



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGEMBANGAN KOMPOSIT MAGNET BENTONIT MERANGIN  
JAMBI SEBAGAI ADSORBEN KATION Cd<sup>2+</sup>**

**TESIS**

**SRIPARYA  
1006787054**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU KIMIA  
DEPOK  
JULI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGEMBANGAN KOMPOSIT MAGNET BENTONIT MERANGIN  
JAMBI SEBAGAI ADSORBEN KATION Cd<sup>2+</sup>**

**TESIS**

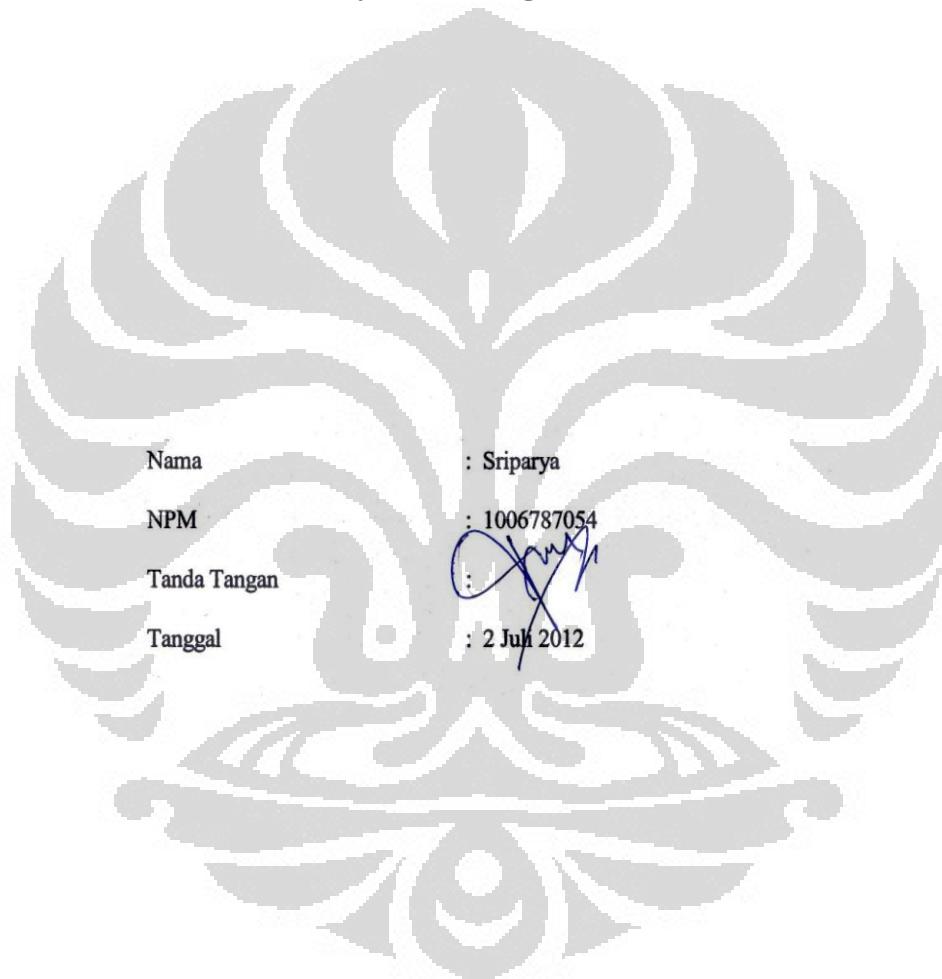
**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains**

**SRIPARYA  
1006787054**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI KIMIA  
DEPOK  
JULI 2012**

## **HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS**

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



## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :  
Nama : Sriparya  
NPM : 1006787054  
Program Studi : Kimia  
Judul Skripsi : Pengembangan Komposit Magnet Bentonit Merangin Jambi sebagai Adsorben Kation Cd<sup>2+</sup>.

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

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Riwandi Sihombing

Pembimbing : Dr. Yuni K. Krisnandi

Penguji : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi

Penguji : Dr. Asep Saefumillah, M.Si

Penguji : Dr. rer.nat Widyanti Wibowo

Penguji : Dr. rer.nat Agustino Zulys, MSc

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 2 Juli 2012

## 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 tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister 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 tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini.

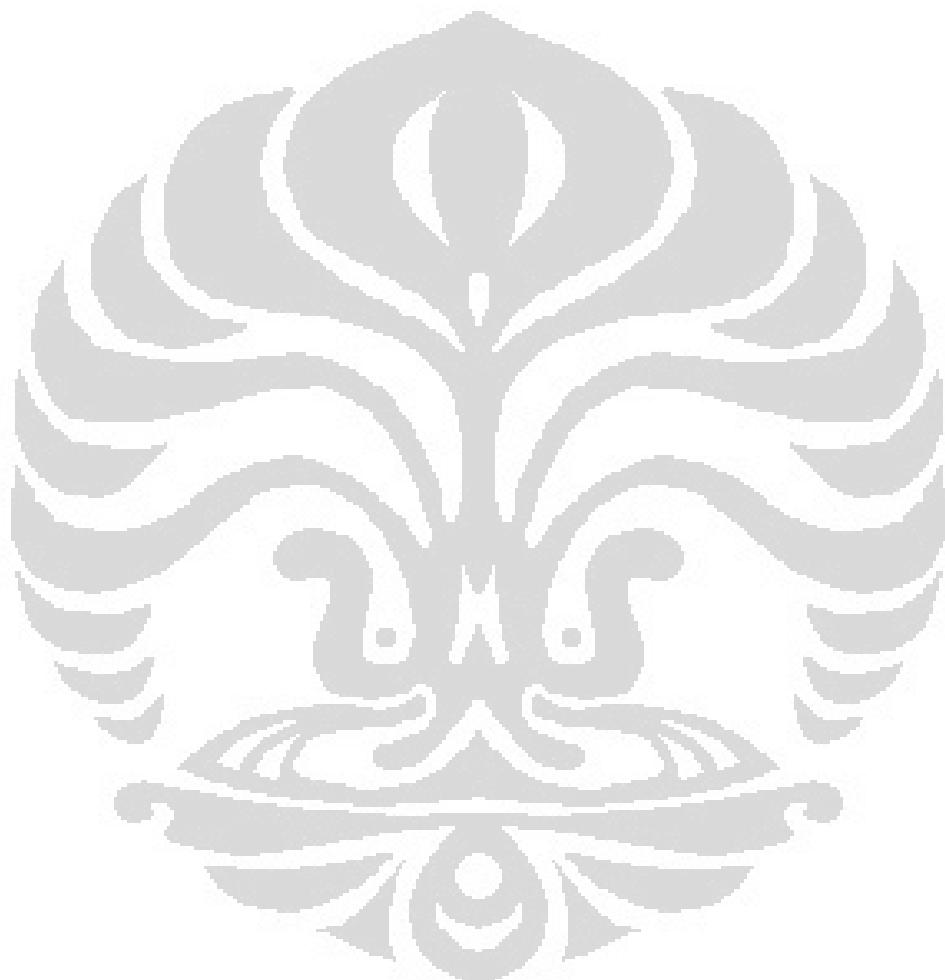
Begitu banyak doa dan dukungan yang telah diberikan untuk menyelesaikan skripsi ini, karena itu saya mengucapkan terima kasih kepada :

- (1) Dr. Riwandi Sihombing dan Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi, selaku dosen Pembimbing Penelitian yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini.
- (2) Pemda Provinsi Jambi dan Dinas Pendidikan Provinsi Jambi, yang telah memberikan kesempatan belajar dan bantuan dana selama penulis kuliah di Universitas Indonesia
- (3) Bapak Adel Fisli, MSi yang telah memberikan ide dan gagasan serta saran dalam penelitian ini.
- (4) Dr. Ridla Bakri, M. Phil, selaku Ketua Departemen Kimia , Dr. Endang Saepudin selaku Koordinator Program Pasca Sarjana dan Pembimbing Akademis, Dr. Yoki Yulizar, M.Sc, serta Dosen Pengajar di Departemen Kimia yang telah banyak membagi ilmu dan senantiasa membimbing mahasiswa untuk tetap terus belajar dan berkarya.
- (5) Yang Tersayang Ayah dan Ibu yang selalu mendoakan setiap langkah terbaik terhadap apa yang telah saya lakukan serta istri dan anak yang dengan ikhlas merelakan saya untuk mengikuti pendidikan ini walapun jauh dari mereka berdua.
- (6) Mba Ati, Mba Ina, Mba Cucu, Pak Hedi, Pak Amin, Pak Trisno (Babe), Pak Mul, Pak Mardji, dan petugas di Lab Afiliasi, saya mengucapkan terima kasih telah banyak membantu saya demi terselesaikannya penelitian ini.

- (7) Rekan penelitian yang telah memberikan motivasi dan dengan rela memberikan bahan dan alat yang kurang dalam penelitian ini.

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

**Penulis**  
2012



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

---

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

Nama	:	Sriparya
NPM	:	1006787054
Program Studi	:	S2
Departemen	:	Kimia
Fakultas	:	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya	:	Tesis

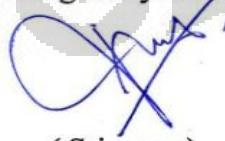
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Pengembangan Komposit Magnet Bentonit Merangin Jambi sebagai Adsorben  
Kation Cd<sup>2+</sup>

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 mempublikasikan 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 : 2 Juli 2012  
Yang menyatakan



( Sriparya )

## **ABSTRAK**

Nama : Sripanya

Program Studi : Kimia

Judul : Pengembangan Komposit Magnet Bentonit Merangin Jambi sebagai Adsorben Kation Cd<sup>2+</sup>

Bentonit asal Merangin Jambi telah dimodifikasi menjadi komposit magnet bentonit dengan menggunakan prekursor garam besi dalam suspensi bentonit melalui proses pertukaran ion dan presipitasi. Komposit dibuat dengan memvariasikan perbandingan berat bentonit dengan oksida besi dan perbandingan mol Fe(III) dengan Fe(II). Komposit yang dibuat dengan Fe(III) dan Fe(II) bersifat ferimagnetik sedangkan komposit yang dibuat dari Fe(III) dan Fe(II) saja bersifat antiferomagnetik. Produk hasil modifikasi dikarakterisasi dengan X Ray diffraction (XRD), Atomic Absorbtion Spectroscopy (AAS), Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X ray Spectroscopy (SEM-EDS), Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and Ultraviolet Visible (UV-Vis). Komposit magnet dengan daya serap terhadap logam Cd(II) tertinggi dengan komposisi bentonit dan oksida besi 2 : 1 dan perbandingan Fe(III) dengan Fe(II) 2 : 1 sedangkan komposit dengan sifat kemagnetan terbesar dengan komposisi 1 : 2 antara bentonit dan oksida besi dan 1 : 1 antara Fe(III) dan Fe(II). Pemberian gelombang ultrasonik setelah terbentuknya oksida besi belum berpengaruh secara signifikan terhadap peningkatan daya adsorpsi dan sifat kemagnetan komposit. Komposit yang telah menyerap logam Cd(II) dapat terambil kembali sebanyak 85,69% dan dapat diregenerasi menggunakan NaCl dengan kemampuan regenerasi 39,61%

Kata Kunci : Komposit Bentonit Oksida Besi, Magnet, Adsorben.

xiii+52 halaman : 28 gambar; 12 tabel

Daftar Pustaka : 31 (1972-2009)

## **ABSTRACT**

Name : Sripanya  
Program Study : Chemistry  
Title : Development of Bentonite Magnetic Composite of Merangin Jambi as an Adsorbent of Cd<sup>2+</sup> Cation

Bentonite from Merangin Jambi has been modified into a composite magnetic bentonite using an iron salt precursors in a bentonite suspension through a process of ion exchange and precipitation. Composites was made by varying the weight ratio of bentonite with iron oxide and the mole ratio of Fe (III) to Fe (II). Composites made with Fe(III) and Fe(II) are ferrimagnetic while the composite prepared from Fe (III) or Fe (II) alone is antiferromagnetic. Modification products were characterized using X Ray diffraction (XRD), Atomic Absorbtion Spectroscopy (AAS), Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X ray Spectroscopy (SEM-EDS), Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and Ultraviolet Visible (UV-Vis). The highest Cd(II) adsorption from aqueous solution is given by magnetic composite prepared from bentonite to iron oxide ratio of 2: 1 and the ratio of Fe(III) to Fe(II) 2: 1. On the other hand, the composite with the highest magnetic properties is provided from the preparation using the ratio of 1:2. between bentonite and iron oxides, and ratio of 1: 1 between Fe(III) and Fe(II). The ultrasonic treatment to the mixture after iron oxide was formed showed no significant effect to the increase of adsorption and magnetic properties. The composite that has been adsorb Cd(II) ions can be drawn back as much as 85.69% and can be regenerated using NaCl with regeneration ability to 39.61%.

Key words : Bentonit-Iron Oxide Composite, Magnetic, Adsorbents  
xiii+52 page : 28 pictures; 12 tables  
Bibliography : 31 (1972-2009)

## 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.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Hipotesa.....	4
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
2.1 Mineral Lempung (Clay).....	5
2.1.1 Jenis-Jenis Lempung.....	6
2.1.2 Bentonit.....	8
2.2 Proses Interkalasi.....	10
2.3 Magnet Oksida Besi.....	11
2.4 Komposit Partikel Magnetik Bentonit.....	13
2.5 Adsorbsi.....	15
2.6 Karakterisasi.....	17
2.6.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	17
2.6.2 Spektrometer UV/Visible.....	18
2.6.3 Scanning Electro Misroscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS).....	19
2.6.4 Spektroskopi Serapan Atom.....	19
2.6.5 Magnetometri getar Cuplikan.....	20
<b>3. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>21</b>
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	21
3.2 Diagram Alir Penelitian.....	21
3.3 Alat dan Bahan.....	22
3.3.1 Alat Proses.....	22
3.3.2 Alat Uji.....	22
3.3.3 Bahan-bahan yang digunakan.....	22
3.4 Prosedur kerja.....	22
3.4.1 Preparasi Bentonit.....	22

3.4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit.....	23
3.4.3 Sintesis Na-Montmorillonite.....	23
3.4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation.....	23
3.4.5 Sintesa Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB).....	24
3.4.6 Aplikasi sebagai Adsorben logam Cd(II).....	24
3.4.7 Regenerasi.....	24
<b>3.5 Bagan Kerja.....</b>	<b>25</b>
3.5.1 Preparasi Bentonit.....	25
3.5.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit.....	25
3.5.3 Sintesis Na-Montmorillonite.....	25
3.5.4 Kapasitas Tukar Kation.....	25
3.5.5 Sintesa Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB).....	25
3.5.6 Aplikasi sebagai Adsorben logam Cd(II).....	26
3.5.7 Regenerasi.....	27
<b>4. PEMBAHASAN.....</b>	<b>28</b>
4.1 Preparasi Bentonit.....	28
4.2 Praksinasi Sedimentasi Bentonit.....	28
4.3 Sintesis <i>Na-Montmorillonit (Na-MMT)</i> .....	31
4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation.....	34
4.5 Sintesa Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB).....	35
4.6 Uji Aplikasi dengan Logam Cd(II).....	44
4.7 Regenerasi.....	50
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>51</b>
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	51
<b>DAFTAR REFERENSI.....</b>	<b>53</b>

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 4.1 Persen berat tiap fraksi Bentonit.....	29
Tabel 4.2 Komposisi relatif Clay masing-masing fraksi.....	30
Tabel 4.3 Hasil EDX Bentonit alam, F1, NaMMT dan 2 thetanya.....	32
Tabel 4.4 Tabel konsentrasi larutan $[Cu(en)_2]^{2+}$ dalam penentuan KTK.....	34
Tabel 4.5 Hasil pengolahan data EDS dari NaMMT dan NaMMT setelah ditukarkan kation oleh $Cu(en)_2^{2+}$ .....	35
Tabel 4.6 Variasi komposisi komposit bentonit oksida besi (BOB).....	37
Tabel 4.7 Puncak khas dari sampel dan database.....	39
Tabel 4.8 Hasil EDX dari sampel.....	40
Tabel 4.9 Puncak khas oksida besi pada BOB1111 dan BOB1211.....	42
Tabel 4.10Puncak khas oksida besi pada BOB2121 dan BOB2121US.....	44
Tabel 4.11Daya serap komposit terhadap logam Cd.....	46
Tabel 4.12Kadar Cd(II) terserap oleh berbagai komposit.....	49

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kerangka dasar pembangun lempung.....	5
Gambar 2.2 Lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral.....	6
Gambar 2.3 Kaolinite.....	7
Gambar 2.4 Smektit.....	8
Gambar 2.5 Kristal <i>montmorillonite</i> .....	9
Gambar 2.6 Ca-bentonit dan Na-bentonit.....	9
Gambar 2.7 Bentuk struktur kristal hematite.....	12
Gambar 2.8 Bentuk struktur kristal magnetite.....	12
Gambar 2.9 Rute sintesis komposit magnet oksida besi.....	14
Gambar 2.10 Difraksi sinar X .....	18
Gambar 2.11 Sistem Magnetometri Getar Cuplikan.....	20
Gambar 4.1 Hasil XRD bentonit alam.....	28
Gambar 4.2 Hasil XRD bentonit alam, F1, F2, F3, F4.....	30
Gambar 4.3 Gambar Na-bentonit.....	31
Gambar 4.4 Hasil XRD NaMMT dan F1.....	32
Gambar 4.5 Hasil XRD Na-MMT dan Na-MMT+Asam.....	33
Gambar 4.6 Ilustrasi proses pembentukan komposit.....	36
Gambar 4.7 Perbedaan warna BOB2120, BOB2101 dan BOB2121.....	37
Gambar 4.8 Sampel ketika dikenakan medan magnet.....	38
Gambar 4.9 Hasil XRD komposit BOB2101, BOB2120 dan BOB2121.....	38
Gambar 4.10 Diagram perbandingan persen Si/Al dan Fe/Si .....	41
Gambar 4.11 Hasil XRD komposit BOB1111 dan BOB1211.....	41
Gambar 4.12 Kurva histerisis bentonit merangin jambi dan komposit bentonit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan komposisi BOB1211.....	43
Gambar 4.13 Hasil XRD BOB2121 dan BOB2121US.....	43
Gambar 4.14a Komposit BOB2120 tetap keruh saat dikenakan magnet.....	45
Gambar 4.14b Komposit BOB1211 menjadi jernih saat dikenakan magnet.....	45
Gambar 4.15 Kurva adsorpsi BOB2120 dan BOB1211.....	47
Gambar 4.16 Grafik penentuan lineritas isotherm adsorbsi Freundlich dan Langmuir pada komposit BOB2120 dan 1211.....	49
Gambar 4.17 Diagram adsorpsi bentonit Merangin Jambi dari berbagai variasi komposit terhadap logam Cd(II).....	50

## **DAFTAR LAMPIRAN**

- Lampiran 1 XRD Bentonit Alam
- Lampiran 2 XRD Bentonit Fraksi 1 (F1)
- Lampiran 3 XRD Bentonit Fraksi 2 (F2)
- Lampiran 4 XRD Bentonit Fraksi 3 (F3)
- Lampiran 5 XRD Bentonit Fraksi 4 (F4)
- Lampiran 6 XRD NaMMT
- Lampiran 7 XRD NaMMT Asam
- Lampiran 8 Metode Biscaye
- Lampiran 9 Komposisi Clay
- Lampiran 10 Perhitungan KTK
- Lampiran 11 XRD komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 2121
- Lampiran 12 XRD komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 2121US
- Lampiran 13 XRD komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 2120
- Lampiran 14 XRD komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 2101
- Lampiran 15 XRD komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 1111
- Lampiran 16 XRD komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 1211
- Lampiran 17 Database Wushite, Geothite, Hemathite dan Magnethite
- Lampiran 18 Database Maghemite, Montmorillonite, Quartz, Kaolinite
- Lampiran 19 Database Illite dan Chlorite
- Lampiran 20 AAS Bentonite Alam, F1 dan NaMMT
- Lampiran 21 EDS Bentonit alam
- Lampiran 22 EDS Bentonit Fraksi 1 (F1)
- Lampiran 23 EDS NaMMT
- Lampiran 24 EDS Regenerasi komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) 1211
- Lampiran 25 EDS Bentonit Oksida Besi (BOB) 2120
- Lampiran 26 EDS Bentonit Oksida Besi (BOB) 2101
- Lampiran 27 EDS Bentonit Oksida Besi (BOB) 2121
- Lampiran 28 EDS NaMMT yang telah direaksikan dengan Cu(en)<sup>2+</sup>
- Lampiran 29 Data Adsorpsi dan Penentuan lineritas isotherm adsorpsi

## **BAB 1**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Dewasa ini air menjadi masalah yang perlu mendapat perhatian yang seksama dan cermat. Air bersih yang sesuai dengan standar tertentu, saat ini menjadi barang mahal karena air sudah banyak tercemar oleh bermacam-macam limbah dari hasil kegiatan manusia, baik limbah dari kegiatan rumah tangga, limbah dari kegiatan industri dan kegiatan lainnya. Pesatnya perkembangan industri di Indonesia, mengakibatkan timbulnya masalah pencemaran yang semakin serius. Pencemaran tersebut tidak hanya merusak lingkungan, tetapi dapat berakibat fatal bagi mahluk hidup terutama pada manusia.

Peningkatan jumlah industri ini diikuti oleh penambahan jumlah limbah, baik berupa limbah padat, cair maupun gas. Limbah tersebut mengandung bahan kimia yang beracun dan berbahaya (B3) dan masuk ke perairan DAS (Daerah Aliran Sungai). Salah satu dari limbah B3 tersebut adalah logam berat. Kehadiran logam berat mengkhawatirkan terutama yang bersumber dari pabrik, dimana logam berat banyak digunakan sebagai bahan baku maupun sebagai bahan penolong. Sifat beracun dan berbahaya dari logam berat ditunjukkan oleh sifat fisik dan kimia bahan baik dari segi kualitas dan kuantitasnya. Banyak cara yang dapat dilakukan untuk mengolah limbah industri yang mengandung logam berat salah satunya adalah dengan menggunakan adsorben alami yaitu bentonit.

Batuannya bentonit di dalamnya mengandung mineral montmorillonite mempunyai sifat penukar ion. Bahan ini baik sekali digunakan sebagai adsorben untuk menyerap berbagai kontaminan air di dalam limbah cair. Adanya muatan negatif dalam jaringan kristalin bentonit, yang diseimbangkan dengan adanya kation didalam ruang antar lapisannya, sangat memungkinkan terjadinya pengikatan spesies kontaminan yang bermuatan positif seperti kation organik dan anorganik logam (Valeria,et.al.2002). Keuntungan bahan ini sebagai adsorben adalah mempunyai luas permukaan yang tinggi , mudah diperoleh, tidak mahal, mudah disiapkan dan kestabilan cukup baik.

Namun demikian kendala bentonit sebagai adsorben adalah membentuk koloid/suspensi di dalam cairan. Hal ini akan menjadi masalah dalam pengumpulan kembali partikel bentonit setelah menyerap kontaminan. Dalam skala laboratorium, pemisahan partikel bentonit dapat dilakukan dengan cara penyaringan dan sentrifugasi. Tetapi kalau jumlah volume limbah besar, pemisahan cara ini membutuhkan waktu yang panjang, biaya yang tinggi, dan tidak efektif .

Modifikasi montmorillonite dengan cara meletakkan suatu partikel atau spesies oksida logam di antara lembaran montmorillonite yang dikenal dengan liat berpilar (*pillared clay*) untuk keperluan bidang katalis telah dipelajari (Kloprogge,1998). Hasil modifikasi, bahan ini terjadi peningkatan luas permukaan, berporos dan peningkatan ketahanan termal (Angelo,1998). Akibat pemilaran struktur montmorillonite ini mampu meningkatkan kapasitas penukar kation hingga 40 kalinya (Galardo, et.al.1980)

Perkembangan bahan-bahan magnet memungkinkan dimanfaatkan dalam bidang lingkungan. Dengan menggabungkan partikel magnet oksida besi dengan bentonit (bentonit berpilar magnet) akan diperoleh suatu bahan baru yang mempunyai dua sifat utama; yaitu; bersifat penukar kation yang berasal dari jaringan bentonit dan dapat merespon medan magnet luar akibat adanya partikel magnet (oksida besi) dalam jaringan bentonit. Sifat pertama digunakan untuk menyerap logam berat sedangkan sifat kedua digunakan untuk menangkap kembali komposit yang terdistribusi dalam cairan dengan menggunakan batangan magnet permanen ataupun elektromagnet sederhana.

Komposit partikel oksida besi yang bersifat magnet pada montmorillonite telah dilaporkan dalam beberapa literatur, baik oksida besi sebagai magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (Galindo, et.al.2005 dan Bourlinous, et.al.2002) maupun sebagai maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (Szabo, et.al. 2007). Sedangkan Oliveira (2003), melaporkan adsorben komposit oksida besi-montmorillonite yang dibuat dengan cara presipitasi mempunyai daya serap terhadap logam berat yang lebih baik dari bentonit itu sendiri.

Ada beberapa karakteristik dari bahan ini yaitu (1) ukuran partikel rata-rata dan sebaran ukurannya bahan pemilar, (2) luas permukaan spesifik, struktur

pori dan dispersi kristal oksida besi di dalam matrik bentonit (3) prilaku magnetik. Nilai karakteristik bahan ini sangat tergantung pada bahan dasar (sifat alamiah bentonit (CEC, cation exchange capacity) dan spesies prekursor besi), rute sintesa, parameter sintesa (suhu sintesa, derejat dan konsentrasi hidrolisis dan konsentrasi prekursor)(Angelo, 1998). Pemberian gelombang ultrasonik pada tahap proses sintesa juga dapat mempengaruhi dispersi partikel yang dimasukkan ke dalam matrik bentonit dan dapat mempersingkat waktu sintesa (Duong, 2007).

Penelitian bentonit banyak dilakukan baik sebagai adsorben limbah organik maupun limbah logam berat namun kemampuan bentonit dalam menyerap limbah salah satunya dipengaruhi oleh asal bentonit itu sendiri. Bentonit yang dipelajari selama ini berasal dari daerah tertentu seperti Tapanuli, sementara itu sumber bentonit banyak terdapat di daerah Indonesia salah satunya di Propinsi Jambi yang selama ini belum dilakukan penambangan secara komersial. Oleh karena itu untuk memperkaya informasi tentang kemampuan bentonit dalam menyerap logam berat maka dilakukan penelitian terhadap bentonit yang berasal dari Merangin Jambi.

Penelitian ini membuat suatu adsorben magnet dari penggabungan partikel magnet oksida besi dengan bentonit. Lingkup penelitian ini adalah pemurnian bentonit lokal, sintesa adsorben magnet dan aplikasi serapan terhadap logam berat Cd(II) serta regenerasinya. Kekhasan penelitian ini dari penelitian sebelumnya adalah menggunakan bentonit alam dari desa Biuku Tanjung Kecamatan Bangko Merangin Jambi, serta pengaruh pemberian gelombang ultrasonik.

## 1.2 Perumusan Masalah

1. Menentukan sifat, karakter fisik dan kimia bentonit yang berasal dari daerah Merangin Provinsi Jambi.
2. Menentukan komposisi yang efektif dalam membuat komposit magnet-bentonit dan karakternya dengan menggunakan beberapa alat uji.
3. Menentukan kemampuan komposit dalam mengadsorbsi polutan logam berat Cd(II) dan regenerasinya.

### 1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui sifat, karakter fisik dan kimia bentonit yang berasal dari Merangin provinsi Jambi.
2. Mengetahui komposisi yang tepat dalam membuat komposit Bentonit Oksida Besi (BOB) sebagai suatu adsorben magnetik yang akan diaplikasikan untuk menyerap logam berat Cd(II).
3. Mengetahui kondisi optimum dari adsorben magnetik.

### 1.4 Hipotesa

1. Adsorben magnetik dapat dibuat dengan cara menyisipkan partikel magnet oksida besi ke dalam ruang antar struktur lembaran bentonit.
2. Komposisi yang berbeda akan menghasilkan komposit Bentonit Oksida Besi dengan sifat magnet yang berbeda serta mempunyai daya adsorbsi yang berbeda pula.

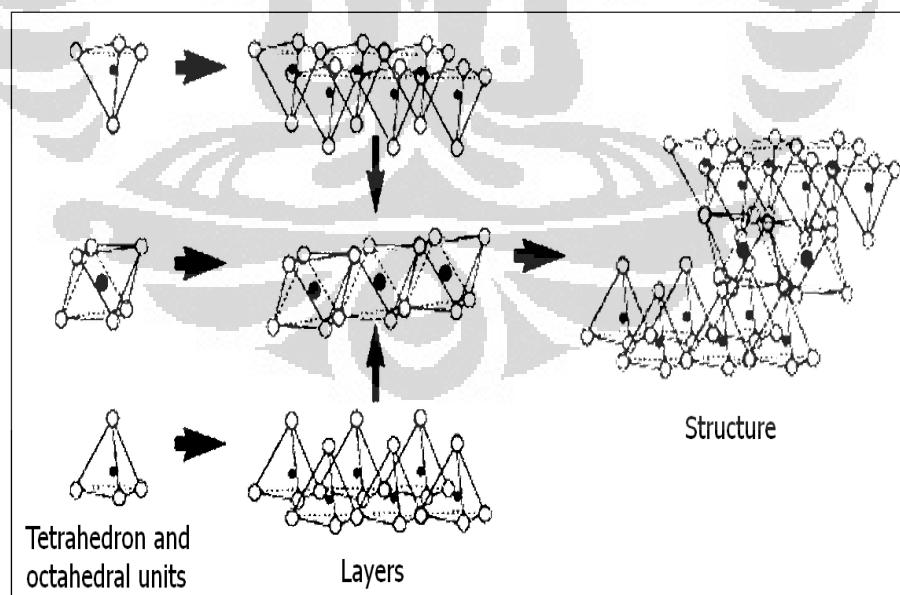
## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

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

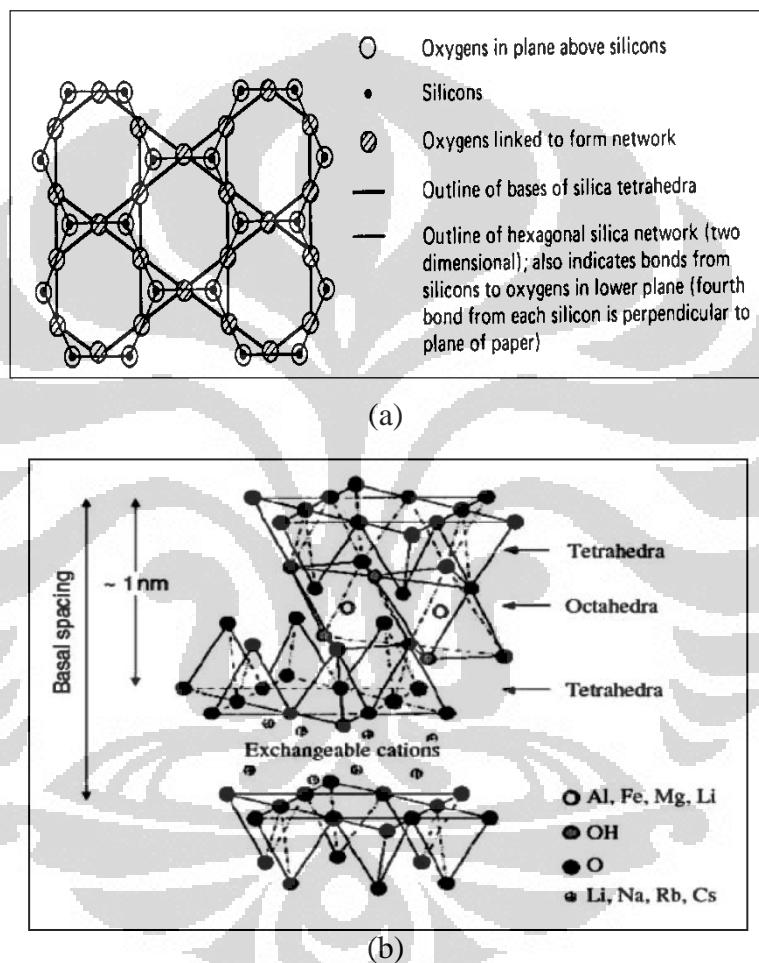
Menurut ahli mineralogi, *clay mineral* adalah mineral silikat berlapis (pilosilikat) atau mineral lain yang bersifat liat dan mengalami pengerasan saat dipanaskan atau dalam keadaan kering. Istilah lempung (*Clay*) juga sering mengacu pada ukuran partikel pada tanah. *International Society of Soil Science* menyatakan lempung (*clay*) merupakan batuan atau partikel mineral yang terdapat pada tanah dengan diameter kurang dari 0,002 mm. Sedangkan menurut sedimentologis, partikel *clay* berukuran kurang dari 0,004 mm.

Lempung (*Clay*) juga disebut sebagai aluminosilikat dan mempunyai struktur kristal tertentu. Lempung tersusun dari dua kerangka dasar pembangun (Gambar 2.1), yaitu : Tetrahedral Silikon-Oksigen ( $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$ ) dan Oktahedral Aluminium ( $\text{AlO}_6$ ). Kedua kerangka ini tersusun sedemikian rupa sehingga membentuk suatu lapisan tetrahedral dan oktahedral.



**Gambar 2.1** Kerangka Dasar Pembangun Lempung  
[Sumber: <http://webmineral.com/> 10 Mei 2012]

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>.



**Gambar 2.2** Lapisan Tetrahedral dan Lapisan Oktahedral  
[Sumber: <http://webmineral.com/> 10 Mei 2012]

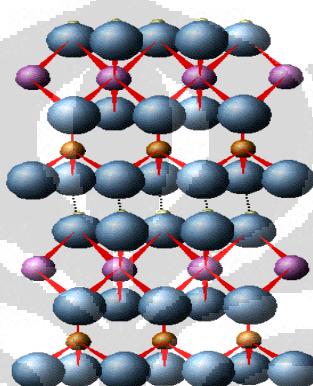
### 2.1.1 Jenis-jenis Lempung

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 (sisa 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).

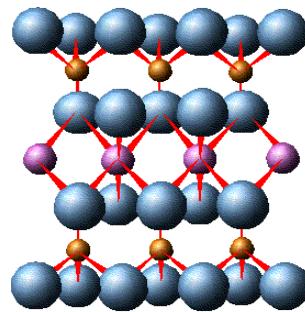


**Gambar 2.3** Kaolinite

[Sumber: <http://webmineral.com/> 10 Mei 2012]

b. Lempung 2:1

Terususun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral, sehingga terlihat seperti “*sandwich*”. Termasuk kedalam kelompok ini adalah smektite dan vermiculite. 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 vermiculite, muatan negatif umumnya berasal akibat substitusi Si oleh  $Al^{3+}$ .



**Gambar 2.4 Smektit**

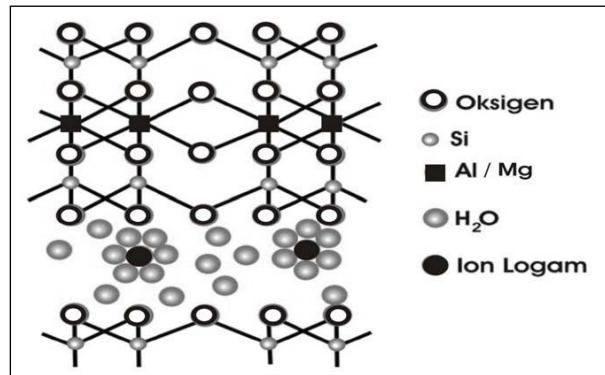
[Sumber : <http://webmineral.com/> 10 Mei 2012]

### 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 difracton sinar-X (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 1330-1430° C, mempunyai nilai kapasitas tukar kation (KTK) 60 - 150 mek/100 g, dengan luas permukaan 700 - 800 m<sup>2</sup>/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.



**Stuktur 2.5 Kristal Monmorillonit**  
 [Sumber : <http://webmineral.com> 10 Mei 2012]

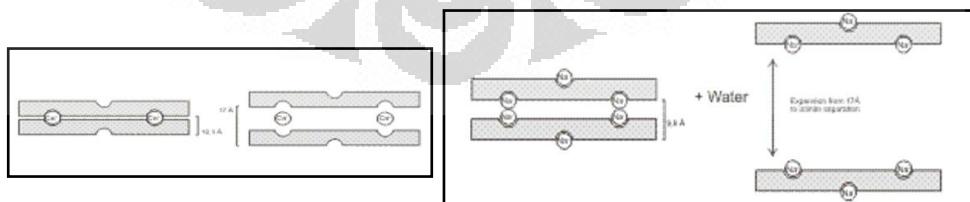
Berdasarkan tipenya, bentonite dibagi menjadi dua, yaitu:

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 Na<sup>+</sup> 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 Ca<sup>2+</sup>. 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.



**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) 10 Mei 2012]

## 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 dikelompokan menjadi lima golongan, yaitu :

- 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 terpilar 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.

- 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.

- 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 pelarut. Pertukaran tersebut terjadi antara molekul-molekul pelarut yang mensolviasi 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 di bentuk 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.

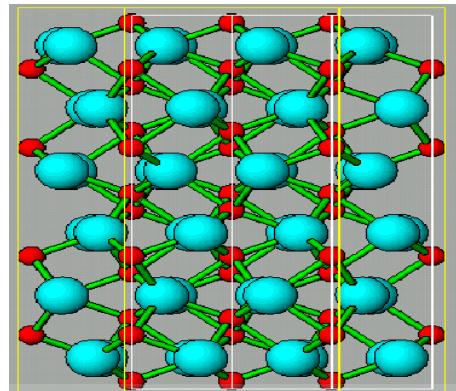
e. Senyawa interkalasi yang dibentuk dari transfer muatan.

