

# THE SYNTHESIS OF CALIX[4]RESORCINARENE FROM CASSIA OIL AND ITS APPLICATION FOR SOLID PHASE EXTRACTION OF HEAVY METALS Hg(II) AND Pb(II)

Ratnaningsih E. Sardjono<sup>1\*</sup>, Gebi Dwiyaniti<sup>1</sup>, Siti Aisyah<sup>1</sup>, Fitri Khoerunnisa<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Chemistry Education, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Indonesia University of Education,  
Jl. Setiabudi 229Bandung

\*) email: ratnaeksa@yahoo.com

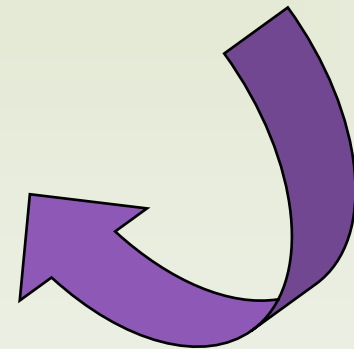
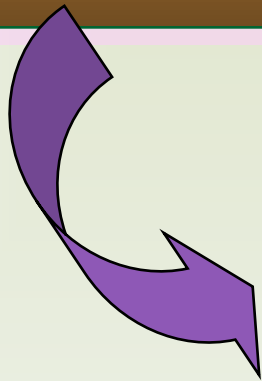


# INTRODUCTION

SIGNIFICANT  
CONTENT OF Pb(II)  
ON STREAM AND  
INDUSTRIAL  
EFFLUENT MUST BE  
REMOVED

CYCLIC OLIGOMER  
CALIXARENES HAVE  
POTENT AS SOLID  
PHASE EXTRACTOR

SOLID PHASE  
EXTRACTION IS ONE  
OF THE FEW PROMI-  
SING TECHNOLOGY  
TO TREAT INDUSTRIAL  
WASTE



SIGNIFICANT CONTENT  
OF Pb(II) ON STREAM  
AND INDUSTRIAL  
EFFLUENT MUST BE  
REMOVED

SOLID PHASE  
EXTRACTION IS ONE  
OF THE FEW PROMI-  
SING TECHNOLOGY  
TO TREAT INDUSTRIAL  
WASTE

CYCLIC OLIGOMER  
CALIXARENES HAVE POTENT  
AS SOLID PHASE  
EXTRACTOR

# SINTESIS KALIKS[4]RESORSINARENA DARI MINYAK KAYUMANIS DAN PENGGUNAANNYA UNTUK EKSTRAKSI FASA PADAT KATION LOGAM BERAT Hg(II) DAN Pb(II)

Ratnaningsih E Sardjono  
Gebi Dwiyanti  
Siti Aisyah  
Fitri Khoerunnisa



HIBAH KOMPETITIF UPI 2008

**KANDUNGAN  
SIGNIFIKAN LOGAM  
BERAT, KHUSUSNYA  
MERKURI DAN  
TIMBAL, DI PERAIRAN  
SANGAT BERBAHAYA**

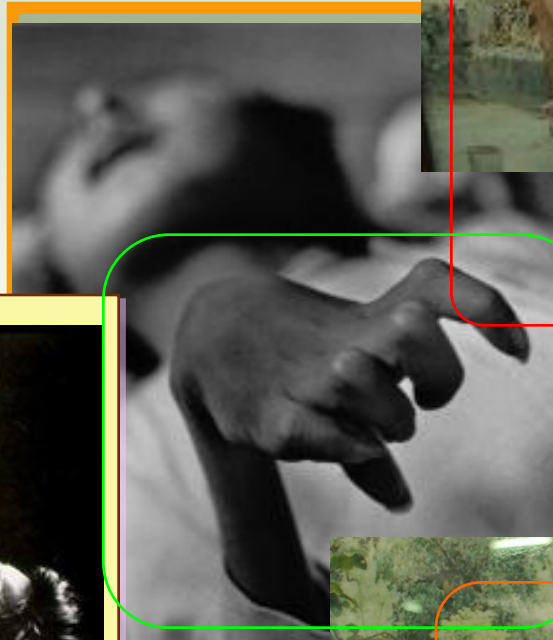


**KEBERADAAN LOGAM  
BERAT BERSUMBER  
DARI LIMBAH  
INDUSTRI  
KOSMETIK, BAHAN  
KIMIA, PLASTIK, BATER  
AI, PERTAMBANGAN, D**





