

Sintesis dan Karakterisasi Senyawa C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena (CVKR) Sebagai Adsorben Zat Warna Metanil Yellow

Andriati Fitria Wati, Sri Benti Etika*

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420

*sribentietika67@gmail.com

Abstract — Pollution caused by industrial waste is a problem for people's lives, one of which is water pollution by dyes. The synthetic dye is difficult to degrade in nature, so it requires an alternative method to be able to degrade the dye. The compound C-Vaniline Kalix[4]Resorcinnarene (CVKR) has great potential as an adsorbent to be developed for dye adsorption. This study aims to determine the potential of C-Vanillin Kaliks [4] resorcinnarene (CVKR) as an adsorbent for the adsorption of metanil yellow dye using optimum condition parameters to affect the metanil yellow adsorption process which are estimated. The CVKR obtained was in the form of a peach colored powder solid of 0.833 grams. The results of characterization with FTIR showed absorption peaks at wave numbers 3355.12 cm⁻¹ (O-H), 1508.14 cm⁻¹ (C=C benzene) and 1141.58 cm⁻¹ (C-O), the results of UV-Vis measurements showed the presence of adsorption of conjugated dienes at a wavelength of 299 nm with an absorbance of 3.5582 A and CVKR has a melting point is 380^o C. Analysis of the adsorption of metanil yellow by CVKR under optimal conditions occurred at pH 5, concentration 250 mg/L, optimum contact time 90 minutes and stirring speed 200 rpm . Adsorption inclined the langmuir isotherm pattern with a determinant value is 0.9175. The % RSD value of methanyl yellow was 1.3361%. The LOD and LOQ values were 0.27568233 mg/L and 0.91894118 mg/L in the analytical method used.

Keywords — Adsorption, C-Vanillin Kalix[4]Resorcinnarene (CVKR), Characterization, Optimum Conditions, Metanil Yellow

I. PENDAHULUAN

Berkembang pesatnya pertumbuhan penduduk di Indonesia pada masa sekarang ini diiringi dengan pesatnya perkembangan industri diberbagai bidang. Adapun dampak positif yang muncul akibat perkembangan industri menyebabkan terbantunya terpenuhi beberapa kebutuhan manusia, sedangkan dampak negatif yang ditimbulkan munculnya pencemaran lingkungan dikarenakan limbah industri yang dibuang tidak terkontrol [1]. Salah satu limbah yang dapat menyebabkan berbagai macam pencemaran ialah limbah dari zat warna. Sifat zat warna ini terutama zat warna sintetik sulit terdegradasi, sehingga membutuhkan waktu yang lama agar bisa mendegradasi zat warna tersebut. Senyawa azo yang terdapat pada zat warna ini sifatnya karsinogenik dan mutagenik sehingga bisa menjadi salah satu sumber penyakit jika terlalu lama berada di lingkungan. Sehingga diperlukan suatu metode agar dapat mendegradasi limbah zat warna tersebut. Zat warna yang mengandung senyawa azo salah satunya adalah metanil yellow [2].

Metanil yellow adalah salah satu pewarna sintesis yang sering disalahgunakan sebagai pewarna makanan. Biasanya metanil yellow digunakan sebagai pewarna tekstil untuk mewarnai

pakaian, kertas, cat, kosmetik dan lain-lain. Metanil yellow larut dalam air dan bersifat sangat berbahaya jika masuk kedalam tubuh karena bisa menimbulkan penyakit tumor [3].

Penelitian tentang metanil yellow sudah banyak dilakukan oleh peneliti lain diantaranya penelitian dengan metode batch menggunakan biosorben cangkang pensi (*Corbicula moltkiana*) didapatkan optimasi serapan pada pH 4 dengan konsentrasi 100 mg/L [4] dan penelitian tentang pengembangan proses penghapusan pewarna azo (metanil yellow) yang larut dalam air dengan menggunakan adsorben bawah ash dan dediminyaki soya, didapatkan optimasi penyerapan pada pH 2 dan konsentrasi optimum pada 100 mg/l [5].

Kaliksarena merupakan salah satu contoh hasil sintesis senyawa organik yang berpotensi dapat dimanfaatkan menjadi adsorben. Kaliksarena ini beserta turunan lainnya memiliki kelebihan salah satunya struktur senyawanya berbentuk geometri yang memiliki situs aktif pada gugus O-H yang melingkar digunakan dalam sistem guest-host (inang tamu), baik untuk kation, anion atau molekul netral lainnya [6]. Sehingga, dengan keunggulan itulah kaliksarena bisa digunakan sebagai adsorben.

