsentrasi awal larutan Pb(II)-TBKA | 140 |
| Lampiran 45 | Isoterm adsorpsi Pb(II) –TBKA .menurut persamaan Langmuir | 141 |
| Lampiran 46 | Isoterm adsorpsi Pb-TBKA menurut persamaan Freundlich | 142 |
| Lampiran 47 | Bukti Accepted IJBSAC journal (12 Desember 2016) | 143 |
| Lampiran 48 | Naskah Publikasi pada journal international | 144 |