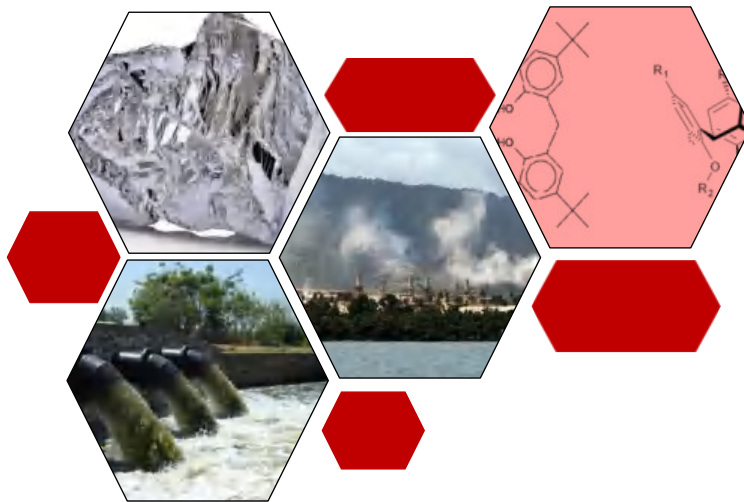


**EKSTRAKSI ION LOGAM Ni(II) DENGAN PENGEMBAN ION  
*p*-*tert*-BUTILKALIKS[4]ARENATETRAKARBOKSILAT SERTA STUDI  
KOMPLEKSASINYA MENGGUNAKAN METODE SPEKTROKOPI  
UV-Vis DAN FT-IR**



**SYAM SYAHRUL ABBAS  
H031 17 1309**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
KULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN**

**2024**

**EKSTRAKSI ION LOGAM Ni(II) DENGAN PENGEMBAN ION  
*p-tert*-BUTILKALIKS[4]ARENATETRAKARBOKSILAT SERTA STUDI  
KOMPLEKSASINYA MENGGUNAKAN METODE SPEKTROKOPI  
UV-Vis DAN FT-IR**

**SYAM SYAHRUL ABBAS**

**H031 17 1309**



**PROGRAM STUDI KIMIA**

**MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS HASANUDDIN**

**MAKASSAR**

**2024**



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

**SKRIPSI**

**EKSTRAKSI ION LOGAM Ni(II) DENGAN PENGEMBAN ION  
*p-tert*-BUTILKALIKS[4]ARENATETRAKARBOKSILAT SERTA STUDI  
KOMPLEKSASINYA MENGGUNAKAN METODE SPEKTROSKOPI  
UV-Vis DAN FT-IR**

**SYAM SYAHRUL ABBAS**

**H031 17 1309**

Skripsi,

Telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Sarjana Pada tanggal 25 bulan Juni  
tahun 2024 dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

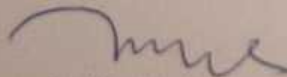
Pada



Program Studi S1  
Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Hasanuddin  
Makassar

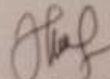
Mengesahkan:

Pembimbing Utama



Dr. Maming, M.Si  
NIP. 196312311989031031

Pembimbing Pertama



Dr. Herlina Rasyid, S.Si  
NIP. 19930414 2022044001



## PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI DAN PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa, skripsi berjudul "Ekstraksi ion logam Ni(II) dengan pengemban ion *p*-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat serta studi kompleksasinya menggunakan metode spektroskopi UV-Vis dan FT-IR" adalah benar karya saya dengan arahan dari pembimbing (Dr. Maming, M.Si sebagai Pembimbing Utama dan Dr. Herlina Rasyid, S.Si sebagai Pembimbing Pendamping). Karya ilmiah ini belum diajukan dan tidak sedang diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka skripsi ini. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut berdasarkan aturan yang berlaku.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta (hak ekonomis) dari karya tulis saya berupa skripsi ini kepada Universitas Hasanuddin

Makassar, 24 Juni 2024

  
Syam Syahrul Abbas  
H031 17 1309



## ABSTRAK

SYAM SYAHRUL ABBAS. **Ekstraksi ion logam Ni(II) dengan pengemban ion *p*-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat serta studi kompleksasinya menggunakan metode spektroskopi UV-Vis dan FT-IR** (dibimbing oleh Maming dan Herlina Rasyid).

