

**MODIFIKASI SILIKA ALAM DENGAN POLI ETILEN GLIKOL 4000
SEBAGAI FASA DIAM PADA KOLOM KROMATOGRAFI**

SKRIPSI

*Diajukan kepada tim penguji skripsi jurusan kimia sebagai salah satu
persyaratan guna memperoleh gelar sarjana sains*



Oleh :

MAYORA PRIMANELIDE

18462/2010

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2014**

PERSETUJUAN SKRIPSI

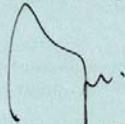
MODIFIKASI SILIKA ALAM DENGAN POLI ETILEN GLIKOL 4000
SEBAGAI FASA DIAM PADA KOLOM KROMATOGRAFI

Nama : Mayora Primanelide
NIM/BP : 18462/2010
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2014

Disetujui Oleh

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si
NIP.19751122 200312 2 003

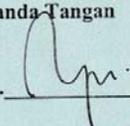
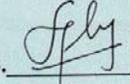
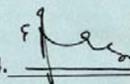
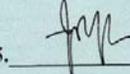
HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

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

Judul : Modifikasi Silika Alam Dengan Poli Etilen Glikol 4000
Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi
Nama : Mayora primanelide
TM/NIM : 2010/18462
Program Studi : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2014

Tim Penguji

No. Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1. Ketua	:Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D	1. 
2. Sekretaris	:Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si	2. 
3. Anggota	:Dra. Sri Benti Etika, M.Si	3. 
4. Anggota	:Edi Nasra, M.Si	4. 
5. Anggota	:Sherly Kasuma W.N, S.Si, M.Si	5. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mayora Primanelide
TM/NIM : 2010/18462
Tempat/Tanggal Lahir : Padang/30 Mei 1992
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Jl. Villa Bukit Permai, Koto Lua Blok H5
No. Hp/Telepone : 082171835370
Judul Skripsi : Modifikasi Silika Alam Dengan Poli Etilen Glikol
4000 Sebagai Fasa Diam Pada Kolom
Kromatografi

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP 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. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada daftar pustaka.
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, Agustus 2014
Yang membuat pernyataan.

Mayora Primanelide
NIM : 18462

ABSTRAK

Mayora Primanelide, 2014: Modifikasi Silika Alam Dengan Poli Etilen Glikol 4000 Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi

Silika merupakan salah satu material oksida anorganik dengan pemanfaatan yang sangat luas, baik untuk pembuatan berbagai jenis material berbasis silika, misalnya zeolit sintesis, pengisi (fasa diam) kolom kromatografi, dan bahan pengisi (*filler*) polimer. Telah dilakukan penelitian tentang modifikasi silika alam dengan poli etilen glikol 4000 sebagai pengisi kolom kromatografi. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi silika alam yang telah diaktivasi sehingga berubah sifat dari polar menjadi nonpolar menggunakan surfaktan poli etilen glikol 4000 dan dapat digunakan pada kromatografi fasa terbalik (reverse phase). Pada penelitian ini digunakan instrument FTIR untuk mengkarakterisasi sampel silika sebelum dan setelah di modifikasi menggunakan poli etilen glikol 4000. Dari data FTIR diperoleh kondisi optimum dari modifikasi silika yaitu pada penambahan 1,5 gram. Instrument spektronik untuk menguji adsorpsivitas silika sebelum dan setelah di modifikasi. Kapasitas serapan silika sebelum dan setelah di modifikasi menggunakan β Karoten yaitu 0.026364355 mg/g : 0.1253604 mg/g. Ini menunjukkan bahwa modifikasi dapat menyebabkan penyerapan silika terhadap senyawa non polar (β karoten).

Kata kunci: Silika alam, PEG 4000, Modifikasi, β Karoten

KATA PENGANTAR



Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **Modifikasi Silika Alam Dengan Poli Etilen Glikol 4000 Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi**. Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan untuk memperoleh gelar Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini, penulis mendapatkan bimbingan serta bantuan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D. selaku dosen pembimbing I dan Penasehat Akademik.
2. Ibu Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si selaku dosen pembimbing II.
3. Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si, Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih, M.Si dan Bapak Edi Nasra, S.Si, M.Si sebagai penguji.
4. Ibu Dra. Andromeda, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.

Penulisan skripsi ini mengacu kepada pedoman penyusunan skripsi mahasiswa MIPA Universitas Negeri Padang, namun mungkin masih terdapat

kekhilafan dan kesalahan yang disebabkan oleh kelalaian penulis semata. Oleh sebab itu pada kesempatan ini penulis mohon maaf yang sebesar-besarnya. Untuk kesempurnaan skripsi ini, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis haturkan terima kasih.

