

**MODIFIKASI SILIKA ALAM MENGGUNAKAN
DIMETILAMINA (DMA) DAN APLIKASINYA
SEBAGAI PENYERAP ION FOSFAT**

SKRIPSI

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



Oleh:

RENTI SEFRIANI

NIM/TM.16036083/2016

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2020**

PERSETUJUAN SKRIPSI

MODIFIKASI SILIKA ALAM DENGAN DIMETILAMINA (DMA) DAN APLIKASINYA SEBAGAI PENYERAP ION FOSFAT

Nama : Renti Sefriani

NIM/TM : 16036083/ 2016

Program Studi : Kimia (NK)

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 29 Mei 2020

Mengetahui:

Disetujui Oleh:

Ketua Jurusan Kimia

Pembimbing

Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D
NIP. 19700902 199801 1 002

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

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama : Renti Sefriani
NIM/TM : 16036083/ 2016
Program Studi : Kimia (NK)
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MODIFIKASI SILIKA ALAM MENGGUNAKAN DIMETILAMINA (DMA) DAN APLIKASINYA SEBAGAI PENYERAP ION FOSFAT

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

Padang, 29 Mei 2020

Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

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

Anggota : Dr.Indang Dewata, M.Si

Anggota : Dr.Hardeli, M.Si

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Renti Sefriani
NIM : 16036083
Tempat/Tanggal lahir : Payakumbuh, 30 September 1997
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Modifikasi Silika Alam Menggunakan Dimetilamina (DMA) dan Aplikasinya sebagai Penyerap Ion Fosfat**

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/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 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, 29 Mei 2020

Yang menyatakan


Renti Sefriani
NIM 16036083

ABSTRAK

Renti Sefriani (2020): “Modifikasi Silika Alam Menggunakan Dimetilamina (DMA) dan Aplikasinya sebagai Penyerap Ion Fosfat”

Silika alam merupakan salah satu hasil tambang terbesar di Indonesia. Silika banyak dimanfaatkan dalam bahan campuran keramik, diolah sebagai fasa diam pada kromatografi dan juga sebagai adsorban. Silika memiliki kemampuan untuk menyerap ion-ion karena memiliki dua situs aktif meliputi gugus silanol dan siloksan yang dapat dimodifikasi. Modifikasi dilakukan untuk meningkatkan kemampuan silika dalam melakukan penyerapan. Ion-ion diperairan jika memiliki kadar yang sangat tinggi dapat mengganggu ekosistem biota laut, kadar fosfat yang terlalu tinggi dalam perairan dapat menyebabkan eutrofikasi yaitu menurunnya kadar oksigen yang masuk kedalam perairan. Untuk mengurangi kadar fosfat dilakukan adsorpsi ion fosfat menggunakan silika yang telah dimodifikasi.

Modifikasi silika dilakukan melalui pembentukan ikatan antara silika dengan modifikator, untuk modifikator dimetilamina digunakan GPTMS sebagai senyawa penghubung. Hasil modifikasi silika dikarakterisasi menggunakan SEM untuk analisa morfologi, FTIR untuk analisa gugus fungsi dan XRF untuk mengetahui kandungan penyusun silika. Aplikasi silika sebagai penyerap ion fosfat dianalisa melalui pengukuran dengan spektrofotometer.

Dari hasil karakterisasi dengan XRF, kandungan SiO_2 dalam silika mencapai 98,893%, analisa silika modifikasi dengan FTIR menunjukkan silika memiliki gugus amida (C=O) yang ditunjukkan oleh puncak pada bilangan gelombang $2102,12\text{cm}^{-1}$ dan gugus amina (C-N) pada bilangan gelombang $3362,55\text{cm}^{-1}$. Dari hasil pengamatan morfologi menggunakan SEM menunjukkan bahwa ukuran butir silika cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan silika. Adsorpsi ion fosfat menggunakan silika murni memiliki serapan maksimum 0,2533 mg/g sedangkan silika setelah modifikasi dapat mengadsorpsi ion fosfat secara maksimum sebesar 1,1629 mg/g. Berdasarkan persamaan isoterm langmuir silika sebelum dan setelah modifikasi memenuhi persamaan dengan nilai konstanta langmuir 0,094 L/mg dan 0,099 L/mg.

Kata Kunci : Silika, Modifikasi, Dimetilamina, Adsorpsi, Ion Fosfat

ABSTRACT

Renti Sefriani (2020): “Modification of Natural Silica Using Dimethylamine (DMA) and Its Applications as a Phosphate Ion Absorbent”

Natural silica is one of the biggest mining products in Indonesia. Silica is widely used in ceramic mixtures, it is processed as a stationary phase in chromatography and also as an adsorbant. Silica has the ability to absorb ions because it has two sites that actively activate silanol and siloxan groups that are accessible. Modifications were made to improve the ability of silica to perform impulses. Water ions if they have very high levels can release marine biota ecosystems, phosphate levels that are too high in waters can cause eutrophication, which is the higher levels of oxygen entering the sea. To reduce phosphate levels, phosphate adsorption is carried out using returned silica.

Silica modification is done through bonding between silica and modifiers, for the dimethylamine modifier used GPTMS as a connecting composition. The results of the silica modification were characterized using SEM for morphological analysis, FTIR for the analysis of functional groups and XRF to determine the content of silica compilers. The application of silica as a phosphate ion absorber was analyzed through measurements with a spectrophotometer.

From the results of characterization with XRF, SiO_2 content in silica reaches 98.893%, analysis of modified silica with FTIR shows silica has an amida (C-C) group used by peaks at wavelength $2101,12\text{cm}^{-1}$ and amina (C-N) group at $3,362,55\text{cm}^{-1}$. From the morphological observations using SEM which shows the size of the silica grains diverse with incomplete distribution on the surface of silica. Adsorption of phosphate ions using pure silica has a maximum absorption of 0.2533 mg / g while silica after modification can adsorb a maximum phosphate ion of $1,1629 \text{ mg / g}$. Based on the silica langmuir isotherm equation before and after the modification agreement with the langmuir constant values 0.094 L / mg and $0,099 \text{ L / mg}$.

