

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION
NITRIT DARI ADSORBEN SILIKA MESOPORI
TERMODIFIKASI DMA (*DIMETHYLAMINE*)**



DENI MARLINA

NIM.18036082/2018

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION
NITRIT DARI ADSORBEN SILIKA MESOPORI
TERMODIFIKASI DMA (*DIMETHYLAMINE*)**

SKRIPSI

*Diajukan Sebagai Syarat Untuk Memenuhi Tugas Akhir 2 sekaligus Untuk
Memperoleh gelar sarjana sains (S.Si)*



DENI MARLINA

NIM.18036082/2018

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

PERSETUJUAN SKRIPSI

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION NITRIT DARI
ADSORBEN SILIKA MESOPORI TERMODIFIKASI DMA
(*Dimethylamine*)**

Nama : Deni Marlina
NIM : 18036082
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2022

Mengetahui
Ketua Jurusan Kimia



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

Disetujui Oleh
Pembimbing



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

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

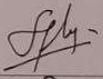
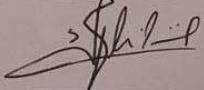
Nama : Deni Marlina
NIM : 18036082
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION NITRIT DARI
ADSORBEN SILIKA MESOPORI TERMODIFIKASI DMA
(Dimethylamine)**

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, Agustus 2022

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
Ketua	: Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D.	
Anggota	: Dra. Sri Benti Etika, M.Si.	
Anggota	: Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D.	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

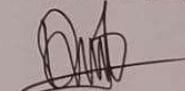
Nama	:	Deni Marlina
NIM/TM	:	18036082 / 2018
Tempat/Tanggal Lahir	:	Pakan Sinayan/ 22 Juni 2000
Program Studi	:	Kimia
Jurusan	:	Kimia
Fakultas	:	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Alamat	:	Gg. Pantau. No.17
No. HP/Telp	:	082268459533
Judul Skripsi	:	Penentuan Kondisi Optimum Desorpsi Anion Nitrit dari Adsorben Silika Mesopori Termodifikasi DMA (<i>Dimethylamine</i>)

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di Universitas Negeri Padang maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. 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 pengujii.

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, Agustus 2022
Yang membuat pernyataan



Deni Marlina
NIM. 18036082

Penentuan Kondisi Optimum Desorpsi Anion Nitrit Dari Adsorben Silika Mesopori Termodifikasi DMA (*Dimethylamine*)

Deni Marlina

ABSTRAK

Silika mesopori merupakan padatan silika yang mempunyai ukuran pori pada 2-50 nm. Silika mesopori mempunyai banyak peluang untuk pengembangan bahan fungsional baru, karena atom atau biomolekul berbeda bisa di imobilisasi ke permukaan maupun ke dalam anorganik. Modifikasi pada silika mesopori dengan dimetilamina ini bertujuan untuk memodifikasi senyawa amina. Dilakukan dengan penambahan pereaksi pada situs aktif silika akan merubah gugus fungsi silika. Silika mesopori dengan penambahan senyawa amina yang direaksikan dengan GPTMS dapat digunakan sebagai adsorpsi anion nitrit untuk melihat kapasitas serapan silika terhadap anion nitrit dengan menggunakan metode kolom, dengan berat yang teradsorpsi sebanyak 0.00061 mg, kapasitas serapan anion nitrit sebesar 0.0182 mg/g dengan persentase serapan sebesar 96.71%. Setelah dilakukan proses adsorpsi dilanjutkan pada proses desorpsi. Faktor yang digunakan untuk melihat kemampuan desorpsi ini adalah jenis pendesorpsi yaitu asam klorida (HCl) dengan pelepasan sebesar 0.0071 mg anion nitrit dari 0.0085 mg anion nitrit yang terserap dan persentase desorpsi sebesar 83.52% dan faktor konsentrasi dengan konsentrasi optimum HCl 0.15M dengan pelepasan sebesar 0.0091 mg anion nitrit dan persentase desorpsi sebesar 100%. Sedangkan Laju Alir optimum HCl 0.25 mL/menit dengan pelepasan sebesar 0.0088 mg anion nitrit dengan persentase desorpsi sebesar 100 %.

