

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ORGANOCLAY  
TERINTERKALASI SURFAKTAN KATIONIK ODTMABr  
DAN APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN FENOL**

**SKRIPSI**

**EVI OKTAVIANI  
0706263095**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI KIMIA  
DEPOK  
JULI 2011**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ORGANOCLAY  
TERINTERKALASI SURFAKTAN KATIONIK ODTMABr  
DAN APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN FENOL**

**SKRIPSI**

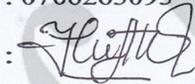
**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains**

**EVI OKTAVIANI  
0706263095**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI KIMIA  
DEPOK  
JULI 2011**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Evi Oktaviani  
NPM : 0706263095  
Tanda Tangan :   
Tanggal : 14 Juli 2011

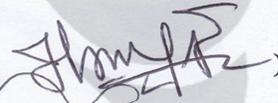
## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Evi Oktaviani  
NPM : 0706263095  
Program Studi : Kimia  
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Organoclay  
Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan  
Aplikasinya sebagai Adsorben Fenol

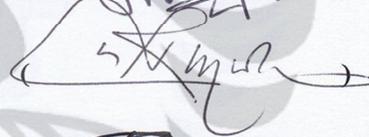
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Yuni K. Krisnandi

(  )

Pembimbing : Drs. Ismunaryo M, M. Phil

(  )

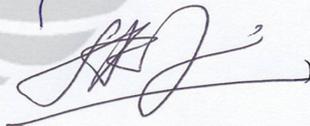
Penguji : Dr. Ridla Bakri, M.Phil

(  )

Penguji : Dr. Ivandini Tribidasari, A

(  )

Penguji : Drs. Sultan Badjri, M.Si

(  )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : Juli 2011

## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan atas kehadiran Allah SWT yang senantiasa telah memberikan nikmatnya kepada kita semua. Semoga kita terus dapat berada dalam rahmat dan ridho-Nya. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains jurusan kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Semoga masa perkuliahan di Universitas Indonesia ini akan menjadi hal termanis untuk tetap dikenang dan dipetik hikmahnya.

Begitu banyak doa dan dukungan yang telah diberikan untuk menyelesaikan skripsi ini, karena itu saya mengucapkan terima kasih kepada :

- (1) Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi dan Drs. Ismunaryo. M, M. Phil, selaku dosen Pembimbing Penelitian yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
- (2) Dr. Riwandi Sihombing yang juga telah mengarahkan dan memberikan saran selama penelitian,
- (3) Dr. Ridla Bakri, M. Phil, selaku Ketua Departemen Kimia, dan Pembimbing Akademis, Dr. Emil Budianto, serta Dosen Pengajar di Departemen Kimia yang telah banyak membagi ilmu dan senantiasa membimbing mahasiswa untuk tetap terus belajar dan berkarya.
- (4) Yang Tersayang Ayah dan Ibu yang selalu memberikan kasih sayang dan mendukung setiap hal yang saya lakukan, serta kedua adik saya yang membuat suasana di rumah terasa begitu hangat.
- (5) Mba Ati, Mba Ina, Mba Cucu, Pak Hedi, Pak Amin, Pak Trisno (Babe), Pak Mul, Pak Mardji, dan kakak-kakak di Lab Afiliasi, saya mengucapkan terima kasih telah banyak membantu saya demi terselesaikannya penelitian ini.
- (6) Rekan penelitian lantai 3 yang selalu menghadirkan riang tawa di setiap kondisi. Zetry, Ina, Sherly, Dante, Fitri, Hani, Ka Omi, Ka Nani, Ka Novi, Ka Shabri, Ka Destya, Ka Temi, Bu Indri, Bu Nana, Mba Atin, Ka Asri, dan

mahasiswa ekstensi yang lainnya, serta Rafi rekan penelitian yang memiliki semangat 4,5.

- (7) Rekan penelitian lantai 4 yang selalu bersemangat, Ikan, Awe, Prita, Mega, Nisa, Ka Desi, Rifan, dan Mba Yul.
- (8) Rekan penelitian lab kering yang sangat tangguh, Tyas, Iki, Jojo, dan Ka Tirta
- (9) Terima kasih buat Ari, Wahyu, Atur, Muchtar, Silvi, Rohman, Yomi, Widi, Ka Iman atas diskusinya yang sangat berharga.
- (10) Teman-teman Kimia 2007 yang telah memberikan warna kehidupan dalam perjalanan hidup saya. Semangat buat Mita, Savitri, Putri, Silvi, Tegar, dan lainnya.
- (11) Teman-teman bolang 2007, Rohman, Ari, Tyo, Tegar, Ikor, Awe, Hani, Atur, dan Ardilla. Ayo kita naik gunung bareng lagi.
- (12) BEM FMIPA 2008 yang telah memberikan banyak pelajaran dan Keluarga Bermakna BEM FMIPA 2010 sebagai tempat berbagi dan belajar.
- (13) Teman-teman satu lingkaran majelis ilmu, Bandu, Ika, Fitriana, Tiwi, Peni, Iza, Wiwid dan untuk kakakku Ka Tika dan Ka Ita.
- (14) TALAM 38 angkatan 26 (*Pantano Cinghiale*) atas persaudaraannya yang sangat kuat dan membuat saya rindu pada saat awal kuliah.
- (15) Koordinator bidang di LCC Duren Tiga, Bu Nur, Ka Shod, dan Ka Andre yang telah sangat pengertian kepada saya.
- (16) Kakak-kakak sarjana yang banyak membantu melalui tulisan skripsi dengan bahan yang sama sebelumnya, Ka Irwansyah, Ka Andy, Ka Danar, Ka Andika, dan Ka Diana.

Perjuangan panjang ini ialah nikmat tiada tara yang telah diberikan Allah kepada saya. Untuk itu, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu.

**Penulis**

2011

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Evi Oktaviani  
NPM : 0706263095  
Program Studi : S1  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Skripsi

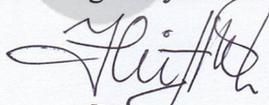
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik  
ODTMABr dan Aplikasinya sebagai Adsorben Fenol

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok  
Pada tanggal : Juli 2011  
Yang menyatakan



( Evi Oktaviani )

## ABSTRAK

Nama : Evi Oktaviani  
Program Studi : Kimia  
Judul : Sintesis dan Karakterisasi *Organoclay* Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Fenol

Bentonit asal Tapanuli telah dimodifikasi menjadi *organoclay* dengan menggunakan surfaktan kationik ODTMABr sebagai agen penginterkalasi. Kemudian produk hasil modifikasi dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM-EDS, dan TGA. Sebelum preparasi, dilakukan fraksinasi bentonit sehingga didapat Fraksi 2 yang kaya montmorillonite (MMT) yang kemudian diseragamkan kation bebasnya dengan Na<sup>+</sup> (menjadi Na-MMT). Selanjutnya menggunakan tembaga amin, nilai KTK Na diperoleh sebesar 65,5mek/100gram Na-MMT. Variasi jumlah ODTMABr yang digunakan untuk preparasi *organoclay* adalah 1,0; 2,0; dan 2,5 KTK. Pengaruh penambahan ODTMABr terhadap basal *spacing*, diamati dengan XRD *low angle*, menunjukkan bahwa terjadi peningkatan basal *spacing* dari 17.36 Å untuk Na-MMT menjadi 21.03 Å, 20.72 Å, dan 18.39 Å untuk 1,0; 2,0; dan 2,5 KTK. Kemampuan adsorpsi *organoclay* 1.0 KTK yang telah dipreparasi digunakan sebagai adsorben untuk fenol dan dibandingkan dengan Fraksi 2 dan Na-MMT. Data yang diperoleh pada kurva isotherm adsorpsi menunjukkan bahwa *organoclay* lebih efektif dalam menyerap fenol dan proses penyerapannya mengikuti kurva isotherm adsorpsi Freundlich.

Kata Kunci : *clay, organoclay, basal spacing*, adsorben, isotherm adsorpsi.  
xiii+53 halaman : 25 gambar; 6 tabel  
Daftar Pustaka : 40 (1992-2010)

## ABSTRACT

Name : Evi Oktaviani  
Program Study : Chemistry  
Title : Synthesis and Characterization of Cationic Surfactants  
Organoclay Intercalated ODTMABr and Its Application as  
Phenol Adsorbent

Bentonite from Tapanuli has been modified into organoclay using cationic surfactant as an agent ODTMABr as intercalation agent. Then the products were characterized by XRD, FTIR, SEM-EDS, and TGA. Before preparation, bentonite fractionation was performed in order to get Fraction 2 which is rich with montmorillonite (MMT) phase, and then is cation-exchanged with  $\text{Na}^+$  (called Na-MMT). Furthermore, using a copper amine method, its cation exchange capacity (CEC) value was determined as 65.5 meq/100gram Na-MMT. Variation of ODTMABr concentration used for the preparation of organoclay is 1.0; 2.0 and 2.5 CEC. The effect of the addition of ODTMABr to Na-MMT's basal spacing, observed by low angle XRD, shows an increase in basal spacing of initially 17.36 Å for Na-MMT to 20.85 Å, 21.03 Å, and 18.02 Å for 1.0; 2.0; and 2.5 CEC. 1.0 CEC organoclay adsorption capacity was observed by using it as adsorbent for phenol and compared with the capacity of Fraction 2 and Na-MMT. Data obtained on the adsorption isotherm curve shows that the organoclay is more effective in adsorbing phenols and the adsorption process follows Freundlich adsorption isotherm curve.

Key Words : clay, organoclay, basal spacing, adsorbents, isotherm adsorption.  
xiii+53 page : 25 pictures; 6 tables  
Bibliography : 40 (1992-2010)

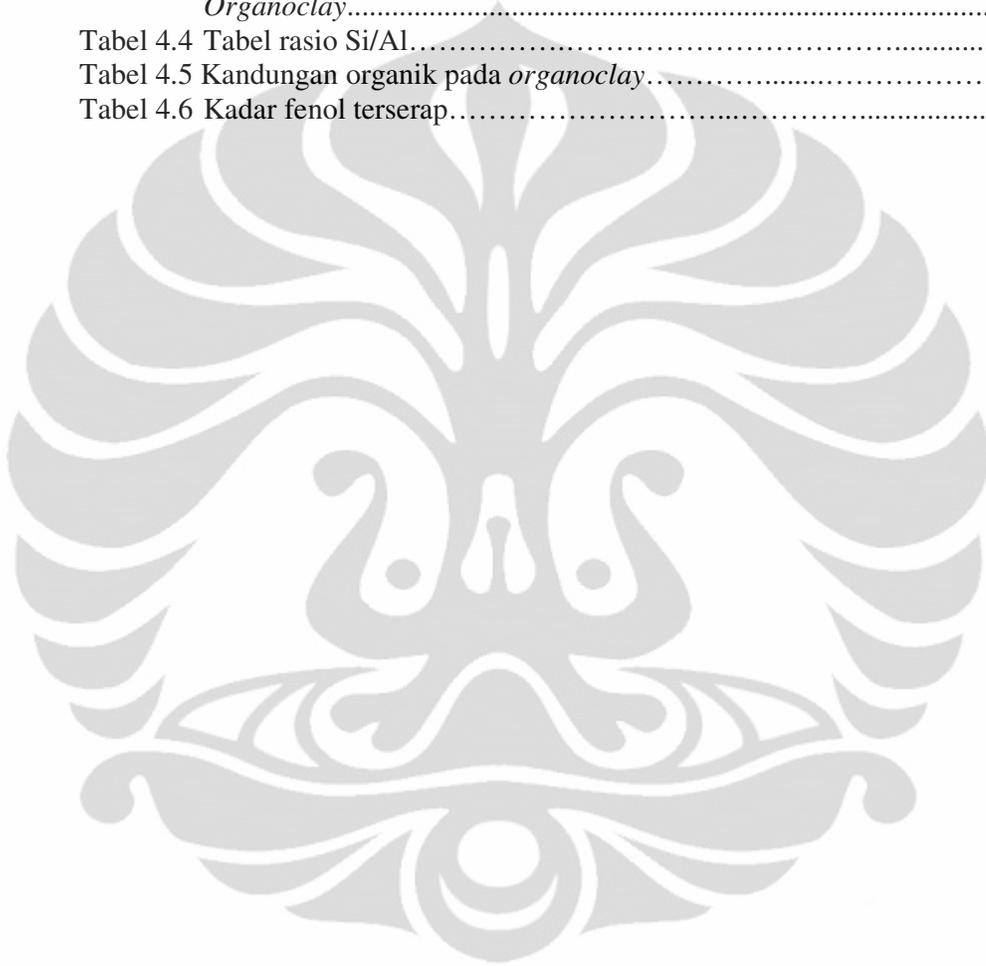
## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
<b>1. PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
2.1 Mineral Lempung (Clay).....	4
2.1.1 Jenis-Jenis Lempung.....	5
2.1.2 Bentonit.....	7
2.2 Proses Interkalasi.....	9
2.3 Surfaktan.....	10
2.3.1 Klasifikasi surfaktan.....	11
2.3.2 Surfaktan Oktasadesil Trimetilamonium Bromida (HDTMA-Br).....	12
2.4 <i>Organoclay</i> .....	12
2.5 Fenol.....	13
2.6 Karakterisasi.....	14
2.6.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	14
2.6.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR).....	15
2.6.3 Thermogravimetric Analysis (TGA).....	16
2.6.4 Spektrometer UV/Visible.....	16
2.6.5 Scanning Electro Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS).....	17
<b>3. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>18</b>
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat Proses.....	18
3.2.2 Alat Uji.....	18
3.2.3 Bahan-bahan yang digunakan.....	18
3.3 Prosedur kerja.....	18
3.3.1 Preparasi Bentonit.....	18

3.3.2	Fraksinasi Sedimentasi Bentonit.....	19
3.3.3	Sintesis Na-Montmorillonite.....	19
3.3.4	Penentuan Kapasitas Tukar Kation.....	19
3.3.5	Sintesis <i>Organoclay</i> .....	20
3.3.6	Aplikasi sebagai Adsorben Fenol.....	20
3.4	Bagan Kerja.....	21
3.4.1	Preparasi Bentonit.....	21
3.4.2	Sintesis Na-Montmorillonite.....	21
3.4.3	Kapasitas Tukar Kation.....	21
3.4.4	Sintesis <i>Organoclay</i> .....	22
3.4.5	Aplikasi sebagai Adsorben Fenol.....	22
<b>4.</b>	<b>PEMBAHASAN.....</b>	<b>23</b>
4.1	Preparasi Bentonit.....	23
4.2	Penentuan Kapasitas Tukar Kation.....	24
4.3	Sintesis <i>Organoclay</i> .....	25
4.4	Karakterisasi.....	27
4.4.1	<i>X-ray Diffractometry (X-RD)</i> .....	27
4.4.2	Spektroskopi Infra Merah (FTIR).....	30
4.4.3	SEM-EDS.....	32
4.4.4	<i>Thermal Analysis Gravimetry (TGA)</i> .....	33
4.5	Aplikasi sebagai Adsorben.....	34
<b>5.</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>39</b>
5.1	Kesimpulan.....	39
5.2	Saran.....	39
	<b>DAFTAR REFERENSI.....</b>	<b>40</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Tabel konsentrasi larutan $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$ dalam penentuan KTK.....	25
Tabel 4.2 Besar nilai d-spacing bentonit dan organoclay.....	28
Tabel 4.3 Puncak-puncak yang terdeteksi pada F2, Na-MMT, dan <i>Organoclay</i> .....	32
Tabel 4.4 Tabel rasio Si/Al.....	33
Tabel 4.5 Kandungan organik pada <i>organoclay</i> .....	34
Tabel 4.6 Kadar fenol terserap.....	35



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kerangka dasar pembangun lempung.....	4
Gambar 2.2 Lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral.....	5
Gambar 2.3 Kaolinite.....	6
Gambar 2.4 Smektit.....	7
Gambar 2.5 Kristal montmorillonite.....	8
Gambar 2.6 Ca-bentonit dan Na-bentonit.....	9
Gambar 2.7 Oktadesil Trietilamonium Bromida (ODTMABr).....	12
Gambar 2.8 Fenol .....	13
Gambar 2.9 Difraksi sinar-X.....	14
Gambar 2.10 Sistem Optik FTIR.....	15
Gambar 4.1 Tahapan Fraksinasi. Fraksi 1 telah mengendap, sedangkan fraksi dua masih membentuk suspensi.....	23
Gambar 4.2 Gambar Na-bentonit.....	24
Gambar 4.3 Mekanisme pertukara kation dengan surfaktan.....	26
Gambar 4.4 Difraktogram bentonit.....	27
Gambar 4.5 Pola difraktogram dari bentonit dan organoclay.....	28
Gambar 4.6 Jenis susunan alkil dalam lapisan <i>organoclay</i> .....	29
Gambar 4.7 Difraktogram bentonit dan <i>organoclay</i> .....	29
Gambar 4.8 FTIR Na-MMT dan F2.....	30
Gambar 4.9 FTIR <i>organoclay</i> 1 KTK, 2 KTK, dan 2,5 KTK.....	30
Gambar 4.10 Kurva TGA <i>organoclay</i> .....	33
Gambar 4.11 Ilustrasi degradasi surfaktan pada <i>organoclay</i> karena kalsinas....	34
Gambar 4.12 Grafik penentuan linieritas.....	35
Gambar 4.13 Kurva isotherm adsorpsi dan persamaan Freundlich .....	36
Gambar 4.14 Proses adsorpsi senyawa organik pada interlayer bentonit.....	37
Gambar 4.15 Mekanisme adsorpsi fenol pada permukaan bentonit.....	37

## DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 FTIR 1 KTK ODTMABr dan FTIR 2 KTK ODTMABr
- Lampiran 2 FTIR *organoclay* 2.5 KTK dan FTIR serapan fenol *organoclay* 1 KTK
- Lampiran 3 FTIR serapan fenol Fraksi 2 dan FTIR serapan fenol Na-MMT
- Lampiran 4 Kurva standar kompleks tembaga amin
- Lampiran 5 Data SEM Fraksi 2 dan Data SEM Na-MMT
- Lampiran 6 Data SEM 1 KTK dan Data SEM 2 KTK
- Lampiran 7 Data SEM 2,5 KTK
- Lampiran 8 Kurva TGA *Organoclay* 2 KTK dan Kurva TGA *organoclay* 2,5 KTK
- Lampiran 9 Kurva standar fenol dan tabel adsorpsi fenol
- Lampiran 10 Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dan Langmuir Na-MMT
- Lampiran 11 Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dan Langmuir F2



# BAB 1 PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Bentonit merupakan salah satu sumber daya non hayati yang banyak tersebar di pulau-pulau besar Indonesia, seperti di Kalimantan, Sumatera, Sulawesi dan Jawa, dengan cadangan diperkirakan lebih dari 380 juta ton. Namun, penggunaan bahan ini belum maksimal dan masih bernilai rendah sehingga harga jualnya sangat murah. Dalam rangka meningkatkan potensi sumber daya alam mineral Indonesia, serta meningkatkan pemanfaatan dan nilai jual bentonit, maka perlu adanya suatu modifikasi terhadap material bentonit tersebut.

