

Optimasi Penyerapan Anion Klorida Menggunakan Silika Gel (SiO₂)-GPTMS Dimodifikasi dengan Dimetilamina

Nur Hafni Hasibuan¹, Budhi Oktavia*², Edi Nasra³, Desy Kurniawati⁴

^{1,2,3,4}Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia

*budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Ion chloride (Cl⁻) is an anion that can combine with several cations to form a water-soluble salt. High chloride content in water can accelerate the rusting process on metal. So that in this research the aim is to determine the optimum conditions for the absorption of chloride anions using silica. Adsorption using silica is able to absorb anions. However, modifications are needed to improve silica adsorption. In this study, Dimethylamine was used as a modifier and Glisidoxypopyltrimethoxysilane as a bridge between silica and dimethylamine. To determine the changes in the functional groups of silica, silica-GPTMS, silica-GPTMS DMA, and silica-GPTMS DMA with chloride ions, the FTIR test was carried out. The absorption step was carried out by varying the pH (6,7,8,9, and 10), contact time (30,60,90,120, and 150 minutes), and concentration (5, 10, 15, 20, and 25 mg/L). The results showed that the optimum conditions for absorption occurred at pH 7, contact time of 120 minutes, and a concentration of 20 mg/L with an absorption capacity of 0.301325 mg/g.

Keywords — silica, dymethylamine, glycidoxypophyltrimethoxysilane, ion chloride, Mohr's titration method

I. PENGANTAR

Unsur terbanyak kedua yang merupakan komponen pada kerak bumi setelah oksigen adalah silika, yang memiliki rumus molekul SiO₂ (silikon dioksida). Pemanfaatan silika dalam kehidupan sehari-hari sangat bervariasi, mulai dari yang kecil berskala mikro atau bahkan nanosilika. Pengaplikasian silika umumnya terdapat dalam wujud gel, silika koloid (aerosol), kristal, pirogenik silika, dan aerogel. Silika dalam wujud gel dapat dimanfaatkan sebagai adsorben [1].

Kelemahan silika sebagai adsorben dapat diperbaiki dengan beberapa upaya, diantaranya dengan modifikasi permukaan silika [2]. Umumnya pada silika dilakukan modifikasi menggunakan gugus organik tertentu untuk memperoleh peningkatannya dalam mengadsorpsi. Tetapi sebelumnya perlu dilakukan pengujian kondisi optimum pada bahan yang digunakan dalam pembuatan ulang silika sehingga dapat dioptimalkan pemanfaatan bahan tersebut agar didapatkan silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Oleh karenanya, sangat dibutuhkan penelitian untuk mendapatkan kondisi optimum dari penambahan bahan pembuatannya sehingga meningkatkan persentase adsorpsinya dan dapat dimanfaatkan dalam berbagai penelitian [3].

Senyawa klorida merupakan senyawa yang sangat umum dan banyak sekali terdapat pada perairan alami. Umumnya anion klorida tidak membentuk kuat saat bereaksi bersama unsur logam. Dalam keadaan normal

anion klorida tidak dapat dioksidasi dan tidak bersifat toksik [4]. Namun, tingginya

kadar klorida pada perairan bisa mengakibatkan turunnya kualitas di perairan akibat tingginya salinitas pada air. Sehingga, sangat perlu dilakukan analisa pada ion klorida, karena pada perairan akan menimbulkan terbentuknya noda-noda berwarna putih pada pinggiran badan perairan. [5].

Keberadaan ion klorida ditentukan dengan berbagai metode, salah satunya adalah titrasi Argentometri yaitu metode Mohr. Penentuan kadar klorida dengan Metode Mohr dilakukan menggunakan larutan baku argentum nitrat (AgNO₃) dengan indikator kalium kromat (K₂CrO₄). Metode ini dikenal dengan metode pengendapan karena pada metode Mohr ini dibutuhkan senyawa yang relatif tidak larut atau membentuk endapan dalam pengujiannya [6].

Penelitian mengenai adsorpsi silika termodifikasi dymethylamine terhadap anion klorida belum pernah dilakukan. Berdasarkan pencarian dari media, anion klorida digunakan untuk uji air sumur dan sejenisnya. Adapun untuk adsorpsi lainnya adalah dengan menggunakan pasir kuarsa [7].