**Latar belakang.** Limbah logam berat dari industri menyebabkan pencemaran dan dibutuhkan metode efektif salah satunya yaitu menggunakan *p*-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat sebagai pembawa ion dalam mengekstrak logam berat dari limbah karena kemampuan kompleksasi dan kelarutan rendah dalam air. **Tujuan.** Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pH, waktu, dan konsentrasi optimum serta identifikasi gugus yang berinteraksi dalam proses pembentukan kompleks. **Metode.** Penelitian terdiri atas: 1) Ekstraksi dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7 dan waktu 5; 10; 15; dan 20 menit; 2) Ekstraksi dengan variasi konsentrasi logam Ni(II) dan pengemban ion ligan:logam (3:1; 2:1; 1:1; 1:2; 1:3) dengan metode analisis UV-Vis; dan 3) Karakterisasi kompleks dengan metode FT-IR. **Hasil.** Ekstraksi dengan variasi pH dengan kadar ion Ni(II) tertinggi pada 96,67%. Variasi waktu dengan kadar ion Ni(II) tertinggi pada 47%. Perbandingan konsentrasi ion logam Ni(II) terhadap ligan *p*-tert-Butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat membentuk kompleks optimum pada 1:2 (ligan:logam). Hasil FT-IR menunjukkan adanya interaksi dengan munculnya puncak serapan baru di 626,87 cm<sup>-1</sup>. **Kesimpulan.** Ekstraksi ion logam Ni(II) dengan Pengemban Ion *p*-tert-Butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat yaitu pH optimum pada pH 6, waktu optimum pada 15 menit, perbandingan konsentrasi pada perbandingan 1:2 dan interaksi pembentuk kompleks ditandai dengan pembentukan pita baru Ni-O.

Kata kunci: *p*-tert-Butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat; Ni(II); ekstraksi,; UV-Vis; FT-IR



## ABSTRACT

**SYAM SYAHRUL ABBAS.** Extraction of Ni(II) Metal Ions with p-tert-Butylcalix[4]arene-tetracarboxylate as an Ion Carrier and Its Complexation Study Using UV-Vis and FT-IR Spectroscopy (supervised by Maming and Herlina Rasyid).

**Background.** Heavy metal waste from industrial processes causes pollution, necessitating effective methods such as using p-tert-butylcalix[4]arene-tetracarboxylate as an ion carrier to extract heavy metals due to its complexation ability and low solubility in water. **Aim.** This study aims to determine the optimal pH, time, and concentration, as well as identify the interacting groups in the complex formation process. The research comprises: 1) Extraction with pH variations (3, 4, 5, 6, 7) and time intervals (5, 10, 15, 20 minutes); 2) Extraction with varying concentrations of Ni(II) and ion carrier ligand ratios (3:1, 2:1, 1:1, 1:2, 1:3) using UV-Vis analysis; and 3) Characterization of the complex using FT-IR. **Results.** Extraction with pH variation showed the highest Ni(II) ion content at 96.67%. Time variation showed the highest Ni(II) ion content at 47%. The optimal complex was formed at a 1:2 (ligand) ratio. FT-IR results indicated interaction with the emergence of a new absorption peak at  $626.87\text{ cm}^{-1}$ . **Conclusion.** The extraction of Ni(II) metal ions with p-tert-Butylcalix[4]arene-tetracarboxylate showed optimal conditions at pH 6, with an extraction time of 15 minutes, and a ligand ratio of 1:2. The complexation interaction was indicated by the formation of a new Ni-O band.

**Keywords:** p-tert-Butylcalix[4]arene-tetracarboxylate; Ni(II); extraction; UV-Vis; FT-IR



## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
PERNYATAAN PENGAJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI .....	iv
UCAPAN TERIMA KASIH .....	v
ABSTRAK .....	vi
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
DAFTAR ARTI SIMBOL DAN SINGKATAN .....	xiii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Teori.....	2
1.2.1 Logam Berat Nikel .....	3
1.2.2 Kaliks[n]arena.....	4
1.2.3 Ekstraksi Cair-Cair.....	6
1.3 Rumusan Masalah .....	7
1.4 Maksud dan Tujuan.....	7
1.4.1 Maksud Penelitian.....	7
1.4.2 Tujuan Penelitian .....	8
1.4.3 Maksud Penelitian .....	8
1.4.4 Tujuan Penelitian .....	9
1.4.5 Maksud Penelitian .....	9
1.4.6 Tujuan Penelitian.....	9



