

# Desorpsi Anion Kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dari Adsorben Silika Mesopori Termodifikasi DMA (*Dimethylamine*)

Septya Anggraini<sup>1</sup>, Budhi Oktavia\*<sup>2</sup>, Indang Dewata<sup>3</sup>, Fajriah Azra<sup>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** — Mesopore silica modified with dimethylamine is one of the adsorbents used as a functional group for anion exchange and anion separation. Mesopore silica with the addition of amine compounds can be used to see the absorption capacity of silica against chromate anions using the column method. The absorption capacity of the chromate anion is 0.8609 mg/g with an absorption percentage of 99.3%. If the adsorption process has been maximized, the surface of the adsorbent is saturated or no longer able to absorb the adsorbate and equilibrium occurs, it can be continued with the desorption process. The factor used to see this desorption ability is the type of desorption, namely hydrochloric acid (HCl) with a release of 0.4061 mg of chromate anion with a desorption percentage of 95.3% and an optimum concentration of 0.1 M HCl with a release of 0.4287 mg chromate anion with a desorption percentage of 100%.

**Keywords** — Adsorption, Desorption, Mesopore Silica, Dimethylamine, Chromate

## I. PENDAHULUAN

Adsorpsi merupakan peristiwa menempelnya suatu zat ke permukaan zat lain karena kuatnya gaya tarik-menarik dari permukaan suatu zat [1]. Salah satu material menarik yang telah banyak digunakan dalam adsorpsi adalah silika mesopori [2]. Silika mesopori dibuat dari natrium silikat dengan menggunakan CTAB (*Cetyltrimethylammonium bromida*) sebagai template berpori silika mesopori dan sebagai pengontrol morfologi/bentuk [3]. Untuk memaksimalkan penyerapan silika mesopori pada kondisi optimum, maka dapat dilakukan modifikasi pada permukaan silika. Silika mesopori dimodifikasi menggunakan DMA (*Dimethylamine*). Dimetilamina yang digunakan berperan sebagai gugus fungsi tempat pertukaran anion dan pemisahan anion [4].

Dalam penelitian ini untuk menguji apakah silika mesopori yang telah dimodifikasi dengan DMA ini dapat digunakan untuk mengadsorpsi anion yang terikat padanya, maka digunakan beberapa anion, salah satunya anion kromat. Dalam perairan, hal tersebut bersifat sangat toksik, korosif, karsinogenik, dan sangat mudah larut. Krom (VI) dihasilkan dalam air dengan dua bentuk ion spesies, terbentuk sebagai anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dalam larutan basa dan anion dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) dalam larutan asam [5].

Ketika adsorpsi sudah maksimal terjadi, permukaan adsorben menjadi jenuh atau tidak mampu lagi menyerap adsorbat kembali sehingga telah tercapai kesetimbangan, maka bisa dilanjutkan proses desorpsi. Salah satu keuntungan menggunakan proses desorpsi adalah adanya kemungkinan

regenerasi dari adsorben yang telah digunakan sehingga dapat dilakukan penggunaan kembali terhadap adsorben tersebut [6].

Desorpsi dapat dilakukan dengan cara mengkontakkan adsorben yang digunakan dengan larutan asam, netral dan basa yang dikenal dengan agen desorpsi. Dimana tidak boleh menyebabkan terjadinya kerusakan atau perubahan fisik pada adsorben yang akan dipulihkan serta anion dalam jumlah yang besar dapat didesorpsi. HCl merupakan agen desorpsi terbaik, dikarenakan gugus karboksil, karbonil, atau hidroksil pada adsorben menjadi terprotonasi dalam medium asam, sehingga tidak dapat menarik ion logam yang bermuatan positif, maka terjadi pelepasan ion logam ke dalam larutan atau agen desorpsi [7].

Pada penelitian ini anion kromat yang terdapat pada adsorben silika mesopori termodifikasi DMA (*Dimethylamine*) pada proses adsorpsi akan didesorpsi menggunakan agen pendesorpsi HCl dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dengan konsentrasi yang bervariasi untuk menentukan kondisi optimum eluen dalam mendesorpsi anion kromat pada silika mesopori termodifikasi DMA.

