

Adsorpsi Zat Warna Rhodamin B Menggunakan Senyawa C-Sinamalkaliks[4]Resorsinarena (CSKR) dengan Metoda Batch

Ranti Septiana, Sri Benti Etika*, Edi Nasra

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Negeri Padang Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia
Telp. 07517057420

*sribentietika67@gmail.com

Abstract— Rapid population growth causes many environmental problems, one of which is the pollution of Rhodamin B in the waters. An alternative is needed to describe the liquid waste containing the Rhodamin B dye. One of the effective methods in controlling water due to dyes is through the adsorption method with a batch system. C-Sinamalkaliks[4] Resorsinarena (CSKR) compound is a compound synthesized from cinnamon oil waste that has great potential to be developed as an adsorbent for dangerous dyes. The purpose of this study is to determine the maximum absorption capacity of CSKR against Rhodamin B using the optimum condition parameters that are estimated to affect the absorption of Rhodamin B. The parameters used in this study include pH, concentration, stirring speed and contact time. Testing to prove the analysis method used has met the requirements is to validate the analysis method. The results showed the optimum conditions for Rhodamin B absorption occurred at pH 7, concentration of 100 mg/L, stirring speed of 200 rpm and contact time of 60 minutes. CSKR adsorption capacity of Rhodamin B is 11,3542 mg/g. Rhodamin B adsorption by CSKR tends to follow the Langmuir isotherm pattern with a determinant coefficient (R) value of 0.662. The results of the analysis were carried out validation which included a test of equality (precision) as well as LOD and LOQ. The value of the precision test (% RSD) of Rhodamin B produced was 1.92%. The LOD and LOQ values in the analysis method used were 0,02487 mg/L dan 0,08291 mg/L. The test results show that the method has fulfilled good validation.

Keywords — Adsorption, C-Sinamalkaliks[4]resorsinarena (CSKR), Rhodamin B, adsorption capacity

I. PENDAHULUAN

Pertumbuhan penduduk yang semakin pesat menyebabkan banyak timbulnya masalah lingkungan. Pertumbuhan penduduk ini diiringi dengan pesatnya perkembangan industri seperti tekstil, kertas, karet, plastik, cat dan percetakan. Pada umumnya, industri tersebut membuang limbah cair hasil aktivitas industrinya ke perairan. Pembuangan limbah dalam volume yang besar ke lingkungan menyebabkan efek buruk pada ekosistem perairan dan kehidupan manusia [1].

Industri kertas, plastik, cat, percetakan dan industri-industri lainnya terutama industri tekstil lebih memilih zat warna sintetis daripada zat warna alami. Selain harganya murah, zat warna sintetis lebih tahan lama, daya mewarnai lebih kuat, mudah diperoleh dan lebih mudah untuk digunakan. Tetapi limbah zat warna yang dihasilkan masih berwarna dan sulit terdegradasi. Zat warna yang digunakan akan tersisa sekitar 15-20 % pada air buangan yang akan masuk ke lingkungan [2].

Rhodamin B merupakan zat warna kelas *xanthene* yang sangat larut dalam air [3]. Rhodamin B dapat menyebabkan iritasi dan kemerahan jika terkontak langsung dengan kulit

dan mata, iritasi di saluran pernapasan, dan dapat menyebabkan iritasi pada saluran pencernaan [1]. Oleh karena itu, perlu dicari alternatif untuk menguraikan limbah cair yang mengandung zat warna Rhodamin B tersebut.

Salah satu metode yang efektif dalam pengendalian air akibat zat warna adalah melalui metode adsorpsi. Telah banyak dilakukan penelitian penyerapan Rhodamin B yang menggunakan metode adsorpsi dengan menggunakan berbagai jenis adsorben, beberapa diantaranya yaitu arang aktif batang tanaman gumi tir teraktivasi [4], biomassa *rhizopus oryzae* [5], MgO dengan bantuan Fe-Co-Mn nanopartikel (MgO-FCN-NPs) [6], karbon aktif permukaan batu (*Phoenix dactylifera*) [7] dan lain-lain.

Senyawa sintesis dari minyak kayu manis yang berpotensi besar untuk dikembangkan sebagai adsorben adalah kaliksarena (*calixarene*). Kaliksarena merupakan suatu senyawa oligomer siklis yang tersusun atas satuan-satuan aromatis yang dihubungkan oleh jembatan *methylene*. Kaliksarena mempunyai geometri berbentuk seperti keranjang dan berongga. Kaliks[4]resorsinarena adalah turunan dari kaliksarena. Kaliks[4]resorsinarena adalah makromolekul sintetik yang merupakan tetramer residu resorsinol dalam

suatu deret siklis dan dihubungkan oleh jembatan *methylene* [8].

Sinamaldehida merupakan senyawa-senyawa aktif biologis yang terdapat dalam minyak esensial dari genus *Cinnamomun*. Sinamaldehida ini memiliki aroma dan rasa khas kayu manis [9]. Sinamaldehida memiliki gugus aldehida, sehingga jika direaksikan dengan resorsinol akan berpotensi menghasilkan senyawa C-Sinamalkaliks[4]resorsinarena (CSKR) yang merupakan kaliksarena turunan dari kaliks[4]resorsinarena.

