MASALIQ
Jurnal Pendidikan dan Sains

e-ISSN: 2808-8115
p-ISSN: 2809-1051

Terindeks: Sinta 5, Copernicus, Dimensions, Scilit, Lens, Crossref, Garuda, Google Scholar, Base, etc

https://doi.org/10.58578/masaliq.v5i4.6632

SINTESIS SENYAWA *C*-VANILLIN KALIKS[4]RESORSINARENA DAN UJI APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN ION Fe^{3+}: STUDI OPTIMASI PH

Sintesis Senyawa *C*-Vanillin Kaliks[4]resorsinarena dan Uji Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Fe^{3+}: Studi Optimasi pH

Nurul Afifah & Sri Benti Etika
Universitas Negeri Padang
nurullafifah24@gmail.com

Article Info:

Submitted:	Revised:	Accepted:	Published:
May 24, 2025	Jun 22, 2025	Jul 4, 2025	Jul 9, 2025

Abstract

This study is driven by the need for selective and efficient adsorbent materials to address heavy metal ion contamination, particularly Fe^{3+}, in aquatic environments. The aim of this research is to synthesize *C*-vanillin calix[4]resorcinarene and evaluate its potential as an adsorbent for Fe^{3+} ions, with a specific focus on optimizing pH as a key parameter in the adsorption process. The compound was synthesized via a reflux method, yielding a solid product weighing 3.9726 grams. Structural characterization was performed using Thin-Layer Chromatography (TLC), FTIR spectroscopy, and melting point analysis. TLC results showed a single spot for each compound, indicating high purity. The FTIR spectrum confirmed the presence of characteristic functional groups, with absorption bands at 3355 cm^{-1} (O–H), 1605 cm^{-1} (aromatic C=C), 1426 cm^{-1} (C–H), and 1211 cm^{-1} (C–O). The high melting point range of 383–384 °C suggests thermal stability and the formation of a new structure. Adsorption tests for Fe^{3+} ions were conducted across a pH range of 1–6, revealing increased adsorption efficiency with rising pH and a maximum value of 1.9015 mg/g at pH 5.

Masaliq Journal is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License

A decline in efficiency was observed at pH 6. The study concludes that *C*-vanillin calix[4]resorcinarene demonstrates promising selectivity and efficiency as an Fe^{3+} ion adsorbent under specific pH conditions and possesses physicochemical properties conducive to practical applications in water purification.

Keywords: *C*-Vanillin Calix[4]Resorcinarene; Adsorption; Fe^{3+} Ion; Optimum pH; FTIR Spectroscopy

Abstrak: Penelitian ini dilatarbelakangi oleh kebutuhan akan material adsorben yang selektif dan efisien untuk mengatasi kontaminasi ion logam berat, khususnya Fe^{3+}, dalam lingkungan perairan. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa *C-vanillin kaliks[4]resorsinarena* serta mengevaluasi potensinya sebagai adsorben ion Fe^{3+}, dengan fokus pada optimasi pH sebagai parameter utama dalam proses adsorpsi. Sintesis dilakukan melalui metode refluks, menghasilkan produk padat seberat 3,9726 gram. Karakterisasi struktur dilakukan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), Spektroskopi FTIR, dan analisis titik leleh. Hasil KLT menunjukkan satu noda pada masing-masing senyawa, mengindikasikan tingkat kemurnian tinggi. Spektrum FTIR mengonfirmasi keberadaan gugus fungsional khas, ditandai oleh pita serapan pada 3355 cm^{-1} (O–H), 1605 cm^{-1} (C=C aromatik), 1426 cm^{-1} (C–H), dan 1211 cm^{-1} (C–O). Titik leleh yang tinggi pada kisaran 383–384 °C mengindikasikan kestabilan termal dan terbentuknya struktur baru. Uji adsorpsi terhadap ion Fe^{3+} dilakukan pada rentang pH 1–6, dengan hasil menunjukkan peningkatan efisiensi adsorpsi seiring kenaikan pH dan nilai maksimum sebesar 1,9015 mg/g pada pH 5. Penurunan efisiensi diamati kembali pada pH 6. Penelitian ini menyimpulkan bahwa senyawa *C-vanillin kaliks[4]resorsinarena* berpotensi sebagai adsorben selektif dan efisien untuk ion logam Fe^{3+} dalam kondisi pH tertentu, serta memiliki karakteristik fisikokimia yang mendukung aplikasi praktis dalam pemurnian air.