TRAGEDI MINAMATA  
DI JEPANG  
MENYEBABKAN  
RATUSAN ORANG  
CACAT DAN  
MENINGGAL KARENA  
METILMERKURI



Tomoko dan ibunya di pemandian umum Jepang.  
Tomoko menderita cacat fisik karena metil merkuri.  
Tomoko meninggal 1977

KANDUNGAN  
SIGNIFIKAN  
LOGAM BERAT DI  
PERAIRAN  
BERBAHAYA BAGI  
LINGKUNGAN

MAKROMOLEKUL  
KALIKSARENA  
BERPOTENSI SEBAGAI  
EKSTRAKTAN



UNTUK  
MENGURANGI  
KANDUNGAN  
LOGAM BERAT :  
EKSTRAKSI FASA  
PADAT





# KALIKSARENA

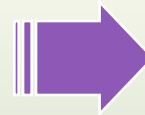
KALIKSARENA ADALAH OLIGOMER SIKLIS YANG TERSUSUN DARI SATUAN-SATUAN AROMATIS YANG DIHUBUNGGAN OLEH SUATU JEMBATAN.



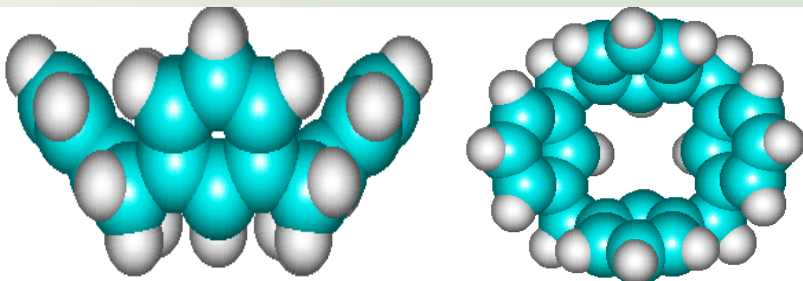
DAPAT DIMODIFIKASI SECARA LUAS



MEMPUNYAI GEOMETRI MOLEKUL UNIK, BERBENTUK KERANJANG DAN BERONGGA.

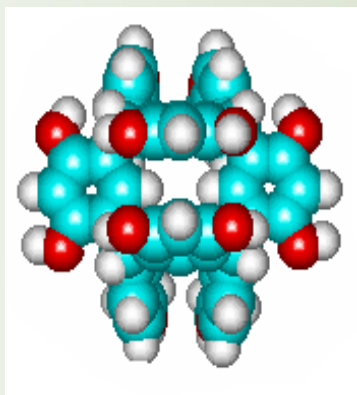


TELAH DIGUNAKAN UNTUK BERBAGAI KEPERLUAN: EKSTRAKSI (Sonoda dkk,1999), SENSOR (Mc Mahon dkk,2001), MEMBRAN (Lin dkk,2005), SURFAKTAN dan KATALIS (Shinkai,1986), FASA DIAM KHROMATOGRAFI (Suh dkk,2001)