Penggunaan C-Sinamalkaliks[4]resorsinarena hasil sintesis dari limbah minyak kayu manis [10] sebagai adsorben telah dilakukan penelitian oleh [11]-[13] menggunakan kation logam berat, yaitu Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} , dan Cr^{3+} . pH optimum untuk logam Cu^{2+} adalah pH 4, waktu kontak optimum yang didapatkan yaitu 90 menit dan konsentrasi optimum yang didapatkan 80 ppm. Pada logam Cd^{2+} pH optimum yang didapatkan yaitu pH 3, waktu kontak yang didapatkan yaitu 120 menit, dan konsentrasi yang didapatkan yaitu 80 ppm. Pada logam Pb^{2+} pH optimum yang didapatkan yaitu pH 4, waktu kontak yang didapatkan yaitu 60 menit, dan konsentrasi yang didapatkan yaitu 40 ppm. Pada logam Cr^{3+} pH optimum yang didapatkan yaitu 4, waktu kontak optimum pada 150 menit, dan konsentrasi optimum pada 100 ppm.

Keberadaan pasangan elektron bebas pada gugus hidroksil, elektron π pada residu aromatis dan ikatan rangkap pada CSKR diperkirakan mempunyai afinitas khusus terhadap Rhodamin B. Oleh karena itu peneliti menjadi tertarik untuk melakukan penelitian tentang penggunaan C-Sinamalkaliks[4]resorsinarena hasil sintesis dari limbah minyak kayu manis untuk menyerap Rhodamin B. Metoda yang digunakan pada penelitian ini ialah dengan metoda batch.

II. EKSPERIMEN

A. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah CSKR hasil sintesis dari penelitian sebelumnya, aquades, zat warna Rhodamin B, kertas saring whatman no 41, NaOH 0,1 M dan HNO_3 0,1 M.

B. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas kimia, *shaker*, pH meter (Hanna Instruments HI 2211/ORP Meter), neraca analitik, kertas saring, botol semprot, magnetik stirer, lumpang dan alu, oven listrik, *shaker* (Heidolph Unimax 1010), spektrofotometer UV-Vis (Analytikjena Specord 210) dan FTIR (Perkin Elmer universal ATR Sampling Accessorg 735 B).

C. Pembuatan Larutan Induk Rhodamin B 1000 ppm

Menimbang 1 gram Rhodamin B, dilarutkan dengan aquades di dalam gelas kimia. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang telah diisi dengan sedikit aquades terlebih dahulu, selanjutnya ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

D. Pembuatan Larutan Induk Rhodamin B 1000 ppm

Menimbang 1 gram Rhodamin B, dilarutkan dengan aquades di dalam gelas kimia. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang telah diisi dengan sedikit aquades terlebih dahulu, selanjutnya ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

E. Pembuatan larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,1 M

Menimbang 1 g NaOH dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL, sebelumnya labu ukur telah diisi dengan aquades sebanyak 100 mL kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

F. Pembuatan larutan HNO_3 0,1 M

Menimbang 1,73 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL, sebelumnya labu ukur telah diisi dengan aquades sebanyak 100 mL kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

G. Preparasi Sampel

CSKR yang digunakan pada penelitian ini adalah CSKR hasil sintesis pada penelitian sebelumnya yang dihaluskan dengan menggunakan lumpang dan alu. CSKR yang telah halus diukur ukuran partikelnya menggunakan ayakan ukuran mikro.

H. Mencari λ maksimum penyerapan Rhodamin B

Disiapkan larutan Rhodamin B 10 ppm, diukur dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 400-800 nm dan didapatkan panjang gelombang maksimum Rhodamin B.

I. Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Sebanyak 0,1 gram CSKR dikontakkan dengan larutan Rhodamin B sebanyak 25 mL pada pH 7 dan konsentrasi 100 mgL^{-1} . Kemudian masing-masing larutan dikontakkan menggunakan sistem *batch*, larutan di-*shaker* dengan kecepatan 100, 150, 200 dan 250 rpm selama 60 menit. Kemudian larutan disaring dan ditampung filtratnya. Dari filtrat tersebut diukur konsentrasi Rhodamin B yang tidak terserap dengan spektrofotometer UV-Vis, diperoleh kecepatan pengadukan optimum.

K. Pengaruh Waktu Kontak

Sebanyak 0,1 gram CSKR dikontakkan dengan larutan Rhodamin B sebanyak 25 mL pada pH 7 dan konsentrasi 100 mgL^{-1} . Kemudian masing-masing larutan dikontakkan menggunakan sistem *batch*, larutan di-*shaker* dengan kecepatan optimum selama 30, 60, 90 dan 120 menit. Kemudian larutan disaring dan ditampung filtratnya. Dari filtrat tersebut diukur konsentrasi Rhodamin B yang tidak terserap dengan spektrofotometer UV-Vis, diperoleh waktu optimum.

L. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pada labu 100 ml diencerkan larutan Rhodamin B menjadi 2, 4, 6, 8, 10, dan 12 ppm yang dipipet dari larutan induk 1000 ppm. Ukur masing-masing larutan standar tersebut menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan absorbansi atau serapan, kemudian ditentukan persamaan linear dan koefisien korelasinya.

M. Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Berdasarkan kurva kalibrasi yang di peroleh, dihitung konsentrasi terkecil analit yang masih dapat dideteksi (LOD) dan terdeteksi secara kuantitatif (LOQ) menggunakan perhitungan statistik sebagai berikut :
Perhitungan :

$$SY/X = \sqrt{\frac{\sum (\bar{y} - y_i)^2}{n-2}}$$

$$LOD = 3 \frac{SY/X}{slope}$$

$$LOQ = 10 \frac{SY/X}{slope}$$

Keterangan :

LOD = Batas Deteksi

LOQ = Batas Kuantitasi

SY/X = Simpangan Baku Residual [14]

N. Uji Keterulangan (Presisi)

Keterulangan dapat dilakukan dengan memasukkan sebanyak 25 ml larutan Rhodamin B pada konsentrasi 100 mgL⁻¹ dan pH 7 ke dalam erlenmeyer yang telah berisi 0,1 gram CSKR. Campuran diaduk menggunakan shaker pada waktu kontak optimum. Filtrat yang dihasilkan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis 6 kali. Tentukan % RSD nya.

$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \%$$

Keterangan :

% RSD = Persen Simpangan Baku Relatif

SD = Simpangan Baku

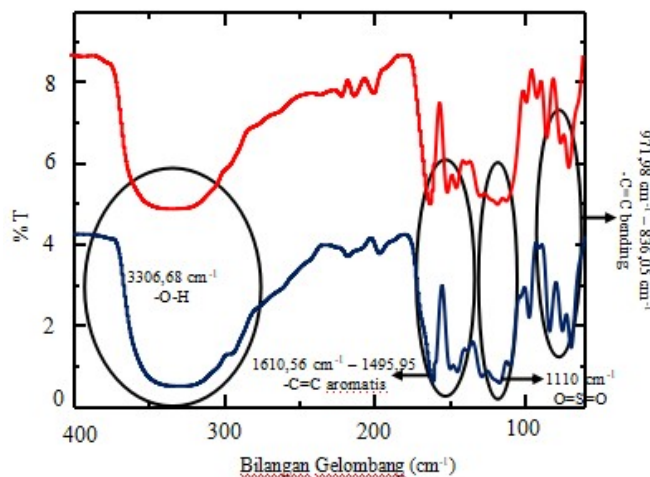
\bar{X} = Rata-rata dari pengukurang [14]

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisa FTIR

CSKR yang digunakan pada penelitian ini merupakan CSKR hasil sintesis dari penelitian sebelumnya [13] yang sudah dikarakterisasi. Karakterisasi menggunakan FTIR memperlihatkan adanya puncak pada bilangan gelombang 3306,68 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus OH⁻. Gugus -C=C aromatis ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1610,56 cm⁻¹ dan -C=C pada bilangan gelombang 971,98-836,05 cm⁻¹. Adanya pita serapan kuat pada bilangan gelombang 1161,1 cm⁻¹ dan lemah pada serapan 1076,2 cm⁻¹

menunjukkan gugus O=S=O (SO₂). Serapan O=S=O ini menyatakan adanya gugus -SO₃H pada CSKR yang membentuk ikatan kovalen dengan struktur aromatis polisiklik [15]. Hasil karakterisasi FTIR senyawa CSKR dari sinamaldehyd isolasi dan sinamaldehyd murni dapat dilihat seperti pada gambar 1.



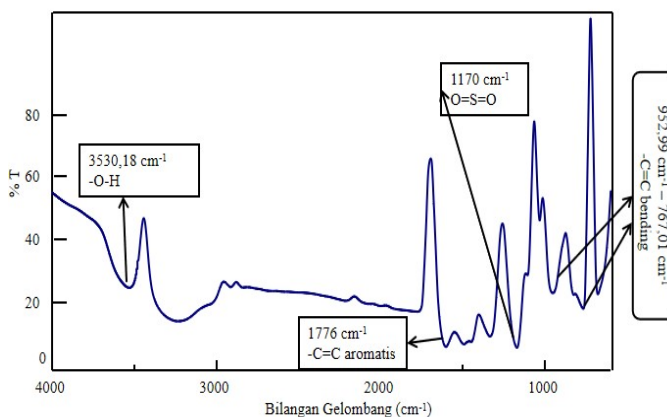
Gambar 1. Spektra FTIR CSKR [13]

Keterangan :

CSKR disintesis dari Sinamaldehyda Murni (red line)

CSKR disintesis dari Sinamaldehyda Isolasi (blue line)