Keywords : Silica, Modification, Dimethylamine, Absorbent, Phosphate Ion

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah memberi kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“Modifikasi Silika Alam Menggunakan Dimetilamina (DMA) dan Aplikasinya sebagai Penyerap Ion Fosfat”**.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka memperoleh gelar sarjana S-1 pada Program Studi 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, Ph.D selaku pembimbing sekaligus penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya penelitian ini.
- 2) Bapak Alizar S.Pd., M.Sc., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
- 3) Bapak Umar Khalmar Nizar, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
- 4) Bapak Dr.Indang Dewata M.Si selaku dosen pembahas.
- 5) Bapak Dr.Hardeli M.Si selaku dosen pembahas.
- 6) Seluruh Staf Pengajar dan Tenaga Administrasi di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

- 7) Laboran Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
- 8) Laboran Lembaga Layanan Pendidikan Tinggi (LLDIKTI) Wilayah X di Padang.
- 9) Teman-teman jurusan Kimia Universitas Negeri Padang angkatan 2016.

Untuk kesempurnaan penelitian dan penulisan skripsi yang telah penulis lakukan, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis ucapkan terima kasih.

Padang, April 2020

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Batasan Masalah.....	4
D. Tujuan Penelitian.....	4
E. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II KERANGKA TEORITIS.....	5
A. Silika.....	5
B. Aktivasi	8
C. Modifikasi Silika	10
D. Adsorpsi.....	12
E. Isoterm Adsorpsi	14
F. Fosfat	17
G. Instrumentasi	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	23
A. Tempat dan Waktu Penelitian	23
B. Alat dan Bahan	23
C. Prosedur Kerja.....	23

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
A. Aktivasi silika.....	27
B. Modifikasi Silika	29
D. Adsorpsi Silika	34
E. Isoterm Adsorpsi	37
BAB V PENUTUP	41
A. Kesimpulan.....	41
B. Saran.....	41
DAFTAR KEPUSTAKAAN.....	42
LAMPIRAN	44

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Karakteristik Silika	6
Tabel 2. Komposisi Penyusun Silika Alam.....	20
Tabel 3. Data pengukuran XRF Silika Sebelum Aktivasi	28
Tabel 4. Data pengukuran XRF silika setelah aktivasi	28
Tabel 5. Larutan Standar Fosfat	34
Tabel 6. Uji Adsorpsi Silika pada Variasi pH.....	35
Tabel 7. Adsorpsi Silika pada Variasi Waktu Kontak	36
Tabel 8. Data isoterm adsorpsi.....	38
Tabel 9. Data isoterm adsorpsi silika setelah dimodifikasi dimetilamina.....	39
Tabel 10. Parameter isoterm adsorpsi ion fosfat pada silika sebelum dan setelah modifikasi.....	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Silika yang telah dihaluskan.....	5
Gambar 2. Struktur tetrahedral silika	6
Gambar 3. Glisidoksipropiltrimetoksisilan (GPTMS)	11
Gambar 4. Struktur senyawa Dimethylamine (DMA)	12
Gambar 5. Adsorpsi pada suatu padatan	12
Gambar 6. Skema alat FTIR.....	19
Gambar 7. Skema alat SEM	21
Gambar 8. Skema alat spektrofotometer uv-vis	22
Gambar 9. Silika sebelum aktivasi (a) dan silika setelah aktivasi (b).....	27
Gambar 10. Spektrum Silika Murni	31
Gambar 11. Spektrum Silika-GPTMS	31
Gambar 12. Spektrum Silika-GPTMS-DMA.....	32
Gambar 13. Morfologi Permukaan Silika Alam Sebelum Modifikasi.....	33
Gambar 14. Morfologi Permukaan Silika-GPTMS	33
Gambar 15. Morfologi Silika-DMA	33
Gambar 16. Kurva Standar Fosfat.....	34
Gambar 17. Kurva Adsorpsi Silika pada Variasi pH	36
Gambar 18. Kurva Adsorpsi Silika pada Variasi Waktu Kontak.....	37
Gambar 19. Kurva Isoterm Langmuir Silika sebelum Modifikasi.....	38
Gambar 20. Kurva Isoterm Silika Setelah Dimodifikasi Dimetilamina	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Desain Penelitian secara Umum	44
Lampiran 2. Diagram Alir Cara KerjaPersiapan sampel silika alam	45
Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Reagen	47
Lampiran 4. Pembuatan Larutan	50
Lampiran 5. Perhitungan Penentuan pH Optimum Adsorpsi Ion Fosfat	52
Lampiran 6. Perhitungan Penentuan Waktu Kontak Optimum Adsorpsi Ion Fosfat	56
Lampiran 7. Perhitungan Isoterm Adsorpsi Silika Sebelum Modifikasi	58
Lampiran 8. Perhitungan Isoterm Adsorpsi Silika Setelah Modifikasi.....	64
Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian	70

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Silika alam merupakan salah satu bahan tambang terbesar yang terdapat di Indonesia dengan jumlah mencapai 0,929 juta ton pada tahun 2010. Berdasarkan buku Sumatera Barat dalam Angka yang diterbitkan oleh BAPPEDA, mineral yang banyak dihasilkan adalah batu kapur, batubara, batu silika, tanah liat, dan biji besi (Badan Perencanaan Pembangunan Daerah).