Penggunaan bentonit sebagai adsorben telah banyak diteliti. Hal ini dikarenakan bentonit merupakan tipe mineral smektit dengan rasio 2:1, yang tersusun dari lapisan-lapisan renggang, sehingga memiliki luas permukaan yang besar. Bentonit banyak dimanfaatkan sebagai penukar kation logam, namun masih kurang efektif dalam mengadsorpsi molekul organik dalam suatu larutan (Lizhong, Yimin, & Jianying, 1997). Oleh karena itu, banyak penelitian telah dilakukan untuk modifikasi bentonit sehingga memiliki kemampuan untuk dapat mengadsorpsi molekul organik dan diaplikasikan sebagai adsorben polutan organik yang terkandung di dalam air. Modifikasi yang sering digunakan adalah dengan menyisipkan senyawa organik ke dalam ruang antar lapisan pada bentonit yang menghasilkan material baru *organoclay*.

Modifikasi bentonit menjadi *organoclay* yaitu dengan melakukan pertukaran kation anorganik pada permukaan eksternal dan internal kristal montmorillonite dengan senyawa organik seperti kation organik berupa ammonium kuarterner, atau yang biasa disebut dengan istilah terinterkelasi pada *clay*. Pergantian dengan kation organik ini akan menghasilkan lapisan permukaan mineral yang bersifat organofilik. Karena kemampuannya dalam mengadsorpsi molekul organik, maka *organoclay* telah digunakan dalam aplikasi lingkungan. *Organoclay* sangat efektif dalam menghilangkan kontaminasi molekul organik yang terdapat pada air dan disarankan untuk digunakan dalam *treatment* polutan organik di dalam air (Lizhong, Yimin, & Jianying, 1997).

Dalam studi sintesis *organoclay* ini, dipelajari sifat dan karakteristik *organoclay* dengan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr) sebagai agen penginterkalasi. Dalam studi awal yang telah dilakukan sebelumnya (Irwansyah, 2007) diketahui bahwa perbedaan orientasi surfaktan yang tercermin dari perbedaan jarak *basal spacing* antara bentonit alam dan bentonit komersial disebabkan oleh interaksi *clay* dengan surfaktan. Selanjutnya studi yang dilakukan oleh Diana (2010) diketahui bahwa ODTMA-bentonit memiliki *basal spacing* yang lebih besar dibandingkan pada Heksadesil Trimetilamonium Bromida-bentonit (HDTMA-bentonit). Pada studi tersebut, dipelajari kemampuan *organoclay* ODTMA-bentonit dan HDTMA-bentonit dalam dalam mengadsorpsi fenol, katekol, dan benzaldehid. Namun, dalam studi tersebut belum dilakukan variasi konsentrasi senyawa organik, sehingga tidak dapat diketahui isotherm adsorpsinya. Oleh karena itu, penelitian ini akan mempelajari kemampuan *organoclay* dalam menyerap fenol pada berbagai konsentrasi. Pemilihan fenol sebagai molekul organik yang akan diadsorpsi karena fenol merupakan limbah yang dihasilkan oleh industri minyak bumi yang umumnya terkontaminasi di dalam air.

## 1.2 Perumusan Masalah

1. Bagaimana karakter *organoclay* hasil sintesis dengan surfaktan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr) yang dianalisis dengan beberapa alat uji?
2. Bagaimana daya adsorpsi *organoclay* terhadap konsentrasi fenol?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Menentukan KTK dari Na-montmorillonite dengan menggunakan metode kompleks  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$ .
2. Membuat *organoclay* dari bentonit alam Tapanuli dengan menggunakan kationik surfaktan oktadesil trimetilamonium bromida (ODTMABr), serta mempelajari karakter *organoclay* hasil sintesis dengan XRD, FTIR, SEM

EDS, dan TGA untuk selanjutnya dapat diaplikasikan sesuai sifat dan karakter tersebut.

3. Mengetahui kemampuan adsorpsi *organoclay* terhadap molekul fenol dengan variasi konsentrasi.



## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

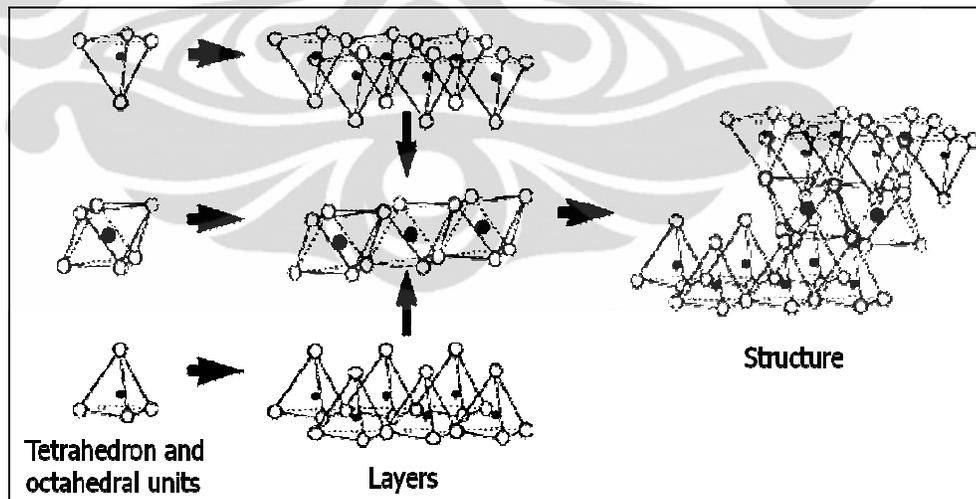
#### 2.1 Mineral Lempung (*Clay*)

Tanah lempung merupakan hasil pelapukan batuan-batuan yang sangat mudah ditemukan. Dalam kosa kata ilmiah, lempung dikenal sebagai *silica* atau *silicate clay* karena sebagian besar kandungannya adalah silika. *Silicate clay* yang ditemukan di tempat tertentu mempunyai komposisi tertentu, yang berbeda dengan *silicate clay* yang ditemukan di tempat yang berbeda.

Lempung merupakan bagian dari kelas mineral silikat pilosilikat. Lempung juga disebut sebagai aluminosilikat dan mempunyai struktur kristal tertentu. Lempung tersusun dari dua kerangka dasar pembangun (Gambar 2.1), yaitu :

1. Tetrahedral Silikon-Oksigen ( $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$ ).
2. Oktahedral Aluminium.

Kedua kerangka ini tersusun sedemikian rupa sehingga membentuk suatu lapisan tetrahedral dan oktahedral.

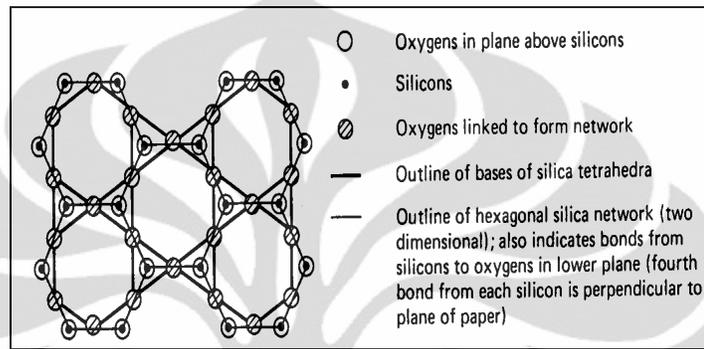


**Gambar 2.1** Kerangka Dasar Pembangun Lempung

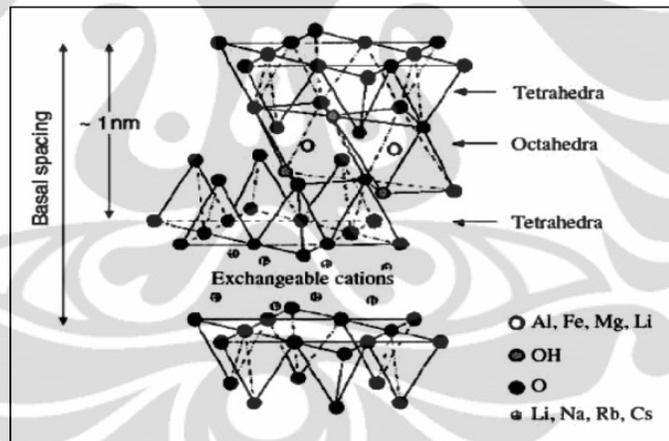
[Sumber: <http://webmineral.com/> 18 Mei 2011]

Lapisan tetrahedral disusun oleh tetrahedral yang bergabung melalui tiga dari empat atom oksigen yang sebagai jembatan, sehingga tersusun sebagai bentuk

heksagonal (Gambar 2.2a). Sedangkan pada lapisan oktahedral, tersusun oleh oktahedral yang membagi ujung-ujung oksigen dan hidroksil dengan Al, Mg, Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> yang disebut sebagai kation terkoordinasi. Lapisan oktahedral dapat disusun oleh (Fe, Mg)O<sub>6</sub> atau AlO<sub>6</sub>.



(a)



(b)

**Gambar 2.2** Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral

[Sumber: <http://webmineral.com/> 18 Mei 2011]

### 2.1.1 Jenis-jenis Lempung

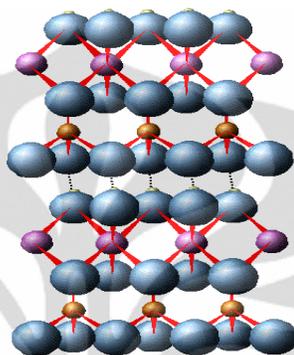
Berdasarkan perbandingan lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral penyusunnya, lempung dikelompokkan sebagai:

a. Lempung 1:1

Tersusun oleh satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral.

Termasuk kedalam kelompok ini adalah kaolinite. Kelompok lempung ini disebut dengan *phyllosilicate* yang tidak dapat mengembang. Struktur kaolinite terjadi

karena Si tetrahedral bergabung dengan lapisan gibsite melalui ion apikal oksigen yang juga bagian oktahedral. Akibatnya muatan pada ion oksigen ini diseimbangkan melalui ikatan dengan satu ion Si dan dua ion Al (Gambar 2.3).

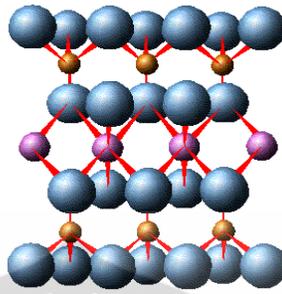


**Gambar 2.3** Kaolinite

[Sumber: <http://webmineral.com/> 18 Mei 2011]

b. Lempung 2:1

Terusun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral, sehingga terlihat seperti “*sandwich*”. Termasuk kedalam kelompok ini adalah smektite dan vermikulite. Istilah smektite digunakan untuk menjelaskan kelompok pilosilikat 2:1 yang mampu mengembang dan mempunyai muatan *layer* permanen akibat adanya substitusi isomorfis pada lapisan oktahedral Al (terutama oleh spesi bermuatan rendah seperti  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ , atau  $Mn^{2+}$ ) maupun pada lapisan tetrahedral Si (terutama oleh spesi  $Al^{3+}$  atau  $Fe^{3+}$ ). Substitusi ini mengakibatkan total muatan negatif pada struktur lempung, sehingga membutuhkan kation penyeimbang. Lapisan *interlayer* lempung terhidrasi, akibatnya kation dapat bergerak bebas masuk atau keluar struktur. Karena *interlayer* terbuka dan terhidrasi, kation penyeimbang berada di *interlayer* tersebut. Adanya kation pada daerah *interlayer* merupakan bagian dari kapasitas tukar kation. Pada vermikulite, muatan negatif umumnya berasal akibat substitusi Si oleh  $Al^{3+}$ .



**Gambar 2.4** Smektit

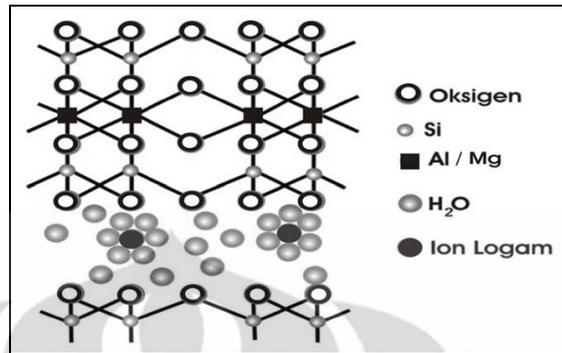
[Sumber : <http://webmineral.com/> 18 Mei 2011]

### 2.1.2 Bentonit

Bentonit merupakan salah satu jenis lempung yang mempunyai kandungan utama mineral smektit (montmorillonit) dengan kadar 85 – 95%, bersifat plastis dan koloidal tinggi. Fragmen sisa umumnya merupakan campuran dari mineral-mineral pengotor seperti kuarsa, kristobalit, feldspar, dan mineral-mineral lempung lain, tergantung pada daerah geologisnya.

Hasil penelitian dengan menggunakan X-ray diffraction (XRD) menunjukkan bahwa, mineral penyusun dalam bentonit yang dominan adalah montmorillonit. Montmorillonit termasuk dalam kelompok mineral aluminium-silikat-hidrat smektit sub-kelompok dioktahedral (*heptaphyllitic*) bersama-sama dengan beidelit dan nontronit, sedangkan sub-kelompok lainnya yaitu smektit trioktahedral (*octaphyllitic*) yang mencakup mineral-mineral hektorit dan saponit. Rumus kimianya adalah  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ .

Selain montmorillonit sebagai mineral utama di dalam bentonit, seringkali ditemukan mineral-mineral lain seperti kuarsa, pirofilit, kristobalit dan kaolinit. Bentonit melebur pada  $1330\text{-}1430^\circ\text{C}$ , mempunyai nilai kapasitas tukar kation (KTK) 60 - 150 mek/100 g, dengan luas permukaan  $700 - 800\text{ m}^2/\text{g}$ . Besarnya luas permukaan dan KTK ini menyebabkan sifat koloidal yang dimiliki oleh bentonit tinggi. Bentonit mempunyai daya adsorpsi kation yang tinggi serta kandungan montmorillonit yang bervariasi antara satu daerah dengan daerah lainnya. Mempelajari sifat-sifat montmorillonit menjadi penting dalam studi mengenai bentonit. Batuan bentonit hasil galian biasanya tidak langsung dipergunakan, tetapi lebih dahulu mengalami pengolahan seperti proses aktivasi.