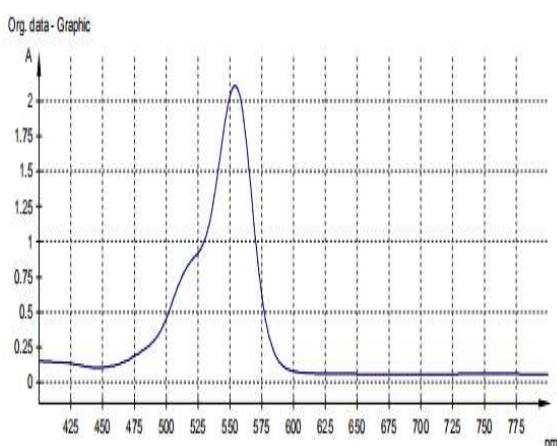
Pada adsorben CSKR yang sudah dikontakkan dengan larutan Rhodamin B dapat dilihat pada gambar 2 yang menunjukkan terjadinya perubahan serapan pada masing-masing gugus fungsi. Gugus fungsi OH⁻ muncul pada bilangan gelombang 3530,18 cm⁻¹. Gugus -C=C aromatis muncul pada bilangan gelombang 1776 cm⁻¹ dan -C=C murni pada bilangan gelombang 952,99-767,01 cm⁻¹. Adanya gugus O=S=O ditunjukkan pada bilangan gelombang 1170 cm⁻¹.



Gambar 2. Spektra FTIR CSKR setelah dikontakkan dengan Rhodamin B

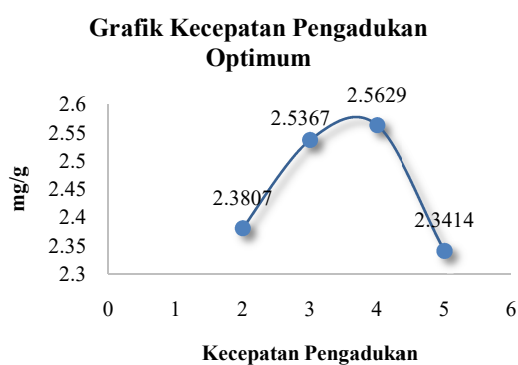
B. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ maks) Rhodamin B

Panjang gelombang maksimum ditentukan untuk mengetahui daerah serapan yang dapat dihasilkan berupa nilai absorbansi dari larutan Rhodamin B menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis [16]. Pada penelitian ini panjang gelombang Rhodamin B ditentukan dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada daerah panjang gelombang 400-800 nm. Konsentrasi Rhodamin B yang dipakai pada penentuan ini adalah 10 ppm. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh adalah 554 nm. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh [17] yang mendapatkan hasil uji panjang gelombang maksimum Rhodamin B sebesar 554 nm. Data hasil penentuan panjang gelombang maksimum dari Rhodamin B dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B

C. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Rhodamin B terhadap CSKR



Gambar 1. Grafik Kecepatan Pengadukan Rhodamin B terhadap CSKR

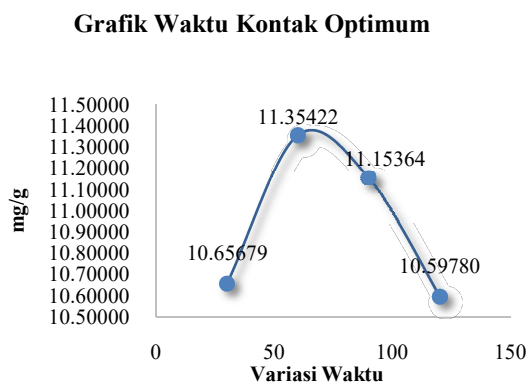
Kecepatan pengadukan merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi penyerapan Rhodamin B oleh CSKR. Pengaruh kecepatan pengadukan Rhodamin B terhadap CSKR dilakukan pada pH optimum (pH 7), konsentrasi optimum (100 mg/L) dan waktu kontak 60 menit. Variasi kecepatan pengadukan yang digunakan pada penelitian ini adalah 100,

150, 200 dan 250 rpm. Dari hasil penelitian diperoleh kecepatan pengadukan optimum pada 200 rpm dengan kapasitas adsorpsi sebesar 2,5629 mg/g seperti terlihat pada gambar 4. Gambar 4 menunjukkan pada kecepatan pengadukan 100 rpm terjadi penyerapan Rhodamin B sebesar 2,3807 mg/g dan naik pada 150 rpm sebesar 2,5367 mg/g. Penyerapan maksimum Rhodamin B terjadi pada kecepatan pengadukan 200 rpm yaitu sebesar 2,5629 mg/g dan turun pada 250 rpm menjadi 2,3414 mg/g. Hasil ini menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi akan bertambah jika kecepatan pengadukan juga ditingkatkan. Namun adsorpsi akan menurun jika dilakukan pada kecepatan pengadukan yang terlalu tinggi.

