

ANALISIS ION NITRIT (NO_2^-) PADA APLIKASI SILIKA GEL TERMODIFIKASI GPTMS-DMA SECARA KROMATOGRAFI

Analysis of Nitrite Ions (NO_2^-) Using GPTMS-DMA-Modified Silica Gel Application by Chromatography

Isra Hayati & Budhi Oktavia

Universitas Negeri Padang

hayatiisra07@gmail.com; budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

Article Info:

Submitted: Revised: Accepted: Published:

Aug 20, 2025 Sep 14, 2025 Sep 26, 2025 Oct 1, 2025

Abstract

The limited research on the use of modified silica gel as a stationary phase in ion chromatography forms the basis of this study, particularly for the analysis of nitrite ions (NO_2^-), which are toxic and pose risks to both human health and the environment. This study aims to apply glycidoxypyltrimethoxysilane–dimethylamine (GPTMS–DMA) modified silica gel as a stationary phase in the analysis of nitrite ions. A quantitative experimental method was used, employing nitrite ion samples at concentrations of 100 ppm, 200 ppm, and 300 ppm. The analysis was conducted using a High Performance Liquid Chromatography (HPLC) system equipped with a UV detector and carbonate-based eluents consisting of Na_2CO_3 and NaHCO_3 at concentrations of 0.1 M, 0.05 M, and 0.01 M. The results showed that 0.1 M Na_2CO_3 produced the sharpest chromatogram peaks, highest intensity, and the most stable baseline. The resulting regression equation was $y = 0.0093x + 0.1533$ with a determination coefficient $R^2 = 0.9939$, indicating excellent linearity. The Limit of Detection (LOD) was 33.47 ppm, and the Limit of Quantification (LOQ) was 111.56 ppm, demonstrating adequate sensitivity. The study concludes that GPTMS–DMA

silica gel effectively enhances the sensitivity and selectivity of nitrite ion analysis and shows strong potential for further development in the analysis of other inorganic ions.

Keywords: GPTMS–DMA Silica Gel; Nitrite Ion; Ion Chromatography; HPLC; Carbonate Eluent.

Abstrak: Terbatasnya studi mengenai pemanfaatan silika gel termodifikasi sebagai fase diam dalam kromatografi ion menjadi latar belakang penelitian ini, khususnya untuk analisis ion nitrit (NO_2^-) yang bersifat toksik dan berisiko terhadap kesehatan serta lingkungan. Penelitian ini bertujuan mengaplikasikan silika gel termodifikasi *glycidoxypyltrimethoxysilane–dimetilamina* (GPTMS–DMA) sebagai fase diam dalam analisis ion nitrit. Metode yang digunakan bersifat eksperimental kuantitatif dengan menggunakan sampel ion nitrit berkonsentrasi 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm. Analisis dilakukan dengan sistem *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) menggunakan detektor UV dan eluen Na_2CO_3 dan NaHCO_3 pada konsentrasi 0,1 M, 0,05 M, dan 0,01 M. Hasil penelitian menunjukkan bahwa eluen Na_2CO_3 0,1 M menghasilkan puncak kromatogram paling tajam, intensitas tinggi, dan *baseline* stabil. Persamaan regresi yang diperoleh adalah $y = 0,0093x + 0,1533$ dengan koefisien determinasi $R^2 = 0,9939$, menunjukkan linearitas yang sangat baik. Nilai *Limit of Detection* (LOD) sebesar 33,47 ppm dan *Limit of Quantification* (LOQ) sebesar 111,56 ppm menunjukkan sensitivitas yang memadai. Simpulan dari penelitian ini adalah bahwa silika GPTMS–DMA efektif meningkatkan sensitivitas dan selektivitas analisis ion nitrit, serta memiliki potensi untuk dikembangkan lebih lanjut dalam analisis ion anorganik lainnya.

Kata Kunci: Silika Gel–GPTMS–DMA; Ion Nitrit; Kromatografi Ion; HPLC; Eluen Karbonat.

PENDAHULUAN

Silika (SiO_2) merupakan material anorganik dengan luas permukaan spesifik tinggi, kestabilan kimia baik, dan distribusi pori yang dapat dimodifikasi, menjadikannya bahan populer dalam pemisahan kromatografi (Croissant et al., 2020). Silika memiliki sifat fisik yang meliputi stabilitas termal tinggi, kekerasan, dan ketahanan terhadap zat kimia. Sifat ini sangat dipengaruhi oleh struktur kristal dan ukuran partikelnya. Pada tingkat nanometer, silika mampu berfungsi sebagai bahan penyerap yang sangat baik karena luas permukaan yang tinggi dan sifat reaktif pada permukaannya (Mousavi & Fini, 2020).

Gugus silanol ($-\text{SiOH}$) pada permukaan silika memungkinkan interaksi dengan molekul lain, tetapi interaksi elektrostatik terhadap anion seperti NO_2^- masih lemah karena sifat netral Permukaan (Gierada et al., 2019). Gugus hidroksil atau silanol (Si-OH) pada permukaan silika adalah bagian penting dari sifat kimia silika, yang mempengaruhi interaksi permukaan dengan molekul lain. Gugus hidroksil ini memainkan peran penting dalam sifat

adsorpsi dan reaktivitas silika, menjadikannya penting dalam aplikasi seperti katalisis dan adsorpsi polutan (Cheng et al., 2020).

Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi dan selektivitas terhadap anion, modifikasi permukaan diperlukan. Salah satu pendekatan efektif adalah penggunaan organosilana seperti *glycidoxypopyltrimethoxysilane* (GPTMS) sebagai agen penghubung, yang kemudian dimodifikasi dengan amina sekunder seperti dimetilamina (DMA). Gugus epoksi pada GPTMS mampu bereaksi dengan gugus amina, membentuk ikatan kovalen yang stabil, sementara muatan positif pada amonium kuarterner hasil reaksi meningkatkan interaksi elektrostatik dengan anion target (Arianti & Oktavia, 2021).

