

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION
NITRIT DARI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS
DIMETILAMINA (DMA)**



Oleh:

FEBRINA MAULANA

NIM. 18036085/2018

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2022

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION
NITRIT DARI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS
DIMETILAMINA (DMA)**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar
Sarjana Sains*



Oleh:

FEBRINA MAULANA

NIM. 18036085/2018

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2022

Persetujuan Skripsi

Judul : Penentuan Kondisi Optimum Desorpsi Anion Nitrit dari Silika
Gel Termodifikasi GPTMS Dimetilamina (DMA)

Nama : Febrina Maulana

NIM : 18036085

Program Studi : Kimia

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, November 2022

Mengetahui :

Kepala Departemen Kimia

Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

Disetujui Oleh :

Dosen Pembimbing

Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama : Febrina Maulana
TM/NIM : 2018/18036085
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION NITRIT DARI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS DIMETILAMINA (DMA)

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

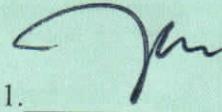
Padang, November 2022

Tim Penguji

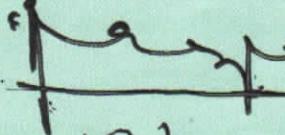
Jabatan Nama

Tanda Tangan

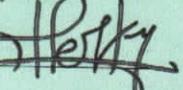
Ketua Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D

1. 

Anggota Edi Nasra, S.Si., M.Sc

2. 

Anggota Hesty Parbuntari, S.Pd., M.Sc

3. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini

Nama : Febrina Maulana

NIM : 18036085

Tempat/Tanggal Lahir : Padang, 14 Februari 2000

Program Studi : Kimia

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

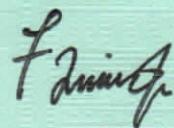
Judul Skripsi : PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION NITRIT DARI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS DIMETILAMINA (DMA)

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, November 2022
Yang Menyatakan



Febrina Maulana
NIM : 18036085

PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION NITRIT DARI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS DIMETILAMINA (DMA)

FEBRINA MAULANA

ABSTRAK

Silika merupakan senyawa terbanyak penyusun kerak bumi. Silika banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, prekonsentrasi atau pemisahan analit. Modifikasi silika mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi. Pada penelitian ini, dilakukan adsorpsi dan desorpsi anion nitrit pada silika termodifikasi GPTMS dimetilamina (DMA) menggunakan metode kolom. Setelah anion nitrit diadsorpsi dilanjutkan dengan proses desorpsi yang bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA menggunakan eluen asam (HCl dan H₂SO₄). Berdasarkan hasil penelitian didapatkan anion nitrit yang terserap 0,00454 mg dengan persentase penyerapan sebesar 47,27%. HCl lebih efektif mendesorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA dibandingkan H₂SO₄. Persentase desorpsi anion nitrit menggunakan H₂SO₄ sebesar 50,30% dengan melepaskan anion nitrit sebanyak 0,002274 mg. Persentase desorpsi anion nitrit menggunakan HCl sebesar 78,32% dengan melepaskan anion nitrit sebanyak 0,003528 mg. Konsentrasi optimum HCl yaitu 0,05M dapat melepaskan anion nitrit sebanyak 0,00425 mg dengan persentase desorpsi sebesar 92,45%. Laju alir (*flowrate*) optimum yaitu pada 0,75 ml/menit dapat melepaskan anion nitrit sebanyak 0,00480 mg dengan persentase desorpsi sebesar 95,53%.

Kata kunci: Silika gel, Dimetilamina, Adsorpsi, Desorpsi, dan Nitrit.

**DETERMINATION OF OPTIMUM CONDITIONS OF NITRITE ANION
DESORPTION FROM GPTMS DIMETHYLAMINE (DMA)
MODIFIED SILICA GEL**

FEBRINA MAULANA

ABSTRACT

Silica is the most abundant compound that makes up the earth's crust. Silica is widely used as an adsorbent, preconcentration, or separation analyte. Silica modification can increase the adsorption capacity. In this study, the adsorption and desorption of nitrite anion on GPTMS dimethylamine (DMA) modified silica was carried out using the column method. After the nitrite anion was adsorbed, it was continued with the desorption process which aims to determine the optimum conditions for desorption of nitrite anion from GPTMS DMA modified silica gel using acid eluents (HCl and H_2SO_4). Based on the results of the study, it was found that the absorbed nitrite anion was 0,00454 mg with an absorption percentage of 47,27%. HCl was more effective in desorption of nitrite anion from GPTMS DMA modified silica gel than H_2SO_4 . The percentage of nitrite anion desorption using H_2SO_4 was 50,30% with 0,002274 mg of nitrite anion released. The percentage of nitrite anion desorption using HCl was 78,32% with 0,003528 mg of nitrite anion released. The optimum concentration of HCl is 0,05M which can release nitrite anion as much as 0,00425 mg with a desorption percentage 92,45%. The optimum flowrate at 0,75 ml/min can release 0,00480 mg of nitrite anion with a desorption percentage 95,53%.