Senyawa interkalasi yang terbentuk jika lapisan bahan induk bersifat konduktif.

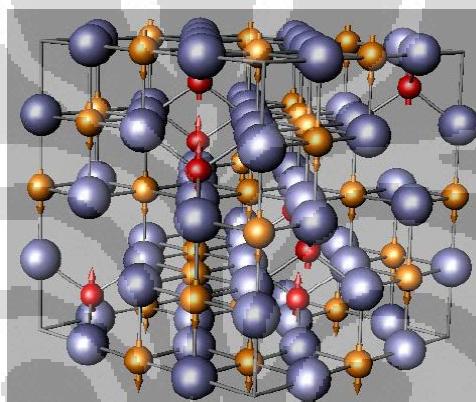
Interkalan yang masuk ke dalam lapisan interkalat menyebabkan susunan yang dimiliki oleh interkalat mengalami perubahan. Lempung yang semula berbentuk lapisan alumino silikat, dengan masuknya interkalan diantara lapisan mengakibatkan lapisan terdekatnya akan terpisah menjadi lapisan alumino silikat -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

### **2.3 Magnet Oksida Besi**

Bahan oksida besi tersedia di alam dalam jumlah yang besar. Oksida besi tersebut dapat terbentuk dalam beberapa kombinasi komposisi kimia, yaitu; FeO (*wustite*),  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*hematite*),  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*maghemite*) dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (*magnetite*). Dari macam-macam oksida besi ini, hanya Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (*magnetite*) dan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*maghemite*) yang bersifat ferrimagnetik dengan nilai magnetisasi masing-masingnya adalah  $\sigma = 92$  dan 76 emu/gr. Sedangkan untuk fasa FeO bersifat antiferromagnetik (Cullity.1972). Bentuk struktur oksida besi  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*hematite*) dan F<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (*magnetite*) dapat dilihat pada Gambar 2.7 dan Gambar 2.8.



**Gambar 2.7** Bentuk struktur kristal hematite (dari face aligned hkl 100). Fe(III) (bola lebih kecil) terkoordinasi dengan oksigen (bola lebih besar) (Cullity,1972)

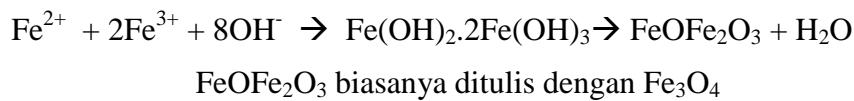


**Gambar 2.8** Bentuk struktur kristal magnetite. Bola lebih kecil mewakili Fe(III) yang terikat secara tetrahedral dan Fe(III) terikat secara oktaedral (arah panah keatas) dan Fe(II) (arah panah kebawah) terkoordinasi dengan ligan oksigen (bola lebih besar). Arah panah menunjukkan orientasi dari momen magnetik dalam ion besi (Cullity, 1972)

Selain proses alami (*natural*), bahan yang bersifat ferrimagnet ini juga dapat disintesis secara terkontrol di laboratorium dengan berbagai metode, yaitu; sintesis sonokimia, reaksi sol-gel, presipitasi dan kopresipitasi. Fasa dan ukuran partikel yang terbentuk bermacam-macam yang sangat dipengaruhi oleh proses pembuatan, jenis precursor, suhu reaksi dan atmosfir, kecepatan proses presipitasi. (Jeong, et.al. 2005). Seung-Jun Lee (2004), melaporkan membuat partikel *maghemite* dengan cara kopresipitasi dengan perbandingan molar Fe(II)/Fe(III) = 0,5 diperoleh ukuran partikel dari 3 sampai dengan 8 nm. Grace Tj.S (2005), membuat partikel magnet dari *mill scale* pabrik baja dengan metode presipitasi diperoleh serbuak oksida besi dengan ukuran 27,19 nm disertai dengan

peningkatan magnetisasi (84 emu/gram) bila dibandingkan dengan produk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Aldrich (72 emu/gram).

Tahapan-tahapan reaksi sintesis magnet Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari precursor garam besi (III) dan Fe (II) adalah sebagai berikut:



Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> juga dapat dibuat dengan menggunakan prekursor Fe(II) namun demikian harus melalui proses oksidasi sebahagian Fe(II) supaya akhir reaksi menghasilkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Proses oksidasi ini dapat dilakukan dengan cara pemanasan, dan ultrasonik (Adel Fisli, et.al. 2009).

Partikel oksida besi ini untuk keperluan berbagai bidang, seperti, bahan katalis, proteksi lingkungan, sensor, media penyimpanan magnetik, diagnosis dan treatmen klinik. Sebagai pengolahan air, oksida besi ini dapat dengan baik menyerap berbagai kontaminan air seperti As dan Cr (Zhong, et.al.2006).

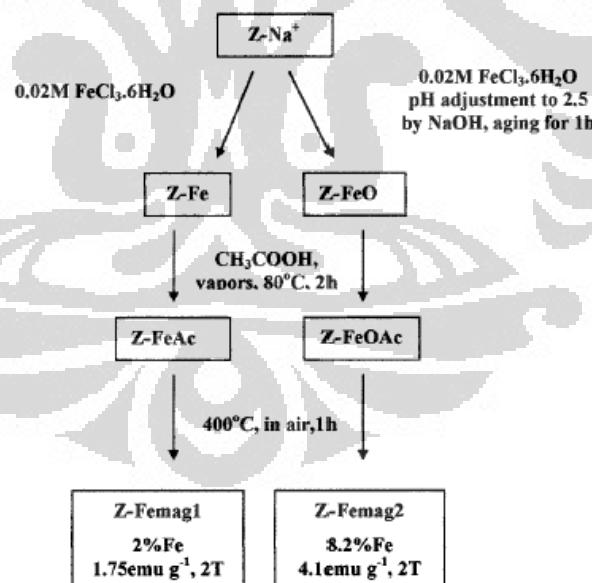
## 2.4 Komposit Partikel Magnetik-Bentonit

Komposit merupakan penggabungan suatu fasa dengan fasa lain . Bentonit berpilar termasuk kelompok komposit karena terjadi pengabungan partikel dengan bentonit. Bentonit berpilar adalah bahan berdimensi dua yang dibuat melalui pertukaran ion diantara lembaran bentonit dengan hidroksil logam anorganik besar. Setelah mengalami pemanasan, hidroksil logam ini terdekomposisi menjadi bentuk oksidanya yang tetap berada dalam ruang antara lembaran yang berfungsi sebagai pilar. Proses pemilaran tejadi dengan baik apabila, (i) spesies pemilar terdistribusi secara homogen, (ii) lembaran bentonit lebih kuat dan tidak bengkok (iii) semua lembaran terpilar, dan (iv) menghasilkan sistem terowongan /terusan dua dimensi (terbentuknya sistem pori). Sebagai hasil pemilaran, bahan bersifat porous sehingga meningkatkan luas permukaannya (Kloproge, 1998).

Bentonit dapat dipilarisasi karena densiti muatannya rendah dan kemampunnya dapat mengambang (swelling). Sifat-sifat seperti keasaman, luas permukaan, distribusi ukuran pori dan kestabilan hidrotermal tergantung pada

metode sintesis dan asal bentonit. Banyak sekali faktor yang dapat mempengaruhi interkalasi/proses pimilaran. Variasi-variasi ini sulit dibandingkan dengan hasil-hasil yang diperoleh oleh berbagai peneliti dan juga reproduksi yang baik sulit sekali di peroleh. Faktor-faktor yang mempengaruhi diantaranya asal bentonit, sifat kation metalik, kondisi hidrolisis (konsentrasi, waktu (menuaan), waktu reaksi, temperatur sintesis, pencucian, pengeringan dan kalsinasi (Angelo, 1998).

Komposit partikel magnet oksida besi dengan montmorillonite telah dilaporkan dalam beberapa literatur, baik oksida besi sebagai magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (Galindo, et.al. 2005 dan Bourlinous, et.al. 2002) maupun sebagai maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (Szabo, et.al. 2007). Rute yang dikembangkan oleh Bourlinos (2002), menggunakan prekursor  $\text{FeCl}_3$  untuk membuat partikel magnet oksida besi. Ada dua rute yang dilakukan yaitu; pertama larutan  $\text{FeCl}_3$  dimasukkan kedalam suspensi montmorillonite kemudian ditambahkan larutan  $\text{NaOH}$ , kedua larutan  $\text{FeCl}_3$  terlebih dahulu diatur pH nya menjadi 2,5 dengan penambahan  $\text{NaOH}$  kemudian dimasukkan kedalam suspensi montmorillonite. Seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.9.



**Gambar 2.9** Rute sintesis komposit magnet oksida besi/clay oleh Bourlinos (2002).

Sedangkan Luiz C.A. Oliveira (2003), membuat komposit magnet oksida besi/clay menggunakan prekursor campuran  $\text{FeCl}_3/\text{FeSO}_4$  2:1 yang ditambahkan ke dalam suspensi bentonit selanjutnya ditambahkan larutan  $\text{NaOH}$ . Penelitian

tersebut difokuskan pada variasi muatan oksida besi didalam komposit. Komposit magnet yang diperoleh diuji cobakan menyerap logam berat  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  dan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan hasil terjadi peningkatan kapasitas adsorpsi setelah bentonit dikompositkan dengan oksida besi.

## 2.5 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan peristiwa terakumulasinya molekul – molekul dari suatu senyawa pada permukaan atau antarmuka akibat dari adanya ketidakseimbangan gaya-gaya pada permukaan tersebut. Zat yang teradsorpsi disebut sebagai adsorbat dan zat yang mengadsorpsi disebut sebagai adsorben.. Adsorpsi disebabkan adanya gaya ikatan antara individu adsorbat atom, ion atau molekul dengan permukaan.

Pada proses adsorpsi, terjadi penurunan energi bebas permukaan dan penurunan entropi. Penurunan energi bebas permukaan tersebut akan berubah menjadi panas adsorpsi. Oleh karena itu, peristiwa adsorpsi selalu disertai dengan pelepasan panas. Bila didefinisikan, panas adsorpsi adalah panas yang dilepaskan bila satu mol gas diadsorpsi pada permukaan adsorben. Proses adsorpsi disertai dengan penurunan entropi atau  $\Delta S$  bernilai negatif , penurunan energi bebas permukaan atau  $\Delta G$  bernilai negatif , perubahan entalpi atau  $\Delta H$  bernilai negatif (eksoterm). Secara termodinamika, hubungan energi bebas, entropi dan entalpi pada proses adsorpsi dinyatakan dengan persamaan berikut:

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S$$

Adsorpsi sangat tergantung pada sifat-sifat tertentu dari adsorbat (kelarutan, afinitas, konsentrasi, ukuran ion dan muatan), adsorbent (luas permukaan, fisika kimia permukaan, tersedianya permukaan untuk molekul atau ion adsorbat, ukuran dan bentuk fisik partikel adsorbent) dan sistem (temperatur dan pH) .

Isotherm adsorpsi merupakan adsorpsi yang terjadi pada suhu konstan, adsorpsi yang terjadi harus dalam keadaan kesetimbangan dimana adsorpsi dan desorpsi berlangsung dalam laju yang relatif sama. Kesetimbangan adsorpsi biasanya digambarkan dengan persamaan isoterm, dimana parameternya

menunjukkan sifat permukaan dan afinitas dari adsorben pada kondisi suhu dan pH yang tetap. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk menyelidiki isotherm adsorpsi ion logam berat pada pH, jumlah adsorben, konsentrasi ion, waktu kontak dan suhu optimum sebagai variabel tetap serta konsentrasi adsorbat (mg/L) sebagai variabel bebas (Gupta et al. 2008). Terdapat beberapa jenis persamaan isotherm adsorpsi, yang sering digunakan adalah :

- a. Isotherm Langmuir :  $C_e / q_e = 1/(bq_m) + ((1/q_m)C_e)$  ..... (1)

dimana

$C_e$  = Konsentrasi adsorbat pada kesetimbangan fasa cair ( mg/L)

$q_e$  = Konsentrasi adsorbat pada fasa padat ( mg /g adsorben)

$1/q_m$  = Kemiringan /slope

$q_m$  = Kapasitas adsorpsi optimum (mg/g)

$1/(bq_m)$ = Intercep

Rumus diatas didapatkan dari penurunan persamaan laju adsorpsi ( $(Ka.Ce.N)(1-\Theta)$ ) sama dengan laju desorpsi ( $Kd.N.\Theta$ ) seperti berikut :

$$Ka.Ce.N(1-\Theta) = Kd.N.\Theta$$

$$Ka.Ce.N - Ka.Ce.N \Theta = Kd.N.\Theta$$

$$Ka.Ce.N = N.\Theta(Kd + Ka.Ce)$$

$$Ka.Ce = \Theta(Kd + Ka.Ce)$$

$$\Theta = Ka.Ce/(Kd + Ka.Ce), \text{ jika } b = Ka/Kd \text{ dan } \Theta = q_e/q_m \text{ maka}$$

$$q_e/q_m = b.C_e/(b.C_e + 1)$$

$$q_e/q_m \cdot (b.C_e + 1) = b.C_e$$

$$(q_e.b.C_e/b.q_m) + (q_e/q_m) = C_e$$

$$(q_e.C_e/q_m) + (q_e/bq_m) = C_e$$

$$q_e((C_e/q_e) + (1/b.q_m)) = C_e$$

$$C_e/q_e = C_e(1/q_e) + (1/b.q_m)$$

Gambar persamaan linear Langmuir diperoleh dengan memplot  $C_e/q_e$  vs  $C_e$ , dengan persamaan tersebut dapat dicari kapasitas adsorpsi optimum adsorben terhadap adsorbat. Persamaan Langmuir biasanya banyak digunakan untuk membahas adsorpsi monolayer. Persamaan Langmuir juga digunakan untuk memperoleh nilai R, yang menggambarkan dimensi parameter kesetimbangan atau faktor pemisahan dengan persamaan (Ho, 2003).

$$R = 1 / (1 + K_L \cdot C_e) \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

Berdasarkan nilai R, bentuk isotherm dapat ditafsirkan sebagai berikut :

- $R > 1$ , menggambarkan adsorpsi yang kurang baik
  - $R = 1$ , menggambarkan adsorpsi linear
  - $0 < R < 1$ , menggambarkan adsorpsi yang bagus, dan
  - $R = 0$ , menggambarkan adsorpsi irreversible
- b. Isotherm Freundlich :  $q_e = K_f (C_e)^{1/n}$  (3)

Atau  $\log q_e = \log K_f + 1/n \log C_e$ , dimana

$K_f$  = Kapasitas adsorpsi

n = Konstanta adsorpsi

Gambar persamaan linear dari Freundlich diperoleh dengan memplot **log  $q_e$**  vs **log  $C_e$**  dengan persamaan isotherm tersebut dapat dicari kapasitas adsorpsi optimum adsorben terhadap adsorbat. Persamaan Froundlich biasanya digunakan untuk adsorpsi yang bersifat bilayer.

## 2.6 Karakterisasi

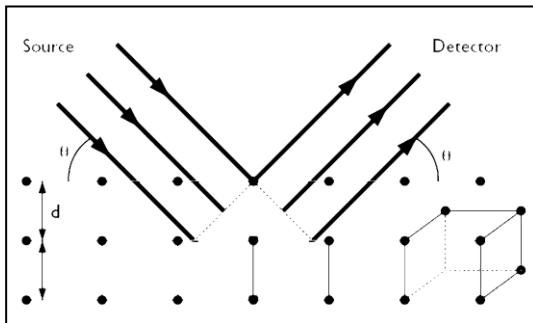
Metode karakterisasi yang biasa dilakukan pada bentonit dan komposit bentonit adalah serangkaian metode karakterisasi padatan seperti yang dijelaskan dibawah ini.

### 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 2.10 Difraksi sinar X**

[Sumber: Hardjono, 1992]

Penurunan konvensional Hukum Bragg dengan menganggap setiap bidang kisi memantulkan radiasi. Dalam difraktometer sampel disebarluaskan 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 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.

### **2.6.3 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X ray 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 interfase distribusi elemen dengan pemetaan sinar-X. Dapat mendeterminasi kristal yang cacat atau rusak, propagasi arah kerusakan kristal serta mengetahui kontaminan (rtiintl.com 2012).

Pada pengambilan data dengan alat SEM-EDS, sampel bubuk yang telah diletakkan di atas specimen holder dimasukkan kedalam specimen chamber dengan tingkat kevakuman yang tinggi yaitu sekitar  $2 \times 10^{-6}$  Trorr, kemudian dimasukkan dalam alat SEM-EDS. Dalam pengukuran SEM-EDX untuk setiap sampel dianalisa dengan menggunakan analisa area. Sinar electron yang dihasilkan dari area gun dialirkan hingga mengenai sampel. Aliran sinar electron ini selanjutnya di fokuskan menggunakan electron optic columb sebelum sinar electron tersebut membentuk atau mengenai sampel. Setelah sinar electron mengenai sampel, akan terjadi beberapa interaksi pada sampel yang disinari. Interaksi – interaksi yang terjadi tersebut selanjutnya akan dideteksi dan di ubah ke dalam sebuah gambar oleh analisis SEM dan juga dalam bentuk grafik oleh analisis EDS (mikron.ucr.edu 2012).

### **2.6.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

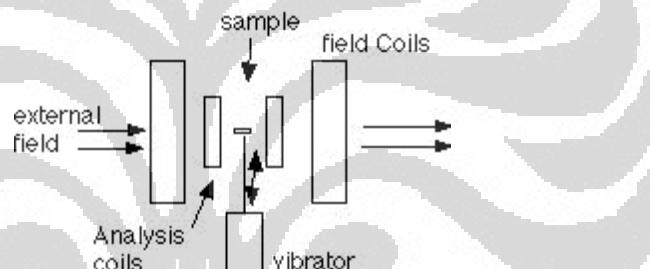
Spektroskopi atom digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif logam dalam jumlah sangat kecil. Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Proses dalam SSA melalui 2 tahap, yaitu:

- Atomisasi sampel.
- Absorpsi radiasi dari sumber sinar oleh atom bebas.

Atomisasi dapat dilakukan dengan baik menggunakan nyala maupun tungku. Untuk mengubah unsur logam menjadi uap diperlukan energi panas, oleh karena itu temperatur harus benar-benar terkendali agar proses atomisasi sempurna. Bila ditinjau dari sumber radiasi, haruslah bersifat kontinyu. Disamping itu sistem dengan penguraian optis yang sempurna diperlukan untuk memperoleh sinar dengan garis absorpsi yang semonokromator mungkin.

### 2.6.5 Magnetometri Getar Cuplikan (VSM)

Semua bahan mempunyai momen magnet jika ditempatkan dalam medan magnet. Momen magnet per satuan volume dikenal sebagai magnetisasi. Prinsip pengukuran menggunakan VSM didasarkan pada metode induksi, yaitu mengukur magnetisasi dari signal yang ditimbulkan diinduksikan oleh cuplikan yang bergetar dalam lingkungan medan magnet pada sepasang kumparan (Users. 2006).



Gambar 2.11 Sistem Magnetometri Getar Cuplikan

Pengukuran dilakukan dengan meletakkan sampel pada medan magnet yang konstan. Jika sampel bersifat magnet, maka medan magnet yang konstan tersebut akan memagnetkan sampel. Semakin kuat medan magnet, semakin besar magnetisasinya. Momen magnet sampel membentuk medan magnet di sekitar sampel yang disebut dengan medan magnet sesatan. Ketika sampel bergerak naik turun, terjadi perubahan medan magnet sesatan dan dideteksi oleh kumparan *pick-up* atau kumparan analisis. Perubahan medan magnet menimbulkan medan listrik di dalam kumparan analisis. Arus listrik yang timbul bersifat proporsional terhadap magnetisasi sampel. Semakin besar magnetisasi, semakin besar arus imbasan (Txstate. 2007). VSM digunakan untuk menentukan sifat-sifat magnet dari lapisan tipis dan kristal berukuran kecil (Drecam. 2006).

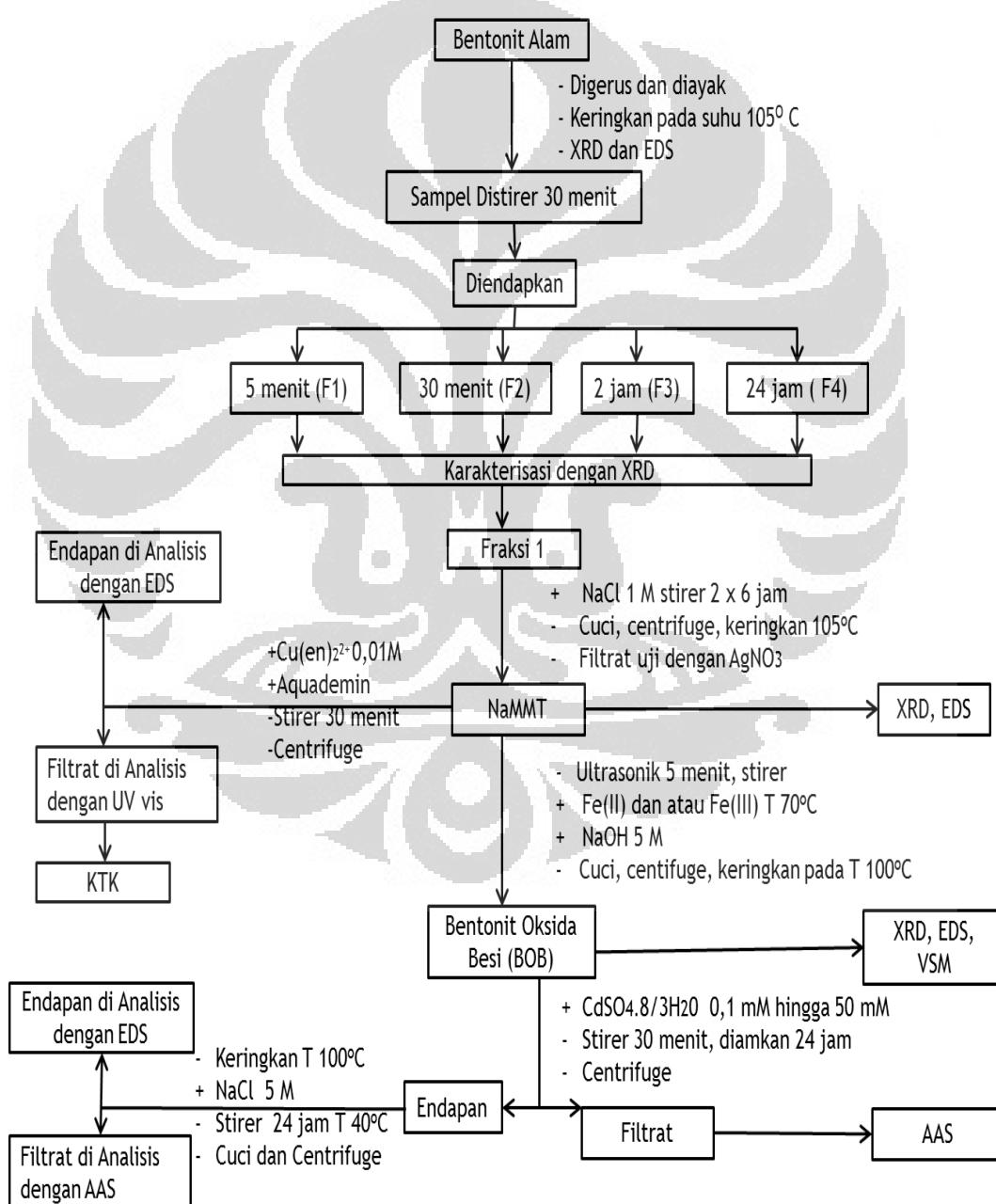
## BAB 3

### 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 September 2011 sampai dengan Mei 2012.

#### 3.2 Diagram Alur Penelitian



### **3.3 Alat dan Bahan**

#### **3.3.1 Alat Proses**

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

#### **3.3.2 Alat Uji**

Alat uji yang digunakan untuk analisis dan karakterisasi adalah spektrofotometer UV-Vis, SEM-EDS, Difraksi sinar-X (XRD), AAS, dan VSM

#### **3.3.3 Bahan**

- Bentonit Alam dari Biuku Tanjung Merangin Jambi
- Akuades
- $\text{AgNO}_3$
- $\text{NaCl}$
- Etilendiamin
- Tembaga (II) Sulfat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- $\text{NaOH}$

Semua bahan kimia berasal dari bahan pro analisis produksi Merck.

### **3.4 Prosedur kerja**

#### **3.4.1 Preparasi Bentonit**

Bentonit asal Merangin Jambi digerus, kemudian dipanaskan di dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Bentonit yang sudah dikeringkan lalu dikarakterisasi dengan alat XRD dan EDS.

### 3.4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 100 gram bentonit dimasukkan ke *beaker glass* kemudian ditambahkan 2 liter aquades. Campuran yang terbentuk distirrer selama 30 menit, kemudian didiamkan selama 5 menit. Endapan (sedimen) yang terbentuk dipisahkan dengan menuangkan cairan diatasnya ke wadah lain. Endapan disebut fraksi satu (F1). Suspensi hasil pemisahan F1 didiamkan selama 30 menit, endapan (F2) dipisahkan dari suspensi diatasnya. Suspensi ini kemudian didiamkan lagi selama 2 jam untuk memperoleh endapan F3. Proses dilanjutkan hingga fraksi 4 atau fraksi sisa (lebih dari 24 jam). Endapan tiap fraksi dikeringkan dalam oven  $105^{\circ}\text{C}$  sampai kering. Tiap fraksi dianalisa dengan XRD dan dihitung kelimpahan realtif masing-masing *clay* dengan metode Biscaye. Fraksi kaya *montmorillonite* dianalisis dengan EDS dan AAS dan dilakukan purifikasi.

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

Sebanyak 20 gram bentonit fraksi satu 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  $\text{AgNO}_3$  1 M beberapa mL sampai yakin tidak terbentuk endapan putih  $\text{AgCl}$ . Setelah dilakukan pencucian, endapan kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu  $110\text{-}120^{\circ}\text{C}$ . Endapan digerus dan diayak hingga berukuran 200 mesh. Na-MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, EDS, dan AAS.

### 3.4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Larutan  $0.01 \text{ M Cu(en)}_2^{2+}$  dibuat dengan mencampurkan larutan  $\text{CuSO}_4$  1M dan larutan etilendiamin 1 M dengan perbandingan stoikiometri (1:2). Sebanyak 0.1 gram NaMMT disuspensikan dengan 5 mL larutan kompleks  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  dan akuades 20 mL. Kemudian suspensi diaduk dengan stirrer selama 30 menit. Absorbansi larutan sebelum dan setelah dicampur diukur dengan

spektrofotometer UV/Vis pada  $\lambda$  maks 536 nm. Larutan standar dibuat dengan konsentrasi yang mendekati absorbansi filtrat larutan kompleks setelah distirrer.

### **3.4.5 Sintesis Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB)**

Sebanyak 6,48 g montmorilonit dilarutkan ke dalam 200 ml air dan diultrasonikasi selama 5 menit. Kemudian larutan montmorilonit dicampur dengan 200 ml larutan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (7,8 g, 28 mmol) dan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (3,9 g, 14 mmol) pada suhu 70°C, sehingga diperoleh nisbah bobot montmorilonit dengan besi oksida sebesar 2:1. Suspensi tersebut ditambahkan tetes demi tetes NaOH 5 M sampai 100 ml (Oliveira *et al.* 2004). Setelah itu komposit dicuci dengan air demineral dan dikeringkan dalam oven suhu 100°C selama 3 jam sehingga akan diperoleh komposit yang memiliki sifat magnet . Hasil komposit diuji dengan Magnet batangan, XRD di UIN pada rentang sudut pengukuran 2°C hingga 70°C.Target Cu-K $\alpha$  ( $\lambda=0,154$  nm) , Sifat magnet dianalisa menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) Oxford Tipe 1,2 T di PTBIN-BATAN. Sedangkan komposisi unsur yang terdapat pada komposit di analisis menggunakan EDS di Pusdiklat Kehutanan Bogor.

### **3.4.6 Aplikasi sebagai Adsorben logam Cd(II)**

Sebanyak 50 mg untuk masing-masing sampel komposit didispersikan ke dalam 50 mL larutan logam berat 0,1; 0,3; 0,6; 1; 1,5; 2; 3; 5 mM. Untuk setiap campuran yang ada diaduk selama 30 menit selanjutnya didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar . Untuk pengambilan filtrat, campuran disentrifugasi kemudian filtrat dikarakterisasi dengan AAS. Endapan dikeringkan pada suhu 100°C yang selanjutnya diregenerasi.

### **3.4.7 Regenerasi**

0,3 g sampel yang telah menyerap Cd(II) ditambahkan dengan 8 ml larutan NaCl 5 M stirrer selama 24 jam pada suhu 40°C. Pisahkan endapan dan filtrat dengan cara sentrifuge. Endapan dicuci hingga terbebas dari ion Cl $^-$  dan dikeringkan pada suhu 100°C selanjutnya karakterisasi dengan EDS sedangkan filtrat dianalisis dengan AAS.

### 3.5 Bagan Kerja

#### 3.5.1 Preparasi Bentonit

Serbuk bentonit digerus dan dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam karakterisasi dengan XRD dan EDS.

#### 3.5.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Suspensi bentonit 1:10 dengan akuades distirer 30 menit, lalu diamkan 5 menit (endapan F1), filtrat didiamkan 30 menit (endapan F2), filtrat didiamkan 2 jam (endapan F3), filtrat sisa didiamkan lebih dari 24 jam (endapan F4). Endapan dioven pada suhu 105°C sampai kering dan karakterisasi dengan XRD

#### 3.5.3 Sintesa Na-Montmorillonite

20 gram montmorillonite didispersikan ke dalam 600 ml NaCl 1 M.

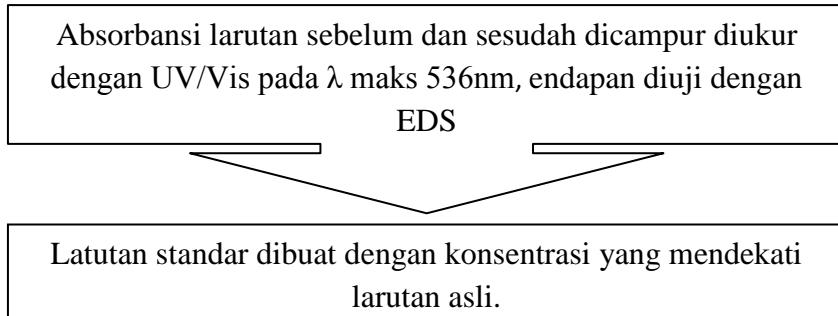
Suspensi distirer selama 2 kali 6 jam, lalu campuran didekantasi.

Endapan dicuci dengan aquademin. Filtrat diuji dengan  $\text{AgNO}_3$  1M sampai tidak terbentuk  $\text{AgCl}$ .

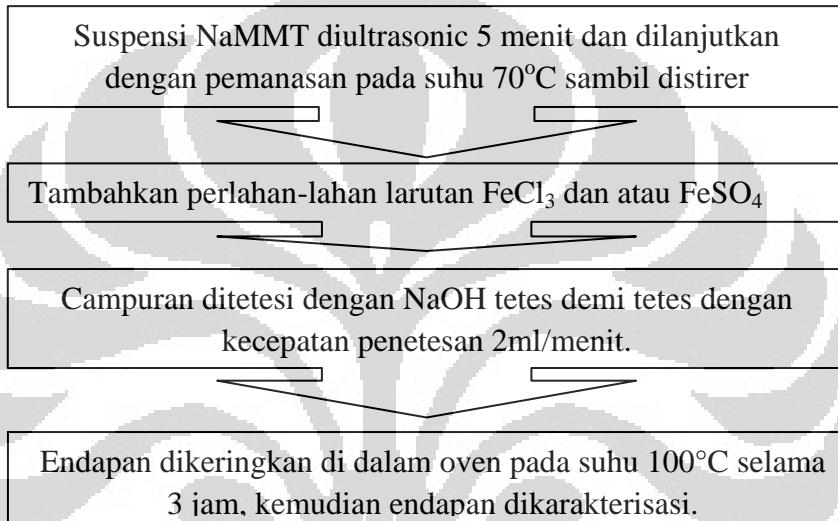
Endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C, karakterisasi dengan XRD dan EDS

#### 3.5.4 Kapasitas Tukar Kation

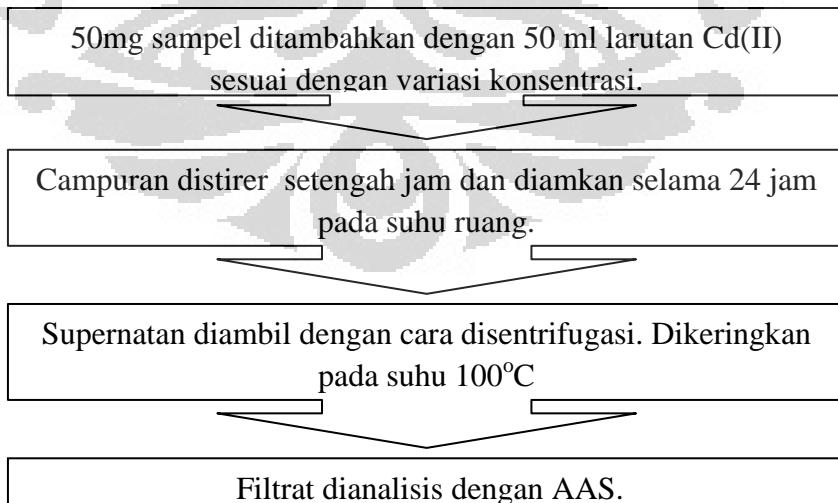
Sampel 0,1 gram NaMMT distirer dengan 5 ml 0,01 M  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  dan ditambahkan aquademin hingga 25 ml.



### 3.5.5 Sintesis Komposit Bentonit Oksida Besi



### 3.5.6 Aplikasi sebagai Adsorben Logam Berat Cd(II)



### 3.5.7 Regenerasi

0,3 g sampel yang telah menyerap Cd(II) ditambahkan dengan 8 ml larutan NaCl 5M stirer selama 24 jam pada suhu  $40^{\circ}\text{C}$

Centrifuge untuk memisahkan endapan dan filtrat.

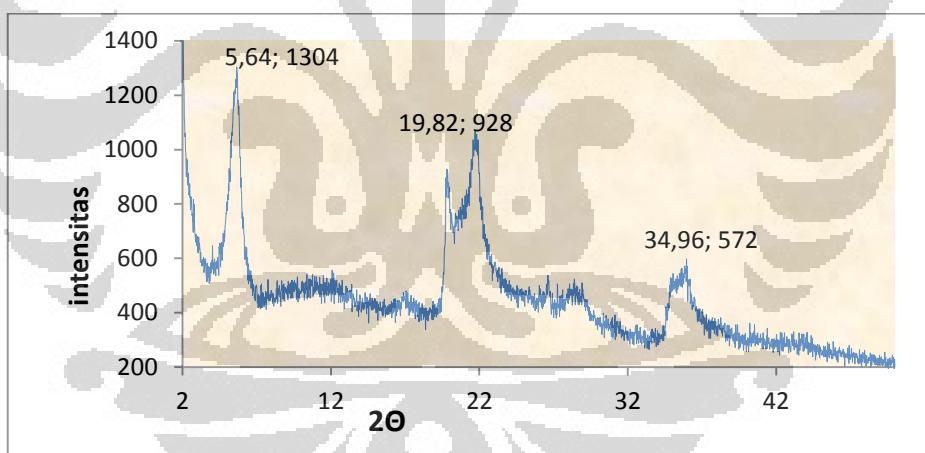
Endapan dicuci hingga terbebas dari ion  $\text{Cl}^-$ . Keringkan pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  dan karakterisasi dengan EDS

Filtrat dianalisis dengan AAS.

## BAB 4 PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi Bentonit

Preparasi bentonit asal Merangin, Jambi diawali dengan penggerusan agar ukuran partikel menjadi lebih kecil, sehingga luas permukaannya menjadi lebih besar. Kemudian bentonit dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C untuk menghilangkan kadar air yang berlebihan. Selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD yang bertujuan untuk memastikan apakah sampel yang digunakan mengandung montmorillonit atau tidak. Dari data XRD didapat puncak-puncak yang khas untuk bentonit yaitu pada  $2\theta = 5,54; 19,82; 34,96$  hal ini sesuai dengan data base yang ada yaitu pada  $2\theta = 5,89; 19,89; 35,31$ ; seperti terlihat pada Gambar 4.1 dan Lampiran 1. Dengan data ini dipastikan bahwa sampel yang digunakan mengandung monmorillonit dan dapat digunakan sebagai bahan penelitian selanjutnya.



Gambar 4.1 Hasil XRD Bentonit Alam

### 4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Untuk mendapatkan montmorillonit dengan kandungan yang tinggi perlu adanya pemisahan komponen non lempung yang terdapat dalam bentonit. Pengotor yang mungkin terdapat dalam bentonit berupa kwarsa, kalsit, feldspar kaolinit dan lain lain . Oleh karena itu sampel harus difraksinasi terlebih dahulu sehingga didapatkan bentonit dengan kandungan montmorillonit yang tinggi dan diharapkan terbebas dari pengotor.