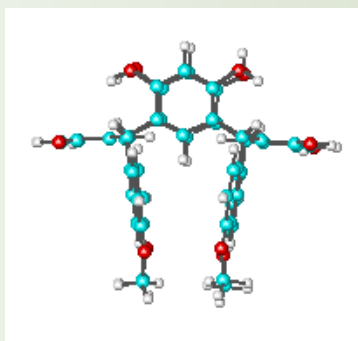
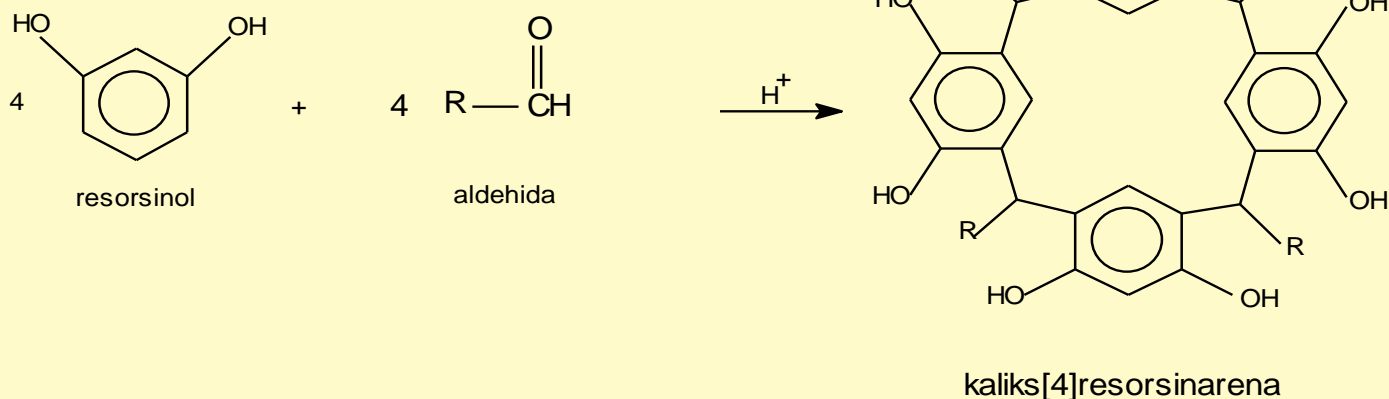




# SINTESIS KALIKSARENA JENIS KALIKS[4]RESORSINARENA DAN BEBERAPA KALIKS[4]RESORSINARENA YANG TELAH DISINTESIS (Sardjono, 2007)



## REAKSI UMUM



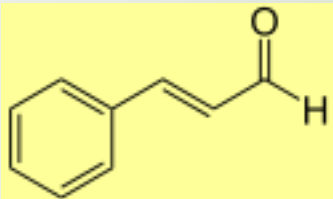
KALIKSARENA	R	KONDISI REAKSI	HASIL
CMKR	$CH_3$	150°C 30 menit, 50°C 1 jam, 30°C 4 hari	85% ( $C_{4v}:C_{2v} = 9:1$ )
CMFKR		78°C, 24 jam	90,35% ( $C_{4v}:C_{2v} = 3:2$ )
CHFVKR		78°C, 24 jam	93,45% ( $C_{4v}:C_{2v} = 1:1$ )
CHMFKR		78°C, 24 jam	98,36%
CBFKR		78°C, 20 jam	62,27%
CEKMFVKR		78°C, 15 jam	95,59%