2.3 Metode Penelitian.....	9
2.3.1 Pembuatan Larutan Pengemban Ion.....	9
2.3.2 Pembuatan Larutan Nikel.....	9
2.3.3 Ekstraksi dengan Variasi pH.....	9
2.3.4 Ekstraksi dengan Variasi Waktu.....	10
2.3.5 Ekstraksi dengan Variasi Konsentrasi Logam.....	10
2.3.6 Karakterisasi Kompleks dengan FT-IR.....	10
<b>BAB III HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>11</b>
3.1 Ekstraksi dengan Variasi pH.....	11
3.2 Ekstraksi dengan Variasi Waktu.....	13
3.3 Ekstraksi dengan Perbandingan Konsentrasi Ion Logam dan Pengemban Ion.....	14
3.4 Analisis dengan FT-IR .....	16
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>19</b>
5.1 Kesimpulan .....	19
5.2 Saran .....	19
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>20</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>23</b>





## DAFTAR TABEL

Nomor urut	Halaman
1. Sifat-sifat logam nikel.....	4
2. Sifat-sifat fisik pelarut-pelarut ekstraksi biasa.....	6



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

## DAFTAR GAMBAR

Nomor urut	Halaman
1. Logam Nikel.....	3
2. Struktur umum kaliks[n]arena .....	4
3. Struktur senyawa asam <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat .....	5
4. Pengaruh pH pada larutan ion logam terhadap ekstraksi logam Ni(II). Konsentrasi <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat $3,0 \times 10^{-5}$ M dan konsentrasi ion logam $3 \times 10^{-5}$ M dengan pengocokan selama 10 menit pada suhu 28°C .....	11
5. Penganruh waktu pengadukan terhadap ekstraksi ion logam Ni(II) dengan pengemban ion <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat. Konsentrasi <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat $3,0 \times 10^{-5}$ M dan ion logam $3,0 \times 10^{-5}$ M volume fasa air dan fasa organik masing-masing 10 mL.....	14
6. Kurva konsentrasi ligan : logam (3:1; 2:1; 1:1; 2:1; 3:1) pada ekstraksi ion logam Ni(II) dengan pengemban ion <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat dengan volume fasa air dan fasa organik masing-masing 10 mL pada panjang gelombang 190-500 nm dengan interval 1 nm .....	15
7. Kurva konsentrasi ligan:logam (1:2) dan ligan (1), pada ekstraksi ion logam Ni(II) dengan pengemban ion <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat (190-500 nm) .....	16
8. Spektrum FT-IR (a) <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat (kristal), (b) <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat (cair) serta (c) ekstraksi kompleks ion logam Ni(II) dan <i>p-tert</i> -butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat (cair) .....	17



## DAFTAR LAMPIRAN

Nomor urut	Halaman
1. Diagram Alir .....	23
2. Bagan Kerja .....	24
3. Perhitungan.....	27
4. Dokumentasi Penelitian .....	32
5. Data Hasil AAS.....	35
6. Data Spektrum UV-Vis.....	36
7. Data Hasil FT-IR.....	43



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

## DAFTAR ARTI SIMBOL DAN SINGKATAN

Lambang/singkatan	Arti dan penjelasan
pH	Potensial hidrogen
M	Molar
<i>p</i>	Para
<i>tert</i>	tertiary
Ni	Nikel/nickel
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
UV-Vis	Ultraviolet-visible spectroscopy



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pencemaran lingkungan yang diakibatkan oleh logam berat telah menjadi masalah lingkungan perairan di seluruh dunia. Pencemaran lingkungan yang terjadi karena polutan yang sudah melewati ambang batas toleransi dari makhluk hidup (Hamuna dan Wanimbo, 2021). Pencemaran logam ini memiliki dampak yang besar terutama karena dapat menyebabkan terjadinya akumulasi pada tubuh manusia yang dapat mengancam kesehatan (Aris dkk, 2021). Salah satu bentuk penyebaran pencemaran logam adalah melalui limbah cair hasil buangan industri yang mengandung kromium, tembaga, seng dan nikel (Wathoni dkk., 2021). Menurut *Agency for Toxic Substances & Disease Registry*, nikel dapat menyebabkan berbagai masalah kesehatan seperti gangguan sistemik, gangguan imunologi, gangguan neurologis, gangguan reproduksi, gangguan perkembangan, efek karsinogenik, dan bahkan kematian akibat dari paparan dengan logam berat (Miaratiska dan Azizah, 2015).

Berbagai metode telah dikembangkan sebagai upaya penanganan masalah pencemaran logam perairan yang disebabkan oleh air limbah industri diantaranya metode koagulasi, sedimentasi dan variasi filtrasi (Rahmah dkk., 2015). Adapun metode lainnya yang dikembangkan berupa metode pemisahan ion logam dengan teknik membran cair dari metode ekstraksi pelarut, keuntungannya karena memiliki tingkat selektivitas dan efisiensi yang tinggi (Permatasari dkk., 2019). Senyawa makrosiklik seperti *crown ethers* dan turunannya dapat digunakan menjadi *ion carrier* untuk ekstraksi karena sifat bentuk kompleksnya (Nwik-zajac dkk., 2020).