Ion nitrit (NO_2^-) menjadi fokus penelitian ini karena merupakan kontaminan berbahaya di lingkungan perairan, berasal dari aktivitas industri, pertanian, dan proses alami reduksi nitrat. Paparan berlebih dapat menyebabkan methemoglobinemia dan masalah kesehatan lainnya (Awual et al., 2019). Ion NO_2^- juga ditemukan sebagai kontaminan dalam air minum dan lingkungan, sehingga metode analitik yang efisien, seperti kromatografi ion menggunakan fase diam berbasis silika termodifikasi, sangat dibutuhkan (Azizah et al., 2024). Konsentrasi nitrit yang tinggi dapat menimbulkan dampak negatif terhadap kesehatan dan ekosistem, sehingga diperlukan metode analisis yang cepat, sensitif, dan selektif (Chuprynnina et al., 2021). Fase diam berbasis silika gel GPTMS-DMA menawarkan solusi untuk meningkatkan deteksi ion ini dengan menggunakan kromatografi ion

Kromatografi ion salah satu teknik analisis yang sangat penting dalam pemisahan dan pengukuran ion-ion dalam berbagai sampel, termasuk ion nitrit (NO_2^-). Pemisahan yang efisien dari ion NO_2^- sangat diperlukan untuk mendapatkan hasil analisis yang akurat dan dapat diandalkan (Derayea & Ahmed, 2019). Kromatografi ion dipilih karena kemampuannya memisahkan dan mendeteksi ion secara simultan dengan sensitivitas tinggi (Vasheghani Farahani et al., 2024). Eluen Na_2CO_3 dan NaHCO_3 digunakan karena kestabilan pH, keamanan, serta kemampuan memisahkan berbagai anion dengan resolusi tinggi (Amin, 2020).

METODE

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Instrumen yang digunakan yaitu Spektrofotometer UV DRS,

FTIR, dan HPLC dengan detector UV. Bahan yang dipakai yaitu Silika gel, GPTMS (*Glycidoxypolytrimethoxysilane*), DMA (*Dimethylamine*), Toulana, Metanol, Etanol, NaNO_2 , Na_2CO_3 , dan NaHCO_3 . Penelitian ini memfokuskan pada aplikasi silika gel GPTMS-DMA sebagai fase diam dalam analisis ion nitrit menggunakan kromatografi.

Sintesis Silika gel GPTMS-DMA

Timbang 25 gram silika, tambahkan 25 mL GPTMS dan 87,5 mL toluena, kemudian stirer dengan suhu 90°C selama 24 jam. Lalu dibilas dengan 12,5 mL metanol. Kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 65°C selama 2 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan instrumen FTIR (Nahari et al., 2022).

Timbang 23 gram silika gel-GPTMS 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 (Nahari et al., 2022). Selanjutnya, silika gel-GPTMS termodifikasi DMA dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen FTIR (Nahari et al., 2022).

Penentuan Panjang Gelombang Ion Nitrit

Larutan ion nitrit dengan konsentrasi 300 ppm diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis yang ada di laboratorium instrumen kimia Universitas Negeri Padang.

Pembuatan Kolom

Kolom yang digunakan yaitu kolom stainless steel dengan ukuran panjang 15 cm dan diameter 0,9 cm, lalu diisi dengan resin silika gel termodifikasi GPTMS-DMA. Sebelum pengisian, kolom harus dibersihkan untuk menghilangkan kotoran dan memastikan tidak ada penyumbatan agar tidak mempengaruhi proses pengujian. Resin atau fase diam yang dipakai dalam bentuk bubuk kering kemudian dimasukkan langsung pada kolom dengan hati-hati tanpa merusak kolom dan diisi sepadat mungkin serta pastikan tidak ada rongga untuk menghindari terjadinya *eddy diffusion* pada kolom yang menyebabkan pelebaran puncak pada kromatogram. Kolom ini nanti dipasang pada HPLC dengan detektor UV, sehingga digunakan sebagai kromatografi ion karena kolom yang dipakai adalah kolom penukar ion.

Analisis Ion Nitrit (NO_2^-)

Analisis Ion Nitrit dengan Eluen Na_2CO_3

Persiapkan kolom yang mengandung resin silika gel GPTMS termodifikasi dimetilamina untuk analisis ion NO_2^- . Selanjutnya siapkan eluen Na_2CO_3 dengan konsentrasi

0,1 M, kemudian lakukan sonikasi selama 5 menit. Laju alir diatur dengan kecepatan 0,5 mL/menit. Injeksikan larutan ion NO_2^- sebanyak 20 μL untuk masing-masing konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm. Lakukan pengujian, amati perubahan waktu retensi dan puncak yang dihasilkan. Ulangi prosedur tersebut untuk eluen Na_2CO_3 konsentrasi 0,05 M dan 0,01 M.