Agar semua partikel terdistribusi sempurna maka bentonit distirir terlebih dahulu selama 30 menit, selanjutnya didiamkan dan difraksinasi berdasarkan rentang waktu pengendapan yaitu 5 menit, 30 menit, 120 menit dan lebih dari 24 jam untuk mendapatkan fraksi sisa. Hal ini dilakukan berdasarkan pada kecepatan penambahan ketebalan sedimen. Dari fraksinasi didapatkan persen berat tiap fraksi seperti terlihat pada Tabel 4.1 berikut :

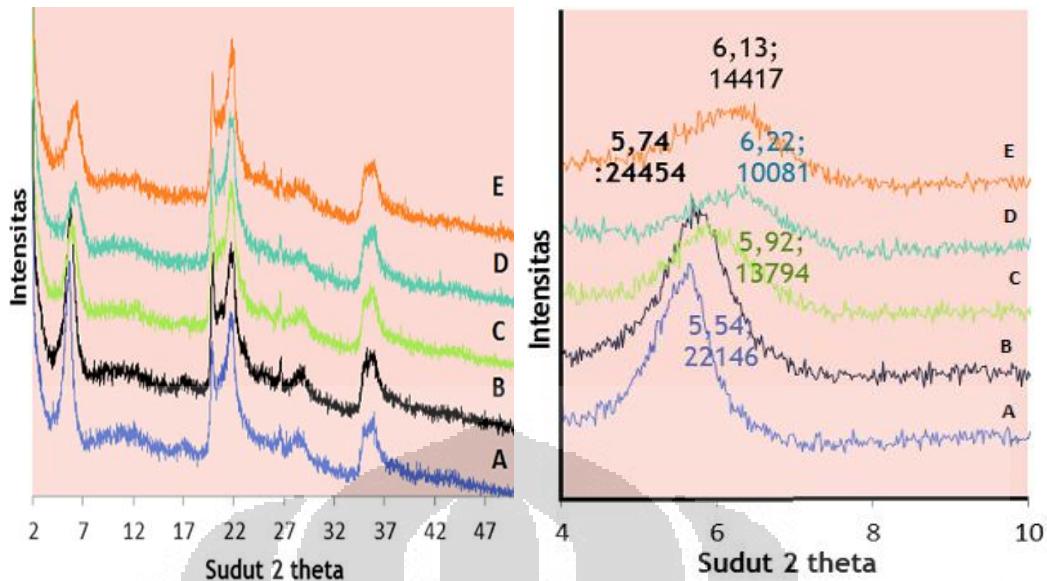
**Tabel 4.1** Persen berat tiap fraksi.

Fraksi	% Berat
Fraksi 1 /F1 (5 menit)	59,56%
Fraksi 2 /F2 (30 menit)	24,27%
Fraksi 3 /F3 (120 menit)	7,77%
Fraksi 4 /F4 (lebih dari 24 jam)	5,07%
Total	96,67%

Dari data Tabel di atas total berat bentonit yang diperoleh tidak mencapai 100 % karena bentonit masih terdapat dalam filtrat , ini terlihat dari filtrat yang masih keruh dan sulit sekali diendapkan. Montmorillonite yang lebih lama mengendap mempresentasikan bahwa interaksi yang terjadi antara lapisan silikat dengan molekul air lebih kuat.

Endapan hasil fraksinasi F1, F2, F3 dan F4 dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C dengan tujuan untuk mengurangi kadar air yang terperangkap antar lembar sehingga didapatkan bentonit dengan kadar air yang sangat rendah yang selanjutnya digerus dan dikarakterisasi menggunakan XRD, EDS, dan AAS.

Untuk menentukan fraksi mana yang dapat digunakan pada perlakuan selanjutnya dalam penelitian ini maka tiap fraksi dari data XRD dilakukan analisa dengan menentukan fraksi mana yang mengandung montmorillonit tinggi. Dengan mengamati diagram XRD tiap fraksi menunjukkan kemiripan antara satu dengan diagram yang lain seperti terlihat pada Gambar 4.2 berikut :



**Gambar 4.2** Hasil XRD Bentonit Alam (A), F1(B), F2(C), F3(D) dan F4(E)

Namun peak-peak yang khas dapat terlihat dengan jelas bila menggunakan data 2 theta XRD dari masing-masing fraksi seperti terlihat pada Lampiran 1 sampai 5 dan dianalisis menggunakan metode Biscaye. Dengan menggunakan metode Biscaye komposisi relatif clay dapat ditentukan karna komposisinya sebanding dengan luas area peak dikalikan faktor berat Biscaye (Heath, et.al. dalam Irwansyah, 2007) (Lampiran 8). Komposisi clay yang dianalisa adalah smectite/montmorillonit(S), illite(I), chlorite(C), dan kaolinite (K). Posisi 2 theta masing-masingnya berkisar antara, smectite (4-6), illite(8-9), chlorite(12-13) dan kaolinite(11,5-13) yang didasarkan pada database seperti terlihat pada Lampiran 18 dan 19. Dari hasil analisis diperoleh komposisi *clay* untuk tiap-tiap fraksi seperti terlihat pada Tabel 4.2 berikut, (Lampiran 9).

**Tabel 4.2** Komposisi relatif *Clay* masing-masing fraksi.

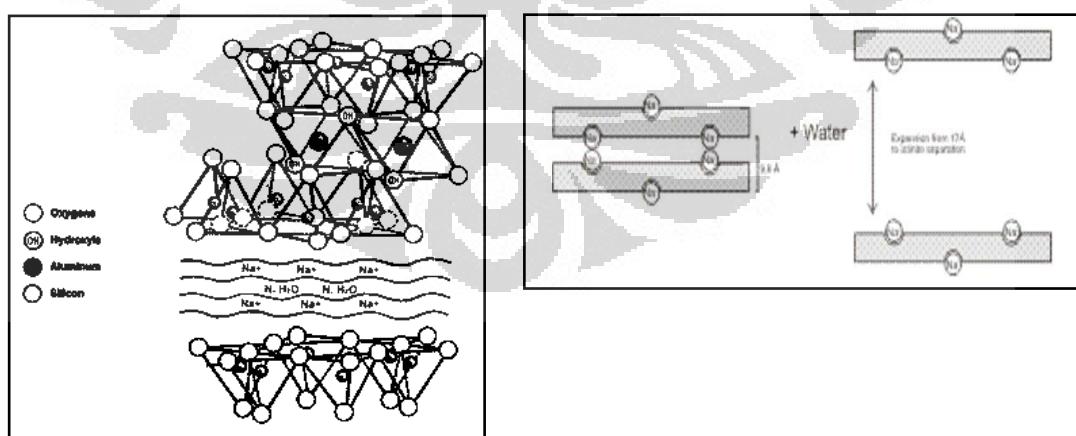
SAMPEL BENTONIT	SMECTITE (%)	ILLITE (%)	CHLORITE(+KAOLINITE) (%)
<b>BENTONIT ALAM</b>	76,26	14,93	8,81
<b>F1</b>	80,30	10,55	9,16
<b>F2</b>	76,06	6,07	17,87
<b>F3</b>	60,25	22,40	17,35
<b>F4</b>	67,07	17,55	15,38

Dari Tabel 4.2 dapat disimpulkan bahwa fraksi F1 mengandung smectite paling tinggi yaitu 80,30% sedangkan kandungan illite dan chloritenya paling rendah dibandingkan dengan fraksi lain. Berdasarkan data ini maka perlakuan selanjutnya menggunakan sampel fraksi F1.

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

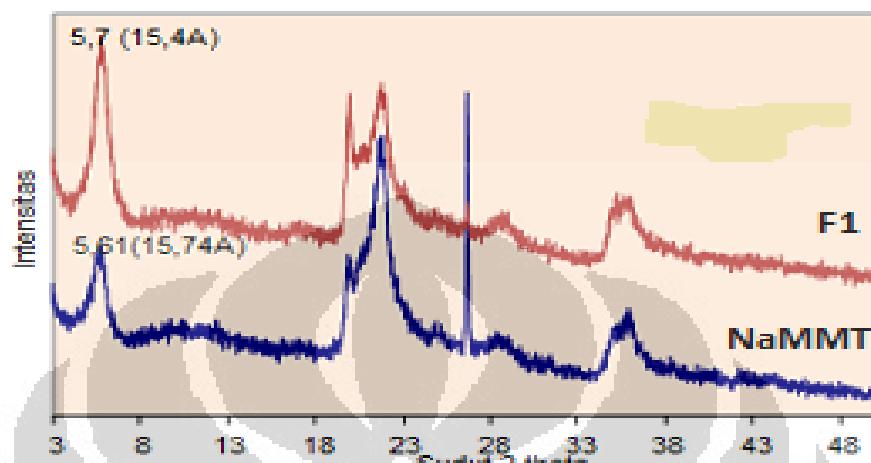
Sebelum disintesis menjadi *komposit bentonit oksida besi (BOB)*, dilakukan penyeragaman kation di antara interlayer bentonit fraksi satu dengan ion  $\text{Na}^+$ . Substitusi ini bertujuan untuk menyeragamkan kation yang ada di antara interlayer, sehingga penentuan harga KTK dapat lebih akurat karena berdasarkan mayoritas jumlah kation  $\text{Na}^+$ . Hasil dari penyeragaman kation pada fraksi satu 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 interkelasi seperti diilustrasikan oleh Gambar 4.3. 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 .



**Gambar 4.3** Gambar Na-bentonit  
[Sumber: [www.tulane.edu/~sanelson/eens/211](http://www.tulane.edu/~sanelson/eens/211) 2 Mei 2012]

Berdasar data XRD F1 dan NaMMT pada Gambar 4.4 terlihat adanya peningkatan dari F1  $15,40\text{ \AA}^{\circ}$  menjadi  $15,74\text{ \AA}^{\circ}$  ini menunjukkan bahwa ion  $\text{Na}^{+}$  yang ditambahkan pada F1 telah mengisi ruang antar lapisan bentonit.



**Gambar 4.4** Hasil pengamatan dengan XRD pada NaMMT dan F1.

Keberadaan kation  $\text{Na}^{+}$  ini didukung pula oleh data EDS dan AAS seperti terlihat pada Tabel 4.3a dan 4.3b dan Lampiran 20 sampai 23. Dari hasil analisis EDS diketahui bahwa konsentrasi kation  $\text{Na}^{+}$  dari 0,005% pada Bentonit alam dan 0,015% pada F1 naik menjadi 0,44%. Sedangkan berdasarkan analisa AAS konsentrasi meningkat dari 0,01 % menjadi 0,93%. Kation yang mengalami penurunan jumlah adalah kalium dari 0,1% menjadi 0,04% dan kation magnesium dari 0,455% menjadi 0,3%. Ini berarti sebahagian ion  $\text{Na}^{+}$  telah menggantikan kation  $\text{K}^{+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  yang terdapat pada lembaran bentonit.

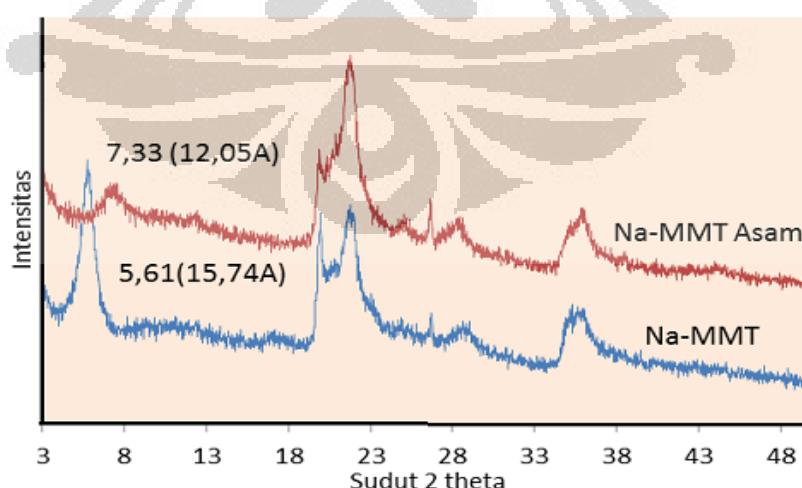
**Tabel 4.3a** Hasil EDS Bentonit Alam, F1, NaMMT

Unsur	B.Alam	F1	NaMMT
O	59,86	58,15	59,13
Si	25,88	26,45	27,48
Al	7,85	9,45	7,84
Fe	2,44	1,8	1,51
Ca	0,16	0,12	0,23
Na	0,01	0,03	0,44
Mg	0,34	0,46	0,3
Ba	0,58	0,52	0,5
K	0,12	0,1	0,04

**Tabel 4.3b** Hasil pengolahan data EDS Bentonit Alam, F1, NaMMT.

Bentonit	2θ	d-spacing	Si/Al	Fe/Si+Al	Ca/Si+Al	Na/Si+Al	Mg/Si+Al	Ba/Si+Al	K/Si+Al
B.Alam	5,54	15,92	3,30	0,066	0,004	0,000	0,009	0,016	0,003
F1	5,70	15,40	2,80	0,049	0,003	0,000	0,013	0,014	0,003
NaMMT	5,61	15,74	3,50	0,041	0,006	0,012	0,008	0,014	0,001

Penambahan NaCl diharapkan juga menggantikan kation  $\text{Ca}^{2+}$ , namun berdasarkan data EDS dan AAS sedikit sekali perubahan kandungan kation  $\text{Ca}^{2+}$ , yang berarti kation  $\text{Ca}^{2+}$  sulit sekali untuk digantikan oleh kation  $\text{Na}^+$ . Oleh karena itu dicoba dilakukan penambahan asam HCl 0,1 M pada F1 dan distirer selama 3 jam. Dan dilanjutkan dengan penambahan NaCl 1 M dan distirer selama 2 kali 6 jam. Dengan perlakuan ini diharapkan Kation  $\text{Ca}^{2+}$  dapat tergantikan oleh kation  $\text{Na}^+$  dengan terlebih dahulu kation  $\text{H}^+$  masuk menggantikan kation  $\text{Ca}^{2+}$ . Berdasarkan analisis hasil XRD didapatkan perubahan yang mendasar pada pola XRDnya seperti terlihat pada Lampiran 7 dan Gambar 4.5 berikut, dimana terjadi penurunan kadar montmorillonit yang cukup besar dan terjadi penurunan d-spacing antar lapisannya dari  $15,74\text{\AA}$  dengan 2 theta 5,61 menjadi  $12,05\text{\AA}$  dengan 2 theta 7,33. Sehingga dapat dikatakan bahwa penambahan asam dapat merusak struktur dari monmorillonit hal ini sesuai dengan penelitian Irwansyah 2007. Ini kemungkinan disebabkan oleh asam menyerang ikatan antara Si dengan O pada gugus silanol sehingga terbentuk  $\text{SiO}_2$ .

**Gambar 4.5** Hasil XRD Na-MMT dan Na-MMT+Asam

#### 4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation

Setelah dilakukan penyeragaman kation pada interlayer bentonit fraksi satu, 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 tergantikan dan kapasitas tukar kation yang dihasilkan lebih reproduksibel dengan akurasi sekitar 10% untuk  $\text{CEC} < 20 \text{ meq}/100 \text{ gram clay}$ .

Pada penelitian ini, penentuan adanya kompleks  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  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 seperti tertera pada Lampiran 10.

**Tabel 4.4** Tabel konsentrasi larutan  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  dalam penentuan KTK

Konsentrasi sebelum (mmol/gram)	Konsentrasi sesudah (mmol/gram)	Konsentrasi yang diserap (mmol/gram)	Nilai KTK (mek/100 gram clay)
0,00235	0,00093	0,00142	71

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

Sedangkan endapan yang didapatkan dari pemisahan filtrat dikarakterisasi menggunakan EDS untuk melihat  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  telah mengalami proses pertukaran kation atau tidak. Hasil pengolahan data EDS dapat lihat pada Tabel 4.5 berikut (Lampiran 28), dimana ratio Cu naik dari 0,000 menjadi 0,034 dengan menukar kation Na dan Mg dengan rasio 0,012 dan 0,008 pada NaMMT turun menjadi 0,000 dan 0,004 pada NaMMT setelah ditambahkan  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ .

**Tabel 4.5** Hasil pengolahan data EDS dari NaMMT dan NaMMT setelah ditukarkan kation oleh Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup>

Sampel	Si/Al	Ca/Si+Al	Na/Si+Al	Cu/Si+Al	Mg/Si+Al
NaMMT	3,50	0,006	0,012	0,000	0,008
NaMMT+ Cu(en) <sub>2</sub> <sup>2+</sup>	4,98	0,006	0,000	0,034	0,004

#### 4.5 Sintesis Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB)

Untuk membuat komposit bentonit oksida besi didasarkan pada percobaan yang telah dilakukan oleh Ollivera (2003), yaitu secara presipitasi dengan didasarkan pada perbandingan berat bentonit dengan oksida besi. Selanjutnya dianalisa daya adsorpsinya dan kemampuan adsorben ditarik oleh medan magnet.

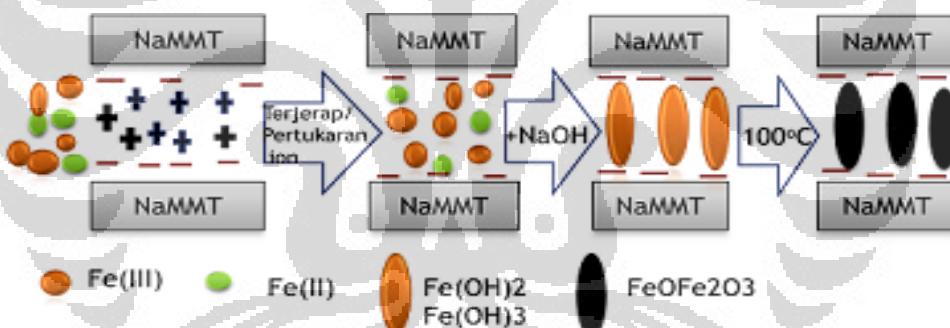
Na-MMT yang telah lolos dari ayakan 200 mesh dilarutkan dalam air, diultrasonik untuk mendapatkan NaMMT yang homogen kemudian distirer dengan pemanasan hingga 70°C. Selanjutnya ditambahkan ion Fe<sup>2+</sup> dan ion Fe<sup>3+</sup> secara perlahan-lahan ke dalam suspensi NaMMT sambil distirer hingga ion besi diyakini telah masuk ke inter layer NaMMT. Agar terbentuk oksida besi maka ditambahkan tetes demi tetes NaOH 5M sambil distirer dengan suhu tetap 70°C. Penggabungan antara Fe<sup>3+</sup> dan Fe<sup>2+</sup> dengan nisbah mol 2:1 atau 2 mol Fe<sup>3+</sup>: 1 mol Fe<sup>2+</sup> adalah stoikiometri yang dibutuhkan untuk membentuk besi oksida Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Sedangkan penambahan NaOH bertujuan membentuk Fe(OH)<sub>2</sub> dan Fe(OH)<sub>3</sub>. Pemanasan sendiri merupakan suatu proses dehidrasi dari endapan hidroksida besi membentuk FeOFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Waynert *et al.* 2003). Reaksinya adalah sebagai berikut,



Selanjutnya endapan yang terbentuk dicuci dengan aquademin untuk menghilangkan kation dan anion yang tersisa dalam suspensi. Kemudian dicentrifuge untuk memisahkan endapan dan filtratnya. Endapan dikeringkan pada suhu 100°C selama 3 jam. Selanjutnya diuji dengan XRD, EDS dan sifat

kemagnetannya diuji terlebih dahulu menggunakan magnet batangan sebelum diuji menggunakan alat VSM.

Besi oksida yang masuk ke dalam ruang antar lembaran montmorilonit melalui proses pertukaran ion atau terjerap pada permukaan montmorilonit yang bermuatan negatif. Menurut Notodarmojo (2005), pertukaran kation salah satunya dipengaruhi oleh muatan ion. Muatan ion besar cenderung menggantikan ion dengan muatan yang lebih kecil.  $\text{Fe}^{3+}$  memiliki muatan yang lebih besar dari kation-kation yang terdapat di dalam ruang antar lembar montmorilonit ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , dan  $\text{Mg}^{2+}$ ) sehingga  $\text{Fe}^{3+}$  dapat menggantikan kation-kation tersebut.  $\text{Fe}^{2+}$  dapat mengalami pertukaran ion atau menempel pada permukaan montmorilonit yang bermuatan negatif.  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$  kemudian membentuk  $\text{Fe(OH)}_2$  dan  $\text{Fe(OH)}_3$  ketika ditambahkan dengan  $\text{NaOH}$ . Setelah mengalami pemanasan,  $\text{Fe(OH)}_2$  dan  $\text{Fe(OH)}_3$  terhidrasi menjadi besi oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sehingga menghasilkan komposit yang memiliki sifat magnet.



Gambar 4.6 Ilustrasi proses pembentukan komposit.

Komposit dibuat dengan variasi yang berbeda yaitu dengan berat bentonit dan oksida besi dibuat tetap dengan perbandingan 2:1 dengan perbandingan mol  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  yang berbeda. Selanjutnya mengamati perubahan yang terjadi bila perbandingan ion besi tetap sedangkan perbandingan bentonit dan oksida besi berbeda. Dan terakhir dilihat ada tidaknya pengaruh pemberian gelombang ultrasonik terhadap daya adsorbsi maupun kemampuan komposit bila dipengaruhi medan magnet. Variasi pembuatan komposit bentonit oksida besi (BOB) dapat dilihat pada Tabel 4.6

**Tabel 4.6** Variasi komposisi Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB)

No	Kode Sampel	Perbandingan Berat Bentonit : Oksida besi	Perbandingan Mol Fe(III)/Fe(II)	Ket
1	BOB2120	2:1	2:0	Nonultrasonik
2	BOB2101	2:1	0:1	Nonultrasonik
3	BOB2121	2:1	2:1	Nonultrasonik
4	BOB2121US	2:1	2:1	Ultrasonik
5	BOB1111	1:1	1:1	Nonultrasonik
6	BOB1211	1:2	1:1	Nonultrasonik

Pertama kali diamati perbandingan berat bentonit dengan oksida besi dengan perbandingan tetap yaitu 2:1 dan perbandingan mol antara ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan ion  $\text{Fe}^{2+}$  berbeda. Dengan perbandingan mol yang berbeda diharapkan didapat data awal untuk melihat perubahan  $\text{Fe}^{2+}$  mengalami oksidasi atau tidak, karena ion  $\text{Fe}^{2+}$  mudah sekali mengalami oksidasi pada ruang terbuka dan suhu yang tinggi. Sebagai indikasi terjadi perubahan atau tidak, dapat dilihat warna suspensi ion  $\text{Fe}^{2+}$ . Bila terjadi perubahan menjadi coklat kemerahan dapat dipastikan  $\text{Fe}^{2+}$  mengalami oksidasi. Sehingga reaksi pembentukan oksida besi mengalami perubahan pula yang mengakibatkan sulitnya terbentuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Dalam penelitian ini warna suspensi komposit bentonit dari  $\text{Fe}^{2+}$  sedikit mengalami perubahan, tetapi masih tetap menunjukkan perbedaan nyata yang terlihat dari perbedaan warna suspensi komposit seperti terlihat pada Gambar 4.7 berikut:

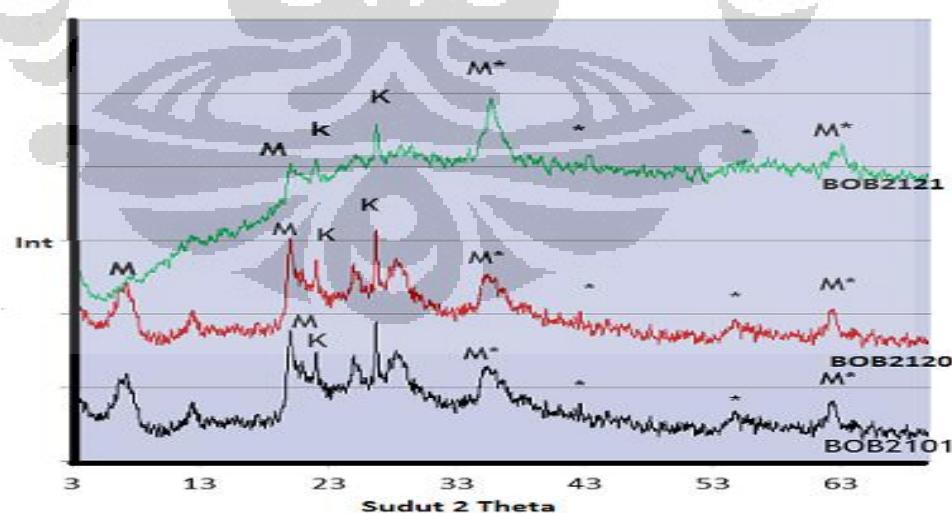
**Gambar 4.7** Perbedaan warna BOB2120, BOB2101 dan BOB2121

Setelah dikeringkan selama 3 jam pada suhu 100°C dilakukan pengujian awal dengan mendekatkan serbuk komposit dengan batangan magnet, dihasilkan bahwa komposit dengan komposisi BOB2121 dapat ditarik oleh batangan magnet sedangkan BOB2101 dan BOB2120 tidak dapat ditarik oleh batangan magnet, seperti terlihat pada Gambar 4.8 berikut:



**Gambar 4.8** Sampel ketika dikenakan medan magnet.

Untuk menganalisa lebih lanjut dari ketiga komposit tersebut dilakukan uji menggunakan XRD. Dari data hasil XRD didapatkan puncak-puncak baru yang menandakan adanya oksida besi yang terkomposit dalam bentonit, seperti terlihat pada Gambar 4.9 berikut:



**Gambar 4.9** Hasil XRD komposit BOB2101, BOB2120 dan BOB2121 dimana M=montmorillonit, K=kuarsa, M\*=oksida besi dan montmorillonit, \*=oksida besi

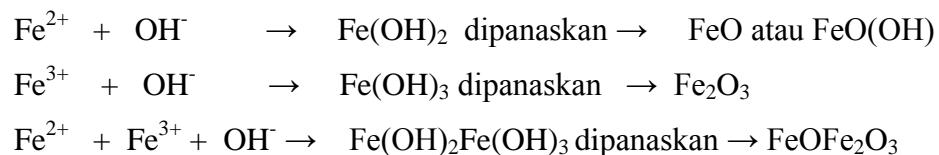
Sedangkan 2 theta dan intensitas puncak-puncak baru tersebut terlihat pada Tabel 4.7 berikut ini:

**Tabel 4.7** Puncak khas dari Sampel dan Database

Jenis Komposit	Puncak 2θ (int) sampel	Puncak 2θ Database	Karakteristik
BOB2101	21,92(85)	21,24(95)	Geothite dan kuarsa
	35,42(75)	35,93(59)	Wuestite dan montmorillonit
	36,58(53)	36,66(100)	Geothite
	40,95(23)	41,18(27)	Geothite
	43,85(19)	43,28(19)	Maghemite
	54,63(38)	54,22(19)	Geothite
	61,30(22)	61,28(21)	Geothite dan monmorillonit
	62,24(63)	62,38(44)	Hematit
BOB2120	24,08(23)	24,13(26)	Hematite
	34,54(36)	33,15(100)	Hematite
	35,29(66)	35,60(79)	Hematite dan monmorillonit
	56,79(24)	57,59(13)	Hematite
	62,03(36)	62,38(86)	Hematite dan montmorillonit
	68,28(34)	67,64(26)	Hematite
BOB2121	29,27(38)	30,24(30)	Maghemite
	32,12(32)	32,05(10)	Magnetite
	35,64(121)	35,63(100)	Maghemite,Magnetite dan montmorillonite
	43,24(29)	43,28(19)	Maghemite, Magnetite
	54,09(36)	53,73(15)	Maghemite
	62,97(79)	62,92(58)	Maghemite, Magnetite dan montmorillonite

Puncak-puncak khas dari data XRD BOB2101 terdapat kesesuaian dengan database, ini menunjukkan bahwa pada BOB2101 terbentuk komposit oksida besi berupa Geothite ( $\text{FeO}$ ) dan Wushite ( $\text{FeO(OH)}$ ) yang bersifat antiferomagnetik yang bila didekatkan dengan medan magnet tak akan tertarik. Sedangkan puncak khas XRD2120 sesuai dengan database Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) juga bersifat antiferomagnetik yang juga tak dapat ditarik oleh medan magnet. Hasil ini juga sesuai dengan apa yang telah dilakukan oleh Adel Fisl, Ridwan, Mujamilah, Grace, 2007. Untuk data XRD komposit BOB2121 bersesuaian dengan database Maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang bersifat ferrimagnetik seperti yang telah dilakukan oleh Olivera, 2003.

Terbentuknya oksida besi karena terjadi reaksi berikut:

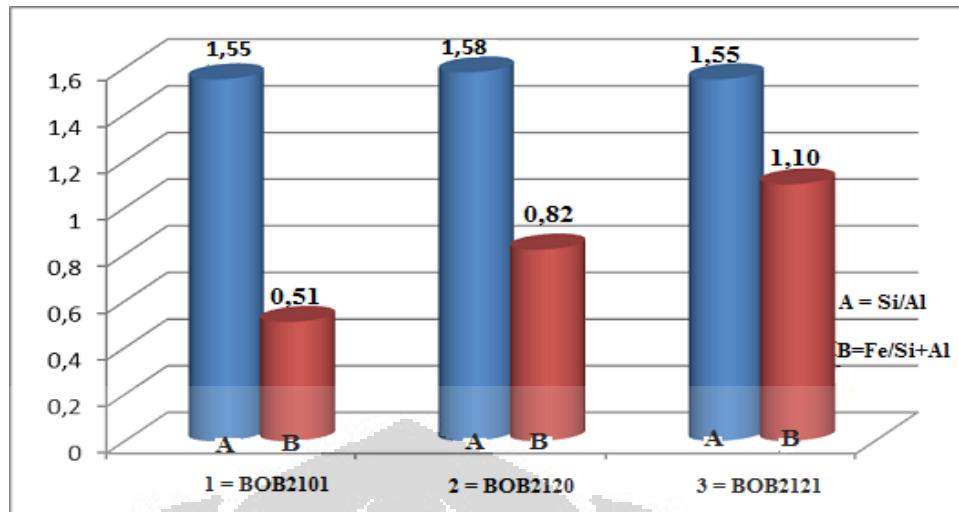


Untuk memperkuat data ini maka sampel dianalisis dengan EDS yang digunakan untuk mengetahui seberapa besar kandungan masing-masing unsur pada komposit. Seperti terlihat pada Tabel 4.8 berikut:

**Tabel.4.8** Hasil EDS dari sampel komposit dan NaMMT

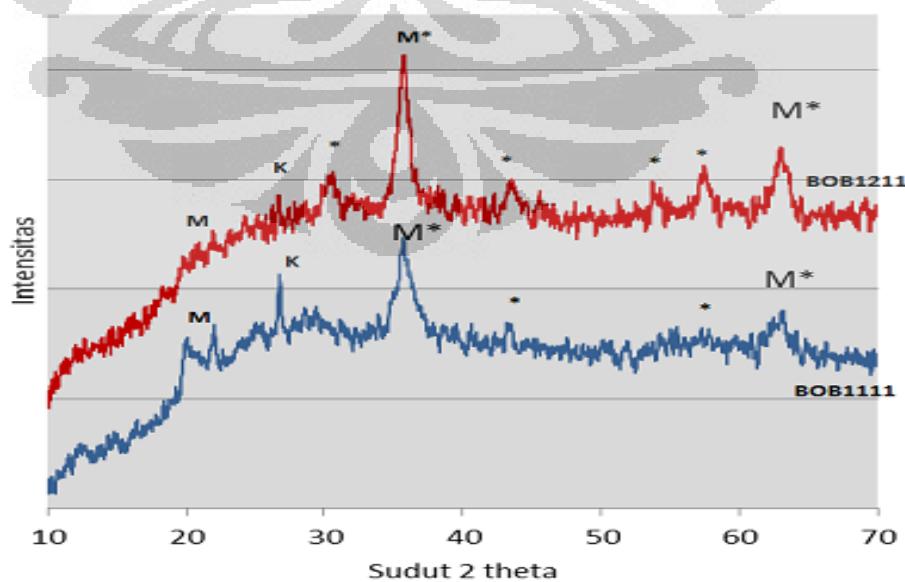
Komposit	Mg (%)	Ca (%)	Na (%)	Si (%)	Al (%)	Fe (%)	Si/Al	Fe/Si+Al
<b>NaMMT</b>	0,30	0,23	0,44	27,46	7,84	1,51	3,50	0,04
<b>BOB2101</b>	0,17	0,10	1,93	15,87	10,26	13,34	1,55	0,51
<b>BOB2120</b>	0,04	0,09	0,54	14,19	9,00	19,12	1,58	0,82
<b>BOB2121</b>	0,05	0,10	1,49	13,84	8,92	24,94	1,55	1,10

Dari Tabel di atas dapat dibuat diagram untuk melihat perubahan kandungan Fe yang terdapat pada masing-masing komposit, dimana terjadi kenaikan kandungan besi dari BOB2101, BOB2120 dan BOB2121 hal ini terjadi tergantung berapa mol Fe ditambahkan pada bentonit seperti terlihat pada Gambar 4.10 berikut. Perbedaan mol yang ditambahkan pada bentonit juga berpengaruh pada rasio Fe/Si+Al dimana semakin besar mol yang ditambahkan maka rasio Fe/Si+Al juga akan makin besar. Hal ini menyatakan oksida besi yang ditambahkan bertambah banyak dan telah menempel pada lapisan bentonit.



**Gambar 4.10** Diagram rasio Si/Al dan Fe/Si+Al pada sampel

Penelitian selanjutnya dengan membuat mol ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan mol ion  $\text{Fe}^{3+}$  sama yaitu masing-masing satu mol dengan perbandingan berat bentonit yaitu 1:2 dan 1:1 dengan kode sampel BOB1211 dan BOB1111. Komposit yang terbentuk dianalisis dengan XRD seperti terlihat pada Gambar 4.11 berikut. Dari uji XRD terlihat pola baru yang berbeda dengan pola komposit sebelumnya. Pola baru ini menonjolkan pola dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dibandingkan pola bentonit itu sendiri. Puncak-puncak khas dari bentonit berkurang intensitasnya sedangkan puncak  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  bertambah.



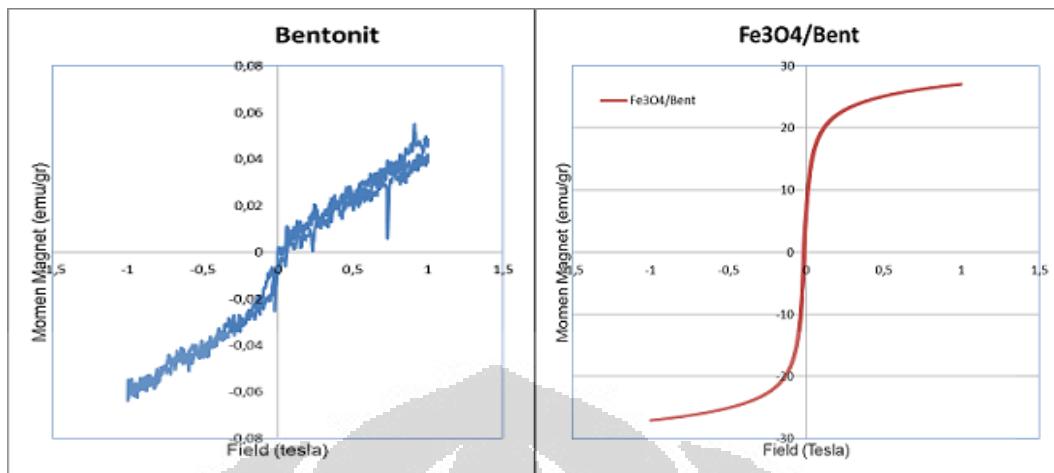
**Gambar 4.11** Hasil XRD Komposit BOB1111 dan BOB1211

Berdasarkan uji menggunakan batang magnet, komposit yang terbentuk mempunyai daya tarik yang kuat terhadap medan magnet dibandingkan dengan BOB2121, hal ini terjadi karena banyaknya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terbentuk akibat penambahan oksida besi yang sama atau lebih besar dari berat bentonitnya. Sehingga puncak  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terbentuk pada kurva XRD makin tinggi intensitasnya, sedangkan puncak khas montmorilonit tertutupi atau bahkan berkurang intensitasnya. Hasil ini menunjukkan telah terisinya oksida besi pada permukaan struktur lembaran bentonit. Dengan berkurangnya intensitas puncak khas bentonit maka kemungkinan daya absorbennya akan berkurang. Puncak-puncak khas oksida besi terlihat pada Tabel 4.9 berikut:

**Tabel 4.9** Puncak khas Oksida Besi pada BOB1111 dan BOB1211

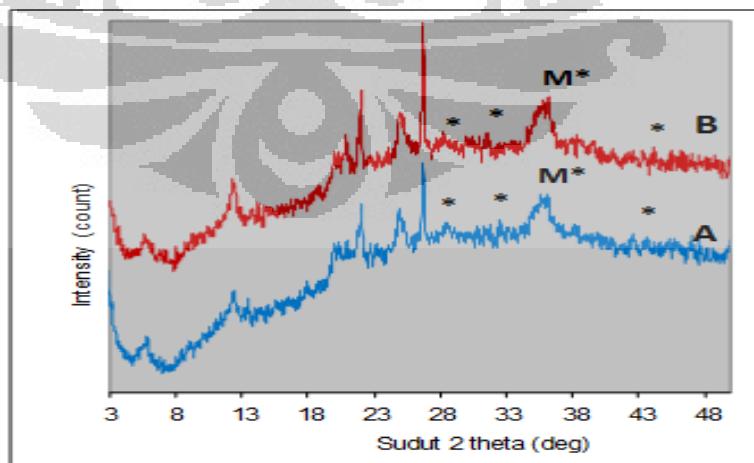
Komposit	$2\Theta$	d-spacing	$2\Theta$ oksida Fe
BOB1111	7,29	12,12	35,64(121) 40,54(46) 57,15(31) 61,39(72)
BOB1211	8,28	10,68	30,54(60) 36,64(195) 43,46(53) 53,63(70) 57,41(69) 62,88(104)

Pada Gambar 4.12 merupakan hasil pengukuran menggunakan VSM dimana terlihat perbedaan yang sangat jelas antara nilai magnetisasi jenuh ( $M_s$ ) bentonit Merangin Jambi 0,05 emu/gr dengan komposit bentonit oksida besi dengan komposisi BOB1211 sebesar 28 emu/gr. Perbedaan yang sangat besar ini menunjukkan bahwa oksida besi yang ditambahkan pada bentonit telah membentuk partikel magnetik yang menempati permukaan lembaran bentonit. Dengan terbentuknya partikel magnetik maka komposit dapat terpengaruh oleh medan magnet. Momen magnet yang dihasilkan sampel akibat medan magnet yang diberikan menandakan sifat kemagnetan bahan. Semakin besar momen magnet suatu bahan semakin besar pula sifat kemagnetannya.