Kata Kunci: C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena; Adsorpsi; Ion Fe^{3+}; pH Optimum; Spektroskopi FTIR

PENDAHULUAN

Pencemaran lingkungan selalu menjadi pusat perhatian publik terutama pencemaran air. Lingkungan dan kesehatan manusia selalu terancam oleh air limbah yang terkontaminasi logam yang berasal dari aktivitas manusia di berbagai sektor, termasuk industri produksi kimia, industri pelapisan listrik, dan industri pertambangan dan metalurgi (Sankaran et al., 2020). Karena logam berat bersifat racun dan tidak dapat hancur, keberadaannya di lingkungan merupakan ancaman serius bagi semua makhluk hidup (Busroni et al., 2023).

Salah satu logam berat yang bersifat beracun adalah besi (Fe). Ion Fe^{3+} termasuk logam berat yang dapat mempengaruhi sifat fisika dan kimia air (Alfanaar *et al.*, 2017). Pada kadar yang tinggi, besi dapat menghasilkan radikal bebas yang merusak protein dan membran, sehingga berpotensi menyebabkan kerusakan sel pada makhluk hidup termasuk penyakit

neurodegeneratif dan cedera ginjal akut (Salazar Ariza *et al*., 2025). Oleh karena itu, kadarnya harus dikurangi sesuai dengan persyaratan kualitas lingkungan.

Untuk menghilangkan logam berat secara efisien dari media berair dapat menggunakan berbagai metode, diantaranya presipitasi, penukara ion, teknologi membran, elektrokimia, elektrolisis dan proses biologis (Yulianis *et al*., 2022). Karena keserbagunaannya dalam operasi dan desain proses, metode adsorpsi menjadi salah satu teknologi yang paling banyak digunakan karena sederhana, praktis, biaya murah dan terjangkau, sehingga cocok untuk pengusaha kelas menengah ke bawah (Crini & Lichtfouse, 2019).

Metode adsorpsi umumnya dilakukan dengan memanfaatkan interaksi antara ion logam dan gugus fungsional yang terdapat pada permukaan adsorben. Proses ini melibatkan pembentukan kompleks dan biasanya terjadi pada permukaan padatan yang kaya akan gugus fungsional seperti -OH, -NH, -SH, dan –COOH (Golterman *et al*., 1982). Menentukan senyawa aktif atau sisi aktif yang berperan sebagai adsorben alami cukup sulit karena komposisinya yang kompleks. Oleh sebab itu, diperlukan alternatif adsorben, khususnya dari proses sintesis yang murah, dengan struktur yang jelas sehingga dapat dimodifikasi dan dihasilkan melalui sintesis.

Salah satu senyawa sintesis yang berpotensi untuk dikembangkan adalah senyawa kaliksarena. Kaliksarena dan turunannya memiliki keunggulan, salah satunya adalah struktur geometrisnya yang unik dengan situs aktif pada gugus OH yang melingkar (Jumina *et al*., 2023). Struktur ini memungkinkan kaliksarena berfungsi dalam sistem inang-tamu *(guest-host)*, baik dalam menangkap kation, anion, maupun molekul netral lainnya. Struktur molekulnya yang berbentuk lingkaran berfungsi sebagai pori, menciptakan rongga yang memungkinkan logam berat terperangkap di dalamnya. Keunggulan ini menjadikan kaliksarena efektif digunakan sebagai adsorben (Utomo & Setiati, 2019).