Kata kunci : Adsorpsi, Desorpsi ,Silika Mesopori, *Dimethyamine*, Nitrit

Determination of Optimum Conditions for Nitrite Anion Desorption from DMA (Dimethylamine) Modified Mesoporous Silica Adsorbent

Deni Marlina

ABSTRACT

Mesoporous silica is a solid silica having a pore size of 2-50 nm. Mesoporous silica has many opportunities for the development of new functional materials, because different atoms or biomolecules can be immobilized to the surface or into the inorganic. This modification of mesoporous silica with dimethylamine aims to modify amine compounds. This is done by adding reagents to the active site of the silica, which will change the silica functional group. Mesoporous silica with the addition of amine compounds reacted with GPTMS can be used as nitrite anion adsorption to see the absorption capacity of silica to nitrite anions using the column method, with an adsorbed weight of 0.00061n mg, the nitrite anion adsorption capacity is 0.0182 mg/g with an absorption percentage of 96.71%. After the adsorption process is carried out, the desorption process is continued. The factor used to see this desorption ability is the type of desorption, namely hydrochloric acid (HCl) with a release of 0.0071 mg of nitrite anion from 0.0085 mg of nitrite anion that is absorbed and the percentage of desorption is 83.52% and the concentration factor with the optimum concentration of 0.15M HCl with the release of 0.0091 mg of nitrite anion and the percentage of desorption is 100%. While the optimum flowrate of HCl 0.25 mL/min with a release of 0.0088 mg of nitrite anion with a desorption percentage of 100%.

Keywords: Adsorption, Desorption, Mesoporous Silica, Dimethyamine, Nitrite

KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang. Alhamdulillah penulis ucapkan kepada Allah SWT atas segala rahmat, karunia serta hidayah-Nya yang telah memberi kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Penentuan Kondisi Optimum Desorpsi Anion Nitrit Dari Adsorben Silika Mesopori Termodifikasi DMA (*Dimethylamine*)”**. Skripsi ini diajukan untuk memenuhi persyaratan kelulusan dalam mata kuliah Tugas Akhir 2 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan, petunjuk, arahan serta masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada:

1. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D selaku Kepala Departemen Kimia dan Ketua Program Studi Kimia serta Penasehat Akademik sekaligus Pembimbing Penelitian yang telah memberikan arahan serta bimbingan hingga selesaiya penulisan skripsi ini.
2. Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si dan Ibu Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D selaku dosen pembahas.
3. Bapak dan Ibu staf pengajar serta seluruh staf akademik dan non akademik di Departemen Kimia FMIPA UNP.
4. Teman-teman Departemen Kimia tahun 2018 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam pembuatan skripsi.
5. Orang tua dan keluarga tercinta atas dukungan untuk penulis.

6. Semua pihak yang telah memberikan bantuan kepada penulis dalam menyusun skripsi.

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

Padang, Agustus 2022

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Proses Penyerapan dan Pelepasan Anion	6
1. Adsorpsi	6
2. Desorpsi	8
B. Silika	11
C. Silika Mesopori	14
D. CTAB	16
E. Modifikator Silika.....	18

F. Nitrit	19
G. Instrumentasi	20
1. FTIR.....	20
2. UV-VIS	22

BAB III METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat	23
B. Objek Penelitian	23
C. Variabel Penelitian.....	23
D. Alat dan Bahan.....	24
E. Prosedur Penelitian.....	24
1. Pembuatan larutan.....	24
2. Adsorpsi Anion Nitrit pada Silika Mesopori Termodifikasi DMA	25
3. Penentuan jenis pendesorpsi anion nitrit.....	26
4. Penentuan konsentrasi optimum pada desorpsi anion nitrit.....	26
5. Kecepatan laju alir (<i>Flow rate</i>)	26
6. Pengujian dengan Spektrofotometer UV-Vis	27
7. Karakterisasi menggunakan FTIR	27

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Modifikasi Silika.....	28
B. Adsorpsi Silika	29
1. Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum Anion Nitrit (NO_2^-)....	29
2. Preparasi Kurva Standar	30
3. Adsorpsi Silika Dengan Metode Kolom	31
C. Desorpsi	32

1. Penentuan Jenis Pendesorpsi Anion Nitrit Pada Silika yang Teradsorpsi ..	32
2. Pengaruh Konsentrasi Asam pada Desorpsi Anion Nitrit	35
3. Pengaruh Laju Alir terhadap Proses Desorpsi Anion Nitrit.....	37
D. Karakterisasi.....	39
1. Analisa Gugus Fungsi dengan FTIR.....	39
BAB V PENUTUP	
A. Kesimpulan	43
B. Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN.....	50