Kaliks[n]arena dan turunannya merupakan bentuk pembawa baru yang sangat efisien untuk logam berat dan ion transisi dalam teknologi pemisahan. Efektivitas ini disebabkan oleh selektivitas pengompleks yang tinggi untuk ion logam, karena situs koordinasi enkapsulasi yang disesuaikan secara khusus yang ada dalam struktur serta kelarutannya rendah dalam larutan air (Zawierucha dkk., 2019). Kaliks[n]arena dengan molekul inang siklik memiliki berbagai ukuran dan rongga yang bervariasi sehingga memiliki kemampuan mengikat dalam larutan air (Crowley, 2022).

Beberapa penelitian menggunakan kaliks[n]arena dalam berbagai aplikasi seperti Hu dkk (2016) menggunakan kaliks[n]arena sebagai fase diam dalam proses kromatografi karena kaliks[n]arena dan turunannya yang dalam analisis struktural



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

puan yang sangat baik dalam kelarutannya dalam air sebagai n kemampuan kompleksasi berdasarkan struktur berongga meningkatkan selektivitasnya. Akin dkk (2012) menggunakan gai *ion carrier* dalam membran cair yang menunjukkan [n]arena sebagai pembawa dan pengangkut kation logam yang juga Liu dkk. (2016) dengan alasan yang sama menggunakan penelitian mengenai ekstraksi p-tert-butilsulfonilkaliks[4]arena

terhadap cesium(II) dan stronsium(II). Imyim dkk (2015) menggunakan kaliks[n]arena 25,26,27- *N,N',N''-tris((4-ethoxy)benzyl)ethylene tetraamine-p-tert-butylcalix[4]arene* sebagai agen pengekstrak dalam melakukan ekstraksi cair untuk logam seng dan nikel dalam pembentukan kompleksnya. Penelitian sebelumnya juga dilakukan oleh Megawati (2021) dengan menggunakan kaliks[n]arena jenis *p-tert-butylkalix[6]arene* dengan logam Pb(II). Adapun Penelitian ini dilakukan untuk menunjukkan kaliks[n]arena sebagai *ion carrier* dan juga ligan dan membantu untuk memahami prinsip-prinsip yang mempengaruhi laju pembawa ion logam yaitu pengaruh pH, waktu ekstraksi, dan pengaruh konsentrasi logam. Studi ini akan dilakukan kompleksasi ion Ni(II) dengan pengemban ion asam *p-tert-butylkalix[4]arene-tetrakarboksilat*.

## 1.2 Teori

Pencemaran logam menjadi masalah serius yang sangat mempengaruhi kehidupan karena salah-satunya menurunkan kualitas air (Adani dkk., 2018). Kualitas air yang mulai tercemar limbah diakibatkan oleh logam berat yang dikategorikan sebagai bahan beracun yang dapat menyebabkan kerusakan pada organisme air dan juga manusia. Beberapa sumber pencemar logam berasal dari limbah domestik yang menggunakan logam dan juga penggunaan pupuk yang mengandung logam (Pratiwi, 2020). Selain itu, pembangunan industri seperti pabrik di sekitaran sumber aliran air misalnya sangat menimbulkan kekhawatiran besar karena kontaminasi limbah industri yang turut terbuang mengandung antara lain timbal (Pb), merkuri (Hg), kadmium (Cd), arsen (As), nikel (Ni), krom (Cr), tembaga (Cu), seng (Zn) dan lain sebagainya akan menjadi agen pencemaran di lingkungan (Wijayanti, 2017).

Limbah buangan industri dalam bentuk cair yang dibuang ke sungai ikut berperan dalam menurunnya produksi pertanian karena pengairan yang dilakukan oleh petani dari saluran irigasi berasal dari sungai yang memasuki kawasan industri (Yudo, 2006). Pembuangan limbah yang terus-menerus dilakukan mengakibatkan adanya sejumlah akumulasi bahan berbahaya di sedimen sungai. Limbah logam berat dari industri tekstil yang berasal dari zat pewarna misalnya, sudah menyumbang banyak logam berat diantaranya arsen (As), kadmium (Cd), krom (Cr), timbal (Pb), tembaga (Cu), seng (Zn) (Komarawidjaja, 2017). Sebagai faktor pencemar air, logam berat yang sebagai limbah anorganik semakin diperhitungkan karena sifatnya yang tidak dapat terurai sehingga terakumulasi dan menyebabkan efek biologis yang merusak (Kar dkk., 2008). Ikan yang terkontaminasi mengalami perubahan biokimia dari tingkat sel tunggal hingga dengan perubahan pada seluruh populasi (Poleksis dkk., 2019). Logam berat yang bersifat mudah larut dalam perairan sangat memudahkan organisme hidup yang terdeteksi adanya indikasi logam berat insang, hati, maupun pada jaringan otot (Sobhanardakani dkk., 2019).

