

# Adsorpsi Anion Nitrat Menggunakan Silika Gel ( $\text{SiO}_2$ ) GPTMS Dimodifikasi dengan Dimetilamina

Anisa Nahari<sup>1</sup>, Budhi Oktavia<sup>\*2</sup>, Miftahul khair<sup>3</sup>, Ananda Putra<sup>4</sup>

<sup>1,2,3,4</sup>Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang  
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia

<sup>\*</sup>budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

**Abstract**— Silica or silicon dioxide is a chemical compound with the molecular formula  $\text{SiO}_2$  which can be obtained from the synthesis of crystals, silica minerals, and vegetables. Compounds resulting from the polymerization of silicic acid, which are composed of a tetrahedral  $\text{SiO}_4$  unit chain with the general formula  $\text{SiO}_2$ . Each silica atom is surrounded by four oxygen atoms. Silica forms a polyhedral network, where the bonds between oxygen tetrahedral are one and the other. Silica will form a framework that has pores that are quite open and allow other molecules to enter and undergo adsorption on the surface of the silica. Modification of silica is done by adding heat at a certain temperature, adding reagents to the active site of silica will change the silica functional group. Silica with the addition of amine compounds reacted with GPTMS can be used as nitrate anion adsorption to see the absorption capacity of silica against nitrate anions using the batch method. The factors used to see this adsorption capacity include pH at pH 7 with an absorption of 1.931463 mg/g and the percentage of absorption is 79.5%. and contact time with a time of 90 minutes with an absorption of 0.32677 mg/g and the percentage of absorption is 67.28785%.

**Keywords** — adsorption, silica, dimethyamine ,GPTMS, Potassium Nitrate

## I. PENDAHULUAN

Silika sebagai adsorben juga memenuhi kriteria yaitu dengan melakukan modifikasi dengan pemberian kalor pada silika dengan temperatur yang telah ditetapkan. Modifikasi yang dilakukan perbandingan jumlah silika sebelum dan sesudah modifikasi akan berbeda. Penambahan pereaksi pada situs aktif dan perlakuan fisik pada modifikasi silika akan merubah gugus fungsinya[1].

Silanol pada permukaan silika akan berkontak langsung dengan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  yang mengakibatkan air mengalami deaktivasi dipermukaan silika. Daya retensi yang menurun karna proses pemisahan yang lemah inilah sehingga diperlukan adanya modifikasi sehingga akan meningkatkan kemampuan pemisahan silika. Untuk meningkatkan kemampuan pemisahan silika. Adanya kedua situs aktif ini memungkinkan untuk dilakukan modifikasi dengan pergantian gugus pada sisi aktifnya. Penambahan materi pada permukaan silika telah banyak dilakukan, modifikasi ini diantaranya seperti penambahan Merkaptopropiltrimetoksilsilan (MPTS) untuk mendapatkan gugus merkапto, gugus amino yang didapatkan dengan modifikasi menggunakan aminopropiltrimetoksilsilan (APTS), gugus kloro didapat dengan modifikasi menggunakan kloropropilmetoksilsilan (CPTS) dan juga selain pereaksi silan seperti asam 1amino2hidroksi 4naftalenadisulfat, digunakan senyawa penghubung glisidoksipropiltrimetoksilsilan (GPTMS). Adsorpsi yang

dilakukan dalam suatu wadah sambil pengadukan (sistem batch)[2].

Adsorpsi dipengaruhi beberapa faktor diantaranya pH, karena pH berkaitan dengan gugus fungsi. Semakin rendah pH maka daya adsorpsi semakin besar, hal ini disebabkan oleh adanya persaingan antara senyawa dengan ion  $\text{H}^+$ . Begitu juga sebaliknya, semakin besar pH maka daya serapan semakin kecil, semakin tinggi pH akan mengakibatkan proses hidrolisis yang akan mengakibatkan peng kompleksan hidroksida logam yang akhir nya akan membentuk endapan hidroksida logam. Sisi aktif pada adsorben yang digunakan telah mengalami kejemuhan. Semakin lama waktu interaksi yang dilakukan maka mengakibatkan adsorben semakin banyak berikatan dengan ion logam sehingga penyerapannya semakin meningkat, sampai akhirnya tercapai kesetimbangan adsorpsi[3].