# SINTESIS KALIKS[4]RESORSINARENA DARI SINAMALDEHIDA (MINYAK KAYUMANIS)



**KAYUMANIS,**

salah satu  
potensi lokal alam  
Indonesia

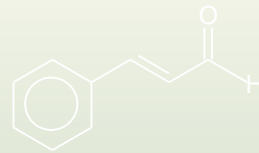


**SINAMALDEHIDA**  
(90%)

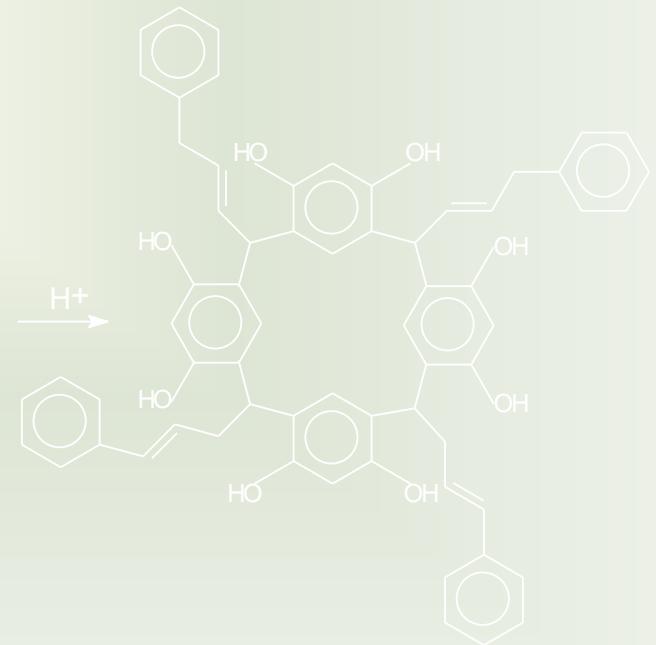


resorsinol

+



sinamaldehyda



# DISAIN PENELITIAN

ISOLASI SINAMAL-  
DEHIDA DARI MINYAK  
KAYUMANIS

SINTESIS CSKR DARI  
SINAMALDEHIDA

KARAKTERISASI  
CSKR

SCALE UP CSKR

EKSTRAKSI FASA  
PADAT Pb

EKSTRAKSI FASA  
PADAT Pb DAN Hg  
OLEH CSKR

EKSTRAKSI FASA  
PADAT Hg

PENENTUAN pH  
OPTIMUM

pH  
OPTIMUM

PENENTUAN  
WAKTU EKSTRAK-  
SI OPTIMUM

KINETIKA  
EKSTRAKSI

PENENTUAN  
KONSENTRASI  
LOGAM  
OPTIMUM

ISOTERM  
EKSTRAKSI

PENENTUAN pH  
OPTIMUM

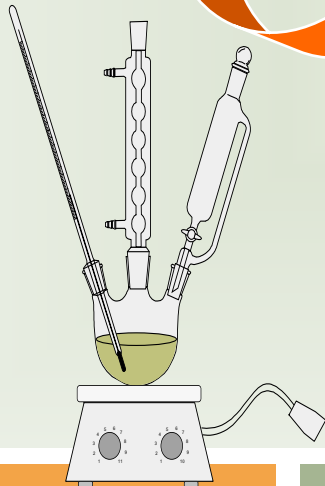
pH  
OPTIMUM

PENENTUAN  
WAKTU  
EKSTRAKSI  
OPTIMUM

KINETIKA  
EKSTRAKSI

PENENTUAN  
KONSENTRASI  
LOGAM  
OPTIMUM

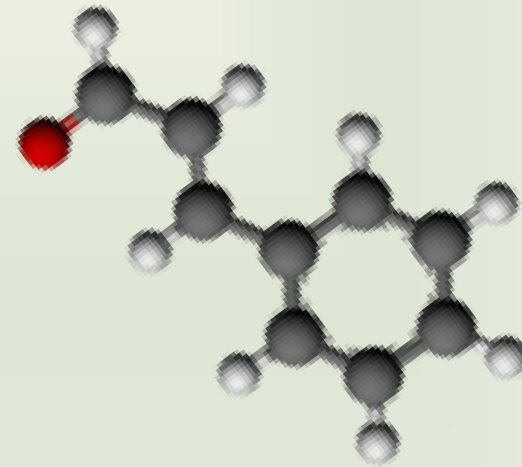
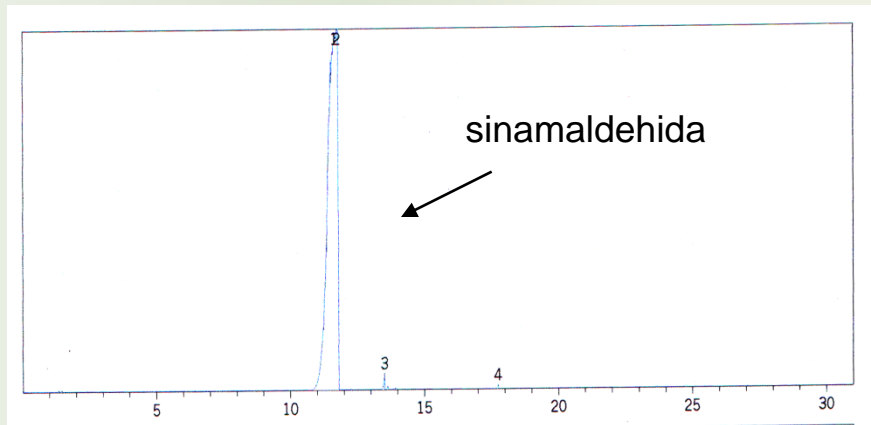
ISOTERM  
EKSTRAKSI