Padang, Agustus 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Batasan Masalah	5
C. Rumusan Masalah	6
D. Tujuan Penelitian	6
E. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
A. Mineral Alam Sumatera Barat	7
B. Silika	9
C. Surfaktan	12
D. Poli Etilen Glikol 4000	14
E. β Karoten	15
F. Adsorpsi Berdasarkan Kepolaran	16
G. Instrumentasi	18
BAB III METODE PENELITIAN	24
A. Waktu dan Tempat Penelitian	24
B. Objek Penelitian	24

C. Alat dan Bahan	24
1. Alat	24
2. Bahan	24
D. Prosedur Kerja	25
1. Pembuatan Larutan Induk β Karoten	25
2. Sintesis Natrium Silikat	25
3. Modifikasi Silika Dengan PEG 4000	25
4. Uji Kestabilan Modifikasi Silika Dengan PEG 4000	26
5. Penentuan Adsorpsivitas Silika Sebelum Dimodifikasi PEG 4000 Menggunakan β Karoten secara Spektronik	26
6. Penentuan Adsorpsivitas Silika Sesudah Dimodifikasi PEG 4000 Menggunakan β Karoten Secara Spektronik	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
A. Modifikasi Silika Alam Dengan Surfaktan PEG 4000	28
B. Uji Kestabilan Modifikasi Silika Dengan PEG 4000	34
C. Uji Adsorpsivitas Silika dengan PEG Sebelum dan Sesudah Modifikasi	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	40
A. Kesimpulan	40
B. Saran	40

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur silika	9
2. Silika	9
3. Struktur Kristalin Silika	10
4. Struktur Poli Etilen Glikol	14
5. Struktur β Karoten	16
6. Spektra FTIR Silika Alam	28
7. Spektra Silika aktivasi HCl 1 M	29
8. Spektra XRD Natrium Silikat	30
9. Spektra PEG 4000	31
10. Spektra Silika termodifikasi PEG 0.5 gram	31
11. Spektra Silika termodifikasi PEG 1.0 gram	32
12. Spektra Silika termodifikasi PEG 1.5 gram	32
13. Spektra Silika termodifikasi PEG 2.0 gram	33
14. Spektra Silika termodifikasi PEG 2.5 gram	33
15. Spektra Silika termodifikasi PEG dengan 1 kali pencucian	34
16. Spektra Silika termodifikasi PEG dengan 2 kali pencucian	35
17. Spektra Silika termodifikasi PEG dengan 3 kali pencucian	35
18. Kurva standar β Karoten	36
19. Kurva Isoterm Langmuir untuk Silika sebelum modifikasi	37
20. Kurva Isoterm Langmuir untuk Silika setelah modifikasi	38

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. 41 Jenis sumber daya mineral	8
2. Data larutan standar β Karoten	36
3. Uji adsorpsivitas silika sebelum modifikasi	37
4. Uji adsorpsivitas silika setelah modifikasi	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir Cara Kerja	44
2. Perhitungan Uji Adsorpsivitas Silika Sebelum Modifikasi	49
3. Perhitungan Uji Adsorpsivitas Silika Setelah Modifikasi	55
4. Database XRD (ICSD Natrium Silikat)	61
5. Foto Penelitian	63

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Proses pemisahan merupakan proses penting dalam industri kimia dan menjadi semakin menarik untuk dikaji lebih jauh. Proses-proses pemisahan dalam industri senantiasa berkembang sepanjang waktu. Dengan makin berkembangnya permasalahan di lapangan serta makin banyaknya pilihan teknologi yang bisa digunakan (Sediawan, 2000).

Salah satu metode yang digunakan adalah kromatografi. Kromatografi terdiri dari kromatografi gas dan kromatografi cair. Perbedaan dari kedua jenis kromatografi tersebut ialah berdasarkan fasa gerak yang digunakan. Dari berbagai metode kromatografi memberikan cara pemisahan paling kuat di laboratorium kimia. Metode kromatografi, karena pemanfaatannya yang leluasa, dipakai secara luas untuk pemisahan analitik dan preparatif. Hampir setiap campuran kimia, mulai dari bobot molekul rendah sampai tinggi, dapat dipisahkan menjadi komponen-komponennya dengan beberapa metode kromatografi (Gritter, dkk., 1991 : 1).

Pada kromatografi, kolom adalah jantung kromatografi. Pemisahan sesungguhnya komponen cuplikan dicapai dalam kolom. Karena itu, keberhasilan atau kegagalan suatu pemisahan sebagian besar bergantung pada pemilihan kolom (McNair dan Bonelli, 1988: 27). Pemilihan kolom merupakan langkah yang pertama dan utama untuk penggunaan kromatografi. Ketepatan dalam pemilihan kolom sangat berpengaruh

terhadap performan kromatogram (Baari, 2003). Pengisian kolom dilakukan dengan memasukkan adsorben dalam bentuk larutan (slurry), dan partikelnya dibiarkan mengendap (Hayani, 2007).

Bahan yang digunakan dalam proses kromatografi adalah silika. Silika merupakan salah satu material oksida anorganik dengan pemanfaatan yang sangat luas, baik untuk pembuatan berbagai jenis material berbasis silika, misalnya keramik, zeolit sintesis, dan komposit organik-anorganik maupun secara langsung misalnya dalam pemurnian minyak sayur, produk farmasi, deterjen, adhesif, pengisi (fasa diam) kolom kromatografi, dan bahan pengisi (*filler*) polimer (Suka, dkk, 2008).

Sifat silika sangat mendukung dalam penggunaannya sebagai fasa diam dalam kromatografi, yaitu kombinasi dari struktur padatnya, kerangka zatnya, dan sistem rongganya. Sifat dari silika ini sesuai dengan dasar dari kromatografi (Santi, 2006). Fasa diam dapat dibuat dan diperlakukan dengan berbagai cara untuk mengubah sifat dan kapasitasnya, serta sejumlah usaha telah dilakukan untuk mengendalikan fasa diam yang setara. Aktivitas permukaan dari setiap fasa diam berbeda pada sisi yang satu ke sisi yang lain. Perlakuan pendahuluan menurut cara-cara yang ditentukan dapat menghilangkan perbedaan aktivitas tersebut (Gritter dkk., 1991).