**Gambar 4.12** Kurva Histeresis Bentonit Merangin Jambi dan Komposit Bentonit- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan komposisi BOB2111

Untuk melihat pengaruh ultrasonik terhadap sifat kemagnetan pada komposit maka pada sampel BOB2111 setelah penambahan NaOH diberikan gelombang Ultrasonik selama 30 menit, selanjutnya dicuci dan dikeringkan. Kemudian diuji menggunakan medan magnet batangan dan XRD. Dengan menggunakan batangan magnet sampel BOB2111 yang telah diultrasonik dapat tertarik oleh medan magnet dan warna komposit hampir sama dengan warna BOB2121. Sedangkan dari uji XRD juga tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan seperti terlihat pada Gambar 4.13 dan Tabel 4.10 berikut ini:



**Gambar 4.13** Hasil uji XRD dari: (A) BOB2121 tanpa menggunakan Ultrasonik dan (B) BOB2121 menggunakan Ultrasonik

Adanya kemiripan hasil XRD antara BOB2121 menggunakan Ultrasonik dan tidak menggunakan ultrasonik kemungkinan terjadi karena komposit oksida besi telah terbentuk dan mengisi ruang antar lapisan sehingga saat diberikan gelombang ultrasonik kurang berpengaruh terhadap pemisahan partikel komposit dari agregat oksida besinya. Menurut Diemar (1996), pemberian gelombang ultrasonik bertujuan untuk memecahkan gumpalan-gumpalan supaya montmorillonit terpisah dari yang lain. Namun demikian perlakuan gelombang ultrasonik juga terbatas karena pemberian gelombang ultrasonik yang terlalu lama dapat mengakibatkan rusaknya struktur montmorillonit (Duong, et. Al. 2007).

**Tabel 4.10** Puncak khas oksida besi pada BOB2121US dan BOB2121nonUS

Komposit	2θ	d-spacing	2θ oksida Fe
BOB2121US	5,65	15,63	28,41(34) 32,41(31) 35,10(51) 43,31(28)
BOB2121NonUS	5,62	15,71	29,27(38) 32,12(32) 35,64(121) 43,24(29)

#### 4.6 Uji Aplikasi dengan Logam Cd(II)

Berdasarkan kemampuan komposit terhadap medan magnet didapatkan bahwa yang paling lemah tertarik oleh medan magnet adalah komposit dengan kode BOB2120 dan yang terkuat adalah BOB1211. Kedua komposit ini digunakan untuk menguji daya adsorbsi terhadap logam Cd(II) dengan memvariasikan konsentrasi larutan Cd(II) yaitu mulai dari 0,1 mM; 0,3 mM, 0,6 mM; 1 mM; 1,5 mM; 3 mM; 5 mM; 10 mM dan 20 mM. Pada masing-masing larutan ditambahkan 50 mg BOB2120 dan pada larutan lain dengan konsentrasi yang sama ditambahkan 50 mg BOB1211 kemudian distirer selama 30 menit dan didiamkan selama 24 jam. Selanjutnya endapan yang terbentuk diambil menggunakan batangan magnet sedangkan filtrat dikarakterisasi menggunakan alat uji AAS.

Pengambilan kembali komposit yang telah mengadsorp logam Cd(II) dalam campuran dilakukan dengan menempelkan magnet pada wadah campuran. Komposit BOB2120 tidak dapat menempel pada magnet dan suspensi tetap keruh seperti semula, ini dikarenakan komposit BOB 2120 bersifat nonmagnetik sehingga komposit tidak dapat ditarik oleh magnet seperti terlihat pada Gambar 4.14A. Sedangkan Komposit BOB1211 setelah didekatkan dengan magnet, komposit yang mengadsorp logam Cd(II) menempel pada magnet dan campuran menjadi jernih. Ini menunjukkan bahwa oksida besi yang terkomposit pada montmorillonit bersifat magnet sehingga saat didekatkan dengan magnet maka komposit akan tertarik (Gambar 4.14B).



**Gambar 4.14** Komposit BOB2120 tetap keruh saat dikenakan magnet setelah menyerap logam Cd(II) (A), Komposit BOB1211 menjadi jernih saat dikenakan magnet setelah menyerap logam Cd(II) (B).

Secara fisik warna larutan dengan konsentrasi 0,1 mM dan 0,3 mM terlihat agak keruh yang menandakan komposit BOB2120 maupun BOB1211 belum mengendap semua atau ion Cd(II) telah terserap semua oleh sebagian komposit dan mengendap bersama-sama komposit sedangkan sebagian komposit yang tidak menyerap logam Cd(II) masih tersuspensi dalam larutan. Larutan dengan konsentrasi 0,6 mM; 1mM; 1,5 mM; 3 mM; 5 mM; 10 mM dan 20 mM terlihat jernih ini menandakan bahwa semua komposit telah menyerap sebahagian atau semua logam berat sehingga komposit menjadi lebih berat dan mudah diendapkan.

Adapun hasil pengukuran menggunakan AAS dapat dilihat pada Tabel 4.11a dan 4.11b berikut:

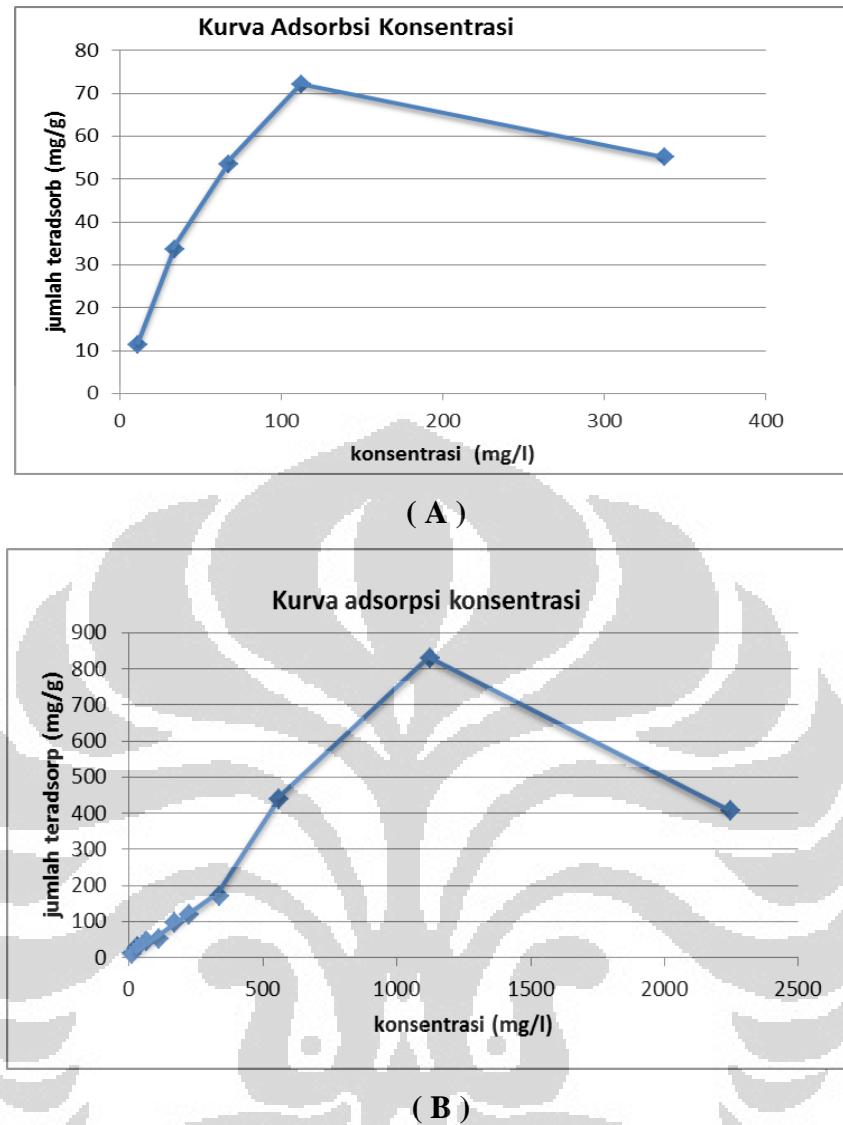
**Tabel 4.11a** Daya serap komposit BOB2120

<b>[Cd<sup>2+</sup>]<sub>awal</sub> ppm</b>	11,24	33,72	67,44	<b>112,4</b>	337,2
<b>[Cd<sup>2+</sup>]<sub>terserap</sub> ppm</b>	11,24	33,72	53,53	<b>72,2</b>	55,19

**Tabel 4.11b** Daya serap komposit BOB1211

<b>[Cd<sup>2+</sup>]<sub>awal</sub> ppm</b>	33,72	67,44	112,4	168,6	224,8	337,2	562	<b>1124</b>	2248
<b>[Cd<sup>2+</sup>]<sub>terserap</sub> ppm</b>	29,30	45,87	51,35	96,59	118,64	170,72	437,5	<b>828,98</b>	407,24

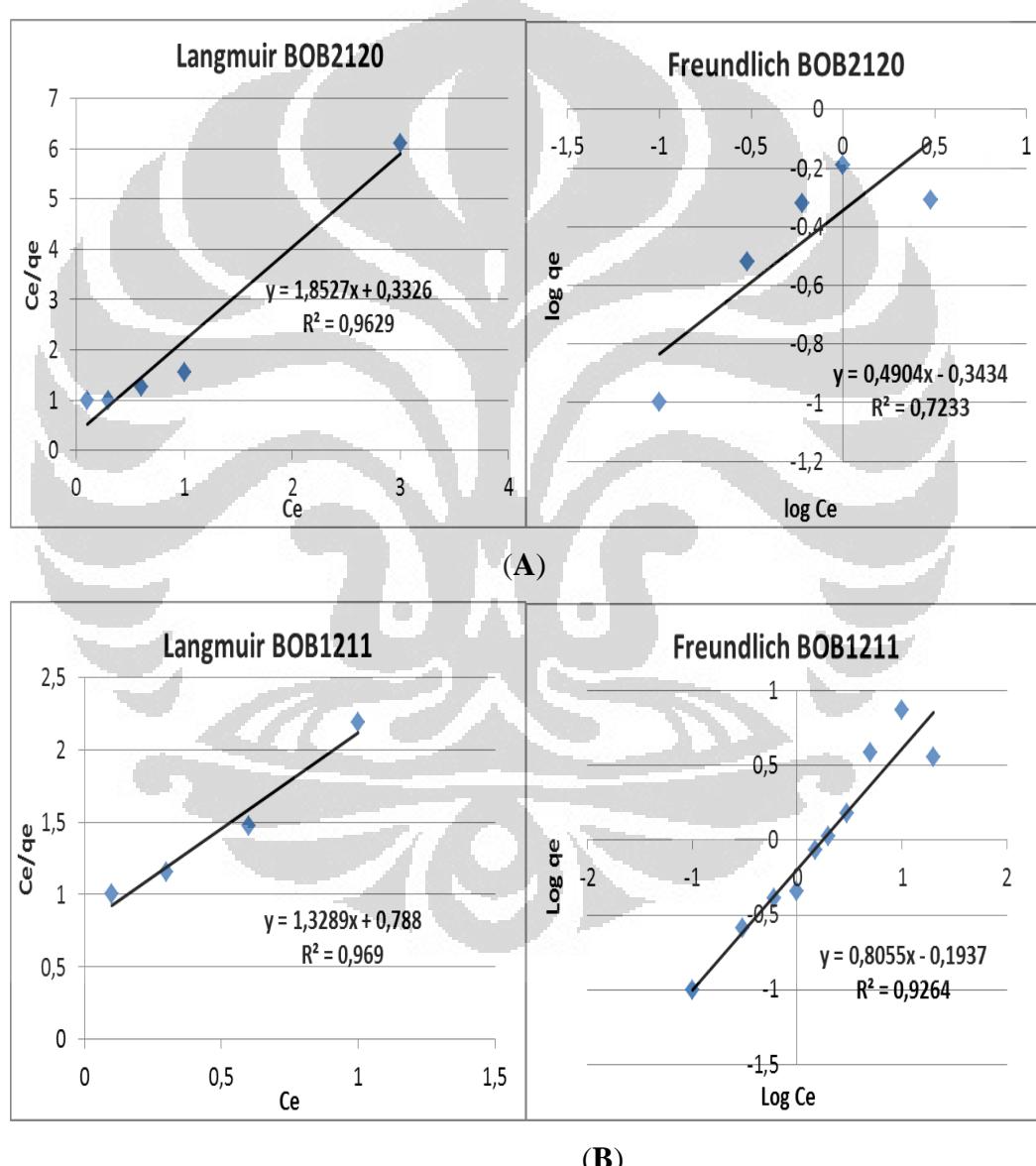
Dari Tabel 4.11a dan 4.11b didapatkan konsentrasi optimum untuk komposit BOB2120 dengan konsentrasi awal 112,4 ppm dan konsentrasi Cd(II) yang terserap 72,2 ppm. Sedangkan pada komposit BOB1211 didapatkan konsentrasi optimumnya 1124 ppm dengan konsentrasi Cd(II) yang terserap sebesar 828,98 ppm (Gambar 4.15 kurva adsorpsi BOB2120 dan BOB1211). Ini menunjukkan bahwa pada keadaan setimbang, kemampuan komposit BOB1211 bersifat magnet dapat menyerap lebih banyak logam Cd(II) dari pada komposit BOB2120 yang nonmagnet. Ini dapat terjadi karena pada BOB1211 terdapat sisi aktif lebih banyak dari BOB2120 akibat adanya partikel maghemit dan magnetit yang terkomposit antar lembar bentonit. Logam Cd(II) tidak hanya mengganti kation tetapi logam Cd(II) juga teradsorp pada permukaan oksida besi. Menurut Oliveira (2003), adsorben komposit oksida besi montmorillonit magnetik mempunyai daya serap terhadap logam berat yang lebih baik dari montmorillonit nonmagnetik.



Gambar 4.15 Kurva Adsorpsi BOB2120 (A) dan BOB1211 (B)

Untuk mengetahui kecendrungan isotherm adsorpsinya, data pada Tabel 4.11a dan 4.11b diolah menggunakan persamaan isotherm Langmuir dan Freundlich yang bertujuan untuk melihat kecendrungan proses adsorpsi pada permukaan membentuk lapisan monolayer atau lapisan bilayer. Berdasarkan kurva isothermnya, komposit BOB2120 menunjukkan kecenderungan proses adsorpsi monolayer dengan koefisien relasi ( $R$ ) Langmuir lebih besar dari  $R$  Freundlich (Gambar 4.16 A). Ini menyatakan bahwa komposit BOB2120 dengan konsentrasi Cd(II) yang kecil dapat terjadi pertukaran kation antara Cd(II) dengan kation-kation yang terdapat antar lapisan montmorillonit. Sedangkan komposit BOB 1211 menunjukkan kecendrungan proses adsorpsi yang tidak hanya pada

permukaan yang homogen tetapi juga pada permukaan yang tidak beraturan, hal ini terlihat dari koefisien relasi ( $R$ ) Langmuir dan  $R$  Freundlich yang hampir mendekati satu (Gambar 4.16 B). Jika konsentrasi Cd(II) kecil, akan terjadi pertukaran kation antar layernya sedangkan jika konsentrasi Cd(II) besar maka Cd(II) tidak hanya mengalami pertukaran kation tetapi juga akan menempel pada oksida besi yang terkomposit antar lapisan montmorillonit dan membentuk kecenderungan adsorpsi bilayer.



**Gambar 4.16** Grafik penentuan linearitas isotherm adsorpsi Freundlich dan Langmuir pada: a) komposit BOB2120 dan b) komposit BOB1211.

Selanjutnya diuji kemampuan daya serap komposit lain yaitu BOB2101, BOB2121nonUS, BOB2121US, BOB1111, dan Bentonit alam dengan melarutkan 50 mg masing-masing komposit kedalam larutan Cd(II) dengan konsentrasi 1 mM, 20 mM dan 50 mM. Daya adsorpsinya terlihat pada Tabel 4.12 berikut:

**Tabel 4.12** Kadar Cd(II) terserap oleh berbagai komposit

konsentrasi Cd(II)	Bentonit ppm	BOB2101 ppm	BOB2121 ppm	BOB2121US ppm	BOB1111 ppm
1mM	79,56	94,29	93,9	92,04	86,49
20mM	780,125	577,5	801,88	773,3	797,7
50mM	2784,6	2785,2	2589,54	2550,24	2035,08

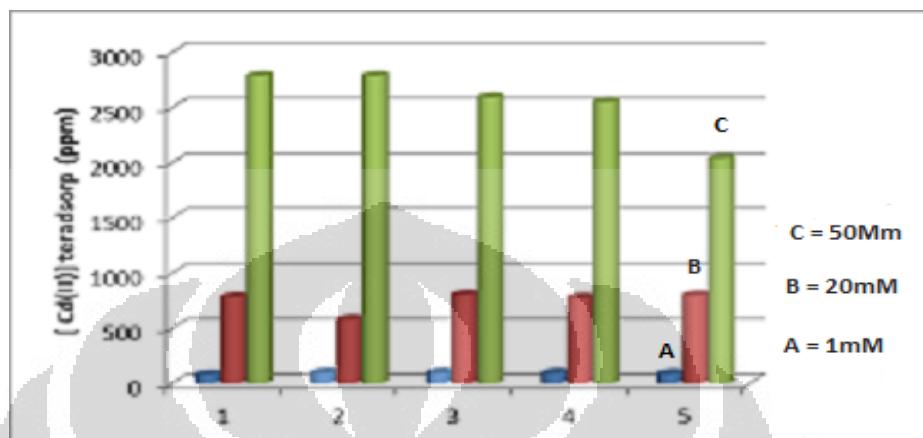
Dari Tabel di atas terlihat bahwa komposit yang bersifat magnet punya kecendrungan daya adsorpsinya menurun dengan semakin bertambahnya oksida besi, ini disebabkan oleh menurunya d-spacing komposit (BOB2121, BOB2121US, BOB1111 masing-masing  $15,71\text{A}^{\circ}$ ;  $15,63\text{A}^{\circ}$ ;  $12,12\text{A}^{\circ}$ ) sehingga kemampuan komposit untuk mengadsorp Cd(II) berkurang. Juga kemungkinan disebabkan oleh permukaan komposit yang makin heterogen (isotherm Freudlich) sehingga sisi aktif dari montmirillonitnya berkurang karena tertutupi oleh partikel-partikel oksida besi.

Sedangkan adanya pemberian gelombang ultrasonik tidak memberikan pengaruh yang berarti dalam penyerapan logam berat bahkan cenderung daya adsorpsinya menurun, hal ini juga dibuktikan oleh data XRD yang hampir sama antara pemberian gelombang US dan NonUS pada Gambar 4.11.

Komposisi yang tepat antara bentonit dan oksida besi dalam membuat komposit magnet berdasarkan data di atas dan Gambar 4.15 adalah dengan perbandingan berat bentonit dengan oksida besi 2:1 dan perbandingan mol Fe(III) dengan Fe(II) adalah 2 :1. Ini menunjukkan bahwa sifat magnet terbentuk pada komposit dengan kemampuan adsorpsi dari bentonit tetap dipertahankan. Hasil ini sesuai dengan apa yang telah dilakukan sebelumnya oleh Olievera (2003).

Pada Gambar 4.17 berikut terlihat bahwa bentonit Merangin jambi memiliki daya adsorpsi yang tinggi terhadap logam berat Cd(II) dibandingkan dengan komposit yang bersifat magnet. Namun kurang efisien karena hanya dapat

digunakan sekali dan sulit untuk diambil kembali sehingga logam berat yang terserap bentonit tetap berada dalam air dan berkemungkinan air dapat tercemar kembali.



**Gambar 4.17** Diagram adsorpsi bentonit Merangin Jambi(1) dan komposit BOB2120(2), BOB2121(3), BOB2121US(4) dan BOB1111 (5) terhadap logam Cd(II).

#### 4.6 Regenerasi

Untuk mendapatkan kembali logam Cd(II) yang terdapat pada komposit maka komposit dipisahkan dari filtrat dengan cara menempelkan magnet pada diding wadah sampel sehingga sampel komposit tertarik oleh magnet dan larutannya dapat dipisahkan dengan cara dekantasi. Selanjutnya komposit yang telah mengadsorpsi logam Cd(II) dikeringkan pada suhu 100°C kemudian digerus hingga berukuran 100 mesh dan ditimbang. Hasil penimbangan terhadap komposit BOB1211 sebanyak 85,69% dari 0,3 gram komposit yang telah menyerap logam berat. Selanjutnya dilarutkan dalam 8 ml NaCl 5 M dan distirrer pada suhu 40°C selama 24 jam. Centrifuge campuran untuk memisahkan endapan dari filtratnya. Filtratnya dikarakterisasi dengan AAS, dari hasil AAS didapatkan konsentrasi Cd(II) yang teregenerasi sebanyak 177,731 atau sebesar 39,61% dengan konsentrasi awal 448,77mg/l . Disamping itu endapan yang telah kering dikarakterisasi dengan EDS untuk melihat apakah logam Cd telah teregenerasi atau tidak seperti terlihat pada Lampiran 24. Walaupun regenerasi tidak begitu besar tapi ini cukup membuktikan bahwa komposit yang telah menyerap logam berat dapat digunakan kembali.

## **BAB 5** **KESIMPULAN DAN SARAN**

### **5.1 Kesimpulan**

Bentonit Merangin Jambi merupakan Ca-bentonit dengan fraksi 1 (F1) merupakan fraksi kaya monmorillonit. Nilai KTK Na-bentonit 71 mek/gram *clay*, dihitung dengan metode tembaga diamin, bersifat asam dengan pH berkisar 4 serta tidak tahan terhadap asam kuat.

Komposit bentonit oksida besi bersifat magnetik dapat dibuat dari bentonit dan campuran Fe(III) dengan Fe(II) dengan perbandingan berat antara bentonit dan oksida besi dan perbandingan mol antara Fe(III) dengan Fe(II). Komposisi yang paling besar sifat kemagnetannya adalah komposit BOB1211 sedangkan komposisi yang paling besar daya adsorpsinya dan mempunyai sifat magnet adalah komposit BOB2121. Sedangkan pemberian gelombang ultrasonik setelah terbentuknya oksida besi tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap sifat kemagnetan.

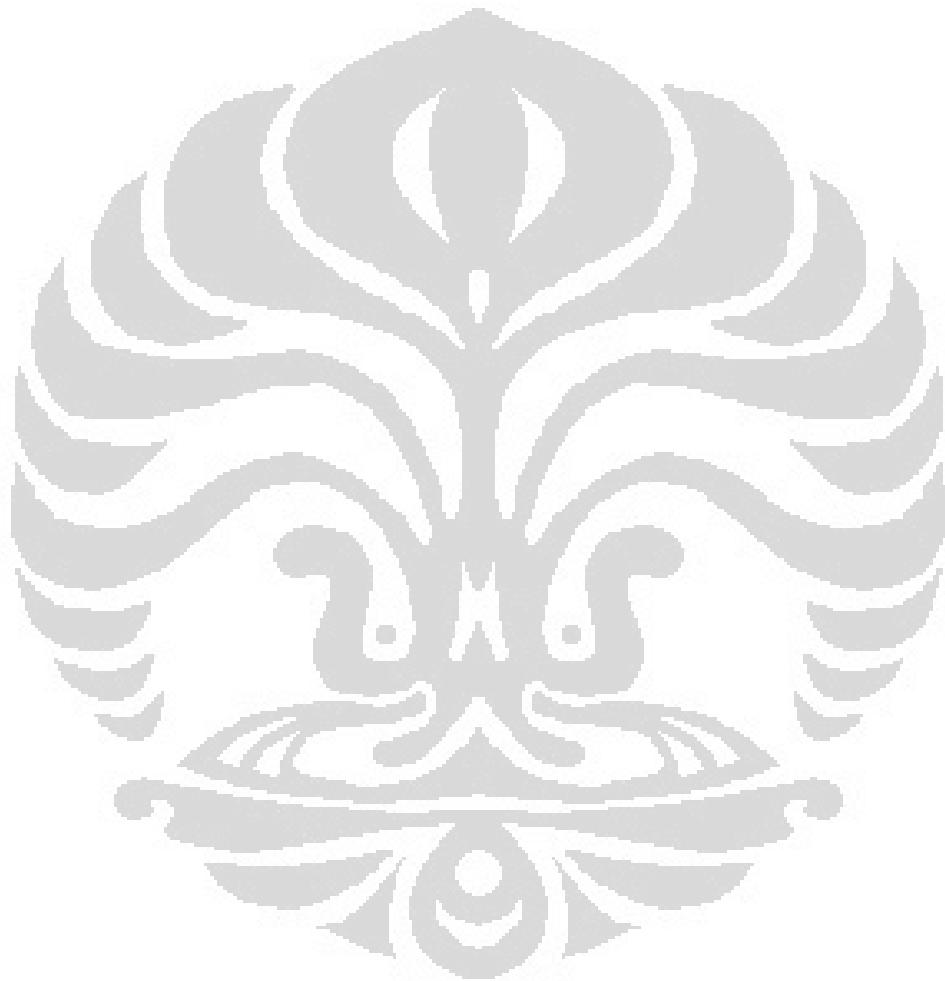
Persamaan adsorpsi isotherm BOB1211 mengikuti persamaan Langmuir pada konsentrasi rendah sedangkan pada konsentrasi tinggi mengikuti persamaan Freundlich sedangkan BOB2120 mengikuti persamaan Langmuir.

Komposit BOB1211 dapat ditarik kembali dari larutan sebanyak 85,69% dan dapat diregenerasi dengan NaCl 5M dengan kemampuan mengadsorpsi Cd(II) 39,61%.

### **5.2 Saran**

1. Sebaiknya dilakukan pengukuran dengan XPS untuk mengetahui dengan lebih pasti spesi oksida yang terbentuk.
2. Sebaiknya dilakukan adsorpsi dengan konsentrasi tinggi dengan range 1200 hingga 2100 ppm agar diketahui konsentrasi Cd(II) maksimum yang dapat diserap oleh komposit BOB1211 .

3. Perlu dilakukan regenerasi dengan konsentrasi NaCl 1M untuk mengetahui seberapa besar kemampuan komposit BOB1211 regenerasi dalam menyerap logam Cd(II).
4. Sebaiknya dilakukan aplikasi adsorpsi logam berat lainnya dengan variasi waktu, suhu, dan pH agar dapat diketahui keadaan optimum untuk pencapaian konsentrasi kesetimbangan.

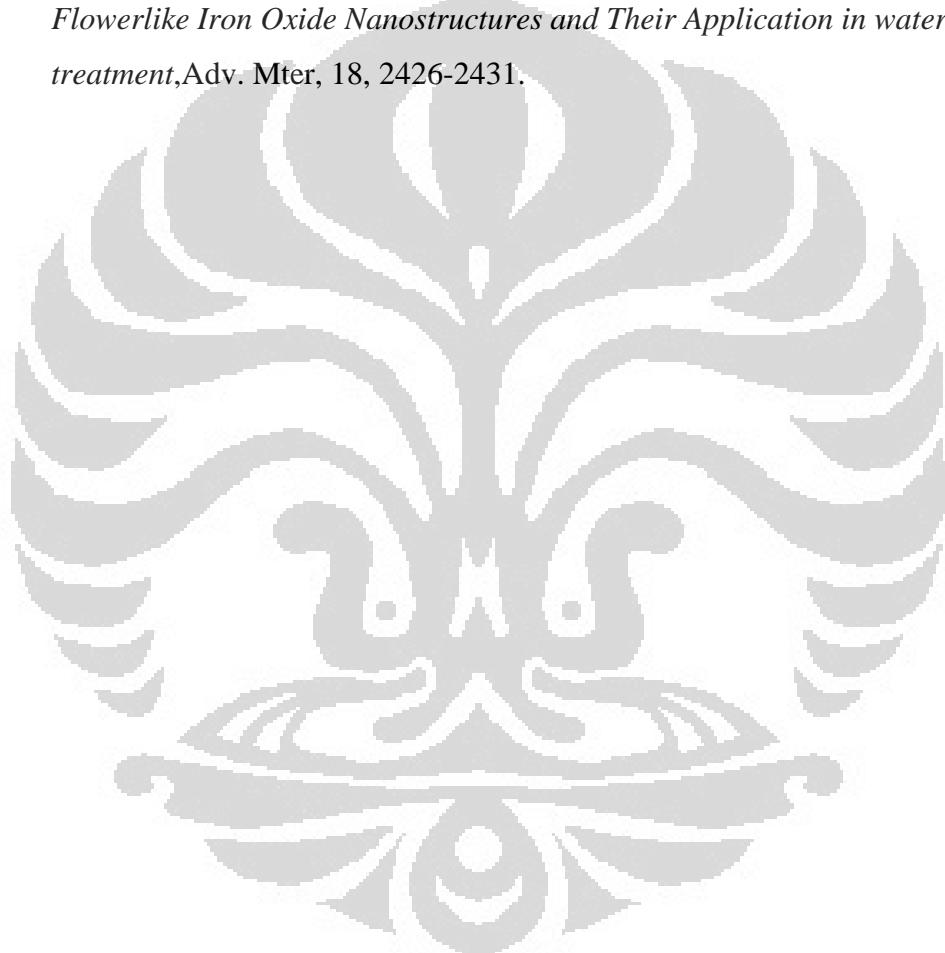


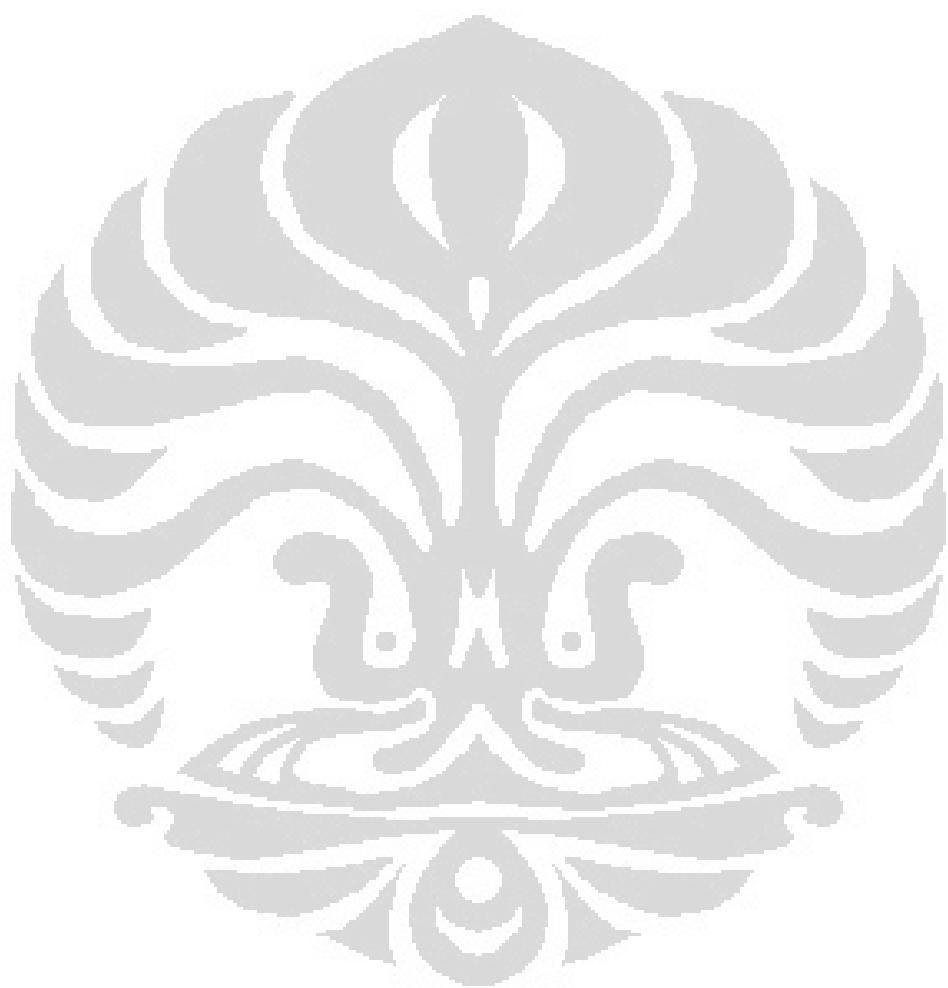
## DAFTAR REFERENSI

- Adel Fisli, Ridwan, Mujamilah dan Grace Tj.(2007). *Sintesa Dan Karakterisasi Nanokomposit oksida Besi-Bentonit*, Edisi Khusus Jurnal Sains materi Indonesia.
- Adel Fisli, Ridwan, Mujamilah.(2009). *Sintesis Dan Karakterisasi  $Fe_3O_4$  Dari Prekursor  $FeSO_4$* , Edisi Khusus Jurnal Sains materi Indonesia.
- Angelo,V.(1998).*Preparation and Catalytic Properties of Cationic and anionic Clays*, Catalysis Today, 41, 53-71.
- Bergaya, F. Vayer M.s (1997). *CEC of clays: Measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex*. Applied Clay Science 12 .275-280. Perancis.
- Bourlinos A B, Devlin E, Boukos N, Simopoulos A and Petridis D.(2002). clay Minerals 37, 135.
- Cullity,B.D.(1972).*Introduction to Magnetic materials*, Addison-esley Publishing Company, London, 1972.
- Diemar, Peters. (1996). *Ultrasound in materials chemistry*, J.Matter. chemistry., 6(10)(1996)1605-1618.
- Drecam. 2006. *Vibrating Sample Magnetometry*.<http://www.drecam.cea.htm> 1 [10 Mei 2012].
- Duong L. V. And Kloprogge J. T.(2007). *An Improved Route for the Synthesis of Al-13-Pillared Montmorillonit Catalysts*, J.porous Mater., 14. 71-79
- Galindo-Gonzalez, C. de Vincete-Caballero F and Duran J D G.(2005). *Preparation and Sedimentation Behavior in Magnetic Fields of Magnetite-Covered Clay Particles*, Langmuir, 21, 4410.
- Gollardo, T. Dyer, A.(1980). in: *Recent Developments in Ion Exchange* Vo. 2, P.A. Williams, M.J. Hudson (eds), Elsevier Applied Science, London, UK, p 75.
- Grace, Tj.S. Mujamilah dan Ridwan.(2005). *Sintesis  $\gamma$ - $Fe_2O_3/Fe_3O_4$  dari Mill Scale Pabrik Baja dengan metode presipitasi*, J. Sains Materi Indonesia, Vol.7, No.1, 47-51.
- Gunlazuardi, Jarnuzi. (2005). *Diktat Kuliah Kimia Analisa Termal*. Depertemen Kimia FMIPA UI.

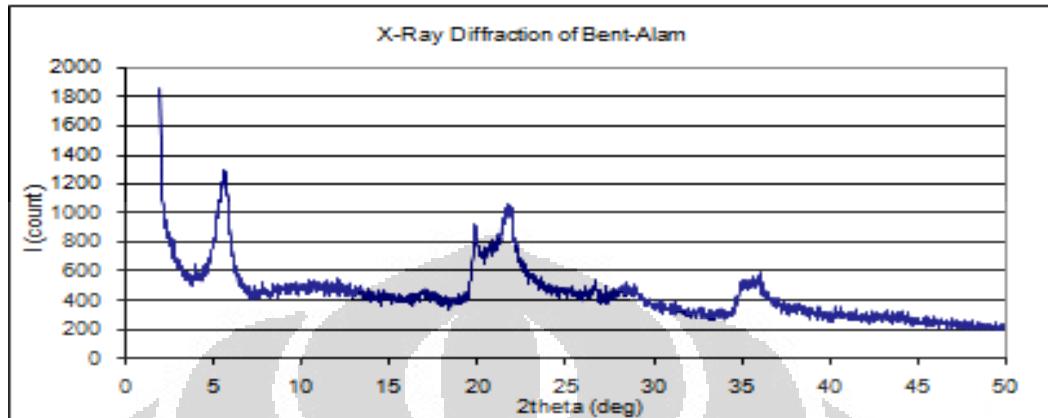
- Gupta, SS. Bhattachrayya, G.K.(2008). *Immobilization of Pb(II), Cd(II), Ni(II) ion on Kaolinite and Montmorillonite Surface from Aqueous Medium*, Jurnal of environmental management. 87.2-46-58.
- Handoyo, Kristian S. (2001). *Dasar dasar kimia anorganik nonlogam*. Universitas Negeri Yogyakarta. hal;8.18-8.19.
- Ho,Y.S.(2003). *removal of Copper ion from Aqueous Solution by treefren*. Water Research 34, 2323-2330.
- [http://ceg.fsv.cvut.czENceg-uvod03\\_bentonit.htm](http://ceg.fsv.cvut.czENceg-uvod03_bentonit.htm). Selasa, 20 Maret 2012
- <http://mikron.ucr.edu.jumat, 01 juni 2012>
- <http://rtiintl.com/sem-edx.html>. Jumat, 18 Mei 2012.
- <http://webmineral.com>. Jumat, 18 Mei 2012.
- Irwansyah. (2007). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Jeong,J.R. Shin,S.C Lee,S.J.Kim,J.D.(2005). *Magnetic properties of superparamagnetic  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles prepared by coprecipitation technique*, J. Magnetism and Magnetic Materials 286. 5-9.
- Kloprogge, J.T.(1998) .*Synthesis of Smectite and Porous Pillared Clay Catalysts: A Review*, J. Porous Materials 5, 5-41.
- Lee,S.J.Jeoung,J.R.Shin,S.H. Kim,J.C.Kim,J.D.(2004). *Synthesis and Characterization of superparamagnetic maghemite nanoparticles prepared by coprecipitation technique*, J. Magnetism. Magnetic Mater. 282. 147-150.
- Notodarmojo, S. (2005). *Pencemaran Tanah dan Air Tanah*. Bandung: ITB press
- Szabo,T. A. Bakandritsos, V. Tzitzios, S. Papp, L. Korosi, G. Galbacs, K. Musabekov, D. Bolatova, D. Petridis and I. Dekany.(2007). *Magnetic Iron Oxide/clay Composites: Effect of the layer silicate support on the microstructure and phase formation of magnetic nanoparticles*, Nanotechnology 18, 285602 (9pp).
- Rusman Iip Izul Falah, dan RHA Sahirul Alim. (1999). *Interkalasi Cu pada karbon Aktif dan Pemanfaatannya sebagai Katalis Dehidrasi n Amilalkohol*. Indonesian Journal of Chemistry, Vol 1, No.1, hal 23-29.