**Struktur 2.5** Kristal Monmorillonit  
[Sumber : <http://webmineral.com> 18 Mei 2011]

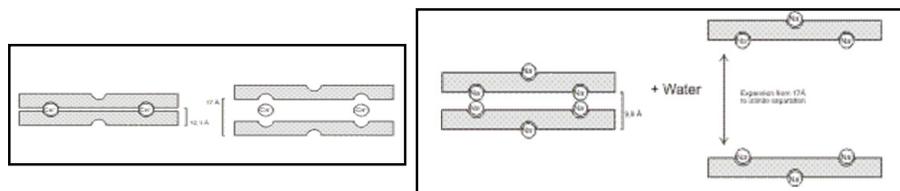
Berdasarkan tipenya, bentonite dibagi menjadi dua, yaitu:

a. *Swelling bentonite*

*Swelling* bentonit memiliki kemampuan mengembang pada lapisan interlayer. Pengembangan bentonit ini dapat terinterkalasi oleh senyawa lain yang ada dalam campuran. Daya pengembangan bentonit dikarenakan banyak kation  $\text{Na}^+$  pada interlayer bentonit. Bentonit jenis natrium banyak digunakan sebagai pencampur pembuatan cat, perekat pasir cetak dalam industri pengecoran dan sebagainya.

b. *Non swelling bentonite.*

Tipe bentonit ini sering disebut juga Ca-bentonit karena posisi kation lebih banyak ditempati ion  $\text{Ca}^{2+}$ . Pada Ca-bentonit, antara lapisannya terikat lebih kuat sehingga kurang mengembang. Maka biasanya Ca-bentonit perlu digantikan kationnya dengan Na untuk mendapatkan daya swelling lebih besar. Penggunaan bentonit dalam proses pemurnian minyak goreng perlu aktivasi terlebih dahulu.



**Gambar 2.6** Ca-bentonit dan Na-bentonit  
[Sumber: [www.ceg.fsv.cvut.cz/ENeeg\\_uvod03\\_bentonit.htm](http://www.ceg.fsv.cvut.cz/ENeeg_uvod03_bentonit.htm) 18 Maret 2011]

## 2.2 Proses Interkalasi

Interkalasi adalah suatu penyisipan spesies tamu (ion, atom, atau molekul) ke dalam antarlapis senyawa berstruktur lapis. Schubert (2002) mendefinisikan interkalasi adalah suatu penyisipan suatu spesies pada ruang antarlapis dari padatan dengan tetap mempertahankan struktur berlapisnya. Atom-atom atau molekul-molekul yang akan disisipkan disebut sebagai interkalan, sedangkan yang merupakan tempat yang akan dimasuki atom-atom atau molekul-molekul disebut sebagai interkalat. Metode ini akan memperbesar pori material, karena interkalan akan mendorong lapisan atau membuka antar lapisan untuk mengembang.

Menurut Ogawa dalam Rusman (1999), mekanisme pembentukan interkalasi dapat dikelompokkan menjadi lima golongan, yaitu :

- a. Senyawa interkalasi yang terbentuk dari pertukaran kation .

Senyawa terinterkalasi jenis ini terbentuk dari pertukaran kation tamu dengan kation yang menyetimbangkan muatan lapis. Jumlah kation tamu yang dapat terinterkalasi tergantung pada jumlah muatan yang terkandung pada lapisan bahan inang. Lempung terpillar adalah salah satu contoh senyawa terinterkalasi yang diperoleh dari pertukaran kation. Spesies tamu dalam hal ini berperan sebagai pilar yang akan membuka lapisan-lapisan lempung.

- b. Senyawa interkalasi yang dibentuk dari interaksi dipol dan pembentukan ikatan hidrogen.

Senyawa terinterkalasi jenis ini terbentuk jika spesies tuan rumah (*host*) bersifat isolator dan tidak memiliki muatan permukaan. Interaksi antara spesies tamu dan lapisan spesies tuan rumah hanya berupa interaksi dipol dan ikatan hidrogen, oleh karena itu jenis interkalasi ini tidak stabil dan senyawa yang terinterkalasi ini dengan mudah dapat digantikan.

- c. Senyawa interkalasi yang dibentuk dari interaksi dipol antara spesies tamu dan ion-ion di dalam antar lapis

Senyawa interkalasi jenis ini dapat terjadi melalui pertukaran molekul-molekul *solven*. Pertukaran tersebut terjadi antara molekul-molekul *solven* yang mensolvasi ion-ion dalam antarlapis dengan molekul-molekul tamu. Hal tersebut terjadi, jika molekul tamu mempunyai polaritas yang tinggi. Pada material lempung, molekul monomer dapat terinterkalasi melalui penggantian dengan molekul air.

- d. Senyawa interkalasi yang dibentuk dengan ikatan hidrogen.

Bila dibandingkan dengan senyawa interkalasi yang lain, maka spesies tamu akan terikat lebih kuat di dalam spesies induk, sehingga deinterkalasi lebih sulit terjadi.

- e. Senyawa interkalasi yang dibentuk dari transfer muatan.

Senyawa interkalasi yang terbentuk jika lapisan bahan induk bersifat konduktif.

Interkalan yang masuk ke dalam lapisan interkalat menyebabkan susunan yang dimiliki oleh interkalat mengalami perubahan. Lempung yang semula berbentuk lapisan alumino silikat, dengan masuknya interkalan diantara lapisan mengakibatkan lapisan terdekatnya akan terpisah menjadi lapisan alumino silikat - interkalan - alumino silikat.

### 2.3 Surfaktan

Surfaktan atau zat aktif permukaan merupakan molekul organik yang memiliki bagian atau gugus liofilik (suka pelarut) dan gugus liofobik (tidak suka pelarut). Jika pelarutnya adalah air, maka kedua gugus tersebut berturut-turut disebut hidrofilik dan hidrofobik.

Pada umumnya surfaktan dilambangkan dengan model kepala dan ekor. Bagian kepala melambangkan bagian hidrofilik, sedangkan bagian ekor melambangkan bagian hidrofobik. Bagian hidrofilik merupakan ion logam atau senyawaan logam, sedangkan gugus hidrofobik merupakan rantai hidrokarbon

alkil atau alkilaril. Panjang ekor (jumlah atom C) dan konformasi surfaktan akan mempengaruhi besar perubahan *basal spacing* pada *organoclay* yang akan disintesis.

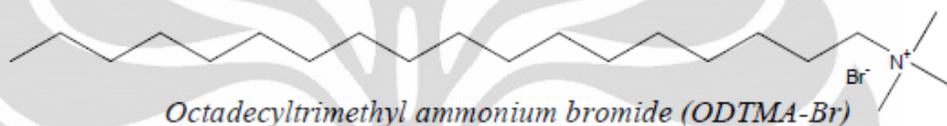
### 2.3.1 Klasifikasi surfaktan

Klasifikasi surfaktan berdasarkan gugus hidrofiliknya (Myers, 1999) ialah:

1. Surfaktan anionik, yaitu surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya membawa muatan negatif. Surfaktan yang termasuk golongan ini contohnya adalah: *Sodium Dodesyl Sulfate* (SDS)  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3^- \text{Na}^+$ , Natrium Stearat  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}^- \text{Na}^+$ .
2. Surfaktan amfoter (zwitter ion), yaitu surfaktan yang mengandung muatan positif maupun negatif pada bagian permukaannya, bergantung pada pH larutan. Pada pH di bawah titik isoelektriknya, surfaktan ini bersifat kationik, sedangkan pada pH di atas titik isoelektriknya, surfaktan ini bersifat anionik. Surfaktan yang termasuk golongan ini, contohnya adalah: Dodesil Betain,  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ .
3. Surfaktan non ionik, yaitu surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya tidak membawa muatan (tidak terionisasi di dalam larutan). Surfaktan yang termasuk golongan ini contohnya adalah: Tergitol,  $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{O})_{40}\text{H}$  dan Polioctililen laurel eter,  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_8\text{H}$ .
4. Surfaktan kationik, yaitu surfaktan dengan bagian permukaan aktifnya membawa muatan positif. Surfaktan kationik biasanya memiliki gugus fungsi amina, ammonium, heterosiklik. Surfaktan yang termasuk golongan ini adalah Dodesilamin Hidroklorida,  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_3]^+ \text{Cl}^-$ , Dodesiltrimetil Amonium Bromida  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3]^+ \text{Br}^-$ , Heksadesil Trimetilamonium Bromida (HDTMA-Br)  $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}(\text{CH}_3)_3]^+ \text{Br}^-$ , dan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMA-Br)  $[\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}(\text{CH}_3)_3]^+ \text{Br}^-$ .

### 2.3.2 Surfaktan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr)

Surfaktan kationik Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr) digunakan sebagai penginterkalasi bentonit. Nama lain dari surfaktan ini yakni 1-Oktadekanaminium, N,N,N-trimetil-,bromida (1:1). Molekul ini memiliki rumus  $C_{21}H_{46}NBr$  dengan berat molekul 392,52 g/mol dan formula molekulnya  $[C_{18}H_{37}N(CH_3)_3]^+Br^-$ . Berupa serbuk putih, larut dalam alkohol dan air panas serta berfungsi untuk sterilisasi, pengemulsi, penghalus.



**Gambar 2.7** Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr)

[Sumber: Martini, Kus Sri, 2009]

### 2.4 Organoclay

*Organoclay* umumnya dibuat dengan memodifikasi bentonit dengan senyawa organik. Senyawa organik yang sering digunakan adalah senyawa amina kuartener, suatu tipe surfaktan yang mengandung atom nitrogen. Ujung nitrogen amina kuartener (bagian hidrofilik) bermuatan positif, sehingga dapat melakukan pertukaran kation dengan natrium atau kalsium yang terletak pada interlayer.

*Organoclay* digunakan secara luas sebagai prekursor nanokomposit, adsorbent polutan organik dan material elektrik. Kombinasi sifat hidrolis surfaktan dan struktur lapisan layer silikat mengakibatkan sifat psikokimia yang khas. Pada saat interkalasi surfaktan, interlayer mineral lempung akan mengalami ekspansi seperti yang terlihat pada data XRD. Sejumlah studi menunjukkan bahwa *d-spacing organoclay* tergantung pada panjang rantai alkil dan rapatannya pengemasan surfaktan dalam galeri mineral lempung. Hendrik Heinz dkk menyatakan bahwa gugus kepala (*head group*) molekul organik yang menginterkalasi montmorillonite turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan. Pada proses tersebut terjadi interaksi organik-anorganik. Gugus  $R-NH_3^+$  membentuk ikatan hidrogen dengan oksigen silikat

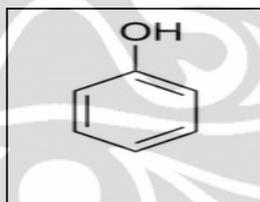
dengan jarak rata-rata 150 pm, sementara gugus amina kuartener,  $R-N(CH_3)_3^+$  tidak membentuk ikatan hidrogen dan sebagai implikasinya  $R-N(CH_3)_3^+$  memiliki mobilitas yang tinggi dibandingkan  $R-NH_3^+$ .

Studi mengenai perilaku termal dan perubahan jarak ruang antar lapisan *organoclay* juga telah dilakukan oleh Yunfei, Xi dkk (2006). Pada konsentrasi 0,4 KTK penyusunan surfaktan oktadesiltrimetilamonium bromida merupakan bentuk *monolayer* sementara pada konsentrasi 0,8 KTK dibentuk *lateral-bilayer*.

Bentonit yang terinkalasi amina kuartener bersifat organofilik, akibatnya memiliki daya serap yang tinggi terhadap polutan organik nonionik relatif dibandingkan bentonit alam dan lempung lainnya.

## 2.5 Fenol

Fenol merupakan senyawa dengan rumus kimia  $C_6H_5OH$  dan memiliki struktur gugus cincin fenil yang berikatan dengan hidroksil. Fenol memiliki kelarutan terbatas dalam air, yakni 8,3 gram/100 mL. Mempunyai massa molar 94,11 g/mol. Mempunyai titik didih  $181,9^\circ C$  dan titik lebur  $40,9^\circ C$ .



**Gambar 2.8** Fenol

[Sumber: <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/PH/phenol.html> 18 Mei 2011]

Fenol berupa zat kristal tak berwarna yang memiliki bau khas, memiliki sifat yang cenderung asam, yang artinya dapat melepaskan ion  $H^+$  dari gugus hidroksilnya. Pengeluaran ion tersebut menjadikan anion fenoksida  $C_6H_5O^-$  dapat dilarutkan dalam air. Dibandingkan dengan alkohol alifatik lainnya, fenol bersifat lebih asam. Akibat dari interaksi orbital antara pasangan oksigen dan sistem aromatik yang mendelokalisisi beban negatif melalui cincin tersebut dan menstabilkan anionnya.

## 2.6 Karakterisasi

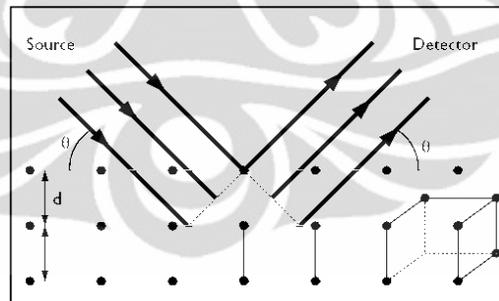
Metode karakterisasi yang biasa dilakukan pada bentonit dan organobentonit adalah serangkaian metode karakterisasi padatan seperti yang dijelaskan dibawah ini.

### 2.6.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Max von Laude menyatakan bahwa kristal dapat digunakan sebagai kisi tiga dimensi untuk difraksi radiasi elektromagnetik. Ketika radiasi elektromagnetik melewati suatu materi, terjadi interaksi dengan elektron dalam atom dan sebagian dihamburkan ke segala arah. Dalam beberapa arah, gelombang berada dalam satu fasa dan saling memperkuat satu sama lain sehingga terjadi interferensi konstruktif sedangkan sebagian tidak satu fase dan saling meniadakan sehingga terjadi interferensi destruktif. (Gunlazuardi, Jarnuzi, 2005)

Interferensi konstruktif tergantung pada jarak antar bidang ( $d$ ), besar sudut difraksi ( $\theta$ ) dan berlangsung hanya apabila memenuhi hukum Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n= 1, 2, 3, \dots$$



**Gambar 2.9** Difraksi sinar X  
[Sumber: Hardjono, 1992]

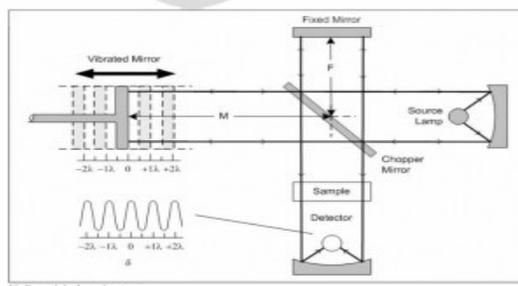
Penurunan konvensional Hukum Bragg dengan menganggap setiap bidang kisi memantulkan radiasi. Dalam difraktometer sampel disebarkan pada bidang datar, dan pola difraksinya dimonitor secara elektronik. Pada umumnya digunakan untuk analisa kuantitatif dan kualitatif, karena pola difraksi itu merupakan sejenis sidik jari yang dapat dikenali.

### 2.6.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

Spektroskopi inframerah adalah suatu alat yang sangat besar andilnya dalam mengidentifikasi tipe-tipe ikatan kimia yang menyusun suatu molekul tertentu dengan memproduksi spektrum absorpsi inframerah yang biasanya hasil pengukuran alat ini disebut sebagai sidik jari molekul “finger-print”. FTIR banyak digunakan untuk mengidentifikasi bahan kimia baik yang organik maupun anorganik.

Prinsip alat ini bergantung pada vibrasi ikatan molekular dan tipe ikatan molekular. Pada setiap vibrasi akan terbentuk frekuensi spesifik yang akan menyerap energi untuk mengeksitasikan elektron dari tingkat energi rendah ke tingkat energi di atasnya. Energi yang diserap tersebut berasal dari sinar inframerah yang ditembakkan, sehingga perbedaan energi akan berhubungan dengan energi yang diserap molekul.

Berbagai bahan kimia dapat diidentifikasi seperti cat, polimer, pelapis, obat-obatan, dll. Secara kualitatif, FTIR mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul tersebut. Panjang gelombang cahaya yang diserap ialah sesuai karakter ikatan kimia yang dapat dilihat spektrum khasnya. Biasanya pada senyawa anorganik, spektra yang muncul lebih simpel. Seperti halnya spektra Si-CH<sub>3</sub>, Si-O-Si, Si-C, dll. Penggunaannya untuk analisis kuantitatif dihitung dengan hubungan antara spektrum absorpsi dan konsentrasi biasanya untuk pengukuran jumlah silika dalam industri.