Terdapat berbagai jenis turunan kaliksarena salah satunya senyawa C-Vanilin kaliks[4]resorinarena, senyawa modifikasi dari kaliks[4]resorsinarena yang disintesis dari vanillin dan resorsinol. Penggunaan senyawa turunan kaliksarena dari vanillin dan resorsinol ini telah berhasil dilakukan sebagai adsorben, yaitu sebagai adsorben kation logam Pb(II) dengan menggunakan metode sistem batch. Penelitian lainnya, senyawa CVKR ini juga telah berhasil dilakukan sebagai adsorben zat warna dari rhodamin B. Kemampuan adsorpsi CVKR ini, terjadi pada adsorpsi optimum pH 7 dan waktu kontak 75 menit dengan konsentrasi 30,783 mg/L [7].

Adanya kemampuan adsorpsi pada CVKR disebabkan terjadinya interaksi antara adsorben dengan adsorbat, karena pada struktur CVKR sendiri mengandung gugus hidroksil dan metoksi yang berasal dari vanillin. Adanya gugus hidroksil pada sisi aktifnya akan menyebabkan terjadinya interaksi berupa interaksi ikatan hidrogen. Oleh karena itu, peneliti ingin mengetahui potensi C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena (CVKR) sebagai adsorben terhadap zat warna metanil yellow ini menggunakan parameter kondisi yang optimum diperkirakan mempengaruhi proses penyerapan metanil yellow.

II. METODE PENELITIAN

Adapun alat yang digunakan yaitu peralatan gelas, microwave, shaker, pH meter, neraca analitik, kertas saring, magnetic stirrer, lumpang alu, microwave, botol semprot, labu ukur 250 mL, Spektrofotometer UV-Vis dan instrument FTIR (Fourier Transform Infra Red).

Sedangkan bahan yang digunakan ialah vanillin merk, resorsinol, metanol, HCl p.a, aquades, larutan zat warna metanil yellow, larutan asam klorida 0.1 M dan larutan natrium hidroksida 0.1 M.

A. Pembuatan reagen

1. Pembuatan larutan Induk Metanil yellow ($C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$) 1000 ppm

Sebanyak 0.25 g zat warna metanil yellow ($C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$) dilarutkan dalam gelas kimia dengan aquades hingga larut, kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu 250 mL, ditambahkan aquades sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

2. Pembuatan Larutan Standar Metanil Yellow ($C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$)

Membuat larutan standar metanil yellow 10, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 dan 400 ppm dalam labu 100 ml dan encerkan dengan aquades sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

3. Pembuatan Larutan Asam Klorida 0.1 M

Ke dalam labu 250 mL dimasukkan 2.073 mL larutan asam klorida secara hati-hati, dan dipaskan sampai tanda batas menggunakan aquades lalu dihomogenkan.

4. Pembuatan Larutan Natrium Hidroksida 0.1 M

Kedalam gelas kimia dimasukan 1 gram natrium

hidroksida dengan aquades hingga larut, lalu larutan tersebut dipindahkan dalam labu 250 mL selanjutnya dipaskan sampai tanda batas menggunakan aquades lalu dihomogenkan.

B. Preparasi Sampel

Kedalam gelas kimia yang telah berisi 50 mL etanol masukan perlahan resorsinol 0,55 gram dan vanillin 0,76 gram, lalu masukan sedikit demi sedikit 0,5 mL HCl p.a. Campuran distirer selama 5 menit pada suhu ruangan. Kemudian, campuran dimasukkan selama 5 menit kedalam microwave dengan daya 264 watt. Padatan yang dihasilkan dicuci menggunakan aquades. Padatan yang telah dicuci, dicuci kembali dengan metanol panas untuk rekristalisasi. Selanjutnya, padatan CVKR hasil sintesis dihaluskan dan di ayak. CVKR yang telah halus siap digunakan.

C. Karakterisasi Sampel

Sampel yang berupa senyawa CVKR yang sudah halus dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR, UV-Vis dan diuji titik lelehnya menggunakan melting point.

D. Perlakuan Penelitian Dengan Metode Batch

1. Menentukan λ Maksimum Penyerapan metanil yellow

Panjang gelombang maksimum larutan metanil yellow ditentukan dengan cara diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis konsentrasi 10 ppm dan panjang gelombang 400-800 nm.