Silika adalah suatu oksida anorganik yang banyak pemanfaatannya baik untuk pembuatan berbagai jenis material berbasis silika seperti keramik, zeolit sintetis, dan komposit organik-anorganik maupun secara langsung seperti dalam pemurnian minyak sayur, produk farmasi, detergen, fasa diam dalam kolom kromatografi, dan bahan pengisi polimer (Suka dkk., 2008).

Silika dengan bentuk senyawa dialam memiliki struktur kristalin dan senyawa sintetis berupa amorf yang dapat dibuat dari larutan silikat atau pereaksi silan, sedangkan silika murni terdapat dalam bentuk kuarsa dan kristobalit (Cotton, 1989). Silika alam tersusun oleh beberapa senyawa dengan penyusun utama SiO_2 97,69%, dan senyawa pengotor seperti Al_2O_3 1,182%, P_2O_5 0,379%, CaO 0,066%, Fe_2O_3 0,09%. Untuk menghilangkan pengotor tersebut maka dilakukan aktivasi terlebih dahulu sebelum dilakukan modifikasi.

Aktivasi silika alam dapat dilakukan secara fisik seperti pengecilan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan dengan tujuan agar pengotor organik dapat dihilangkan, memperbesar pori, dan memperluas permukaan serta aktivasi secara kimia dengan pengasaman dan pembasaan agar pengotor anorganik hilang,

membersihkan permukaan pori dan menghilangkan senyawa pengganggu (Lestari, 2010).

Silika dapat digunakan sebagai adsorben karena silika bersifat inert, hidrofilik, mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang tinggi, serta relatif tidak mengembang dalam pelarut organik. Silika memiliki dua situs aktif yaitu gugus silanol ($-\text{SiOH}$) dan siloksan (Si-O-Si), gugus silanol pada permukaan silika akan berinteraksi dengan molekul air, sehingga air akan mengalami deaktivasi pada permukaan silika dan proses pemisahan menjadi lemah karena daya retensinya menurun sehingga perlu dilakukan modifikasi untuk meningkatkan kemampuan pemisahan silika. Adanya kedua situs aktif ini memungkinkan untuk dilakukan modifikasi dengan pergantian gugus pada sisi aktifnya (Sulastri, 2010).

Modifikasi silika dengan penambahan suatu material pada permukaannya telah banyak dilakukan, seperti modifikasi dengan penambahan Merkaptopropiltrimetoksisilan (MPTS) untuk mendapatkan gugus merkapto, modifikasi dengan aminopropiltrimetoksisilan (APTS) untuk mendapatkan gugus amino, modifikasi dengan kloropropiltrimetoksisilan (CPTS) untuk mendapatkan gugus kloro dan yang bukan pereaksi silan seperti asam -1 amino 2 hidroksi 4 naftalena disulfonat, digunakan senyawa penghubung glisidoksiopropiltrimetoksisilan (GPTMS) (Sulastri, 2010).

Keberhasilan dalam modifikasi dapat dianalisis melalui karakterisasi menggunakan FTIR untuk analisa jenis gugus fungsi pada senyawa dari spektrumnya, SEM untuk pengamatan morfologi material, XRF untuk analisa

kualitatif dan kuantitatif unsur penyusun materi serta spektrofotometer untuk analisa penyerapan silika.

Ion-ion dalam perairan dapat mempengaruhi mutu air perairan tersebut. Beberapa ion yang ada dalam perairan adalah ion natrium, kalsium, magnesium, sulfat, fosfat, klorida, dan bikarbonat. Adanya ion fosfat berlebih dalam air dapat menyebabkan eutrofikasi yang mempengaruhi kualitas air. Untuk meningkatkan kembali kualitas air maka perlu dikurangi pemakaian bahan yang menghasilkan limbah fosfat atau melakukan pengolahan terhadap limbah fosfat (Budi, 2006).

Untuk mengurangi serta menghilangkan kandungan ion-ion pengotor didalam air tersebut perlu dilakukan dekontaminasi atau purifikasi, beberapa metoda yang biasa digunakan adalah pertukaran ion dengan resin, membran filtrasi atau metoda adsorpsi (Kursunlu, 2009).

Berdasarkan latar belakang diatas, penulis tertarik untuk melakukan penelitian dengan judul “Modifikasi Silika Alam dengan Dimetilamina (DMA) dan Aplikasinya sebagai Penyerap Ion Fosfat ”.

B. Rumusan Masalah

Adapun perumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana memodifikasi silika dengan dimetilamina?
2. Bagaimana melakukan pengujian adsorpsi ion fosfat menggunakan silika yang telah dimodifikasi?
3. Bagaimana pengaruh pH dan waktu kontak pada adsorpsi ion fosfat?

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Memodifikasi silika dengan dimetilamina.
2. Pengujian adsorpsi ion fosfat pada silika setelah dimodifikasi dengan dimetilamin.
3. Pengaruh variasi pH (pH 1, 3, 5, 7, 9 dan 11) dan waktu kontak (30, 60, 90, dan 120 menit) pada adsorpsi ion fosfat.

D. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Memperoleh silika alam termodifikasi dimetilamin.
2. Penyerapan ion fosfat secara optimum menggunakan silika alam hasil modifikasi.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan tercapai dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi teknik modifikasi silika alam menggunakan dimetilamin.
2. Menginformasikan penyerapan optimum ion fosfat menggunakan silika.

BAB II

KERANGKA TEORITIS

A. Silika

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 (*silicon dioxida*) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika (SiO_2) (Bragmann and Goncalves, 2006; Della et al, 2002).

Silika sintetis dengan struktur kristal tridimit dapat diperoleh dengan cara memanaskan pasir kuarsa pada suhu 870°C , dan silika dengan struktur kristobalit dapat diperoleh dengan pemanasan diatas suhu 1470°C (Cotton, 1989). Silika nabati dapat diperoleh dari sekam padi dan tongkol jagung melalui proses ekstraksi alkalis atau pengabuan.