Kaliksarena memiliki berbagai turunan, salah satunya adalah senyawa C-Vanilin Kaliks[4] Resorsinarena (CVKR), yang merupakan hasil modifikasi dari kaliks[4] resorsinarena melalui sintesis menggunakan vanillin dan resorsinol. Penggunaan senyawa CVKR sebelumnya telah berhasil diaplikasikan sebagai adsorben zat warna dalam sistem batch. Penyerapan metanil yellow oleh CVKR menunjukkan kondisi optimum pada pH 5, konsentrasi 250 mg/L, kecepatan pengadukan 200 rpm, dan waktu kontak 90 menit (Wati & Etika, 2022). Penyerapan metilen biru oleh CVKR mencapai kapasitas maksimum sebesar 15,5647 mg/g pada pH 6 (Tanjung *et al*., 2021). Sementara itu, penelitian ini diarahkan pada

aplikasi yang berbeda yaitu pemanfaatan senyawa C-Vanillin Kaliks[4] Resorsinaren (CVKR) sebagai adsorben untuk penyerapan ion logam Fe^{3+} guna mengatasi pencemaran logam berat di perairan Indonesia.

METODE

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas, seperangkat alat refluks, shaker, pH meter, neraca analitik, kertas saring, magnetic stirrer, lumpang alu, botol semprot, ayakan, plat KLT, alat titik leleh, instrumen FTIR *(Fourier Transform InfraRed)*, Spektrofotometer UV-Vis, dan AAS *(Atomic Absorption Spectroscopy)*. Selanjutnya bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi vanillin merck, resorsinol, etanol, metanol, HCl p.a, aquades, padatan kristal $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, HNO_3 0,1 M, dan NaOH 0,1 M.

Sintesis Senyawa C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena

Campuran 1,65 g (15 mmol) resorsinol dan 2,28 g (15 mmol) vanilin dilarutkan dalam 30 mL etanol. Kemudian, 1,5 mL HCL pekat ditambahkan ke dalam campuran, kemudian diaduk dan direfluks pada suhu 78 ℃ selama 8 jam. Setelah itu, campuran tersebut didinginkan hingga mencapai suhu kamar dan kemudian dituangkan ke dalam 50 mL aquades. Residu disaring dan dicuci dengan campuran etanol dan akuades hingga filtrat mencapai pH netral. Produk dikeringkan dalam desikator vakum dan dikarakterisasi menggunakan analisis FTIR dan diuji titik lelehnya (Jumina *et al*., 2023). Kemudian, padatan CVKR hasil sintesis dihaluskan dengan menggunakan lumpang dan alu dan diayak menggunakan ayakan 120 mesh. CVKR yang telah halus siap digunakan.

Penentuan pH Optimum

Disiapkan 25 ml larutan Fe^{3+} konsentrasi 10 ppm denga variasi pH 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 (Busroni *et al*., 2023). Kemudian masing-masing larutan dikontakkan dengan 0,1 gram CVKR menggunakan sistem *batch*, larutan kemudian di*shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit. Setelah itu larutan disaring dan ditampung filtratnya, kemudian diukur menggunakan AAS dan didapatkan kapasitasnya.

Rumus kapasitas penyerapan :

$$Q = \frac{(C_0 - C_e)V}{m}$$

Dimana :

Q : Kapasitas adsorpsi pada saat kesetimbangan (mg/L)

C_0 : Konsentrasi logam sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e : Konsentrasi logam setelah adsorpsi (mg/L)