2. pH Larutan

Pengukuran pH maksimum digunakan larutan metanil yellow sebanyak 25 ml, konsentrasi 10 ppm dimulai dari pH 2 sampai 8, kemudian masing- masing larutan dikontakkan 0.1 gram CVKR menggunakan metoda Batch, lalu larutan di *shaker* 60 menit pada kecepatan 200 rpm. Kemudian disaring untuk mendapatkan filtratnya dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis sehingga didapatkan pH optimum dari konsentrasi metanil yellow yang terserap.

3. Konsentrasi Larutan

Penentuan konsentrasi maksimum digunakan larutan metanil yellow sebanyak 25 ml dengan variasi konsentrasi 10, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 dan 400 ppm pada pH optimum. Kemudian masing- masing larutan dikontakkan dengan 0.1 gram CVKR menggunakan system batch, larutan di *shaker* 60 menit pada kecepatan 200 rpm. Filtrat yang telah disaring diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga didapatkan konsentrasi optimum dari konsentrasi metanil yellow yang terserap.

4. Waktu Kontak

Pada pH dan konsentrasi optimum sebanyak 25 mL larutan metanil yellow dikontakkan dengan 0.1 gram CVKR menggunakan sistem batch, larutan di *shaker* pada kecepatan 200 rpm dengan waktu 30, 60, 90 dan 120 menit. Filtrat yang telah disaring diukur konsentrasi terserapnya dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan waktu kontak optimum.

5. Kecepatan Pengadukan

Larutan metanil yellow sebanyak 25 mL pada pH dan

konsentrasi optimum dikontakan dengan CVKR 0.1 gram. Lalu, di-shaker pada waktu kontak optimum dengan kecepatan 100, 150, 200, dan 250 rpm. Filtrat yang telah disaring diukur konsentrasi terserapnya dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan kecepatan pengadukan optimum.

E. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi dibuat dengan cara mengalurkan nilai absorbansi dengan konsentrasi pada sebuah persamaan garis linear. Konsentrasi yang digunakan adalah konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10, dan 12 ppm yang sudah diencerkan dalam labu ukur. Nilai absorbansinya diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

F. Penentuan Nilai Batas Deteksi (LOD) dan Nilai Batas Kuantitasi (LOQ)

Nilai batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dapat dihitung setelah mendapat nilai kurva kalibrasi menggunakan rumus berikut:

Perhitungan :

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

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

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

Keterangan:

SY/X = Simpangan Baku Residual

LOD = Nilai Batas Deteksi

LOQ = Nilai Batas Kuantitasi .

G. Uji Presisi (Keterulangan)

Uji presisi dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan dengan cara mengontakkan larutan metanil yellow 25 mL pada konsentrasi dan pH optimum dengan 0.1 gram CVKR. Pada waktu kontak optimum yang didapatkan larutan di-shaker. Lalu, filtrate yang didapatkan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Nilai %RSD dapat dihitung menggunakan rumus:

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

Keterangan:

SD = Nilai Simpangan Baku

X = Nilai Rata-Rata

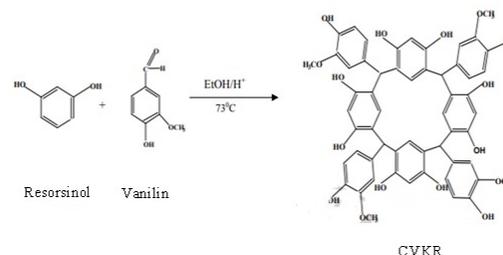
% RSD = % Simpangan Baku Relatif

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. C-Vanillin Kaliks[4]resorsinarena (CVKR)

C-Vanillin Kaliks[4]resorsinarena (CVKR) didapatkan dengan mereaksikan vanillin dan resorsinol pada suasana asam. CVKR merupakan bagian senyawa sintetis turunan kaliksarena yang memiliki keunggulan khas untuk dikembangkan sebagai adsorben karena adanya situs aktif

berupa gugus O-H yang bisa berinteraksi dengan senyawa bermuatan kation, anion maupun senyawa netral. Struktur senyawa CVKR ini tersusun oleh satuan-satuan aromatis berbentuk oligomer siklis yang terhubung oleh jembatan metilen [8]. Reaksi yang terjadi dalam sintesis CVKR adalah reaksi substitusi elektrofilik dimana resorsinol bertindak sebagai nukleofil dan sinamaldehida bertindak sebagai elektrofil. Reaksi pembentukan CVKR dapat dilihat pada gambar dibawah.