Amina merupakan senyawa organik yang dapat digunakan sebagai agen modifikasi silika untuk merubah silika menjadi senyawa pemisah[4]. Pada proses modifikasi, diperlukan pereaksi lain sebagai perantaranya atau sebagai senyawa penghubung. Untuk itu digunakan GPTMS (glisidoksipropiltrimetoksilsilan). Silika yang telah dimodifikasi diaplikasikan sebagai adsorben untuk menyerap anion nitrat, anion nitrat memiliki ciri tidak berwarna pada larutan, tidak berasa dan tidak berbau. Nitrat memiliki kelarutan yang tinggi dan ion yang stabil sehingga butuh teknologi yang cocok untuk penyisihan ini diantaranya yaitu pertukaran ion[5]

Spektroskopi infra merah merupakan salah satu teknis analisis spektroskopi absorpsi dimana sinar infra merah dari spektrum elektromagnetik menghasilkan spektrum yang merupakan gambaran dari senyawanya. Kandungan dalam sampel dapat dilihat menggugaskan spektroskopi infra merah ini[6].

Metode batch merupakan metode yang efisien digunakan pada penelitian ini, karena pada metode ini dilakukan pengontakkan antara adsorbat dan adsorben dalam satu wadah dan di shaker dengan waktu dan kecepatan yang telah ditentukan. Pengurangan konsentrasi anion nitrat pada perairan dilakukan dengan memanfaatkan silika yang telah dimodifikasi dengan DMA(*dimethyamine*) dimana DMA digunakan sebagai agen pemodifikasi silika menjadi senyawa penyerap anion nitrat[7].

## II. METODE PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Adapun jenis alat yang dipakai selama penelitian seperti mesin penghalus, ayakan, shaker, magnetik stirer, pH meter, botol reagen, labu ukur, kertas saring, lumpang dan alu, hot plate, oven, neraca analitik, erlenmeyer, pipet takar, batang pengaduk, gelas piala, gelas ukur, kaca arloji. Instrumen yang digunakan pada penelitian ini yaitu instrumen FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) tipe perkin elmer universal ATL sampling acces 735 B dan Spektrofotometer UV-Vis.

Bahan yang digunakan dalam penelitian diantaranya Silika, *Glisidoksipropiltrimetoksilane* (GPTMS), *Dimethylamine* (DMA), aquades, HCl 1M, toluena, NaOH 1 M, Natrium Nitrat (NaNO<sub>3</sub>), Toluena, etanol, dan metanol.

### B. Modifikasi silika-GPTMS dengan Dimethylamine (DMA)

Timbang 25 gram silika teraktivasi, tambahkan 25 ml GPTMS serta 87,5 ml toluena. Campuran tersebut di stirer pada suhu 90°C selama 24 jam, kemudian cuci campuran tersebut dengan 12,5 ml metanol. Lakukan karakterisasi menggunakan alat instrumen FTIR

Silika-GPTMS 23 gram dimodifikasi dengan 11,5 ml DMA yang dilarutkan dalam 11,5 ml etanol (1:1 v/v). Silika ini kemudian dioven selama 4 jam pada suhu 80°C. Setelah dioven, silika tersebut dibilas dengan metanol.

### C. Penentuan pH optimum adsorpsi silika termodifikasi

Menimbang silika termodifikasi sebanyak ± 0,2 gram dan menambahkan 25 mL natrium nitrat (NaNO<sub>3</sub>) kedalam erlenmeyer yang telah berisi silika sintesis ulang. Mengatur pH 1, 3, 5, 7 dan 9 kemudian mengaduk menggunakan shaker selama 2 jam menggunakan kecepatan pengadukan 150 rpm. Menyaring hingga diperoleh larutan jernih dan mengukur nilai adsorpsinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang optimum

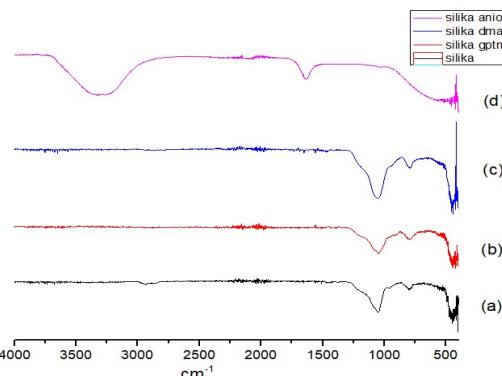
nitrat yaitu 400 nm. Media pH digunakan penambahan larutan NaOH 1M atau larutan HCl 1M. Pengaruh variasi pH ditentukan dengan metode adsorpsi sistem batch.