Analisis Ion Nitrit dengan Eluen NaHCO_3

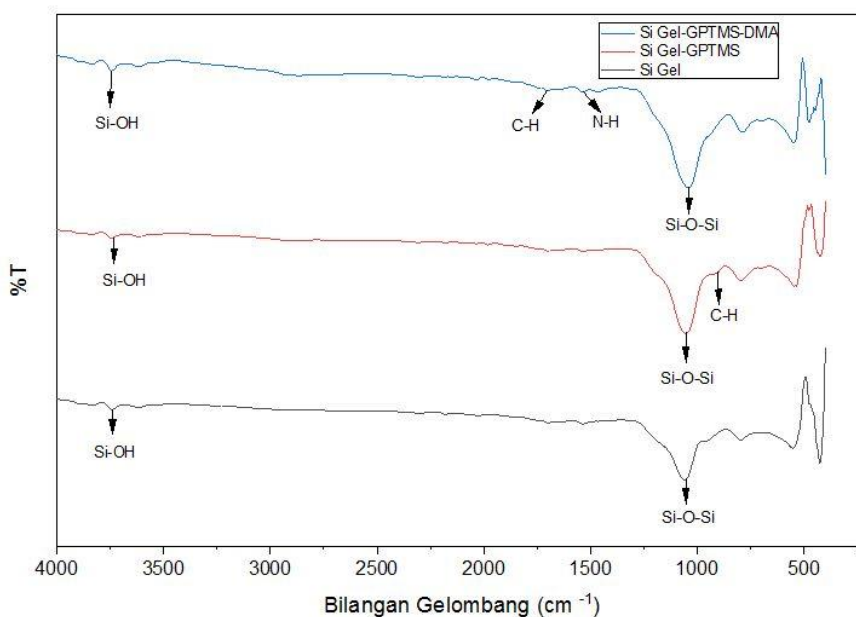
Persiapkan kolom yang mengandung resin silika gel GPTMS termodifikasi dimetilamina untuk analisis ion NO_2^- . Selanjutnya siapkan eluen NaHCO_3 0,1 M, kemudian lakukan sonikasi selama 5 menit. Laju alir diatur dengan kecepatan 0,5 mL/menit. Injeksikan larutan ion NO_2^- sebanyak 20 μL untuk masing-masing konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm. Lakukan pengujian, amati perubahan waktu retensi dan puncak yang dihasilkan. Ulangi prosedur tersebut untuk eluen NaHCO_3 konsentrasi 0,05 M dan 0,01 M.

Kurva Regresi terhadap Eluen Optimum

Kurva regresi dibuat berdasarkan luas puncak terhadap larutan ion dengan konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm dengan masing-masing luas puncak yang diperoleh dari analisis ion nitrit menggunakan jenis eluen dan konsentrasi eluen yang optimum

HASIL

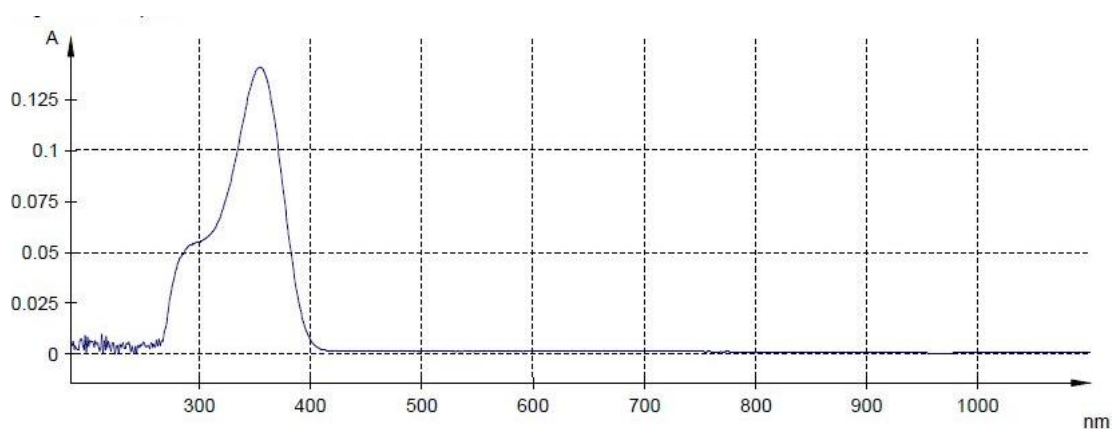
Karakterisasi FTIR



Gambar 1. Spektrum FTIR Silika gel, Silika gel GPTMS, dan Silika gel GPTMS-DMA

Gambar ini menunjukkan spektrum FTIR dari silika gel, silika gel-GPTMS, dan silika gel GPTMS-DMA. Puncak khas pada silika murni ditandai oleh vibrasi Si–O–Si sekitar 1100 cm^{-1} . Setelah dimodifikasi dengan GPTMS, muncul pita serapan pada $910\text{--}950\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan keberadaan gugus epoksi. Pada silika GPTMS-DMA, pita tersebut berkurang intensitasnya dan muncul serapan baru sekitar 1650 cm^{-1} dan 1450 cm^{-1} yang mengindikasikan keberadaan gugus amina. Hal ini membuktikan bahwa reaksi ikatan kovalen antara GPTMS dan DMA berhasil terjadi.