Keywords: *Silica gel, Dimethylamine, Adsorption, Desorption, Nitrite*

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan kehadiran Allah SWT, atas rahmat-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul "**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION NITRIT DARI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS DIMETILAMINA (DMA)**". Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi tugas mata kuliah Tugas Akhir sekaligus untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada:

1. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D sebagai Ketua Departemen Kimia Universitas Negeri Padang, sebagai Ketua Program Studi Kimia Universitas Negeri Padang, sebagai pembimbing sekaligus penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesaiannya penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Edi Nasra, S.Si., M.Si dan Ibuk Hesty Parbuntari, S.Pd., M.Sc sebagai dosen pembahas.
3. Seluruh Staf Pengajar dan Tenaga Administrasi di Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Negeri Padang.
4. Orang tua, Abang, Kakak, Adik, dan keluarga tercinta atas dukungan dan mendoakan dalam penyusunan skripsi ini.

5. Teman-teman Departemen Kimia tahun 2018 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam penyusunan skripsi ini.
6. Semua pihak yang telah memberikan bantuan kepada penulis dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Untuk kesempurnaan skripsi, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan, penulis mengucapkan terima kasih.

Padang, November 2022

Febrina Maulana

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	5
E. Tujuan Penelitian.....	5
F. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
A. Silika.....	6
B. Modifikasi Silika	7
C. Nitrit	8
D. Adsorpsi.....	9
E. Desorpsi.....	10
F. Instrumentasi	14
1. FTIR (Fourier Transform Infra Red).....	14
2. Spektrofotometer UV-Vis	16
BAB III METODE PENELITIAN.....	18
A. Tempat dan Waktu Penelitian	18
B. Objek Penelitian	18

C. Variabel Penelitian	18
D. Alat dan Bahan	18
E. Prosedur Kerja	19
1. Pembuatan Reagen	19
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Anion Nitrit	20
3. Pembuatan Larutan Standar Nitrit	21
4. Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	21
5. Modifikasi Silika dengan GPTMS Dimetilamina (DMA)	21
6. Adsorpsi Anion Nitrit Pada Silika Gel Termodifikasi GPTMS DMA...	22
7. Penentuan Jenis Eluen Desorpsi Anion Nitrit	22
8. Penentuan Konsentrasi Optimum Desorpsi Anion Nitrit.....	23
9. Kecepatan Laju Alir (<i>Flow Rate</i>) Desorpsi Anion Nitrit	23
10. Pengujian Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis	23
11. Karakterisasi Menggunakan FTIR.....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum NO ₂	24
B. Preparasi Kurva Standar NO ₂	24
C. Modifikasi Silika Gel dengan GPTMS Dimetilamina (DMA)	26
D. Adsorpsi Anion Nitrit pada Silika Gel Termodifikasi GPTMS DMA ...	28
E. Desorpsi Anion Nitrit pada Silika Gel Termodifikasi GPTMS DMA ...	29
1. Penentuan Jenis Eluen Desorpsi Anion Nitrit	30
2. Pengaruh Konsentrasi Asam Desorpsi Anion Nitrit.....	31
3. Pengaruh <i>Flowrate</i> Desorpsi Anion Nitrit	33
4. Analisa Silika Menggunakan FTIR	35
BAB V PENUTUP.....	38
A. Kesimpulan.....	38
B. Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	43