**Gambar 2.10** Sistem Optik FTIR

[Sumber: Hardjono, 1992]

### 2.6.3 Thermogravimetric analysis (TGA)

*Thermogravimetric analysis* (TGA) memberikan pengukuran kuantitatif dari setiap perubahan berat yang diberkaitan dengan transisi/perubahan sebagai akibat dari adanya perlakuan *thermal*. TGA dapat mencatat secara langsung kehilangan berat suatu bahan sebagai fungsi temperatur atau waktu (jika dioperasikan pada kondisi isothermal) untuk suatu transisi yang melibatkan proses dehidrasi atau dekomposisi. Alur data berat/perubahan berat terhadap temperatur/waktu disebut kurva termogravimetri (kurva TG). Kurva TGA sangat khas untuk setiap senyawa atau bahan yang diperiksa. Hal tersebut terjadi sebagai akibat dari adanya transisi/perubahan fisika dan/atau reaksi kimia yang secara berurutan dan unik pada rentang waktu tertentu, untuk setiap bahan. Laju dari perubahan yang diakibatkan oleh panas ini seringkali merupakan fungsi struktur molekuler.

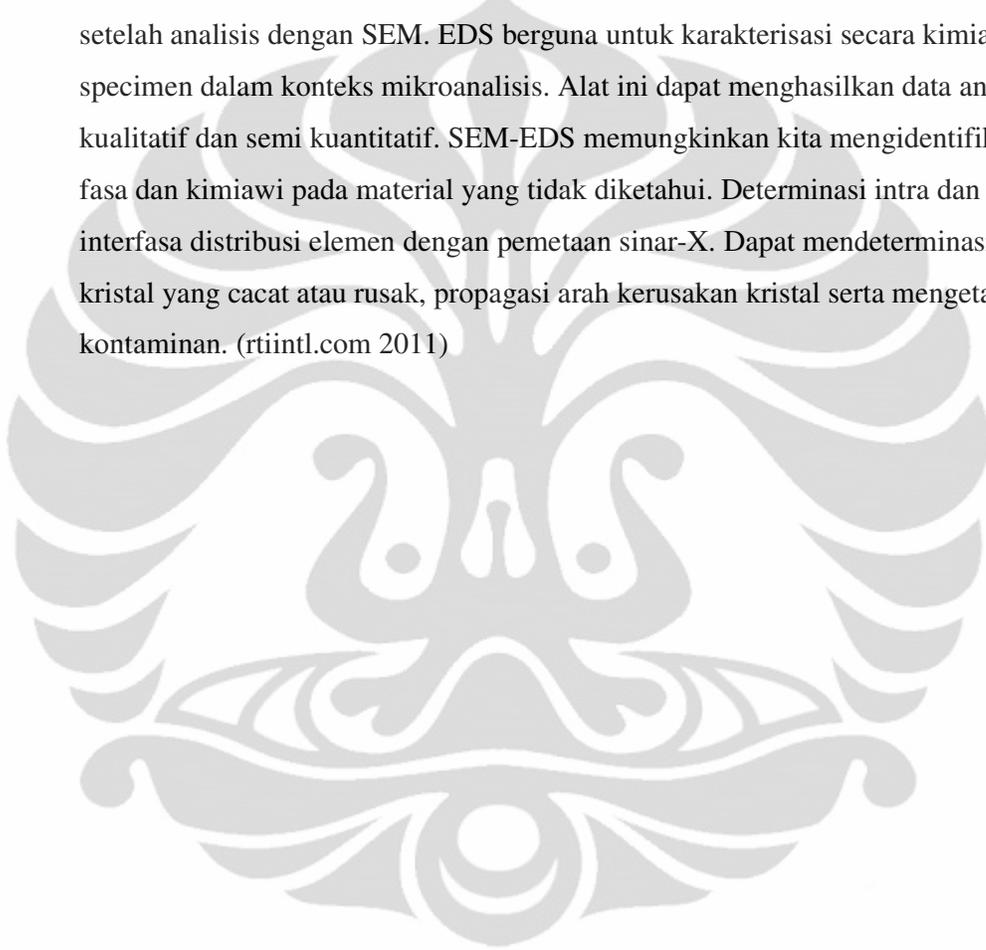
### 2.6.4 Spektrofotometer UV/ Visibel

Untuk mengetahui alasan timbulnya warna pada senyawaan tertentu, dapat digunakan determinasi antara hubungan warna dengan konjugasi yang muncul. Perhitungan yang akurat dilakukan dengan menyinari sinar lalu dilihat berapa banyak sinar yang terserap pada panjang gelombang tertentu.

Daerah spektrum UV yang digunakan di atas 200 nm diperkirakan energinya mencapai 143 kkal/mol. energi tersebut cukup untuk mengeksitasikan electron molekul ke tingkat yang lebih tinggi lagi. Fenomena ini sering disebut sebagai spektroskopi elektronik. Promosi elektron yang terjadi biasanya dari orbital yang penuh elektron (HOMO) ke orbital yang kurang elektron (LUMO). Ketika molekul sampel disinari cahaya yang memiliki energi yang sesuai, terjadi kemungkinan transisi elektronik antara molekul. Beberapa sinarnya akan terabsorb dan ada yang diteruskan. Sinar yang tidak diserap akan terdeteksi pada alat dan menghasilkan spektrum dengan absorbansi spesifik pada setiap panjang gelombang tertentu.

### **2.6.5 Scanning *Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS)**

SEM sangat berguna untuk mendapatkan gambaran umum morfologi suatu material. Perbedaan kontras warna yang terdeteksi mewakili topografi permukaan dan komposisi elemen yang berbeda. Untuk teknik analisis EDS digunakan setelah analisis dengan SEM. EDS berguna untuk karakterisasi secara kimia suatu specimen dalam konteks mikroanalisis. Alat ini dapat menghasilkan data analisis kualitatif dan semi kuantitatif. SEM-EDS memungkinkan kita mengidentifikasi fasa dan kimiawi pada material yang tidak diketahui. Determinasi intra dan interfasa distribusi elemen dengan pemetaan sinar-X. Dapat mendeterminasi kristal yang cacat atau rusak, propagasi arah kerusakan kristal serta mengetahui kontaminan. (rtiintl.com 2011)



## **BAB 3 METODE PENELITIAN**

### **3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia yang dimulai dari bulan Februari sampai dengan Mei 2011.

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat Proses**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain gelas piala 100 mL, 250 mL, 500 mL, dan 1000mL, labu ukur 10mL, 250 mL, 500mL, dan 1000 mL, pipet volumetri, pipet tetes, gelas beker, batang pengaduk, botol semprot, bulb, tabung reaksi, mortar, neraca analitik, oven, termometer, sentrifuge, sonikator, ayakan mesh, dan *magnetic stirrer*.

#### **3.2.2 Alat Uji**

Alat uji yang digunakan untuk analisa dan karekterisasi adalah spektrofotometer UV-Vis, spekrofotometer FTIR, SEM-EDS, Difraksi sinar-X (XRD), dan TGA.

#### **3.2.3 Bahan**

- Bentonit Alam
- Akuades
- AgNO<sub>3</sub>
- NaCl
- Etilendiamin (EDA)
- Tembaga (II) Sulfat (CuSO<sub>4</sub>)
- Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr)

### **3.3 Prosedur kerja**

#### **3.3.1 Preparasi Bentonit**

Bentonit asal Tapanuli digerus, kemudian dipanaskan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam. Bentonit yang sudah dikeringkan lalu dikarakterisasi.

### 3.3.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 100 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan 2 liter akuades. Campuran tersebut diaduk dengan stirrer selama 30 menit kemudian didiamkan selama 5 menit. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi. Endapan ini disebut sebagai fraksi satu (F1). Suspensi sisa fraksi satu didiamkan kembali selama 2 jam. Endapan yang didapat ialah fraksi dua (F2). Endapan dari fraksi dua lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 °C sampai kering dan kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

### 3.3.3 Sintesis Na-Montmorillonite (Na-MMT)

Sebanyak 20 gram bentonit fraksi dua disuspensikan ke dalam 600 mL larutan NaCl 1 M. Pengadukan suspensi dilakukan dengan menggunakan stirrer selama 6 jam. Campuran didekantasi dan diambil endapannya. Endapan tersebut didispersikan kembali dengan 600 mL NaCl 1 M. Kemudian dilakukan pengadukan dengan stirrer kembali selama 6 jam, lalu endapan didekantasi. Endapan dicuci dengan akuades beberapa kali. Filtrat diuji dengan menambahkan AgNO<sub>3</sub> 1 M beberapa mL sampai yakin tidak terbentuk endapan putih AgCl. Setelah dilakukan pencucian, endapan kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 110-120 °C. Endapan digerus dan diayak hingga berukuran 200 mesh. Na-MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

### 3.3.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Larutan 0.01 M Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup> dibuat dengan mencampurkan larutan CuSO<sub>4</sub> 1M dan larutan etilendiamin 1 M dengan perbandingan stoikiometri (1:2). Sebanyak 0.1 gram bentonit disuspensikan dengan 5 mL larutan kompleks Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup> dan akuades 20 mL. Kemudian suspensi diaduk dengan stirrer selama 30 menit. Absorbansi larutan sebelum dan setelah dicampur diukur dengan spektrofotometer UV/Vis pada λ maks 536 nm. Larutan standar dibuat dengan konsentrasi yang mendekati absorbansi filtrat larutan kompleks setelah distirrer.

### 3.3.5 Sintesis *Organoclay*

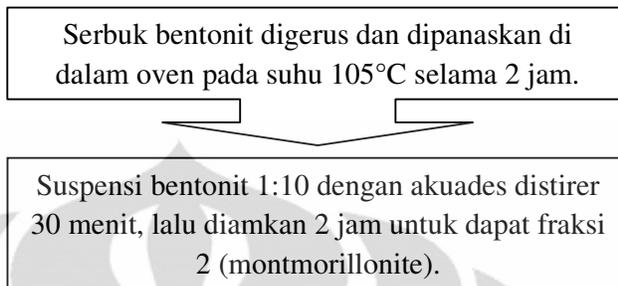
Sebanyak 2 gram Na-MMT didispersikan dalam 20 mL akuades dan dilakukan pengadukan selama 12 jam. Melarutkan ODTMABr dalam 30 mL akuades dengan variasi 1,0; 2,0; dan 2,5 KTK. ODTMABr yang sudah siap ditambahkan ke dalam suspensi secara perlahan-lahan pada suhu suspensi 60<sup>0</sup>C. Dilakukan pengadukan dengan stirrer selama 10 jam. Campuran diultrasonik pada suhu 60<sup>0</sup>C selama 30 menit. Suspensi didekantasi dan endapan dicuci beberapa kali dengan akuades sampai yakin tidak ada bromida yang tersisa. Kemudian campuran disentrifugasi lalu endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60<sup>0</sup>C selama 3 jam. Hasil *organoclay* yang didapat diuji dengan XRD, FTIR, dan TGA.

### 3.3.6 Aplikasi sebagai Adsorben Fenol

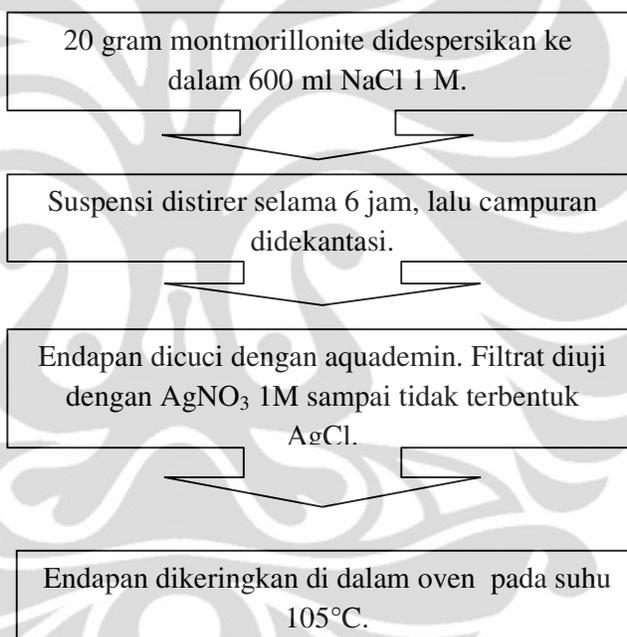
Sebanyak 0,1 gram untuk masing-masing sampel Na-MMT, *organoclay* 1 KTK, dan 2 KTK didispersikan ke dalam 10 mL larutan fenol 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, dan 40 ppm. Untuk setiap campuran yang ada diaduk dengan stirrer selama 18 jam. Untuk pengambilan filtrat, campuran disentrifugasi selama 1 jam. Kemudian filtrat dari campuran diambil untuk kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis. Untuk mengetahui konsentrasi larutan yang diuji, dibuatkan larutan standar fenol 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm, dan 5 ppm. Endapan yang ada kemudian dikeringkan dan digerus sampai membentuk serbuk lalu dikarakterisasi dengan FTIR.

### 3.4 Bagan Kerja

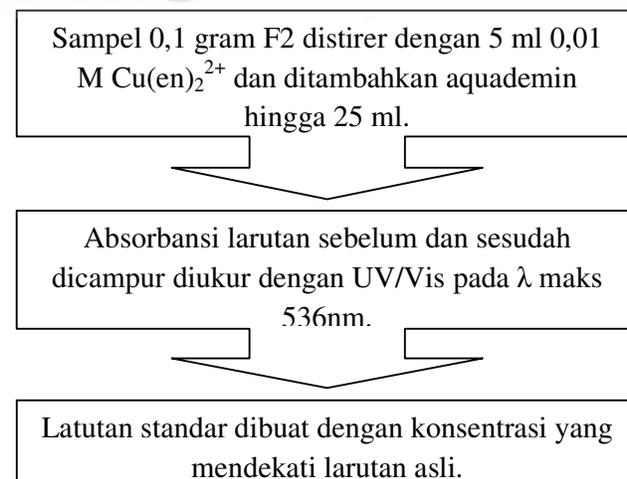
#### 3.4.1 Preparasi Bentonit



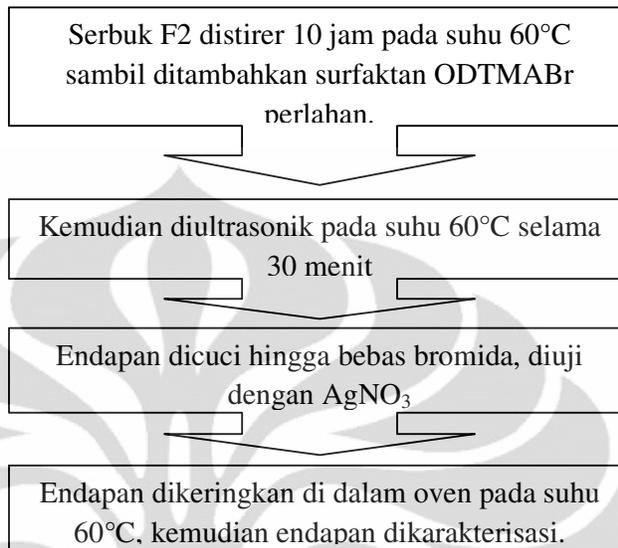
#### 3.4.2 Sintesis Na-Montmorillonite



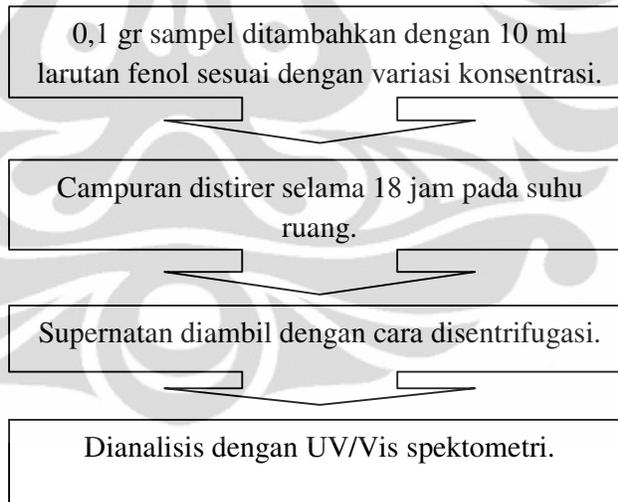
#### 3.4.3 Kapasitas Tukar Kation



### 3.4.4 Sintesis *Organoclay*



### 3.4.5 Aplikasi Sebagai Adsorben Fenol



## BAB 4 PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi Bentonit

Preparasi bentonit asal Tapanuli, Sumatera Utara diawali dengan penggerusan agar ukuran partikel menjadi lebih kecil, sehingga luas permukaannya menjadi lebih besar. Kemudian bentonit dikeringkan di dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  untuk menghilangkan kadar air yang berlebihan. Selain montmorillonite sebagai mineral utama di dalam bentonit, seringkali ditemukan mineral-mineral lain seperti kuarsa, pirofisit, kristobalit, dan kaolinit. Oleh karena itu, perlu dilakukan fraksinasi agar diperoleh fraksi dengan kandungan montmorillonite tertinggi. Dengan fraksinasi ini, pengotor-pengotor yang memiliki massa jenis lebih besar akan mengendap lebih awal.