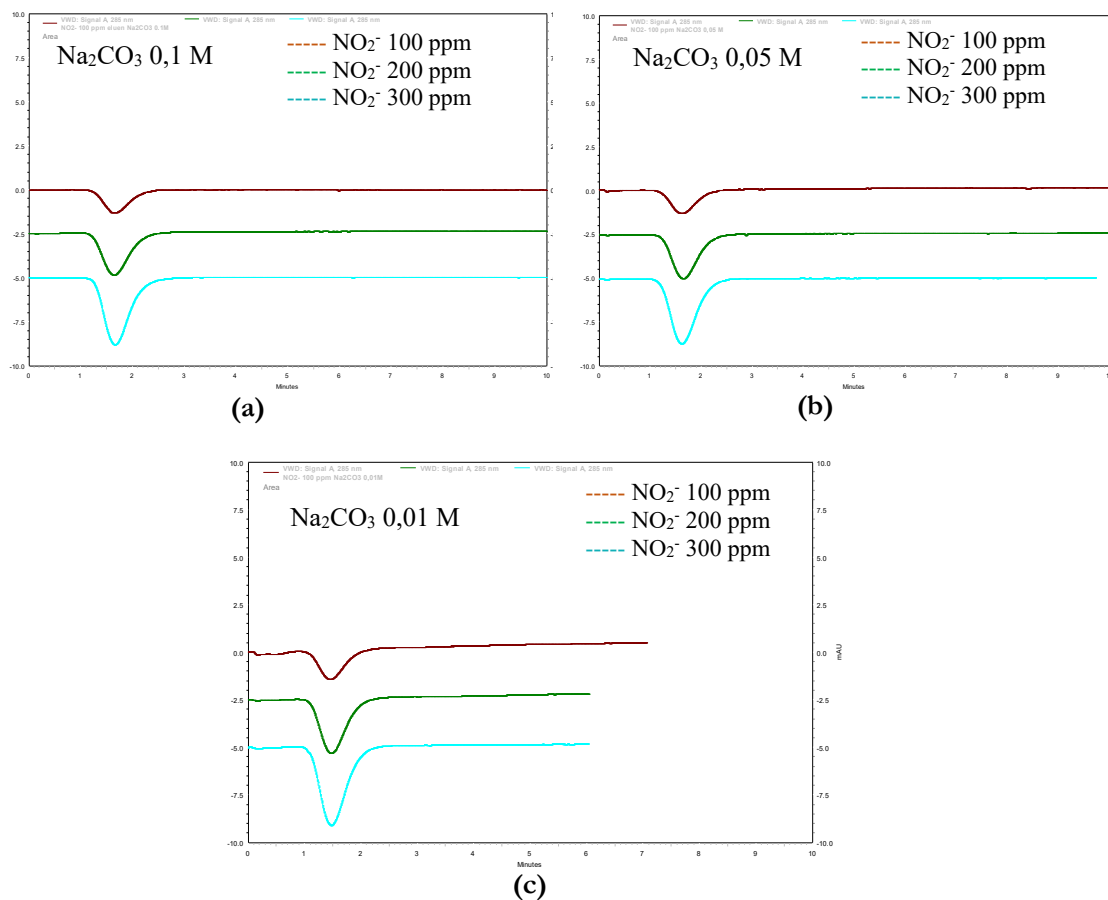
Panjang Gelombang Ion Nitrit



Gambar 2. Spektrum UV-Vis Ion Nitrit

Spektrum UV-Vis menunjukkan puncak serapan utama pada 354 nm dengan absorbansi sekitar 0,04. Panjang gelombang ini dipilih sebagai λ maksimum untuk deteksi ion nitrit karena memberikan sensitivitas terbaik. Keberadaan puncak sekunder di sekitar 290–300 nm mengonfirmasi adanya kromofor lain yang mungkin berasosiasi dengan ion nitrit.

Pengaruh Eluen Na_2CO_3 terhadap Ion Nitrit



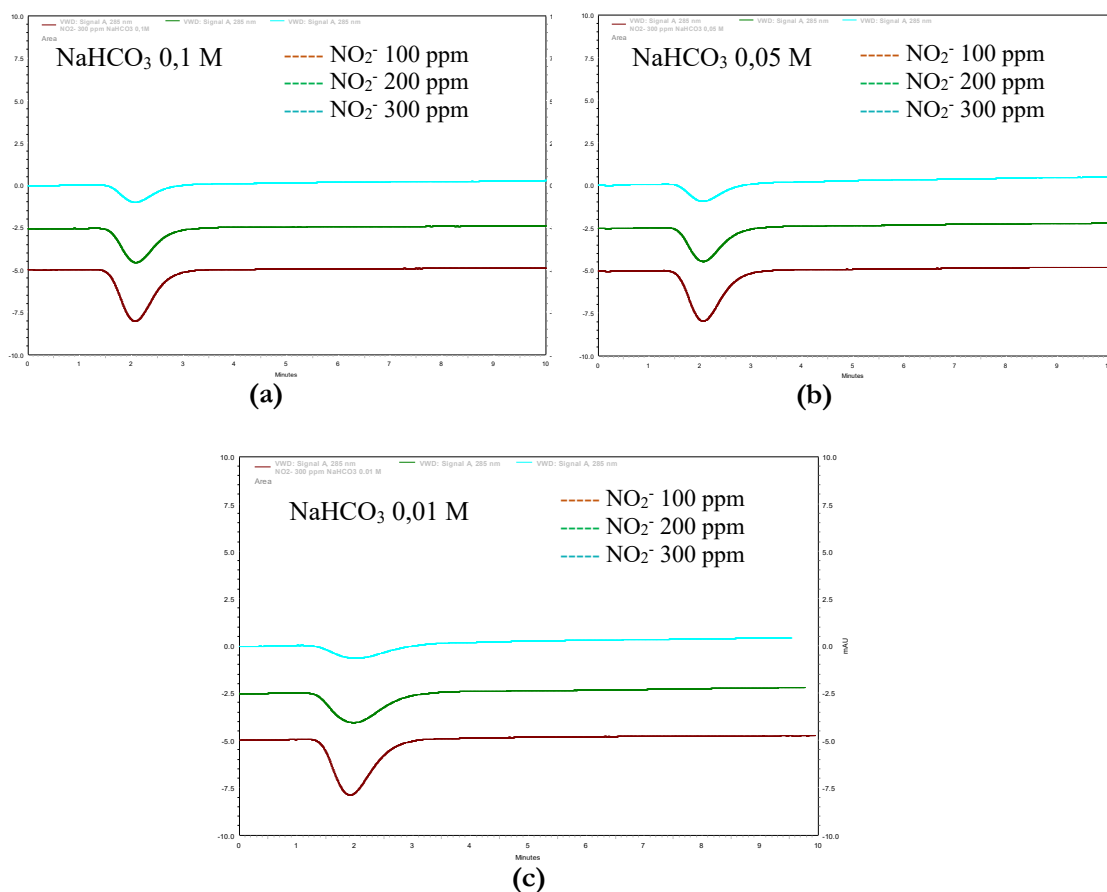
Gambar 3. Kromatogram Ion Nitrit, (a) Na_2CO_3 0,1M, (b) Na_2CO_3 0,05 M, dan (c) Na_2CO_3 0,01 M.