## II. METODE PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan selama penelitian seperti *magnetic stirrer*, pH meter, kertas saring whattnab (125 mm), *hot plate*, oven, botol reagen, labu ukur, gelas piala, batang pengaduk, erlenmeyer, pipet takar, neraca analitik, gelas ukur, kaca arloji, syringe, kolom modifikasi, furnace, dan botol semprot.

Instrumen yang akan dipakai dalam penelitian ini yaitu *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) tipe perkin erlen universal ATL Sampling Accesori 735 B. Pada penelitian yang akan dilakukan, bahan yang akan digunakan yaitu Silika, GPTMS, *Dimethylamine* (DMA), aquades, HCl 1M, toluene, Kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ), NaOH, etanol, methanol, CTAB,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan Natrium Silika.

#### B. Preparasi Silika Mesopori Termodifikasi DMA

Pasir silika sebanyak 200 gram ditambahkan dengan 800 mL HCl 1M menghasilkan 160 gram silika aktivasi. Dimana 100 gram silika aktivasi ditambahkan 1 L NaOH 4 M menghasilkan 112 gram Natrium silikat. 100 gram Natrium Silikat ditambahkan CTAB 10 gram menghasilkan 100 gram silika mesopori. Silika mesopori sebanyak 100 gram ditambahkan 100 mL GPTMS serta 350 mL toluene. Setelah itu dicuci dengan 50 mL methanol. Silika GPTMS 90 gram dimodifikasi dengan 45 mL DMA yang dilarutkan dengan 45 mL etanol (1:1 v/v). melakukan proses adsorpsi dengan pH optimum 2 dengan konsentrasi optimum 45 ppm.

#### C. Adsorpsi Anion Kromat pada Silika Termodifikasi DMA

Sebanyak 0,5 gram silika termodifikasi DMA dimasukkan ke dalam kolom. Kemudian mengalirkan anion kromat sebanyak 10 mL dengan pH optimum 2 pada kolom tersebut sehingga didapatkan filtrat yang sudah mengandung anion kromat. Dan sebagian anion kromat akan terserap pada silika mesopori yang terdapat pada kolom yang akan digunakan pada proses desorpsi.

#### D. Penentuan Jenis Pendesorpsi Anion Kromat

1) Sebanyak 10 ml larutan HCl 0.05M dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi silika mesopori yang telah mengandung anion kromat berfungsi sebagai reagen pengdesorpsi anion kromat. Sebanyak 0,5 gram silika mesopori sebagai fase diam.

2) Sebanyak 10 ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.05M dialirkan ke dalam kolom yang telah berisi silika mesopori yang telah mengandung anion kromat berfungsi sebagai reagen pengdesorpsi anion kromat. Sebanyak 0,5 gram silika mesopori sebagai fase diam.

#### E. Penentuan Konsentrasi Optimum Desorpsi Anion Kromat

Pada kolom ditambahkan silika mesopori termodifikasi DMA yang telah mengandung anion kromat, kemudian ditambahkan masing-masing asam dengan variasi konsentrasi HCl (0.01; 0.03; 0.05; 0.1; 0.15; dan 0.2) M pada jenis pendesorpsi. Kemudian menghitung eluat dari hasil proses desorpsi dan mengumpulkan pada wadah dan melanjutkan pada tahap analisa menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

#### F. Karakterisasi Menggunakan FTIR

Pengujian menggunakan instrumen FTIR dilakukan sebanyak 3 kali diantaranya pengujian silika mesopori termodifikasi GPTMS-DMA, silika mesopori termodifikasi yang telah mengandung anion kromat pada proses adsorpsi, silika mesopori termodifikasi yang telah mengandung anion klorida pada proses desorpsi.