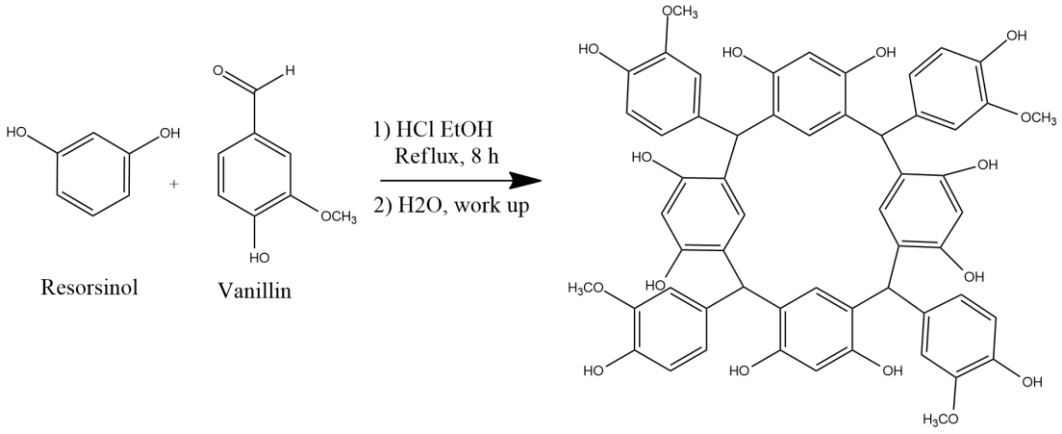
V : Volume larutan sampel (L)

m : Berat dari adsorben (g)

HASIL

Sintesis Senyawa C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena

C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena (CVKR) disintesis melalui reaksi kondensasi antara vanillin dan resorsinol dalam suasana asam menggunakan pelarut etanol dan katalis HCl, dengan pemanasan refluks selama 8 jam. Setelah reaksi, produk dicuci dengan aquades dan campuran aquades:etanol (1:1) hingga filtrat netral, untuk menghilangkan pengotor. CVKR yang diperoleh berupa serbuk kering berwarna krem seberat 3,9726 gram, dan dikarakterisasi menggunakan KLT, FTIR, dan titik leleh. Reaksi pembentukkan CVKR dapat dilihat pada gambar dibawah :



Gambar 1. Reaksi Pembentukan CVKR

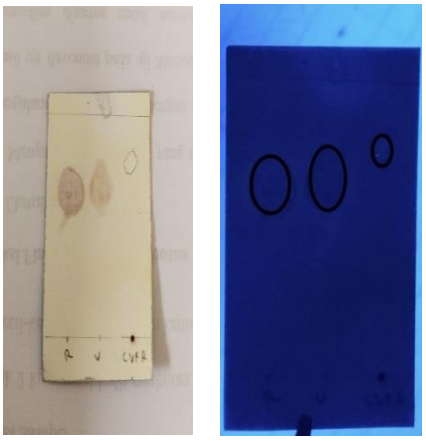
Karakterisasi Senyawa C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena

Terbentuknya senyawa CVKR dikonfirmasi secara kualitatif melalui Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dengan eluen n-heksan:etil asetat (1:1). Hasil menunjukkan noda tunggal

dengan nilai Rf berbeda dari reaktan, menandakan bahwa senyawa CVKR yang terbentuk kemungkinan sudah murni.