Tabel 1. Variasi Konsentrasi Ion Nitrit dengan Eluen Na_2CO_3

No	Konsentrasi Ion Nitrit (ppm)	Na_2CO_3 0,1 M			Na_2CO_3 0,05 M			Na_2CO_3 0,01M		
		Tinggi Puncak (mAU)	Lebar Puncak (menit)	Luas Puncak (mAU x menit)	Tinggi Puncak (mAU)	Lebar Puncak (menit)	Luas Puncak (mAU x menit)	Tinggi Puncak (mAU)	Lebar Puncak (menit)	Luas Puncak (mAU x menit)
1.	100	1,36	1,65	1,12	0,88	1,61	0,71	1,83	1,48	1,35
2.	200	2,33	1,65	1,92	2,46	1,61	1,98	2,70	1,48	1,99
3.	300	3,60	1,65	2,97	3,60	1,61	2,88	4,26	1,48	3,15

Gambar 3 memperlihatkan kromatogram ion nitrit pada konsentrasi 100, 200, dan 300 ppm menggunakan eluen Na_2CO_3 dengan variasi konsentrasi 0,1 M, 0,05 M, dan 0,01 M. Tabel 1 menunjukkan data tinggi puncak, lebar puncak, dan luas puncak. Hasilnya, eluen Na_2CO_3 0,1 M memberikan puncak lebih tajam (retensi 1,48–1,65 menit) dengan intensitas tertinggi (hingga 4,26 mAU) dibandingkan konsentrasi eluen yang lebih rendah. Hal ini menunjukkan bahwa Na_2CO_3 lebih efektif dalam memisahkan ion nitrit karena kekuatan basanya yang lebih tinggi.

Pengaruh Eluen NaHCO_3 terhadap Ion Nitrit



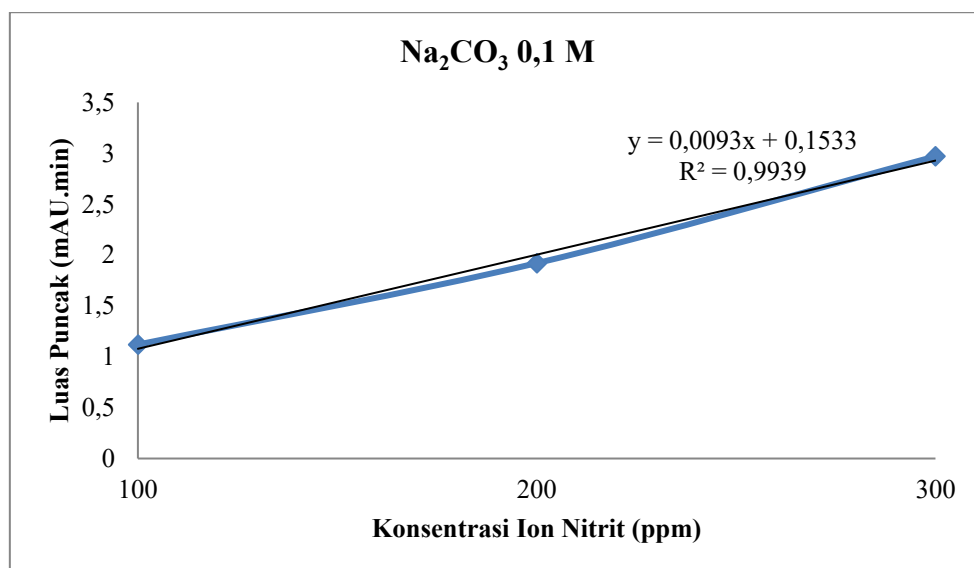
Gambar 4. Kromatogram Ion Nitrit, (a) NaHCO_3 0,1M, (b) NaHCO_3 0,05 M, dan (c) NaHCO_3 0,01 M.

Tabel 2. Variasi Konsentrasi Ion Nitrit dengan Eluen NaHCO_3

N O	Konsentrasi Ion Nitrit (ppm)	NaHCO_3 0,1 M			NaHCO_3 0,05 M			NaHCO_3 0,01M		
		Tinggi Puncak (mAU)	Lebar Puncak (menit)	Luas Puncak (mAU x menit)	Tinggi Puncak (mAU)	Lebar Puncak (menit)	Luas Puncak (mAU x menit)	Tinggi Puncak (mAU)	Lebar Puncak (menit)	Luas Puncak (mAU x menit)
1.	100	1,23	2,06	1,27	0,86	2,03	0,87	0,80	2,12	0,85
2.	200	2,30	2,06	2,37	1,93	2,03	1,96	1,53	2,12	1,62
3.	300	3,03	2,06	3,12	2,83	2,03	2,87	2,80	2,12	2,97

Gambar 4 menampilkan kromatogram ion nitrit pada konsentrasi yang sama dengan eluen NaHCO_3 . Berdasarkan Tabel 2, puncak terdeteksi pada waktu retensi sekitar 2,03–2,12 menit, dengan intensitas lebih rendah (maksimal 3,03 mAU) dibandingkan Na_2CO_3 . Puncak yang dihasilkan lebih lebar dan kurang tajam, meskipun baseline relatif stabil. Hal ini menunjukkan bahwa NaHCO_3 kurang efektif dibandingkan Na_2CO_3 dalam mendeteksi nitrit pada kondisi ini.