Kecepatan pengadukan menentukan kecepatan waktu kontak adsorbat dengan adsorben. Pada kecepatan yang lambat maka proses adsorpsi juga akan berlangsung lambat. Kecepatan pengadukan yang lambat menyebabkan kurang efektifnya tumbukan antara adsorbat dengan adsorben sehingga daya serap adsorben menjadi kecil. Sebaliknya kecepatan pengadukan yang terlalu tinggi akan menyebabkan kemungkinan terjadinya kerusakan pada adsorben [18]. Oleh sebab itu, pada kondisi kecepatan pengadukan optimum terjadinya pergerakan partikel CSKR secara efektif sehingga dapat menyerap Rhodamin B lebih banyak.

D. Pengaruh Waktu Kontak Rhodamin B terhadap CSKR

Waktu kontak merupakan salah satu faktor yang sangat menentukan dalam proses adsorpsi [19]. Penentuan waktu kontak optimum bertujuan untuk mengetahui waktu pengadukan optimum adsorben terhadap Rhodamin B agar didapat penyerapan optimum. Prinsipnya semakin lama waktu kontak yang dilakukan oleh adsorben terhadap zat warna, maka akan semakin banyak adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben [20]. Penentuan waktu kontak optimum pada penelitian ini menggunakan variasi waktu 30, 60, 90 dan 120 menit. Dari hasil penelitian diperoleh waktu kontak optimum penyerapan Rhodamin B oleh CSKR adalah selama 60 menit dengan kapasitas adsorpsi sebesar 11,3542 mg/g. Pengaruh waktu kontak terhadap penyerapan Rhodamin B dapat dilihat pada gambar 5.



Gambar 2. Grafik Waktu Kontak Optimum Rhodamin B terhadap CSKR

Gambar 5 menunjukkan bahwa pada waktu kontak 30 menit kapasitas adsorpsi sebesar 10,65679 mg/g dan terjadi kenaikan penyerapan pada waktu 60 menit yaitu sebesar 11,35422 mg/g. Pada waktu kontak 90 menit penyerapan mengalami penurunan menjadi 11,5364 mg/g. Penurunan kapasitas adsorpsi terjadi sampai waktu kontak 120 menit yaitu sebesar 10,59780 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama interaksi Rhodamin B dengan CSKR maka semakin banyak Rhodamin B yang terserap pada permukaan CSKR.

Penurunan kapasitas adsorpsi menunjukkan bahwa sisi aktif CSKR mengalami kejenuhan sehingga tidak mampu menyerap Rhodamin B lebih banyak lagi. Penurunan penyerapan adsorbat oleh adsorben dikarenakan terjadinya proses desorpsi. Desorpsi merupakan proses pelepasan kembali ion atau molekul adsorbat yang telah berikatan dengan gugus aktif pada permukaan adsorben [19].

E. Isoterm Adsorpsi

Penentuan isoterm adsorpsi mempelajari perubahan konsentrasi adsorbat oleh proses adsorpsi sesuai dengan mekanisme adsorpsinya. Isoterm adsorpsi yang biasa digunakan adalah isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich. Penentuan isoterm adsorpsi dilakukan dengan mengalurkan persamaan isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich menjadi kurva kesetimbangan garis lurus. Model kesetimbangan ditentukan dari harga koefisien determinan (R) yang paling tinggi [21].

Tabel 1 menunjukkan variasi jumlah ion Rhodamin B yang diadsorpsi sebagai fungsi konsentrasi. Semakin tinggi konsentrasi maka Rhodamin B yang diadsorpsi oleh CSKR juga semakin banyak.

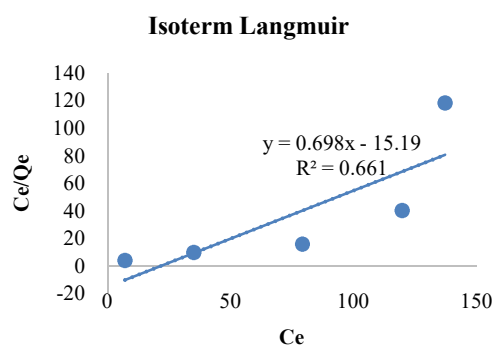
TABEL 1
JUMLAH ION RHODAMIN B YANG DIADSORPSI OLEH CSKR
SEBAGAI FUNGSI KONSNTRASI PADA PH 7.

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	Qe (mg/g)	Ce/Qe	log Ce	Log Qe
20	6.96	1.80	3.86	0.84	0.26
50	35.00	3.59	9.75	1.54	0.55
100	79.21	5.00	15.83	1.90	0.70
150	119.76	2.99	40.14	2.08	0.45
200	137.25	1.16	118.43	2.14	0.06

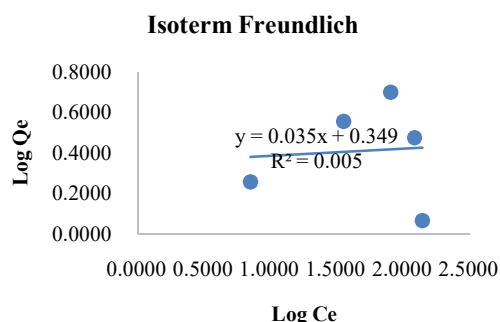
Keterangan :