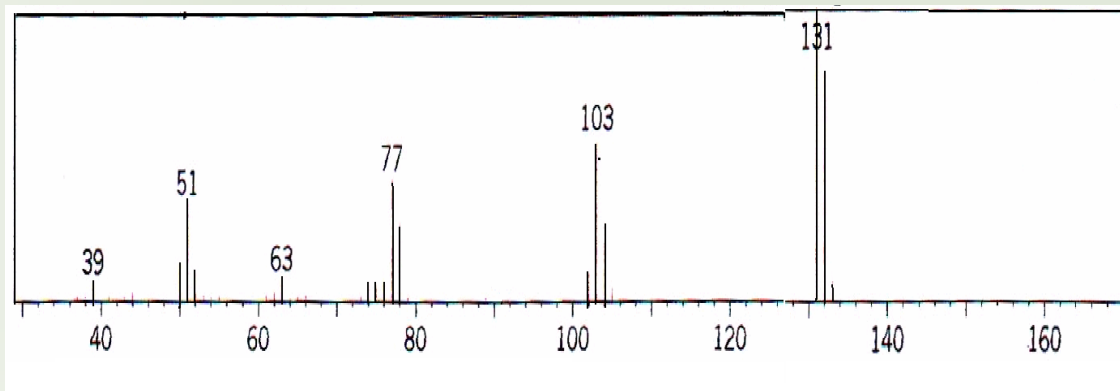
# HASIL PENELITIAN

## ISOLASI SINAMALDEHIDA DARI MINYAK KAYU MANIS

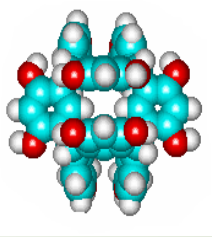
Hasil isolasi mencapai 69% dengan tingkat kemurnian mencapai 99,5%



Kromatogram GC produk isolasi

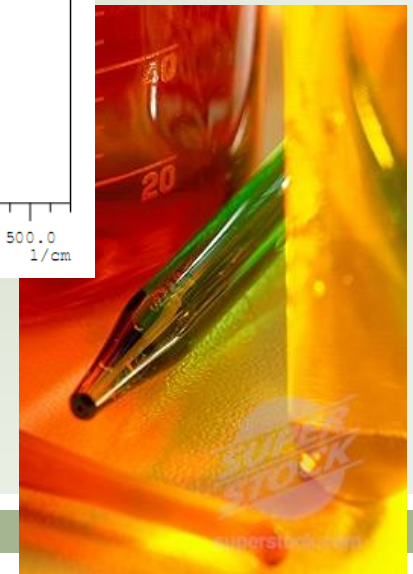
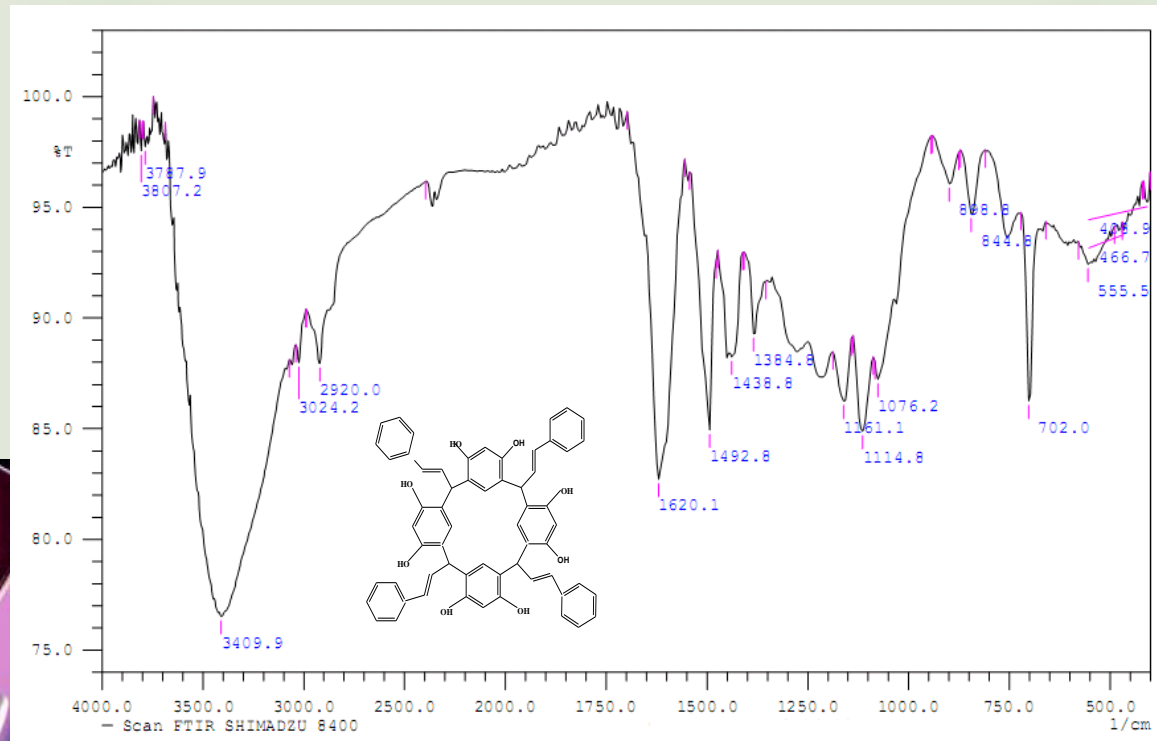