- Txstate. 2007. *Vibrating Sample Magnetometer*.<http://www.txstate.edu/~WG06/manuals/vsm/vsm.html> [1 mei 2012].
- Valeria K.N, Nina N, Marin M. (2002). *Investigation the adsorption Properties of The Natural Adsorbents Zeolite and Betonies Towards Copper Ions, Mining and Mineral processing*, V. 44-45, Sofia, 93-97.
- Waynert, J.et.al. (2003). *Wastewater Treatment with Magnetic Separation. Superconductivity for Eletric Systems Program Review* 1:1-29.
- Zhong,L.Hu,J.Linag,H. Cao,A. Song,W. Wan,L.(2006).*Self-Assembled 3D Flowerlike Iron Oxide Nanostructures and Their Application in water treatment*,Adv. Mater, 18, 2426-2431.





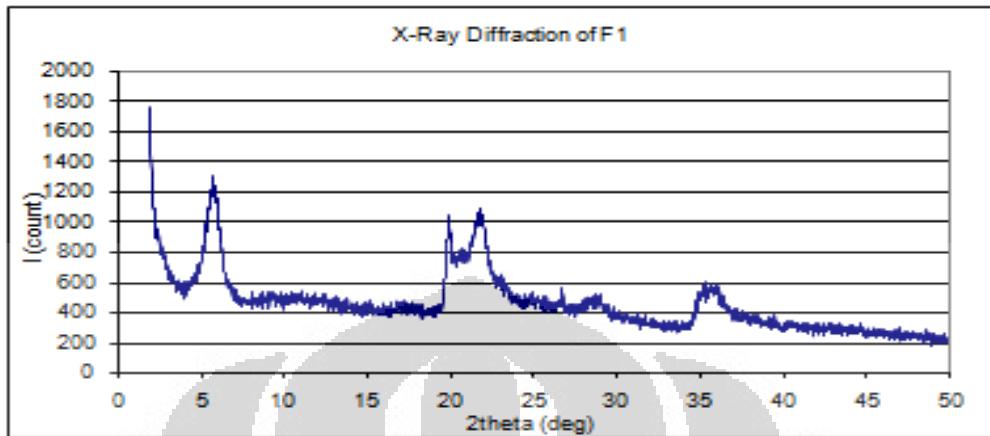
### Lampiran 1



#### \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

<b># Strongest 3 peaks</b>						
Peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
2	5.5445	15.92647	100	0.78560	501	22146
14	21.8000	4.07360	81	0.82400	404	23935
12	19.8200	4.47586	65	0.35000	325	12735
<b># Peak Data List</b>						
Peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	4.0565	21.76465	3	0.18300	16	199
2	5.5445	15.92647	100	0.78560	501	22146
3	6.5600	13.46313	6	0.30660	28	1059
4	8.6000	10.27358	3	0.08000	15	181
5	9.4875	9.31445	6	0.49500	31	1084
6	10.8200	8.17016	7	0.88000	37	1589
7	11.5600	7.64877	6	0.56000	30	734
8	12.2200	7.23710	8	0.62000	38	1279
9	13.2550	6.67424	5	0.27000	24	435
10	16.9750	5.21906	8	0.49000	40	1347
11	17.7200	5.00128	4	0.28000	22	474
12	19.8200	4.47586	65	0.35000	325	12735
13	20.6400	4.29985	44	0.00000	222	0
14	21.8000	4.07360	81	0.82400	404	23935
15	23.0400	3.85709	18	1.26400	92	7436
16	24.1600	3.68076	5	0.00000	27	0
17	24.8000	3.58721	7	0.49340	33	998
18	25.2200	3.52841	5	0.56800	27	796
19	26.0600	3.41655	6	0.26000	29	518
20	26.5925	3.34933	13	0.25500	67	1059
21	27.5200	3.23852	7	0.48000	34	818
22	28.4600	3.13366	14	1.25340	71	2400
23	28.8400	3.09323	12	0.93340	62	2209
24	31.3766	2.84870	4	0.09330	19	198
25	32.5365	2.74975	3	0.18300	16	226
26	34.9600	2.56448	28	0.54860	138	4395
27	35.8800	2.50080	34	0.82000	168	7688
28	36.9600	2.43017	10	0.50000	50	1716
29	37.6400	2.38782	6	0.52000	31	924
30	38.2675	2.35009	8	0.37500	38	811
31	39.3221	2.28946	4	0.17570	20	244
32	40.5000	2.22555	3	0.12000	16	271
33	43.0906	2.09756	3	0.20530	15	255
34	43.7210	2.06876	4	0.29800	21	463

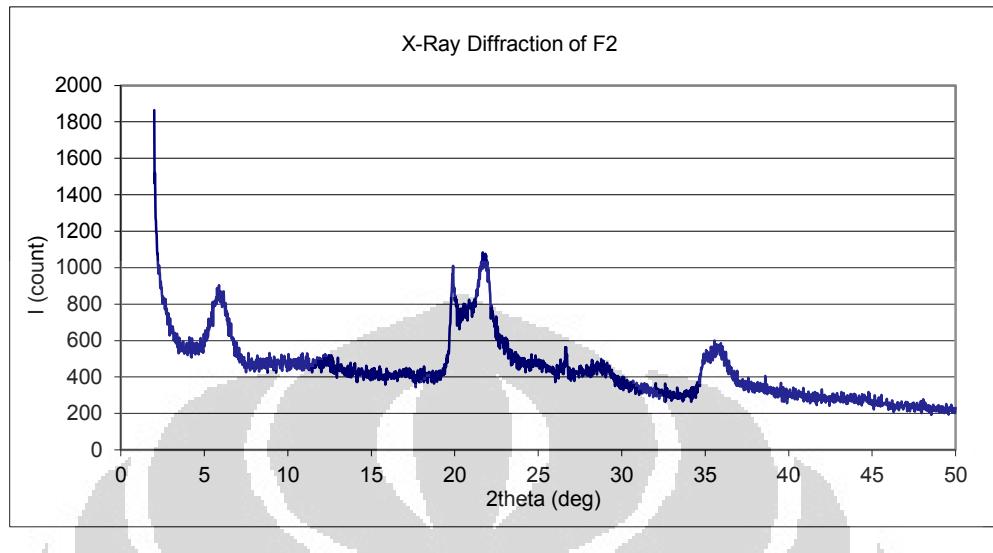
### Lampiran 2|



#### \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

# Strongest 3 peaks	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
	2	5.7392	15.38660	100	0.90000	485	24454
	12	21.7800	4.07730	88	1.05600	426	27987
	10	19.9000	4.45805	73	0.43380	355	14336
<b># Peak Data List</b>							
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	4.5200	19.53380	9	0.32000	43	1445	
2	5.7392	15.38660	100	0.90000	485	24454	
3	9.3033	9.49845	5	0.47330	26	803	
4	10.2600	8.61481	5	0.66000	26	769	
5	10.9600	8.06611	7	1.11000	33	1219	
6	12.1400	7.28461	7	0.96000	32	1395	
7	12.9900	6.80979	4	0.34000	17	403	
8	16.9740	5.21936	6	0.61200	27	960	
9	17.5400	5.05220	4	0.48000	19	527	
10	19.9000	4.45805	73	0.43380	355	14336	
11	20.6800	4.29163	51	0.00000	248	0	
12	21.7800	4.07730	88	1.05600	426	27987	
13	23.2200	3.82760	22	1.12000	106	7808	
14	23.9800	3.70798	13	0.00000	62	0	
15	24.7400	3.59577	13	2.56000	63	5566	
16	26.6400	3.34347	16	0.44000	77	1552	
17	27.3600	3.25710	8	0.70000	38	1976	
18	28.0200	3.18186	12	0.00000	56	0	
19	28.5000	3.12935	17	1.84000	82	4796	
20	29.8800	2.98789	6	0.68000	30	1080	
21	30.6000	2.91921	4	0.35000	17	333	
22	31.3516	2.85092	4	0.63670	17	757	
23	35.1000	2.55457	33	0.80800	161	10042	
24	35.8800	2.50080	36	0.00000	174	0	
25	36.5200	2.45843	19	0.00000	90	0	
26	37.0400	2.42511	12	0.00000	60	0	
27	37.5800	2.39149	11	0.00000	53	0	
28	38.4800	2.33760	8	0.61340	38	2512	
29	39.4600	2.28177	5	0.42280	23	612	
30	40.4475	2.22832	5	0.78500	22	1141	
31	42.6950	2.11607	4	0.43000	18	781	
32	44.5850	2.03066	4	0.21000	17	343	

### Lampiran 3



**\*\*\* Basic Data Process \*\*\***

Data : F2

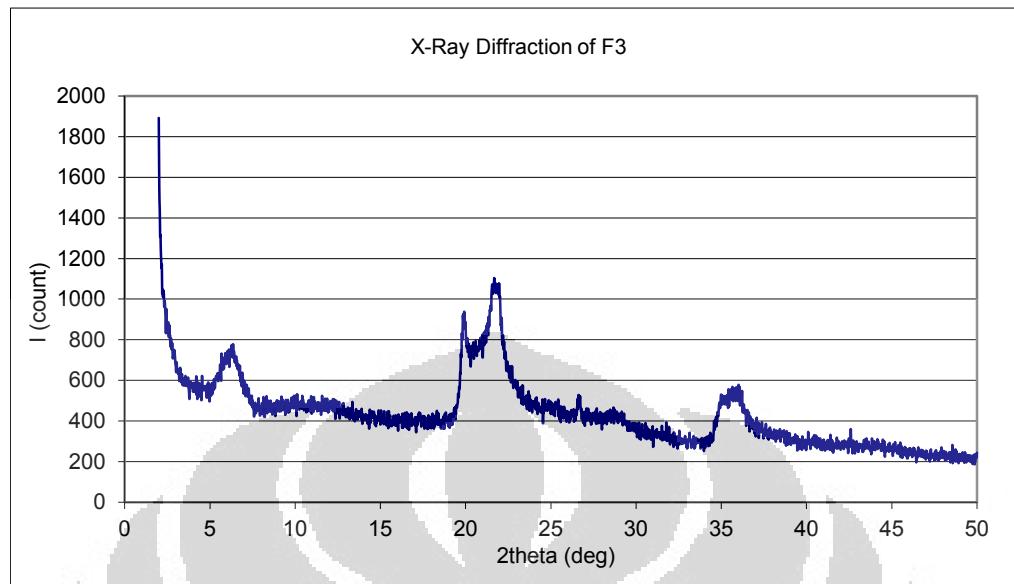
# Strongest 3 peaks

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
10	21.7600	4.08100	100	0.96000	426	24608
8	19.8800	4.46249	81	0.38280	343	14160
9	20.7000	4.28753	55	0.00000	235	0

# Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	5.9209	14.91482	55	1.09530	235	13794
2	9.7430	9.07075	4	0.14600	17	275
3	12.2430	7.22356	8	0.50600	36	1620
4	13.0833	6.76144	3	0.27330	14	239
5	13.9233	6.35535	3	0.11330	13	85
6	17.0750	5.18872	5	0.69000	22	845
7	18.0700	4.90519	4	0.14000	15	220
8	19.8800	4.46249	81	0.38280	343	14160
9	20.7000	4.28753	55	0.00000	235	0
10	21.7600	4.08100	100	0.96000	426	24608
11	22.9800	3.86703	24	1.40000	101	10082
12	24.8600	3.57868	12	0.00000	52	0
13	25.4800	3.49299	6	0.80800	26	1995
14	26.6292	3.34480	17	0.27350	73	1138
15	27.5400	3.23622	8	0.50000	35	1049
16	28.7473	3.10299	14	1.35870	58	3800
17	30.0600	2.97041	3	0.14000	14	150
18	31.4515	2.84209	4	0.08700	15	133
19	35.2400	2.54474	34	1.10000	146	5566
20	35.6600	2.51573	41	1.57000	176	10440
21	37.5400	2.39395	9	0.00000	37	0
22	38.5000	2.33643	8	0.61720	33	2260
23	39.4246	2.28374	5	0.17730	23	388
24	40.6175	2.21938	4	0.34500	18	706
25	43.6200	2.07332	4	0.12000	17	148
26	43.7200	2.06881	4	0.54660	19	537
27	44.7600	2.02312	6	0.28000	24	462
28	45.3166	1.99956	3	0.44670	14	457

## Lampiran 4



### \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Data : F3

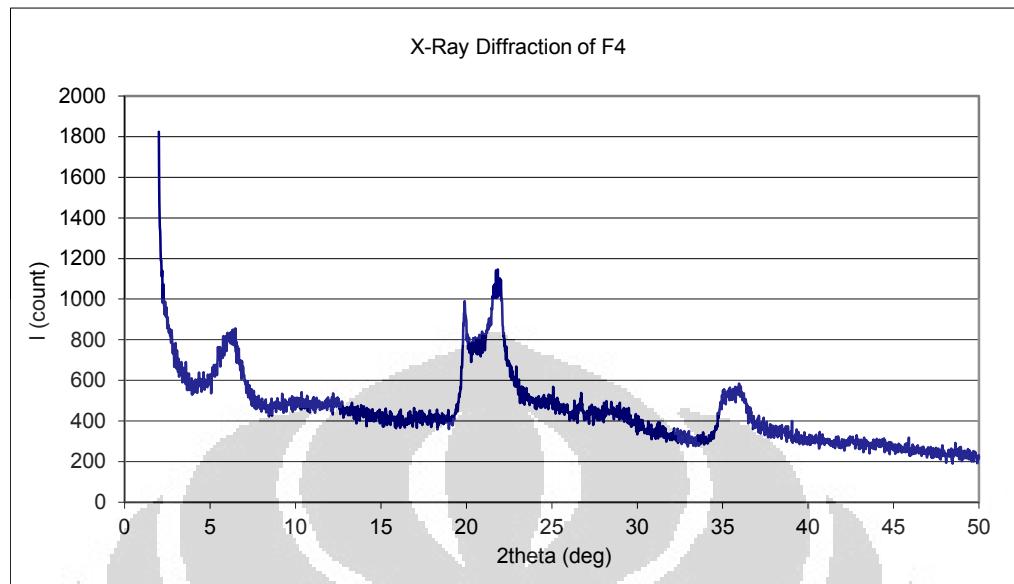
# Strongest 3 peaks

peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	
<b>Integrated Int</b>						
no.	(deg)	(A)		(deg)	(Counts)	(Counts)
11	21.3293	4.16243	100	1.88140	437	31255
10	19.8800	4.46249	75	0.39580	328	7041
21	35.7800	2.50756	39	1.48800	171	9161

# Peak Data List

peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	
<b>Integrated Int</b>						
no.	(deg)	(A)		(deg)	(Counts)	(Counts)
1	6.2155	14.20854	36	1.19900	158	10081
2	8.4283	10.48248	3	0.17000	14	134
3	9.1400	9.66778	4	0.64000	17	568
4	9.9633	8.87067	7	0.51330	32	937
5	11.1600	7.92200	6	0.82000	27	1451
6	12.1600	7.27268	8	0.56000	34	956
7	12.7900	6.91583	5	0.38000	20	667
8	14.9380	5.92585	4	0.16400	16	328
9	17.2900	5.12468	3	0.19600	14	151
10	19.8800	4.46249	75	0.39580	328	7041
11	21.3293	4.16243	100	1.88140	437	31255
12	22.8200	3.89378	27	1.36000	118	9440
13	23.9000	3.72021	11	0.00000	47	0
14	25.0225	3.55581	12	1.11500	51	4371
15	26.6300	3.34470	17	0.30000	76	1972
16	27.3800	3.25476	4	0.00000	19	0
17	28.7020	3.10778	11	1.31600	48	3346
18	29.6800	3.00757	4	0.56000	19	619
19	31.6550	2.82428	3	0.11660	14	233
20	35.0400	2.55881	34	0.72000	149	4599
21	35.7800	2.50756	39	1.48800	171	9161
22	37.3000	2.40880	12	1.33600	54	3398
23	38.3725	2.34390	8	0.62500	37	1309
24	39.2720	2.29226	4	0.17600	19	306
25	40.4090	2.23035	4	0.20200	19	380
26	42.5550	2.12271	5	0.21000	22	307
27	43.4550	2.08081	4	0.21000	18	273
28	44.1633	2.04907	4	0.23330	19	459
29	45.2150	2.00382	3	0.29000	14	46
30	47.9350	1.89627	3	0.13000	13	116

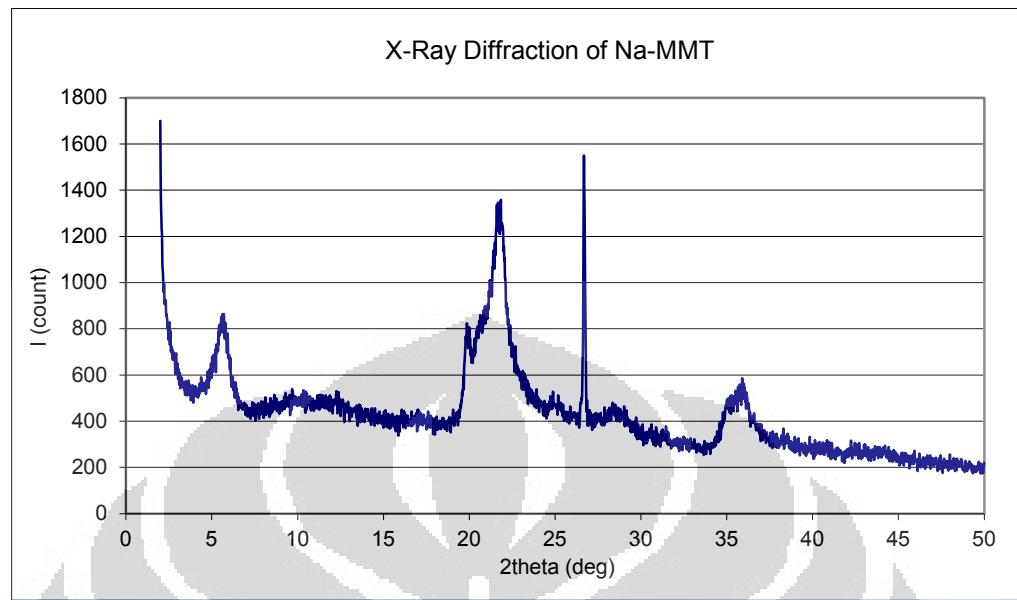
## Lampiran 5



### \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Data : F4						
# Strongest 3 peaks						
peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated
Int						
no.	(deg)	(A)		(deg)	(Counts)	(Counts)
10	21.8800	4.05889	100	0.74000	450	26951
9	19.9000	4.45805	77	0.38780	346	12072
2	6.1340	1	4.39714	44	1.38800	200
# Peak Data List						
Peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	
Integrated	Int					
no.	(deg)	(A)		(deg)	(Counts)	(Counts)
1	4.4600	19.79645	6	0.42000	25	646
2	6.1340	14.39714	44	1.38800	200	14417
3	9.6200	9.18645	5	0.34660	22	943
4	10.2200	8.64844	5	0.00000	22	0
5	11.2000	7.89380	6	0.59420	28	1371
6	12.1625	7.27119	9	0.94500	40	1653
7	13.2675	6.66798	4	0.27500	19	278
8	13.9150	6.35912	4	0.19000	17	229
9	19.9000	4.45805	77	0.38780	346	12072
10	21.8800	4.05889	100	0.74000	450	26951
11	22.7800	3.90052	29	1.50860	130	9112
12	23.6000	3.76682	16	0.00000	70	0
13	25.0000	3.55896	15	0.96000	69	4949
14	25.6600	3.46890	10	0.67000	43	1421
15	26.6500	3.34224	14	0.36660	63	1950
16	27.4000	3.25243	8	0.00000	36	0
17	28.4600	3.13366	12	1.44000	55	3947
18	29.3000	3.04570	8	0.00000	38	0
19	31.2550	2.85951	4	0.31000	17	491
20	35.3600	2.53638	35	1.28000	156	7362
21	35.9400	2.49677	37	1.29000	168	5850
22	37.1200	2.42006	13	1.51000	58	3832
23	38.4033	2.34209	9	0.54670	41	1675
24	40.4216	2.22968	4	0.25670	17	583
25	42.4750	2.12652	5	0.31000	21	610
26	44.3366	2.04146	4	0.20670	19	610
27	45.7725	1.98070	4	0.17500	18	259
28	48.6341	1.87063	4	0.24170	20	451

## Lampiran 6



**\*\*\* Basic Data Process \*\*\***

**Group : 12-12**  
**Data : Na-MMT**

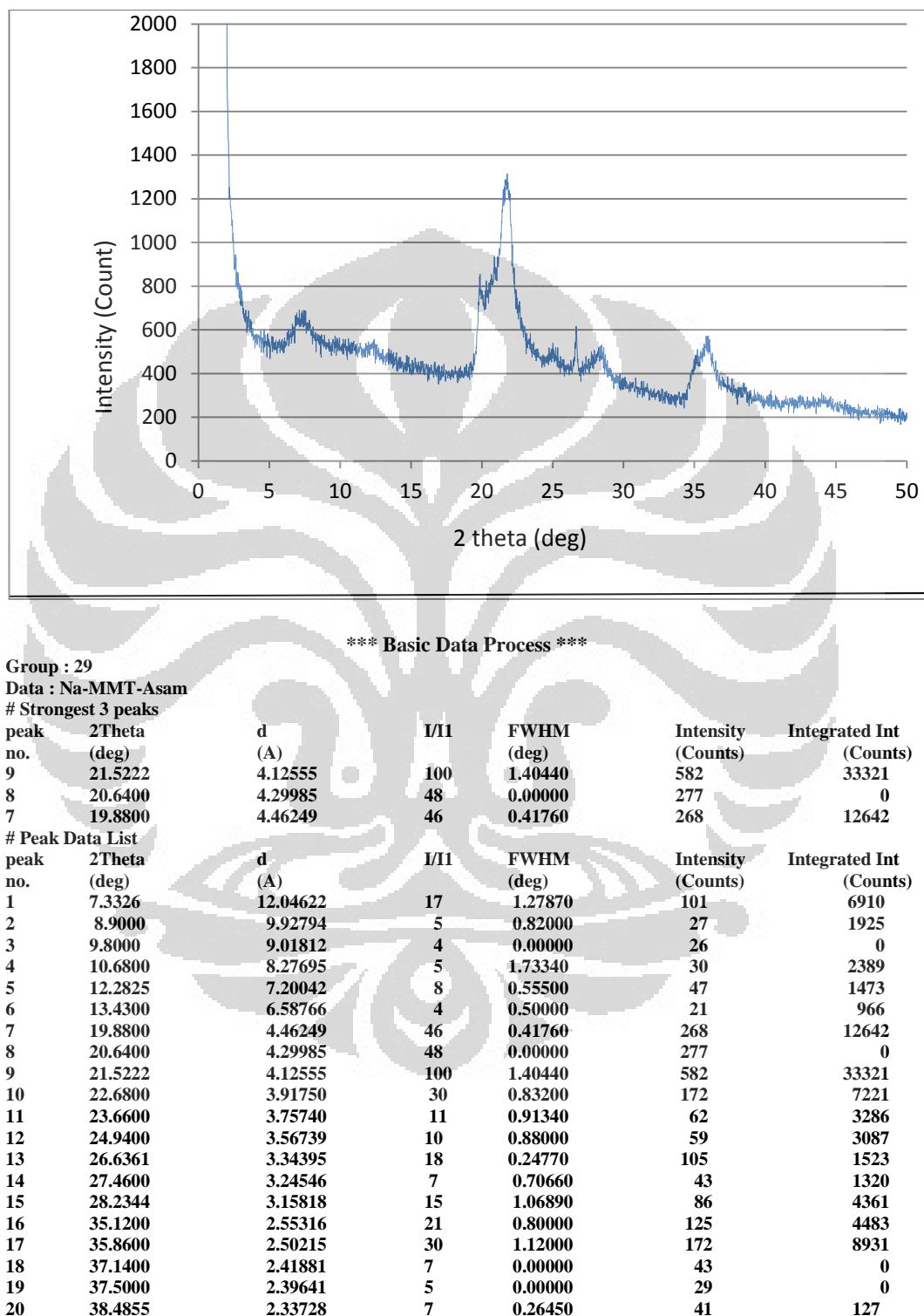
**# Strongest 3 peaks**

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
11	21.5205	4.12588	100	1.38110	593	36434
16	26.6728	3.33943	71	0.27930	423	6051
10	20.6400	4.29985	46	0.00000	275	0

**# Peak Data List**

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	5.6105	15.73927	39	0.83240	231	11324
2	8.6750	10.18493	4	0.31000	24	567
3	9.2800	9.52225	5	0.41600	31	1178
4	9.8800	8.94528	6	0.00000	33	0
5	10.4400	8.46668	5	0.00000	29	0
6	11.2600	7.85187	5	0.00000	32	0
7	12.3020	7.18905	8	0.56400	47	2413
8	13.2833	6.66008	3	0.23330	20	372
9	19.8800	4.46249	43	0.45560	257	12351
10	20.6400	4.29985	46	0.00000	275	0
11	21.5205	4.12588	100	1.38110	593	36434
12	23.2200	3.82760	18	1.14660	108	7555
13	23.9600	3.71103	8	0.80000	49	1801
14	24.9600	3.56457	9	0.92000	52	2571
15	25.9600	3.42949	3	0.00000	19	0
16	26.6728	3.33943	71	0.27930	423	6051
17	27.4816	3.24296	5	0.42330	31	776
18	28.5866	3.12007	10	1.33330	58	3260
19	29.5400	3.02150	3	0.34660	19	464
20	31.4041	2.84627	3	0.29830	18	326
21	35.0400	2.55881	22	0.67200	128	4254
22	35.8400	2.50350	29	1.05000	174	6979
23	36.6200	2.45195	13	0.74000	76	3240
24	37.4600	2.39887	5	0.00000	27	0
25	38.3666	2.34425	6	0.57330	33	1525
26	38.9550	2.31018	3	0.33000	19	505
27	40.7733	2.21126	3	0.25330	19	531
28	44.1650	2.04899	4	0.35000	23	991

**Lampiran 7**  
**X-Ray Diffraction of NaMMT asam**



## Lampiran 8

### Metode Biscaye

Metode Biscaye mengestimasi komposisi relatif mineral dengan mengalikan peak area dengan faktor berat, yaitu : 1x peak area *smectite* (001), 4x peak area *illite* (001), 2x peak area *chlorite* (002) dan 2x peak area *Kaolinite* (001).

Untuk setiap sampel clay, persentase clay mineral dinyatakan dengan rumus :

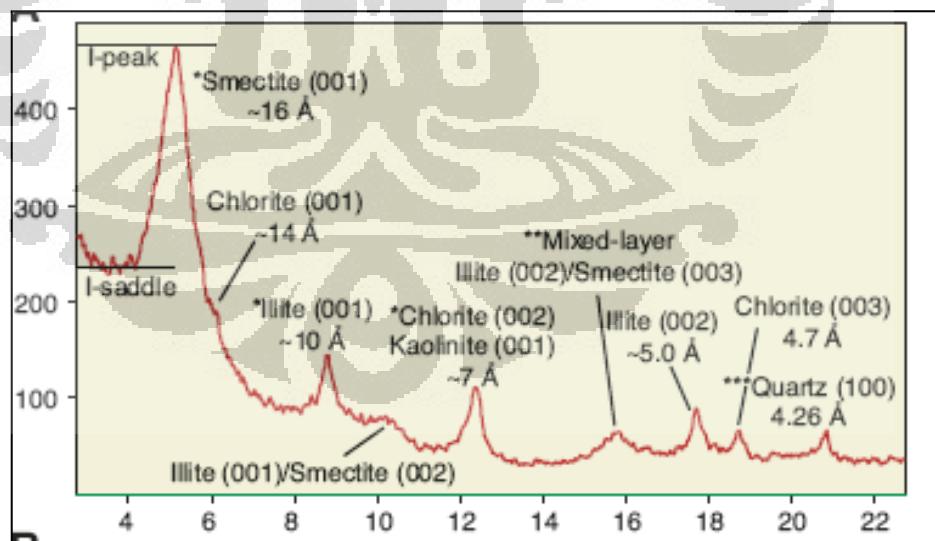
$$\text{Illite (contoh)} = \frac{4I \times 100}{S + 4I + 2K + 2C}$$

Dengan I=Illite, S= smectite, K= Kaolinite, C= Chlorite.

Karena adanya interferensi antara kaolinite (bidang refleksi 001) dengan chlorite (bidang refleksi 002) maka sering dilaporkan dalam bentuk kelimpahan chlorite (+ kaolinite). Rumusnya dinyatakan :

$$\text{Illite (contoh)} = \frac{4I \times 100}{S + 4I + 2C(K)}$$

Berikut ini contoh pola difraksi yang representatif



## Lampiran 9

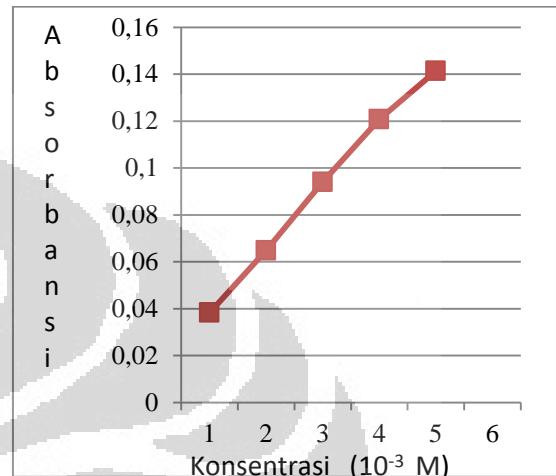
### Data Perhitungan Komposisi Clay

<b>Bentonit Alam</b>				
<b>Clay</b>	<b>2 theta</b>	<b>d (Å)</b>	<b>Integrated Int</b>	<b>Komposisi Relatif (%)</b>
Smectite	5,5445	15,92647	22146	76,26
Illite	9,4875	9,31445	1084	14,93
Kaolinite (Chlorite)	12,2200	7,23710	1279	8,81
<b>Fraksi 1</b>				
<b>Clay</b>	<b>2 theta</b>	<b>d (Å)</b>	<b>Integrated Int</b>	<b>Komposisi Relatif (%)</b>
Smectite	5,7392	15,38660	24454	80,29
Illite	9,3033	9,49845	803	10,55
Kaolinite (Chlorite)	12,1400	7,28461	1395	9,16
<b>Fraksi 2</b>				
<b>Clay</b>	<b>2 theta</b>	<b>d (Å)</b>	<b>Integrated Int</b>	<b>Komposisi Relatif (%)</b>
Smectite	5,9209	14,91482	13794	76,06
Illite	9,7430	9,07075	275	6,07
Kaolinite (Chlorite)	12,2430	7,22356	1620	17,87
<b>Fraksi 3</b>				
<b>Clay</b>	<b>2 theta</b>	<b>d (Å)</b>	<b>Integrated Int</b>	<b>Komposisi Relatif (%)</b>
Smectite	6,2155	14,20854	10081	60,25
Illite	9,9633	8,87067	937	22,40
Kaolinite (Chlorite)	11,1600	7,92200	1451	17,35
<b>Fraksi 4</b>				
<b>Clay</b>	<b>2 theta</b>	<b>d (Å)</b>	<b>Integrated Int</b>	<b>Komposisi Relatif (%)</b>
Smectite	6,1340	14,39714	14417	67,07
Illite	9,6200	9,18645	943	17,55
Kaolinite (Chlorite)	12,1625	7,27119	1653	15,38

## Lampiran 10

Kurva absorbansi larutan  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  standar dan perhitungan KTK

Konsentrasi (M)	Absorbansi
0,001	0,03839
0,002	0,06483
0,003	0,09407
0,004	0,12078
0,005	0,14140



Kurva diatas mempunyai persamaan garis  $y = 26,197X + 0,0133$  dengan nilai  $R^2 = 0,996763$

Absorbansi larutan sampel		
Larutan $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$	Absorbansi	Konsentrasi
Awal	0,07478	0,00235
Akhir	0,03763	0,00093
Terserap		0,00142

$$\text{KTK} = \frac{[\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}] \text{ terserap} \times \text{vol. Larutan} \times \text{muatan}}{\text{Massa clay}}$$

$$= \frac{(0,00142 \text{ mmol/ml}) \times (25 \text{ ml}) \times (2 \text{ meq/mmol})}{0,1 \text{ gram}}$$

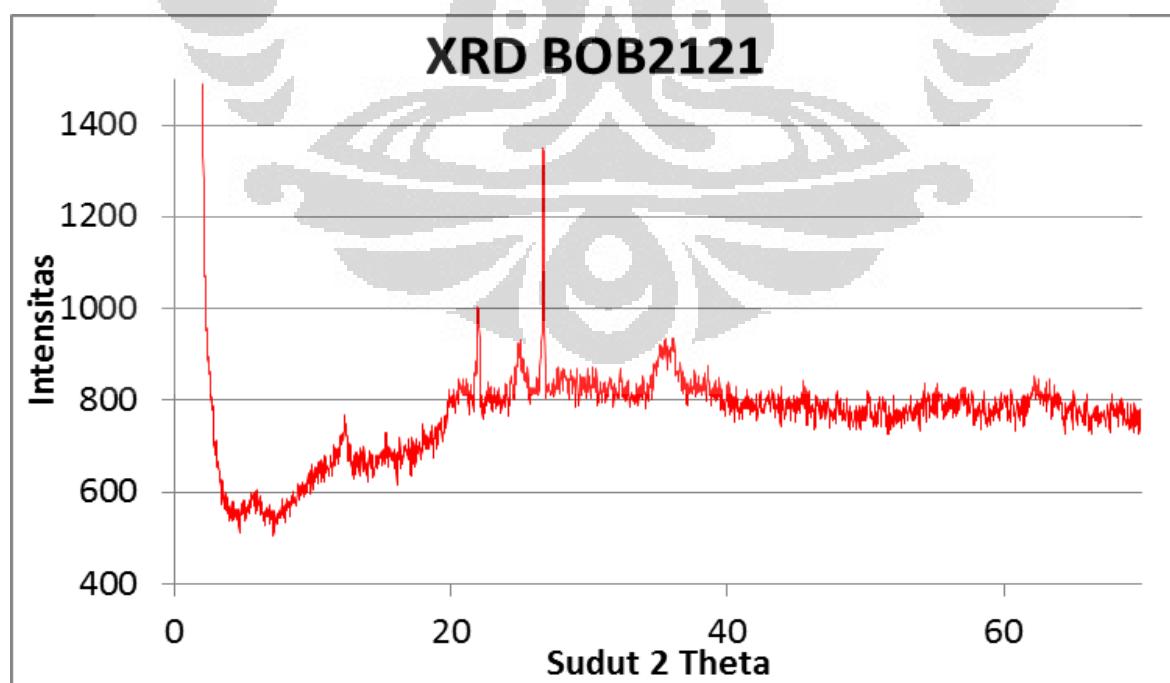
$$= 0,71 \text{ meq/ gram}$$

$$= 71 \text{ meq / 100 gram}$$

## Lampiran 11

Group	:	25					
Data	:	BOB2121					
<b># Strongest 3 peaks</b>							
no.	peak no.	2theta (deg)	d (A)	I/I <sub>1</sub>	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	43	26.6318	3.34448	100	0.18970	239	2547
2	33	21.9465	4.04674	61	0.19420	146	2084
3	40	26.0041	3.66839	36	0.63620	86	1920
<b># Peak Data List</b>							
peak no.	2theta (deg)	d (A)	I/I <sub>1</sub>	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	2.8940	30.50424	3	0.07600	8	29	
2	3.6207	24.38329	3	0.05860	8	24	
3	4.2900	20.58054	5	0.10000	13	129	
4	5.0000	17.65958	3	0.00000	7	0	
5	5.6200	15.71268	17	0.48000	40	975	
6	6.0000	14.71837	15	0.20000	36	527	
7	6.7841	12.89976	8	0.24170	18	226	
8	7.1968	12.27322	8	0.14360	19	153	
9	7.6200	11.59252	3	0.06660	7	63	
10	7.9887	11.05830	14	0.11460	33	231	
11	8.7133	10.14024	9	0.25330	22	334	
12	9.1850	9.62052	10	0.23000	25	410	
13	9.7433	9.07047	8	0.11330	20	272	
14	10.3450	8.64421	11	0.16340	26	372	
15	11.0200	8.02233	11	0.12000	27	279	
16	11.5000	7.68854	10	0.21600	25	520	
17	12.3139	7.18213	36	0.46210	86	2504	
18	12.9000	6.86710	10	0.06280	33	162	
19	13.7362	6.44149	10	0.19250	25	394	
20	14.1755	6.24284	14	0.13770	33	266	
21	14.8211	5.97233	11	0.30000	26	492	
22	15.2600	5.80153	4	0.00000	10	0	
23	16.3814	5.40682	6	0.04290	15	76	
24	17.1232	5.17422	7	0.13640	16	211	
25	17.6900	5.00968	8	0.12660	18	147	
26	18.0782	4.90298	9	0.06760	21	167	
27	18.4400	4.80759	5	0.08000	12	207	
28	18.8043	4.71527	10	0.23140	24	388	
29	19.4400	4.66248	7	0.12800	16	288	
30	19.9575	4.44533	29	0.27500	69	1642	
31	20.8161	4.26387	32	0.30780	76	1834	
32	21.2200	4.18362	5	0.00000	11	0	
33	21.9466	4.04674	61	0.19420	146	2084	
34	22.4587	3.95559	7	0.08250	16	196	
35	22.7063	3.91302	9	0.09270	22	184	
36	23.2283	3.82625	10	0.09670	23	161	
37	23.9950	3.70570	10	0.09000	23	119	
38	24.4645	3.63564	10	0.11670	24	145	
39	24.6400	3.61014	9	0.14800	21	165	
40	26.0041	3.66839	36	0.63620	86	1920	
41	25.5343	3.48569	16	0.18280	38	417	
42	26.0170	3.42210	11	0.10060	26	161	
43	26.6318	3.34448	100	0.18970	239	2547	
44	27.1028	3.28730	10	0.07670	23	163	
45	28.2239	3.15933	15	0.19790	36	806	
46	28.8000	3.09743	5	0.03420	12	34	
47	29.8985	2.98608	12	0.23300	28	447	
48	30.2566	2.95155	11	0.24670	27	446	
49	30.8754	2.89379	14	0.12420	33	266	