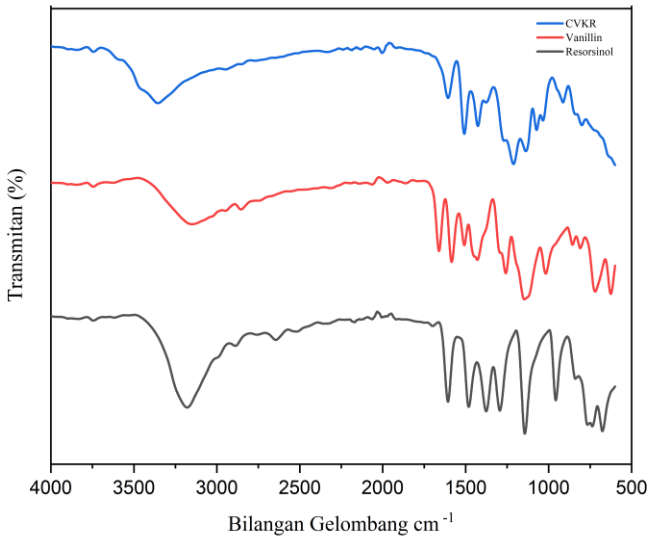
Tabel 1. Hasil Uji Kemurnian KLT

No	Sampel	Nilai Rf
1	Resorsinol	0,62
2	Vanillin	0,65
3	CVKR	0,77



Gambar 2. Hasil KLT Kemurnian Sampel

Berdasarkan data FTIR yang ditampilkan pada gambar, teridentifikasi beberapa gugus fungsi penting: gugus O–H pada 3355 cm^{-1}, gugus C=C aromatik pada 1605 dan 1507 cm^{-1}, serta jembatan C–H khas kaliks[4]resorsinarena pada 1426 cm^{-1} (Utomo et al., 2011). Selain itu, gugus C–O fenol muncul pada 1211 cm^{-1} dan gugus eter (C–O–C) pada 1034 cm^{-1}, yang berasal dari gugus metoksi serta pembentukan jembatan eter dalam struktur kaliks (Firdaus & Anwar, 2008). Hilangnya serapan gugus karbonil dari aldehid vanillin menandakan bahwa proses sintesis CVKR berhasil, dengan terbentuknya jembatan metina pada struktur CVKR (Utomo et al., 2021).

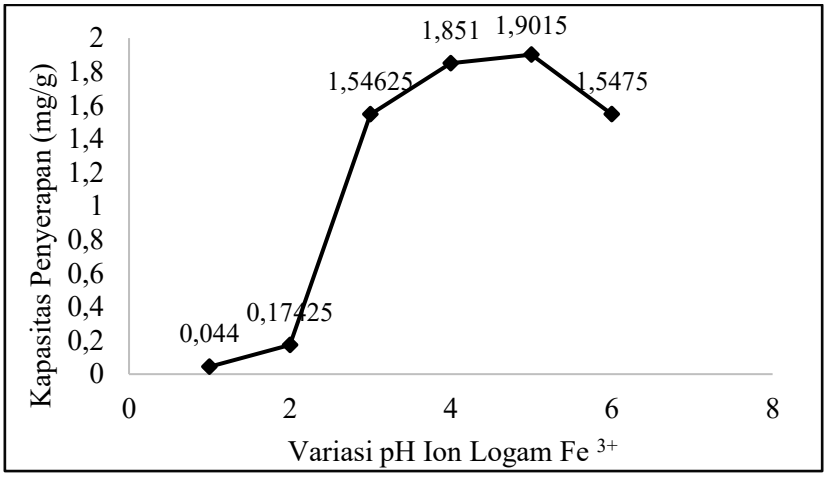


Gambar 3. Spektrum FTIR Resorsinol, Vanilin dan CVKR

Karakterisasi lanjutan senyawa CVKR dilakukan dengan pengukuran titik leleh menggunakan alat melting point, yang menunjukkan kisaran 383–384 °C. Nilai ini lebih tinggi dibandingkan titik leleh bahan awal, menandakan terbentuknya senyawa baru. Selain itu, tingginya titik leleh tersebut sesuai dengan sifat umum senyawa kaliks yang memang memiliki titik leleh tinggi.

Penentuan pH Optimum

pH larutan Fe^{3+} berperan penting dalam proses adsorpsi karena dapat memengaruhi sifat permukaan adsorben, komposisi larutan, serta karakteristik molekul adsorbat (Memon et al., 2008). Penentuan pH optimum dilakukan untuk mengetahui kondisi pH yang memberikan kapasitas adsorpsi maksimal terhadap ion Fe^{3+}. Proses pengontakkan dilakukan pada enam variasi pH, yaitu 1 hingga 6, dengan hasil hubungan antara kapasitas adsorpsi dan pH ditampilkan pada grafik berikut.



Gambar 4. Pengaruh pH Larutan Terhadap Penyerapan Ion Logam Fe $^{3+}$

Pada pH rendah (1–2), kapasitas adsorpsi terhadap ion Fe^{3+} tergolong rendah, yakni masing-masing 0,044 mg/g dan 0,1725 mg/g. Hal ini disebabkan oleh tingginya konsentrasi ion H^+ yang bersaing dengan Fe^{3+} dalam menempati situs aktif pada permukaan adsorben, serta terprotonasinya permukaan adsorben yang mengurangi interaksi elektrostatik dengan ion logam (Handayani et al., 2012). Dengan meningkatnya pH, kapasitas adsorpsi meningkat secara signifikan. Pada pH 3 hingga 5, terjadi peningkatan dari 1,54625 mg/g hingga mencapai maksimum 1,9015 mg/g. Peningkatan pH menurunkan konsentrasi H^+ dan meningkatkan jumlah ion OH^-, sehingga gugus fenolik pada CVKR terdeprotonasi, menghasilkan muatan negatif yang dapat menarik Fe^{3+} melalui interaksi elektrostatik atau ikatan ionik. Hal ini memungkinkan adsorpsi maksimal hingga seluruh situs aktif terisi.