II. METODE PENELITIAN

A. Alat

Peralatan yang dipakai pada penelitian antara lain: Magnetic Stirrer, pH meter, kertas saring whatman

(125 mm), hot plate, neraca analitik, botol reagen, labu ukur, erlenmeyer (phyrex), gelas piala(phyrex), batang pengaduk, pipet takar, gelas ukur(phyrex), kaca arloji, botol semprot, buret, statif, dan FTIR.

B. Bahan

Jenis bahan yang digunakan adalah Silika komersial (Merck; Damstadt, Jerman), GPTMS, *Dimethylamine* (DMA) (bratachem), aquadest (Novalindo), Asam sulfat [H₂SO₄] p.a, toluena (bratachem), NaOH, Kalium klorida [KCl] (Merck; Damstadt, Jerman), etanol, Indikator Kalium kromat [K₂CrO₄] (Nitratkimia), Perak nitrat [AgNO₃] (Merck; Damstadt, Jerman), etanol (bratachem), dan metanol (bratachem).

C. Prosedur Penelitian

1. Modifikasi Silika-GPTMS-*Dimethylamine* (DMA)

Silika komersial sebanyak 25 gram ditambahkan dengan 25 ml GPTMS serta 87,5 ml toluena. Campuran tersebut di stirer pada suhu 80°C selama 24 jam, kemudian cuci campuran tersebut dengan 12,5 ml metanol. (Sefriani, 2020)

Silika-GPTMS yang telah terbentuk lalu ditimbang 23 gram dimodifikasi dengan 11,5 ml DMA (*dimethylamine*) 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. Silika GPTMS dan silika GPTMS- DMA selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR.

2. Uji Kondisi Optimum Adsorpsi dengan Metode Mohr

Pada uji optimum ini dilakukan tiga pengujian yaitu, uji pH larutan, waktu kontak, dan pengaruh konsentrasi dengan menggunakan metode Titrasi Argentometri. Pada penelitian, larutan ion klorida diuji dengan memvariasikan pH 6,7,8,9, dan 10. Larutan ion klorida yang digunakan sebanyak 25 mL pada 25 mg/L larutan. Selanjutnya masing-masing larutan dikontakkan dengan 0.5 g silika-GPTMS termodifikasi DMA, larutan di shaker dengan waktu 120 menit pada kecepatan 150 rpm. Sisa larutan diukur dengan menambahkan beberapa tetes indikator K₂CrO₄. Kemudian melakukan titrasi dengan menggunakan AgNO₃ sebagai penitran sampai terbentuk larutan berwarna merah bata..

Prosedur pengujian yang sama digunakan untuk uji pengaruh variasi waktu kontak dan konsentrasi optimum. Pada variasi waktu pengadukan dilakukan pada kondisi 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Sedangkan untuk variasi konsentrasi dilakukan pada larutan ion klorida dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm.

3. Uji Isoterm Adsorpsi Ion Klorida

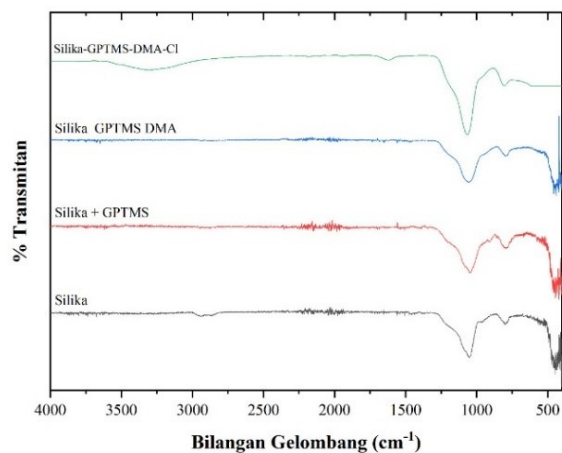
Berdasarkan kondisi optimum dari pH dan waktu kontak optimum digunakan untuk penentuan isoterm adsorpsi silika komersial dan silika-GPTMS DMA dengan langkah kerja yang sama pada konsentrasi 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm larutan ion klorida.