Gambar 1. Reaksi Pembentukan Senyawa C-Vanilin Kaliks [4] Resorsinarena

Proses sintesis CVKR menggunakan microwave oven selama 5 menit dengan daya gelombang mikro 264 watt [6]. Hasil reaksi kondensasi berupa padatan kering yang berupa serbuk berwarna merah bata sebesar 0.833 gram.

B. Karakterisasi C-Vanilin Kaliks[4]Resorsinarena (CVKR)

Hasil karakterisasi CVKR dengan FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi yang sama dengan hasil karakterisasi CVKR dengan FTIR yang dilakukan Sardjono [6] seperti yang terlihat pada tabel berikut ini:

TABEL I

KARAKTERISASI FTIR SENYAWA CVKR

Gugus Fungsi	CVKR Hasil Penelitian	CVKR Percobaan R.E. Sardjono et al., 2012
O-H	3355.12 cm ⁻¹	3423.4 cm ⁻¹
C=C	1508.14 cm ⁻¹	1517.19 cm ⁻¹
C-O	1141.58 cm ⁻¹	1190.0 cm ⁻¹
C-H	1426.02 cm ⁻¹	1379 cm ⁻¹

Karakterisasi senyawa produk selanjutnya dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis tujuan dari karakterisasi ini untuk membuktikan apakah ada ikatan rangkap pada senyawa. Hasil pengukuran menandakan adanya penyerapan pada panjang gelombang 299 nm dengan nilai absorbansi 3.5582 A yang menunjukkan bahwa terdapat serapan diena terkonjugasi pada panjang gelombang tersebut [9].

Karakterisasi CVKR berikutnya adalah penentuan titik leleh menggunakan alat melting point yang telah didapatkan yaitu 380°C. Berdasarkan titik leleh yang didapatkan menunjukkan bahwa titik leleh hasil sintesis tergolong tinggi, yang menunjukkan titik leleh dari kaliksarena pada umumnya.

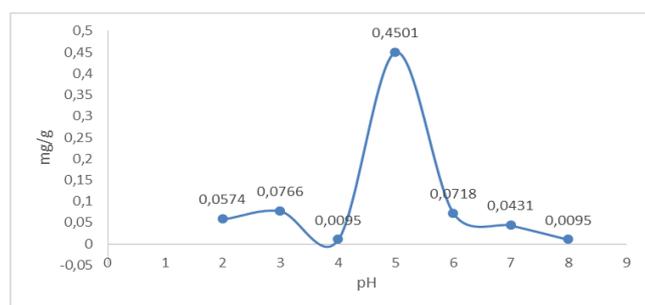
Karakterisasi NMR dapat digunakan untuk penelitian lebih lanjut pada senyawa CVKR ini. Pada penelitian ini tidak digunakan NMR dan instrument lainnya dikarenakan adanya keterbatasan alat.

C. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metanil Yellow

Tujuan dari penentuan panjang gelombang maksimum ini agar dapat diketahui daerah serapan maksimum yang ditandai dengan nilai absorbansi tertinggi yang dihasilkan oleh larutan metanil yellow [10]. Panjang gelombang maksimum ini dapat ditentukan dengan cara mengukur absorbansi konsentrasi 10 ppm larutan metanil yellow yang sudah diencerkan pada panjang gelombang 400-800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil pengukuran didapatkan panjang gelombang maksimum larutan metanil yellow yaitu 436 nm.

D. Pengaruh pH Optimum Methanil Yellow Terhadap CVKR

Penentuan pH optimum terhadap kapasitas adsorpsi ini bertujuan untuk mengetahui pH larutan pada kondisi optimum terhadap kapasitas penyerapan larutan metanil yellow. Pengontakkan metanil yellow dengan CVKR dilakukan pada variasi pH 2 sampai 8. Hubungan kapasitas serapan dengan variasi pH metanil yellow dapat dilihat pada gambar.