Pasir kuarsa yang digunakan digiling halus menjadi bubuk seperti gambar 1 berikut :



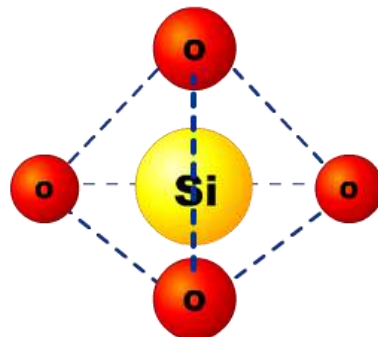
Gambar 1. Silika yang telah dihaluskan

Tabel 1. Karakteristik Silika

Nama Lain	Silikon dioksida
Rumus Molekul	SiO ₂
Berat Jenis gram/cm³	2,6
Bentuk	Padat
Daya Larut dalam Air	Tidak larut
Titik Cair (°C)	1610
Titik Didih (°C)	2230
Kekerasan (Kg/mm²)	650
Kekuatan Tekuk (Mpa)	70
Kekuatan Tarik (Mpa)	110
Modulus Elastisitas (Gpa)	73-75
Resistivitas (m)	>10 ¹⁴
Koordinasi Geometri	Tetrahedral
Struktur Kristal	Kristobalit, Tridimit, Kuarsa

Tabel 1 menunjukkan data karakteristik berupa sifat fisik dan sifat kimia silika.

Struktur primer dari silika adalah tetrahedral SiO₄, dimana setiap satu atom silikon dikelilingi oleh empat atom oksigen. Struktur kristal SiO₄ seperti gambar 2 berikut :



Gambar 2. Struktur tetrahedral silika

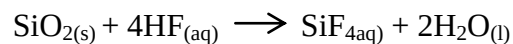
Struktur kerangka silikat adalah polimer dari tetrahedral SiO_4 , yang membentuk jaringan polihedral tiga dimensi melalui ikatan antar oksigen dalam salah satu tetrahedral dengan tetrahedral lainnya. Sehingga akibat pembentukan kerangka silika ini terdapat pori-pori yang cukup terbuka yang memungkinkan masuknya molekul lain dengan proses adsorpsi (Danarto, 2007).

Silika relatif tidak reaktif terhadap Cl_2 , H_2 , asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu 25°C atau lebih tinggi, tetapi cukup reaktif terhadap F_2 , larutan HF , hidroksida alkali, dan leburan karbonat (Cotton, 1989).

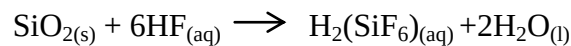
Mineral silika mempunyai beberapa sifat kimia antara lain sebagai berikut:

1. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali asam hidrofleurida dan asam fosfat.



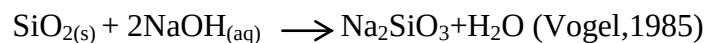
Dalam asam berlebih reaksinya adalah :



(Vogel, 1985)

2. Reaksi Basa

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



Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama seperti kuarsa dan feldspar. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 ,

TiO₂, CaO, MgO, dan K₂O, berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya.

Pasir kuarsa tersebut kemudian dilakukan proses aktivasi untuk membuang pengotor yang kemudian dipisahkan dan dikeringkan kembali sehingga diperoleh pasir dengan kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan kuarsa dari tempat penambangan.

B. Aktivasi

Aktivasi adalah proses menghilangkan pengotor-pengotor yang menyumbat pori-pori silika sehingga luas permukaannya semakin besar. Beberapa senyawa pengotor yang terdapat pada silika adalah Al₂O₃, CaO, Fe₂O₃, TiO₂, MgO, dan K₂O.

Ada dua cara untuk melakukan aktivasi yaitu:

1. Aktivasi secara fisika

Aktivasi secara fisika meliputi pengecilan ukuran, pengayakan dan pemanasan sehingga pengotor-pengotor organik hilang dan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal menguap sehingga jumlah pori dan luas permukaannya bertambah.

2. Aktivasi secara kimiawi

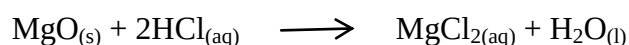
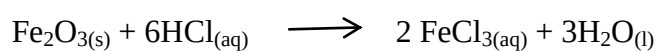
Aktivasi secara kimiawi dilakukan dengan merendam silika dalam bahan seperti H₃PO₄, ZnCl₂, KOH, HCl, H₂SO₄, CaCl₂, K₂S, NaCl dan lain-lain (Danarto, 2008). Keunggulan dari aktivasi kimia yaitu dapat berlangsung pada temperatur rendah, kemurnian yang dihasilkan lebih tinggi dan dapat dikontrol ukuran mikroporinya (Memoria, 2013).

a) Aktivasi dengan asam

Asam yang dapat digunakan adalah HCl, H₂SO₄, dan H₃PO₄ berfungsi untuk membersihkan permukaan dan membuang senyawa pengganggu.

Asam yang sering digunakan adalah HCl yang mampu mengeluarkan logam-logam Fe, Mg, dan zat lain yang terikat pada sampel.

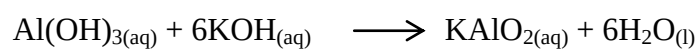
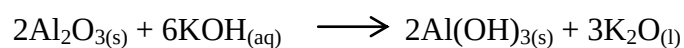
Reaksi yang terjadi adalah :



Aktivasi dengan asam mineral akan melarutkan komponen Fe₂O₃, Al₂O₃, CaO dan MgO yang mengisi pori-pori silika, sehingga pori-porinya terbuka dan menambah luas permukaannya.

b) Aktivasi dengan basa

Aktivator basa dapat melarutkan pengotor yang larut dalam basa seperti alumina yang menutupi permukaan silika. Basa yang biasa digunakan adalah NaOH dan KOH. KOH bereaksi dengan karbon serta alumina sehingga luas permukaan sampel meningkat karena pengotornya telah larut (Sudisandriyo, 2011).