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Adsorpsi nitrit pada silika termodifikasi GPTMS DMA	29
Tabel 2. Variasi jenis eluen (asam)	30
Tabel 3. Variasi konsentrasi HCl	31
Tabel 4. Variasi laju alir (flowrate).....	34
Tabel 5. Analisa gugus fungsi (FTIR).....	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Silika.....	6
Gambar 2. Struktur Silika	7
Gambar 3. Struktur dimetilamina.....	8
Gambar 4. Struktur nitrit	8
Gambar 5. Adsorpsi pada suatu padatan	9
Gambar 6. Contoh adsorpsi dan desorpsi ion dengan silika modifikasi	11
Gambar 7. Instrumen FTIR	15
Gambar 8. Langkah-langkah analisis Spektrum IR	15
Gambar 9. Instrumen UV-Vis	16
Gambar 10. Skema spektrofotometer UV-Vis (Single beam)	17
Gambar 11. Skema spektrofotometer UV-Vis (Double-beam).....	17
Gambar 12. Panjang gelombang maksimum nitrit.....	24
Gambar 13. Kurva standar nitrit (NO ₂).....	25
Gambar 14. Reaksi Pengompleksan Nitrit	26
Gambar 15. Reaksi silika-GPTMS-DMA-anion.....	28
Gambar 16. Grafik variasi eluen (asam)	30
Gambar 17. Grafik variasi konsentrasi HCl.....	32
Gambar 18.Grafik variasi flowrate	34
Gambar 19. Spektrum FTIR silika.....	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Desain Penelitian	43
Lampiran 2. Pembuatan Larutan Induk Nitrit	44
Lampiran 3. Modifikasi Silika Gel Dengan Dimetilamina (DMA)	44
Lampiran 4. Adsorpsi Anion Nitrit pada Silika Gel Termodifikasi	45
Lampiran 5. Penentuan Jenis Eluen Pada Desorpsi Anion Nitrit	45
Lampiran 6. Penentuan Konsentrasi Optimum Desorpsi Anion Nitrit	46
Lampiran 7. Kecepatan Laju Alir (Flow rate)	46
Lampiran 8. Pengujian Dengan Spektrofotometer UV-Vis	47
Lampiran 9. Karakterisasi Menggunakan FTIR	47
Lampiran 10. Perhitungan Pembuatan Reagen	47
Lampiran 11. Panjang Gelombang Maksimum (λ Maks) Anion Nitrit.....	50
Lampiran 12. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit	50
Lampiran 13. Perhitungan Hasil Adsorpsi Anion Nitrit.....	51
Lampiran 14. Perhitungan Hasil Desorpsi Anion Nitrit.....	52
Lampiran 15. Hasil Uji FTIR	62
Lampiran 16. Dokumentasi Penelitian	63

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Silika (SiO_2) merupakan senyawa terbanyak penyusun kerak bumi yaitu sebesar 60,6% dan bisa didapatkan dari pasir, batuan, maupun tanah (Dyana dan Triwikantoro, 2017). Silika merupakan suatu padatan berpori yang berstruktur kristalin di alam dan senyawa sintetisnya berbentuk amorf yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben karena silika mudah diproduksi dan memiliki kelebihan lainnya (Sulastri & Kristianingrum, 2010).

Silika memiliki sifat inert, stabilitas kimia yang sangat baik, harga lebih murah, ketahanan mekanik yang tinggi, dan luas permukaan yang besar (Trivana et al., 2015). Selain itu silika mudah dimodifikasi dengan senyawa kimia tertentu untuk meningkatkan kinerjanya, silika juga memiliki sifat adsorpsi dan pertukaran ion yang baik. Aplikasi silika dapat digunakan sebagai adsorben, prekonsentrasi atau pemisahan analit (Hardyanti et al., 2017).

Permukaan silika memiliki kemampuan adsorpsi yang tinggi karena keberadaan gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si), saluran pori yang besar yang memungkinkan adsorpsi selektif pada adsorbat tertentu (Zhang et al., 2019). Efektivitas adsorpsi silika pada ion lemah, kelemahan silika sebagai adsorben dapat diperbaiki dengan beberapa upaya, antara lain dengan memodifikasi permukaan silika (Weni & Oktavia, 2021). Modifikasi silika bermanfaat untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi. Untuk memodifikasi silika digunakan dimetilamina (DMA) sebagai modifikatornya. Gugus amina yang terdapat pada dimetilamina bermuatan positif, sehingga dapat mengikat anion pada adsorben dan terjadi proses adsorpsi.

Selain itu, glisidokpropiltrimetoksilsilan (GPTMS) ditambahkan sebagai senyawa penghubung antara silika gel dan dimetilamina.

Nitrit (NO_2^-) adalah komponen alami dari nitrogen, nitrit di perairan secara alami berasal dari metabolisme organisme perairan dan dekomposisi bahan-bahan organik oleh bakteri. Badan Perlindungan Lingkungan (WHO) telah menetapkan tingkat aman kontaminan nitrit di perairan yaitu 1 mg/L (Song et al., 2016). Kadar nitrit yang tinggi pada air minum dapat membahayakan kesehatan seperti *methemoglobinemia* pada bayi. Hal ini terjadi karena nitrit dapat membentuk senyawa N-nitroso yang bersifat karsinogenik, teratogenik, dan mutagenik (Setiowati et al., 2016).