Gambar 2. Grafik pH Metanil Yellow terhadap CVKR

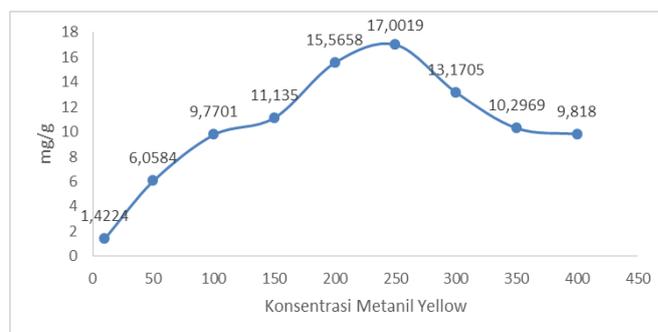
Gambar 2 menunjukkan kapasitas penyerapan pada pH 2 sebesar 0.0574 mg/g meningkat sebesar 0.0766 mg/g pada pH 3, kemudian menurun pada pH 4 menjadi 0.0095 mg/g. Kapasitas adsorpsi meningkat pada pH asam karena adanya ion H⁺ yang mendominasi sehingga terjadilah gaya tarik elektrostatis dengan anion metanil yellow. Selanjutnya, dari pH 6 hingga 8 terjadi penurunan kapasitas adsorpsi dengan kapasitas serapan metanil yellow pada pH 6 dengan nilai 0.0718 mg/g, pH 7 sebesar 0.0431 mg/g dan 0.0095 mg/g pada pH 8. Karena adanya dominasi ion OH⁻ kapasitas adsorpsi pada pH basa menjadi turunn. Hadirnya ion OH⁻ bagi anion zat warna metanil yellow menyebabkan menjadi pesaing untuk mengisi situs aktif sehingga terjadilah penurunan kapasitas adsorpsi karena adanya tolakan elektrostatis antara anion zat warna metanil yellow dengan permukaan adsorben [4].

Grafik pH optimum pada gambar ditunjukkan pada pH 5, yang mengalami penyerapan paling tinggi. Hal ini disebabkan ion H⁺ lebih mendominasi dalam larutan sehingga berpengaruh pada interaksi antar anionik metanil yellow

dengan permukaan CVKR, yang merupakan interaksi antara adsorben dan adsorbat.

E. Pengaruh Konsentrasi Metanil Yellow terhadap CVKR

Pengaruh konsentrasi metanil yellow terhadap CVKR dilakukan pada pH optimum (pH 5). Variasi konsentrasi yang digunakan yaitu 10, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 dan 400 ppm. Dari hasil penelitian diperoleh konsentrasi optimum pada 250 mg/L dengan kapasitas adsorpsi sebesar 17.06 mg/g.



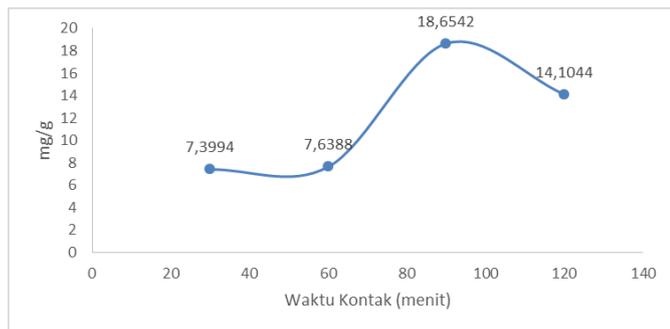
Gambar 3. Grafik Konsentrasi Metanil Yellow Terhadap CVKR

Grafik diatas menunjukkan pada konsentrasi 10 mg/L terjadi penyerapan metanil yellow sebesar 1.4224 mg/g dan konsentrasi 50 mg/L sebesar 6.0584 mg/g. Pada konsentrasi 100 mg/L terjadi peningkatan penyerapan metanil yellow sebesar 9.7701 mg/g. Pada konsentrasi 150, 200, 250 mg/L terjadi penyerapan masing-masingnya 11.135, 15.5638 dan 17.0019 mg/g. Kemudian pada konsentrasi 300, 350 dan 400 mg/L terjadi penurunan masing-masing sebesar 13.1705, 10.2969 dan 9.818 mg/g. Dari hasil penelitian didapatkan konsentasi optimum terjadi pada konsentrasi 250 mg/L.

Kapasitas adsorpsi dari hasil mengalami peningkatan seiring bertambahnya konsentrasi. Namun, kapasitas adsorpsi akan perlahan menurun pada konsentrasi yang terlalu tinggi, hal tersebut dikarenakan banyaknya molekul zat dari warna sudah tidak terserap lagi akibat sisi aktif dari adsorben sudah tidak sebanding lagi dengan jumlah adsorbat dan mengakibatkan sisi aktif adsorben menjadi jenuh [11].

F. Pengaruh Waktu Kontak Methanil Yellow Terhadap CVKR

Tujuan dari penentuan waktu kontak adsorben terhadap metanil yellow ini adalah agar dapat diketahui waktu pengadukan secara optimum. Variasi waktu kontak yang digunakan yaitu 30, 60, 90 dan 120 menit. Berdasarkan penelitian penyerapan metanil yellow oleh CVKR secara optimum terjadi pada waktu kontak 90 menit (18,6342 mg/g) yaitu.