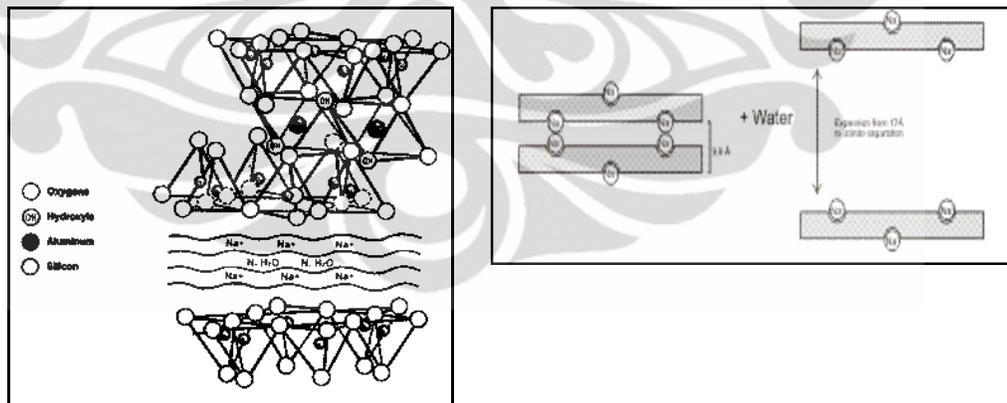


**Gambar 4.1** Tahapan fraksinasi. Fraksi satu telah mengendap, sedangkan fraksi dua masih membentuk suspensi.

Berdasarkan studi yang dilakukan Irwansyah (2007) sebelumnya, fraksi dua mengandung montmorillonite yang paling banyak. Dengan melakukan fraksinasi diharapkan dapat menghilangkan pengotor nonsilika seperti karbon arang yang terapung di permukaan suspensi. Selain itu juga untuk dapat memisahkan bentonit yang mengandung besi dengan mendekantasikan bentonit dan diambil filtratnya karena bentonit yang mengandung logam Fe akan lebih berat dan cepat mengendap (Diana, 2010). Montmorillonite yang lebih lama mengendap mempresentasikan bahwa interaksi yang terjadi antara lapisan silikat dengan molekul air lebih kuat.

Dalam penelitian ini tidak dilakukan purifikasi kimia, seperti purifikasi karbonat terhadap bentonit. Hal ini karena menurut Irwansyah (2007), perlakuan kimia yang diberikan terhadap bentonit akan mengurangi kandungan montmorillonite dan merusak struktur bentonit. Sebelum disintesis menjadi *organoclay*, dilakukan penyeragaman kation di antara interlayer bentonit fraksi dua dengan ion  $\text{Na}^+$ . Substitusi ini bertujuan untuk menyeragamkan kation yang ada di antara interlayer, sehingga penentuan harga KTK dapat lebih akurat karena berdasarkan mayoritas jumlah kation  $\text{Na}^+$ . Hasil dari penyeragaman kation pada fraksi dua ini disebut Na-MMT (singkatan dari Na *exchanged* – Montmorillonite)

Penyeragaman kation  $\text{Na}^+$  di antara interlayer akan memperbesar daya mengembang bentonit tersebut, sehingga akan mempermudah dalam proses interkultasi surfaktan seperti diilustrasikan oleh Gambar 4.2. Na-bentonit bersifat lebih mengembang karena ion  $\text{Na}^+$  yang berada di permukaan bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami defisiensi muatan positif pada salah satu lembar saja, sehingga di antara lembaran akan terpisah cukup jauh dan memungkinkan interaksi dengan air lebih banyak dan meningkatkan kestabilan (Irwansyah, 2007).



**Gambar 4.2** Gambar Na-bentonit

[Sumber: [www.tulane.edu/~sanelson/eens/211](http://www.tulane.edu/~sanelson/eens/211) 19 Mei 2011]

#### 4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation

Setelah dilakukan penyeragaman kation pada interlayer bentonit fraksi dua, dilakukan penentuan kapasitas tukar kation. Penentuan kapasitas kation menggunakan metode kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ . Hal ini dikarenakan menurut Bergaya

(1997), pertukaran kation dengan logam berat bersifat irreversible dan tidak bergantung pH. Kelebihan metode ini dalam menentukan kapasitas tukar kation dibandingkan metode Kjeldahl adalah terjadinya reaksi tunggal yang lebih cepat dan komplit dalam pertukaran kationnya. Selain itu, logam berat pun ikut tergantung dan kapasitas tukar kation yang dihasilkan lebih reproduibel dengan akurasi sekitar 10% untuk  $CEC < 20 \text{ meq}/100 \text{ gram clay}$ .

Pada penelitian ini, determinasi adanya kompleks  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  dilakukan dengan pengukuran spektrofotometer visible. Dengan menghitung kompleks tembaga amin yang bersisa, maka jumlah kompleks tembaga amin yang terserap dapat diketahui. Perhitungan dilakukan dengan membuat kurva antara konsentrasi dan absorbansi.

**Tabel 4.1** Tabel konsentrasi larutan  $[\text{Cu(en)}_2]^{2+}$  dalam penentuan KTK

Konsentrasi sebelum (mmol/gram)	Konsentrasi sesudah (mmol/gram)	Konsentrasi yang diserap (mmol/gram)	Nilai KTK (mek/100 gram clay)
1,3250	<b>0,6700</b>	<b>0,6550</b>	<b>65,5</b>

$\lambda = 536\text{nm}$  ; volume = 25 ml ; massa Na-MMT = 0,1 gram

Berdasarkan kurva antara konsentrasi dan absorbansi dari larutan kompleks tembaga amin, diperoleh persamaan  $y = 1,563 x + 0,00403$ . Dengan menggunakan persamaan tersebut, maka dapat ditentukan nilai konsentrasi dari kompleks tembaga amin yang bersisa. Dengan melakukan perhitungan, didapat nilai KTK Na-MMT sebesar 65,5 (mek/100gram). Perhitungan tercantum pada Lampiran 4.

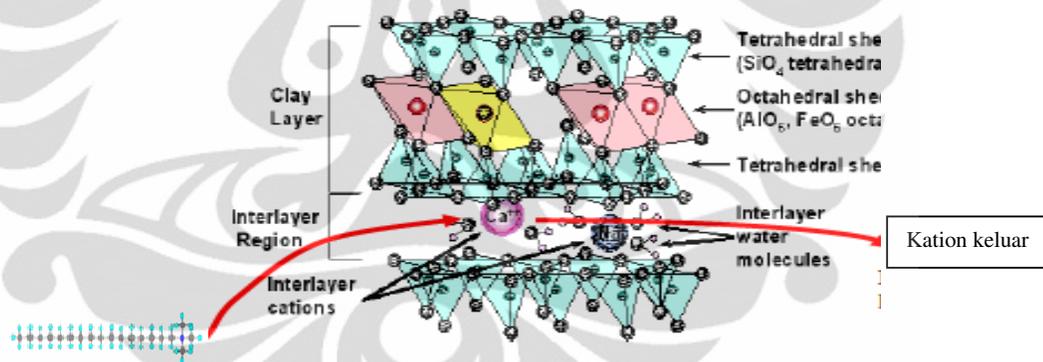
### 4.3 Sintesis *Organoclay*

Nilai KTK yang telah didapat digunakan untuk menentukan jumlah surfaktan yang akan diinterklasikan ke dalam Na-MMT. Pada penelitian kali ini, surfaktan yang digunakan adalah surfaktan kationik yang memiliki rantai alkil panjang, yaitu Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMA-Br). Menurut Syuhada, dkk (2009), rantai alkil yang lebih panjang pada surfaktan akan

menghasilkan organoclay dengan stabilitas termal dan peningkatan *d-spacing* yang lebih baik.

Penambahan surfaktan ke dalam suspensi Na-MMT dan air haruslah secara perlahan agar tidak terjadi agregat. Suspensi *organoclay* perlu di ultrasonik selama 30 menit untuk memecah agregat. Pada proses sintesis organoclay ini, suhu suspensi diatur pada suhu 60 °C agar surfaktan dapat terinterkalasi secara maksimal karena konformasi *gauche* pada rantai alkil akan memudahkan orientasi penataan rantai ekor surfaktan.

Adanya muatan negatif pada permukaan bentonit, menyebabkan kation-kation pada daerah interlayer tertarik oleh partikel *clay* secara elektrostatik. Kation-kation ini kemungkinan dapat dipertukarkan dengan kation-kation yang berasal dari surfaktan. Penginterkalasian surfaktan ini akan mempengaruhi nilai basal *spacing* interlayer. Basal spacing dari bentonit ini diharapkan meningkat, sebanding dengan nilai KTK yang digunakan.

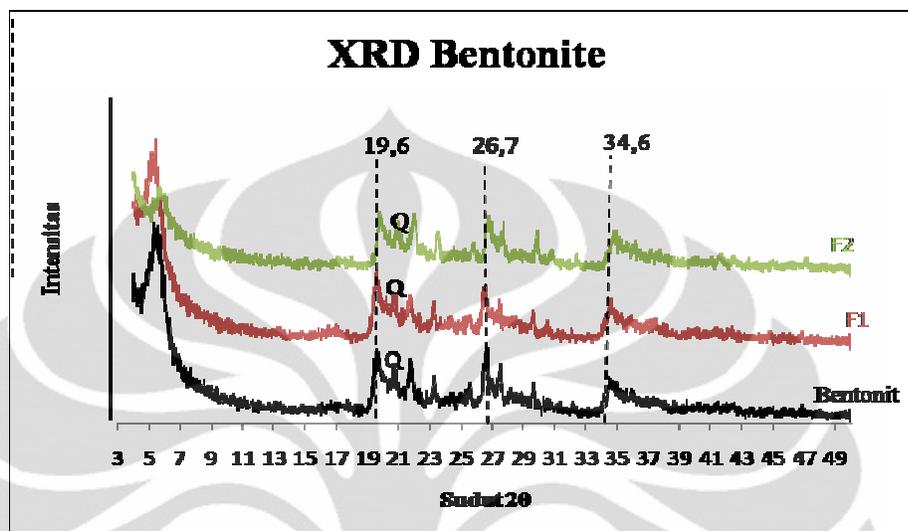


**Gambar 4.3** Mekanisme pertukaran kation dengan surfaktan  
[Sumber: Diana, 2010 (Referensi: Permanasari, 2003, telah diolah kembali)]

*Organoclay* hasil preparasi ini kemudian dikarakterisasi dengan berbagai metode untuk memperoleh informasi pengaruh interkalasi surfaktan pada karakter dan sifat Na-MMT.

## 4.4 Karakterisasi

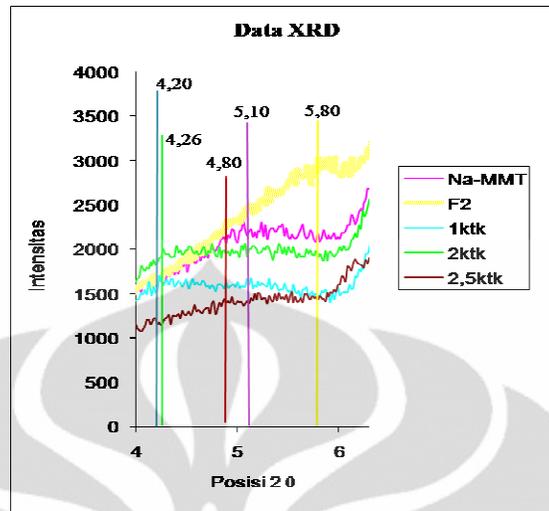
### 4.4.1 X-ray Diffraction (X-RD)



Gambar 4.4 Difraktogram bentonit

Gambar 4.4 menunjukkan pola difraksi bentonit Tapanuli, Fraksi 1, dan Fraksi 2. Berdasarkan gambar tersebut, muncul puncak-puncak khas bentonit, yaitu pada sudut  $2\theta = 19.6^\circ$ ;  $26.7^\circ$  dan  $34.6^\circ$ . Selain itu, puncak kuarsa terdeteksi pada  $2\theta = 21^\circ$ . Hal ini menunjukkan adanya pengotor berupa kuarsa pada bentonit Tapanuli, Fraksi 1 dan Fraksi 2.

Pada penelitian ini, digunakan surfaktan ODTMABr untuk mensintesis *organoclay*. Hal ini dikarenakan pada studi sebelumnya yang dilakukan oleh Diana (2010), didapatkan ODTMABr memiliki nilai *d-spacing* yang lebih besar daripada HDTMA-Br pada nilai KTK yang sama.



Gambar 4.5 Pola difraktogram dari bentonit dan *organoclay*

Hasil karakterisasi XRD pada *organoclay* 1 KTK, 2 KTK, dan 2,5 KTK menunjukkan adanya pergeseran pada  $2\theta = 4^\circ$ - $5^\circ$ . (Gambar 4.5 dan Tabel 4.2). Dari  $2\theta$  ini, dapat ditentukan nilai *d-spacing* dari tiap-tiap KTK dengan menggunakan rumus:

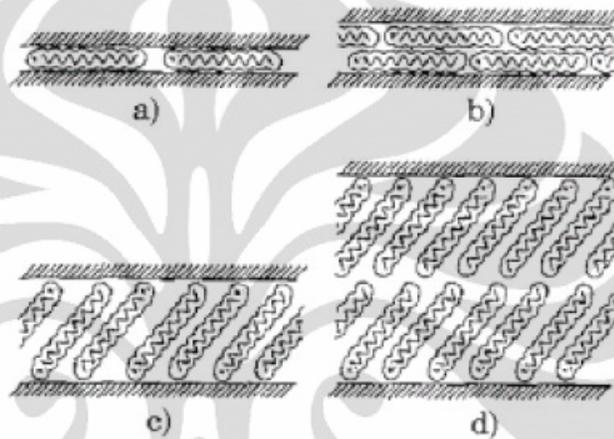
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Tabel 4.2 Besar nilai *d-spacing* bentonit dan *organoclay*

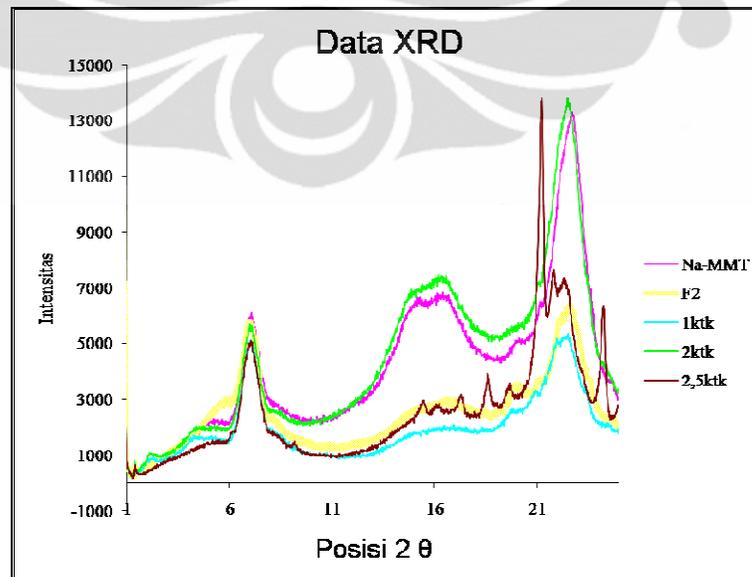
Sampel	2 theta	d Spacing (Å)
F2	5.80	15.24
Na-MMT	5.10	17.36
1 KTK	4.20	21.03
2 KTK	4.26	20.72
2.5 KTK	4.80	18.39

Berdasarkan Tabel 4.2 terjadi peningkatan *spacing* pada interlayer bentonit. Penambahan surfaktan ODTMABr lebih besar dari 1 KTK tidak mengubah nilai basal *spacing* menjadi lebih besar. Bahkan pada penambahan surfaktan 2,5 KTK, nilai *d-spacing* menurun menjadi 18.02 Hal ini sesuai dengan laporan Syuhada dkk (2008) bahwa nilai KTK yang lebih besar dari 1,0 akan

mengurangi peningkatan *d-spacing*. Hal ini kemungkinan dikarenakan konsentrasi surfaktan yang berlebih, akan menyebabkan surfaktan tersusun secara lateral satu lapis dalam bentonit. Pola XRD untuk 2,5 KTK pun mengalami perubahan (Gambar 4.7). Perubahan pada difraktogram tersebut kemungkinan disebabkan pengaruh dari penambahan surfaktan yang berlebihan.