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Keuntungan dari proses desorpsi sebagai salah satu teknologi yang ramah lingkungan adalah kemampuan untuk meregenerasi adsorben yang telah digunakan. Regenerasi terdiri dari percobaan adsorpsi dan desorpsi menggunakan metode kolom. Pada metode kolom, adsorbat tertahan dalam kolom untuk waktu yang lebih lama, sehingga metode kolom memiliki efisiensi adsorpsi yang lebih besar dan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan metode batch. Terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses desorpsi diantaranya jenis eluen, dan konsentrasi.

Oleh karena itu penelitian dilakukan dengan mengubah parameter-parameter tersebut sehingga didapatkan keadaan optimum pada setiap parameter yang dapat melepaskan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) secara optimum.

#### A. Adsorpsi Anion Kromat pada Silika Termodifikasi DMA

Pengaruh pH merupakan parameter yang penting pada penyerapan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ). Pengaruh pH sangat diperlukan dikarenakan pada saat pengikatan antara gugus fungsi dengan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) melibatkan proses pertukaran ion  $\text{H}^+$  [8].

Selain itu, konsentrasi juga merupakan parameter yang penting bagi penyerapan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) oleh adsorben karena semakin tinggi jumlah anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dalam larutan sehingga semakin tinggi penyerapan yang terjadi, akan tetapi apabila adsorben telah mencapai titik jenuh maka penyerapan yang terjadi akan cenderung konstan [9].

Pada penelitian yang dilakukan oleh Vivi Chaniasi (2022), dapat diperoleh hasil kondisi optimum pada proses adsorpsi untuk setiap parameter yaitu pH optimum 2 dan konsentrasi optimum 45 ppm. Berdasarkan kondisi optimum yang sudah didapatkan dari penelitian yang telah dilakukan, maka pada penelitian kali ini akan dilakukan adsorpsi silika dengan metode kolom menggunakan kondisi optimum tersebut.

TABEL 1  
ADSORPSI SILIKA DENGAN METODE KOLOM

Konsentrasi Teoritis (mg/L)	Konsentrasi Teradsorpsi (mg/L)	Berat Teradsorpsi (mg)	Kapasitas serapan (mg/g)	Efisiensi (%)
45	44,84	0,4304	0,8609	99,3

Berdasarkan tabel 1 hasil yang didapatkan penyerapan anion kromat pada metode kolom dengan penyerapan sebanyak 0,8609 mg/g dan persentase sebesar 99,3 % dan berat anion kromat yang terserap sebesar 0,4304 mg. Proses adsorpsi ini dilakukan sebanyak tiga kali untuk melihat hasil yang didapatkan konstan.

#### B. Desorpsi Anion Kromat pada Silika Termodifikasi DMA

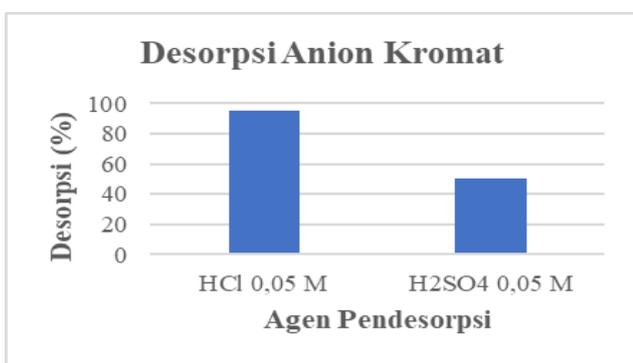
##### 1. Penentuan Jenis Pendesorpsi Anion Kromat

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. Penelitian desorpsi yang dihasilkan untuk anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) menggunakan HCl dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebagai agen desorpsi, masing-masing mungkin dikaitkan dengan interaksi tipe pertukaran ion [10].