Namun, pada pH 6, kapasitas adsorpsi menurun kembali menjadi 1,5475 mg/g. Penurunan ini disebabkan oleh terbentuknya endapan $Fe(OH)_3$ akibat kelebihan ion OH^- serta kejenuhan situs aktif (Jumin et al., 2019). Grafik menunjukkan bahwa pH optimum adalah pH 5 dengan kapasitas adsorpsi tertinggi 1,9015 mg/g, yang menunjukkan kondisi terbaik untuk interaksi antara Fe^{3+} dan permukaan CVKR.

KESIMPULAN

Senyawa C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena (CVKR) berhasil disintesis melalui reaksi kondensasi antara vanillin dan resorsinol dalam suasana asam dengan hasil berupa serbuk berwarna krem seberat 3,9726 gram. Karakterisasi menggunakan KLT menunjukkan produk yang relatif murni, sedangkan FTIR mengidentifikasi keberadaan gugus fungsional penting

seperti O–H, C=C aromatik, C–H, dan C–O, serta hilangnya gugus karbonil yang menandakan terbentuknya struktur baru. Titik leleh senyawa berada pada kisaran 383–384 °C, menegaskan kestabilan termal dan keberhasilan sintesis. Uji aplikasi sebagai adsorben ion Fe^{3+} menunjukkan bahwa CVKR memiliki kapasitas adsorpsi tertinggi sebesar 1,9015 mg/g pada pH 5, dan menurun pada pH lebih tinggi akibat pembentukan endapan $Fe(OH)_3$. Dengan demikian, senyawa CVKR memiliki potensi besar sebagai adsorben selektif dan efisien untuk mengatasi pencemaran logam Fe^{3+} pada kondisi pH tertentu.

DAFTAR PUSTAKA

Alfanaar, R., Yuniati, Y., & Rismiarti, Z. (2017). Studi Kinetika Dan Isoterm Adsorpsi Besi(Iii) Pada Zeolit Alam Dengan Bantuan Gelombang Sonikasi. *EduChemia (Jurnal Kimia Dan Pendidikan)*, *2*(1), 63. https://doi.org/10.30870/educhemia.v2i1.1297

Busroni, Anwar, C., & Santosa, S. J. (2023). Penjerapan Kation Fe3+, Pb2+ Menggunakan TBKA dan TBMTKA sebagai Bahan Penjerap: Kajian Variasi pH, Kapasitas Adsorpsi, dan Waktu Kontak. *Jurnal Teknologi Lingkungan*, *24*(1), 050–057. https://doi.org/10.55981/jtl.2023.242

Crini, G., & Lichtfouse, E. (2019). Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment. *Environmental Chemistry Letters*, *17*(1), 145–155. https://doi.org/10.1007/s10311-018-0785-9

Firdaus, M., & Anwar, C. (2008). *Green Synthesis of C-4-Hydroxy-3-methoxyphenylcalix [4] resorcinarene , and C-4-Methoxyphenylcalix [4] resorcinarene*. *2008*(October), 346–350.

Golterman, H., Stumm, W., & Morgan, J. J. (1982). Aquatic Chemistry. An Introduction Emphasizing Chemical Equilibria in Natural Waters. *The Journal of Ecology*, *70*(3), 924. https://doi.org/10.2307/2260132

Handayani, D. S., Siswanta, D., Jumina, & Mustofa. (2012). Adsorpsi Ion Logam Pb(II), Cd(II) dan Cr(III) Oleh Poli 5 Allil-Kaliks[4]Arena Tetraester. *J. Manusia Dan Lingkungan*, *19*(3), 218–225.