Silika sering kali dimodifikasi dengan gugus organik tertentu untuk meningkatkan kemampuan adsorpsinya. Hal ini dikarenakan silika memiliki

beberapa sifat unik yang tidak dimiliki oleh senyawa anorganik lainnya, seperti inert, sifat adsorpsi dan pertukaran ion yang baik, mudah dimodifikasi dengan senyawa kimia tertentu untuk meningkatkan kinerjanya, kestabilan mekanik dan termal tinggi, serta dapat digunakan untuk prakonsentrasi atau pemisahan analit karena proses pengikatan analit pada permukaan silika yang bersifat reversibel.

Indonesia memiliki kekayaan mineral alam yang sangat melimpah. Pada Buku Sumatera Barat Dalam Angka yang diterbitkan oleh BAPPEDA Provinsi Sumatera Barat bekerjasama dengan Badan Pusat Statistik Provinsi Sumatera Barat tahun 2010 diperoleh informasi bahwa bahan tambang terbesar yang dihasilkan di Provinsi Sumatera Barat pada tahun 2010 adalah batu kapur, batubara, batu silika, tanah liat, dan biji besi. (Badan Perencanaan Pembangunan Daerah, 2012)

Untuk meningkatkan nilai tambah dari mineral tersebut maka dilakukan penelitian untuk penggunaan mineral alam tersebut sebagai fasa diam kolom kromatografi. Salah satu mineral alam yang dapat digunakan adalah silika. Silika alam mengandung banyak pengotor dan ukuran pori yang tidak sama sehingga dilakukan aktivasi dan modifikasi.

Silika alam dapat dimodifikasi dengan senyawa kimia tertentu. Selain itu, modifikasi silika alam dilakukan untuk mendapatkan bentuk kation dan komposisi kerangka yang berbeda. Modifikasi permukaan secara kimia biasanya dilakukan melalui pengikatan organosilan yang sesuai dengan pengikatan ujung gugus fungsional yang diinginkan (Purwaningsih, 2009).

Dari berbagai penelitian sebelumnya diketahui bahwa modifikasi permukaan polimer oksida anorganik seperti silika dapat dilakukan dengan bantuan bahan pengkopling (*coupling agent*) (Suka,dkk., 2008). Bahan pengkopling tersebutlah yang mengubah silika yang bersifat polar menjadi non polar.

Sistem pemisahan pada Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) terbagi atas dua yaitu sistem fasa balik dan sistem fasa normal. Perbedaan dari kedua sistem tersebut adalah kepolaran dari fasa gerak, fasa diam dan analit yang dianalisis. Sistem fasa balik dimana fasa diam yang digunakan bersifat non polar, fasa gerak yang digunakan bersifat polar, sedangkan fasa normal dimana fasa diam yang digunakan bersifat polar, fasa gerak yang digunakan bersifat non polar dan analit yang dipisahkan bersifat non polar (Saleha, 2013)

Pada penelitian ini silika akan dimodifikasi dengan surfaktan. Surfaktan yang digunakan adalah Poli Etilen Glikol 4000. Surfaktan atau zat aktif permukaan merupakan molekul organik yang memiliki bagian atau gugus liofilik (suka pelarut) dan gugus liofobik (tidak suka pelarut) (Oktaviani, 2011). Poli Etilen Glikol (PEG) disebut juga makrogol, merupakan polimer sintetik dari oksietilen dengan rumus struktur $H(OCH_2CH_2)_nOH$, dimana n adalah jumlah rata-rata gugus oksietilen. PEG umumnya memiliki bobot molekul antara 200–300000. Penamaan PEG umumnya ditentukan dengan bilangan yang menunjukkan bobot molekul

rata-rata. Konsistensinya sangat dipengaruhi oleh bobot molekul. PEG 3000-20000 atau lebih berupa padatan semi kristalin. (Alatas, dkk, 2006)

Selain surfaktan digunakan juga β karoten untuk penentuan adsorpsivitas silika dengan PEG 4000. Silika yang telah dimodifikasi dengan PEG 4000 bersifat non polar sehingga digunakan β karoten yang juga bersifat non polar. β karoten merupakan salah satu dari sekitar 500 karotenoid yang ada di Alam dan mempunyai aktivitas Vitamin A paling tinggi (Susilowati, 2008). Adanya ikatan ganda menyebabkan beta-karoten peka terhadap oksidasi. Oksidasi β karoten akan lebih cepat dengan adanya sinar, dan katalis logam, khususnya tembaga, besi dan mangan (Noviyanti, 2010).

Berdasarkan latar belakang diatas, maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian dengan judul "Modifikasi Silika Alam Dengan Surfaktan Poli Etilen Glikol 4000 Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi".

B. Batasan masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Modifikasi silika alam menggunakan surfaktan poli etilen glikol 4000 sehingga silika akan berubah sifat dari polar menjadi non polar.
2. Pengujian adsorpsivitas silika yang dimodifikasi menggunakan β karoten.

C. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana menentukan dan mempelajari teknik modifikasi silika alam menggunakan surfaktan polietilen glikol 4000 sehingga dapat digunakan sebagai fasa diam yang bersifat non polar (reverse phase) pada kolom kromatografi ?