### D. Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi silika termodifikasi

Menimbang 0,2 gram silika termodifikasi dan memasukkan kedalam erlenmeyer 100 ml. Menambahkan 25 ml natrium nitrat (NaNO<sub>3</sub>) dan dishaker dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit hingga 120 menit pada 150 rpm. Menyaring dengan kertas saring whatman hingga diperoleh larutan jernih. Mengukur penyerapannya menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 400 nm. Pengaruh variasi waktu kontak ditentukan dengan metode adsorpsi sistem batch.[8]

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

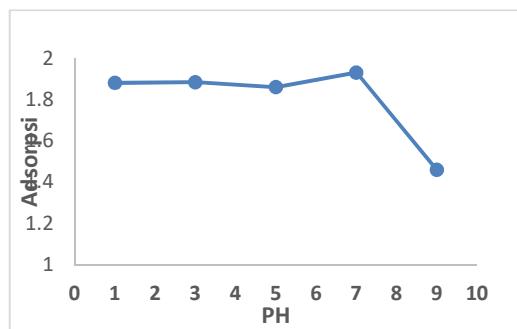
Gugus fungsi berperan pada proses penyerapan anion yang dipengaruhi oleh proses interaksi, struktur kimia dan afinitas adsorben terhadap anion nitrat. Spektra FTIR dari silika dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



Gambar 1. spektra FTIR (a) silika (b) Silika GPTMS (c) Silika termodifikasi dimetilamina (d) silika yang dikontakkan dengan anion.

Pada gambar 1 gugus fungsi dari silika terdapat puncak gugus-OH (gugus hidroksil) dari Si-OH yang muncul pada bilangan gelombang 3282,90 cm<sup>-1</sup> dimana pada puncak ini diketahui SiO<sub>2</sub>-GPTMS-DMA telah mengadsorpsi ion nitrat dan juga terdapat getaran pada panjang gelombang 796,61 yang menandakan terdapat kelompok C-H yang menunjukkan gugus propil dari GPTMS (*glisidoksipropiltrimetoksilane*) berhasil terikat pada permukaan silika. Ikatan Si-OH menunjukkan adanya gugus silanol. Selain itu pada panjang gelombang 3362 cm<sup>-1</sup> terdapat kelompok gugus N-H yang menandakan dimetilamina berhasil terikat pada permukaan silika.

### B. Pengaruh Variasi pH pada penyerapan anion nitrat menggunakan silika modifikasi



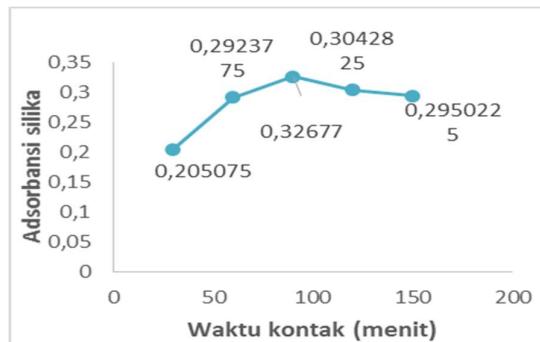
Gambar 2. Pengaruh pH pada penyerapan  $\text{NaNO}_3$  menggunakan Silika-GPTMS-DMA

Pada gambar 2 diatas dapat dilihat bahwa pH optimum untuk penyerapan anion nitrat yang diperoleh yaitu pada pH 7, dengan penyerapan sebesar 1,931463 mg/g dan persentase penyerapannya sebesar 79,5 %. Kapasitas penyerapan meningkat dari 1,459663 menjadi 1,931463 dengan menurunnya nilai pH dari pH 9 ke pH 7. Pada penyerapan anion nitrat menggunakan pH netral dengan rentang pH 6 - 8.

pH netral lebih baik karena pada pH rendah ion  $\text{H}^+$  yang terdapat pada permukaan adsorben akan meningkat dan menghasilkan ikatan elektrostatik yang kuat antara muatan positif dipermukaan adsorben. Sedangkan pada pH tinggi penyerapan anion nitrat akan menurun dikarenakan konsentrasi  $\text{OH}^-$  dalam larutan meningkat sehingga permukaan adsorben perlahan menjadi negatif. Peningkatan pH mengurangi kemampuan adsorpsi silika untuk mengikat anion nitrat.