50	31.4550	2.84178	16	0.19800	39	623
61	32.3660	2.76476	9	0.06860	21	116
52	32.9231	2.71834	9	0.08040	21	205
53	34.5424	2.59452	16	0.17240	38	396
64	36.0200	2.66022	26	0.66260	60	1369
55	35.2800	2.54195	24	0.00000	58	0
56	35.7000	2.51300	34	0.00000	82	0
57	36.0800	2.48740	36	0.37000	86	2120
68	36.6276	2.46796	21	0.18600	61	491
59	37.3096	2.40820	6	0.08080	15	82
60	37.9537	2.36880	8	0.25750	20	525
61	38.4200	2.34111	5	0.03420	13	65
62	38.6800	2.32597	5	0.00000	13	0
63	39.4558	2.28201	11	0.24040	26	418
64	40.1751	2.24279	8	0.06580	20	79
65	41.0050	2.19930	9	0.08000	22	183
66	42.7990	2.11117	3	0.02470	8	24
67	43.2423	2.09055	13	0.10960	31	219
68	44.1216	2.05091	18	0.15670	43	461
69	44.6466	2.02804	8	0.08330	18	101
70	47.9650	1.89515	10	0.11000	23	371
71	48.7800	1.86538	7	0.05000	17	182
72	49.3061	1.84670	9	0.13230	22	164
73	49.9800	1.82337	15	0.13000	37	364

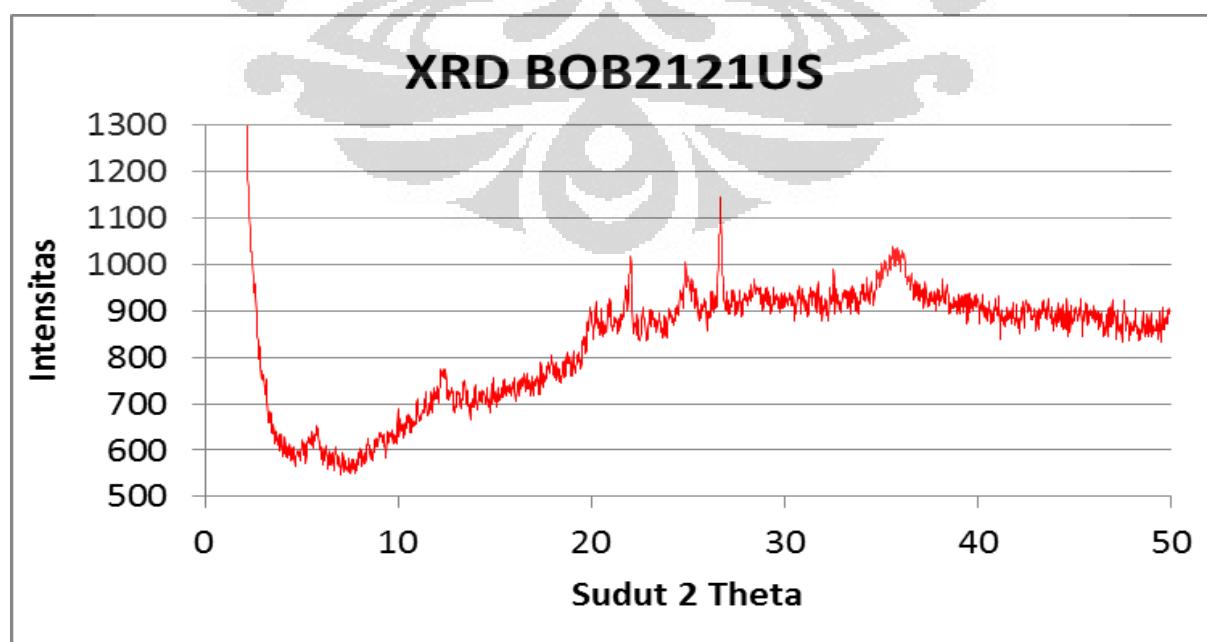


## Lampiran 12

Group : 25  
 Data : BOB2121US

# strongest 3 peaks		2Theta	d	I/I1	PWBM	Intensity	Integrated	Int
no.	peak	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	39	36.6400	3.34347	100	0.24000	143	1871	
2	33	31.8753	4.05975	72	0.41930	103	2359	
3	36	36.0253	3.55542	52	0.63930	74	2497	
# Peak Data List								
peak	2Theta	d	I/I1	PWBM	Intensity	Integrated	Int	
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)		
1	3.0994	28.48314	8	0.10110	11	56		
2	5.0686	17.42072	10	0.12930	15	119		
3	5.6512	15.62600	29	0.56750	42	1043		
4	6.2488	14.13290	10	0.20890	15	175		
5	6.8250	12.94097	12	0.11000	17	166		
6	7.5783	11.07269	3	0.02330	4	7		
7	8.4275	10.48348	6	0.12500	9	58		
8	9.0816	9.72982	10	0.11670	14	177		
9	9.5363	9.26689	6	0.05540	8	29		
10	10.0322	8.80991	10	0.05560	15	99		
11	10.4775	8.43646	10	0.12500	14	114		
12	10.5943	8.04103	11	0.22860	16	179		
13	11.3716	7.77506	15	0.21670	22	262		
14	11.6000	7.49372	21	0.27500	30	446		
15	12.2853	7.19820	43	0.41930	61	1190		
16	12.7000	6.96463	20	0.24440	28	376		
17	13.1600	6.72220	8	0.04800	11	92		
18	13.4167	6.59416	17	0.23000	26	270		
19	13.5089	6.36190	7	0.04440	10	32		
20	14.3607	6.16275	7	0.10140	10	109		
21	14.9005	5.94068	13	0.06760	18	80		
22	15.4900	5.71690	11	0.14000	16	192		
23	15.8875	5.57377	8	0.06500	12	79		
24	16.4170	5.39517	12	0.07400	17	143		
25	17.3000	5.12174	4	0.06000	6	46		
26	17.8440	4.96680	15	0.24800	21	410		
27	18.7745	4.72266	10	0.13580	15	174		
28	19.1850	4.62255	4	0.04000	6	24		
29	19.9066	4.46660	46	0.30670	68	1023		
30	20.2400	4.38392	42	0.76500	60	1437		
31	20.8572	4.25556	41	0.32550	59	1225		
32	21.8753	4.05975	72	0.41930	103	2359		
33	22.6621	3.99226	22	0.16430	31	269		
34	23.0563	3.85442	18	0.16750	26	433		
35	24.0446	3.69817	16	0.10270	23	130		
36	25.0253	3.55542	52	0.63930	74	2497		
37	25.7725	3.45401	20	0.18500	28	271		
38	26.2261	3.39529	20	0.23880	28	350		
39	26.6400	3.34347	100	0.24000	143	1871		
40	27.2800	3.36637	18	0.18830	26	347		
41	27.9600	3.18855	17	0.22400	24	386		
42	28.4116	3.13889	24	0.62330	34	911		
43	29.0185	3.07460	15	0.24290	21	307		
44	29.4860	3.02691	16	0.14800	22	209		
45	30.1625	2.96055	11	0.38500	16	378		
46	30.6673	2.91295	20	0.10130	29	202		
47	31.3721	2.84910	20	0.23760	28	695		
48	32.4095	2.76023	22	0.11240	31	372		
49	33.0662	2.70690	17	0.10250	25	191		

peak no.	2theta (deg)	d (A)	I/I <sub>1</sub>	omega (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
50	33.4750	2.67477	12	0.17000	17	170
61	33.9790	2.63624	13	0.11000	10	226
52	34.3000	2.61230	4	0.00000	6	0
53	35.1000	2.55457	36	0.82000	51	2320
64	36.6300	2.61846	49	0.00000	70	0
55	36.0800	2.48740	49	0.27420	70	1919
56	36.5000	2.45974	22	0.16800	32	392
57	36.8320	2.43896	12	0.20400	17	274
68	37.2180	2.41390	10	0.08670	16	111
59	38.3425	2.34567	13	0.13500	19	289
60	39.8628	2.25964	11	0.16570	16	213
61	40.2800	2.23719	6	0.02280	9	48
62	40.9673	2.20123	14	0.08130	20	131
63	41.7428	2.16211	9	0.07430	13	119
64	42.5250	2.12414	20	0.25000	29	590
65	43.3055	2.08764	20	0.17690	28	465
66	44.1316	2.05046	11	0.13670	16	181
67	44.4741	2.03546	10	0.07830	14	86
68	45.2525	2.00224	15	0.14500	22	442
69	46.6600	1.98632	7	0.04000	10	124
70	45.9200	1.97468	8	0.00000	11	0
71	46.1885	1.96382	10	0.05710	15	120
72	46.9134	1.93516	20	0.25680	28	570
73	47.5697	1.90998	16	0.18450	23	217
74	48.1014	1.89010	9	0.11140	13	81
75	48.5044	1.87533	8	0.03110	11	47
76	49.0941	1.82601	6	0.12170	11	73

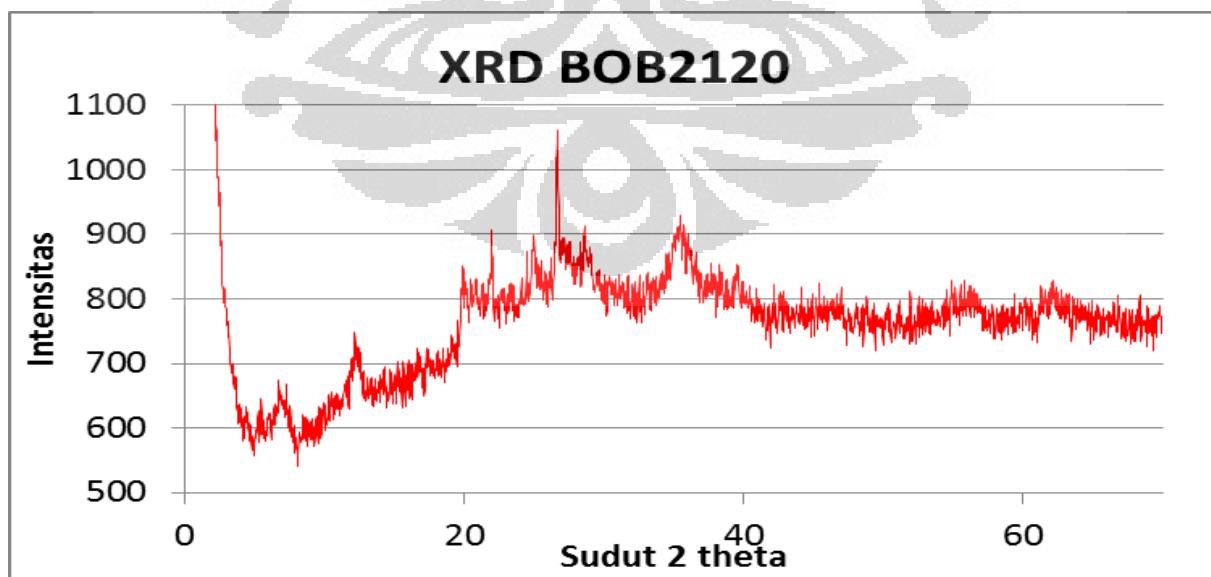


## Lampiran 13

Group : 37  
 Data : BOB3120

# Strongest 3 peaks						
no. peak	2Theta	d	I/I <sub>1</sub>	RWMR	Intensity	Integrated Int
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)
1	36.6428	3.34312	100	0.22790	140	2370
2	26.9826	4.43980	56	0.51470	78	1942
3	21.8966	4.06686	60	0.32670	70	1360
# Peak Data List						
peak	2Theta	d	I/I <sub>1</sub>	RWMR	Intensity	Integrated Int
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)
1	2.4926	35.41557	6	0.04130	9	37
2	2.9120	30.31572	8	0.13600	11	112
3	3.6300	24.32084	6	0.10000	9	50
4	4.4229	19.96242	14	0.17920	19	247
5	5.4766	16.12378	20	0.24670	28	533
6	6.0166	14.67780	21	0.28670	30	557
7	6.7600	13.06525	40	0.35200	56	1961
8	7.2800	12.13314	31	0.00000	43	0
9	7.7400	11.41305	15	0.24000	21	859
10	8.5700	10.30948	15	0.26000	21	507
11	9.6900	9.12024	10	0.06000	14	79
12	10.4885	8.42763	10	0.12700	14	149
13	10.8066	8.18027	7	0.25330	10	140
14	11.6326	7.66696	17	0.36600	24	324
15	12.3351	7.16983	38	0.62440	53	1921
16	13.1460	6.72933	10	0.05200	14	66
17	13.8000	6.41186	3	0.00000	4	0
18	14.2818	6.19661	19	0.11640	27	217
19	14.7175	6.01413	14	0.11500	20	192
20	15.2475	5.80626	12	0.13500	17	204
21	16.0800	5.50748	6	0.04000	8	32
22	16.7230	5.29713	10	0.36200	26	276
23	17.3407	5.10981	18	0.15560	25	283
24	18.0828	4.90175	11	0.15430	16	188
25	19.1177	4.63867	12	0.14460	17	149
26	19.9826	4.43980	56	0.51470	78	1942
27	20.7600	4.27527	37	0.42000	52	1224
28	21.2523	4.17733	28	0.27810	39	620
29	21.8966	4.06686	60	0.32670	70	1360
30	22.7243	3.90996	19	0.27140	26	426
31	23.2955	3.81536	25	0.14230	35	501
32	24.0780	3.69311	16	0.20400	23	497
33	24.6600	3.62171	12	0.03200	17	104
34	24.9553	3.56523	46	0.33820	64	949
35	25.3200	3.51470	16	0.43280	23	648
36	26.6428	3.34312	100	0.22790	140	2370
37	27.1200	3.28537	29	0.00000	41	0
38	27.4800	3.24315	24	0.36000	34	1177
39	28.1600	3.16636	9	0.00000	13	0
40	28.6073	3.11706	19	0.24810	64	1312
41	29.5075	3.02476	11	0.18500	15	188
42	30.3735	2.94046	8	0.07290	11	50
43	31.2877	2.85659	11	0.07260	15	87
44	31.7087	2.81962	6	0.07760	9	48
45	32.5157	2.75146	13	0.08140	18	91
46	33.0610	2.70731	15	0.14870	21	197
47	33.5867	2.66613	9	0.08000	12	117
48	34.0907	2.62786	11	0.09350	15	158
49	34.5354	2.59503	26	0.14510	36	336

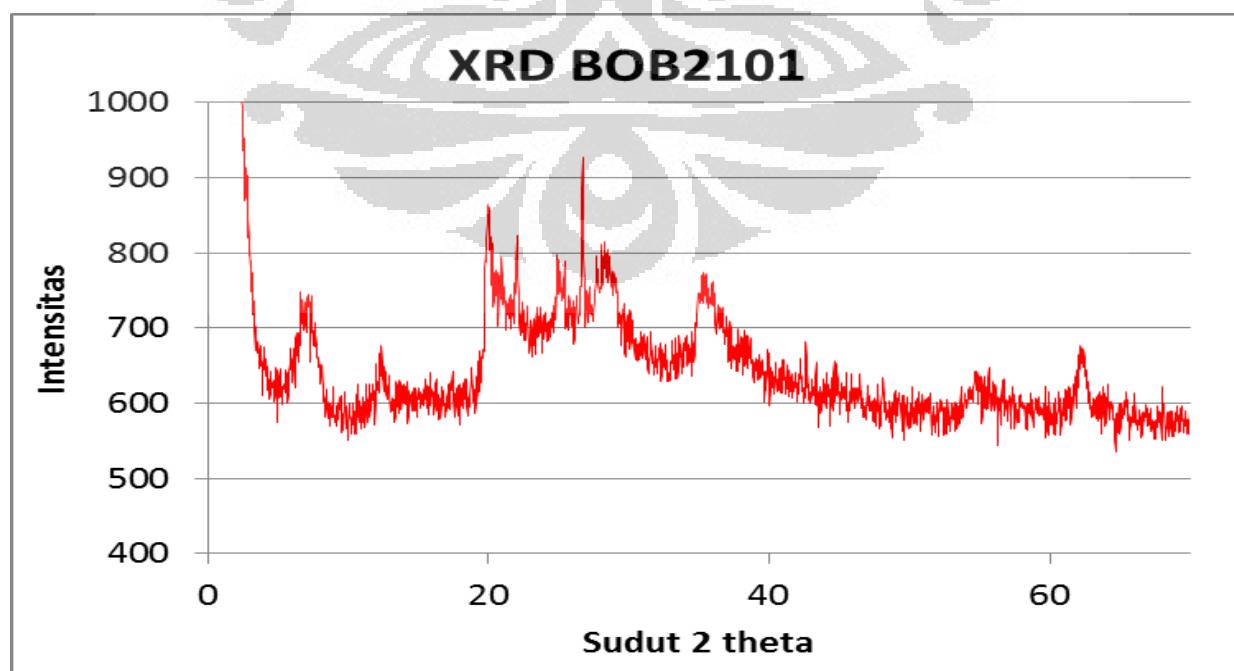
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I <sub>1</sub>	PFWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int. (Counts)
50	35.2875	2.54143	47	0.93910	66	2668
61	36.1000	2.48607	26	0.38000	37	946
52	36.5314	2.45769	24	0.13710	33	287
53	37.4606	2.39884	6	0.05470	8	83
64	37.7400	2.38172	9	0.00000	12	0
55	38.3333	2.34621	21	0.16670	29	444
56	39.5216	2.27836	31	0.23670	43	892
57	40.0400	2.25005	6	0.00000	8	0
60	40.3950	2.23109	17	0.11000	24	260
59	40.9193	2.20371	18	0.15140	25	341
60	42.1446	2.14243	16	0.26640	22	412
61	42.4800	2.12628	10	0.02800	14	21
62	42.6600	2.11773	14	0.03600	19	156
63	43.0000	2.10177	3	0.02000	4	112
64	44.1083	2.05149	14	0.11670	20	150
65	44.6637	2.02726	8	0.05750	11	42
66	45.3997	1.99609	14	0.10450	19	163
67	46.1953	1.96355	14	0.13730	20	269
68	46.9285	1.93457	18	0.17710	25	374
69	47.4966	1.91275	11	0.10670	15	82
70	48.0337	1.89260	14	0.18750	19	239
71	48.7440	1.86667	19	0.14310	27	236
72	49.2000	1.85043	6	0.02000	8	15
73	50.2175	1.81530	16	0.20500	22	259
74	51.0543	1.78749	16	0.24470	22	373
75	51.8775	1.76105	8	0.11500	11	98
76	52.4767	1.74234	22	0.13200	31	272
77	52.9775	1.72704	13	0.10500	18	221
78	55.6200	1.65109	8	0.02000	11	135
79	56.2400	1.63435	11	0.00000	16	0
80	56.5000	1.62744	9	0.00000	12	0
81	56.7900	1.61982	17	0.38000	24	593
82	57.7211	1.59588	12	0.06440	17	133
83	58.7822	1.56958	10	0.07560	14	96
84	59.3016	1.55707	9	0.07670	12	81
85	59.8248	1.54469	16	0.12380	22	287
86	60.4945	1.52918	14	0.14240	19	194
87	61.2425	1.51229	23	0.22350	32	507
88	62.0333	1.49489	26	0.34000	36	1102
89	63.1575	1.47096	14	0.23500	20	522
90	64.4613	1.44432	11	0.09070	16	219
91	66.3500	1.42682	17	0.14000	24	203
92	65.7575	1.41896	10	0.14500	14	112
93	66.3200	1.40828	9	0.14660	13	291
94	66.8185	1.39898	21	0.16290	29	316
95	67.5596	1.38543	11	0.06930	15	99
96	68.2795	1.37256	24	0.16900	34	449
97	68.9266	1.36125	15	0.13330	21	219
98	69.7223	1.34765	28	0.14870	39	415



### Lampiran 14

group	:	37					
data	:	BOB2101					
<b># Strongest 3 peaks</b>							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	26	20.0011	4.43574	100	0.59780	149	4397
2	34	26.6631	3.34053	78	0.22410	116	1599
3	7	7.1200	12.40644	62	1.29340	92	2731
<b># Peak Data List</b>							
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	2.8000	31.52809	5	0.04000	7	28	
2	4.0433	21.83568	14	0.11330	21	188	
3	4.5505	19.40294	6	0.05100	9	46	
4	5.0963	17.32610	5	0.05540	8	22	
5	6.0000	14.71837	13	0.00000	20	0	
6	6.6400	13.30110	51	0.36660	76	1646	
7	7.1200	12.40644	62	1.29340	92	2731	
8	7.8000	11.32539	24	0.77000	36	1348	
9	8.8480	9.98617	6	0.06400	9	49	
10	9.3143	9.48726	7	0.04470	10	41	
11	9.7335	9.07958	5	0.04300	7	44	
12	10.6873	8.27131	10	0.12130	15	118	
13	11.5336	7.66622	9	0.21270	14	300	
14	12.3766	7.14588	32	0.48670	48	1282	
15	12.8000	6.91045	12	0.00000	18	0	
16	13.4400	6.59278	9	0.14000	13	133	
17	13.9033	6.36445	12	0.19330	18	307	
18	16.0463	6.00000	7	0.12270	11	100	
19	15.4350	5.73614	9	0.21000	14	142	
20	15.8350	5.59213	9	0.21000	14	204	
21	16.7316	5.29443	5	0.04330	8	34	
22	17.3467	5.10806	18	0.14150	22	214	
23	18.2460	4.85827	14	0.21200	21	305	
24	18.7491	4.72902	16	0.23170	24	253	
25	19.3200	4.69056	16	0.26000	23	266	
26	20.0011	4.43574	100	0.59780	149	4397	
27	20.8200	4.26308	57	0.56000	85	3134	
28	21.9185	4.05185	57	0.39710	85	2244	
29	22.6600	3.93006	6	0.00000	7	0	
30	23.4590	3.78914	6	0.13800	9	143	
31	23.9683	3.70977	7	0.10330	11	112	
32	24.9420	3.56710	36	0.35600	54	1479	
33	26.7530	3.46668	10	0.12600	16	172	
34	26.6631	3.34053	78	0.22410	116	1599	
35	27.7200	3.21561	39	0.39120	56	1222	
36	28.2400	3.15757	48	0.72880	72	2496	
37	29.0000	3.07652	35	0.32000	52	1036	
38	29.4200	3.03355	7	0.00000	11	0	
39	30.2116	2.95585	15	0.11670	23	322	
40	30.8600	2.89612	11	0.13000	16	261	
41	31.5425	2.83410	15	0.11500	23	155	
42	32.1000	2.78614	13	0.09340	19	152	
43	32.5333	2.75001	15	0.22670	22	303	
44	33.0341	2.70946	17	0.19830	26	466	
45	33.5000	2.67283	7	0.00000	10	0	
46	33.9690	2.63699	17	0.20470	25	509	
47	35.4200	2.53222	50	1.31600	75	4314	
48	36.0000	2.49274	44	0.00000	66	0	
49	36.5800	2.45454	36	0.38660	53	1971	

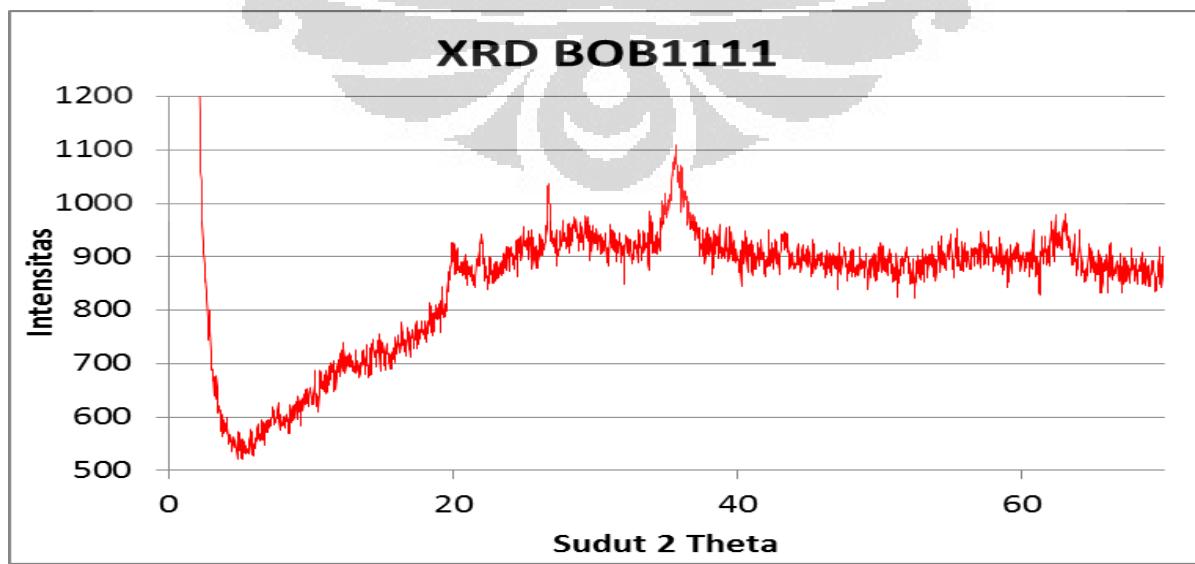
peak no.	2theta (deg)	d (A)	I/I <sub>1</sub>	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
50	37.0200	2.42637	11	0.00000	16	0
51	37.8975	2.37218	19	0.26710	28	656
52	38.5790	2.33183	20	0.33800	30	794
53	39.4307	2.28340	13	0.20140	19	268
54	39.8593	2.25983	23	0.14530	34	341
55	40.3400	2.23400	7	0.04000	10	72
56	40.5000	2.22555	4	0.04000	6	51
57	40.9523	2.20201	15	0.19260	23	340
58	41.3443	2.18203	6	0.03140	9	35
59	42.1715	2.14112	15	0.19300	22	291
60	42.5940	2.12086	22	0.18800	33	319
61	43.2891	2.08840	11	0.15320	16	174
62	43.8537	2.06281	13	0.09250	19	132
63	44.6869	2.02626	16	0.42620	24	845
64	45.8800	1.97631	7	0.03340	11	87
65	46.3567	1.95709	14	0.26000	21	399
66	47.0316	1.93057	13	0.14330	19	190
67	47.6450	1.90713	8	0.07000	12	94
68	48.0368	1.89249	21	0.15980	32	285
69	48.9030	1.86097	14	0.09400	21	127
70	50.1400	1.81792	9	0.16000	13	163
71	50.6350	1.80131	12	0.09000	18	123
72	51.1845	1.78325	11	0.13490	17	281
73	52.2293	1.75001	14	0.12140	21	164
74	53.0733	1.72415	6	0.05330	9	27
75	54.2575	1.68929	13	0.32500	19	480
76	54.6333	1.67855	26	0.24670	38	715
77	55.4800	1.65492	6	0.02280	9	57
78	55.9800	1.64132	10	0.00000	15	0
79	56.6124	1.62448	20	0.16710	30	345
80	57.3383	1.60562	12	0.17670	18	263
81	57.9008	1.59136	14	0.17170	21	224
82	58.5717	1.57472	9	0.17000	13	125
83	58.9920	1.56450	13	0.13600	19	164
84	59.5938	1.55013	10	0.16100	15	162
85	59.9379	1.54205	7	0.17080	10	80
86	60.6046	1.52667	16	0.14270	24	195
87	61.2950	1.51112	15	0.21000	22	718
88	61.8000	1.49998	12	0.00000	18	0
89	62.2416	1.49039	42	0.59670	63	1928
90	63.1362	1.47141	13	0.17750	20	331
91	64.2800	1.44796	4	0.00000	6	0
92	65.3550	1.42672	17	0.31000	25	551
93	65.9320	1.41563	13	0.29600	20	300
94	66.7833	1.39963	15	0.27330	22	399
95	68.0633	1.37629	18	0.15670	27	345
96	68.5000	1.36868	7	0.05600	11	105
97	69.0010	1.35996	11	0.18200	17	263



### Lampiran 15

Group	:	37						
Data	:	BOB1111						
# Strongest 3 peaks								
no.	peak	2theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated	Int
no.		(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	47	35.6375	2.51726	100	0.71500	121	4426	
2	37	26.6501	3.34223	74	0.21590	89	1288	
3	90	62.9717	1.47486	66	0.32000	79	2109	
# Peak Data List								
peak		2theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated	Int
no.		(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1		2.8875	30.57289	6	0.05500	7	21	
2		3.3388	26.44135	11	0.13580	13	120	
3		4.0183	21.97147	9	0.03670	11	38	
4		4.9650	17.78399	10	0.13000	12	99	
5		5.7185	15.44225	10	0.16290	12	104	
6		6.2400	14.15281	11	0.12000	13	158	
7		7.2000	13.11984	10	0.21600	22	694	
8		8.9993	9.81862	8	0.02360	10	28	
9		9.6071	9.19876	17	0.22570	20	468	
10		10.2336	8.63697	21	0.18070	25	513	
11		10.7600	8.21559	8	0.00000	10	0	
12		11.4700	7.70858	30	0.22000	36	809	
13		12.2575	7.21505	28	0.25500	34	867	
14		12.6600	7.04196	10	0.00000	22	0	
15		13.0600	6.77345	3	0.00000	4	0	
16		13.5936	6.50874	16	0.18070	19	319	
17		14.3571	6.16428	24	0.17150	29	319	
18		14.8400	6.86476	15	0.10000	18	360	
19		16.3505	5.41697	21	0.17100	26	346	
20		16.5471	5.35305	9	0.03920	11	28	
21		17.3340	5.11177	15	0.09200	18	114	
22		17.6800	6.01260	10	0.04000	12	72	
23		18.3254	4.89740	15	0.10910	18	121	
24		18.7800	4.72131	5	0.04000	6	54	
25		19.1867	4.62214	14	0.06000	17	68	
26		19.9162	4.45446	53	0.36750	64	2249	
27		20.7400	4.27935	26	0.00000	32	0	
28		21.0400	4.21900	7	0.00000	9	0	
29		21.9483	4.04641	43	0.26230	62	944	
30		22.5778	3.93500	12	0.08440	15	76	
31		23.6209	3.76354	17	0.03820	21	97	
32		24.6375	3.61050	24	0.12500	29	327	
33		24.9343	3.66819	28	0.21140	34	367	
34		25.0800	3.54779	12	0.00000	15	0	
35		25.4137	3.50196	26	0.09250	31	457	
36		26.1600	3.40372	8	0.08000	10	220	
37		26.6501	3.34223	74	0.21590	89	1288	
38		27.6750	3.22073	17	0.17000	21	284	
39		28.5322	3.12589	26	0.29110	32	685	
40		29.3716	3.04669	31	0.11670	30	427	
41		30.2757	2.94973	13	0.07140	16	82	
42		31.0556	2.87741	24	0.08620	29	219	
43		32.1246	2.78406	26	0.06130	32	132	
44		33.2800	2.69000	4	0.00000	6	0	
45		33.8299	2.64752	23	0.16780	28	344	
46		34.8800	2.57018	49	0.19560	59	1022	
47		35.6375	2.51726	100	0.71500	121	4426	
48		36.1200	2.48474	55	0.00000	67	0	
49		36.3200	2.47151	58	0.19500	70	1408	

peak no.	2theta (deg)	d (Å)	I/I <sub>1</sub>	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int. (Counts)
50	36.7600	2.44293	31	0.00000	37	0
51	37.0200	2.42637	19	0.00000	23	0
52	37.7908	2.37863	27	0.09500	33	204
53	38.5282	2.33479	19	0.08760	23	324
54	39.4450	2.28261	26	0.17000	31	479
55	40.5433	2.22327	38	0.11070	46	437
56	40.9400	2.20264	4	0.01600	5	91
57	41.6100	2.16871	26	0.12660	32	368
58	42.1957	2.14043	31	0.11950	37	320
59	42.6600	2.11773	20	0.15200	24	338
60	43.2400	2.09066	24	0.00000	29	0
61	43.5600	2.07604	7	0.00000	8	0
62	44.8000	2.02141	15	0.14280	18	434
63	45.0600	2.01035	9	0.01820	11	85
64	45.8400	1.97794	16	0.07000	19	210
65	46.6921	1.94381	15	0.12430	18	217
66	47.4459	1.91467	28	0.18380	34	442
67	48.0976	1.89024	17	0.13130	20	224
68	48.5975	1.87196	24	0.13000	29	206
69	48.8375	1.86332	7	0.0EE00	9	126
70	49.9790	1.82340	23	0.22470	28	632
71	50.6496	1.80082	33	0.13420	40	310
72	51.8240	1.76274	36	0.23200	43	976
73	52.5000	1.74162	3	0.05000	4	181
74	52.7400	1.73426	12	0.02340	14	131
75	53.0800	1.72395	12	0.07200	14	244
76	53.5626	1.70956	25	0.26810	30	567
77	54.0893	1.69414	36	0.13510	44	448
78	54.8600	1.67215	9	0.00000	11	0
79	55.3433	1.65869	36	0.12670	44	317
80	55.9558	1.64197	21	0.07170	25	112
81	57.1455	1.61058	26	0.13900	31	327
82	57.6750	1.59705	18	0.19000	22	315
83	58.4066	1.57877	14	0.17330	17	250
84	59.4690	1.55308	26	0.18200	31	689
85	60.7702	1.52291	40	0.21550	48	951
86	61.3926	1.50895	59	0.16130	71	1069
87	61.8800	1.49823	11	0.00000	13	0
88	62.1600	1.49215	20	0.00000	24	0
89	62.4800	1.48528	30	0.00000	36	0
90	62.9717	1.47486	65	0.33000	79	2109
91	63.5400	1.46203	6	0.04000	7	171
92	64.7007	1.43956	32	0.15050	39	378
93	65.2605	1.42856	12	0.04900	15	105
94	65.7618	1.41888	11	0.06640	13	81
95	66.1940	1.41066	28	0.13200	34	241
96	66.6050	1.40295	11	0.09000	13	88
97	67.2325	1.39137	11	0.05500	13	76
98	67.6950	1.38298	26	0.15000	32	256
99	68.3018	1.37217	21	0.19640	25	256
100	68.6501	1.36605	17	0.14470	21	141
101	69.1607	1.35721	19	0.18320	23	192
102	69.6171	1.34942	29	0.14760	26	352

