

UJI KONDISI OPTIMUM DESORPSI ANION FOSFAT (PO_4^{3-}) DENGAN SILIKA GEL TERMODIFIKASI DIMETILAMINA

TEST CONDITIONS OF OPTIMUM PHOSPHATE ANION DESORPTION (PO_4^{3-}) WITH DIMETHYLAMINE-MODIFIED SILICA GEL

Dinda Yunisya, Budhi Oktavia*

Universitas Negeri Padang, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Departemen Kimia
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia

*Corresponding author: budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

ABSTRAK

Salah satu metode untuk memisahkan anion fosfat adalah adsorpsi. Adsorben yang memiliki banyak minat adalah silika gel. Silika gel telah berhasil dimodifikasi menggunakan dimetilamina sehingga menghasilkan gugus aktif amina yang dapat mengikat anion fosfat. Gugus aktif yang dihasilkan tersebut mampu digunakan sebagai pemisah atau penukar ion. Untuk mengetahui kemampuan dari silika gel termodifikasi dimetilamina tersebut, maka dapat dilakukan desorpsi dengan metoda kolom. Dalam proses desorpsi, eluen yang digunakan yaitu HCl dan H_2SO_4 . Tujuan penelitian ini adalah menentukan jenis eluen dan konsentrasi optimum eluen dalam mendesorpsi anion fosfat dari silika gel termodifikasi DMA. Berdasarkan hasil penelitian jenis eluen yang didapatkan dari hasil desorpsi anion fosfat adalah H_2SO_4 . Konsentrasi H_2SO_4 di variasikan yaitu 0,03 M, 0,05 M, 0,1 M, 0,15 M, 0,2 M, 0,25 M dan 0,3 M. Konsentrasi optimum asam sulfat yang didapatkan adalah 0,2 M dengan jumlah terdesorpsi 0,021049 mg yang memiliki persen desorpsi 81,51%.

Kata kunci: anion fosfat; silika gel termodifikasi dimetilamina; adsorpsi; desorpsi.

ABSTRACT

One method for separating phosphate anions is adsorption. The adsorbent of great interest is silica gel. Silica gel has been successfully modified using dimethylamine to produce an active amine group that can bind phosphate anions. The resulting active group can be used as a separator or ion exchanger. To determine the ability of the dimethylamine-modified silica gel, desorption can be carried out using the column method. In the desorption process, the eluents used are HCl and H_2SO_4 . The purpose of this study was to determine the type of eluent and the optimum concentration of eluent in the desorption of phosphate anions from dimethylamine-modified silica gel. Based on the research results, the type of eluent obtained from the desorption of phosphate anion is H_2SO_4 . The concentration of H_2SO_4 was varied, namely 0.03 M, 0.05 M, 0.1 M, 0.15 M, 0.2 M, 0.25 M and 0.3 M. The optimum concentration of sulfuric acid obtained was 0.2 M with a desorption amount of 0.021049 mg which has a desorption percentage of 81.51%.

Keywords: phosphate anion; dimethylamine-modified silica gel; adsorption; desorption.

1. PENDAHULUAN

Salah satu metoda yang digunakan untuk pemisahan anion fosfat adalah dengan metode adsorpsi (Lin et al., 2017). Adsorben yang banyak minat salah satunya adalah silika gel. Pada penelitian Sefriani & Oktavia (2021) silika gel berhasil di modifikasi dengan senyawa dimetilamina dan dapat dijadikan sebagai adsorben untuk adsorpsi anion fosfat. Silika gel hasil modifikasi dengan dimetilamina (DMA) terdapat gugus aktif amina yang dapat mengikat anion fosfat pada proses adsorpsi (Kardi et al., 2019). Gugus aktif yang dihasilkan pada silika gel modifikasi ini juga dapat mampu digunakan sebagai pemisah atau penukar ion (Sulastri & Kristianingrum, 2010). Berdasarkan hal tersebut silika gel termodifikasi DMA memiliki potensi sebagai penukar ion sehingga dapat dilakukan desorpsi (Hasni et al., 2020).

Pada proses desorpsi, pemilihan eluen perlu dilakukan. Keseluruhan proses pemisahan antara adsorbat dengan adsorben tergantung pada jenis eluen. Eluen ini dapat membawa analit melalui pemisahan dengan metode kromatografi. Sifat umum dari eluen adalah kompatibel dengan adsorbat dan adsorben, mudah memutuskan adsorbat dari adsorben, pH eluen, kemampuan pengompleksan dan kandungan pengubah organik. Beberapa parameter eluen pada proses desorpsi seperti jenis eluen, konsentrasi eluen, jenis desorpsi (batch atau kolom), volume dan pH eluen (Patel, 2021).