D. Tujuan penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk memperoleh silika yang telah dimodifikasi dengan surfaktan, sehingga dapat digunakan sebagai fasa diam yang bersifat non polar (reverse phase) pada kolom kromatografi jika dibandingkan dengan silika sebelum dimodifikasi.

E. Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam memberikan informasi mengenai teknik modifikasi dari silika alam menggunakan surfaktan PEG 4000 sehingga dapat digunakan sebagai fasa diam yang bersifat non polar (reverse phase) pada kolom kromatografi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Mineral Alam Sumatera Barat

Berdasarkan data-data yang ada pada Buku Sumatera Barat Dalam Angka yang diterbitkan oleh BAPPEDA Provinsi Sumatera Barat bekerjasama dengan Badan Pusat Statistik Provinsi Sumatera Barat tahun 2010 diperoleh informasi bahwa bahan tambang terbesar yang dihasilkan di Provinsi Sumatera Barat pada tahun 2010 adalah

- 1) Batu kapur, dengan total produksi sebesar 7,16 juta ton
- 2) Batubara sebesar 994, 66 ribu ton
- 3) Batu silika sebesar 929, 35 ribu ton
- 4) Tanah liat sebesar 225, 53 ribu ton
- 5) Bijih besi sebesar 1.500 ton.

Sumatera Barat merupakan salah satu wilayah di Indonesia yang mempunyai tatanan geologi cukup kompleks. Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Sumatera Barat tahun 2011 telah melakukan kajian terhadap sumber daya mineral di 15 Kabupaten/Kota di Sumatera Barat. Ada 41 jenis sumber daya mineral yang sudah berhasil diidentifikasi beserta rumus molekulnya seperti terlihat pada Tabel 1 .

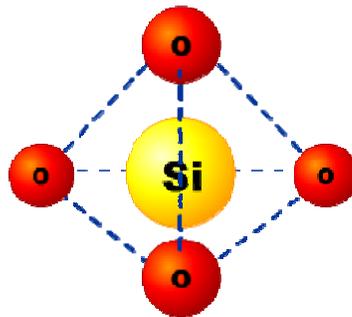
Tabel 1. 41 Jenis sumber daya mineral

No	Nama Mineral	Keterangan dan Rumus Molekul	No	Nama Mineral	Keterangan dan Rumus Molekul
1	Dolomit	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	21	Perak	Ag
2	Dunit Harzburgit		22	Batubara	
3	Toseki	Mineral realtif baru, belum banyak dikenal	23	Marmer	Batu pualam
4	Kuarsit		24	Air Raksa	Hg
5	Pasir Kuarsa	Komposisi Gabungan $\text{SiO}_2, \text{Fe}_2\text{O}_3, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{TiO}_2, \text{CaO}, \text{MgO}$ dan K_2O	25	Andesit	
6	Obsidian	Batuan beku luar, hasil pembekuan magma yang kaya SiO_2	26	Basalt	
7	Kaolin	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	27	Batu Permata	
8	Trass (Pozzolan)	Mengandung SiO_2 dan Al_2O_3	28	Batu tulis/slate	
9	Batu Kapur	CaCO_3	29	Bijih Besi	Fe_2O_3
10	Asbes		30	Diorit	
11	Emas	Au	31	Oker	Mengandung bijih besi dalam bentuk limonit ($2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
12	Belerang	S	32	Pasir dan Batu	
13	Kromit	$\text{Cr}_2\text{O}_3, \text{FeO}$	33	Perlit	Memiliki komposisi utama adalah mineral silikat berbutir halus
14	Pasir Besi	Fe_2O_3	34	Sabastone	
15	Tembaga	Cu	35	Serpentin	$\text{Mg}_6(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$
16	Batu Apung	Mengandung oksida $\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3, \text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O}, \text{MgO}, \text{CaO}, \text{TiO}_2, \text{SO}_3$ dan Cl	36	Silika	SiO_2
17	Bentonit	(Mg, Ca) $x\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot y\text{SiO}_2$	37	Tanah Liat	
18	Granit	SiO_2 dan Al_2O_3	38	Tawas	$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
19	Fosfat	P_2O_5	39	Timah Hitam	Sn
20	Mangan	Mn	40	Trakhit	Mineral utamanya adalah feldspar
			41	Tufa	

(Sumber : Badan Perencanaan Pembangunan Daerah, 2012 :72).

B. Silika

Silika adalah senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedral seperti terlihat pada gambar 1, dengan formula umum SiO_2 (Sulastri, 2010).



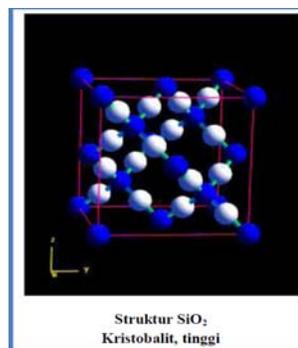
Gambar 1. Struktur Silika

Di alam senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir, kuarsa, gelas, dan sebagainya. Gambar 2 merupakan Silika berupa pasir. Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintetis adalah amorf. Secara sintetis senyawa silika dapat dibuat dari larutan silikat atau dari pereaksi silan (Sulastri, 2010).