- Co : Konsentrasi Rhodamin sebelum adsorpsi (mg/L)
- Ce : Konsentrasi Rhodamin B setelah adsorpsi (mg/L)
- Qe : Jumlah Rhodamin B yang teradsorpsi (mg/g)

Penentuan isoterm adsorpsi bertujuan untuk menentukan banyaknya jumlah ion Rhodamin B yang diadsorpsi oleh CSKR. Penentuan isoterm adsorpsi menunjukkan adanya hubungan dengan kapasitas adsorpsi. Oleh karena itu dibuat kurva Ce dan Ce/Qe menurut model Langmuir (Gambar 6) dan kurva log Ce dan log Qe (gambar 7).



Gambar 3. Isoterm Langmuir dari adsorpsi Rhodamin B oleh CSKR



Gambar 4. Isoterm Freundlich dari adsorpsi Rhodamin B oleh CSKR

Berdasarkan gambar 6 menunjukkan bahwa adsorpsi Rhodamin B oleh CSKR lebih cenderung mengikuti isoterm Langmuir, yang dapat dilihat dari nilai koefisien determinan (R) lebih tinggi dibandingkan pada persamaan Freundlich yaitu sebesar 0,662. Hal ini menunjukkan bahwa ion Rhodamin B yang teradsorpsi membentuk lapisan monolayer dengan permukaan CSKR yang bersifat homogen. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan pada terbentuknya lapisan monolayer dari molekul-molekul adsorbat dengan permukaan adsorben yang bersifat homogen [4].

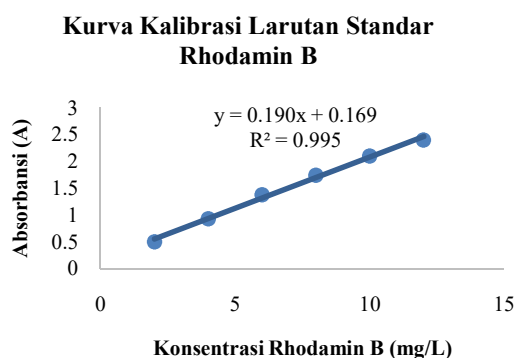
F. Kinerja Analitik

1. Kurva Kalibrasi Rhodamin B

Kurva kalibrasi menyatakan hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya. Pada kurva kalibrasi, hal yang perlu diperhatikan adalah tingkat linearitasnya. Uji

linearitas merupakan metode yang bertujuan untuk membuktikan adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat [22]. Linearitas yang memenuhi syarat yang baik yaitu memiliki koefisien korelasi ($r \geq 0,98$) [16]. Koefisien korelasi (r) menunjukkan adanya korelasi yang menyatakan hubungan antara Y (konsentrasi) dan X (absorbansi) [23].

Kurva kalibrasi Rhodamin B diperoleh dengan mengukur absorbansi dari larutan Rhodamin B dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran ini dilakukan pada panjang gelombang maksimum dari Rhodamin B yaitu 554 nm. Berdasarkan hasil pembuatan kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi $0.1907x + 0.1699$ dengan nilai r sebesar 0.9951. Dengan demikian respon yang diberikan oleh alat terhadap konsentrasi Rhodamin B telah memenuhi kriteria yaitu $\geq 0,98$. Kurva kalibrasi larutan standar Rhodamin B dapat dilihat pada gambar 8.



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Rhodamin B

2. Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

LOD (*Limit Of Detection*) merupakan konsentrasi terkecil yang dapat terbaca oleh instrumen. Apabila konsentrasi berada di bawah limit deteksi maka sinyal yang ditangkap alat sepenuhnya merupakan *noise*. Konsentrasi analit yang berada pada limit deteksi belum dapat dipercaya karena akurasi yang dihasilkan rendah [22]. LOD menggambarkan jumlah minimal yang mampu dideteksi oleh metoda analisa [24]. LOD dapat ditentukan dari persamaan $3 \frac{SY/X}{slope}$.

LOQ (*Limit Of Quantitation*) merupakan konsentrasi atau jumlah terkecil dari analit yang masih dapat ditentukan yang memenuhi kriteria cermat dan seksama [25]. LOQ menunjukkan jumlah minimal yang mampu dideteksi metoda analisa dan dapat dipertanggungjawabkan secara kuantitatif [24]. LOQ dapat ditentukan dari persamaan $10 \frac{SY/X}{slope}$. Penentuan LOD dan LOQ dihitung secara statistik melalui garis regresi dari kurva kalibrasi. Berdasarkan hasil perhitungan didapatkan nilai LOD dan LOQ pada metode analisa yang digunakan adalah 0,02487 mg/L dan 0,08291 mg/L.

