

# Uji Kondisi Optimum Desorpsi Anion Fosfat pada Silika Mesopori Termodifikasi DMA (Dimethylamine)

Hainunnisa Syafitri<sup>1</sup>, Budhi Oktavia<sup>\*2</sup>, Hary Sanjaya<sup>3</sup>, Hardeli<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

\*budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

**Abstract** — Mesoporous silica is solid silica having a pore size of 2-50 nm. Silica modification is done to increase the ability of silica to absorb anions, one of which is phosphate anion. The modifier compound used is dimethylamine. Silica and dimethylamine can bind by adding a linking compound, GPTMS. This modified silica can be used to adsorb phosphate anions to see the adsorption of silica against phosphate anions. Phosphate ion adsorption using silica has an adsorption capacity of 0.0172 mg/g with an adsorption percentage of 88.09%. Hydrochloric acid desorbed phosphate concentration of 0.773 mg/L with a desorption percentage of 89.02% while using sulfuric acid, and the desorbed phosphate concentration was 0.437 mg/L with a desorption percentage of 48.81%. The concentration variations of hydrochloric acid were 0.010 M, 0.025 M, 0.050 M, 0.075 M, 0.10 M, 0.15 M and 0.20 M. The maximum desorption result at 0.1 M concentration was 0.0086 mg with a percentage of 100%.

**Keywords** - Mesoporous Silica, Dimethylamine, Phosphate Anion, Adsorption, Desorption

## I. PENGANTAR

Silika termasuk bahan yang penting dalam kehidupan manusia, karena peranannya dari yang sederhana sampai yang berteknologi tinggi dalam dunia industri maupun perkembangan ilmu pengetahuan. Senyawa ini dapat digunakan sebagai bahan baku berbagai industri, mulai dari produk sederhana dengan teknologi tradisional seperti peralatan rumah tangga, berbagai seni, hingga produk teknologi tinggi seperti teknologi industri, industri otomotif dan elektronik sebagai isolator listrik dan termal [1].

Silika merupakan konstituen utama mineral pembentuk batuan dalam batuan magmatik dan metamorf, dan sebagai komponen penting dari sedimen tanah. Silika bebas sebagian besar berbentuk kuarsa, yang membentuk 12-14% berat litosfer [2]. Siloksan dan silanol merupakan dua jenis gugus fungsi yang terdapat pada permukaan silika. Modifikasi silika dapat terjadi melalui reaksi molekul tertentu dengan fungsi siloksan (substitusi nukleofilik pada Si) atau silanol (reaksi langsung dengan gugus hidroksil), meskipun secara umum yang dapat diterima bahwa itu adalah reaksi silanol yang merupakan fungsi dari jalur modifikasi utama [3].

Polimer silika dapat dibuat dengan reaksi hidrolisis dan kondensasi dari silikon alkoksida seperti *tetra ethyl ortho silicate* (TEOS) dan *tetra methyl ortho silicate* (TMOS) sebagai prekursor silika. Namun bahan ini memiliki kelemahan yaitu dianggap kurang ekonomis, oleh sebab itu dipilih natrium silikat sebagai prekursor silika yang lebih

ekonomis dan efisien. Dalam sintesis silika untuk memperoleh silika dengan ukuran pori dan struktur yang teratur, serta luas permukaan yang besar diperlukan penambahan senyawa kimia yang berfungsi sebagai template [4]. Pada penelitian kali ini dilakukan modifikasi silika menggunakan dimetilamina. Tujuan dilakukan modifikasi dengan dimetilamina ini untuk memodifikasi senyawa amina. Czaun, 2013 mengemukakan bahwa amina adalah senyawa organik yang dapat digunakan sebagai agen modifikasi silika untuk mengubah silika menjadi senyawa pemisah [5].

Metode sol-gel digunakan untuk partikel yang memiliki ukuran kecil dalam pembuatan bahan komposit, tingkat dispersi yang baik, suhu sintesis yang rendah, pengontrolan kondisi reaksi yang mudah, proses pembuatan yang relatif sederhana. Proses sol-gel adalah proses pada senyawa kimia yang mengandung bahan aktif sebagai prekursor, senyawa ini biasanya berupa lipid atau alkoksida. Dalam fase cair, bahan dicampur secara homogen dan mengalami reaksi hidrolisis dan kondensasi. Produk molekul yang dihasilkan yaitu inti kristal partikel nano dan bentuk sol, setelah pengeringan dan pemanasan akan menghasilkan serbuk. Serbuk SiO<sub>2</sub> direaksikan dengan katalitik alkali [6].