NaOH dapat menurunkan tingkat kristalinitas sampel, sampel amorf yang mempunyai tingkat kristalisasi rendah mempunyai daya adsorpsi yang lebih tinggi dari wujud kristalinnya.

C. Modifikasi Silika

Untuk meningkatkan kemampuan pemisahan silika, dilakukan modifikasi dengan penambahan suatu senyawa pada permukaan silika. Penambahan senyawa ini menyebabkan terjadinya perubahan gugus yang pada sisi aktif silika dimana gugus -Si-OH berubah menjadi -Si-OM , dimana M adalah spesi sederhana maupun kompleks selain H.

Berdasarkan jenis senyawa yang digunakan, modifikasi terbagi menjadi dua yaitu modifikasi organofungsionalisasi jika modifikator yang digunakan adalah senyawa organik dan modifikasi anorganofungsionalisasi jika modifikator yang digunakan adalah senyawa organologam atau oksida logam. Permukaan silika dapat dimodifikasi secara fisik maupun kimia, disebut modifikasi fisik jika berupa proses termal atau hidrotermal dengan mengubah komposisi dari gugus silanol atau siloksan dan modifikasi kimia jika mengubah karakteristik dari silika.

Teknik modifikasi silika :

1. Teknik impregnasi

Meliputi interaksi fisik antara gugus pemodifikasi dengan permukaan padatan, modifikator masuk melalui pori padatan, melalui interaksi adhesif atau elektrostatik. Teknik ini kurang tepat digunakan untuk senyawa organik karena ikatan yang terjadi ikatan fisik,

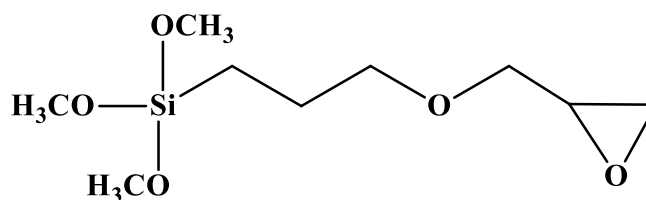
sehingga tidak dapat dilakukan berulang-ulang karena ligan yang terbentuk kurang stabil dan dapat terlepas kembali.

2. Pembentukan ikatan kovalen

Ikatan kovalen dapat dibentuk melalui proses imobillisasi pereaksi silan dan proses sol-gel. Ikatan kovalen terbentuk melalui silanisasi dimana molekul-molekul organik membentuk khelat dengan ion. Namun beberapa gugus pembentuk khelat dengan ion tidak mengandung gugus fungsi yang reaktif untuk proses silanisasi, sehingga dibutuhkan senyawa penghubung berupa pereaksi silan.

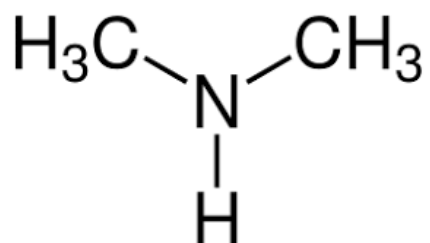
Modifier yang dapat digunakan :

1. Merkaptopropiltrimetoksisilan (MPTS) untuk memperoleh gugus merkapto (-SH).
2. Aminoropiltrimetoksisilan (APTS) untuk memperoleh gugus amino (-NH₂).
3. Klororoilmetoksisilan (CPTS) untuk memperoleh gugus kloro (-Cl).
4. Modifier selain pereaksi silan, digunakan pereaksi silan lain misalnya glisidoksipropiltrimetoksisilan (GPTMS)



Gambar 3. Glisidoksipropiltrimetoksisilan (GPTMS)

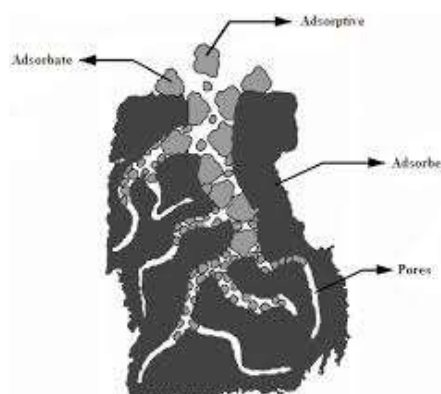
Gugus modifikasi yang terbentuk menjadi gugus penukar anion yang kuat, gugus yang biasanya digunakan adalah senyawa-senyawa amina aktif, misalnya amina primer, amina sekunder, tersier dan kuartener. (Kardi, 2019).



Gambar 4. Struktur senyawa Dimethylamine (DMA)

D. Adsorpsi

Sorpsi merupakan proses terserapnya ion oleh suatu media penjerap. Sorpsi terbagi dua yaitu adsorpsi dan absorpsi, disebut adsorpsi jika ion tersebut tertahan di permukaan partikel penjerap sedangkan absorpsi jika proses pengikatannya sampai ke dalam partikel penjerap. Desorpsi adalah keadaan saat ion atau molekul yang telah diserap adsorben terlepas kembali dari sisi aktifnya. (Handayani, 2009).



Gambar 5. Adsorpsi pada suatu padatan

Zat yang diserap disebut adsorbat (fase terserap), sedangkan zat yang menyerap disebut adsorben. Adsorben berupa zat padat yang dapat menyerap

komponen tertentu dari suatu cairan. Kemampuan adsorben dalam menyerap komponen dipengaruhi oleh pori-pori yang terdapat dalam suatu bahan (Hasibuan, 2012).