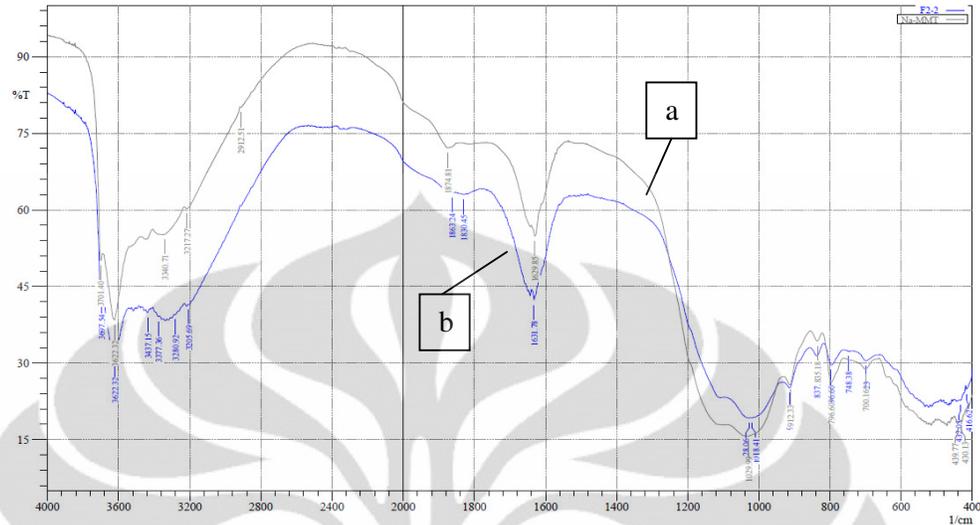


**Gambar 4.6** Jenis susunan alkil dalam lapisan organoclay. a) lateral satu lapis (monolayer); b) lateral dua lapis (bilayer); c) paraffin satu lapis (monolayer) dan d) paraffin dua lapis (bilayer)  
 [Sumber: Syuhada, dkk, 2008]



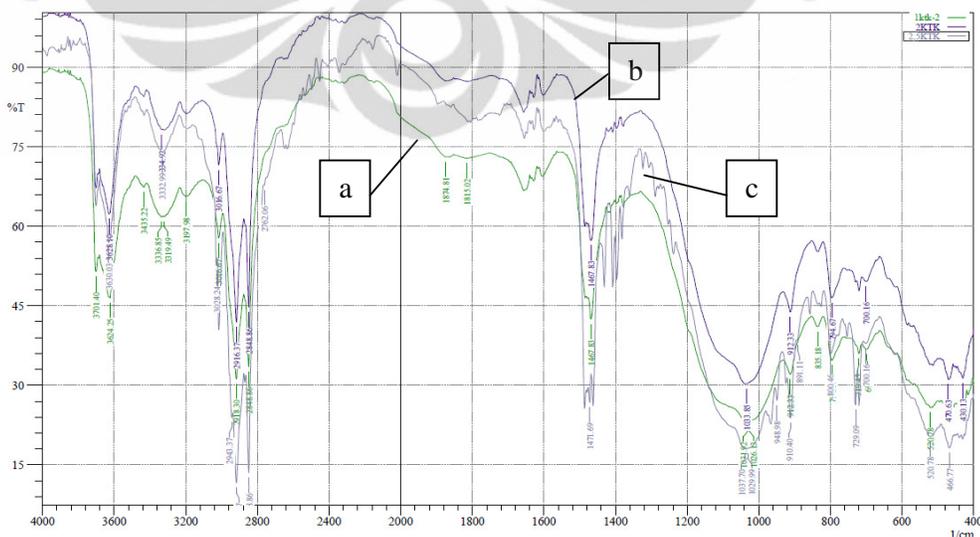
**Gambar 4.7** Difraktogram bentonit dan *organoclay*

#### 4.4.2 Spektroskopi Infra Merah (FTIR)



**Gambar 4.8** FTIR dari a. Na-MMT dan b. F2

Hasil karakterisasi F2 dan Na-MMT dengan FTIR pada Gambar 4.8 menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang  $1632\text{ cm}^{-1}$  pada F2 dan Na-MMT merupakan pita tekuk H-O-H yang terdeformasi. Pada bilangan gelombang sekitar  $500\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$  muncul vibrasi Si-O dan Al-O. Sedangkan puncak OH structural pada kerangka silikat bentonit muncul pada bilangan gelombang sekitar  $3600\text{ cm}^{-1}$ .



**Gambar 4.9** FTIR dari *Organoclay* a. 1 KTK; b. 2 KTK; dan c. 2,5 KTK

Hasil karakterisasi *organoclay* dengan FTIR, dapat dilihat pada Gambar 4.9. Pada gambar tersebut terlihat adanya daerah serapan baru yang muncul, yaitu pada bilangan gelombang  $3028\text{ cm}^{-1}$  untuk vibrasi uluran amin dan  $1471\text{ cm}^{-1}$  untuk vibrasi tekuk amina. Pada bilangan gelombang  $2916\text{ cm}^{-1}$  dan  $2848\text{ cm}^{-1}$  muncul daerah serapan uluran asimetrik dan simetrik grup metilen. Vibrasi uluran  $\text{CH}_2$  asimetrik dan simetrik sangat sensitif dengan perubahan konformasi *trans* dan *gauche* atau interaksi pada rantai alkil panjangnya. Pergeseran puncak ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi menunjukkan konformasi *gauche*. Sedangkan sebaliknya, pergeseran puncak ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah menunjukkan konformasi *trans*. Maka frekuensi vibrasi uluran  $\text{CH}_2$  dapat dijadikan penentu lingkungan di sekitar surfaktan dalam interlayer bentonit. Konformasi *gauche* terjadi bila lingkungan sekitar surfaktan tidak teratur pada temperatur yang lebih tinggi atau bersifat *liquid-like*. Sedangkan untuk konformasi *trans*, merepresentasikan lingkungan yang bersifat *solid-like* (Frost *et al*, 2007).

Secara umum, *organoclay* 1 KTK dan 2 KTK memiliki spektra IR yang mirip, sedangkan *organoclay* dengan 2,5 KTK terlihat puncak tambahan di daerah  $1400\text{ cm}^{-1}$  yang diduga berasal dari surfaktan. Hasil pengamatan dengan FTIR ini memperkuat hasil pengamatan XRD *low angle* bahwa surfaktan yang ditambah sudah berlebih.

**Tabel 4.3** Puncak-puncak yang terdeteksi pada F2, Na-MMT, dan *Organoclay*

Jenis spektra	Wavelength cm <sup>-1</sup> F2	Wavelength cm <sup>-1</sup> Na-MMT	Wavelength cm <sup>-1</sup> Organoclay
Ulur O-H struktural	3622	3622	3630
Ulur O-H dari molekul air	3377	3340	3332
Tekuk HOH dari molekul air	1631	1629	1654
Ulur Si-O-Si, deformasi Al <sub>2</sub> OH, deformasi Al-Mg-OH, Al-O dan Si- O-Fe	1028, 912, 700, 520, 439	1029, 912, 700, 520, 439	1029,912, 729, 520, 466
Amina Primer NH <sub>3</sub> <sup>+</sup> Asimetrik dan Simetrik Uluran Vibrasi	-	-	3028
Vibrasi simetrik dan asimetrik dari C-H pada metilen (-CH <sub>2</sub> )	-	-	2916, 2848
Vibrasi ulur C-H	-	-	1400
Tekuk Si-O	520, 439	520, 439	520, 466
Tekukan NH <sub>3</sub> <sup>+</sup> Asimetrik dan Simetrik	-	-	1471

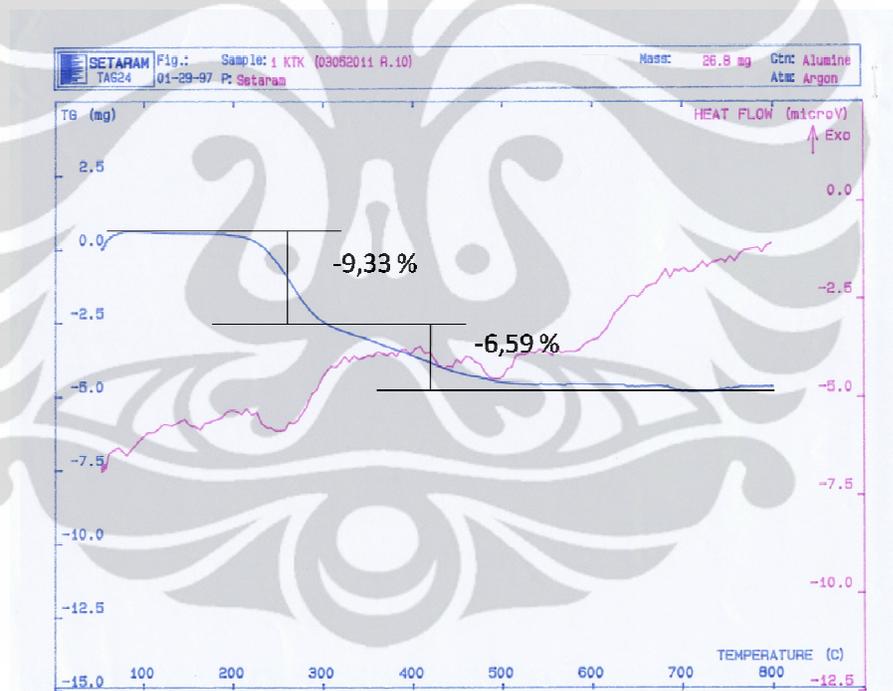
#### 4.4.3 SEM EDS

Pada pengukuran SEM, (Lampiran 4) dapat terlihat morfologi bentonit secara jelas bahwa struktur bentonit terdiri dari tumpukan-tumpukan lapisan silikat. Pengukuran komposisi bentonit dengan EDS, dapat diketahui rasio dari Si/Al dan Na/Si. Pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa pada *organoclay* sudah tidak terdapat kation Na<sup>+</sup> karena sudah ditukar oleh surfaktan kationik ODTMABr.

**Tabel 4.4** Tabel rasio Si/Al

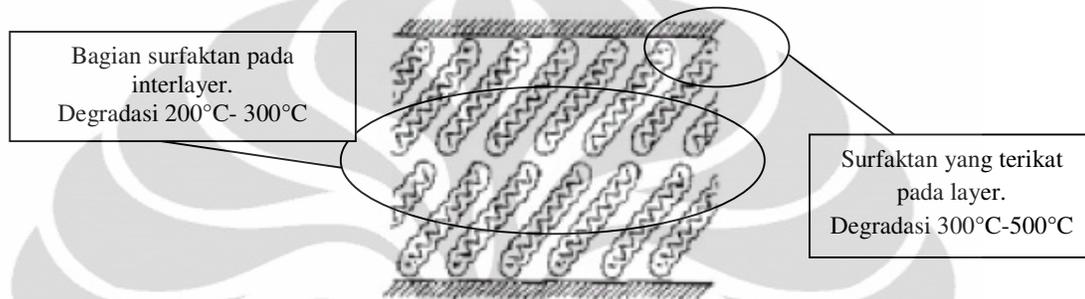
Sampel	Na (% Berat)	Si (% Berat)	Al (% Berat)	Si/Al	Na/Si
F2	-	15,22	5,81	2,62	-
Na bentonit	1,24	24,75	10,10	2,45	0,05
Organoclay 1 KTK	-	14,46	5,44	2,66	-
Organoclay 2 KTK	-	14,91	5,04	2,96	-
Organoclay 2,5 KTK	-	10,85	2,78	3,90	-

#### 4.4.4 Thermal Analysis Gravimetry (TGA)

**Gambar 4.10** Kurva TGA *organoclay*

Pada Lampiran 8 dapat dilihat hasil uji termal dari organoclay dengan menggunakan TGA pada range 50°C sampai 800°C. Dari kurva TGA, dapat dilihat beberapa tahap degradasi. Pada tahap pertama terjadi antara suhu 200°C sampai 300°C. Pada tahap ini terjadi degradasi molekul organik dari surfaktan yang berada di daerah interlayer. Sedangkan pada tahap kedua berlangsung antara

suhu 300°C sampai 500°C. Pada tahap ini terjadi degradasi surfaktan yang menempel pada dinding interlayer. Gambar 4.11 menunjukkan ilustrasi dari pelepasan surfaktan disebabkan pengaruh panas. Kemudian, pada suhu yang lebih tinggi akan menyebabkan kerusakan pada kerangka montmorillonite. Pada Tabel 4.5 dapat dilihat massa organik yang terdapat pada *organoclay*.



**Gambar 4.11** Ilustrasi degradasi surfaktan pada organoclay karena kalsinasi  
[Sumber: Syuhada, dkk, 2008, telah diolah kembali]

**Tabel 4.5** Kandungan organik pada *organoclay*

KTK	% massa terdegradasi (270°C-410°C)	% massa terdegradasi (410°C-680°C)	Massa Total (%)	Massa surfaktan yang ditambahkan (%)
1	9,33 %	6,59 %	15,92 %	20,45 %
2	14,52 %	8,52 %	23,14 %	33,96 %
2,5	29,09 %	8,57 %	37,66 %	39,13 %

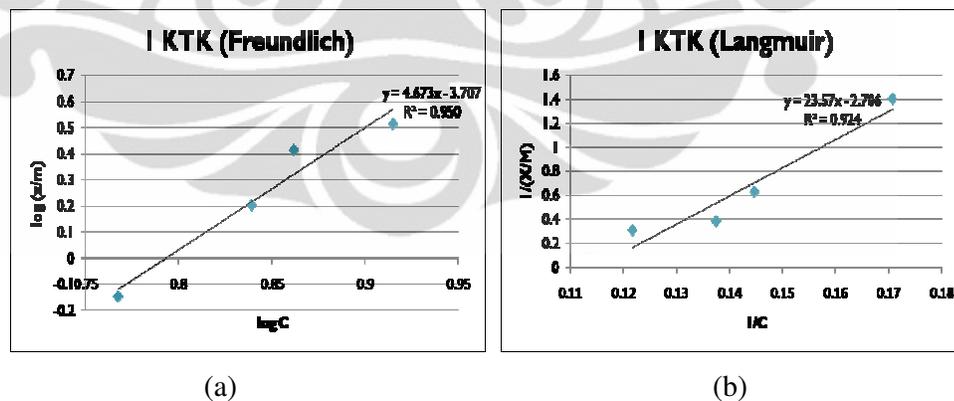
#### 4.5 Aplikasi Sebagai Adsorben

Pada penelitian ini, dilakukan uji aplikasi organoclay 1 KTK sebagai adsorben molekul organik. Molekul organik yang digunakan adalah fenol sebagai molekul model dari senyawa organik pada limbah minyak/bensin. Pada penelitian ini, digunakan fenol dengan berbagai konsentrasi (Vianna, *et, al*, 2004), yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, dan 40 ppm yang diinteraksikan dengan Fraksi 2, Na-MMT, dan *organoclay*.

**Tabel 4.6** Kadar fenol terserap

Konsentrasi Fenol (ppm)	Fraksi 2 (ppm)	Na-MMT (ppm)	<i>Organoclay</i> (ppm)
10	1.98	3.46	7.13
20	11.11	10.28	15.97
30	19.87	19.88	25.96
40	20.36	20.33	32.68

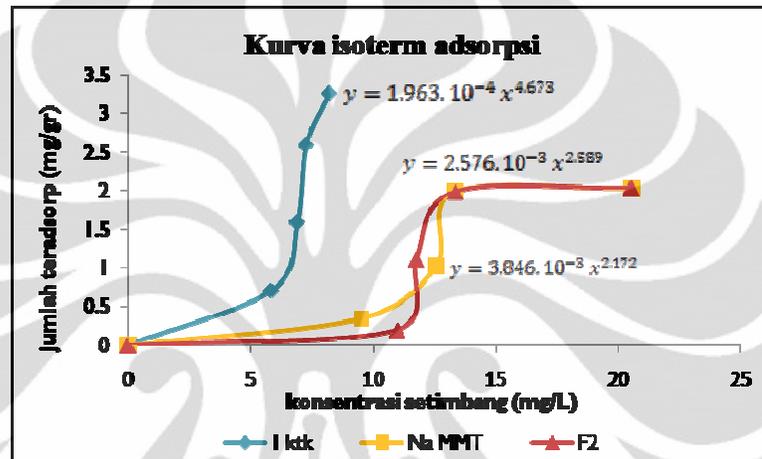
Data yang didapat pada Tabel 4.6 kemudian diolah untuk mengetahui kecenderungan isotherm adsorpsinya. Dari kedua persamaan isotherm adsorpsi (Gambar 4.12), dapat dilihat bahwa persamaan adsorpsi Freundlich lebih linier dibandingkan persamaan isotherm adsorpsi Langmuir. Sehingga persamaan adsorpsi yang digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi *organoclay* adalah isotherm Freundlich karena memiliki koefisien relasi (R) sebesar 0.95. Hal ini menunjukkan proses adsorpsi cenderung terjadi pada permukaan yang tidak beraturan (heterogen).