3. Uji Keseksamaan (Presisi)

Uji presisi atau keseksamaan diukur sebagai simpangan baku relatif (koefisien variasi) [26]. Keseksamaan atau presisi merupakan ukuran yang menunjukkan kesesuaian antara hasil uji individual ketika suatu metode dilakukan secara berulang. Keseksamaan metode yang dilakukan ditunjukkan oleh nilai koefisien variasi yang memenuhi persyaratan [27]. Uji presisi yang dilakukan terhadap Rhodamin B dilakukan pada pH, konsentrasi, waktu kontak dan kecepatan pengadukan optimum sebanyak 5 kali pengulangan.

Uji presisi yang dilakukan terhadap Rhodamin B dilakukan pada kondisi optimum yaitu pH 7, konsentrasi 100 ppm, waktu kontak 60 menit dan kecepatan pengadukan 200 rpm sebanyak 5 kali pengulangan. Hasil absorbansi dari filtrat yang telah diuji dengan spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mendapatkan nilai rata absorbansi, simpangan baku (SD) dan % RSD (*Relative Standar Deviation*). Hasil simpangan baku (SD) dari data yang diperoleh dari 5 kali pengulangan adalah sebesar 0,035662824 dan nilai % RSD sebesar 1,92 %. Menurut [26] uji presisi dinyatakan valid apabila % RSD < 2 %. Oleh karena itu, metode ini telah memenuhi syarat validasi dan dapat dikatakan memiliki presisi yang baik.

IV. KESIMPULAN

- 1) Kondisi optimum penyerapan Rhodamin B oleh CSKR adalah pada kecepatan pengadukan 200 rpm dan waktu kontak 60 menit.
- 2) Kapasitas serapan optimum Rhodamin B oleh CSKR adalah sebesar 11,3542 mg/g.
- 3) Validasi metode analisis Rhodamin B telah memenuhi syarat dengan nilai sebagai berikut :
 - Nilai batas deteksi (LOD) yang diperoleh sebesar 0,02487 mg/L dan nilai batas kuantitasi (LOQ) sebesar 0,08291 mg/L.
 - Nilai % RSD pada uji keseksamaan (presisi) diperoleh sebesar 1,92 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Universitas Negeri Padang, atas bantuan dana penelitiannya. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang atas sarana dan dukungannya.

REFERENSI

- [1] Khan, T. A., Sharma, S., & Ali, I. (2011). Adsorption of Rhodamine B dye from aqueous solution onto acid activated mango (*Mangifera indica*) leaf powder: Equilibrium, kinetic and thermodynamic studies. *Journal of Toxicology and Environmental Health Sciences*, 3(10), 286–297.