Adsorpsi karena zat padat dibagi menjadi dua yaitu adsorpsi fisika yang disebabkan oleh gaya van der Waals, dimana molekul-molekul teradsorpsi dipermukaan dengan ikatan yang lemah terjadi pada temperatur rendah serta kenaikan temperatur menyebabkan jumlah adsorpsi berkurang drastis dan adsorpsi kimiawi dimana molekul-molekul teradsorpsi dipermukaan bereaksi secara kimia melalui pemutusan serta pembentukan ikatan (Adamson, 1990).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi adalah sebagai berikut:

1. Luas Permukaan

Permukaan adsorben yang luas memungkinkan semakin banyak zat yang teradsorpsi. Luas permukaan tergantung pada jumlah adsorben dan ukuran partikelnya.

2. Jenis Adsorben

Adsorben yang bersifat polar akan lebih mudah menyerap molekul polar, sedangkan adsorben nonpolar lebih mudah menyerap molekul nonpolar.

3. Jenis Adsorbat

Adsorbat yang mudah terion cenderung lebih mudah teradsorpsi.

4. Ukuran Partikel

Semakin kecil ukuran partikelnya, maka daya serapnya makin besar.

5. Konsentrasi

Jika konsentrasi adsorbat dalam larutan makin tinggi, maka makin banyak jumlah yang terserap.

6. Temperatur

Temperatur yang semakin tinggi meningkatkan daya serap adsorben terhadap adsorbat.

7. Tekanan gas

Tekanan gas yang makin besar menyebabkan adsorpsi yang makin besar (Yuwanita, 2006).

Proses adsorpsi dapat dilakukan dengan 2 cara:

- Adsorpsi yang dilakukan dalam suatu bak sambil pengadukan (sistem bath), penyerap yang biasanya berbentuk serbuk dibubuhkan, dicampur dan diaduk dengan air dalam suatu wadah sehingga terjadi penolakan antara partikel penyerap dengan fluida.
- Adsorpsi yang berlangsung dalam suatu bejana dengan sistem filtrasi, media yang berisi penyerap dialirkan dengan air dengan model pengaliran gravitasi. Jenis penyerap yang biasa digunakan dalam bentuk bongkahan atau butiran granular dan proses adsorpsi biasanya terjadi selama air berada dalam media penyerap.

E. Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi merupakan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi adsorban yang teradsorpsi pada permukaan padatan dengan konsentrasi adsorban

yang tetap berada dalam larutan. Keseimbangan terjadi saat laju pengikatan adsorben terhadap adsorban sama dengan laju pelepasannya.

Macam-macam isotherm adsorpsi :

a. Isotherm Langmuir

Isotherm Langmuir merupakan isotherm paling sederhana yang didasarkan pada asumsi bahwa setiap tempat adsorpsi adalah ekuivalen, dan kemampuan partikel untuk terikat di tempat itu, tidak bergantung pada kedekatan tempat (Atkins, 1989). Persamaan isotherm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya keseimbangan antara molekul-molekul zat yang teradsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi.

Persamaan isotherm adsorpsi Langmuir :

$$c_e / q_e = c_e / q_m + 1 / KI \cdot q_m$$

dimana:

C_e = konsentrasi kesetimbangan ion dalam larutan (mg/L)

q_e = jumlah logam yang terserap saat kesetimbangan (mg/g)

q_m = kapasitas serapan maksimum teoritis (mg/g)

KI = konstanta Langmuir (L/mg) (Chi *et al.*; 2017).

b. Isotherm BET (*Brunauer, Emmet, dan Teller*)

Isotherm yang paling banyak digunakan dalam pembahasan adsorpsi multilapisan diturunkan oleh Steher Brunauer, Paul Emmett dan Edward Teller disebut isotherm BET.

Dalam isoterm BET, volume total yang teradsorpsi sebanding dengan jumlah partikel teradsorpsi (Atkins, 1989).

$$\frac{V}{V_{mon}} = \frac{cz}{(1-z)(1-(1-c)z)} z = \frac{p}{p^*}$$

p^* : tekanan uap diatas lapisan tebal makroskopis dari cairan murni pada permukaannya

V_{mon} : volume yang sesuai penutupan monolapisan

c : konstanta yang nilainya besar jika entalpi desorpsi dari monolapisan lebih besar dibandingkan dengan entalpi penguapan adsorban cair.

Isoterm BET cukup sesuai dengan pengamatan eksperimen pada jarak tekanan terbatas. Pada tekanan rendah isoterm ini menaksir tingkat adsorpsi terlalu rendah dan pada tekanan tinggi menaksirnya terlalu tinggi (Atkins, 1989).

c. Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich adalah satu dari beberapa persamaan awal yang diusulkan untuk menghubungkan jumlah bahan teradsorpsi terhadap konsentrasi bahan dalam larutan, yang dirumuskan didalam persamaan berikut (Izanloo, 2005).

$$m : k.C^{1/n}$$

m : massa zat teradsorpsi per satuan massa adsorban

c : konsentrasi larutan

K dan n : tetapan

Karena molekul-molekul dalam zat padat tiap arah sama maka gaya tarik menarik antara satu molekul dengan yang lain disekelilingnya adalah seimbang. Sebab daya tarik yang satu akan dinetralkan oleh yang lain yang letaknya simetris atau kata lain, resultan gayanya sama dengan nol.

Lain halnya yang ada dipermukaan, gaya-gaya tersebut tidak seimbang karena pada suatu arah disekeliling tersebut tidak ada molekul lain yang menariknya. Akibatnya zat tersebut akan mempunyai sifat menarik molekul-molekul gas atau solute ke permukaannya, fenomena ini disebut adsorpsi.