Logam berat yang secara alami ada tersebar dengan luas di permukaan bumi (Wells, 1943) akan tetapi jumlah aplikasi penggunaan logam berat yang menyimpang dari hasil produk industri terus meningkat seiring



dengan perkembangan sehingga meningkatkan interaksi antara manusia dan logam berat juga meningkat dan dapat menimbulkan bahaya pada kesehatan manusia (Adamska dkk., 2021). Nikel dari industri memiliki beberapa titik sumber pelepasan yang menyebar, menambah kontribusi terhadap paparan nikel (Brix dkk, 2017). Paparan secara *inhalation* atau melewati pernafasan dapat menyebabkan efek keracunan pada saluran pernafasan serta pada sistem kekebalan (Cempel, 2006). Akumulasi terus-menerus dari senyawa nikel dapat juga berefek alergi dari bentuk kontak kulit meski akumulasi nikel dalam tubuh akibat paparan kronis bisa menyebabkan fibrosis pada paru-paru, penyakit kardiovaskular dan juga ginjal. Insiden atau paparan yang lebih tinggi terjadi pada lingkungan para pekerja pertambangan, peleburan dan penyulingan nikel. Berdasarkan pengamatan itu, *International Agency for Research on Cancer* (IARC) memberikan evaluasi untuk karsinogenitas untuk nikel di tahun 1990 (Denkhaus dan Salnikow, 2002).

### 1.2.1 Logam Berat Nikel

Logam nikel adalah logam yang berwarna putih perak dan keras. Nikel bersifat liat, dapat ditempa dan sangat kaku. Logam ini melebur pada 1455°C dan bersifat sedikit magnetis (Vogel, 1979).



**Gambar 1. Tampilan logam nikel**

(Sumber: Helmenstine, 2021. [thoughtco.com/nickel-facts-606565](http://thoughtco.com/nickel-facts-606565))

Nikel memiliki sifat yang akan membentuk paduan atau campuran bila digabungkan dengan logam lain. Nikel digunakan dalam berbagai aplikasi produk yang lebih dari 200.000 mulai dari untuk konsumen, industri, militer, transportasi, kedirgantaraan, dan arsitektur (Miaratiska dan Azizah, 2015).

Nikel memiliki ketahanan korosi sehingga dimanfaatkan dalam proses pembuatan logam yang tidak memiliki ketahanan terhadap korosi (Setiawan dkk., 2015). Nikel anorganik biasanya dikelompokkan dalam klasifikasi logam berat. Dari metode analisis yang dilakukan biasanya, seperti beberapa metode analisis yang digunakan dalam menganalisis partikel nikel pada udara



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

dengan menggunakan filter yang menggunakan bahan kimia berbeda dalam mengekstraksi nikel yaitu pencucian senyawa nikel terlarut dengan amonium sitrat dan senyawa nikel-belerang dengan campuran amonium sitrat/hidrogen peroksida.

**Tabel 1. Sifat-sifat logam nikel**

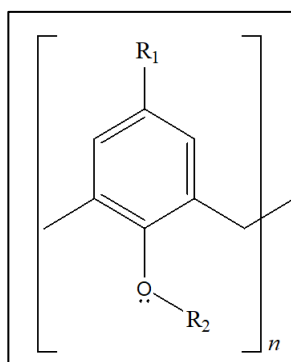
Sifat	Nilai
Tahan Listrik	6.84 mΩ
Konduktivitas	23%
Modulus elastis	29.106 lb/inch <sup>2</sup>
Kerapatan	8.9 gr/cm <sup>3</sup>
Kekuatan tarik	46000 psi

(Sumber : Setiawan dkk., 2022)

Untuk *metallic nickel* dilarutkan dengan brom dalam alkohol khusus (metanol anhidrat) dan sisa nikel oksida yang dilarutkan dalam asam yang kuat (asam nitrat pekat/asam perklorat) (Schaumlöffel, 2012). Nikel di alam terbagi dalam 2 jenis, nikel sulfida dan nikel oksida (laterit). Nikel sulfida pada umumnya terdapat pada daerah subtropis sedang laterit pada daerah tropis. Nikel memiliki sifat sebagai penghantar (konduktor) listrik dan panas yang cukup baik sehingga menjadi bahan dalam pembuatan baterai dalam industri mobil listrik sebagai elektroda pada baterai jenis NiMH (Zaidan dan Garinas, 2021). Nikel juga dikenal cukup penting dalam berbagai praktik industri seperti produksi baja tahan karat (Brix dkk., 2016).