Kemudian dilakukan pengujian terhadap kapasitas penyerapan silika komersial dan silika-GPTMS DMA pada pH, waktu pengadukan, dan konsentrasi optimum untuk penyerapan terhadap ion klorida yang telah diperoleh.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakterisasi FTIR

Spektrofotometri fourier transform infrared (FTIR) merupakan suatu metode analisis spektroskopi vibrasional yang digunakan untuk memprediksi gugus fungsi yang terlibat selama adsorpsi. Karakterisasi FTIR untuk melihat adanya gugus fungsi pada silika dan pada silika yang dikontakkan dengan GPTMS bertujuan untuk mengamati gugus-gugus fungsi pada silika yang akan dimodifikasi serta perubahan-perubahan strukturnya. Hasil dari uji tersebut didapatkan dengan cara menganalisis pergeseran angka gelombang pada spektrum FTIR silika, silika-GPTMS, silika modifikasi, dan silika modifikasi dengan anion klorida. Spektrum FTIR menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi pada panjang gelombang tertentu dengan terbentuknya puncak-puncak gelombang.



Gambar 1. Spektrum FTIR silika, silika-GPTMS, silika-GPTMS DMA, silika dengan anion klorida

Pada gambar dapat dilihat bahwa puncak utama yang diyakini sebagai gugus fungsi silika gel terdapat gugus hidroksil (-OH) muncul pada bilangan gelombang 2933,78 cm⁻¹ yang menunjukkan ikatan Si-OH atau silanol pada silika (Lin dkk., 2001). Puncak kedua dari silika terlihat pada bilangan gelombang 1052,19 cm⁻¹ mengindikasikan vibrasi ulur dimana terdapat peregangangan gugus fungsi Si-

O-Si dengan sedikit pergeseran untuk silika-GPTMS yang terjadi pada bilangan gelombang 1043,51 cm^{-1} dan 1053,15 pada silika-GPTMS DMA. Bilangan gelombang menunjukkan 1640.02 cm^{-1} mengidentifikasi vibrasi ulur dari gugus fungsi N-H yang merupakan gugus fungsi dari silika-GPTMS yang dikontakkan dengan dimethylamine yang berarti telah terjadi ikatan antara dimethylamine dengan silika yang dapat dilihat pada spektrum silika dengan anion klorida. Pada bilangan gelombang 795,65 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari gugus fungsi C-H yang menunjukkan gugus propil dari glisidoksispropiltrimetoksisilan berhasil terikat pada permukaan silika.

Pada karakterisasi FTIR yang dilakukan terhadap filtrat dari anion klorida yang dikontakkan dengan silika menunjukkan adanya puncak melebar pada bilangan gelombang 3386.84 cm^{-1} menandakan adanya gugus -OH. Pelebaran puncak ini terjadi karena terdapat gugus fungsi -OH dari larutan ion klorida yang teradsorpsi pada permukaan silika melalui ikatan hidrogen.

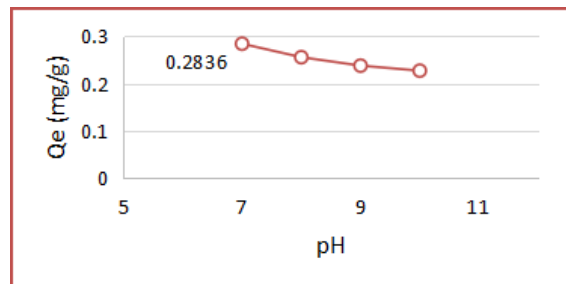
B. Pengaruh variasi pH

Pengaruh pH memainkan peran penting selama terjadinya adsorpsi yang mempengaruhi kapasitas penyerapan anion oleh permukaan adsorben. Keberadaan ion hidroksil (OH^-) dan ion hidrogen (H^+) yang digunakan saat mengatur pH berpengaruh terhadap interaksi yang terjadi antara adsorben dengan molekul adsorbat. Oleh karena itu, perlu dipelajari pengaruh pH terhadap kapasitas penyerapan anion klorida. Penentuan pH optimum dilakukan pada kondisi massa adsorben, waktu kontak dan konsentrasi yang konstan. Adanya pH menyebabkan terjadinya reaksi protonisasi yang mempengaruhi muatan situs aktif yang terdapat pada permukaan adsorben ataupun deprotonasi situs aktif adsorben serta mempengaruhi spesi adsorbat dalam larutan.