Spektrum mass produk isolasi



# SINTESIS CSKR

diperoleh CSKR pada temperatur reaksi 77°C dan waktu reaksi 24 jam sebanyak 75%.



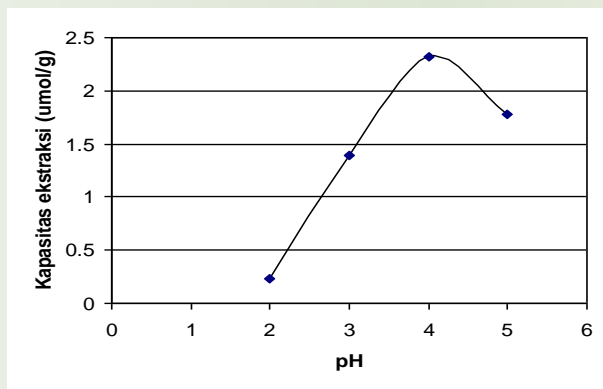
SUPER  
STOCK

superstock.com

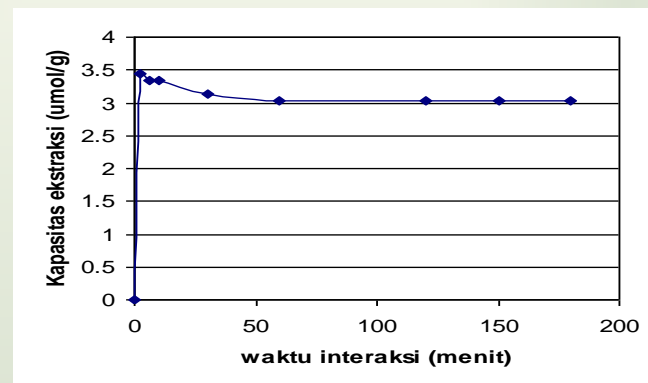


# HASIL EKSTRAKSI FASA PADAT Pb(II)

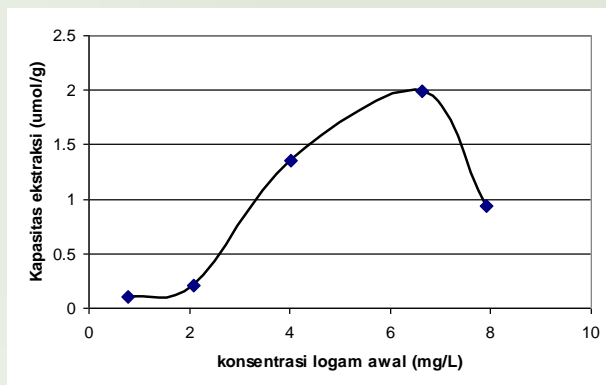
## □ Pengaruh pH



## □ Pengaruh Waktu Interaksi

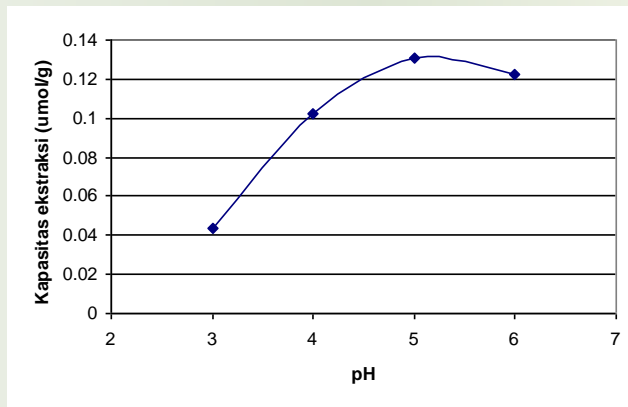


## □ Pengaruh Konsentrasi Logam

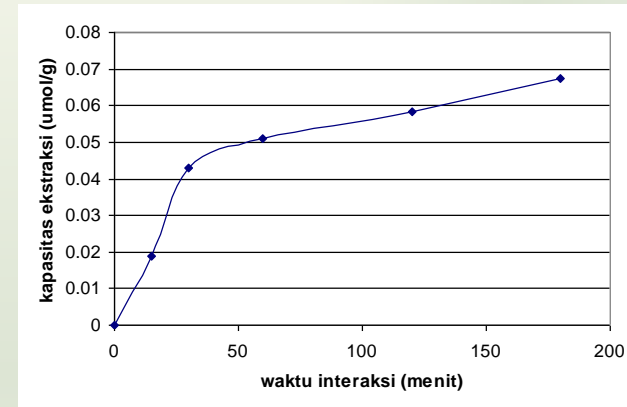