Gambar 2. Silika

Silika murni terdapat dalam dua bentuk yaitu kuarsa dan kristobalit. Dalam kristobalit, atom-atom silikon ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dalam intan dengan atom-atom oksigen berada ditengah dari setiap pasangan. Dalam kuarsa terdapat heliks sehingga terbentuk kristal enansiomorf. Kuarsa dan kristobalit dapat saling dipertukarkan apabila dipanaskan. Proses ini lambat karena dibutuhkan pemutusan dan pembentukan kembali ikatan-ikatan dan energi pengaktifannya tinggi. Silika relatif tidak reaktif terhadap Cl_2 , H_2 , asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu 25^0 C atau pada suhu yang lebih tinggi, tetapi dapat diserang oleh F_2 , larutan HF, hidroksida alkali, dan leburan-leburan karbonat (Cotton, 1989 : 314-315).



Gambar 3. Struktur Kristalin Silika

Bentuk-bentuk silika merupakan beberapa struktur kristal yang penting bukan saja karena silika merupakan zat yang melimpah dan berguna, tetapi karena strukturnya (SiO_4) adalah unit yang mendasar dalam kebanyakan mineral. Dilihat dari gambar 3 kristal silika memiliki dua ciri utama yaitu : setiap atom silikon berada pada pusat suatu tetrahedron yang

terdiri dari empat atom oksigen dan setiap atom oksigen berada ditengah-ditengah antara dua atom silikon (Keenan,1992).

Mineral silika mempunyai sifat fisika antara lain sebagai berikut :

Nama IUPAC	: Silikon dioksida
Nama lain	: Kuarsa, Silika, Silikat oksida, Silikon(IV)oksida
Rumus molekul	: SiO ₂
Massa molar	: 60,08 gmol ⁻¹
Penampilan	: Kristal Transparan
Kepadatan	: 2,648 gcm ⁻³
Titik lebur	: 1600-1725° C
Titik didih	: 2230° C

Mineral silika juga mempunyai berbagai sifat kimia antara lain sebagai berikut :

1. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidrofluorida dan asam phospat.



(Vogel, 1985:376)

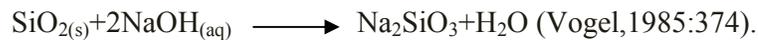
Dalam asam berlebih reaksinya adalah:



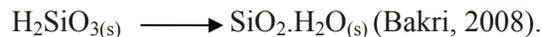
(Vogel, 1985:376).

2. Reaksi basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti dengan hidroksida alkali.



Secara komersial, silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Reaksi ini menghasilkan suatu dispersi pekat yang akhirnya memisahkan partikel dari silika terhidrat, yang dikenal sebagai silika hidrosol atau asam silikat yang kemudian dikeringkan pada suhu 110°C agar terbentuk silika gel. Reaksi yang terjadi:



C. Surfaktan

Surfaktan atau zat aktif permukaan merupakan molekul organik yang memiliki bagian atau gugus liofilik (suka pelarut) dan gugus liofobik (tidak suka pelarut). Jika pelarutnya adalah air, maka kedua gugus tersebut berturut-turut disebut hidrofilik dan hidrofobik.

Pada umumnya surfaktan dilambangkan dengan model kepala dan ekor. Bagian kepala melambangkan bagian hidrofilik, sedangkan bagian ekor melambangkan bagian hidrofobik. Bagian hidrofilik merupakan ion logam atau senyawaan logam, sedangkan gugus hidrofobik merupakan rantai hidrokarbon alkil atau alkil aril. Panjang ekor (jumlah atom C) dan konformasi surfaktan akan mempengaruhi besar perubahan *basal spacing* pada *organoclay* yang akan disintesis.

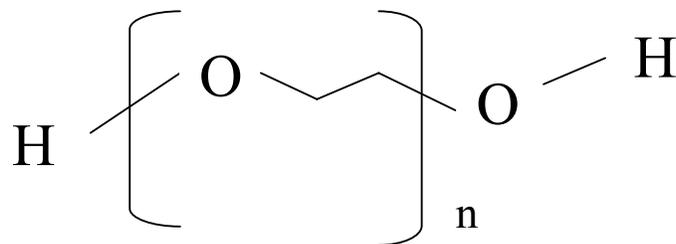
Klasifikasi surfaktan berdasarkan gugus hidrofiliknya (Myers, 1999) ialah :

- 1) Surfaktan anionik, yaitu surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya membawa muatan negatif. Surfaktan yang termasuk golongan ini contohnya adalah *Sodium Dodesyl Sulfate* (SDS) $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3^- \text{Na}^+$, Natrium Stearat $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}^- \text{Na}^+$
- 2) Surfaktan amfoter (zwitter ion), yaitu surfaktan yang mengandung muatan positif maupun negatif pada bagian permukaannya, bergantung pada pH larutan. Pada pH di bawah titik isoelektriknya, surfaktan ini bersifat kationik, sedangkan pada pH di atas titik isoelektriknya, surfaktan ini bersifat anionik. Surfaktan yang termasuk golongan ini, contohnya adalah Dodesil Betain, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$.
- 3) Surfaktan non ionik, yaitu surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya tidak membawa muatan (tidak terionisasi di dalam larutan). Surfaktan yang termasuk golongan ini contohnya adalah Tergitol, $\text{C}_9\text{H}_9\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{O})_{40}\text{H}$ dan Poliostilen Laurel Eter, $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_8\text{H}$.
- 4) Surfaktan kationik, yaitu surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya membawa muatan positif. Surfaktan kationik biasanya memiliki gugus fungsi amina, ammonium, heterosiklik. Surfaktan yang termasuk golongan ini adalah Dodesilamin Hidroklorida $\{\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_3\}^+ \text{Cl}^-$, Dodesil trimetilammonium Bromida $\{\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\}^+ \text{Br}^-$,

Heksadesil Trimetilammonium Bromida (HDTMA-Br) $\{C_{16}H_{33}N(CH_3)_3\}^+Br^-$, dan Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMA-Br) $\{C_{18}H_{37}N(CH_3)_3\}^+Br^-$ (Oktaviani, 2011).