Untuk penentuan anion klorida dengan Titrasi Argentometri dilakukan pada pH 7-10 sesuai yang tertera pada SNI 6989.19:2009 tentang Cara Uji Klorida (Cl^-) dengan Metode Argentometri. Penggunaan variasi pH direntang 7-10 disebabkan ion kromat yang dijadikan sebagai indikator merupakan basa konjugasi dari asam kromat. Sehingga, saat pH larutan lebih kecil dari 6.5 menyebabkan ion kromat dari indikator terprotonasi, yang mengakibatkan asam kromat lebih mendominasi pada larutan yang ada. Sehingga, pada larutan yang asam, konsentrasi dari ion kromat akan sangat kecil untuk menyebabkan terjadinya dari Ag_2CrO_4 sehingga menyebabkan sulitnya untuk mendeteksi titik akhir saat melakukan titrasi. Ketika pH lebih besar dari 10, terlihat endapan berwarna kecoklatan yang merupakan endapan dari AgOH yang menghalangi dalam pengamatan titik akhir dari titrasi.

Variasi pH yang bersifat asam dapat ditambahkan Natrium hidroksida (NaOH) dan analit yang melebihi pH 10 ditambahkan Asam sulfat (H_2SO_4) untuk memperoleh kondisi pH pada rentang yang dibutuhkan. Dari data pada

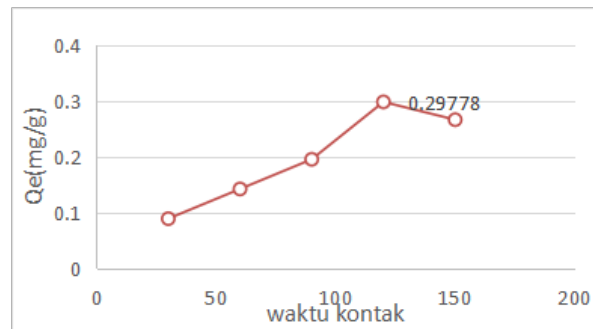
gambar dapat dilihat bahwa kapasitas serapan maksimum silika terjadi pada pH 7 sebesar 0,2836 mg/g.



Gambar 2. Kurva Adsorpsi silika variasi pH

C. Optimasi Temperatur Pengeringan Gel

Penentuan kondisi optimum dari penyerapan suatu adsorben sangat dipengaruhi oleh lamanya proses penyerapan. Waktu optimum yang dibutuhkan saat penyerapan sangat berpengaruh untuk memperoleh kapasitas adsorpsi yang lebih baik dalam mengadsorpsi anion. Peningkatan waktu dalam adsorpsi seiring dengan kenaikan kapasitas penyerapan dari adsorben terhadap adsorbat. Adapun waktu kontak yang digunakan dalam penelitian ini adalah dalam rentang waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, dan 150 menit. pada pH 7, konsentrasi 25 mg/L, dengan kecepatan pengadukan 150 rpm. Ini dapat dilihat pada gambar.



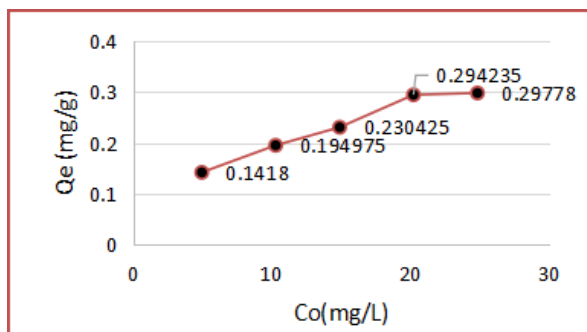
Gambar 3. Kurva Adsorpsi silika variasi waktu kontak

Pada gambar memperlihatkan bahwasanya hasil dari penyerapan mengalami peningkatan yang berbanding lurus dengan peningkatan waktu kontak yang digunakan. Tetapi dalam waktu tertentu adsorpsi terhadap ion klorida akan menurun. Dapat dijelaskan dari gambar, bahwa pada menit ke-30 sampai ke menit 90 terlihat bahwa kapasitas adsorpsi silika modifikasi terhadap anion klorida meningkat seiring penambahan waktu pengadukan. Peningkatan kapasitas adsorpsi dikarenakan gugus aktif dari silika-GPTMS DMA masih mampu untuk mengikat anion dari larutan klorida. Waktu kontak yang optimum dalam penyerapan ini adalah pada waktu 120 menit yang dapat dilihat pada kurva. Dari kurva terlihat bahwa pada kondisi waktu pengadukan 120 menit, kapasitas adsorpsi