### 1.2.2 Kaliks[n]arena

Kaliks[n]arena adalah suatu senyawa yang biasanya dibuat dan dimodifikasi secara teratur, menghasilkan banyak jenis dan jumlah satuan aromatik dan gugus fungsi yang berbeda. Senyawa ini terdiri dari satuan aromatik yang dihubungkan oleh jembatan dan memiliki bentuk khusus dengan geometri yang menyerupai keranjang (Sardjono, 2007).



#### Umum kaliks[4]arena

(Sardjono, 2015)

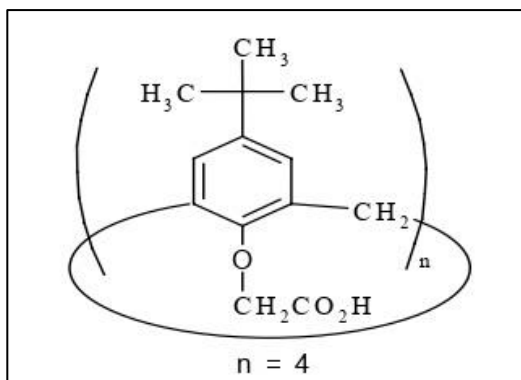
Kaliks[4]arena memiliki dua bagian sifat, yaitu hidrofobik dan hidrofilik, dan dilakukannya modifikasi pada senyawa tersebut. Hal ini





memungkinkan kaliks[n]arena untuk membentuk jenis kation dan anion serta disalahgunakan pada gugus fungsi. Penggunaan kaliks[n]arena sangat beragam, antara lain dalam bahan katalis, sensor ion negatif, fotografi industri, adsorben logam berat, fasa diam dalam kromatografi, membran, ataupun sebagai agen ekstraksi (Prabawati, 2012).

Meskipun kaliks[n]arena memiliki sifat tidak larut dalam air, sehingga dapat digunakan sebagai adsorben untuk logam berat, beberapa penelitian menunjukkan bahwa senyawa ini dapat membentuk kompleks dengan logam (Hamilton, 1995). Penggunaan beberapa jenis turunan dari kaliks[n]arena sebagai *ion carrier* telah dilakukan seperti, oleh Yoshida (1989) dalam penggunaan pada proses ekstraksi dan ion transport pada ekstraksi Cu(II) dari larutan alkali amonia ataupun ekstraksi logam La(III), Y(III), Er(III) sebagai koekstraktan ion logam alkali oleh Soedarsono dkk (1996). Beberapa turunan dari Kaliks[n]arena bisa membentuk kompleks dengan beberapa jenis ion logam. Telah diteliti oleh Israeli dan Detellier (1997) dengan mengopleksasi antara *p-t*-butilkaliks[4]arena-tetraester dan Na<sup>+</sup> menggunakan metode <sup>1</sup>H dan <sup>23</sup>Na NMR dengan perbandingan 50:50 dalam campuran asetonitril-terdeuteurasi dan klororform-terdeuteurasi dan ditemukan stoikiometri antara ligan dan ion logam yang diamati berkisar antara 1:1 dan 2:1 tetapi 2:1 lebih cepat berubah daripada dengan perbandingan 1:1. Kaliks[n]arena juga sangat cocok dalam membentuk kompleks dengan logam-logam alkali dengan stoikiometri 1:1 (Cindro, 2017). Sejumlah peneliti telah mengidentifikasi beberapa struktur kompleks kaliks[n]arena dengan ion logam alkali dan transisi menggunakan metode sinar-X dan 1H-NMR. Salah satu contohnya adalah kompleks titanium klorida dengan *p-tert*-butilkaliks[4]arena, yang membentuk ikatan dengan gugus dibawah cincin (Notestein dkk., 2007).



**Gambar 3. Struktur senyawa *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat**



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

, 995)

butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat merupakan senyawa yang dari kaliks[n]arena dengan ekstraksi dengan asam *p-tert*-rakarboxilat dilaporkan telah dilakukan oleh Maming dkk ian mengenai pemisahan ion Cr(III), Cd(II), Pb(II), dan Ag(I) membran cair menggunakan asam *p-tert*-butilkaliks[4]arena-

tetrakarboxilat sebagai pengemban ion dan Adhikari dkk (2013) dalam ekstraksi  $Pb^{2+}$  dengan asam *p-tert*-butilkaliks[4]arena karboxilat secara termodinamis.