F. Fosfat

Ortofosfat atau gugus fosfat adalah ion poliatomik yang terdiri dari satu gugus fosfor dan empat unsur oksigen. Dalam bentuk ionnya, fosfat bermuatan-3 dengan notasi PO_4^{-3} . Sumber fosfor di perairan dapat berasal dari limbah industri, limbah domestik, aktivitas pertanian, pertambangan dan penggundulan hutan. Di perairan, fosfor terdapat dalam bentuk senyawa fosfat yang terlarut.

Fosfat dalam air limbah dapat berbentuk orto fosfat, polifosfat dan fosfat organis yang larut dalam air, tersuspensi atau terikat dalam sel organisme dalam air. Ortofosfat dalam pertanian berasal dari pupuk, polifosfat melalui air limbah detergen rumah tangga dan fosfat organis dari air buangan (tinja) dan sisa makanan (Sastrawijaya, 1991).

Keberadaan senyawa fosfat dalam air sangat mempengaruhi ekosistem perairan, jika kandungannya terlalu rendah ($< 0,01 \text{ mg/L}$), maka pertumbuhan ganggang akan terhalang. Kandungan fosfat dalam air yang berlebih dapat

menyebabkan eutrofikasi yang menyebabkan turunnya konsentrasi oksigen dibawah permukaan perairan dan dapat mengganggu ekosistem biota air.

Kadar fosfat dalam air atau air limbah dapat ditentukan dengan metode vanadomolibdofosforik, stannous chloride (SnCl) dan asam askorbat. Prinsip dasar penentuan secara asam askorbat adalah reaksi ammonium molibdat dan kalium antimonil tartrat dengan ortofosfat dalam suasana asam yang membentuk senyawa asam fosfomolibdat dan kemudian direduksi oleh asam askorbat menjadi komplek berwarna biru.

G. Instrumentasi

1. Fourier Transform Infra Red (FT-IR)

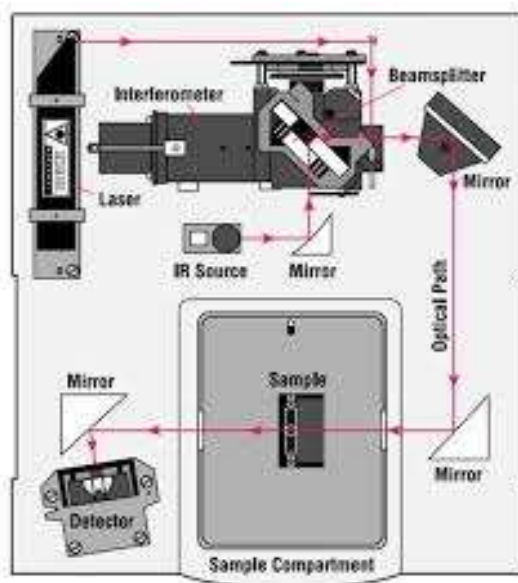
Fourier transform Infra Red Spectroscopy atau disingkat FT-IR adalah suatu teknik analisa komposisi suatu senyawa-senyawa organik, polimer, coating atau pelapisan, material semikonduktor, sampel biologi, senyawa-senyawa anorganik, dan mineral. Analisa FT-IR dapat dilakukan pada bahan dalam wujud cairan, padatan, lapis tipis, serbuk, serat dan lainnya (Fernandez, 2011).

Prinsip pengukuran dengan FT-IR adalah besarnya frekuensi sinar infra merah yang diserap dengan energi tertentu. Apabila frekuensi tertentu diserap ketika melewati sampel, maka energi dari frekuensi tersebut akan ditransfer ke senyawa tersebut (Pitriani, 2010).

Pengukuran dengan FT-IR bergantung pada kemurnian sampel karena jika sampel mengandung pengotor (senyawa lain) maka puncak spektrum yang dihasilkan akan melebar yang disebabkan oleh gugus

fungsi-gugus fungsi lain yang masih terkandung dalam beberapa senyawa tersebut (Sunaryo, 2008).

Pengukuran dengan menggunakan FTIR akan menunjukkan regangan asimetri Si-O pada bilangan gelombang $1162.51 - 694.51 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan karakteristik silika alam (Primanelide, 2014).



Gambar 6. Skema alat FTIR

2. X-Ray Floresensi (XRF)

X-Ray Floresensi (XRF) adalah salah satu metode yang digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif dari unsur yang didasarkan pada terjadinya tumbukan-tumbukan atom pada permukaan sampel oleh sinar X. Data kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur dan data kuantitatif ditunjukkan dengan membandingkan intensitas sampel dengan standar (Kriwarini, 2010).

Dari pengukuran XRF diperoleh komposisi penyusun silika alam seperti tabel 2 berikut :

Tabel 2. Komposisi Penyusun Silika Alam

Senyawa	Konsentrasi (%)
Al_2O_3	1,182
SiO_2	97,69
P_2O_5	0,379
K_2O	0,101
CaO	0,066
TiO_2	0,018
Fe_2O_3	0,09
CuO	0,001
ZrO_2	0,002
Ag_2O	0,503
In_2O_3	0,002

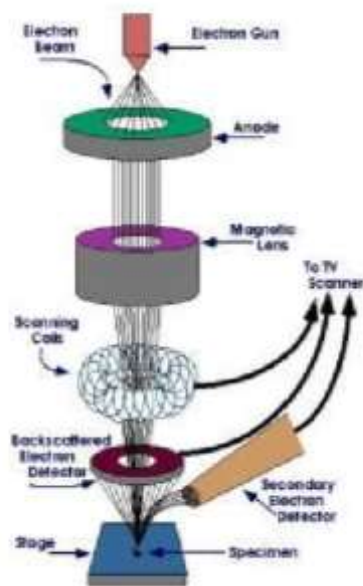
Dari data diatas dapat dilihat bahwa masih banyak pengotor dalam silika sehingga perlu dilakukan pencucian untuk menghilangkan pengotor sebelum dilakukan modifikasi.