Eluen yang digunakan pada penelitian ini adalah bersifat asam yaitu HCl dan H₂SO₄. Menurut Wankasi et al. (2005) menegaskan bahwa larutan asam merupakan larutan desorpsi terbaik untuk desorpsi anion. Berbagai jenis asam dapat mengakibatkan terjadinya pH semakin rendah sehingga mampu mendesorpsi anion. Persaingan antara proton dari asam dengan anion target yang terikat pada adsorben dapat terjadi pada proses desorpsi anion tersebut. (Aldor et al., 1995).

Metode yang digunakan pada penelitian adalah metoda kolom. Metoda kolom merupakan proses ketika larutan dilewatkan pada adsorben dan memberikan adsorpsi secara optimal hingga kondisi jenuh. Kelebihan dari metoda ini adalah sistemnya yang dinamis yang bisa digunakan pada pengolahan limbah industri (Putri et al., 2019). Adsorpsi dengan metoda kolom menggunakan adsorben silika gel termodifikasi DMA belum pernah dilakukan. Metode kolom ini dapat digunakan karena silika gel termodifikasi DMA ini yang cocok digunakan sebagai penukar ion dengan proses pertukaran ion.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini dilakukan adsorpsi dan desorpsi menggunakan metoda kolom.

2.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan selama 6 bulan di Universitas Negeri Padang.

2.3 Target/Subjek Penelitian

Varibel penelitian:

- Variabel kontrol
 - Silika gel termodifikasi DMA yang telah mengadsorpsi anion fosfat
 - Volume pelarut
- Variabel bebas
 - Jenis eluen pendesorpsi
 - Konsentrasi eluen pendesorpsi,
- Variabel terikat
 - Jumlah anion fosfat yang terdesorpsi pada silika gel termodifikasi DMA

2.4 Prosedur

- **Modifikasi Silika Gel dengan Dimetilamina (DMA)**
Menimbang silika gel sebanyak 25 gram dan menambahkan 25 mL GPTMS serta 87,5 mL toluena. Memanaskan pada suhu 90° C selama 24 jam. Mencuci campuran dengan metanol. Menimbang 23 gram silika gel yang telah ditambahkan GPTMS, kemudian menambahkan 11,5 mL DMA yang telah dilarutkan dengan 11,5 mL etanol (1:1 v/v). Memanaskan larutan pada suhu 70°C sambil diaduk selama 24 jam dan mencuci dengan 12,5 mL metanol. Melakukan Karakterisasi dengan FTIR (Sefriani & Oktavia, 2021).
- **Adsorpsi Anion Fosfat**
Menimbang 0,5 gram silika gel termodifikasi DMA dan memasukkan ke dalam kolom, lalu mengalirkan anion fosfat sebanyak 10 mL dengan pH optimum 7 dan konsentrasi 3 ppm pada kolom tersebut sehingga didapatkan adsorben yang telah mengandung anion fosfat, kemudian fosfat diukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 891 nm. Anion fosfat akan terserap pada silika gel termodifikasi DMA yang terdapat pada kolom yang selanjutnya akan digunakan pada proses desorpsi. Adsorben yang telah menyerap anion fosfat di karakterisasi dengan FTIR.
- **Penentuan Jenis Eluen Pendesorpsi Anion Fosfat**
Memasukkan 10 mL larutan HCl yang berfungsi sebagai reagen pendesorpsi anion fosfat dengan konsentrasi 0,1 M ke dalam kolom yang berisi 0,5 gram silika gel termodifikasi DMA sebagai fasa diam. Eluat yang diperoleh diukur konsentrasinya menggunakan spektrofotometer. Prosedur ini berlaku untuk eluen H₂SO₄ dengan volume dan konsentrasi yang sama.
- **Penentuan Konsentrasi Optimum Pendesorpsi Anion Fosfat**
Memasukkan 10 mL pendesorpsi dengan variasi konsentrasi 0,05 M, 0,1 M, 0,15 M, 0,2 M, 0,25 M dan 0,3 M pada kolom yang berisi 0,5 gram silika gel termodifikasi DMA. Kemudian eluat yang diperoleh diukur menggunakan spektrofotometer.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Adsorpsi Anion Fosfat

Proses adsorpsi dengan metoda kolom ini dilewatkan larutan yang mengandung molekul tertentu, sehingga molekul tersebut akan terlepas dari larutan dan menempel pada permukaan adsorben akibat reaksi kimia dan fisika (Maregianti et al., 2021). Konsentrasi teoritis anion fosfat yang digunakan adalah 3 mg/L dan dengan pH 6-7. Jumlah teradsorpsinya anion fosfat pada permukaan silika gel termodifikasi DMA disajikan pada tabel berikut.