Jumin, Siswanta, D., Nofiati, K., Imawan, A. C., Priastomo, Y., & Ohto, K. (2019). Synthesis of C-4-hydroxy-3-methoxyphenylcalix[4]resorcinarene and its application as adsorbent for lead(II), copper(II) and chromium(III). *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, *92*(4), 825–831. https://doi.org/10.1246/bcsj.20180323

Jumina, J., Kurniawan, Y. S., Lubis, A. B., Larasati, E. I., Purwono, B., & Triono, S. (2023). Utilization of vanillin to prepare sulfated Calix[4]resorcinarene as efficient organocatalyst for biodiesel production based on methylation of palmitic acid and oleic acid. *Heliyon*, *9*(5), e16100. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16100

Memon, G. Z., Bhanger, M. I., Akhtar, M., Talpur, F. N., & Memon, J. R. (2008). Adsorption of methyl parathion pesticide from water using watermelon peels as a low cost adsorbent. *Chemical Engineering Journal*, *138*(1–3), 616–621. https://doi.org/10.1016/j.cej.2007.09.027

Salazar Ariza, J. F., Lux, F., Da Cruz-Boisson, F., Resende de Azevedo, J., Vera, R., Tillement,

O., Montembault, A., & David, L. (2025). Chitosan based hydrogel for iron (III) chelation in biological conditions. *Carbohydrate Polymers*, *347*(June 2024), 122670. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122670

Sankaran, R., Show, P. L., Ooi, C. W., Ling, T. C., Shu-Jen, C., Chen, S. Y., & Chang, Y. K. (2020). Feasibility assessment of removal of heavy metals and soluble microbial products from aqueous solutions using eggshell wastes. *Clean Technologies and Environmental Policy*, *22*(4), 773–786. https://doi.org/10.1007/s10098-019-01792-z

Tanjung, J. F., Etika, S. B., & Kurniawati, D. (2021). *Pengaruh pH terhadap Penyerapan Zat Warna Metilen Biru Menggunakan C-Vanilin Kaliks [4] Resorsinarena (CVKR) Hasil Sintesis*. *10*(1), 1–6.

Utomo, S. B., Anggun, D., & Sari, Y. (2021). *PROSIDING SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA XII (SN-KPK XII) https://jurnal.uns.ac.id/snkpk Hal 198-207 SINTESIS C-4-KARBOKSIFENIL-KALIKS[4]RESORSINARENA DAN STUDI ADSORPSINYA TERHADAP ION LOGAM Ag[I]*. 198–207. https://jurnal.uns.ac.id/snkpk

Utomo, S. B., Jumina, J., Siswanta, D., Mustofa, M., & Kumar, N. (2011). Synthesis of Thiomethylated Calix[4]Resorcinarene Based on Fennel Oil Via Chloromethylation. *Indonesian Journal of Chemistry*, *11*(1), 1–8. https://doi.org/10.22146/ijc.21411

Utomo, S. B., & Setiati, T. (2019). Application of Calixarene as A Phase Transfer Catalyst in Vanilin Synthesis from Eugenol. *JKPK (Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia)*, *4*(3), 179. https://doi.org/10.20961/jkpk.v4i3.34993

Wati, A. F., & Etika, S. B. (2022). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa C-Vanillin Kaliks[4]Resorsinarena (CVKR) Sebagai Adsorben Zat Warna Metanil Yellow. *Jurnal Periodic Jurusan Kimia UNP*, *11*(2), 97. https://doi.org/10.24036/p.v11i2.114817

Yulianis, Y., Husna, R., Zulva, N. D. I., & Mahidin, M. (2022). ADSORPSI ION LOGAM Fe3+ DALAM AIR ASAM TAMBANG MENGGUNAKAN NANO ZEOLIT ALAM. *Indonesian Mining Professionals Journal*, *4*(1), 29–38. https://doi.org/10.36986/impj.v4i1.51