TABEL 2  
DESORPSI MENGGUNAKAN HCl DAN  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Konsentrasi Asam (M)	Konsentrasi Akhir Desorpsi (mg/L)	Jumlah Terdesorpsi (mg)	Desorpsi (%)
HCl 0,05	41,874	0,4061	95,3
$\text{H}_2\text{SO}_4$ 0,05	22,298	0,2163	50,2



Gambar 1. Perbandingan Persentase Desorpsi dengan Menggunakan HCl dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Percobaan desorpsi yang terdapat pada gambar 1 menunjukkan bahwa pada HCl 0.05M lebih banyak melepaskan anion kromat yakni sebesar 0,4061 mg dari 0,4257 mg anion kromat yang terserap dengan persentase desorpsi sebesar 95,3% dikarenakan ion  $\text{H}^+$  yang terdapat pada asam klorida (HCl) melakukan pertukaran ion dengan kromat yang telah terserap pada adsorben, sedangkan pada  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.05M hanya dapat melepaskan anion kromat yakni sebesar 0,2163 mg dari 0,4304 mg silika yang terserap dengan persentase desorpsi sebesar 50,2%.

HCl lebih efektif dibandingkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dikarenakan bahwa pada HCl, beberapa gugus organik seperti gugus karbonil, hidroksil dan karboksil yang terdapat pada adsorben lebih banyak mengalami protonasi dan tidak ikut menarik ion yang bermuatan positif jika dibandingkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , sehingga proton ikut menggantikan anion kromat yang terikat, dan anion tersebut akan terlepas ke dalam larutan pendesorpsi [7].

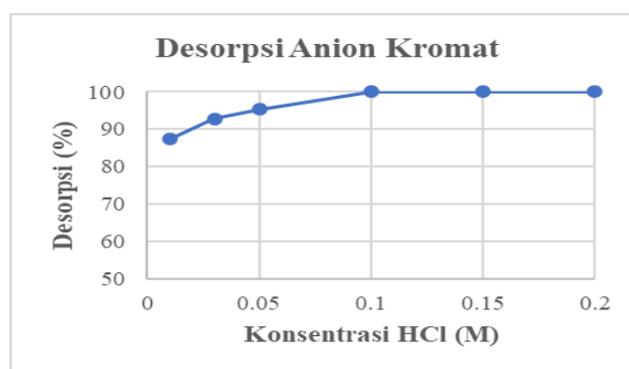
Maka HCl dipilih sebagai agen desorpsi terbaik karena memiliki kemampuan lebih besar dalam melepaskan anion kromat. Hal ini menunjukkan bahwa silika mesopori dapat digunakan kembali secara berulang dalam adsorpsi dan pemulihan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) tanpa kehilangan sifat adsorpsinya secara signifikan.

## 2. Penentuan Konsentrasi Pendesorpsi Anion Kromat

Penentuan konsentrasi larutan HCl untuk mendesorpsi kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dilakukan dengan memvariasi konsentrasi larutan HCl yaitu 0,01; 0,03; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2 M.

TABEL 3  
VARIASI KONSENTRASI AGEN PENDESORPSI

Konsentrasi HCl (M)	Jumlah Terdesorpsi (mg)	Desorpsi (%)
0,01	0,3747	87,4
0,03	0,3915	92,8
0,05	0,4061	95,3
0,1	0,4287	100
0,15	0,4287	100
0,2	0,4287	100



Gambar 2. Grafik Variasi Konsentrasi HCl sebagai Agen Pendesorpsi

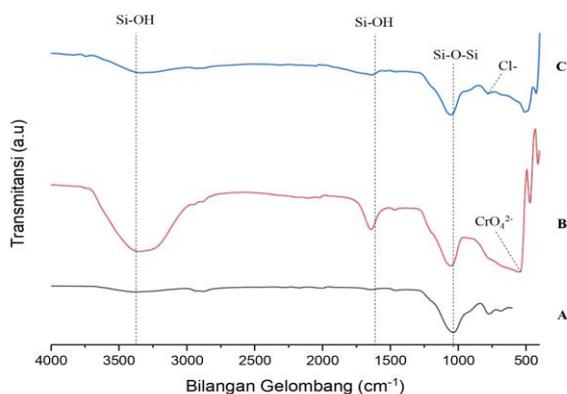
Meningkatnya konsentrasi HCl berbanding lurus dengan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) yang terlepas pada adsorben silika mesopori. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada konsentrasi larutan HCl 0,01 – 0,05 M terjadi peningkatan persentase desorpsi anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ). Pada konsentrasi 0,1 – 0,2 M persentase desorpsi dari anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) cenderung konstan karena proses desorpsi telah mencapai keadaan setimbang sehingga anion yang terdapat pada silika telah terlepas sepenuhnya.