Fosfat banyak terkandung pada daerah lahan pertanian, sistem tanah dan air di Indonesia. Terperangkapnya ion fosfat pada permukaan dalam ataupun luar dapat dibedakan pada proses desorpsi, karena terperangkapnya ion fosfat pada daerah internal akan didesorpsi dengan waktu yang lama dibandingkan dengan daerah eksternal [7].

Adsorpsi adalah operasi penyerapan di mana komponen yang ditargetkan dalam fase fluida secara selektif ditransfer ke partikel yang tidak larut. Proses adsorpsi memanfaatkan kecenderungan alami molekul dalam fase cair atau gas untuk menempel ke permukaan bahan padat. Adsorbat memiliki kecenderungan alami adsorpsi satu atau lebih komponen, dan adsorben permukaan padatan mikropori. Adsorben adalah contoh zat pemisah massa yang digunakan untuk memfasilitasi pemisahan. Saat molekul dalam fase cair secara spontan mengikat adsorben, dan panas dilepaskan. Adsorpsi/desorpsi dapat dianggap sebagai proses kesetimbangan dinamis, di mana adsorpsi spontan melepaskan panas ke lingkungan dan panas perlu suplai untuk memulai desorpsi [8]. Tujuan dari penelitian ini yaitu sebagai pemekatan suatu sampel dalam konsentrasi dan untuk meregenerasi kolom.

## II. METODE PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini yaitu mesin penghalus, ayakan, *magnetic stirrer*, oven, *furnace*, *hot plate*, neraca analitik, batang pengaduk, corong, erlenmeyer, botol reagen, gelas kimia, pipet takar, kertas saring, gelas ukur, pH meter, *syringe*, botol semprot, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) tipe Perkin Erlen Universal ATL Sampling Accesori 735 B dan Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1900i.

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu pasir kuarsa, natrium silikat, silika mesopori, *glycidoxypopyltrimethoxysilane* (GPTMS), *cetyltrimethylammoniumbromide* (CTAB), *dimethylamine* (DMA), NaOH, HCl,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , etanol, metanol, aquadest, toluene, dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

### B. Modifikasi Silika

100 gram silika mesopori ditambahkan 100 mL GPTMS serta 350 mL toluene. Setelah itu dicuci dengan 50 mL metanol. Silika-GPTMS 90 gram dimodifikasi dengan 45 mL DMA yang dilarutkan dengan 45 mL etanol (1:1 v/v).

### C. Adsorpsi Anion Fosfat pada Silika Mesopori Termodifikasi DMA

Ditimbang 0.5 gram silika mesopori termodifikasi DMA, dimasukkan ke dalam kolom. Mengaliri 10 ml anion fosfat dengan pH 7, konsentrasi 1 ppm, sehingga didapatkan adsorben yang telah menyerap anion fosfat untuk selanjutnya digunakan untuk proses desorpsi.

### D. Penentuan Jenis Pendesorpsi Anion Fosfat

10 ml larutan asam klorida 0,05 M dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi 0,5 gram silika mesopori yang telah mengandung anion fosfat yang berfungsi sebagai reagen pendesorpsi anion fosfat.

10 ml larutan asam sulfat 0,05 M dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi 0,5 gram silika mesopori yang telah mengandung anion fosfat yang berfungsi sebagai reagen pendesorpsi anion fosfat.

### E. Penentuan Konsentrasi Asam pada Desorpsi Anion Fosfat

Variasi konsentrasi eluen 0,010 M, 0,025 M, 0,050 M, 0,075 M, 0,10 M, 0,15 M, dan 0,20 M pada jenis pendesorpsi. Eluat dari hasil desorpsi dikumpulkan pada botol dan dilanjutkan analisa dengan spektrofotometer UV-Vis.

## III. PEMBAHASAN

### A. Adsorpsi Silika dengan Metode Kolom

Penelitian ini dilakukan dengan memanfaatkan silika mesopori termodifikasi DMA sebagai adsorben dan anion fosfat sebagai adsorbat dengan menggunakan metode kolom. Pada metode kolom larutan dikontakkan atau dialirkan dengan adsorben pada suatu kolom sehingga didapatkan hasil adsorpsi yang optimal [9].