**Gambar 4.12** Grafik penentuan linieritas isotherm adsorpsi: a) Freundlich dan b) Langmuir

Kemampuan bentonit sebagai adsorben diamati dengan mem-plot kurva isotherm adsorpsi (Gambar 4.13). Na-MMT dan F2 sebagai adsorben sudah mencapai titik optimum pada konsentrasi setimbang 13 mg/L, dimana jumlah

fenol tersorpsi konsisten pada 2 mg/gram *clay*. Sedangkan organoclay 1 KTK, pada *range* konsentrasi 10-40 ppm, konsentrasi kesetimbangannya belum tercapai. Hal ini menunjukkan daya adsorpsi organoclay 1 KTK yang lebih besar dibandingkan Na-MMT dan F2. Pada konsentrasi 40 ppm, konsentrasi setimbang diperoleh sebesar 8 ppm dan jumlah fenol yang teradsorpsi hampir 2 kali lebih besar dari jumlah fenol yang teradsorpsi pada F2 dan Na-MMT.

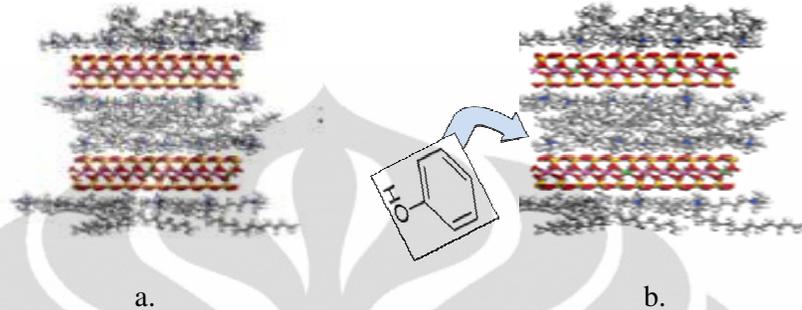


Gambar 4.13 Kurva Isoterm adsorpsi dan persamaan Freundlich

Tabel 4.6 dan Gambar 4.13 menunjukkan bahwa *organoclay* lebih baik dalam menyerap fenol dibandingkan fraksi 2 dan Na-MMT. Hal ini dikarenakan interaksi yang terjadi antara fenol dan *organoclay* adalah interaksi hidrofobik antara rantai panjang surfaktan dengan gugus nonpolar yang ada pada senyawa organik dan interaksi hidrofilik antara gugus yang lebih polar dengan atom gugus OH pada silanol yang dimiliki oleh bentonit.

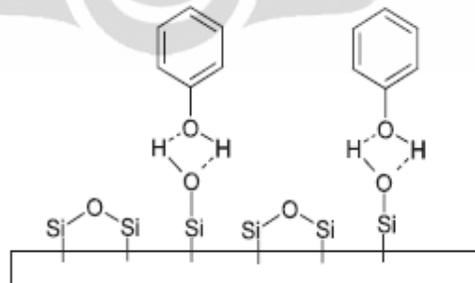
Berdasarkan karakterisasi dengan FTIR pada Lampiran 2 dan 3, dapat dilihat bahwa terjadinya peningkatan serapan O-H pada  $3635\text{ cm}^{-1}$  dibandingkan serapan O-H pada  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Perbedaan ini terjadi akibat berkurangnya jumlah  $\text{H}_2\text{O}$  yang terdapat dalam *organoclay* yang tersubstitusi oleh molekul fenol, sehingga puncak O-H pada  $3400\text{ cm}^{-1}$  akan turun. Sedangkan, bertambahnya tingginya puncak serapan  $3635\text{ cm}^{-1}$  disebabkan bertambahnya gugus O-H sebagai sumbangan dari gugus O-H fenol. Gugus O-H fenol memberikan serapan yang

identik dengan serapan O-H struktural, yaitu pada daerah  $3600\text{ cm}^{-1}$ . Pola yang sama juga terjadi pada F2 dan Na-MMT.



**Gambar 4.14** Proses adsorpsi senyawa organik pada interlayer bentonit (a) Orientasi *organoclay* pada interlayer bentonit, (b) gugus nonpolar fenol teradsorpsi ke sekitar rantai alkil surfaktan yang hidrofobik  
[Sumber: Heinz H, 2006, telah diolah kembali]

Gambar 4.14 menunjukkan ilustrasi dari proses adsorpsi molekul organik. Berdasarkan Gambar 4.14, molekul organik dapat teradsorpsi oleh *organoclay* karena gugus nonpolar yang dimiliki molekul organik akan berinteraksi dengan rantai alkil surfaktan yang bersifat hidrofobik. Selain interaksi dengan rantai alkil surfaktan, molekul organik yang memiliki gugus polar, dapat berikatan hidrogen dengan permukaan bentonit yang masih memiliki gugus silanol bebas (Si-OH). Hal ini yang menyebabkan fenol yang teradsorpsi pada *organoclay* lebih banyak daripada F2 dan Na-MMT.



**Gambar 4.15** Mekanisme adsorpsi fenol pada permukaan bentonit dengan gugus OH dari fenol berinteraksi dengan gugus silanol dari bentonit.  
[Sumber: Arellano *et al*, 2005]

Pada Gambar 4.15 dapat dilihat bahwa permukaan bentonit memiliki dua sifat yang berbeda yakni hidrofobik karena adanya gugus siloksan (Si-O-Si) dan hidrofilik disebabkan adanya gugus silanol (Si-OH). Proses adsorpsi fenol oleh F2 dan Na-MMT kemungkinan terjadi karena adanya interaksi cincin benzen dengan sisi hidrofobik silikat. Selain itu juga karena adanya interaksi gugus polar pada fenol dengan permukaan bentonit yang masih memiliki gugus silanol bebas (Si-OH). (Arellano, *et. al.* 2005).



## BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

1. Nilai KTK Na-bentonit dihitung dengan metode tembaga amin didapatkan sebesar 65,5 meq/gram *clay*.
2. Surfaktan kationik ODTMABr telah dapat diinterkalasi ke dalam interlayer bentonit berdasarkan data peningkatan *basal spacing XRD organoclay* dengan variasi KTK tertentu.
3. Berdasarkan kurva isotherm adsorpsi, *organoclay* lebih efektif dalam menyerap fenol dibandingkan F2 dan Na-MMT.
4. Proses penyerapan fenol oleh *organoclay* mengikuti kurva isotherm adsorpsi Freundlich.

### 5.2 Saran

1. Sebaiknya juga dilakukan aplikasi adsorpsi fenol dengan variasi waktu agar dapat diketahui waktu optimum untuk pencapaian konsentrasi kesetimbangan.
2. Sebaiknya dilakukan penyerapan fenol dengan konsentrasi yang lebih tinggi agar diketahui konsentrasi fenol maksimum penyerapan fenol yang dapat diserap *organoclay*.

## DAFTAR REFERENSI

- Bergaya, F. Vayer M.s (1997). *CEC of clays: Measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex*. Applied Clay Science 12 (1997) 275-280. Perancis.
- Cameron, D.A.(2003). *Introduction to Soil Mechanics*. Division of Information Technology, Engineering and The Enviroment. Senin, 24 Januari 2011 pukul 13.45WIB.
- Frost, Ray and Xi, Yunfei and He, Hongping. (2007) . *Modification of the surfaces of Wyoming montmorillonite by the cationic surfactants alkyl trimethyl, dialkyl dimethyl and trialkyl methyl ammonium bromides*. Journal of Colloid and Interface Science 305(1): pp: 150-158.
- Gunlazuardi, Jarnuzi. (2005). *Diktat Kuliah Kimia Analisa Termal*. Depertemen Kimia FMIPA UI.
- Handoyo, Kristian S. (2001). *Dasar dasar kimia anorganik nonlogam* Universitas Negeri Yogyakarta. hal;8.18-8.19.
- Haryani, Diana Nur. (2010). *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkelas Surfaktan Kationik HDTMABr dan ODTMABr Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Molekul Organik*. Skripsi Departemen Kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Heinz, H. Vaia, R. A. Krishnamoorti, R. and Farmer, B. L. (2006). *Self-Assembly of Alkylammonium Chains on Montmorillonite: Effect of Chain Length, Head Group Structure, and Cation Exchange Capacity*. J. Phys. Chem. B 2005, 109, 13301-13306 Ohio. Wright State UniVersity, Ohio and UniVersity of Houston, Texas.
- [http://ceg.fsv.cvut.cz/ENceg-uvod03\\_bentonit.htm](http://ceg.fsv.cvut.cz/ENceg-uvod03_bentonit.htm). Kamis, 20 Januari 2011
- <http://pubpages.unh.edu/~hartercrystal.htm>. Kamis, 20 Januari 2011
- <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/PH/phenol.html>. Rabu, 18 Mei 2011
- <http://rtiintl.com/sem-eds.html>. Rabu, 18 Mei 2011.
- <http://webmineral.com>. Kamis, 18 Mei 2011.
- [http://www.aquatechnologies.com/info\\_organoclay.htm](http://www.aquatechnologies.com/info_organoclay.htm). Selasa, 25 Januari 2010 pukul 15.00 WIB.

- Irwansyah. (2007). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Jaycock, M. J and G. D. Parfitt. (1981). *Chemistry of Interfaces*. Ellis Horwood Limited
- Kurniawan, Danar. (2008). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay dengan Metode Ultrasonik sebagai Adsorben p-Klorofenol dan Hidroquinon*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Lizhong Zu, Yimin Li, & Jianying Zhang. (1997). *Jurnal Sorption Of Organobentonites To Some Organic Pollutants In Water*. Departement of Environment Science, Hangzhou University Hangzhou, Zheijang, China
- Martini, Kus Sri, Ashadi, & Sulisty Saputro. 2009. *Pengembangan Metode Regenerasi dan Kestabilan Sistem Adsorben Surfaktan Kationik Berpenyangga Montmorilonit Lokal untuk Menanggulangi Polutan Organik dan Logam Berat*. Artikel Ilmiah Universitas Sebelas Maret Surakarta
- Meyers, Drew. (1999). *Surfaces, interfaces and colloids: Principles and applications, Second edition*. John Willey & Sons, Inc, New York.
- Meier, L.P. and Kahr, G. (1999). Determination of the cation exchange capacity (CEC) of clay minerals using the complexes of copper(II) ion with triethylenetetramine and tetraethylenepentamine. *Clays Clay Miner.* 47, pp: 386 – 388.
- Nurdiansyah, Andika. (2007). *Studi Awal Aplikasi Organoclay sebagai Adsorben Fenol dan Katekol*. Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Oxtoby, David W dkk. (2002). *Principles of Modern Chemistry, Fifth Edition*. Brooks/Cole. New York.
- Perneyeszi, Timea, Roy Kasteel, Barbara Witthuhn, & Peter Klahre. (2006). *Adsorption of 2,4-dichlorophenol on Organic/Aquafier Material Mixtures Studied Under Static and Flow Conditions*. *Applied Clay Science* 32: pp: 179-189
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1992). *Spektroskopi Inframerah*. Liberty, Yogyakarta.

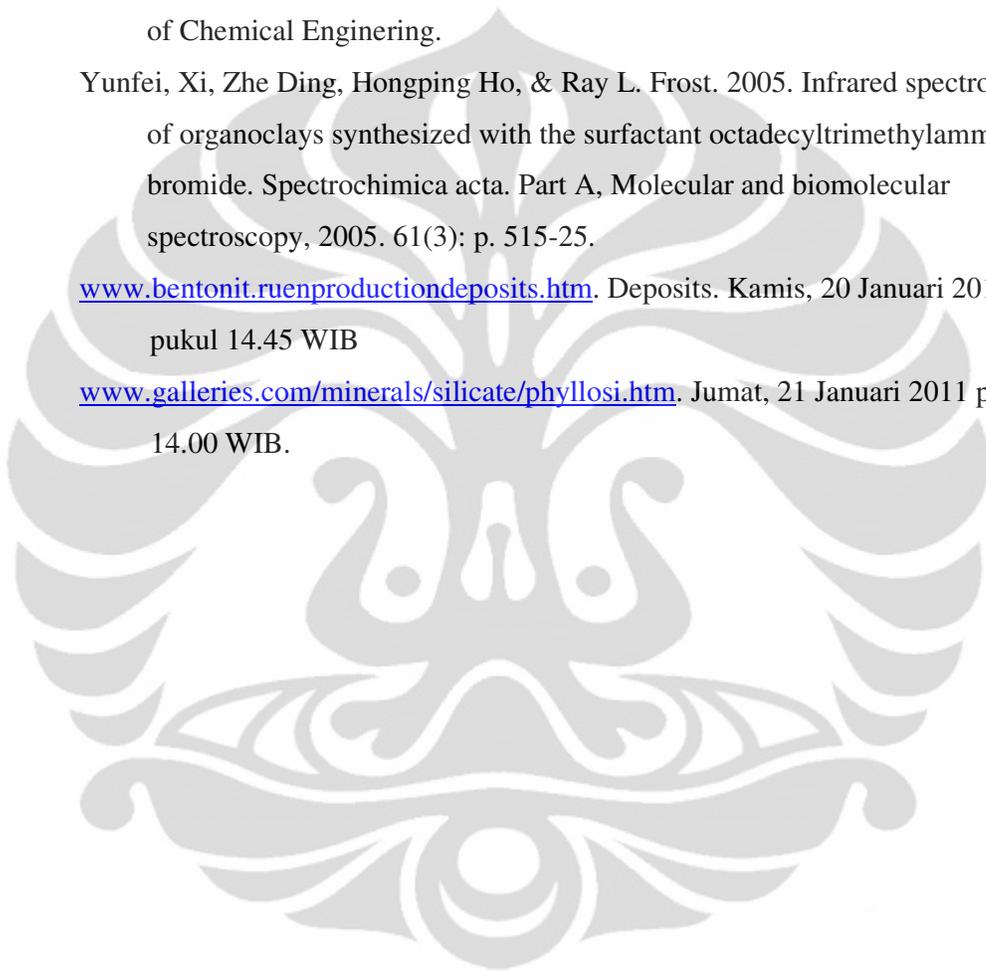
Syuhada, Rachmat Wijaya, Jayatin, dan Saeful Rohman. (2009). *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Bandung. Vol. 2 No. 1

Vianna, M.M.G Ramos, J.H.R Franco, & C.A Pinto. (2004). *Sorption of Oil Pollution by Organoclays and A Coal/Mineral Complex*. Brazilian Journal of Chemical Engineering.

Yunfei, Xi, Zhe Ding, Hongping Ho, & Ray L. Frost. 2005. Infrared spectroscopy of organoclays synthesized with the surfactant octadecyltrimethylammonium bromide. *Spectrochimica acta. Part A, Molecular and biomolecular spectroscopy*, 2005. 61(3): p. 515-25.

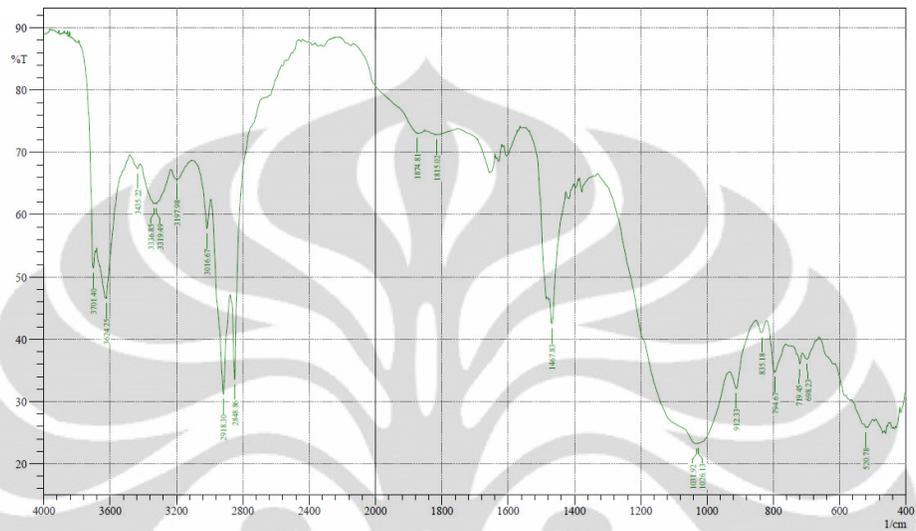
[www.bentonit.ruenproductiondeposits.htm](http://www.bentonit.ruenproductiondeposits.htm). Deposits. Kamis, 20 Januari 2011 pukul 14.45 WIB

[www.galleries.com/minerals/silicate/phyllosi.htm](http://www.galleries.com/minerals/silicate/phyllosi.htm). Jumat, 21 Januari 2011 pukul 14.00 WIB.