Tabel 1. Jumlah fosfat yang teradsorpsi pada silika gel termodifikasi DMA

Konsentrasi Teoritis	Konsentrasi Sebelum Adsorpsi (mg/L)	Konsentrasi Filtrat Adsorpsi (mg/L)	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)	Jumlah Teradsorpsi (mg)	Efisiensi Adsorpsi (%)
3 ppm	3,3	0,68	0,052808	0,026404	79,39
	3,3	0,88	0,048576	0,024288	73,33
	2,5	0,625	0,03886	0,01943	76,39
	2,9	0,65	0,04526	0,02263	77,58
	3,3	0,74	0,051644	0,025822	77,57
	2,9	0,65	0,04513	0,022565	77,58
	3,3	0,74	0,051496	0,025748	77,57
				Rata-rata	± 0,023841

Adsorpsi anion fosfat dilakukan dengan kondisi pH netral atau pH 6-7. Pada pH netral tersebut memungkinkan terjadinya ikatan elektrostatis antara fosfat dengan muatan positif pada permukaan adsorben. Berdasarkan table 1, jumlah anion fosfat yang teradsorpsi rata-rata adalah 0,023841 mg dengan persen adsorpsi $\pm 77,05\%$.

3.2 Desorpsi Anion Fosfat

Pada proses pertukaran ion, langkah pengerjaan setelah adsorpsi yaitu desorpsi. Pemilihan jenis eluen merupakan faktor awal yang mempengaruhi desorpsi. Dalam proses desorpsi pada penelitian ini digunakan dua jenis eluen asam yaitu HCl dan H₂SO₄.

Tabel 2. Jenis Eluen Pendesorpsi Anion Fosfat

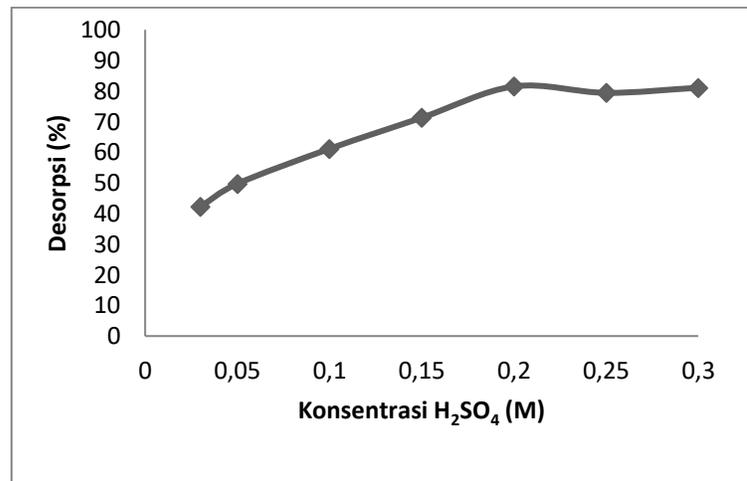
Jenis Asam	Jumlah Fosfat Teradsorpsi (mg)	Konsentrasi Desorpsi (mg/L)	Jumlah Fosfat Terdesorpsi (mg)	Desorpsi (%)
HCl	0,01964	1,2	0,01182	60,18
H ₂ SO ₄	0,01943	1,2	0,01188	61,14

Berdasarkan pada tabel diatas dapat dilihat bahwa pelepasan kembali ion target (PO₄³⁻) yang telah diadsorpsi (desorpsi) dari silika gel termodifikasi DMA secara elektrostatis dengan gugus aktif amina dapat ditukarkan dengan pertukaran ion antara ion sulfat SO₄²⁻ dari asam sulfat dan ion Cl⁻ dari asam klorida. Pada penentuan jenis pendesorpsi ini digunakan masing-masing konsentrasi asam yaitu 0,1 M. Pada hasil tersebut dapat dilihat pada persen fosfat yang terdesorpsi adalah 60,18% oleh HCl dan 61,14% oleh H₂SO₄. H₂SO₄ dapat dipilih sebagai agen pendesorpsi fosfat. Hal ini disebabkan karena H₂SO₄ 0,1 M memiliki pH yang lebih kecil dibandingkan dengan HCl 0,1 M, dimana H₂SO₄ yaitu 0,69 dan HCl yaitu 1. Pada proses desorpsi, pH eluen merupakan parameter penting pada menentukan efisiensi desorpsi (Patel, 2021).