D. Poli Etilen Glikol (PEG) 4000

Poli etilen glikol disebut juga makrogol, merupakan polimer sintetik dari oksietilen dengan rumus struktur $H(OCH_2CH_2)_nOH$, dimana n merupakan jumlah rata-rata gugus oksietilen. Monomer Etilen Glikol membentuk polimer Poli Etilen Glikol. Nama IUPAC : 1,2-Etanadiol. Gambar 4 merupakan rumus umum dari Poli Etilen Glikol. PEG umumnya memiliki bobot molekul antara 200-300000. Penamaan PEG umumnya ditentukan dengan bilangan yang menunjukkan bobot molekul rata-rata.



Gambar 4. Struktur Poli Etilen Glikol

Kepadatannya sangat dipengaruhi oleh bobot molekul. PEG dengan bobot molekul 200-600 (PEG 200-600) berbentuk cair, PEG 1500 berbentuk semi padat, dan PEG 3000-20000 berbentuk padatan semi kristalin, dan PEG dengan bobot molekul lebih besar dari 100000 berbentuk seperti resin pada suhu kamar. Umumnya PEG dengan bobot molekul 1500-20000 yang digunakan untuk dispersi padat.

Kelarutan semua tingkat dari PEG larut dalam air, bercampur dengan PEG lainnya, larut dalam aseton, diklorometana, etanol dan methanol, agak sukar larut dalam hidrokarbon alifatik dan eter, tidak larut dalam lemak, campuran minyak dan minyak mineral (Margaret, 2008).

PEG yang sering digunakan adalah Poli Etilen Glikol (PEG) 4000. PEG-4000 memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen lain, tidak beracun dan tidak iritatif (Delmifiana, 2013).

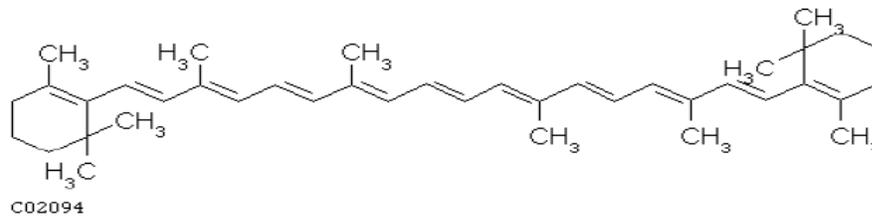
E. β Karoten

β Karoten adalah satu senyawa karoten yang paling banyak terdapat di alam, terutama dalam tumbuhan hijau. Karoten lainnya yang juga banyak terdapat di alam adalah likopen, β karoten, dan γ karoten (Wirahadikusumah, 1985 : 102).

β karoten merupakan salah satu dari sekitar 500 karotenoid yang ada di alam dan mempunyai aktivitas Vitamin A paling tinggi. Ada 2 sumber β karoten dalam makanan yaitu (Suwandi, 1991):

1. β karoten terdapat secara alami seperti, wortel, bayam, tomat dan sebagainya.
2. β karoten ditambahkan ke dalam makanan sebagai sumber mikronutrien atau pewarna.

β karoten mempunyai rumus molekul $C_{40}H_{56}$ dengan berat molekul 536.873 g/mol, berat jenis 0.941 ± 0.06 g/cm³, titik didih 180-182. Struktur β karoten terlihat pada gambar 5.

(b) β -karotenGambar 5. Struktur β karoten

F. Adsorpsi berdasarkan kepolaran

Adsorpsi adalah peristiwa penyerapan suatu zat pada permukaan zat lain. Zat yang diserap disebut adsorbat (fase terserap), sedangkan zat yang menyerap disebut adsorben. Adsorben merupakan zat padat yang dapat menyerap komponen tertentu dari suatu fase fluida. Kemampuan adsorben dalam menyerap komponen dipengaruhi oleh pori-pori yang terdapat pada suatu bahan.

Pemisahan terjadi karena perbedaan bobot molekul atau karena perbedaan polaritas yang menyebabkan sebagian molekul melekat pada permukaan tersebut lebih erat daripada molekul lainnya. Adsorben yang digunakan secara komersial dapat dikelompokkan menjadi dua yaitu kelompok polar dan non polar. Adsorben polar akan cenderung mengadsorpsi kuat adsorbat polar dan lemah terhadap adsorbat nonpolar, demikian juga sebaliknya. Adsorben polar akan mengadsorpsi kuat zat terlarut polar dari pelarut nonpolar karena kelarutannya yang rendah dan

mengadsorpsi yang lemah dari pelarut polar karena kelarutannya yang tinggi, demikian juga sebaliknya (Hasibuan, dkk., 2012).