Kurva Regresi Eluen Optimum

**Gambar 5.** Kurva Regresi

Tabel 3. Hasil Analisis LOD dan LOQ

x	y	y'	y-y'	(y-y') ²
100	1,12	1,0833	0,0367	0,00135
200	1,92	2,0133	-0,0933	0,0087
300	2,97	2,9433	0,0267	0,00071
Total				0,01076
Persamaan Regresi				0,0093x + 0,1533
S(y/x) ²				0,01076
S(y/x)				0,10375293
Nilai LOD				33,468686
Nilai LOQ				111,56229

Kurva regresi (Gambar 5) dibuat berdasarkan luas puncak dengan konsentrasi nitrit 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm menggunakan eluen Na₂CO₃ 0,1 M. Persamaan regresi yang diperoleh adalah $y = 0,0093x + 0,1533$ dengan $R^2 = 0,9939$, yang menunjukkan linearitas sangat baik. Tabel 3 menampilkan perhitungan LOD (Limit of Detection) sebesar 33,47 ppm dan LOQ (Limit of Quantification) sebesar 111,56 ppm, menandakan metode ini cukup sensitif untuk analisis ion nitrit pada konsentrasi menengah hingga tinggi.

PEMBAHASAN

Penentuan Panjang Gelombang Ion Nitrit (NO₂⁻)

Spektrum UV-Vis yang disajikan pada **Gambar 1** menunjukkan absorbansi 0,0400 pada panjang gelombang 354 nm, dengan puncak sekunder yang lebih kecil di sekitar 290-300 nm. Spektrum ini mengindikasikan adanya kromofor dalam sampel yang menyerap cahaya pada rentang UV-Vis, yang merupakan karakteristik penting untuk analisis kuantitatif menggunakan *High-Performance Liquid Chromatography* (HPLC) dengan detektor UV-Vis (L. R. Snyder, J.J. Kirkland, 2009). Puncak absorbansi utama pada 354 nm menunjukkan panjang gelombang optimal untuk deteksi senyawa target dengan sensitivitas tinggi, karena pada panjang gelombang ini, senyawa menyerap cahaya paling efisien, menghasilkan respons detektor yang maksimal.

Menurut (Dong et al., 2013) juga mengkaji spektrum serapan uv dari larutan natrium nitrat dan nitrit ditemukan bahwa puncak serapan untuk ion nitrit berada pada sekitar 354 nm yang dapat digunakan untuk deteksi UV langsung.

Pengaruh Variasi Eluen dan Konsentrasi Eluen Pada Analisis Ion Nitrit

Analisis ini dilakukan untuk mengetahui ion nitrit teradsorpsi, terdesorpsi dan terdeteksi pada eluen dan kolom yang digunakan, dan dibuktikan dengan munculnya puncak ion nitrit pada kromatogram. Pada analisis ini dilakukan menggunakan kolom dengan resin penukar ion untuk memisahkan nitrit dari senyawanya yang ditandai dengan kemunculan puncak pada waktu retensi yang konsisten. Puncak yang muncul ini menandakan ion nitrit mengalami proses pengikatan yang bersifat sementara pada resin penukar ion yang ada didalam kolom dan terlepas keluar dari kolom lalu dideteksi oleh detektor yang ditunjukkan dengan munculnya puncak pada kromatogram (Lippsmeyer et al., 1990).

Analisis ion nitrit pada eluen Na_2CO_3 dan NaHCO_3 dengan masing-masing konsentrasi 0,1 M, 0,05 M, dan 0,01 M pada laju alir 0,5 mL/menit dengan ion nitrit 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm sebagai perbandingan dan memastikan waktu retensi yang dihasilkan sama dan juga untuk memastikan puncak yang muncul adalah benar-benar ion nitrit.

Analisis Ion Nitrit dengan Eluen Na_2CO_3

Berdasarkan **Gambar 3** dan **Tabel 1** menunjukkan bahwa eluen Na_2CO_3 berhasil mendeteksi ion nitrit (NO_2^-) secara konsisten, terlihat dari kemunculan puncak pada waktu retensi sekitar 1,48-1,65 menit pada nitrit 100 ppm, 200 ppm dan 300 ppm. Respon sinyal didapat sekitar 0,88 – 4,26 mAU, menunjukkan korelasi antara konsentrasi analit dan intensitas deteksi, meskipun peningkatan tidak sebanding secara linier yang mungkin disebabkan oleh keterbatasan sensitivitas detektor atau pendekatan jenuh pada konsentrasi lebih tinggi. Berdasarkan penelitian (Coviello et al., 2020) penggunaan eluen karbonat terbukti menghasilkan *baseline* yang stabil dan mampu mendeteksi ion secara konsisten dan mendukung hasil pada penelitian ini. *Baseline* yang stabil setelah puncak menandakan sedikitnya interferensi matriks dan menunjukkan keandalan sistem analisis ini.

Perbedaan konsentrasi eluen ini dapat dilihat dari hasil kromatogram bahwa semakin tinggi konsentrasi eluen maka semakin lama waktu retensi yang didapat dan secara umum ini menentang pernyataan bahwa seharusnya semakin tinggi konsentrasi eluen maka akan semakin cepat waktu retensi yang dihasilkan, namun disamping itu ada beberapa penelitian lain yang mengalami hal serupa tentang peningkatan waktu retensi disaat konsentrasi eluen

meningkat yaitu menurut (Safni et al., 1999) dalam penelitiannya bahwa modifikasi fasa diam dapat menghasilkan perilaku retensi yang dipengaruhi oleh konsentrasi eluen, bahkan menyebabkan retensi lebih lama pada konsentrasi tinggi. Hal ini memperkuat dugaan bahwa resin silika gel GPTMS-DMA yang digunakan dalam penelitian ini memberikan mekanisme ikatan ion yang unik, sehingga pada konsentrasi eluen tinggi, interaksi ion nitrit dengan fase diam menjadi lebih kuat dan memperlambat elusi.