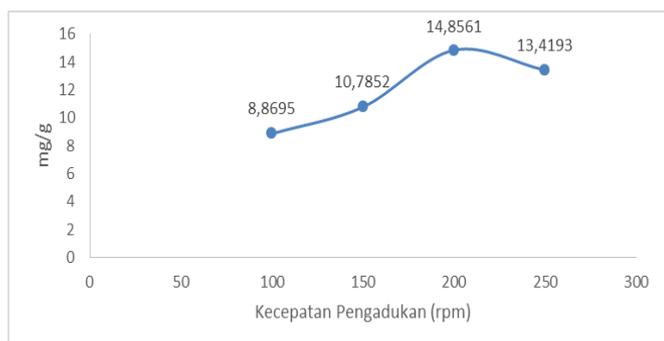


Gambar 4. Grafik Waktu Kontak Metanil Yellow Terhadap CVKR

Grafik diatas menandakan pada waktu kontak 30 menit kapasitas serapannya metanil yellow yaitu 7.3994 mg/g, waktu kontak 60 menit sebesar 7.6388 mg/g, waktu kontak 90 menit 18.6342 mg/g, sedangkan waktu kontak 120 menit menurun menjadi 14.1044 mg/g, hal ini karena ion zat warna mengakibatkan adsorben menjadi jenuh. Penambahan waktu tidak lagi meningkatkan dikarenakan pada sisi aktif adsorben yang berikatan secara perlahan mulai kembali ke dalam larutan melepaskan ion zat warna.

G. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Optimum Metanil Yellow Terhadap CVKR

Kecepatan pengadukan juga mempengaruhi kapasitas penyerapan zat warna metanil yellow. Kecepatan pengadukan bertujuan agar adsorben tersebar secara merata disetiap bagian adsorbat yang dapat menyebabkan kapasitas penyerapan sempurna dan hasil yang maksimal. Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap adsorpsi metanil yellow oleh CVKR ini dilakukan pada keadaan optimum pH 5, konsentrasi 250 mg/L dan waktu kontak 60 menit. Pada penelitian ini pengaruh kecepatan pengadukan divariasikan sebagai berikut 100, 150, 200, dan 250 rpm.



Gambar 5. Grafik Kecepatan Pengadukan Metanil Yellow Terhadap CVKR

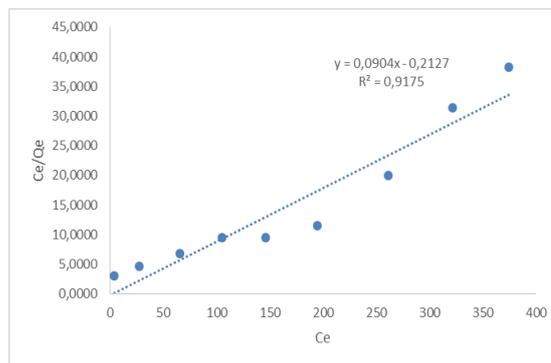
Gambar diatas menandakan pada kecepatan 100 rpm terjadi serapan dengan nilai 8.8695 mg/g dan pada 150 rpm meningkat menjadi 10.7852 mg/g. Serapan maksimum terjadi pada kecepatan 200 rpm dengan nilai kapasitas serapannya yaitu 14.8561 mg/g. Pada kecepatan 250 rpm menurun menjadi 13.419 mg/g.

Berdasarkan hasil dari nilai serapan menandakan bila kecepatan pengadukan dinaikkan, kapasitas serapan juga akan naik. Tetapi, kapasitas serapan akan menurun bila kecepatan

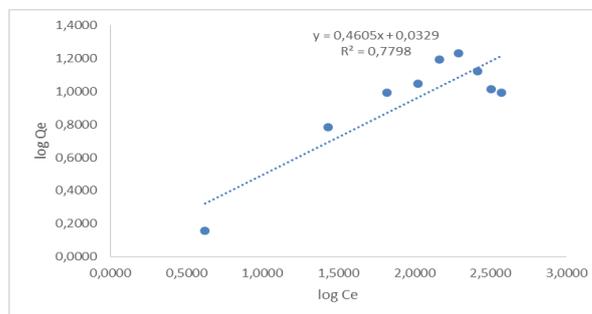
pengadukan terlalu tinggi. Oleh karena itu, pergerakan partikel CVKR secara efektif pada kondisi kecepatan pengadukan optimum sehingga dapat menyerap molekul metanil yellow lebih banyak.