Adsorben yang sering digunakan adalah silicalit, $Mg(OH)_2$, $Ca_3(PO_4)_2$, dll. Tujuan dari proses adsorpsi adalah menghilangkan rasa, warna dan bau yang tidak diinginkan serta material-material organik baik yang beracun maupun tidak dari suatu senyawa (Putro, dkk., 2010).

Permukaan zat padat dapat mengadsorpsi zat terlarut dari larutannya. Hal ini disebabkan karena adanya pengumpulan molekul-molekul suatu zat pada permukaan zat lain sebagai akibat ketidakseimbangan gaya-gaya pada permukaan tersebut (Hasrianti, 2012).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi adalah sebagai berikut (Yuanita, 2006) :

1. Luas permukaan

Semakin luas permukaan adsorben, maka makin banyak zat yang teradsorpsi. Luas permukaan adsorben ditentukan oleh ukuran partikel dan jumlah adsorben.

2. Jenis adsorben

Adsorben nonpolar lebih mudah menyerap zat yang nonpolar, sedangkan adsorben polar lebih mudah menyerap zat yang polar.

3. Jenis adsorbat

Adsorbat yang mudah terion umumnya lebih mudah teradsorpsi dibandingkan yang sulit terion.

4. Ukuran partikel

Makin kecil ukuran partikel, maka makin besar daya serapnya.

5. Konsentrasi

Makin besar konsentrasi adsorbat dalam larutan, maka semakin banyak jumlah yang terserap.

6. Temperatur

Pemanasan adsorben akan meningkatkan daya serap adsorben terhadap adsorbat.

7. Tekanan gas

Makin besar tekanan gas, maka adsorpsi akan semakin besar (Yuanita, 2006).

G. Instrumentasi

1. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy atau yang dikenal dengan FT-IR merupakan suatu teknik yang digunakan untuk menganalisa komposisi kimia dari senyawa-senyawa organik, polimer, coating atau pelapisan, material semikonduktor, sampel biologi, senyawa-senyawa anorganik, dan mineral. FT-IR mampu menganalisa suatu material baik secara keseluruhan, lapisan tipis, cairan, padatan, pasta, serbuk, serat, dan bentuk yang lainnya dari suatu material. (Fernandez, 2011).

Prinsip dari FTIR didasarkan pada besarnya frekuensi sinar infra merah yang diserap dengan tingkat energi tertentu. Apabila frekuensi

tertentu diserap ketika melewati sebuah senyawa yang diselidiki, maka energi dari frekuensi tersebut akan ditransfer ke senyawa tersebut.

Radiasi dari sumber infra merah dipecah oleh pencacah sinar menjadi dua bagian yang sama dengan arah yang saling tegak lurus. Kemudian kedua radiasi tersebut dipantulkan kembali ke dua cermin sehingga bertemu kembali di pencacah sinar untuk saling berinteraksi. Dari sini sebagian sinar diarahkan ke sampel menuju ke detektor, sedangkan sebagian dibalikkan ke sumber gerak, maju mundur cermin akan menyebabkan sinar mencapai ke detektor berfluktuasi tetap terkendali (Pitriani, 2010).

Spektroskopi FT-IR tidak hanya mempunyai kemampuan untuk analisa kualitatif, namun juga bisa untuk analisa kuantitatif. Analisa Kualitatif (gugus fungsi), Serapan khas untuk setiap ikatan dalam gugus. Secara sederhana, identifikasi suatu zat dilakukan dengan membandingkan spektrumnya dengan spektrum dari zat standar. Bila zat yang diperiksa sama dengan standar, maka posisi dan intensitas relatif dari puncak-puncak resapan harus sama.

Analisa Kuantitatif jarang dilakukan karena spektra IR rumit. Namun prinsipnya adalah Hukum Lambert-Beer:

$$A = \epsilon b \cdot C.$$

Penentuan konsentrasi sebanding dengan serapan. Teknik yang umum dilakukan untuk pembuatan spektra pada analisis kuantitatif yaitu solution spektra atau KBr disc (Fernandez, 2011).

Fourier Transform Infra Red Spectroscopy (FTIR) yang memiliki banyak keunggulan dibanding spektroskopi inframerah diantaranya yaitu lebih cepat karena pengukuran dilakukan secara serentak (simultan), serta mekanik optik lebih sederhana dengan sedikit komponen yang bergerak (Suseno, 2008).

Salah satu kelemahan pengukuran data kuantitatif oleh FTIR adalah ketergantungannya terhadap kemurnian sampel yang diukur. Walaupun dengan analisis referensi terhadap senyawa standar, secara umum pola spektrum (pola serapan) yang dihasilkan relatif sama, tetapi jika sampel yang diukur tidak murni maka pengukuran serapan yang terbentuk tidak tajam dan melebar. Hal ini disebabkan untuk sampel yang tidak murni gugus fungsi-gugus fungsi yang sama masih terkandung dalam beberapa senyawa yang berbeda (Sunaryo, 2008).

2. Spektrofotometri

Spektrofotometri merupakan suatu perpanjangan dari penilikan visual dalam studi yang lebih terperinci mengenai penyerapan energi cahaya oleh zat kimia dengan kecermatan yang lebih besar dalam pencirian dan pengukuran kuantitatif (Underwood, 1986).

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri.

Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual dengan studi yang lebih mendalam dari absorpsi energi. Absorpsi radiasi oleh suatu sampel diukur pada berbagai panjang gelombang dan dialirkan oleh suatu perekam untuk menghasilkan spektrum tertentu yang khas untuk komponen yang berbeda.