### 1.2.3 Ekstraksi Cair-Cair

Terdapat suatu teknik pemisahan kimia-fisika yang disebut dengan ekstraksi cair-cair (LLE), ekstraksi merupakan suatu metode dalam pemisahan dengan prinsip perpindahan zat melalui suatu lapisan yang tidak saling bercampur seperti senyawa yang ingin diekstraksi seperti asam karboxilat atau asam lemak bebas yang mudah larut dalam air dipisahkan dari fasa airnya dengan menggunakan pelarut organik. Proses pemisahan tergantung pada perbedaan kelarutan senyawa di kedua pelarut, dimana senyawa yang akan diekstraksi biasanya memiliki kelarutan yang rendah atau hanya sedikit larut dalam satu pelarut tetapi sangat larut di dalam pelarut lainnya (Firdaus, 2016). Proses pemisahan dapat dilakukan dengan cara kontak langsung antara dua fasa tersebut baik secara terus-menerus maupun berhenti-henti (Coere dkk., 1965 dalam Putranto, 2012).

**Tabel 2. Sifat-sifat fisik pelarut-pelarut ekstraksi biasa**

Pelarut	Berat Molekul (g/mol)	Titik didih (°C)	Densitas Pada 20°C (g/cm <sup>3</sup> )	Keterangan
Dietil eter	74	35	0,714	Pelarut yang paling luas Penggunaannya dalam ekstraksi. Lapisan atas dalam ekstraksi dengan air.
Pentana	72	36	0,626	Digunakan untuk mengekstraksi senyawa nonpolar.
Metilen klorida	85	41	1,335	Digunakan untuk mengekstraksi senyawa polar. Biasanya lapisan bawah dalam ekstraksi dengan air
		61		Digunakan untuk mengekstraksi senyawa polar. Lapisan bawah dalam ekstraksi dengan air
	119		1,492	
	86	68	0,659	Sama dalam ekstraksi dengan pentana. Cairan mudah terbakar.



Lanjutan Tabel 2.

Pelarut	Berat Molekul (g/mol)	Titik didih (°C)	Densitas Pada 20°C (g/cm <sup>3</sup> )
Benzene	78	80	0,879
Toluene	92	111	0,867

Digunakan untuk mengekstraksi senyawa aromatik Lapisan atas dalam ekstraksi dengan air. cairan mudah terbakar.

Sama dalam ekstraksi dengan benzena. Cairan mudah terbakar

(sumber: Doyle, M. P. dan W. S. Mungall, 1980)

Beberapa penelitian menggunakan Kaliks[4]arena dalam proses ekstraksi cair-cair seperti yang dilakukan Wulanawati dan Asijati (2003) dari natrium menggunakan 25,26,27,28-tetrakarboxi-5,11,17,23-tetra-tert-butilkaliks[4]arena dengan pengadukan secara magnetik untuk menunjukkan pengaruh efisiensi ekstraksi ion logam natrium. Penelitian ini dilakukan dengan fokus pada teknik pemisahan dengan menggunakan konsentrasi logam berat rendah dan bertujuan agar efektif dalam pengolahan limbah cair industri dengan kadar konsentrasi logam berat yang tergolong rendah.

### 1.3 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Berapa pH dan waktu optimum ekstraksi kompleks ion Ni(II) dengan pengemban ion asam *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat?
2. berapa konsentrasi optimum pada ekstraksi kompleks antara ion Ni(II) dengan pengemban ion asam *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat?
3. gugus fungsi apa dari asam *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat yang berinteraksi dengan ion logam Ni(II) dalam pembentukan senyawa kompleksnya?

### 1.4 Maksud dan Tujuan

#### 1.4.1 Maksud Penelitian

ini adalah untuk mengetahui dan mempelajari kompleksasi pada dengan molekul ekstraktan asam *p-tert*-butilkaliks[4]arena-



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

### 1.3.1 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menentukan pH dan waktu optimum ekstraksi kompleks ion Ni(II) dengan pengemban ion asam *p-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat* secara AAS.
2. Menentukan konsentrasi ekstraksi kompleks ion Ni(II) dengan pengemban ion asam *p-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat* secara UV-Vis.
3. Mengidentifikasi gugus berinteraksi pada asam *p-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat* menggunakan metode spektrofotometri FT-IR.