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silika.....	13
Tabel 2. Bilangan gelombang infra red (v/cm ⁻¹).....	21
Tabel 3. Adsorpsi Silika Dengan Metode Kolom	32
Tabel 4. Jenis Pendesorpsi	34
Tabel 5. Variasi Konsentrasi HCl Sebagai Agen Pendesorpsi.....	36
Tabel 6. Variasi Laju Alir HCl Sebagai Agen Pendesorpsi	38
Tabel 7. Bilangan gelombang Puncak pada Spektra.....	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Proses Terjadinya Adsorpsi.....	6
Gambar 2. Proses Desorpsi	10
Gambar 3. Struktur Tetrahedral Silika	12
Gambar 4. Struktur Bangun Kristal dan Amorf Silika.....	12
Gambar 5. Silika Mesopori	15
Gambar 6. Struktur Surfaktan CTAB	17
Gambar 7. Struktur Dimetilamina.....	19
Gambar 8. Instrumen FTIR	21
Gambar 9. Reaksi Pembentukan Silika-GPTMS-DMA.....	29
Gambar 10. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Anion Nitrit	30
Gambar 11. Kurva Kalibrasi Standar NaNO ₂	30
Gambar 12. Grafik Variasi Jenis Agen Pendesorpsi.....	33
Gambar 13. Grafik Variasi Konsentrasi HCl Sebagai Agen Pendesorpsi	35
Gambar 14. Grafik Variasi Laju Alir HCl Sebagai Agen Pendesorpsi.....	38
Gambar 15. Spektrum FTIR (a)Silika Mesopori-GPTMS-DMA (b) Silika Termodifikasi DMA-Anion Nitrit (d) Silika Termodifikasi DMA-Desorpsi HCl (e) Silika Termodifikasi DMA-Desorpsi H ₂ SO ₄	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan Larutan	50
Lampiran 2. Desain Penelitian Dengan Metode Kolom	51
Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Reagen	52
Lampiran 4. Data Hasil FTIR.....	55
Lampiran 5. Tabel Pengukuran λ Maks.....	59
Lampiran 6. Kurva Kalibrasi.....	60
Lampiran 7. Data Hasil Perhitungan Adsorpsi Silika Terhadap Anion Nitrit (NO_2^-)	60
Lampiran 8. Data Hasil Perhitungan Desorpsi Silika Terhadap Anion Nitrit (NO_2^-)	61
Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian.....	72

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Keberadaan sumber daya alam dibumi sangat banyak. Dimana terdapat minyak, gas dan bahan-bahan mineral lainnya. Salah satu bahan-bahan mineral alam yang mempunyai peluang besar untuk dikembangkan adalah silika (Ukhiyani *dkk.*, 2017). Silika merupakan konstituen terbesar kedua dari litosfer (27,61%) setelah oksigen (46,46%). Dimana senyawa silika mineral kristal contohnya tridmit, kristobalit dan kuarsa. Sedangkan mineral non-kristalin meliputi silika opalin yang terbentuk dalam proses biologis pada silifikasi rumput. Penggunaan silika alami membutuhkan inovasi yang cukup handal agar pengotor yang terkandung dalam silika alami tidak mengganggu penggunanya (Oktavia *dkk.*, 2021).

Silika merupakan hasil senyawa polimerisasi dari asam silikat, dimana terdiri atas rantai satuan SiO_4 tetrahedral dengan rumus umumnya adalah SiO_2 . Dalam bidang industri, silika digunakan sebagai adsorben, pengisi pada kromatografi (sebagai fasa diam), dan sebagai isolator. Silika mesopori merupakan padatan silika yang mempunyai ukuran pori pada 2-50 nm. Silika mesopori mempunyai banyak peluang untuk pengembangan bahan fungsional baru, karena atom atau biomolekul berbeda bisa di imobilisasi ke permukaan maupun ke dalam anorganik (Li *dkk.*, 2016). Beberapa literatur membuktikan bahwa untuk membuat silika mesopori dari natrium silikat dengan cara pengendapan CTAB sebagai surfaktan dan propanol sebagai konsurfaktan (Zhou *dkk.*, 2012).

CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) merupakan *template* berpori untuk sintesis silika mesopori dan pengontrol morfologi atau bentuk serta digunakan dalam menggabungkan surfaktan garam kompleks dan campuran polimer seperti polistirena (Sulastri & Kristianingrum, 2010).