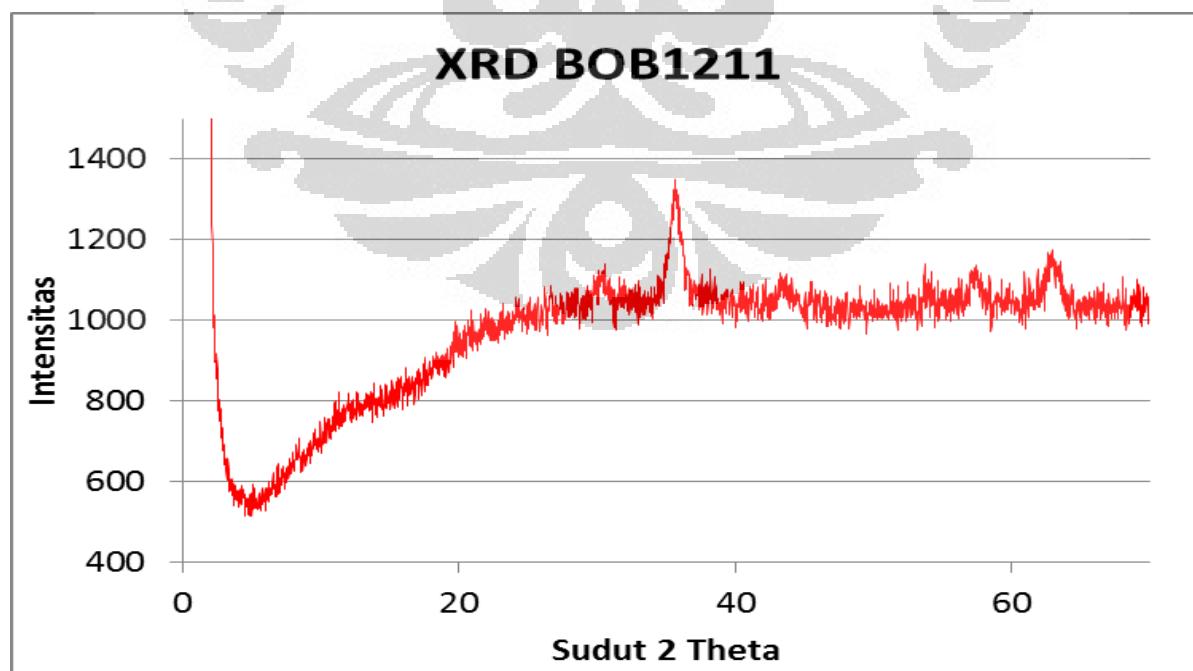


### Lampiran 16

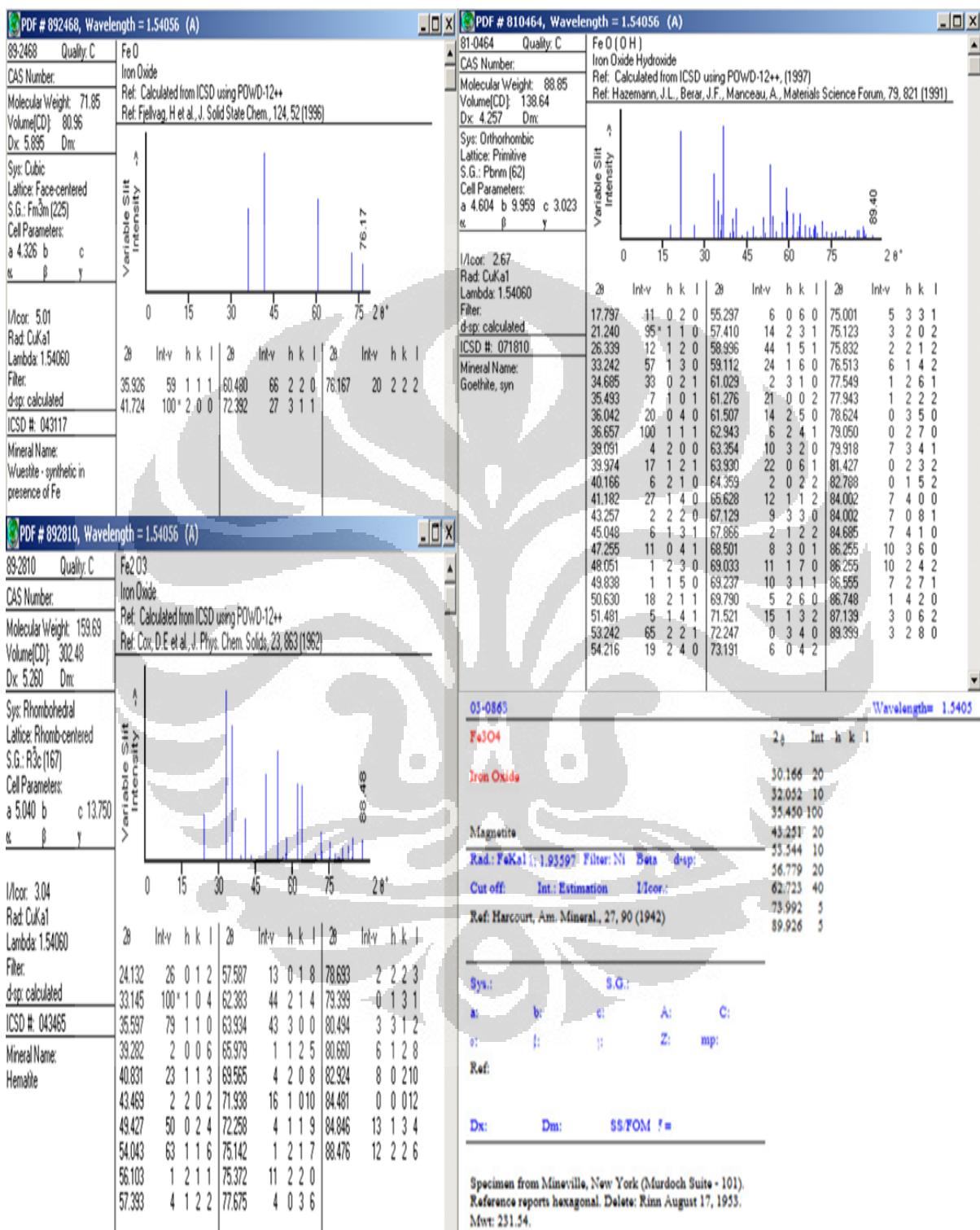
Group : 25  
 Data : SON-12\_11

# Strongest 3 peaks		2Theta	d	I/I <sub>1</sub>	FWHM	Intensity	Integrated Int
no.	peak	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)
1	42	35.6362	2.51735	100	0.78360	195	7877
2	77	62.8828	1.47673	53	0.30560	104	4352
3	66	53.6325	1.70749	36	0.15090	70	941
# Peak Data List							
peak	2Theta	d	I/I <sub>1</sub>	FWHM	Intensity	Integrated Int	
no.	(deg)	(Å)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	2.9258	30.17276	5	0.11830	10	95	
2	4.3487	20.30286	7	0.15750	14	130	
3	5.1089	17.28339	9	0.05780	17	101	
4	5.7160	15.44900	4	0.03200	7	22	
5	6.5000	13.58727	8	0.12000	15	138	
6	7.1200	12.40544	4	0.02660	8	10	
7	8.2821	10.66719	11	0.34430	22	660	
8	9.5464	9.25711	12	0.27290	24	520	
9	10.5058	8.41380	14	0.14170	28	394	
10	11.1000	7.96469	6	0.00000	12	0	
11	11.9380	7.40742	18	0.26000	35	926	
12	12.6260	7.000529	17	0.19600	34	546	
13	13.6018	6.50484	11	0.05360	21	189	
14	14.4600	6.12065	3	0.02000	6	70	
15	14.8970	5.94207	7	0.06600	14	113	
16	15.7659	5.61649	14	0.12820	27	360	
17	16.1137	5.49603	16	0.09250	32	305	
18	17.1957	5.16367	4	0.03140	8	14	
19	17.5585	5.04691	9	0.07300	18	110	
20	18.2160	4.86620	12	0.22400	23	494	
21	19.7922	4.48208	16	0.40050	31	1106	
22	20.6400	4.29986	19	0.11200	38	366	
23	21.8760	4.05962	15	0.20800	30	633	
24	23.0818	3.85020	13	0.10700	26	310	
25	24.1516	3.68202	19	0.24230	38	863	
26	25.0590	3.55071	17	0.27800	33	952	
27	25.9450	3.43143	11	0.13000	22	381	
28	26.6046	3.34784	30	0.25360	59	1126	
29	27.3060	3.26353	14	0.18000	28	312	
30	27.4772	3.24347	7	0.09440	13	143	
31	28.2427	3.15727	14	0.07200	28	242	
32	29.6800	3.000757	15	0.13720	29	577	
33	29.9200	2.98399	16	0.00000	29	0	
34	30.5400	2.92481	31	0.20000	60	1782	
35	31.8082	2.81103	12	0.12850	24	546	
36	32.6093	2.74377	11	0.08530	22	292	
37	33.3857	2.68172	10	0.09140	20	131	
38	33.6191	2.66363	12	0.07170	23	124	
39	34.4400	2.60200	11	0.07000	22	285	
40	34.6800	2.58454	10	0.00000	19	0	
41	34.8800	2.57018	35	0.19120	68	793	
42	35.6362	2.51735	100	0.78360	195	7877	
43	36.3400	2.47020	13	0.00000	25	0	
44	37.2160	2.41404	12	0.11200	23	242	
45	37.8255	2.37653	11	0.17900	22	380	
46	38.1316	2.35815	22	0.10330	42	340	
47	39.4113	2.28448	19	0.11600	37	469	
48	40.2945	2.23642	19	0.10910	37	421	
49	41.2535	2.18662	18	0.12300	36	515	

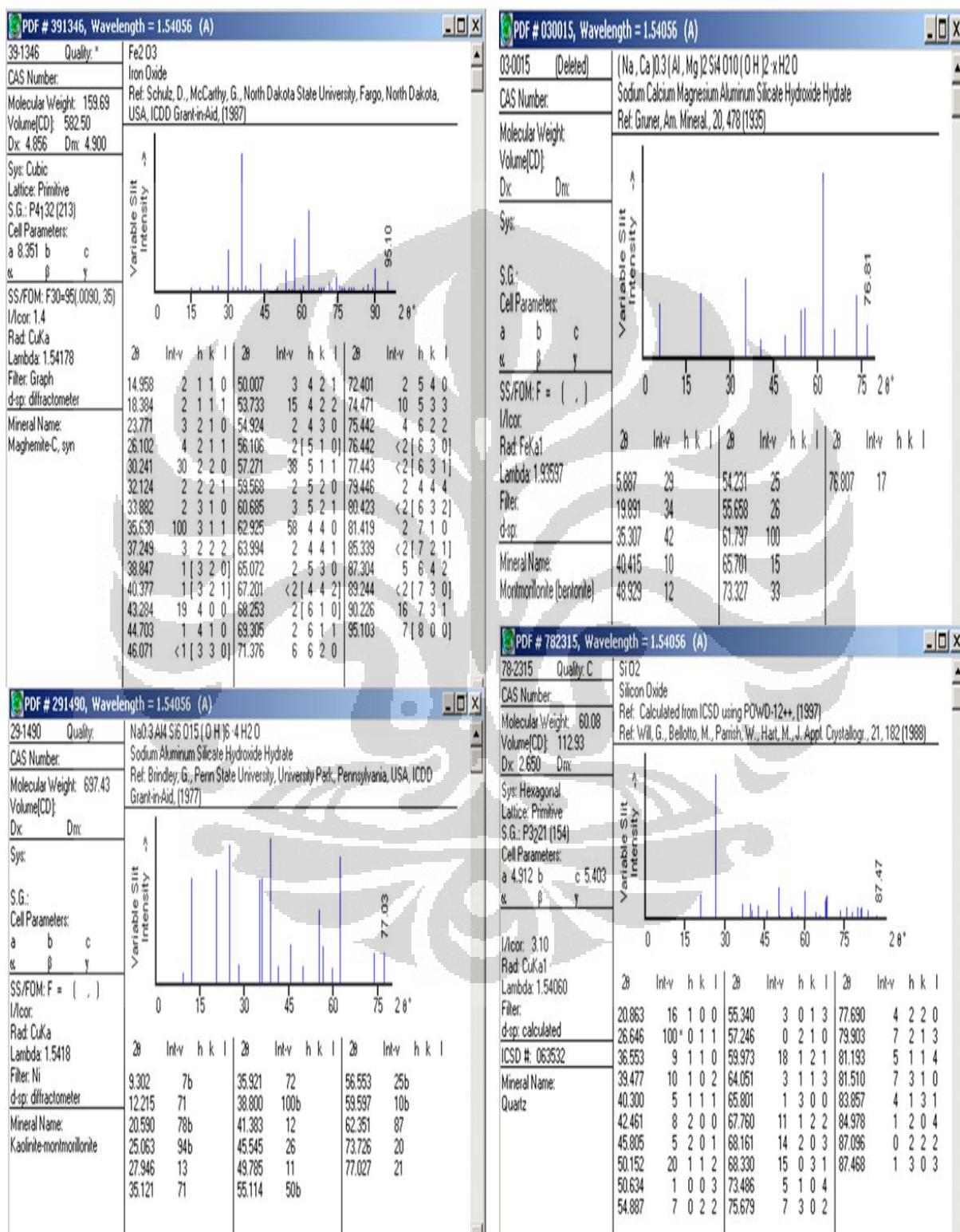
peak no.	2theta (deg)	d (Å)	I/I <sub>1</sub>	RWHK (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int. (Counts)
50	42.1800	2.14071	19	0.12000	38	369
61	43.4600	2.08059	27	0.60000	63	2260
52	44.4361	2.03712	16	0.36110	32	797
53	45.4788	1.99281	27	0.15760	52	798
64	46.4379	1.95386	16	0.19000	33	623
55	47.3925	1.91670	14	0.14000	28	238
56	47.6909	1.90541	16	0.09820	31	158
57	48.0091	1.89352	17	0.21250	34	337
68	48.2800	1.88262	7	0.02180	13	16
59	48.5875	1.87232	11	0.13500	22	362
60	49.0570	1.85549	16	0.16200	31	530
61	50.0194	1.83202	16	0.12460	32	422
62	51.2078	1.78249	22	0.13330	42	431
63	52.1755	1.75169	8	0.13390	16	152
64	52.4339	1.74366	15	0.12780	29	218
65	52.9686	1.72731	4	0.12000	8	172
66	53.6325	1.70749	36	0.15090	70	941
67	54.2800	1.68864	8	0.00000	15	0
68	54.9257	1.67030	17	0.12850	33	324
69	55.2271	1.66190	8	0.12000	16	98
70	57.4085	1.60383	35	0.26290	69	2345
71	59.0493	1.56312	14	0.12530	28	572
72	59.8544	1.54400	13	0.14450	26	442
73	60.1150	1.53793	17	0.11000	33	314
74	61.2846	1.51135	21	0.17650	40	624
75	61.5800	1.50481	10	0.12000	19	152
76	61.8000	1.49779	26	0.00000	49	442
77	62.8828	1.47673	53	0.30560	104	4352
78	65.1000	1.43169	13	0.07000	26	185
79	65.6830	1.42039	9	0.10600	17	262
80	66.2692	1.40924	16	0.16960	31	461
81	67.4800	1.38687	4	0.06660	8	139
82	68.0635	1.37639	21	0.13070	41	525
83	68.8600	1.36240	14	0.00000	28	0
84	69.7430	1.34730	15	0.14390	30	623



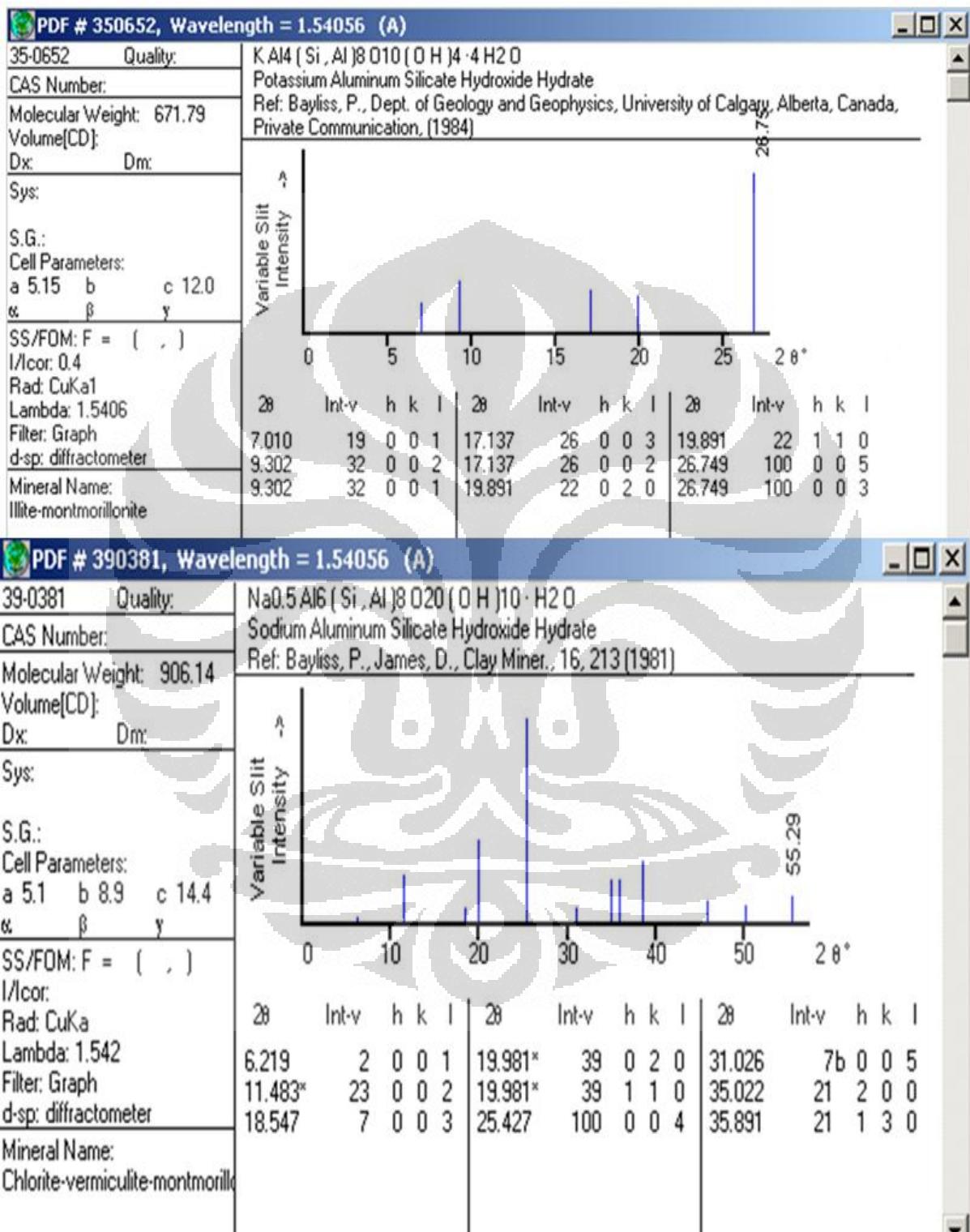
## Lampiran 17



## Lampiran 18



## Lampiran 19



## Lampiran 20



BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN PERTANIAN  
 BALAI BESAR SUMBERDAYA LAHAN PERTANIAN  
 BALAI PENELITIAN TANAH  
**LABORATORIUM TANAH**  
 Jl. Ir. H. Juanda No. 98, Bogor 16123. Telp: (0251) 8322933 Fax: (0251) 8322933

### SERTIFIKAT PENGUJIAN

CERTIFICATE OF ANALYSIS

#### HASIL ANALISIS CONTOH PUPUK

Nomor : 6912012  
 Permintaan : Sri Siparya  
 Asal/Lokasi : Kab. Merangin, Jambi  
 Objek :  
 Tgl.Penerimaan : 26 Maret 2012  
 Tgl.Pengujian : 27 - 28 Maret 2012  
 Jumlah : 2 Contoh

Nomor	Identitas Contoh	Pengujian	Terhadap Contoh Asal															
			N				$\text{P}_2\text{O}_5$				Total							
Urut	Laboratorium	Kode	Nama	Organik	$\text{NH}_4$	$\text{NO}_3$	Total	Total	Strat 2%	Air	K	Ca	Na	Fe	Pb	Cd	As	Hg
1	P. 0601	F1-Bentonit	Pupuk Anorganik	-	-	-	-	-	-	-	0.07	0.01	0.09	-	-	-	-	
2	P. 0602	Na-Bentonit		-	-	-	-	-	-	-	0.08	0.93	0.10	-	-	-	-	

Hasil pengujian ini hanya berlaku bagi contoh yang diuji dan tidak untuk diperbanyak

Sertifikat ini hanya berlaku untuk contoh yang diuji dan tidak dapat diperbanyak tanpa persetujuan dari Balai Penelitian Tanah

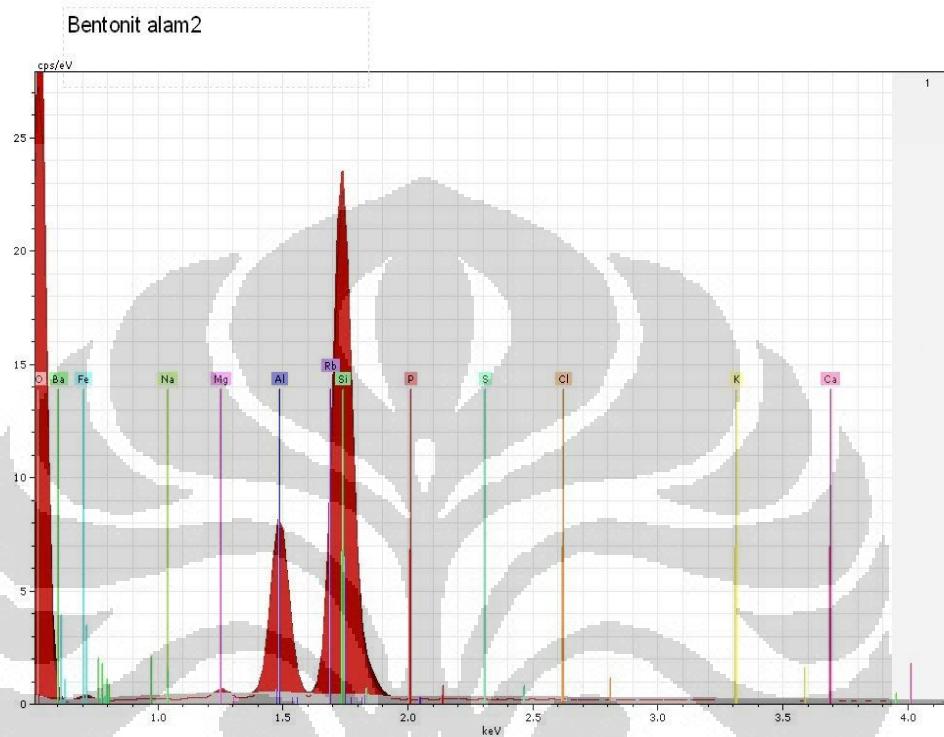
This report/certificate is related to the sample/s submitted only and can not be reproduced in any way,  
 except in full context with the prior written approval from Indonesian Soil Research Institute



ISO 9001



## Lampiran 21



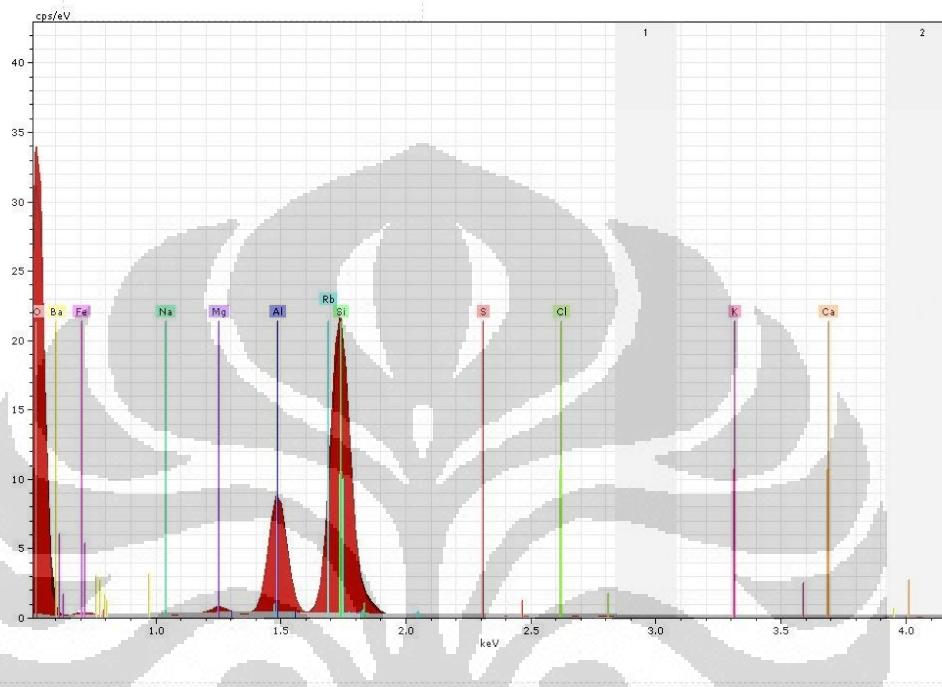
Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt. %]	[at. %]
Oxygen	K-series	62.02	75.33
Silicon	K-series	25.36	17.55
Aluminium	K-series	7.85	5.65
Iron	K-series	2.58	0.90
Magnesium	K-series	0.14	0.11
Potassium	K-series	0.05	0.03
Chlorine	K-series	0.00	0.00
Sulfur	K-series	0.00	0.00
Rubidium	L-series	1.28	0.29
Calcium	K-series	0.11	0.05
Sodium	K-series	0.00	0.00
Phosphorus	K-series	0.00	0.00
Barium	L-series	0.61	0.09
<hr/>			
Total:		100.00	100.00

## Lampiran 21



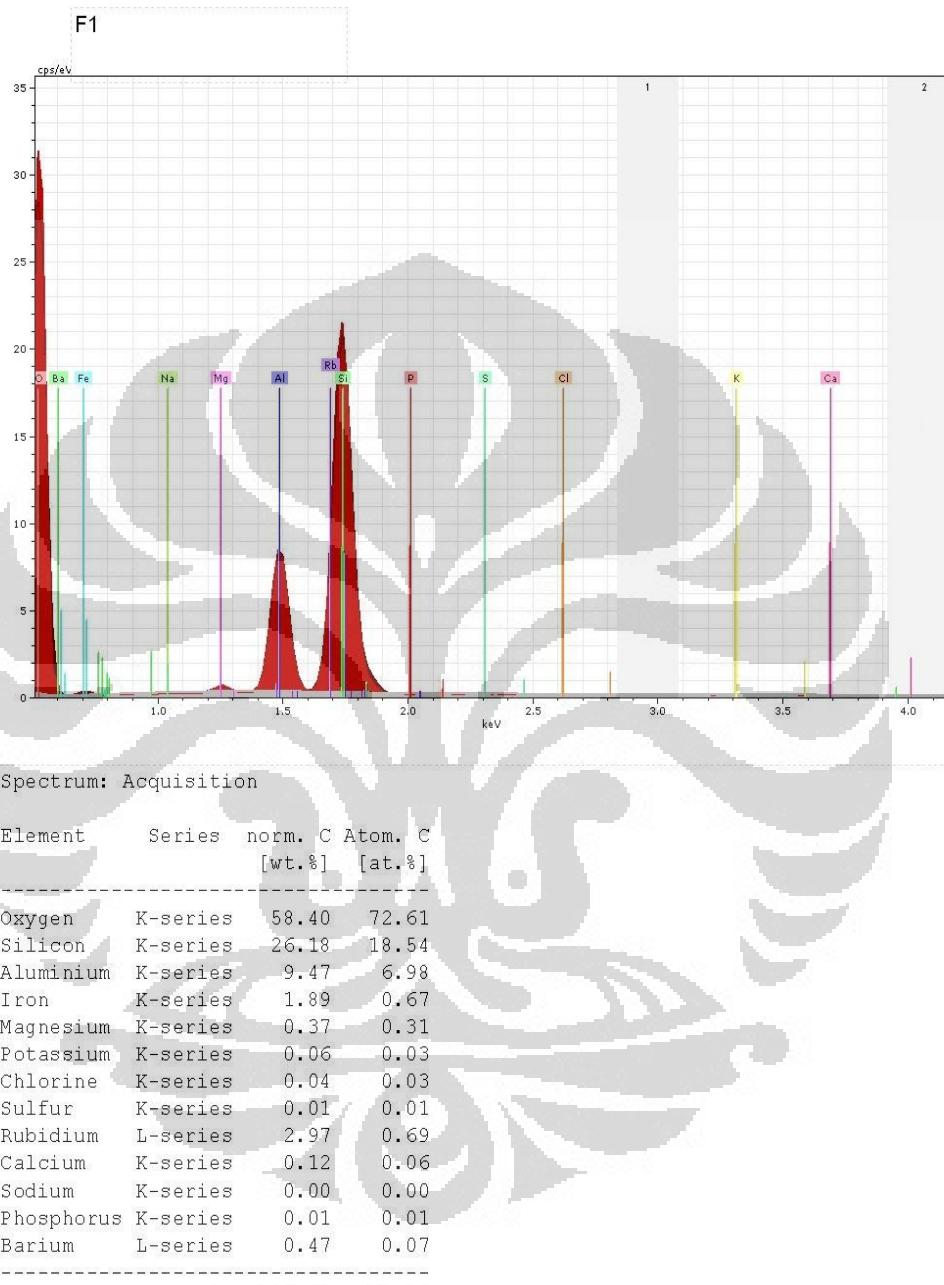
Bentonit alam



Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt.%]	[at.%]
Oxygen	K-series	57.72	72.00
Silicon	K-series	26.34	18.71
Aluminum	K-series	9.62	7.11
Rubidium	L-series	2.46	0.57
Iron	K-series	2.30	0.82
Barium	L-series	0.54	0.08
Calcium	K-series	0.20	0.10
Sodium	K-series	0.01	0.01
Magnesium	K-series	0.53	0.43
Potassium	K-series	0.19	0.10
Chlorine	K-series	0.06	0.03
Sulfur	K-series	0.03	0.02
Total:		100.00	100.00

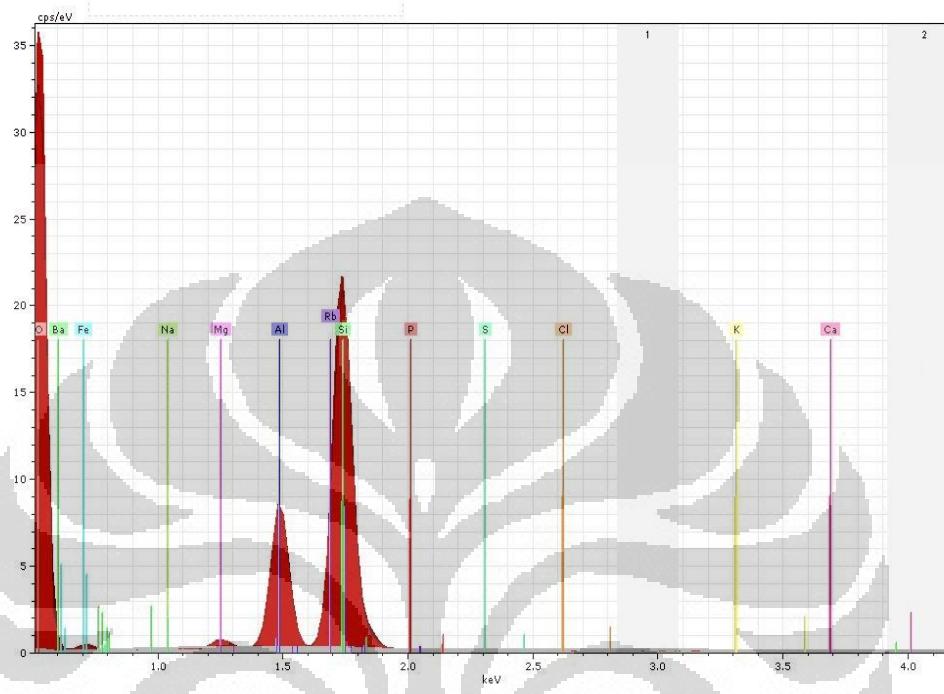
## Lampiran 22



## Lampiran 22



F1\_2



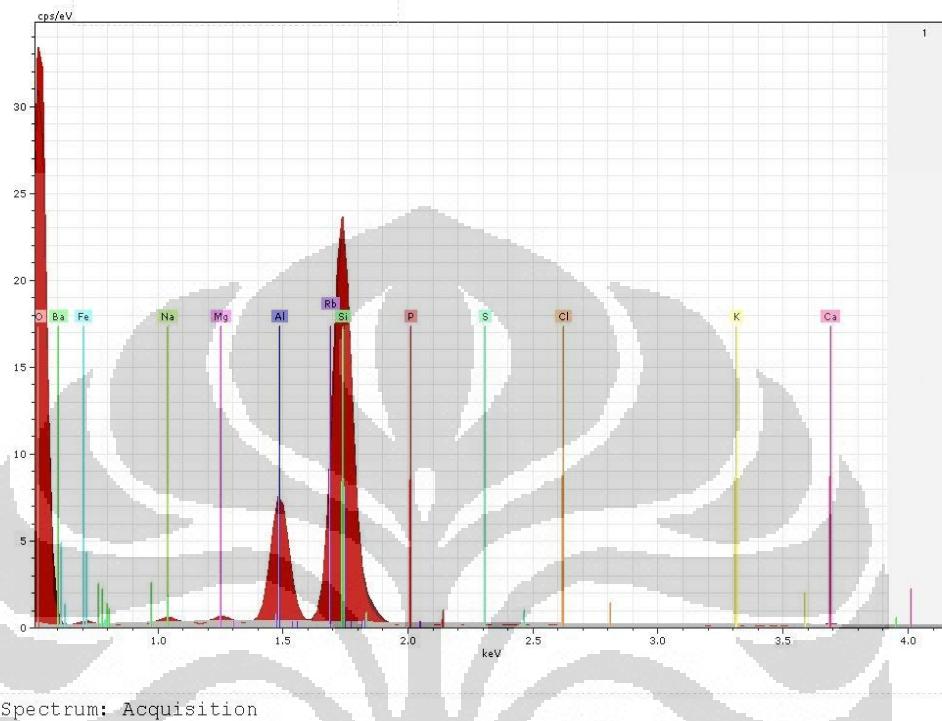
Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt. %]	[at. %]
Oxygen	K-series	57.98	72.09
Silicon	K-series	26.72	18.92
Aluminium	K-series	9.43	6.95
Iron	K-series	1.71	0.61
Magnesium	K-series	0.54	0.44
Potassium	K-series	0.14	0.07
Chlorine	K-series	0.09	0.05
Sulfur	K-series	0.11	0.07
Rubidium	L-series	2.47	0.57
Calcium	K-series	0.11	0.05
Sodium	K-series	0.03	0.02
Phosphorus	K-series	0.10	0.07
Barium	L-series	0.57	0.08
<hr/>			
Total:		100.00	100.00

## Lampiran 23

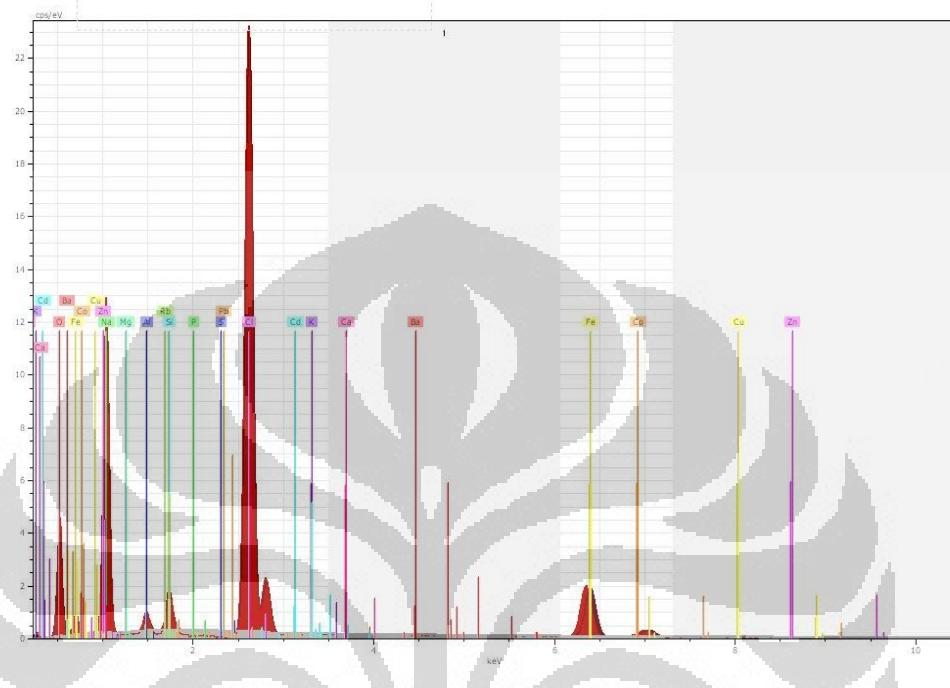


Natrium bentonit



Spectrum: Acquisition

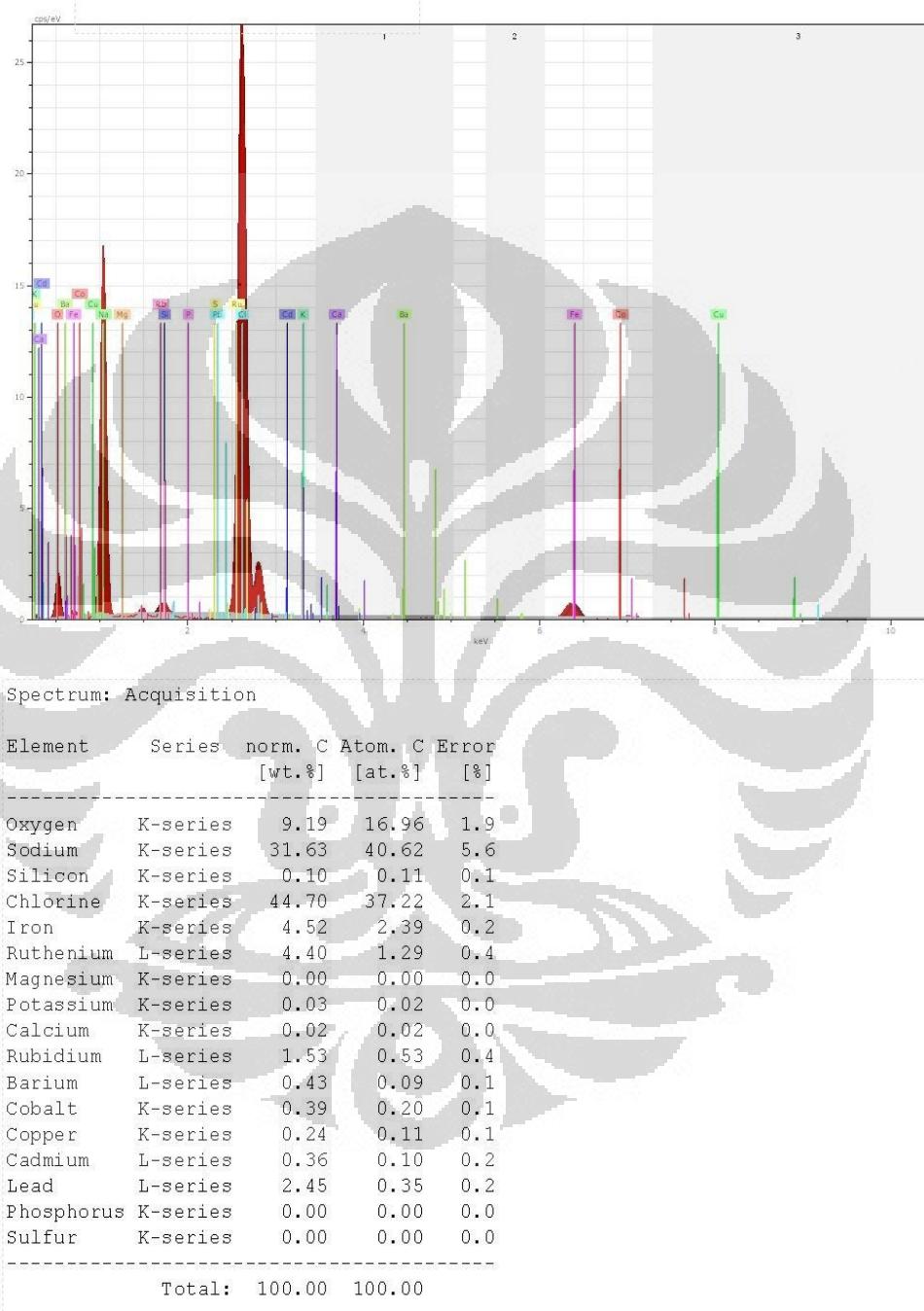
Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt. %]	[at. %]
Oxygen	K-series	59.13	72.97
Silicon	K-series	27.46	19.31
Aluminium	K-series	7.84	5.73
Iron	K-series	1.51	0.54
Magnesium	K-series	0.30	0.25
Potassium	K-series	0.04	0.02
Chlorine	K-series	0.04	0.02
Sulfur	K-series	0.03	0.02
Rubidium	L-series	2.45	0.57
Calcium	K-series	0.23	0.12
Sodium	K-series	0.44	0.38
Phosphorus	K-series	0.02	0.01
Barium	L-series	0.50	0.07
<hr/>			
Total:		100.00	100.00