# HASIL EKSTRAKSI FASA PADAT Hg(II)

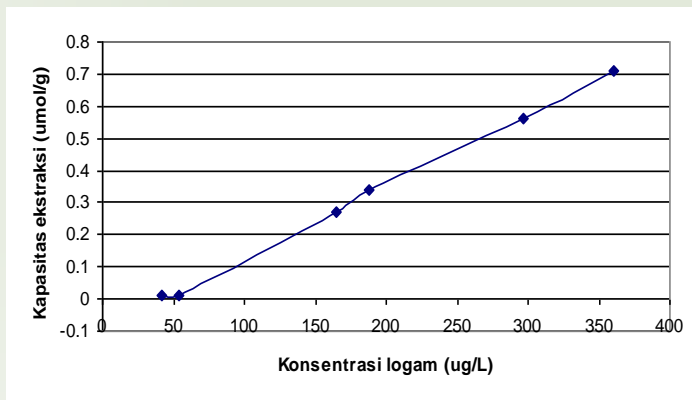
## □ Pengaruh pH



## □ Pengaruh Waktu Interaksi



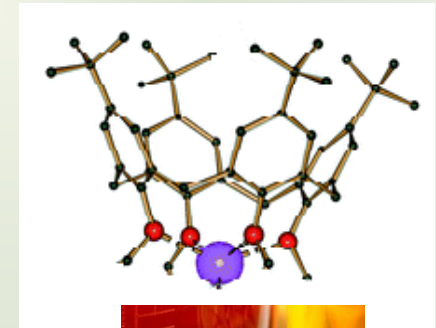
## □ Pengaruh Konsentrasi Logam



# PERSAMAAN MODEL KINETIKA DAN ISOTERM EKSTRAKSI FASA PADAT

Model kinetika ekstraksi Pb(II) dan Hg(II) oleh CSKR

Model Kinetika	R <sup>2</sup>	
	Pb(II)	Hg(II)
Persamaan pseudo orde 1 (Lagergren) $\log(q_e - q) = \log q_e - (k/2.303)t$	0.6552	0,9076
Persamaan pseudo orde 2 (Ho) $t/q = 1/2 kq_e^2 + t/q_e$	0.9999	0,9817