Pada penyerapan anion fosfat, pH yang digunakan yaitu pH netral, karena ion  $\text{H}^+$  yang terdapat pada adsorben akan meningkat dan menghasilkan ikatan elektrostatik yang kuat antara muatan positif dipermukaan adsorben. Pada penelitian kali ini dilakukan adsorpsi silika dengan metode kolom menggunakan kondisi optimum dengan konsentrasi teoritis 1 mg/L dengan konsentrasi sebenarnya 1.050 mg/L.

TABEL I  
SILIKA TERADSORPSI ANION FOSFAT

Konsentrasi Filtrat (mg/L)	Konsentrasi Teradsorpsi (mg/L)	Qe (mg/g)	Berat teradsorpsi (mg)	Adsorpsi (%)
0.125	0.925	0.0172	0.0086	88.09
0.169	0.881	0.0165	0.0083	83.90
0.178	0.872	0.0164	0.0082	83.04
0.163	0.887	0.0169	0.0084	84.48
0.145	0.905	0.0172	0.0086	86.19
0.155	0.895	0.0171	0.0086	85.23
0.136	0.914	0.0171	0.0086	87.04

Pada kondisi optimum yang telah diketahui, maka didapatkan penyerapan anion fosfat pada metode kolom dengan rata-rata penyerapan sebesar 0.0169 mg/g dengan rata-rata berat teradsorpsi sebesar 0.0085 mg dan persentase penyerapan terbesar yaitu 88.09%.

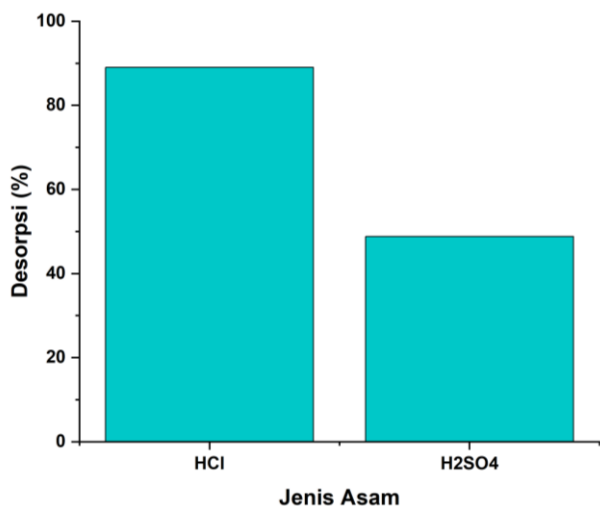
### B. Penentuan Jenis Pendesorpsi Anion Fosfat

Mengontakkan adsorben yang telah digunakan dengan agen pendesorpsi merupakan pengerjaan dari desorpsi. Agen pendesorpsi ini dapat berupa larutan netral, basa dan asam [10]. Jenis pendesorpsi sangat berpengaruh dalam proses desorpsi ini karena dari jenis larutan yang akan digunakan mempengaruhi besar atau kecilnya zat yang telah diserap untuk dilepaskan kembali. Sehingga kolom tersebut dapat digunakan kembali atau diregenerasikan kembali.

Dalam media asam, gugus karboksil, gugus karbonil, atau gugus hidroksil dari adsorben akan terprotonasi untuk menarik ion positif, melepaskan ion ke dalam larutan atau desorben. Dalam media asam, proton ( $\text{H}^+$ ) dalam larutan menggantikan ion pada permukaan adsorben [11].

TABEL II  
JENIS PENDESORPSI ANION FOSFAT

Jenis Asam	Konsentrasi Desorpsi (mg/L)	Desorpsi (mg/g)	Desorpsi (%)
HCl	0.773	0.0009	89.02
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.437	0.0042	48.81