### 1.3.1 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi dalam pengembangan asam *p-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat* sebagai penjerat logam berat nikel (Ni), khususnya untuk tujuan penanganan masalah pencemaran logam berat di lingkungan. Selain itu, penelitian ini dapat dijadikan acuan untuk penelitian yang berkaitan dengan studi kompleksasi asam *p-tert-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat* dengan ion logam berat lainnya.



Optimization Software:  
[www.balesio.com](http://www.balesio.com)

## BAB II

### METODE PENELITIAN

#### 2.1 Tempat dan Waktu

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli hingga Desember 2023. Lokasi penelitian di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin serta Laboratorium Terpadu Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

#### 2.2 Bahan dan Alat Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan adalah  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ , *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat, kloroform,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{NaOH}$  dan akuabides. Alat-alat yang digunakan adalah neraca analitik, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, spektrofotometri UV-Vis, Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), FT-IR dan peralatan gelas yang umum dipakai dalam laboratorium

#### 2.3 Metode Penelitian

##### 2.3.1 Pembuatan Larutan Pengemban Ion

Larutan pengemban ion  $3,0 \times 10^{-5}$  M dibuat dengan melarutkan sebanyak 0,0026 gram *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboxilat ke dalam 100 mL pelarut kloroform.

##### 2.3.2 Pembuatan Larutan Nikel

Larutan induk Ni(II)  $3,0 \times 10^{-5}$  M 100 mL dibuat dengan melarutkan 0,0055 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  ke dalam 100 mL akuabides kemudian dipipet dan diencerkan se-banyak 10 mL dalam 100 mL akuabides. Larutan induk Ni(II)  $3,0 \times 10^{-5}$  M 50 mL dibuat dengan melarutkan 0,0027 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  ke dalam 50 mL akuabides kemudian dipipet dan diencerkan 5 mL dalam 50 mL akuabides.

##### 2.3.3 Ekstraksi dengan Variasi pH

Disiapkan larutan logam dengan konsentrasi logam Ni(II)  $3,0 \times 10^{-5}$  M diatur pH menjadi 3 menggunakan  $\text{HNO}_3$  0,1 M. Larutan ion logam dimasukkan kedalam tabung reaksi sebanyak 10 mL kemudian diekstraksi dengan larutan *p-tert*-tetrakarboxilat sebanyak 10 mL menggunakan *stirrer* kemudian dikocok merata dan diukur menggunakan spektrofotometri serapan atom. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang yang sama untuk variasi pH 4, 5, 6, 7. Dibuat grafik antara pH dan absorbansi yang diekstrak untuk menentukan pH optimum.



### 2.3.4 Ekstraksi dengan Variasi Waktu

Disiapkan sederet larutan contoh logam Ni(II)  $3,0 \times 10^{-5}$  M dengan pH tertentu (pH ekstraksi optimum) kemudian diekstraksi dengan larutan *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat sebanyak 10 mL selama 5 menit. Fasa organik dipisahkan dan diukur menggunakan spektrofotometri serapan atom. Diberi perlakuan yang sama pada variasi waktu ekstraksi 10; 15; 20 dan 25 menit. Dibuat grafik antara lama waktu ekstraksi dan konsentrasi logam yang diekstrak untuk menentukan waktu optimum.

### 2.3.5 Ekstraksi dengan Variasi Konsentrasi Logam

Larutan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan konsentrasi  $3,0 \times 10^{-4}$  M kemudian diencerkan menjadi  $3,0 \times 10^{-5}$ ;  $2,0 \times 10^{-5}$  dan  $1,0 \times 10^{-5}$  M. diekstraksi dengan larutan *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat sebanyak 10 mL dengan pola perbandingan **3:1** ( $3 \times 10^{-5}$  M :  $1 \times 10^{-5}$  M); **2:1** ( $1 \times 10^{-5}$  M :  $2 \times 10^{-5}$  M), **1:1** ( $1 \times 10^{-5}$  M :  $1 \times 10^{-5}$  M), **1:2** ( $1 \times 10^{-5}$  M :  $2 \times 10^{-5}$  M) dan **1:3** ( $1 \times 10^{-5}$  M :  $3 \times 10^{-5}$  M) dilakukan pengadukan menggunakan *stirrer* selama waktu optimum. Dipisahkan fasa organik dan diukur serapannya menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada Panjang gelombang yang sesuai.

### 2.3.6 Karakterisasi Kompleks dengan FT-IR

Larutan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sebanyak 10 mL dengan konsentrasi optimum dan pada pH optimum diekstraksi dengan 10 mL larutan *p-tert*-butilkaliks[4]arena-tetrakarboksilat selama waktu optimum. Dipisahkan fasa organik dan fasa airnya lalu dilakukan analisis menggunakan FT-IR.