Silika mempunyai gugus silanol bebas dan gugus siloksan yang mempunyai kemampuan untuk mengadsorpsi. Gugus silanol mempunyai keasaman yang rendah serta kemampuan untuk mengikat yang relatif kecil sehingga tidak terlalu efektif, maka untuk meningkatkan efektivitasnya silika perlu dimodifikasi terlebih dahulu (Azmiyawati, 2004). Pada penelitian kali ini dilakukan modifikasi silika menggunakan *Dimethylamine* (DMA). Tujuan dilakukan modifikasi dengan dimetilamina ini untuk memodifikasi senyawa amina. Czaun, 2013 mengemukakan bahwa amina adalah senyawa organik yang dapat digunakan sebagai agen modifikasi silika untuk mengubah silika menjadi senyawa pemisah (Czaun *dkk.*, 2013). Dalam proses modifikasi ini memerlukan senyawa penghubung yang mempunyai gugus silan yaitu *glycidoxypropyltrimethoxysilane* (GPTMS). Senyawa penghubung digunakan karena beberapa gugus pengkelat dengan ion tidak mengandung reaktif gugus fungsi untuk proses silanisasi (Sefriani & Oktavia, 2021).

Silika yang termodifikasi DMA digunakan untuk adsorben dalam penyerapan anion nitrit (Arianti & Oktavia, 2021). Nitrit adalah bentuk nitrogen reaktif yang sebagian teroksidasi dari senyawa ammonia menggunakan bakteri *Nitrosomanus*. Senyawa nitrit pada perairan berasal dari metabolisme organisme perairan dan dekomposisi bahan-bahan organik oleh bakteri. Kadar nitrit yang tinggi pada air

minum sehingga bisa membahayakan kesehatan karena nitrit bisa membentuk senyawa N-nitroso yang mempunyai sifat karsinogenik, teratogenik, mutagenik dan bisa menyebabkan metamoglobinemia pada bayi (Setiowati *dkk.*, 2016).

Setelah dilakukan proses adsorpsi yaitu penyerapan anion nitrit (NO_2^-) pada permukaan silika, maka dilanjutkan dengan proses desorpsi yang bertujuan untuk melepaskan suatu zat (anion atau kation) yang terikat pada adsorben (Manuhutu & Santosa, 2018). Dimana anion NO_2^- yang telah terserap pada kolom dalam proses adsorpsi akan dilepaskan kembali dengan proses desorpsi yang menggunakan agen pendesorpsi asam yaitu Asam Klorida (HCl) dan asam sulfat (H_2SO_4). Proses atau interaksi desorpsi dapat dilakukan menggunakan pelarut organik dan anorganik baik itu larutan asam, basa maupun garam. Pemanfaatan desorpsi ini diantaranya yaitu dalam pemekatan suatu sampel dalam konsentrasi dan dapat meregenerasi kolom. Proses desorpsi ini telah banyak dimanfaatkan dalam beberapa industri salah satunya yaitu industri pengolahan limbah cair kelapa sawit.

Pada modifikasi kali ini untuk mengetahui tingkat keberhasilannya maka dilakukan analisis melalui karakterisasi menggunakan FTIR yang berguna untuk menganalisa jenis dari gugus fungsi yang terdapat pada senyawa dari spektrumnya, dan Spektrofotometer UV-VIS yang berguna untuk mengukur adsorban atau transmitan suatu sampel (Ukhiyani *dkk.*, 2017).

B. Identifikasi Masalah

Identifikasi masalah yang didapatkan dari latar belakang ini sebagai berikut:

1. Perlunya melakukan desorpsi anion nitrit terhadap silika mesopori termodifikasi.
2. Kemampuan eluen dalam mendesorpsi anion nitrit dari adsorben silika mesopori termodifikasi DMA.
3. Pengaruh konsentrasi eluen dalam mendesorpsi anion nitrit pada silika mesopori termodifikasi DMA.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah yang terdapat pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Silika mesopori yang dibuat dengan template CTAB yang dimodifikasi dengan Dimetilamina (DMA).
2. Penggunaan anion Cl^- dan SO_4^{2-} untuk desorpsi anion Nitrit pada silika mesopori.
3. Pengaruh konsentrasi optimum HCl dan konsentrasi optimum H_2SO_4 pada proses desorpsi anion nitrit silika mesopori.

D. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana proses desorpsi anion nitrit menggunakan eluen (anion Cl^- dan anion SO_4^{2-}) pada silika mesopori termodifikasi DMA?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan yang terdapat pada penelitian ini adalah menentukan kondisi optimum eluen (anion Cl^- dan anion SO_4^{2-}) dalam mendesorpsi anion nitrit pada silika mesopori termodifikasi DMA.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diinginkan pada penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai kemampuan eluen (anion Cl^- dan anion SO_4^{2-}) untuk mendesorpsi anion nitrit pada silika mesopori termodifikasi DMA.