Gambar 1. Jenis Pendesorpsi Anion Fosfat

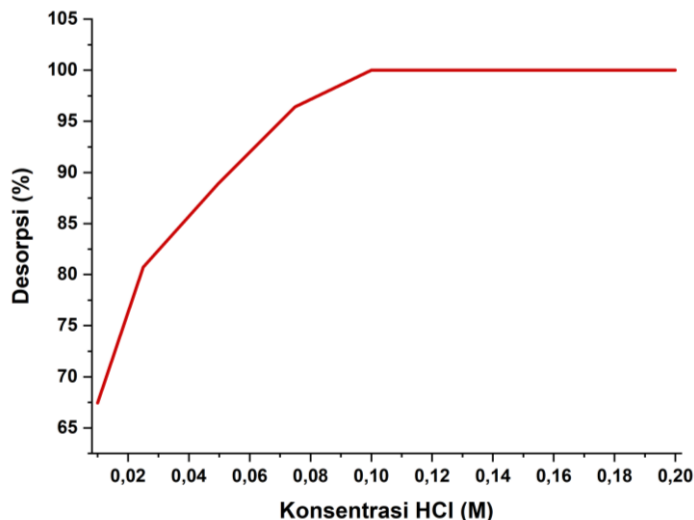
Agan pendesorpsi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 0,050 M dan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0,050 M. Dari hasil penelitian pada tabel diatas, didapatkan bahwa desorben asam klorida menghasilkan yang lebih baik dalam proses desorpsi anion fosfat. Hal tersebut dapat dilihat dari konsentrasi fosfat yang terdesorpsi yaitu sebesar 0.773 mg/L dengan persentase 89.02%, sedangkan pada agen/larutan pendesorpsi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebesar 0.437 mg/L dengan persentase 48.81%.

C. Penentuan Konsentrasi Asam pada Desorpsi Anion Fosfat

Faktor yang mempengaruhi proses desorpsi salah satunya adalah konsentrasi. Konsentrasi mempunyai pengaruh yang besar dalam proses desorpsi, dimana semakin rendah konsentrasi maka akan menyebabkan interaksi elektrostatis menjadi lemah, sedangkan semakin tinggi konsentrasi maka akan meningkat juga jumlah H<sup>+</sup> atau proton HCl yang akan melepaskan adsorbat yang telah terserap [12].

TABEL I  
DESORPSI DENGAN ANION KLORIDA

Konsentrasi HCl (M)	Massa Teradsorp (mg)	Massa Terdesorp (mg)	Desorpsi (mg)	Desorpsi (%)
0.010	0.0086	0.0058	0.0028	67.44
0.025	0.0083	0.0067	0.0016	80.72
0.050	0.0082	0.0073	0.0009	89.02
0.075	0.0084	0.0081	0.0003	96.42
0.10	0.0086	0.0086	0	100
0.15	0.0086	0.0086	0	100
0.20	0.0086	0.0086	0	100



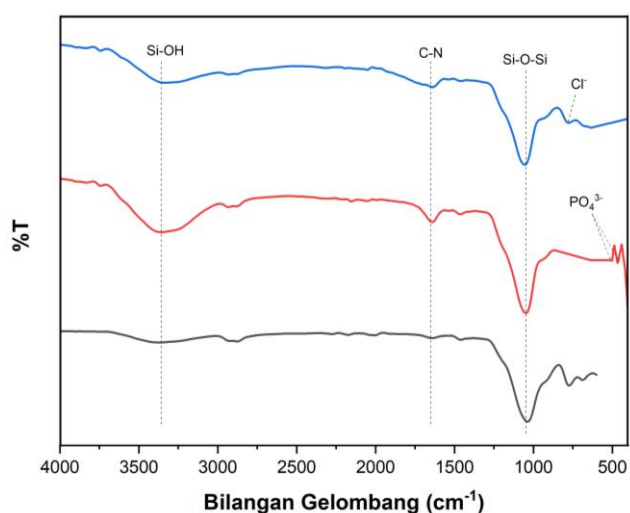
Gambar 2. Kurva Desorpsi Anion Klorida

Berdasarkan kurva desorpsi anion fosfat terlihat konsentrasi HCl optimum yang diperoleh yaitu pada konsentrasi 0.10 M dengan massa terdesorpsi sebesar 0.0086 mg. Pada konsentrasi 0.010 M - 0.10 M mengalami peningkatan massa adsorben terdesorpsi. Dan pada konsentrasi 0.10 M – 0.20 M massa adsorben terdesorpsi tetap sama, ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi 0.10 M massa adsorben yang teradsorpsi sebelumnya sudah terlepas semua dan digantikan oleh ion Cl<sup>-</sup>. Asam klorida dapat terdeprotonasi dan melepaskan ion H<sup>+</sup> sehingga menyebabkan anion fosfat dapat terprotonasi dan lebih suka berinteraksi dengan ion H<sup>+</sup>, karena H<sup>+</sup> memiliki keelektropositifan lebih kuat. Hasil penelitian ini dapat dikatakan berhasil karena sesuai dengan teori bahwa semakin besar konsentrasi agen pendesorpsi maka semakin kuat pula kemampuan dalam memutuskan ikatan kimia atau melepaskan adsorbat [13].