- [2] Chatterjee, D., Patnam, V. R., Sikdar, A., Joshi, P., Misra, R., & Rao, N. N. (2008). Kinetics of the decoloration of reactive dyes over visible light-irradiated TiO₂ semiconductor photocatalyst. *Journal of Hazardous Materials*, 156(1-3), 435-441.
- [3] Li li, Liu Shuang Yi, Zhu Tan. 2010. Aplikasi Karbon Aktif yang Berasal dari Ban Bekas Untuk Adsorpsi Rhodamin B. *Journal Of Enviromental Sciences*. 22 (8) 1273-1280.
- [4] Sahara, E., Gayatri, P. S., & Suarya, P. (2018). Adsorpsi Zat Warna Rhodamin-B Dalam Larutan Oleh Arang Aktif Batang Tanaman Gumitir Teraktivasi Asam Fosfat. *Indonesian E-Journal of Applied Chemistry*, 6(1), 37-45.
- [5] Das, S. K., Bhowal, J., Das, A. R., & Guha, A. K. (2006). Adsorption behavior of Rhodamine B on *Rhizopus oryzae* biomass. *Langmuir*, 22(17), 7265-7272.
- [6] Rahdar, S., Rahdar, A., Zafar, M. N., Shafqat, S. S., & Ahmadi, S. (2019). Synthesis and characterization of MgO supported Fe-Co-Mn nanoparticles with exceptionally high adsorption capacity for Rhodamine B dye. *Journal of Materials Research and Technology*, (x x), 1-11.
- [7] Danish, M., Khanday, W. A., Hashim, R., Sulaiman, N. S. B., Akhtar, M. N., & Nizami, M. (2017). Application of optimized large surface area date stone (*Phoenix dactylifera*) activated carbon for rhodamin B removal from aqueous solution: Box-Behnken design approach. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 139(December 2016), 280-290.
- [8] Sardjono, R.E. 2007. Sintesis Dan Penggunaan Tetramer Siklis Seri Kaliksresorsinarena, Alkoksikaliksarena, Dan Alkenikaliksarena Untuk Adsorpsi Kation Logam Berat. *Disertasi*. hal. 1-31.
- [9] Villegas, C., Torres, A., Rios, M., Rojas, A., Romero, J., de Dicastillo, C.L., Valenzuela, X., Galotto, M.J., dan Guarda, A. 2017. Supercritical Impregnation Of Cinnamaldehyde Into Polylactic Acid As A Route To Develop Antibacterial Food Packaging Materials. *Food Res. Int.* 99, 650-
- [10] Etika, S.B., Nasra, E., dan Rilaztika, I. 2017. Synthesis and Characterization of C-Cinnamal Calix [4] Resorsinarena from Cinnamon Oil Waste West Sumatra. *ICOMSET 2017* 335, 1-8.
- [11] Nurlaili. 2018. Penyerapan Ion logam Pb²⁺ dan Cd²⁺ dari Larutan menggunakan C-Sinamalkaliks[4]Resorsinarena yang disintesis dari Minyak Kayu Manis (Cinnamomum burmannii). *Skripsi*. Padang: Universitas Negeri Padang.
- [12] Rilaztika, I. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi C-Sinamalkaliks[4]Resorsinarena Dari Minyak Kayu Manis Untuk Kapasitas Retensi Ion Cu (II). *Skripsi*. Padang: Universitas Negeri Padang.
- [13] Susanti, Y. M., Etika, S. B., Nasra, E. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa C-Sinamalkaliks[4]Resorsinarena (CSKR) Menggunakan Minyak Kayu Manis (Cinnamomum Burmannii) Sebagai Adsorben Ion Logam Berat Cr³⁺. *Skripsi*. Padang : Universitas Negeri Padang.
- [14] Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol.1.
- [15] Lokman, I.M., Rashid U., Hin, Y., & Yunus, R. 2015. Methyl Ester production from palm fatty acid fistillate using sulfonated glucose - derived acid catalyst, 81. 347-354.
- [16] Sukmawati, Sudewi, S., Pontoh, J. 2018. Optimasi dan Validasi Metode Analisis dalam Penentuan Kandungan Total Flavonoid pada Ekstrak Daun Gedé Hijau (*Abelmoscus Manihot L.*) yang Diukur Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Pharmakon Jurnal Ilmiah Farmasi UNSRAT*. Vol. 7. No. 3, 32-41.
- [17] Waheed, A., Mansha, M., Kazi, I. W., & Ullah, N. (2019). Synthesis of a novel 3,5-diacrylamidobenzoic acid based hyper-cross-linked resin for the efficient adsorption of Congo Red and Rhodamine B. *Journal of Hazardous Materials*, 528-53.
- [18] Afranita, Reri., Dewilda, Yommi., Rahayu, Monica. 2014. Potensi Fly Ash Sebagai Adsorben dalam Menyisihkan Logam Berat Cromium (Cr) pada Limbah Cair Industri. *Jurnal Teknik Lingkungan UNAND 11 (1)*. 67-73
- [19] Nucifera, I.f., Zahara, T.A., Syahbanu, I. 2016. Uji Stabilitas Kitosan-Kaolin Sebagai Adsorben Logam Berat Cu(II) dalam Air. *JKK*. Vol 5(2), 43-49.
- [20] Kurniasih, M., Riapanitra, A., Rohadi, A. 2014. Adsorpsi Rhodamin B dengan Adsorben Kitosan Serbuk dan Beads Kitosan. *Sains dan Matematika*. Vol. 2 (2), 27-33.
- [21] Sanjaya, A.S., Agustine, R.P. 2015. Studi Kinetika Adsorpsi Pb menggunakan Arang Aktif dari Kulit Pisang. 2015. *KonvS ersi*. Vol 4. No.1,17-24.
- [22] Handayani, R. I. 2015. Akumulasi Logam Berat Kromium (Cr) Pada Daging Ikan Nila Merah (*Oreochromis sp*) dalam Karamba Jaring Apung (Kja) Di Sungai Winongo Yogyakarta. Dalam *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- [23] Emawati, Emma., Yani, N.S., Idar. 2017. Analisis Kandungan Fospor (P) dalam Dua Varietas Kubis (*Brassica Oleacea*) di Daerah Lembang Bandung. *Supplement I No. 1*, 8-14.
- [24] Sugihartini, N., Fudholi, A., Pramono, S., Sismindari. 2014. Validasi Metoda Analisa Penetapan Kadar Epigalokatekin Galat dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Pharmaciana*. Vol. 4. No. 2, 111-115
- [25] Torowati, Galu, B. S. 2014. Penentuan Nilai Limit Deteksi dan Kuantisasi Alat Titrasi Potensiometer untuk Analisis Uranium. *ISSN 1979-2409*, No. 13/Tahun VII, 9-15.
- [26] Kurnia, D., Yuliantini, A., Faizal, D. 2018. Pengembangan Metode Penentuan Kadar Neotam dalam Sediaan Obat dengan Spektrofotometer UV. *EduChemia (Jurnal Kimia dan Pendidikan)*. Vol.3. No.1, 66-76.
- [27] Emawati, Emma, Ramdawati, L. 2018. Analisis Kadar Oksalat dari Teh Segar dan Teh Olahan terhadap Lama Penyeduhan Menggunakan Metode Spektrofotometri UV. *Jurnal kesehatan Bakti Tunas Husada: Jurnal Ilmu-Ilmu Keperawatan, Analisis Kesehatan dan Farmasi*. Vol. 18 No.2, 271-277.