dari silika terhadap anion klorida merupakan yang terbesar yaitu 0,29778 mg/g. Namun, setelah waktu 120 menit, kapasitas penyerapan pada anion klorida terjadi penurunan disebabkan karena sisi aktif pada permukaan silika modifikasi dengan anion klorida telah mengalami kesetimbangan. Sehingga, saat waktu yang dibutuhkan terlalu lama maka efisiensi penyerapan terhadap anion akan menurun. Penyerapan mengalami penurunan pada waktu 120 menit dan 150 menit, dikarenakan jika terlalu lama akan mengakibatkan peristiwa desorpsi yaitu lepas lagi yang telah terikat pada gugus adsorben.

D. Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pengaruh konsentrasi awal Kalium klorida terhadap kapasitas adsorpsi dipelajari menggunakan variasi konsentrasi dengan rentang 5-25 mg/L pada kondisi pH optimum yaitu pH 7 selama 120 menit dengan kecepatan pengadukan 150 rpm. Biasanya, peningkatan konsentrasi sejalan dengan peningkatan daya adsorpsi suatu adsorben. Konsentrasi larutan anion dapat mempengaruhi penyerapan, sampai kapasitas adsorpsi dari adsorben mencapai kondisi optimum. Pengaruh konsentrasi larutan anion klorida dapat dilihat pada gambar.



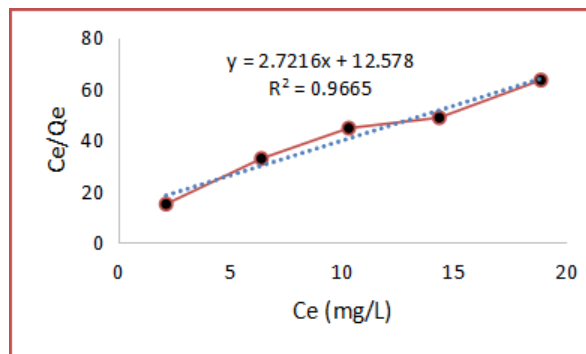
Gambar 4. Kurva adsorpsi silika variasi konsentrasi

Pada gambar menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi anion klorida mengalami peningkatan sesuai dengan kenaikan konsentrasi Kalium klorida yang digunakan. Kapasitas serapan optimum terjadi pada konsentrasi 20 ppm dengan kapasitas adsorpsi 0.294235 mg/g dimana terjadinya kesetimbangan antara ion klorida dengan sisi aktif adsorben silika modifikasi, ion klorida telah berikatan dengan semua sisi aktif dari adsorben. Hal ini disebabkan jumlah ion yang teradsorpsi sebanding dengan jumlah sisi aktif yang tersedia pada adsorben.

Saat konsentrasi awal dinaikkan dari 5 ppm hingga 20 ppm, kapasitas adsorpsi juga mengalami kenaikan. Peningkatan kapasitas adsorpsi karena ion klorida yang terikat dengan sisi aktif adsorben bertambah banyak sampai sisi aktif tersebut penuh. Saat sisi aktif adsorben sudah mencapai kapasitas penyerapan, tampak pada konsentrasi 25 ppm, kapasitas adsorpsi relatif konstan.

E. Isoterm Adsorpsi

Kesetimbangan antara adsorben dan adsorbat dapat ditentukan dengan isoterm Langmuir, Isoterm Langmuir adalah adsorpsi yang terjadi hanya pada lapisan tunggal yang terjadi dipermukaan seperti pada gambar.