D. Karakterisasi dengan FTIR

Untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada pada silika maka dilakukan karakterisasi dengan instrument FTIR. Gugus fungsi ini mempunyai peranan dalam proses penyerapan anion dan pelepasan anion yang dipengaruhi oleh beberapa gugus fungsi dan jenis gugus fungsi. Proses interaksi, struktur kimia dan afinitas adsorben terhadap anion fosfat. Dalam penelitian ini digunakan bilangan gelombang dari 4000-400 cm<sup>-1</sup>.

Karakterisasi FTIR sampel silika mesopori-GPTMS-DMA untuk mengetahui adanya gugus fungsi dan perubahan struktur yang terjadi pada silika, dan silika mesopori-GPTMS-DMA-anion fosfat untuk mengetahui adanya gugus fungsi dan perubahan struktur yang terjadi pada silika setelah terjadinya proses adsorpsi. Serta silika mesopori-GPTMS-DMA-anion klorida untuk mengetahui adanya gugus fungsi dan perubahan struktur yang terjadi pada silika setelah proses desorpsi. Berikut hasil karakterisasi yang terlihat pada gambar:



Gambar 3. Spektrum FTIR (A)Silika mesopori-GPTMS-DMA (B)Silika teradsorpsi fosfat (C)Silika terdesorpsi klorida

Berdasarkan gambar 3, terlihat spektrum silika termodifikasi DMA, silika teradsorpsi anion fosfat, dan silika terdesorpsi asam klorida masing-masing antara 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  seperti yang terlihat pada gambar. Dapat dilihat dari spektra bahwa getaran O-H dari  $\equiv\text{Si-OH}$  yang muncul pada bilangan gelombang 3368,43  $\text{cm}^{-1}$ , 3358,05  $\text{cm}^{-1}$  dan 3333,90  $\text{cm}^{-1}$  dan juga terdapat getaran  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$  (gugus siloksan) yang muncul pada bilangan gelombang 1036,86  $\text{cm}^{-1}$ , 1047,44  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1055,07  $\text{cm}^{-1}$ . Kelompok N-H muncul pada puncak 3100-3500  $\text{cm}^{-1}$  dan amida berada pada rentang panjang gelombang 1480-1675  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya keberadaan gugus C-N [14], dapat dibuktikan bahwa munculnya puncak pada bilangan gelombang 1637,57  $\text{cm}^{-1}$ , 1641,72  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1638,90  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini mengkonfirmasi bahwa DMA berhasil berikatan pada silika. Adsorpsi silika dengan anion fosfat dapat dilihat pada spektrum yang muncul pada bilangan gelombang 538,45  $\text{cm}^{-1}$ , dan 466,26  $\text{cm}^{-1}$  [15]. Desorpsi dengan anion klorida muncul puncak pada bilangan gelombang 777,31  $\text{cm}^{-1}$  yang menandakan adanya ikatan N-Cl [16].

#### IV. KESIMPULAN

Kesimpulan dari hasil penelitian yang sudah dikerjakan yaitu jenis pendesorpsi pada desorpsi anion fosfat menggunakan HCl 0,05 M lebih banyak melepaskan anion fosfat sebanyak 0,773 mg/L dan konsentrasi optimum pada desorpsi anion fosfat yang diperoleh yaitu pada konsentrasi asam klorida 0,1 M melepaskan sebanyak 0,886 mg/L anion fosfat.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan pada Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang yang telah memfasilitasi penulis dalam penyelesaian penelitian ini.

#### REFERENSI

[1] S. Sembiring, *Silika Sekam Padi; Potensinya Sebagai Bahan Baku Keramik Industri*. Bandar Lampung, 2015.