Setelah didapatkan jenis eluen yang digunakan sebagai pendesorpsi anion fosfat yaitu H₂SO₄ maka selanjutnya dilakukan variasi konsentrasi dari H₂SO₄ untuk melihat konsentrasi optimumnya dalam desorpsi anion fosfat.

Tabel 3. Variasi Konsentrasi H₂SO₄ pada Desorpsi Anion Fosfat

Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M)	Jumlah Fosfat Teradsorpsi (mg)	Konsentrasi Desorpsi (mg/L)	Jumlah Fosfat Terdesorpsi (mg)	Desorpsi (%)
0,03	0,026404	1,15	0,011155	42,24
0,05	0,024288	1,2	0,012078	49,72
0,1	0,01943	1,2	0,01188	61,14
0,15	0,02263	1,63	0,016137	71,30
0,2	0,025822	2,17	0,021049	81,51
0,25	0,022565	1,81	0,017919	79,41
0,3	0,025748	2,13	0,020874	81,07

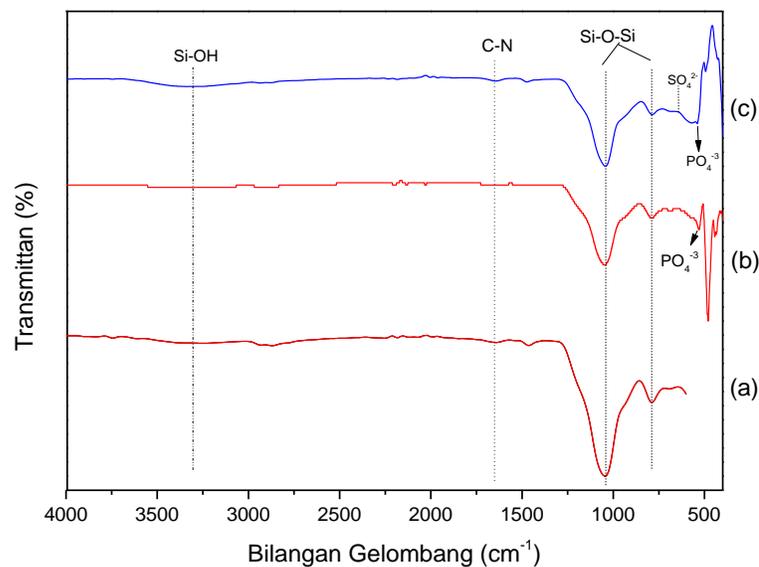


Gambar 1. Hubungan Variasi Konsentrasi Eluen dengan Persen Desorpsi

Berdasarkan hasil dilihat bahwa semakin meningkatnya konsentrasi asam sulfat maka jumlah fosfat yang terdesorpsi semakin banyak sehingga persen desorpsi semakin besar. Berdasarkan kurva didapatkan konsentrasi optimum sulfat untuk mendesorpsi fosfat adalah 0,2 M yaitu sebesar 81,51%. Pada konsentrasi 0,25 M hingga 0,3 M tidak mengalami peningkatan persen desorpsi yang signifikan. Hal ini terjadi kemungkinan anion fosfat tidak dapat di desorpsi lagi dengan konsentrasi tersebut. Menurut (Patel, 2021) Konsentrasi eluen merupakan salah satu parameter eluen yang mempengaruhi desorpsi yang dimana apabila konsentrasi terlalu tinggi maka akan menyebabkan rusaknya struktur adsorben sehingga sulit terjadinya pertukaran ion antara sulfat dan fosfat yang telah terikat dengan adsorben.

3.3 Karakterisasi dengan FTIR (Fourier Transform Infra Red)

Pada penelitian ini sampel yang diukur dengan FTIR sehingga didapatkan angka gelombang antara 4000 hingga 400 cm^{-1} . Hasil Pengukuran spectrum FTIR dapat dilihat pada gambar berikut.



Gambar 2. Spektrum FTIR (a) Silika Gel termodifikasi DMA (b) Silika Teradsorpsi Fosfat (c) Silika Terdesorpsi Sulfat