3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning electron microscopy (SEM) merupakan suatu instrument yang digunakan untuk mempelajari mikrostruktur permukaan dari suatu padatan, memiliki resolusi 0,5 nm dan perbesaran hingga 50.000 kali. SEM menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk menghasilkan bayangan, berkas elektron dihasilkan dari pemanasan filamen dengan tegangan tinggi.

Berkas elektron difokuskan oleh lensa objektif, dan saat arus mengalir terjadi perbedaan potensial antara kutub katoda dan anoda yang akhirnya

menghasilkan elektron. Berkas elektron tersebut dipercepat oleh medan listrik dan menumbuk sampel melalui scanning coil menghasilkan elektron sekunder (secondary elektron), elektron hambur balik (backscattered elektron) yang dipantulkan dari sampel kemudian dideteksi dan dikuatkan oleh tabung multiplier yang kemudian ditransmisikan ke scanner layar, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinaran (imaging beam) (Sampson, 1996).



Gambar 7. Skema alat SEM

4. Spektrofotometer Uv-Vis

Spektrofotometer Uv-Vis adalah salah satu teknis analisa spektroskopi, menggunakan sumber radiasi ultraviolet pada panjang gelombang tertentu (190-380) dan sinar tampak pada panjang gelombang (380-780) (Mulja, 1995). Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum agar adsorbansi yang dihasilkan juga maksimum dan digunakan kurva kalibrasi untuk mengukur konsentrasinya.

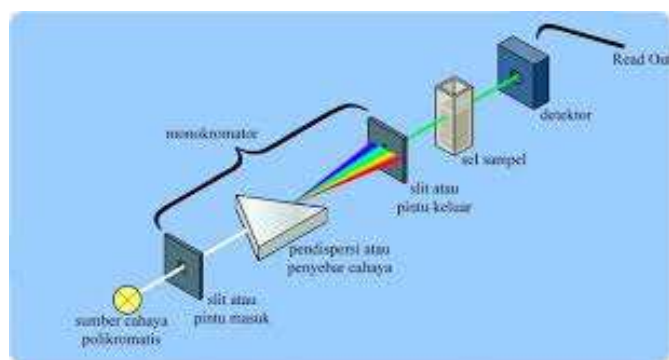
Hukum Lamber –Beer : Jika suatu berkas sinar melewati suatu medium homogen, sebagian dari sinar datang (I_0) akan diadsorpsi dan sisanya akan di transmisikan (I_t).

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

a : tetapan absorptivitas

b : tebal kuvet

c : konsentrasi larutan yang diukur



Gambar 8. Skema alat spektrofotometer uv-vis

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

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

1. Silika diaktivasi menggunakan HCl 1M untuk meningkatkan kandungan SiO_2 dengan menghilangkan senyawa-senyawa pengotornya.
2. Modifikasi silika dengan dimetilamina (DMA) digunakan senyawa penghubung glisidoksipropiltrimetoksisilan (GPTMS).
3. Nilai pH dan waktu kontak mempengaruhi proses adsorpsi ion fosfat (PO_4^{3-}) menggunakan adsorben silika. Kondisi optimum adsorpsi pada pH 7 dan waktu kontak selama 120 menit.
4. Studi isoterm adsorpsi menunjukkan adsorpsi ion fosfat (PO_4^{3-}) dengan silika murni dan silika modifikasi dimetilamina memenuhi persamaan isoterm Langmuir. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum (q_{maks}) masing-masing adsorben tersebut adalah 0,2533 mg/g dan 1,1629 mg/g sedangkan nilai konstanta Langmuirnya 0,094 L/mg dan 0,099 L/mg.

B. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk aplikasi silika alam yang dimodifikasi dimetilamina untuk adsorpsi limbah cair secara langsung dan pengaplikasian langsung silika alam sebagai fasa diam pada kromatografi kolom.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Adamson, A. W. 1990. *Physical Chemistry of Surface*. Fifth edition. New York : John Wiley and Sons, Inc.
- 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. RekayasaIndustri*. Bandung. Institut Teknologi Bandung.
- Atkins, P. W. 1989. *Physical Chemistry, 4th ed*. New York: W.H. Freeman
- Badan Perencanaan Pembangunan Daerah (BPD). 2012. *Master Plan Perencanaan Pembangunan Ekonomi Sumatera Barat (MP3ESB)* Tahun 2012-2015. Pemerintahan Provinsi Sumatera Barat.
- Budi, S.S. 2006. “Penurunan Fosfat dengan Penambahan Kapur (Lime), Tawas dan Filtrasi Zeolit Pada Limbah Cair”. *Tesis*. Semarang : Universitas Diponegoro.
- Cotton, F. Albert dan Geoffrey Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. (Terjemahan :Saharti Suharto). Jakarta: UI Press.
- Danarto, YC. 2007. “Kinetika Adsorpsi Logam Berat Cr(VI) dengan Adsorben Pasir yang Dilapisi Besi Oksida”. *Ekuilibrium*. 6 (2) : 65-70 Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta : UI-Press.
- Fernandez, Benny Rio. 2011. *Spektroskopi Infra Merah (FT-IR) dan Sinar Tampak (UV-VIS)*. Padang: Universitas Andalas.
- Handayani, Murni dan Eko Sulistiyono. 2009. “Uji Persamaan Langmuir dan Freunlich Pada Penyerapan Limbah Chrom (VI) Oleh Zeolit”. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*. Bandung : PTNBR-BATAN.
- Hasibuan, Fahmi, dkk. 2012. “Pemanfaatan Limbah Lateks karet Alam dengan Pengisi Bubuk pelepah pisang Sebagai Adsorben Minyak”. *Jurnal Teknik Kimia USU*. 1 (2).
- Lestari, Dewi Yuanita. 2010. “Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai negara”. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*. Yogyakarta : Universitas Negeri Yogyakarta.