Analisis Ion Nitrit dengan Eluen NaHCO_3

Hasil analisis eluen NaHCO_3 yang ditunjukkan dalam **Gambar 4** dan **Tabel 2** menunjukkan bahwa eluen NaHCO_3 secara konsisten berhasil mendeteksi ion nitrit (NO_2^-). Hal ini terlihat dari kemunculan puncak pada waktu retensi sekitar 2,03 - 2,12 menit untuk konsentrasi nitrit 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm. Respon sinyal yang berkisar antara 0,80 – 3,03 mAU menunjukkan adanya hubungan antara konsentrasi analit dan intensitas deteksi. Namun, peningkatan yang terjadi tidak bersifat linier, yang mungkin disebabkan oleh keterbatasan sensitivitas detektor atau pendekatan jenuh pada konsentrasi yang lebih tinggi. *Baseline* yang stabil setelah puncaknya menunjukkan minimnya interferensi matriks dan mengindikasikan ketelitian sistem analisis ini. Hal yang serupa juga dikatakan oleh (Michalski & Kurzyca, 2006) yang melaporkan bahwa eluen karbonat maupun bikarbonat efektif untuk pemisahan anion anorganik seperti NO_2^- dengan sedikit interferensi matriks, sehingga *baseline* tetap stabil setelah puncak muncul.

Penggunaan eluen yang berbeda (Na_2CO_3 atau NaHCO_3) mempengaruhi respons detektor terhadap ion nitrit. Na_2CO_3 memberikan intensitas yang lebih tinggi pada konsentrasi rendah dan dari segi bentuk puncak menghasilkan puncak yang sedikit lebih runcing dan panjang, kemungkinan karena sifat basa yang lebih kuat (pH lebih tinggi), sehingga meningkatkan ionisasi dan deteksi UV nitrit. Sebaliknya, NaHCO_3 yang memiliki sifat buffer lebih lemah menghasilkan respon lebih rendah dan bentuk puncak yang sedikit lebih *broad* dan lebih lebar dibandingkan Na_2CO_3 namun *baseline* yang lebih stabil dapat membantu dalam analisis nitrit. Hal ini juga dijelaskan bahwa penggunaan Na_2CO_3 dapat meningkatkan respon detektor UV terhadap ion nitrit pada konsentrasi rendah dan menghasilkan puncak yang lebih tajam, sedangkan NaHCO_3 menghasilkan respon detektor yang lebih rendah (Schäfer et al., 2023).

Kurva Standar Ion Nitrit

Kurva regresi ion nitrit diperoleh dari hasil analisis menggunakan variasi eluen Na_2CO_3 dan NaHCO_3 dengan konsentrasi masing-masing 0,1 M; 0,05 M; dan 0,01 M. Berdasarkan perbandingan kromatogram yang dihasilkan, eluen Na_2CO_3 0,1 M menunjukkan puncak dengan intensitas terbaik, sehingga digunakan dalam pembuatan kurva standar.

Kurva regresi ini dibuat berdasarkan hubungan konsentrasi ion nitrit (sumbu x) dan luas puncak (sumbu y) yang ditunjukkan pada **Gambar 5**, yang menunjukkan bahwa kurva regresi yang diperoleh memenuhi hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa jika konsentrasi meningkat, maka absorbansi juga akan meningkat secara proporsional, selama kondisi lain (panjang gelombang, panjang lintasan, dan koefisien absorptivitas) tetap. Pada grafik dapat dilihat garis liner $y = 0,0093x + 0,1533$. Persamaan ini dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi ion nitrit yang terdeteksi, dan nilai R^2 didapat 0,9939 yang mendekati 1 artinya eluen ini memang efektif sebagai eluen untuk analisis ion nitrit menggunakan resin atau fase diam silika gel-GPTMS-DMA.

LOD atau *Limit Of Detection* adalah batas terendah nilai konsentrasi analit yang dapat dideteksi oleh alat tanpa memperhatikan akurasi dari pengujian tersebut. Nilai LOD yang didapatkan lebih rendah dari konsentrasi ion sampel yang sebenarnya dengan syarat LOD lebih kecil dari LOQ. Sedangkan LOQ atau *Limit Of Quantity* ialah batas konsentrasi analit terendah yang dapat dideteksi dan dikuantifikasi secara akurat oleh alat. Nilai LOQ dikatakan baik jika konsentrasi yang diuji lebih besar dari dibanding nilai LOQ sehingga dapat diterima secara akurat (Zain & Malik, 2024). Berdasarkan **Tabel 3** data hasil ion yang di analisis didapatkan nilai LOD dan LOQ sebesar 33,468686 ppm dan 111,56229 ppm.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa Silika gel termodifikasi GPTMS-DMA yang digunakan sebagai fase diam dalam analisis ion nitrit (NO_2^-) menggunakan kromatografi ion diperoleh eluen optimum Na_2CO_3 0,1 M untuk ion nitrit konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, dan 300 ppm dengan koefisien regresi $r^2 = 0,9939$, dan didapat nilai LOD dan LOQ sebesar 33,468686 ppm dan 111,56229 ppm.