[2] O. W. Flörke *et al.*, "Silica," *Ullmann's Encyclopedia Ind. Chem.*, 2012, doi: 10.1002/14356007.a23.

[3] S. Dash, S. Mishra, S. Patel, and B. K. Mishra, "Organically modified silica: Synthesis and applications due to its surface interaction with organic molecules," *Adv. Colloid Interface Sci.*, vol. 140, no. 2, pp. 77–94, 2008, doi: 10.1016/j.cis.2007.12.006.

[4] R. F. S. Lenza and W. L. Vasconcelos, "Preparation of Silica by Sol-Gel Method Using Formamide," vol. 4, no. 3, pp. 189–194, 2001.

[5] M. Czaun *et al.*, "Organoamines-grafted on nano-sized silica for carbon dioxide capture," *J. CO2 Util.*, vol. 1, pp. 1–7, 2013, doi: 10.1016/j.jcou.2013.03.007.

[6] L. Y. Yu, Z. X. Huang, and M. X. Shi, "Synthesis and characterization of silica by sol-gel method," *Adv. Mater. Res.*, vol. 1030–1032, pp. 189–192, 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1030-1032.189.

[7] J. Ikhsan and E. W. L. Sunarto, "Memahami Proses Sorpsi Ion Fosfat oleh Goethite dan Montmorillonite," no. 018, 2008.

[8] A. B. de Haan, H. B. Eral, and B. Schuur, *Chapter 6. Adsorption and Ion Exchange*. 2020.

[9] K. N. Irma, N. Wahyuni, and T. A. Zahara, "Adsorpsi Fenol Menggunakan Adsorben Karbon Aktif Dengan Metode Kolom," *Jkk*, vol. 4, no. 1, pp. 24–28, 2015.

[10] S. Riqotul Fuadah and M. Rahmayanti, "Adsorpsi-Desorpsi Zat Warna Naftol Blue Black Menggunakan Adsorben Humin Hasil Isolasi Tanah Gambut Riau, Sumatera," *Anal. Anal. Environ. Chem.*, vol. 4, no. 02, pp. 59–67, 2019, doi: 10.23960/aec.v4.i2.2019.p59-67.

[11] A. K. Zustriani, "Desorpsi Ion Logam Besi (Fe) dan Tembaga (Cu) Dari Adsorben Biji Pepaya Dengan Larutan Pendesorpsi Asam dan Basa," *Integrated Lab J.*, vol. 07, no. 02, pp. 106–118, 2019.

[12] R. S. Sinaga, D. Purwonugroho, and Darjito, "Adsorpsi SENG(II) oleh Biomassa Azolla microphylla Diesterifikasi dengan Asam Sitrat: Kajian Desorpsi Menggunakan Larutan HCl," *J. Kim. Student*, vol. 1, no. 1, pp. 629–635, 2015.

[13] V. C. Wijaya and I. Ulfin, "ADSORPSI ION Cd<sup>2+</sup> DALAM LARUTAN MENGGUNAKAN KARBON AKTIF DARI BIJI TREMBESI (Samanea saman): OPTIMASI pH DAN WAKTU KONTAK," Tenth of November Institute of Technology, 2015.

[14] Y. B. Pramono, I. R. Nawangsasi, A. Hintono, and V. Paramita, "Studi Kerusakan Protein dalam Emulsi Ganda Air-dalam-Minyak-dalam-Air Natrium Klorida Menggunakan Instrumen Fourier Transform Infrared Spectroscopy," *J. Apl. Teknol. Pangan*, vol. 7, no. 1, pp. 37–42, 2018, doi: 10.17728/jatp.2130.

[15] D. Dewantoro, M. N. Cahyanti, and S. Hartini, "Effect of Phosphate Addition and Exposure of Micro Waves on Comparatives Ca/F in Gypsum Waste: Preliminary Study of Hydroxyapatite Synthesis (HAp) from Ceramics Gypsum Industry Waste," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 21, no. 4, pp. 218–223, 2018, doi: 10.14710/jksa.21.4.218-223.

[16] J. R. XU and Y. B. ZHAO, "Preparation of N-chloramine-Decorated AgCl Nanoparticles with Enhanced Bactericidal Activity," *Biomed. Environ. Sci.*, vol. 33, no. 9, pp. 723–726, 2020, doi: 10.3967/bes2020.095.