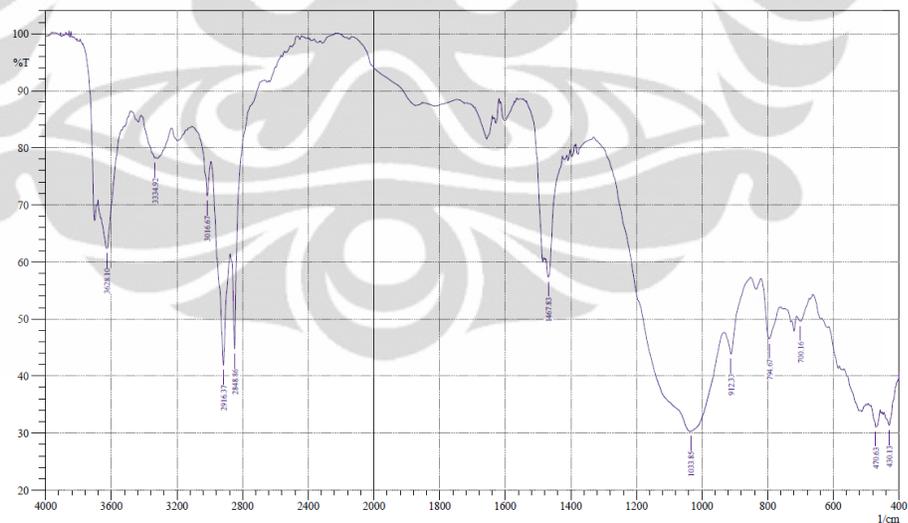


## LAMPIRAN 1

## FTIR 1 KTK ODTMABr



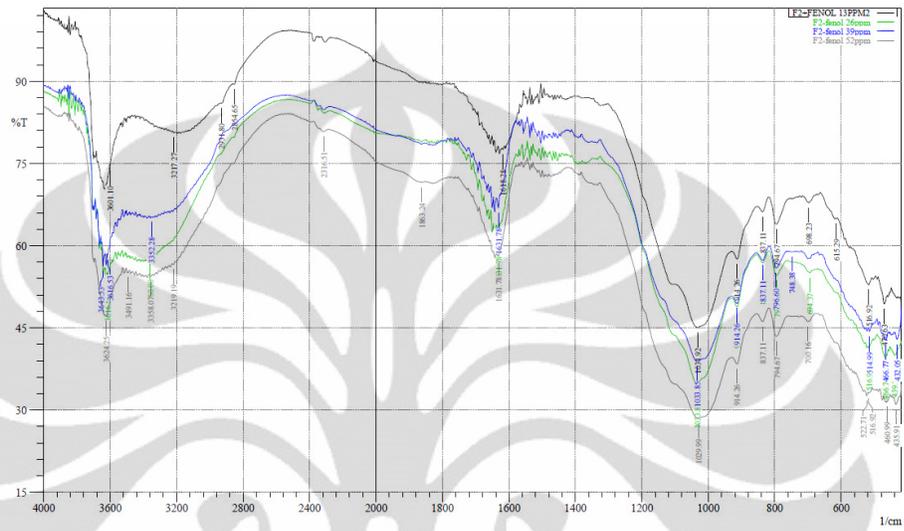
## FTIR 2 KTK ODTMABr



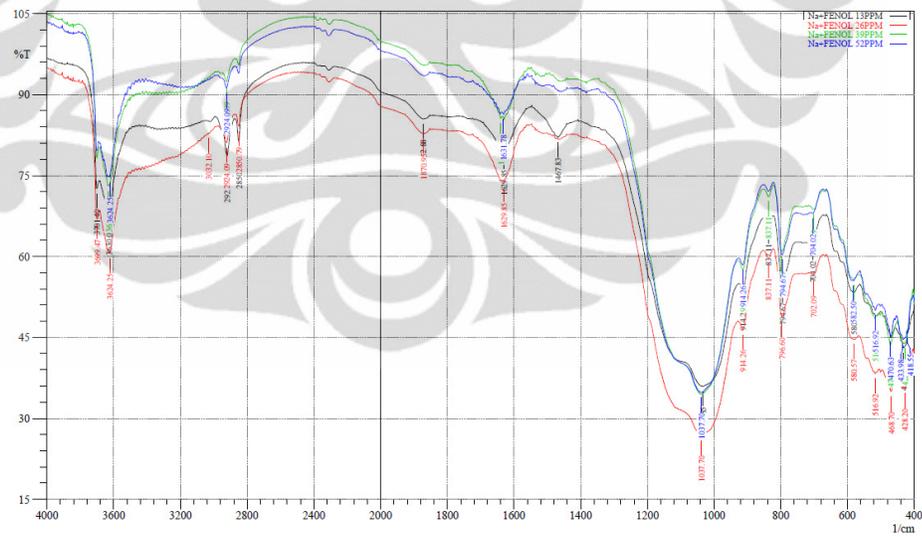


## LAMPIRAN 3

FTIR serapan fenol pada Fraksi 2

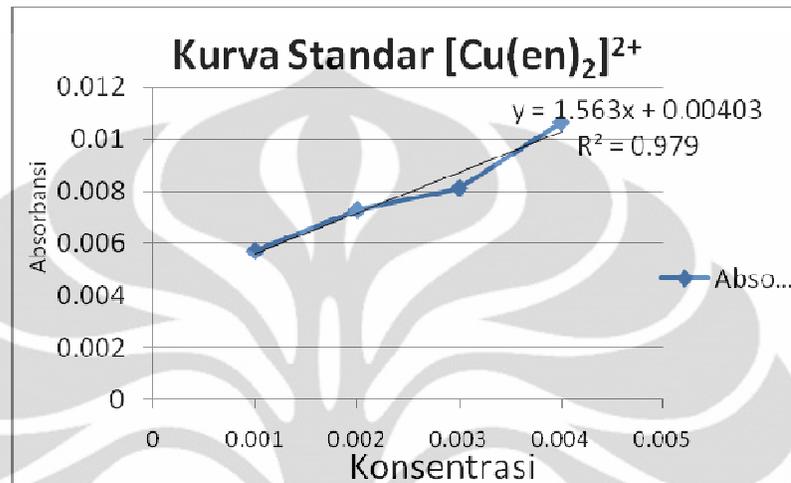


FTIR serapan fenol pada Na-MMT



## LAMPIRAN 4

Kurva standar kompleks tembaga amin



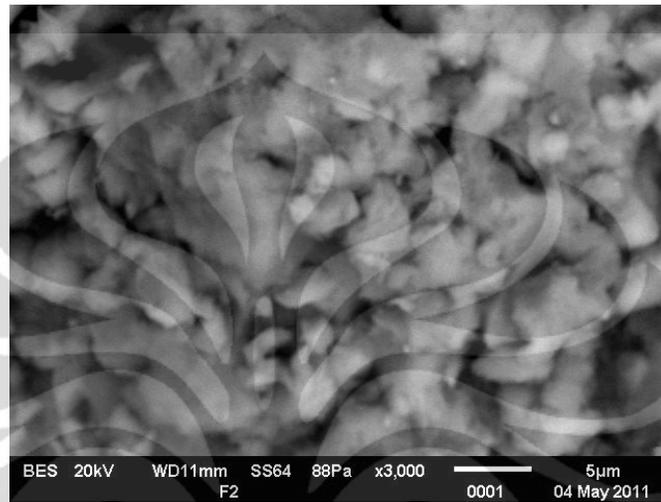
Standar $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$	Absorbansi
0.001 M	0.00571
0.002 M	0.00728
0.003 M	0.00812
0.004 M	0.01064

$$\text{KTK} = \text{Cu}(\text{en})_2^{2+} \text{ total} - \text{Cu}(\text{en})_2^{2+} \text{ tak terserap}$$

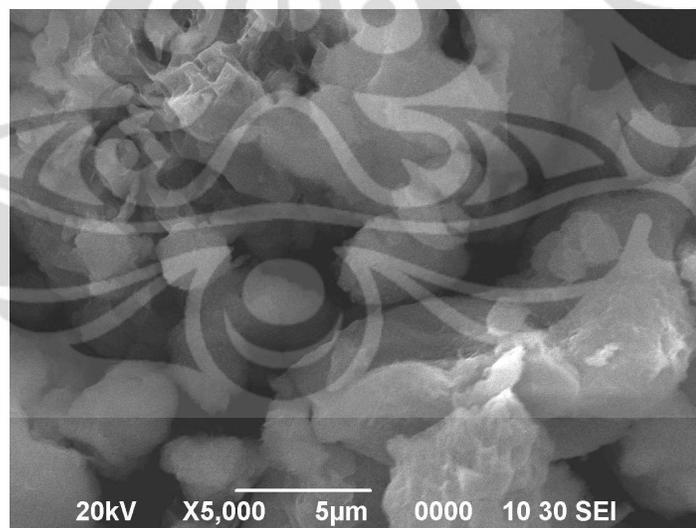
$$\text{Cu}(\text{en})_2^{2+} = \frac{M \text{ Cu}(\text{en})_2^{2+} \times V_{\text{total}} \times \text{muatan kompleks}}{0,1 \text{ gr}}$$

**LAMPIRAN 5**

Data SEM Fraksi 2

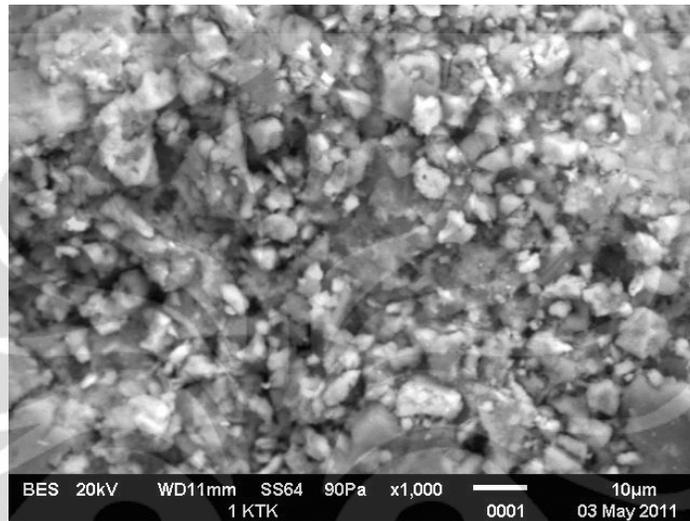


Data SEM Na-MMT

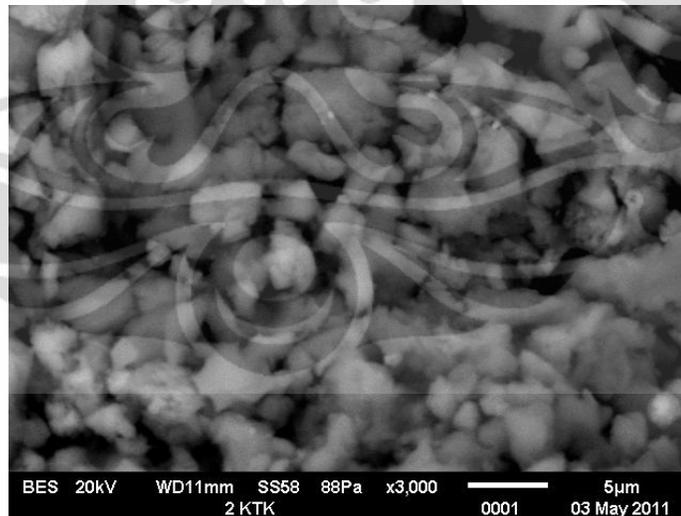


**LAMPIRAN 6**

Data SEM 1 KTK

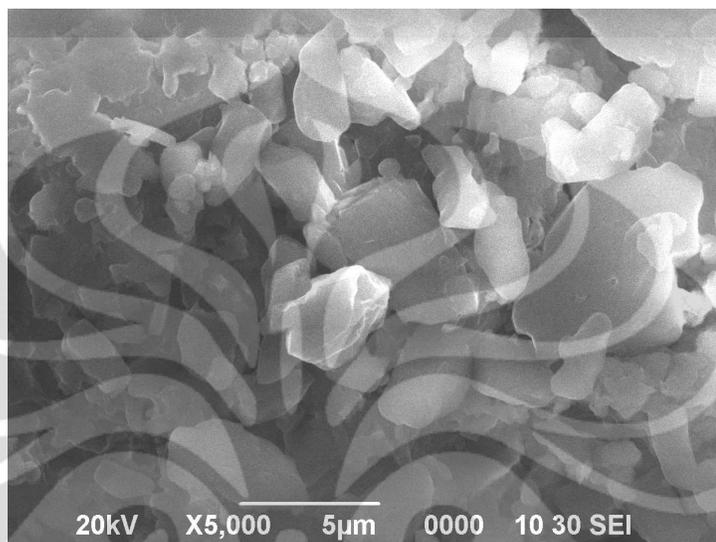


Data SEM 2 KTK



**LAMPIRAN 7**

Data SEM 2,5 KTK



## LAMPIRAN 8

Kurva TGA organoclay 2 KTK

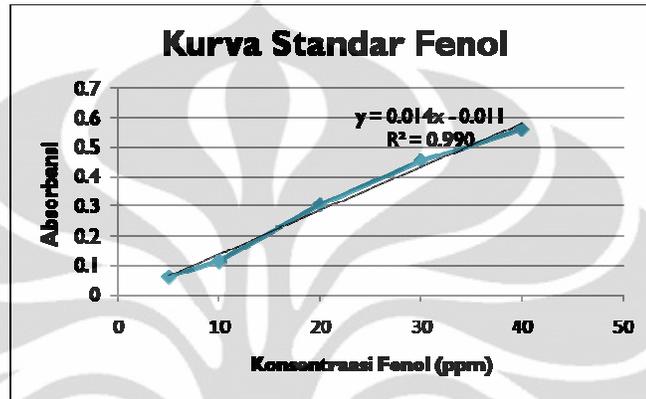


Kurva TGA 2,5 KTK Organoclay



## LAMPIRAN 9

Kurva standar fenol

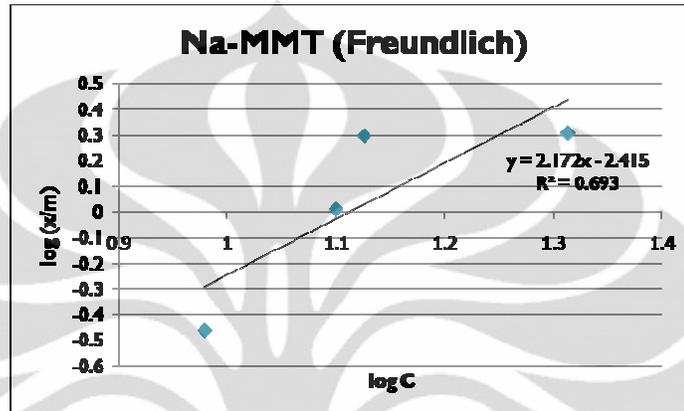


Tabel adsorpsi fenol

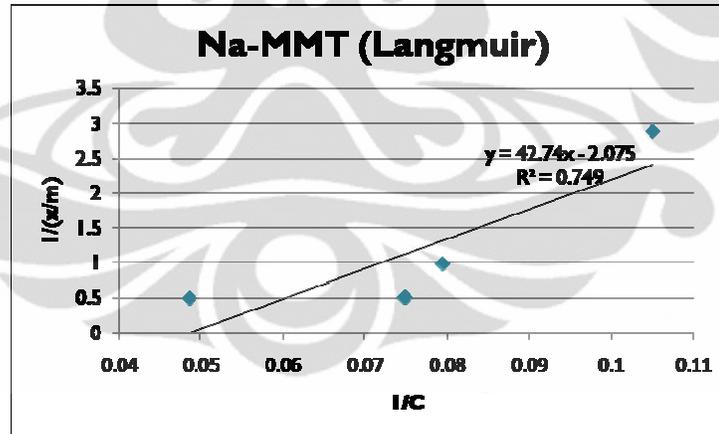
Konsentrasi Fenol (ppm)	Konsentrasi setimbang (mg/L)			Jumlah adsorbat terserap/adsorben (mg/gr)		
	1 KTK	Na-MMT	F2	1 KTK	Na-MMT	F2
10	5.8576	9.5257	11.0059	0.71255	0.3457	0.1977
20	6.9046	12.5962	11.7693	1.5974	1.0282	1.1109
30	7.2741	13.3607	13.3661	2.5964	1.9877	1.9872
40	8.2202	20.5761	20.5436	3.2683	2.0328	2.0360

## LAMPIRAN 10

Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich Na-MMT

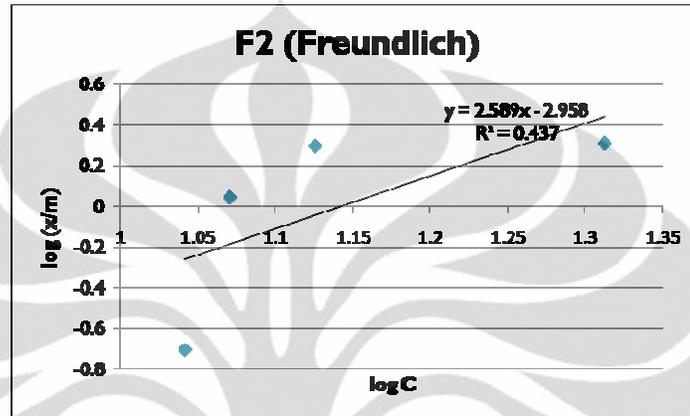


Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir Na-MMT



## LAMPIRAN 11

Kurva isoterm adsorpsi Freundlich F2



Kurva isoterm adsorpsi Langmuir F2