Dikarenakan persentase desorpsi dari anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) pada konsentrasi larutan HCl 0,1 M ini tidak berbeda nyata dengan konsentrasi larutan HCl 0,15 M dan 0,2 M, maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi larutan HCl 0,1 M adalah kondisi optimum untuk melepaskan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ).

Pada konsentrasi HCl 0,01 M anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) yang terlepas cukup rendah yakni hanya dapat melepaskan anion kromat yakni sebesar 0,3747 mg dari 0,4287 mg silika yang terserap dengan persentase desorpsi sebesar 87,4%. Hal ini terjadi karena interaksi elektrostatis melemah ketika konsentrasi larutan pendesorpsi yang rendah. Dengan meningkatnya konsentrasi larutan pendesorpsi, jumlah  $\text{H}^+$  atau proton dari HCl juga meningkat, dan anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) yang terikat pada silika mesopori terlepas, sehingga persen desorpsi juga dapat semakin meningkat.

### C. Karakterisasi Menggunakan FTIR

Spektrum silika mesopori-GPTMS-DMA, silika mesopori-GPTMS-DMA-anion kromat, dan silika termodifikasi DMA-desorpsi HCl masing-masing antara 500-4000  $\text{cm}^{-1}$  seperti pada gambar 3 berikut ini.



Gambar 3. Spektrum FTIR Silika Mesopori-GPTMS-DMA (A) Silika Mesopori-GPTMS-DMA-Anion Kromat (B) Silika Termodifikasi DMA-Desorpsi HCl (C)

Getaran disekitar 773,55  $\text{cm}^{-1}$  pada karakterisasi FTIR silika mesopori termodifikasi menunjukkan adanya kelompok C-H, hasil ini menginformasi bahwa gugus propil dari GPTMS berhasil diikat dipermukaan silika. Maka didalam sampel terdapat gugus -OH (gugus hidroksil) yang menunjukkan adanya ikatan  $\equiv\text{Si-OH}$  (gugus silanol). Pada puncak 1036,68  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$  (gugus siloksan) yang terdapat pada silika. Adanya gugus  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$  (gugus siloksan) diperkuat adanya puncak pada bilangan gelombang 689,96  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\equiv\text{Si-O}$ . Getaran disekitar 3368,43  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya kelompok N-H, hasil ini mengkonfirmasi bahwa DMA berhasil diikat pada permukaan silika.

Setelah dilakukannya pengontakan terhadap silika termodifikasi DMA dengan anion kromat terdapat getaran 1051,32  $\text{cm}^{-1}$  menandakan bahwa silika termodifikasi DMA dikontakkan dengan kromat masih terdapat gugus Si-O-Si juga pada getaran 542,18  $\text{cm}^{-1}$  terdapat gugus Si-O. Hal tersebut dapat dinyatakan bahwa saat silika termodifikasi DMA dilakukan adsorpsi terhadap anion kromat, kandungan silikanya tidak hilang dan pengontakan terhadap anionnya berhasil dilakukan.

Pada proses desorpsi menggunakan agen pendesorpsi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  tidak terjadi pertukaran terbentuk puncak baru yang menandakan tidak terjadinya atau terjadi sedikit pertukaran ion antara ion kromat dan ion sulfat pada permukaan silika. Dibuktikan dengan pada bilangan gelombang 1130  $\text{cm}^{-1}$  tidak terdapat puncak dari sulfat itu sendiri, dan hanya sedikit terjadi pergeseran pada bilangan gelombang 1050,72  $\text{cm}^{-1}$  yang menandakan anion kromat masih terdapat pada adsorben, sehingga penggunaan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebagai agen pendesorpsi kurang baik.