H. Isoterm Adsorpsi

Isoterm langmuir dan isoterm freudlich menjadi penentu mekanisme adsorpsi yang digunakan dengan cara mengetahui harga koefisien determinan (R) paling tinggi. Penentuan isotherm ini dapat ditentukan dengan cara membuat kurva kesetimbangan garis lurus [13]. Tujuan dari penentuan isoterm adsorpsi ini agar dapat diketahui perubahan yang terjadi pada konsentrasi adsorbat pada saat terjadinya adsorpsi. Kurva persamaan isoterm langmuir dan isoterm freudlich dapat dilihat pada gambar berikut.



Gambar 6. Isoterm Langmuir Dari Adsorpsi Metanil Yellow Oleh CVKR



Gambar 7. Isoterm Freundlich Dari Adsorpsi Metanil Yellow Oleh CVKR

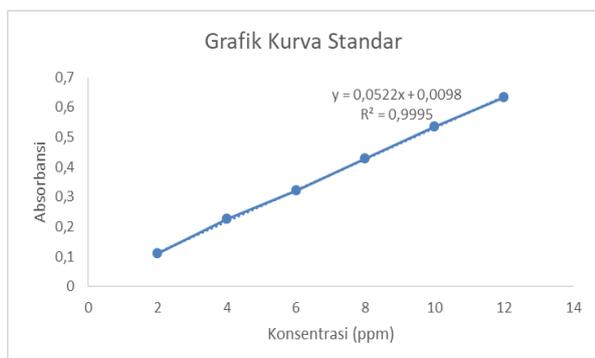
Berdasarkan kedua gambar diatas menunjukkan bahwa adsorpsi metanil yellow oleh CVKR lebih cenderung isoterm Langmuir, dikarenakan nilai koefisien determinan (R) lebih besar daripada isotherm Freundlich yaitu sebesar 0.9175. Hal tersebut menunjukkan bahwasanya ion metanil yellow teradsorpsi pada permukaan CVKR yang sifatnya homogen membentuk lapisan monolayer [14].

I. Kinerja Analitik

Metode yang digunakan diharapkan dapat menghasilkan data valid yang sesuai dengan tujuan, oleh karena itu perlunya evaluasi dan pengujian guna menghasilkan metode yang tepat. Metode validasi analisis ini dilakukan pada penelitian guna membuktikan bahwa metode analisis yang digunakan telah memenuhi persyaratan [10].

1. Kurva Kalibrasi Metanil Yellow

Persamaan regresi hasil penelitian yang didapatkan dari kurva kalibrasi adalah $0.0522x + 0.0098$ dan nilai r sebesar 0.9995. Hal tersebut menunjukkan konsentrasi metanil yellow sudah memenuhi syarat yaitu $\geq 0,98$. Dapat dilihat kurva kalibrasi larutan standar metanil yellow pada grafik dibawah.



Gambar 8. Grafik Kurva Standar

2. Penentuan nilai batas deteksi (LOD) dan nilai batas kuantitasi (LOQ)

Penentuan nilai LOD dan LOQ bisa dihitung melalui garis regresi linear secara statistik yang didasarkan pada kemiringan (*slope*) dari kurva kalibrasi larutan standar pada persamaan $y = bx + a$. Hasil perhitungan nilai LOD dan LOQ yang didapatkan masing-masingnya adalah 0,004796873 mg/L dan 0,91894118 mg/L.

3. Uji Keterulangan (Presisi)

Pada kondisi optimum (pH 5, konsentrasi 250 ppm, kecepatan pengadukan 200 rpm dan waktu kontak 90 menit), hasil filtratnya diuji absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis yang dilakukan 5 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang didapatkan digunakan untuk menghitung nilai simpangan baku (SD) dan % RSD. Hasil simpangan baku (SD) didapatkan adalah 0.0026563132345 dan nilai %RSD sebesar 1.3361%. Kriteria presisi dinyatakan bagus yaitu $\%RSD \leq 2\%$ [7]. Data yang diperoleh menandakan metode yang digunakan sudah memenuhi persyaratan validasi dan presisi yang bagus.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Senyawa C-Vanillin Kaliks [4] Resorsinarena (CVKR) dapat disintesis dari vanillin dan resorsinol dimana hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan puncak serapan pada bilangan gelombang 3355,12 cm^{-1} (O-H), 1508,14 cm^{-1} (C=C benzena) dan 1141,58 cm^{-1} (C-O), hasil pengukuran UV-Vis menunjukkan adanya penyerapan diena terkonjugasi pada panjang gelombang 299 nm dengan absorbansi 3.5582 A dan CVKR memiliki titik leleh 380⁰C.
2. Kondisi optimum penyerapan metanil yellow oleh CVKR adalah pada pH 5, konsentrasi 250 mg/L, kecepatan

pengadukan 200 rpm dan waktu kontak 90 menit.