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, M. (2020). Penentuan Secara Serempak Kadar Minor Anion (F⁻, Cl⁻, NO₂⁻, Br⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻ dan PO₄³⁻) dalam Sampel Air Botol Kemasan dengan Teknik Kromatografi Ion Kinerja Tinggi. *Techno: Jurnal Penelitian*, 9(1), 287. <https://doi.org/10.33387/tjp.v9i1.1744>
- Arianti, Y., & Oktavia, B. (2021). Optimization of Nitrate and Nitrite Anions Adsorption on Modified Silica using Batch Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1940(1), 012042. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1940/1/012042>
- Awual, M. R., Asiri, A. M., Rahman, M. M., & Alharthi, N. H. (2019). Assessment of enhanced nitrite removal and monitoring using ligand modified stable conjugate materials. *Chemical Engineering Journal*, 363, 64–72. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.01.125>
- Azizah, A., Oktavia, B., Dewata, I., Dwipa, R., & Away, Y. (2024). *Optimization of Adsorpsi and Desorpsi of Mn 2 + Ions on Gel-GPTMS Silica (Glycidoxypopyltrimethoxysilane) Modified with Sulfonates*. 1744, 911–915.
- Cheng, Z., Shan, H., Sun, Y., Zhang, L., Jiang, H., & Li, C. (2020). Evolution mechanism of surface hydroxyl groups of silica during heat treatment. *Applied Surface Science*, 513. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145766>
- Chuprynina, D. A., Lupanova, I. A., Konshin, V. V., & Konshina, D. H. N. (2021). Silica gel functionalized with imidazolium group via click chemistry - New stationary phase for ion chromatography. *Chimica Techno Acta*, 8(4). <https://doi.org/10.15826/CHIMTECH.2021.8.4.09>
- Coviello, D., Pascale, R., Ciriello, R., Salvi, A. M., Guerrieri, A., Contursi, M., Scrano, L., Bufo, S. A., Cataldi, T. R. I., & Bianco, G. (2020). Validation of an analytical method for nitrite and nitrate determination in meat foods for infants by ion chromatography with conductivity detection. *Foods*, 9(9). <https://doi.org/10.3390/foods9091238>
- Croissant, J. G., Butler, K. S., Zink, J. I., & Brinker, C. J. (2020). Synthetic amorphous silica nanoparticles: toxicity, biomedical and environmental implications. In *Nature Reviews Materials* (Vol. 5, Issue 12, pp. 886–909). Nature Research. <https://doi.org/10.1038/s41578-020-0230-0>
- Derayea, S. M., & Ahmed, H. M. (2019). Applications of Ion-Exchange Chromatography in Pharmaceutical Analysis. In *Applications of Ion Exchange Materials in Biomedical Industries* (pp. 119–138). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-06082-4_5
- Dong, D. M., Jiao, L. Z., Zheng, W. G., Wu, W. B., Feng, H. K., Shen, C. J., & Yan, H. (2013). Determination of nitrite using UV absorption spectra based on multiple linear regression. *Asian Journal of Chemistry*, 25(4), 2273–2277. <https://doi.org/10.14233/ajchem.2013.13840>
- Gierada, M., De Proft, F., Sulpizi, M., & Tielens, F. (2019). Understanding the Acidic Properties of the Amorphous Hydroxylated Silica Surface. *Journal of Physical Chemistry C*, 123(28), 17343–17352. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.9b04137>
- L. R. Snyder, J.J. Kirkland, and J. W. D. (2009). *Introduction to Modern Liquid Chromatography Second Edition*.

- Lippsmeyer, B. C., Tracy, M. L., & Möller, G. (1990). Ion-exchange liquid chromatographic determination of nitrate and nitrite in biological fluids. *Journal - Association of Official Analytical Chemists*, 73(3), 457–462. <https://doi.org/10.1093/jaoac/73.3.457>
- Michalski, R., & Kurzyca, I. (2006). Determination of nitrogen species (Nitrate, Nitrite and Ammonia Ions) in environmental samples by ion chromatography. *Polish Journal of Environmental Studies*, 15(1), 5–18.
- Mousavi, M., & Fini, E. (2020). Silanization Mechanism of Silica Nanoparticles in Bitumen Using 3-Aminopropyl Triethoxysilane (APTES) and 3-Glycidyloxypropyl Trimethoxysilane (GPTMS). *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 8(8), 3231–3240. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b06741>
- Nahari, A., Oktavia, B., Khair, M., Putra, A., Negeri Padang Jln Hamka, U., & Tawar Padang, A. (2022). Adsorpsi Anion Nitrat Menggunakan Silika Gel (SiO_2) GPTMS Dimodifikasi dengan Dimetilamina. *Chemistry Journal of Universitas Negeri*, 11. <https://doi.org/10.1016/0927>
- Safni, Takeuchi, T., Miwa, T., Hashimoto, Y., & Moriyama, H. (1999). Effect of eluent composition on retention behavior of anions in ion chromatography on anion-exchangers modified with heparin. *Journal of Chromatography A*, 850(1–2), 65–72. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(99\)00203-4](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(99)00203-4)
- Schäfer, H., Läubli, M., & Dörig, R. (2023). Ion Chromatography 2 nd Edition. *Metrohm Monograph*.
- Vasheghani Farahani, M., Karami, S., Sereshti, H., Mahpishanian, S., Koupaei Malek, S., & Rezania, S. (2024). Magnetic Three-Dimensional Graphene: A Superior Adsorbent for Selective and Sensitive Determination of Nitrite in Water Samples by Ion-Pair Based-Surfactant-Assisted Solid-Phase Extraction Combined with Spectrophotometry. *ChemEngineering*, 8(3). <https://doi.org/10.3390/chemengineering8030047>
- Zain, A. A., & Malik, Y. (2024). Verifikasi Metode Menggunakan Atomic Absorbtion Spectro-photometer (AAS) Analisis Kadar Natrium (Na) Dalam Bijih Nikel. *Jurnal Penelitian Sains*, 26(3), 284. <https://doi.org/10.56064/jps.v26i3.1052>