Berdasarkan gambar diatas, terlihat spektrum silika gel termodifikasi DMA, silika-DMA teradsorpsi fosfat, dan silika-DMA terdesorpsi sulfat masing-masing antara 4000-400 cm^{-1} . Spektra menunjukkan terdapat getaran O-H dari $\equiv\text{Si-OH}$ yang muncul pada bilangan gelombang 2870,10 cm^{-1} , 3304 cm^{-1} dan 3338,78 cm^{-1} dan terdapat getaran $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ simetris pada bilangan gelombang 1045,8 cm^{-1} , 1460,72 cm^{-1} , 1042,81 cm^{-1} serta getaran $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ asimetris pada bilangan gelombang 788,48 cm^{-1} , 790 cm^{-1} dan 786,93 cm^{-1} . Selain itu getaran $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ bending pada bilangan gelombang 479,12 cm^{-1} (Fidalgo & Ilharco, 2001). Pada bilangan gelombang 1643-1473 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-N (Dompeipen EJ, 2017). Adsorpsi anion fosfat pada silika termodifikasi DMA dapat dilihat pada bilangan gelombang 530,08 cm^{-1} , 539,47 cm^{-1} (Selvia et al., 2012). Desorpsi dengan ion sulfat menunjukkan munculnya bilangan gelombang 636,53 cm^{-1} (Ramaswamy et al., 2005).

4. SIMPULAN DAN SARAN

4.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa jenis eluen pendesorpsi anion fosfat adalah H_2SO_4 yang memiliki jumlah terdesorpsi 0,01188 mg dengan persen desorpsi 61,14 % dan konsentrasi optimum H_2SO_4 didapatkan 0,2 M dengan jumlah terdesorpsi 0,021049 mg dengan persen desorpsi 81,51 %.

4.2 Saran

Saran untuk peneliti selanjutnya adalah menggunakan jenis eluen pendesorpsi selain asam klorida dan asam sulfat untuk desorpsi anion fosfat.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Aldor, I., Fourest, E., & Volesky, B. (1995). Desorption of cadmium from algal biosorbent. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 73(4), 516–522.
- Dompeipen EJ. (2017). Isolasi dan identifikasi kitin dan kitosan dari kulit udang Windu (*Penaeus monodon*) dengan spektroskopi inframerah. *Majalah Biam*, 13(1), 31–41.
- Fidalgo, A., & Ilharco, L. M. (2001). The defect structure of sol-gel-derived silica/polytetrahydrofuran hybrid films by FTIR. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 283(1–3), 144–154.
- Hasni, H., Yani, S., Aladin, A., & Septiani, M. (2020). Kesenjangan Proses Desorpsi Amonia Dari Arang Aktif Hasil Pirolisis Limbah Biomassa. *Al Ulum Jurnal Sains Dan Teknologi*, 5(2), 48.
- Kardi, R. P., Etika, B., Sanjaya, H., & Oktavia, B. (2019). Characterization Of Monolithic Column Methacrylate Polymer Based Modified by Diethylamine and Dimethylamine. *International Journal of Scientific Research and Engineering Development*, 2.
- Lin, J., Zhan, Y., Wang, H., Chu, M., Wang, C., He, Y., & Wang, X. (2017). Effect of calcium ion on phosphate adsorption onto hydrous zirconium oxide. *Chemical Engineering Journal*, 309, 118–129.
- Maregianti, M., Wardani, G. A., & Wulandari, W. T. (2021). Adsorpsi Senyawa Antibiotik Tetrasiklin Hidrolirida Menggunakan Limbah Serbuk Gergaji dengan Metode Kolom. *September*, 115–121.
- Patel, H. (2021). Review on solvent desorption study from exhausted adsorbent. *Journal of Saudi Chemical Society*, 25(8), 101302.
- Putri, S. A., Asnawati, A., & Indarti, D. (2019). Optimalisasi Adsorpsi Zat Warna Rhodamin B Pada Hemiselulosa Dalam Sistem Dinamis. *Berkala Sainstek*, 7(1), 1.
- Ramaswamy, S., Rajaram, R. K., & Ramakrishnan, V. (2005). Vibrational spectra of bis(L-ornithinium) chloride nitrate sulfate. *Journal of Raman Spectroscopy*, 36(1), 12–17.
- Sefriani, R., & Oktavia, B. (2021). Modification of natural silica using dimethylamine and the application

- as a phosphate ion absorption. *Journal of Physics: Conference Series*, 1788(1).
- Selvia, N., Dahlan, K., & Dewi, S. U. (2012). Sintesis dan Karakterisasi β -Tricalcium Phosphate Berbasis Cangkang Kerang Ranga Pada Variasi Suhu Sintering. *Jurnal Biofisika*, 8(1), 42–53.
- Sulastri, S., & Kristianingrum, S. (2010). Berbagai Macam Senyawa Silika : Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan Dan Penerapan MIPA*, 211–216.
- Wankasi, D., Horsfall, M., & Spiff, A. I. (2005). Desorption of Pb^{2+} and Cu^{2+} from Nipa palm (*Nypa fruticans* Wurm) biomass. *African Journal of Biotechnology*, 4(9), 923–927.