3. Validasi metode analisis metanil yellow sudah memenuhi persyaratan dengan nilai LOD dan LOQ yaitu 0,27568233 mg/L dan 0,91894118 mg/L serta nilai % RSD sebesar 1.3361%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan serta dukungannya dalam penulisan artikel ini.

REFERENSI

- [1] I. Machdar, *Pengantar Pengendalian Pencemaran: Pencemaran Air, Pencemaran Udara, dan Kebisingan*. Deepublish, 2018.
- [2] I. Munawaroh, "Pemanfaatan Bonggol Jagung Sebagai Adsorben Rhodamin B dan Metanil Yellow," *Skripsi*, pp. 1–45, 2012.
- [3] B. Gita Bhernama, S. Safni, and S. Syukri, "DEGRADASI ZAT WARNA METANIL YELLOW DENGAN PENYINARAN MATAHARI DAN PENAMBAHAN KATALIS $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$," *Lantanida J.*, vol. 3, no. 2, p. 116, 2017, doi: 10.22373/lj.v3i2.1653.
- [4] R. Zein, Rahmiana; Ramadhani, Putri; Aziz, Hermansyah; Suhaili, "Pensi shell (Corbicula moltiplicata) as a biosorbent for metanil yellow dyes removal: pH and equilibrium model evaluation," *J. Litbang Ind.*, pp. 15–22, 2019.
- [5] A. Mittal, V. K. Gupta, A. Malviya, and J. Mittal, "Process development for the batch and bulk removal and recovery of a hazardous, water-soluble azo dye (Metanil Yellow) by adsorption over waste materials (Bottom Ash and De-Oiled Soya)," *J. Hazard. Mater.*, vol. 151, no. 2–3, pp. 821–832, 2008, doi: 10.1016/j.jhazmat.2007.06.059.
- [6] R. E. Sardjono, A. Kadarohman, and A. Mardhiyah, "Green Synthesis of Some Calix[4]Resorcinarene Under Microwave Irradiation," *Procedia Chem.*, vol. 4, pp. 224–231, 2012, doi: 10.1016/j.proche.2012.06.031.
- [7] Indriyani, N. N., "Sintesis Kaliks[4]Resorsinarena Dari Vanilin Dan Resorsinol Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Zat Warna Rhodamin B," *Skripsi*, 2019.
- [8] Sardjono, R. E., "Sintesis dan penggunaan Tetramer Siklis seri Kaliksresorsinarena, Alkoksikaliksarena, dan Alkenikaliksarena untuk adsorpsi kation logam berat (Doctoral dissertation)," Universitas Gadjah Mada, 2007.
- [9] J. S. F. Ralp J. Fessenden, *Kimia Organik Jilid 2 Edisi 3*. Jakarta: Erlangga, 1989.
- [10] T. G. Arikalang, S. Sudewi, and J. A. Rorong, "Penentuan Kandungan Total Fenolik pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (Abelmoschus manihot L.) yang Diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis," *Pharmakon J. Ilm. Farm.*, vol. 7, no. 3, pp. 14–21, 2018.
- [11] A. Apriliani, "Pemanfaatan Arang Ampas Tebu sebagai Adsorben Ion Logam Cd, Cr, Cu dan Pb dalam Air Limbah," *Repository UIN*, pp. 1–91, 2010.
- [12] Y. Dewilana, R., & Dewilda, "POTENSI FLY ASH SEBAGAI ADSORBEN DALAM MEYISIHKAN LOGAM BERAT CROMIUM (Cr) PADA LIMBAH CAIR INDUSTRI," *J. Dampak*, vol. 11, no. 1, pp. 67–73, 2014.
- [13] R. . Sanjaya, A.S., Agustine, "Studi Kinetika Adsorpsi Pb menggunakan Arang Aktif dari Kulit Pisang," vol. 4, no. 1, pp. 17–24, 2015.
- [14] E. Sahara, P. S. Gayatri, and P. Suarya, "Adsorpsi Zat Warna Rhodamin-B dalam Larutan oleh Arang Aktif Batang Tanaman Gumitir Teraktivasi Asam Fosfat," *Indones. E-Journal Appl. Chem.*, vol. 6, no. 1, pp. 37–45, 2018.