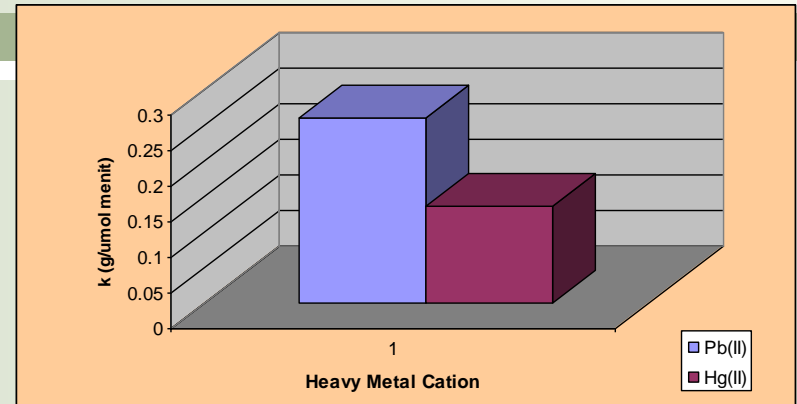


Model isotherm ekstraksi Pb(II) dan Hg(II) oleh CSKR

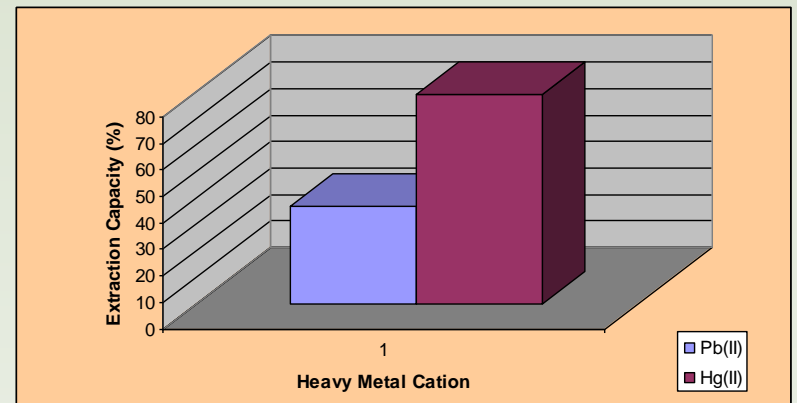
Model Isotherm	Hg(II)		Pb(II)	
	Persamaan linier	R <sup>2</sup>	Persamaan linier	R <sup>2</sup>
Freundlich	$y = 3,3901x + 1,286$	0,9949	$y = 0,5708x - 0,795$	0,6640
Langmuir	$y = 2,679x - 5,7328$	0,9999	$y = 2,8208x + 2,6527$	0,9023

# PERBANDINGAN EKSTRAKSI FASA PADAT Pb(II) DAN Hg(II)

PARAMETER	Pb(II)	Hg(II)
Ph OPTIMUM	4	5
OPTIMUM CONTACT TIME (MINUTE)	180	180
OPTIMUM METAL CONCENTRATION (mg/L)	6,6	0,36
KINETICS MODEL	PSEUDO 2 <sup>nd</sup> ORDER	PSEUDO 2 <sup>nd</sup> ORDER
ISOTHERM MODEL	LANGMUIR	FREUNDLICH



Laju ekstraksi Pb(II) > Hg(II) menunjukkan laju ekstraksi dipengaruhi oleh keberadaan gugus hidroksil, yang merupakan gugus pendonor elektron kuat



Kapasitas ekstraksi Pb(II) < Hg(II) menunjukkan kapasitas ekstraksi dipengaruhi oleh kesesuaian sifat keras lunak asam basa.



# KESIMPULAN

- CSKR yang dihasilkan dari minyak kayumanis dapat menjadi ekstraktor logam berat Pb(II) dan Hg(II). Ekstraksi fasa padat Pb(II) oleh CSKR berlangsung optimal pada pH 4, waktu interaksi 180 menit, dan konsentrasi awal logam 6,6 mg/L, mengikuti model kinetika pseudo orde dua, mengikuti model isoterm Langmuir, serta memberikan kapasitas ekstraksi 1,986  $\mu\text{mol/g}$  atau 37,2%. Sementara itu, kondisi optimum ekstraksi fasa padat Hg(II) adalah pH 5, waktu interaksi 180 menit, dan konsentrasi logam awal 0,36 mg/L. Selain itu, ekstraksi Hg(II) mengikuti model kinetika pseudo orde dua, mengikuti model isoterm Freundlich, dan mempunyai kapasitas ekstraksi sebesar 0,71  $\mu\text{mol/g}$  atau 79,1%.





# Title

- Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit. Vivamus et magna. Fusce sed sem sed magna suscipit egestas.
- Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit. Vivamus et magna. Fusce sed sem sed magna suscipit egestas.

# Title

- Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit. Vivamus et magna. Fusce sed sem sed magna suscipit egestas.
- Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit. Vivamus et magna. Fusce sed sem sed magna suscipit egestas.
- Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit. Vivamus et magna. Fusce sed sem sed magna suscipit egestas.