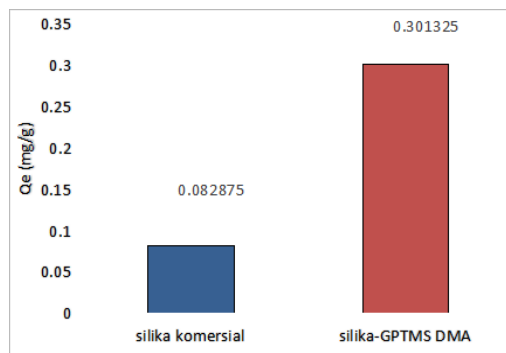


Gambar 5. Kurva isoterm adsorpsi silika modifikasi

Langmuir hasil yang didapatkan dari R^2 sebesar 0.99665, dengan kapasitas kesetimbangan nilainya sebesar 0.18065 L/g. Nilai regresi isoterm langmuir silika mendekati angka 1 ini menunjukkan bahwa adsorpsi ion klorida menggunakan adsorben silika-GPTMS DMA terjadi satu lapis karena masing-masing hanya mampu menyerap satu molekul oleh sisi aktifnya.

F. Pengaruh Kapasitas Adsorpsi

Pengukuran kapasitas adsorpsi berfungsi untuk menunjukkan bagaimana pengaruh adanya modifikasi pada silika terhadap kemampuan adsorpsinya terhadap anion klorida.



Gambar 6. Perbandingan kapasitas adsorpsi

Berdasarkan gambar, dapat dilihat bahwa silika-GPTMS- DMA mempunyai nilai kapasitas adsorpsi yang lebih besar daripada silika komersial. Pada silika komersial kapasitas adsorpsinya sebesar 0.082875 mg/g sedangkan pada silika GPTMS-DMA kapasitas penyerapannya sebesar 0,301325 mg/g. Sehingga dapat disimpulkan silika

GPTMS-DMA lebih baik dalam adsorpsi terhadap anion klorida dibandingkan dengan silika komersial.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan data yang didapatkan, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Proses adsorpsi anion klorida menggunakan silika termodifikasi dimetilamina sebagai adsorben dipengaruhi oleh pH, waktu kontak dan konsentrasi. Dengan kondisi optimum pada pH 7, waktu pengadukan selama 120 menit dan konsentrasi larutan 20 ppm.
2. Kapasitas serapan optimum silika termodifikasi dimetilamina lebih tinggi dibanding silika komersial yaitu pada silika komersial sebesar 0,082875 mg/g sedangkan pada silika komersial tanpa modifikasi yaitu 0,301325 mg/g.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang yang telah memfasilitasi pengerjaan penelitian ini. Dan kepada Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang yang telah membantu pengujian sampel penelitian penulis. Selanjutnya, ucapan terima kasih juga tertuju kepada Bapak/Ibu Staf Departemen Kimia, Universitas Negeri Padang atas segala bimbingan dan arahnya.

REFERENSI

- [1] Andriani, A (2012). *Karakterisasi dan Pembuatan Keramik SiO₂ dengan Campuran CaCO Gas Buangan Kedaraan*. TESIS, hal.23
- [2] Buhani, dkk..(2009). *Hibrida Amino-silika dan Merkpto-silika sebagai Adsorben untuk Adsorpsi Ion Cd(II) dalam Larutan*. Vol 9 (2), 170 - 176.
- [3] Candra Purnawan , Tri Martini, dan Ima Puspita Rini (2018). *Sintesis dan Karakterisasi Silika Abu Ampas Tebu Termodifikasi Arginin sebagai Adsorben Ion Logam Cu(II)*. ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia, Vol. 14(2) 2018, 333-348.
- [4] Huljani, Mifta. 2018. *Analisis Kadar Klorida Air Sumur Bor Sekitar Tempat Pembuangan Akhir (TPA) II Musi II Palembang dengan Metode Titrasi Argentometri*. Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan vol 2 no 2. Diakses tanggal 17 Juli 2019.
- [5] Amaliah, A. R. (n.d.). *Analisis Kualitas Air Sumur Gali Ditinjau Dari Parameter Kimia (Cl Dan Fe) Di Kelurahan Mangempang Kecamatan Barru Kabupaten Barru Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Makassar*, Indonesia Alamat Korespondensi : Nama Koresponden Institusi penulis Email penulis. 5(2).
- [6] Utary, T. N. (2016). *Penetapan Kadar Klorida pada Air Bersih dan Air Minum dengan Metode Titrasi Argentometri*
- [7] Candra Purnawan , Tri Martini, dan Ima Puspita Rini (2018). *Sintesis dan Karakterisasi Silika Abu Ampas Tebu Termodifikasi Arginin sebagai Adsorben Ion Logam Cu(II)*. ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia, Vol. 14(2) 2018, 333-348.