Sedangkan proses desorpsi menggunakan agen pendesorpsi HCl, terdapat puncak baru pada daerah bilangan gelombang 777,32  $\text{cm}^{-1}$  yang menandakan anion kromat yang

terdapat pada adsorben dalam proses adsorpsi sudah tergantikan sepenuhnya oleh anion  $\text{Cl}^-$  dari larutan pendesorpsi sehingga anion kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dapat lepas dan  $\text{Cl}^-$  akan berikatan dengan silika mesopori.

### IV. KESIMPULAN

Kesimpulan dari penelitian ini, yaitu:

- 1) Jenis pendesorpsi pada desorpsi anion kromat menggunakan 10 ml HCl 0,05 M lebih banyak melepaskan anion kromat yakni sebanyak 0,4061 mg dengan persentase desorpsi sebesar 95,3% sedangkan menggunakan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 M sebanyak 0,2163 mg dengan persentase desorpsi sebesar 50,2%.
- 2) 10 ml HCl sebagai agen pendesorpsi anion kromat dengan konsentrasi optimum 0,1 M dapat melepaskan sebanyak 0,4287 mg anion kromat dengan persentase desorpsi sebesar 100%.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang yang telah mengizinkan dan memberikan fasilitas Laboratorium Kimia dalam penyelesaian penelitian ini.

### REFERENSI

- [1] I. Syaughiah, M. Amalia, H. A. Kartini, "Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengaduk pada Proses Adsorpsi Limbah Logam Berat dengan Arang Aktif," *Info Teknik*, 12(1), 11–20, 2011.
- [2] V. R. Elias, M. I. Olivia, E. G. Vaschetto, S. E. Urreta, G. A. Eimer, and S. P. Silveti, "Magnetic Properties of Iron Loaded MCM-48 Molecular Sieves," *J. Magn. Magn. Mater.*, 322: 3438-3442, 2010.
- [3] N. Saman, N. A. A. Kamal, J. W. P. Lye, and H. Mat, "Synthesis and characterization of CTAB-silica nanocapsules and its adsorption behavior towards Pd(II) ions in aqueous solution," *Advanced Powder Technology*, 31(8), 3205–3214, 2020, doi: 10.1016/j.apt.2020.06.007.
- [4] M. Czaun, A. Goepfert, R. B. May, D. Peltier, H. Zhang, G. K. S. Prakash, and G. A. Olah, "Organoamines-grafted on nano-sized silica for carbon dioxide capture," *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*, 1, 1–7, 2013, doi: 10.1016/j.jcou.2013.03.007.
- [5] J. Kotas, Z. Stasicka, "Chromium Occurrence In The Environment And Methods Of Its Speciation," *Environmental Pollution. Elsevier. Amsterdam*, pp 263, 2000.
- [6] S. R. Fuadah, M. Rahmayanti, "Adsorpsi-Desorpsi Zat Warna Naftol Blue Black Menggunakan Adsorben Humin Hasil Isolasi Tanah Gambut Riau, Sumatera," *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 4(02), 59– 67, 2019, doi: 10.23960/aec.v4.i2.2019.p59-67.
- [7] D. Wankasi, M. Horsfall, M. Jnr., and A. I. Spiff, "Desorption Of  $\text{Pb}^{2+}$  and  $\text{Cu}^{2+}$  from Nipa Palm (*Nypa Fruticans* Wurmb) Biomass," *Journal of Biotechnology*, Vol. 4 (9), 923- 927, 2006.
- [8] I. Kresnawaty, and Tri-panji, "Biosorpsi logam Zn oleh biomassa *Saccharomyces cerevisiae*," 2(75 : 80 - 92), 2007.
- [9] P. R. Wulandari, "Biosorpsi Ion Seng (II) Oleh Serbuk Akar Enecek Gondok (*Eichhornia crassipes*) Termobilisasi pada kalsium alginat," 1(3), 2016.
- [10] A. Rotimi, G. Okeoghene, "Sorption and desorption studies on toxic metals from brewery effluent using eggshell as adsorbent.," *Adv Nat Sci.*, 7(2):15–24, 2014, doi: 10.3968/5394.