Adsorpsi merupakan suatu proses yang terjadi ketika zat terlarut gas atau cair terserap pada permukaan padatan atau cairan (adsorben) membentuk molekul atau atom (adsorbat) (Ngulube et al., 2017). Anion nitrit yang telah diadsorpsi pada silika termodifikasi dilanjutkan dengan proses desorpsi yang bertujuan untuk melepaskan anion nitrit yang terserap pada silika. Proses desorpsi dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi DMA menggunakan eluen asam (HCl dan H_2SO_4).

Desorpsi merupakan proses terlepasnya partikel, ion, atau molekul yang terserap oleh adsorben. Desorpsi dilakukan dengan mereaksikan adsorben yang telah digunakan pada proses adsorpsi dengan zat pendesorpsi (eluen). Eluen yang dapat digunakan dapat berupa asam, netral, dan basa (Faudah, 2019). Eluen berperan penting dalam proses desorpsi, karena seluruh proses pemisahan adsorbat dan adsorben tergantung pada jenis eluennya. Eluen berfungsi untuk memecah

ikatan antara adsorbat dan adsorben. Desorpsi pelarut merupakan pilihan yang ideal karena proses regenerasi yang efektif dan ekonomis (Patel, 2021).

Proses desorpsi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti: jenis eluen, konsentrasi eluen, volume eluen, jenis desorpsi (batch atau kolom), luas permukaan, kecepatan laju alir, waktu kontak, dan sebagainya. Jenis eluen yang digunakan sangat berpengaruh pada proses desorpsi. Karena pemisahan antara adsorben dan adsorbat tergantung pada jenis eluen. Konsentrasi eluen menengah, tidak terlalu rendah dan tidak terlalu tinggi. Karena pada konsentrasi yang lebih rendah, dapat memperlambat proses desorpsi dan membutuhkan volume eluen yang lebih banyak. Sedangkan pada konsentrasi yang lebih tinggi, dapat merusak struktur adsorben sehingga memperlambat proses desorpsi (Patel, 2021).

Semakin tinggi luas permukaan adsorben, semakin cepat proses desorpsi dan semakin banyak adsorbat yang terdesorpsi. Desorpsi berbanding terbalik dengan ukuran partikel adsorben (Momina et al., 2019). Kecepatan laju alir yang rendah dapat mencapai faktor pemisahan yang baik (Pinchukova et al., 2018). Waktu kontak, ini adalah waktu rata-rata sebuah molekul terserap di permukaan adsorben sebelum terdesorpsi ke dalam fase air. Waktu kontak sangat penting karena semakin lama waktu molekul terserap, semakin lama kontak antara reagen pendesorpsi dan adsorben (Wankasi et al., 2005).

Pada proses desorpsi terjadi proses pertukaran ion. Pertukaran ion merupakan teknik pemisahan yang efisien yang digunakan untuk memisahkan zat polar yang memiliki sifat fisika dan kimia yang serupa tetapi afinitas yang berbeda terhadap adsorben. Teknik penukar ion banyak digunakan untuk pemisahan zat, pengolahan air limbah, dan sebagainya. Prosedur pertukaran ion yang umum digunakan yaitu

dengan melewatkannya eluen secara terus menerus melalui kolom penukar ion hingga semua zat telah dihilangkan (Pinchukova et al., 2018). Pada metode kolom, eluen dilewatkan melalui adsorben pada laju alir yang telah ditentukan (Patel, 2021).

Berdasarkan latar belakang diatas, dilakukan penelitian proses desorpsi dengan judul “Penentuan Kondisi Optimum Desorpsi Anion Nitrit Dari Silika Gel Termodifikasi GPTMS Dimetilamina (DMA)”.

B. Identifikasi Masalah

Adapun identifikasi masalah dari penelitian ini yaitu:

1. Silika sebelum dimodifikasi kurang optimal digunakan sebagai adsorben sehingga perlu dimodifikasi.
2. Bagaimanakah kemampuan eluen, variasi konsentrasi, dan kecepatan laju alir (*flow rate*) dalam mendesorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA?

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini yaitu:

1. Desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA menggunakan HCl dan H₂SO₄.
2. Pengaruh eluen (HCl dan H₂SO₄), variasi konsentrasi eluen, dan kecepatan laju alir (*flow rate*) dalam proses desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA.

D. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu bagaimanakah kondisi optimum desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA menggunakan eluen (HCl dan H₂SO₄)?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu mengetahui kondisi optimum desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA menggunakan eluen (HCl dan H₂SO₄).

F. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini yaitu menginformasikan kondisi optimum desorpsi anion nitrit dari silika gel termodifikasi GPTMS DMA menggunakan eluen (HCl dan H₂SO₄).