Hukum Lambert-Beer : Jika suatu berkas sinar melewati suatu medium homogen, sebagian dari sinar datang (I_0) akan diabsorpsi dan sisanya akan di transmisikan (I_t).

$$A = \log (I_0 / I_t) = a b c$$

Keterangan :

I_0 = Intensitas sinar datang

I_t = Intensitas sinar yang diteruskan

a = Adsorptivitas

b = Panjang sel/kuvet

c = konsentrasi (g/l)

A = Adsorbansi

Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum, agar adsorbansi juga maksimum. Aplikasi hukum ini pada metode kuantitatif dilakukan melalui kurva kalibrasi yaitu membuat sederetan larutan standar dan diukur adsorbansinya. Kemudian dibuat persamaan garis regresi liniernya, dan konsentrasi larutan sampel diperoleh dengan mengalurkan Adsorbansi sampel ke persamaan regresi linier tersebut (Iswendi, 2010).

3. Difraksi Sinar-X (XRD)

XRD atau X-Ray Diffraction merupakan salah satu alat yang memanfaatkan prinsip dengan menggunakan metoda karakterisasi material yang paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel (Ratnasari, dkk., 2009).

Prinsip dari *X-ray Diffractometer* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar x yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal (Agung Rakhmatullah, 2007).

Kelebihan penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek.

Sedangkan kekurangannya adalah untuk objek berupa kristal tunggal sangat sulit mendapatkan senyawa dalam bentuk kristalnya. Sedangkan untuk objek berupa bubuk (powder) sulit untuk menentukan strukturnya.

Kegunaan XRD antara lain :

- a. Membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf
- b. Mengukur macam-macam keacakan dan penyimpangan kristal
- c. Karakterisasi material Kristal
- d. Identifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat
- e. Penentuan dimensi-dimensi sel satuan

Prinsip kerja XRD secara umum adalah sebagai berikut : XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti, dan detektor sinar X. Sinar X dihasilkan di tabung sinar X yang berisi katoda memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar X dan mengolahnya dalam bentuk grafik.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Berdasarkan dari beberapa penambahan PEG keberhasilan dari modifikasi silika alam terjadi pada penambahan PEG 1.5 gram
2. Dari uji kestabilan modifikasi dengan penambahan PEG 1.5 gram, PEG stabil selama 1 jam (2x pencucian 30 mL/30 menit)
3. Perbandingan adsorpsivitas silika sebelum modifikasi dan sesudah modifikasi adalah 0,026364355 mg/g : 0,1253604 mg/g.

B. Saran

Perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk mengaplikasikan penggunaan silika alam sebagai fasa diam pada kolom kromatografi.

DAFTAR PUSTAKA

- Agung Rakhmatullah, Dwi Karsa, dkk., 2007. "Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik *Adsorption Properties* Untuk Kemurnian Bioetanol". *Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri*. Bandung. Institut Teknologi Bandung.
- Alatas, Fikri., dkk., 2006. "Pengaruh Konsentrasi PEG 4000 Terhadap Laju Disolusi Ketoprofen dalam Sistem Dispersi Padat Ketoprofen PEG 4000". *Majalah Farmasi Indonesia*. 17(2).
- Baari, Al. 2003. "Analisis Perbedaan Kolom pada Determinasi Karbohidrat Susu Fermentasi dengan Metode HPLC". *J. Indon. Trop. Anim. Agric.* 28(1).
- Badan Perencanaan Pembangunan Daerah. 2012. *Master Plan Percepatan Pembangunan Ekonomi Sumatera Barat (MP3ESB) Tahun 2012-2025*. Pemerintah Sumatera Barat. Padang.
- Bakri, Ridla. 2008. "Kaolin sebagai sumber SiO₂ untuk pembuatan katalis Ni/SiO₂:karakterisasi dan uji katalis pada hidrogenasi benzene menjadi sikloheksana". *Jurnal sains*, 12(1).
- Cotton, F. Albert dan Geoffrey Wilkinson. *Kimia Anorganik Dasar*. (Terjemahan :Saharti Suharto). Jakarta: UI Press.
- Delmifiana, Betti dan Astuti. 2013. "Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi". *Jurnal Fisika UNAND*. 2(3).
- Fauzan, Ahmad, dkk., 2013. "Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo Sebagai Inhibitor Korosi". *Jurnal Teknis POMITS*. 2(2).
- Fernandez, Benny Rio. 2011. "Spektroskopi Infra Merah (FT-IR) dan Sinar Tampak (UV-VIS)". Pascasarjana Universitas Andalas. Padang.
- Gritter RJ, Bobbitt JM, Schwarting AE. 1991. *Pengantar Kromatografi*. Ed ke-2. Kosasih Padmawinata, penerjemah. Bandung: Penerbit ITB. Terjemahandari: *Introduction to Chromatography*.
- Hasibuan, Fahmi, dkk., 2012. "Pemanfaatan Limbah Lateks Karet Alam dengan Pengisi Bubuk Pelepah Pisang Sebagai Adsorben Minyak". *Jurnal Teknik Kimia USU*. 1(2).
- Hasrianti. 2012. Adsorpsi Ion Cd²⁺ dan Cr⁶⁺ Pada Limbah Cair Menggunakan Kulit Singkong". *Tesis*. Makassar :Universitas Hasanudin.