### C. Pengaruh Waktu Kontak pada penyerapan anion menggunakan silika termodifikasi sebagai adsorben

Waktu kontak bertujuan untuk mengetahui lama waktu yang diperlukan adsorben untuk menyerap anion nitrat secara optimum. Penentuan kapasitas optimum pada waktu pengadukan dilakukan dengan variasi waktu kontak 30, 60, 90, 120 dan 150 menit dengan pH 7 konsentrasi 20 ppm. Semakin lama waktu kontak semakin besar penyerapan pada anion[9]



Gambar 3. Pengaruh waktu kontak terhadap penyerapan  $\text{NaNO}_3$  menggunakan silika sebagai adsorben

Pada gambar 3 diketahui bahwa waktu kontak optimum pada penyerapan anion nitrat yaitu 90 menit dengan pH 7 pada konsentrasi 20 ppm dengan kecepatan pengadukan 150 rpm didapat besar penyerapan 0,32677 mg/g dan persentase penyerapannya sebesar 67,28785 %. Semakin lama waktu pengontakan semakin besar penyerapan anion nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ). Namun pengontakan yang terlalu lama dapat mengakibatkan penurunan penyerapan karena sisi aktif adsorben sudah terikat seluruhnya, sehingga tidak dapat berikatan lagi[10]

### IV. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan dari penelitian ini, diantaranya:

1. Silika dengan penambahan senyawa penghubung GPTMS berhasil dimodifikasi dengan dimetilamina sebagai adsorben anion nitrat
2. Kondisi optimum adsorpsi anion nitrat terjadi pada pH 7 menggunakan waktu pengadukan 90 menit.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang yang memfasilitasi pengerjaan penelitian ini. Selanjutnya, penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Bapak/Ibu Staf Jurusan Kimia, Universitas Negeri Padang atas bimbingan dan arahannya.

### REFERENSI

- [1] K. C. Vrancken, K. Possemiers, P. Van Der Voort, and E. F. Vansant, "Surface modification of silica gels with aminoorganosilanes," *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 98, no. 3, pp. 235–241, 1995, doi: 10.1016/0927-7757(95)03119-X.
- [2] N. Feng, X. Guo, S. Liang, Y. Zhu, and J. Liu, "Biosorption of heavy metals from aqueous solutions by chemically modified orange peel," *J. Hazard. Mater.*, vol. 185, no. 1, pp. 49–54, 2011, doi: 10.1016/j.jhazmat.2010.08.114.
- [3] A. V. Wulandari, "Pengaruh Penambahan Abu Layang Termodifikasi Surfaktan Terhadap Karakteristik Membran Sel Bahan Bakar Berbahan Kitosan," 2016.
- [4] M. Czaun *et al.*, "Organoaamines-grafted on nano-sized silica for carbon dioxide capture," *J. CO<sub>2</sub> Util.*, vol. 1, pp. 1–7, 2013, doi: 10.1016/j.jcou.2013.03.007.
- [5] K. Hasegawa, T. Takanami, T. Kawai, and S. Kagaya, "Effects of adsorbed water and hydrocarbon reactivity on the nitration of polycyclic aromatic hydrocarbons adsorbed on silica gel and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles with NO<sub>2</sub>," *Atmos. Environ.*, vol. 236, no. December 2019, p. 117641, 2020, doi: 10.1016/j.atmosenv.2020.117641.
- [6] S. Baskaran and M. Sathiavelu, "Application of Attenuated Total Reflection - Fourier Transform Infrared spectroscopy to characterize the degradation of littered multilayer food packaging plastics," *Vib. Spectrosc.*, vol. 109, p. 103105, 2020, doi: 10.1016/j.vibspec.2020.103105.
- [7] I. A. Rahman and V. Padavettan, "Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties , Surface Modification , and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites — A Review," vol. 2012, 2012, doi: 10.1155/2012/132424.
- [8] S. S. Achmad Suhaeri, Maryono, "Kapasitas Adsorpsi Arang Aktif Kulit Singkong Terhadap Ion Cr 6 + Adsorption Capacity Of Activated Carbon From Cassava Peel Against," *J. Chem.*,

- vol. 15, pp. 95–104, 2014.
- [9] I. M. Rofiqoh, "Sintesis Silika Xerogel Dari Limbah Kulit Jagung Sebagai Adsorben Zat Warna Tekstil Methylene Blue," 2020, [Online]. Available: [https://library.universitaspertamina.ac.id/xmlui/bitstream/handle/123456789/1889/Laporan\\_Tugas\\_Aakhir\\_Iftahul\\_Maulina\\_Rofiqoh\\_102316050-signed.pdf?sequence=1](https://library.universitaspertamina.ac.id/xmlui/bitstream/handle/123456789/1889/Laporan_Tugas_Aakhir_Iftahul_Maulina_Rofiqoh_102316050-signed.pdf?sequence=1).
- [10] S. M. Huffer, U. Karabiyik, J. R. Uzarski, and A. R. Esker, "Ion effects on trisilanophenyl-poss as an adhesion promoter," *ACS Symp. Ser.*, vol. 1051, pp. 183–193, 2010, doi: 10.1021/bk-2010-1051.ch015.