**Lampiran 24****BOB1211 REGENERASI**

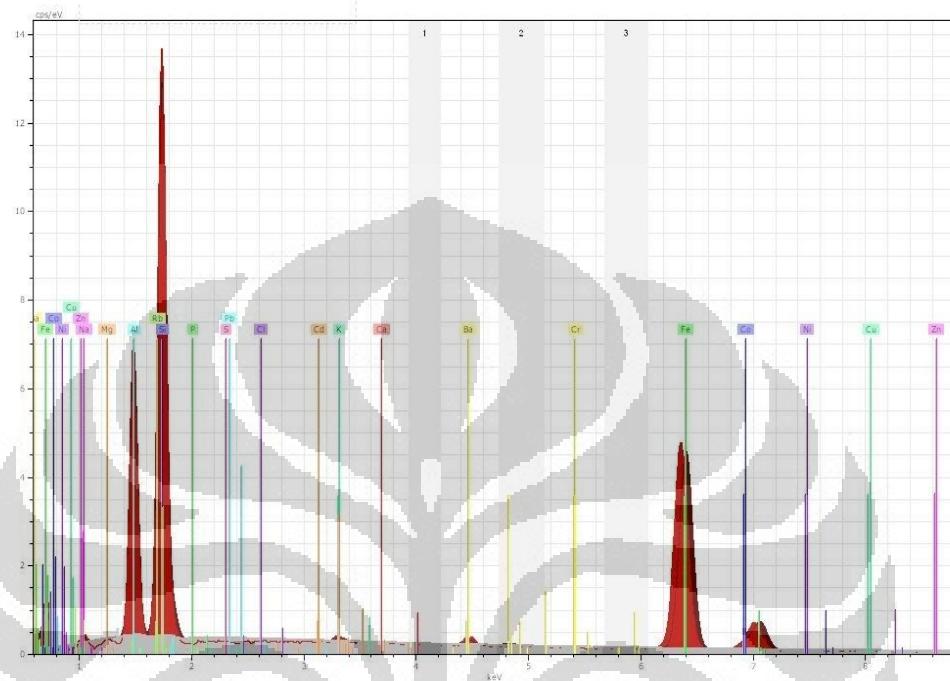
## Lampiran 24



BOB1211 REGENERASI



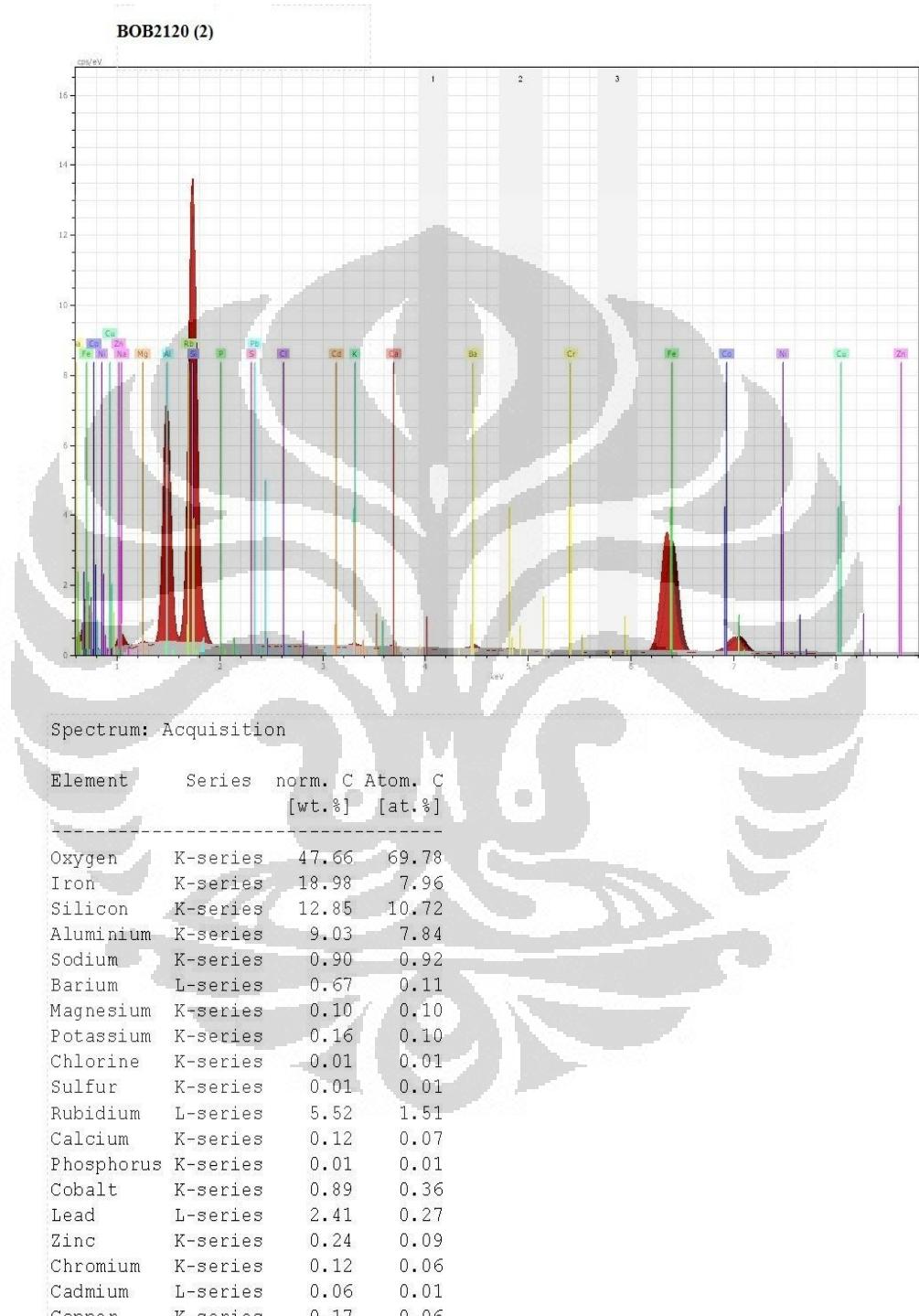
Page 2 / 2

**Lampiran 25****BOB2120 (1)**

Spectrum: Acquisition

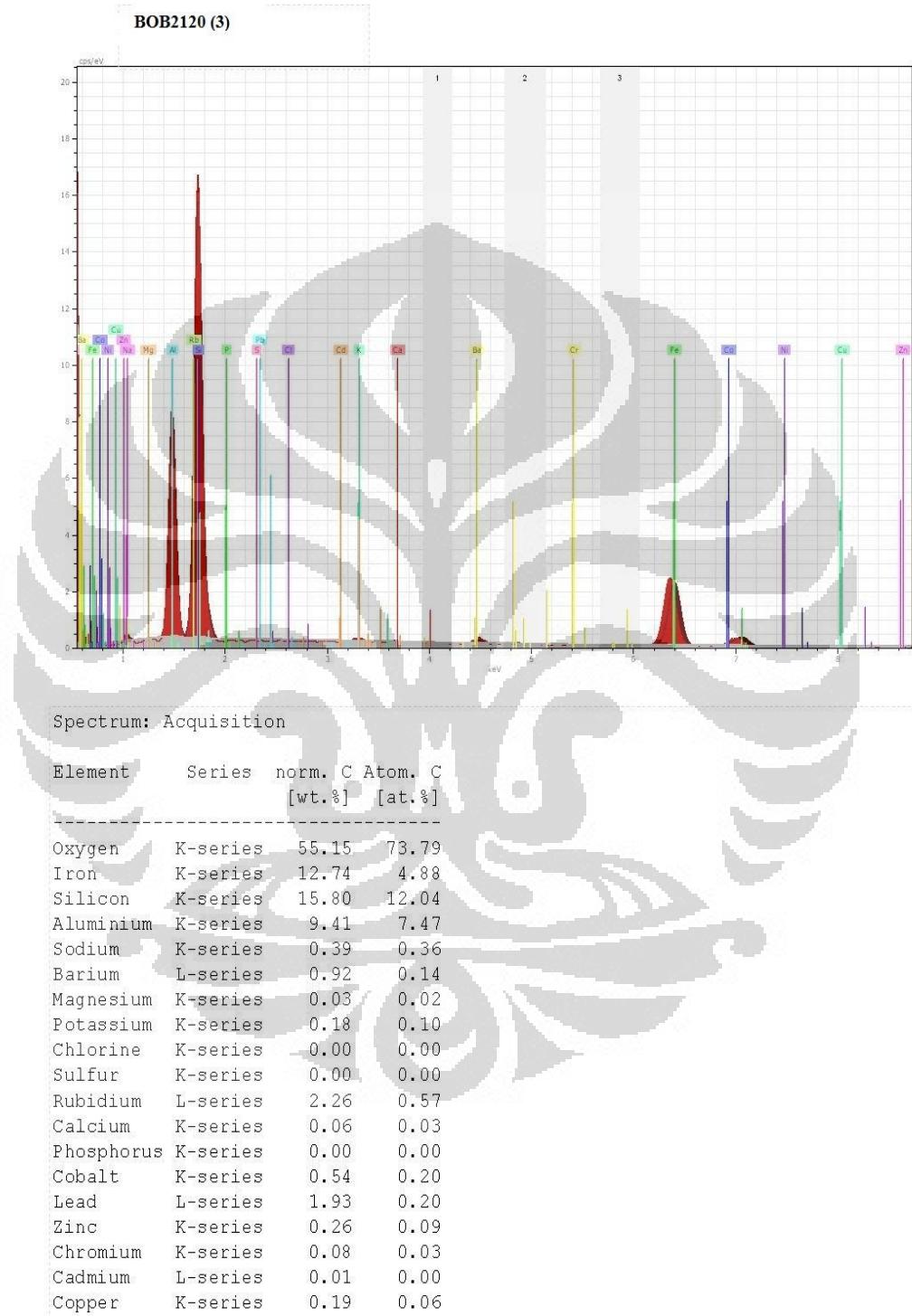
Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt. %]	[at. %]
Oxygen	K-series	44.56	67.20
Iron	K-series	25.64	11.07
Silicon	K-series	13.92	11.96
Aluminium	K-series	8.56	7.65
Sodium	K-series	0.32	0.34
Barium	L-series	0.78	0.14
Magnesium	K-series	0.00	0.00
Potassium	K-series	0.16	0.10
Chlorine	K-series	0.00	0.00
Sulfur	K-series	0.00	0.00
Rubidium	L-series	1.58	0.45
Calcium	K-series	0.08	0.05
Phosphorus	K-series	0.00	0.00
Cobalt	K-series	1.21	0.50
Lead	L-series	2.50	0.29
Zinc	K-series	0.23	0.09
Chromium	K-series	0.07	0.03
Cadmium	L-series	0.03	0.01
Copper	K-series	0.32	0.12

## Lampiran 25



Page 2 / 3

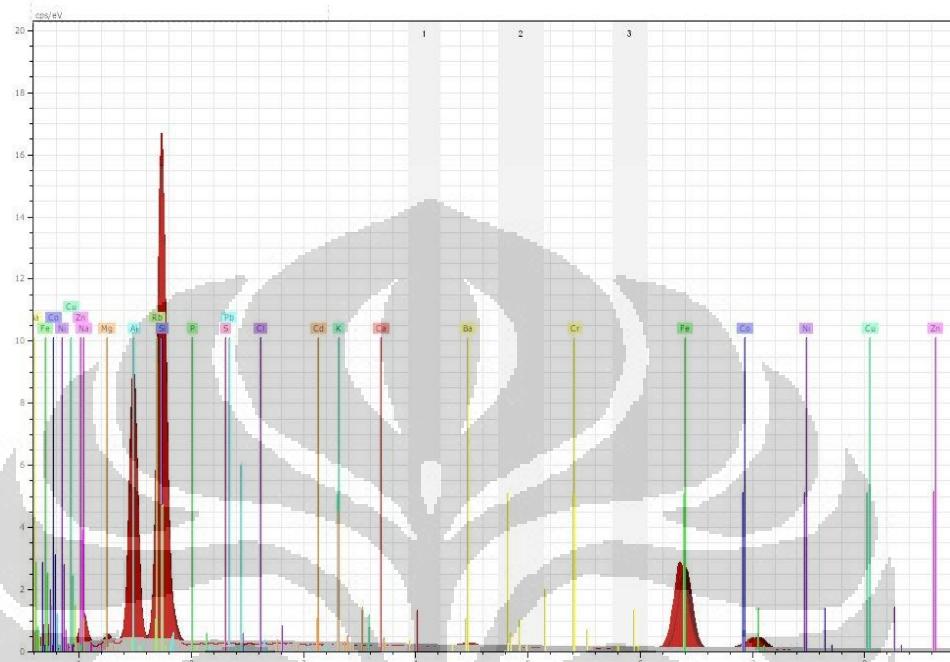
## Lampiran 25



Page 3 / 3

**Lampiran 26**

BOB2101 (1)

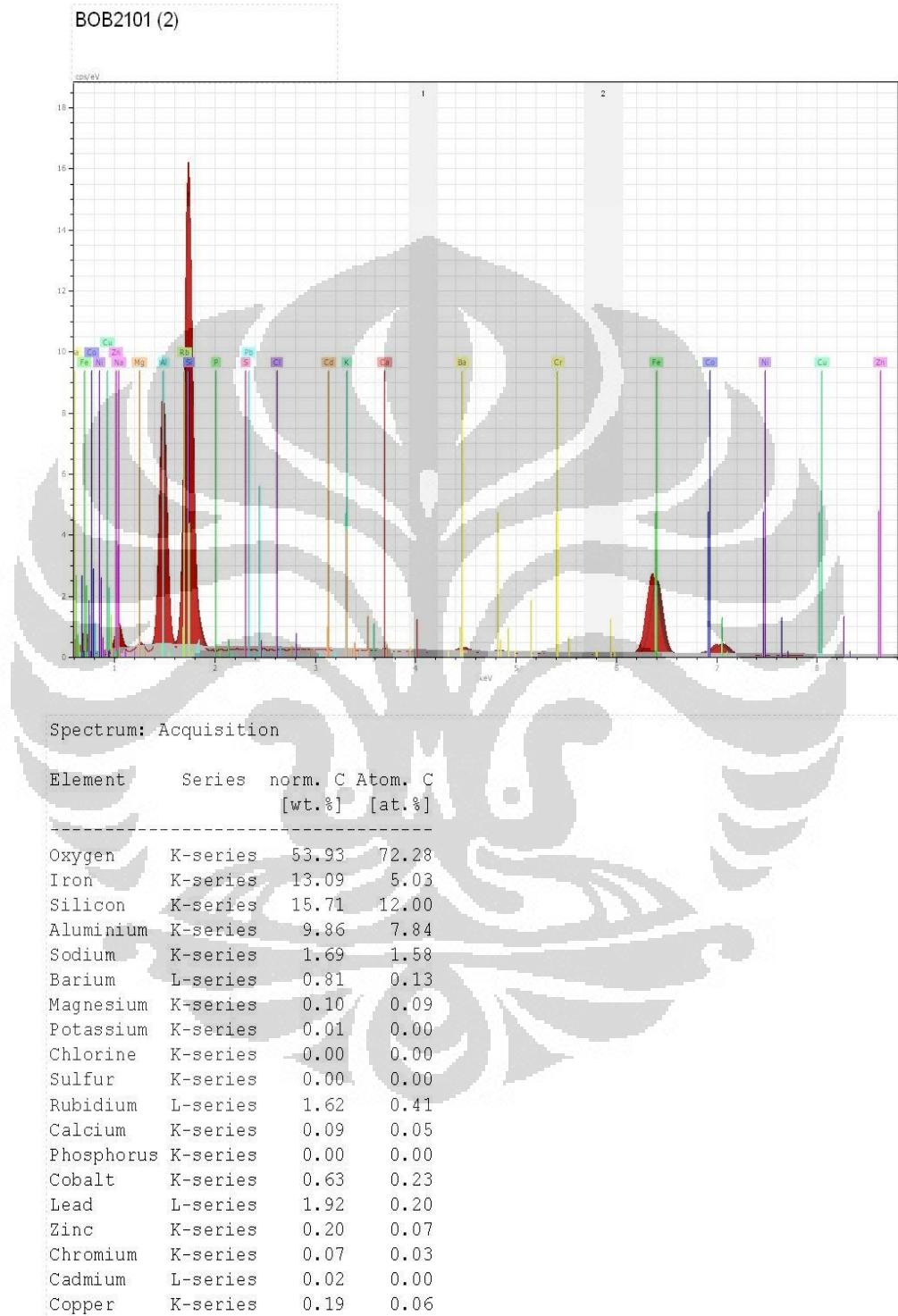


Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C Atom.	C [wt.%]	C [at.%]
Oxygen	K-series	52.56	71.29	
Iron	K-series	14.05	5.46	
Silicon	K-series	15.54	12.01	
Aluminium	K-series	10.03	8.07	
Sodium	K-series	1.81	1.71	
Barium	L-series	0.67	0.11	
Magnesium	K-series	0.16	0.14	
Potassium	K-series	0.03	0.02	
Chlorine	K-series	0.00	0.00	
Sulfur	K-series	0.00	0.00	
Rubidium	L-series	1.55	0.39	
Calcium	K-series	0.05	0.03	
Phosphorus	K-series	0.00	0.00	
Cobalt	K-series	0.92	0.34	
Lead	L-series	1.93	0.20	
Zinc	K-series	0.23	0.07	
Chromium	K-series	0.08	0.03	
Cadmium	L-series	0.00	0.00	
Copper	K-series	0.24	0.08	



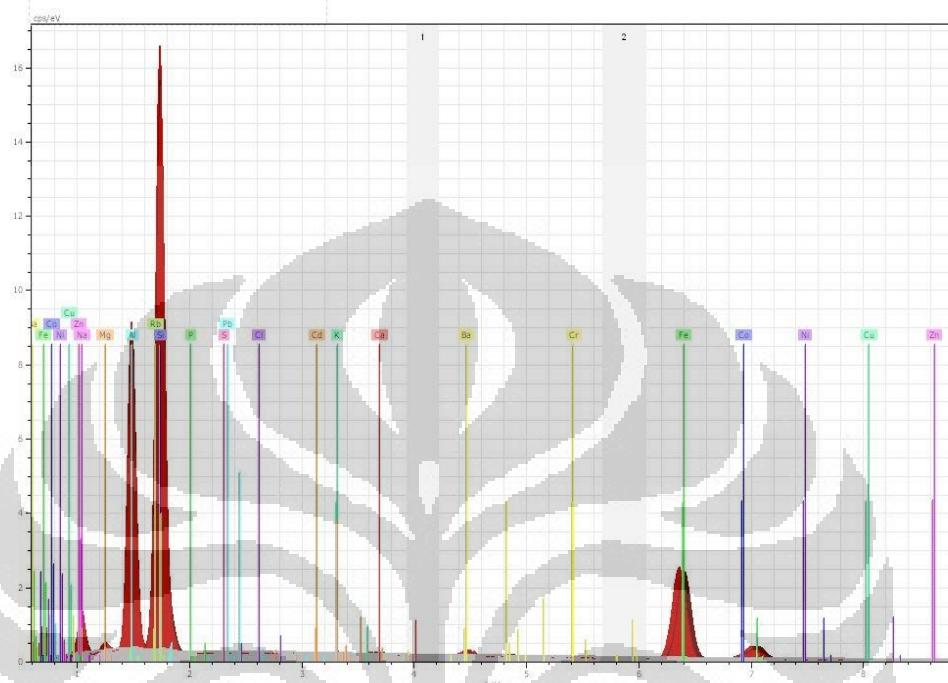
### Lampiran 26



Page 2 / 3

**Lampiran 26**

BOB2101 (3)



Spectrum: Acquisition

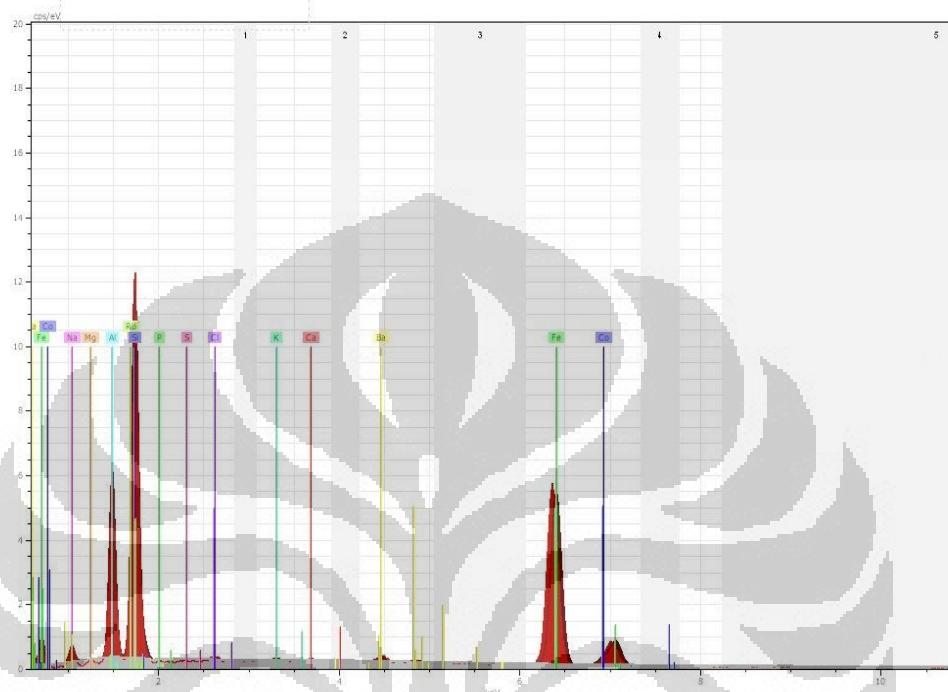
Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt. %]	[at. %]
Oxygen	K-series	50.90	69.63
Iron	K-series	12.88	5.05
Silicon	K-series	16.37	12.75
Aluminium	K-series	10.63	8.62
Sodium	K-series	2.28	2.17
Barium	L-series	0.76	0.12
Magnesium	K-series	0.26	0.24
Potassium	K-series	0.07	0.04
Chlorine	K-series	0.03	0.02
Sulfur	K-series	0.00	0.00
Rubidium	L-series	2.55	0.65
Calcium	K-series	0.15	0.08
Phosphorus	K-series	0.00	0.00
Cobalt	K-series	0.69	0.26
Lead	L-series	1.86	0.20
Zinc	K-series	0.21	0.07
Chromium	K-series	0.05	0.02
Cadmium	L-series	0.15	0.03
Copper	K-series	0.11	0.04

Page 3 / 3

## Lampiran 27



BOB2121 (1)



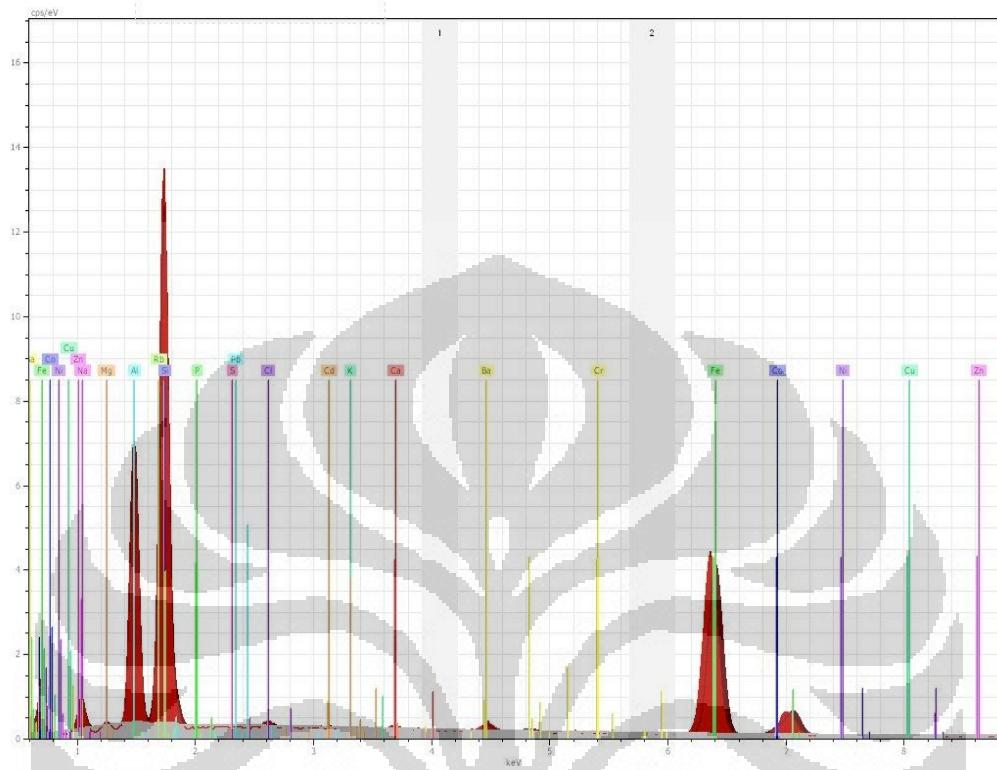
Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt. %]	[at. %]
Oxygen	K-series	40.30	62.05
Iron	K-series	27.63	12.18
Silicon	K-series	15.60	13.68
Aluminium	K-series	9.51	8.68
Sodium	K-series	1.41	1.51
Barium	L-series	0.93	0.17
Magnesium	K-series	0.02	0.02
Potassium	K-series	0.16	0.10
Chlorine	K-series	0.20	0.14
Sulfur	K-series	0.00	0.00
Rubidium	L-series	2.62	0.76
Calcium	K-series	0.14	0.08
Phosphorus	K-series	0.00	0.00
Cobalt	K-series	1.48	0.62
<hr/>			
Total:		100.00	100.00

### Lampiran 27



BOB2121 (2)



Spectrum: Acquisition

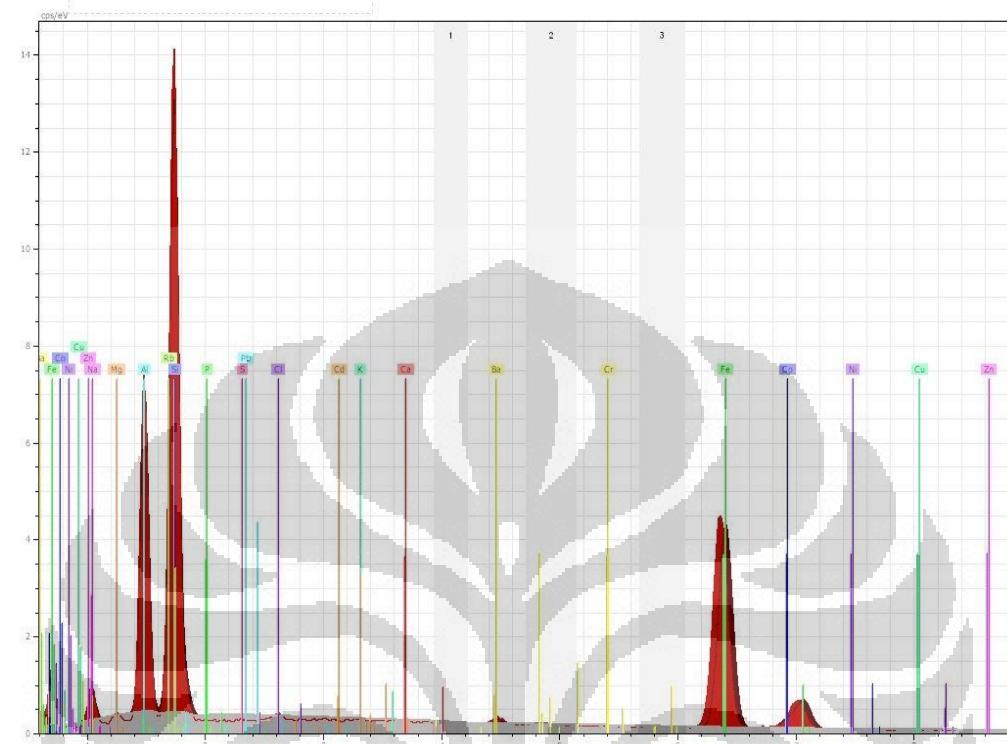
Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt.%]	[at. %]
Oxygen	K-series	43.40	65.91
Iron	K-series	23.10	10.05
Silicon	K-series	13.29	11.50
Aluminium	K-series	9.06	8.16
Sodium	K-series	1.68	1.77
Barium	L-series	1.11	0.20
Magnesium	K-series	0.09	0.09
Potassium	K-series	0.02	0.01
Chlorine	K-series	0.16	0.11
Sulfur	K-series	0.00	0.00
Rubidium	L-series	3.77	1.07
Calcium	K-series	0.15	0.09
Phosphorus	K-series	0.00	0.00
Cobalt	K-series	1.13	0.47
Lead	L-series	2.16	0.25
Zinc	K-series	0.31	0.12
Chromium	K-series	0.05	0.02
Cadmium	L-series	0.15	0.03
Copper	K-series	0.27	0.10
Nickel	K-series	0.10	0.04

Total: 100.00 100.00

Page 2 / 3

**Lampiran 27**

BOB2121 (3)



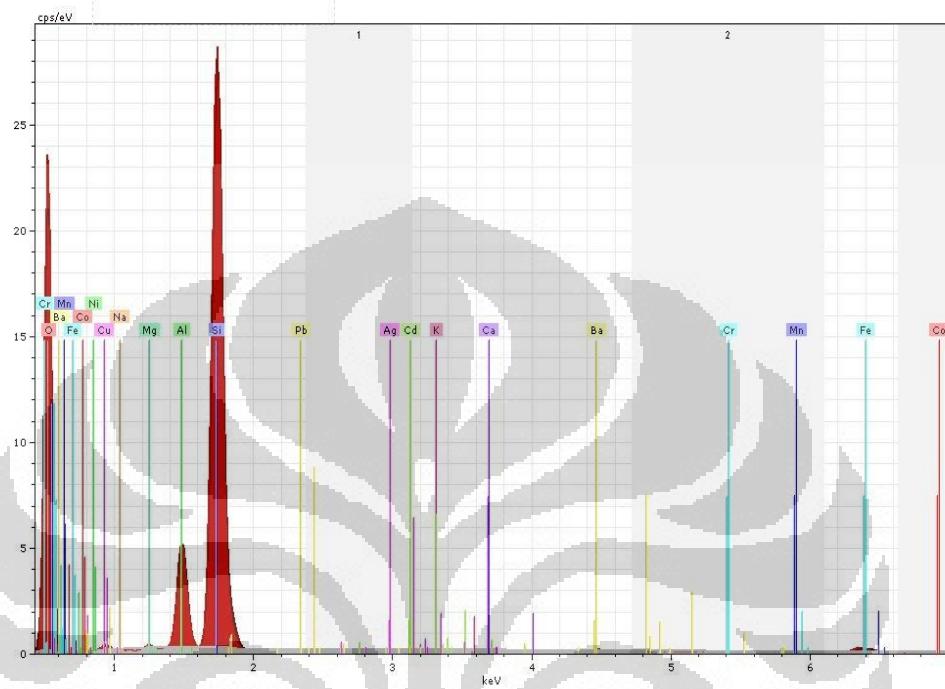
Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C
		[wt.%]	[at.%]
Oxygen	K-series	46.11	68.52
Iron	K-series	24.08	10.25
Silicon	K-series	12.63	10.69
Aluminium	K-series	8.19	7.21
Sodium	K-series	1.38	1.43
Barium	L-series	0.66	0.11
Magnesium	K-series	0.04	0.04
Potassium	K-series	0.00	0.00
Chlorine	K-series	0.05	0.03
Sulfur	K-series	0.00	0.00
Rubidium	L-series	2.38	0.66
Calcium	K-series	0.02	0.01
Phosphorus	K-series	0.00	0.00
Cobalt	K-series	1.33	0.53
Lead	L-series	2.61	0.30
Zinc	K-series	0.18	0.07
Chromium	K-series	0.05	0.02
Cadmium	L-series	0.00	0.00
Copper	K-series	0.24	0.09
Nickel	K-series	0.06	0.03
<hr/>			
Total:		100.00	100.00

Page 3 / 3

**Lampiran 28**

NaMMTCuen

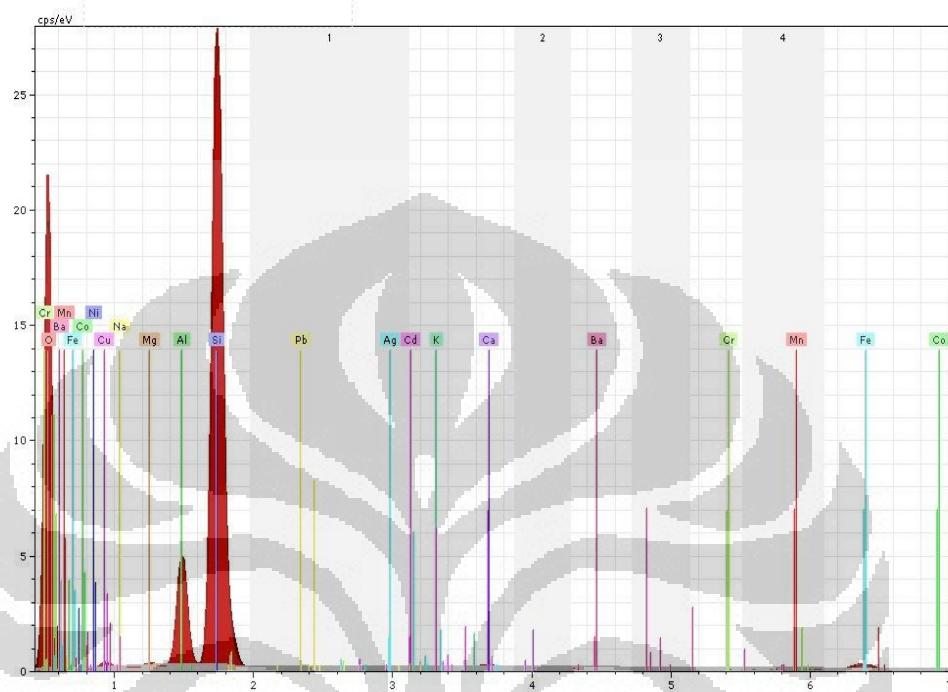


Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C	Error
		[wt.%]	[at.%]	[%]
Oxygen	K-series	57.58	72.19	8.4
Aluminium	K-series	6.16	4.58	0.4
Silicon	K-series	30.60	21.86	1.7
Iron	K-series	0.87	0.31	0.1
Copper	K-series	1.24	0.39	0.1
Barium	L-series	0.45	0.07	0.1
Sodium	K-series	0.01	0.01	0.0
Magnesium	K-series	0.15	0.12	0.0
Calcium	K-series	0.22	0.11	0.1
Potassium	K-series	0.06	0.03	0.1
Cadmium	L-series	0.19	0.03	0.2
Cobalt	K-series	0.06	0.02	0.0
Nickel	K-series	0.08	0.03	0.0
Manganese	K-series	0.01	0.00	0.0
Chromium	K-series	0.07	0.03	0.0
Silver	L-series	0.02	0.00	0.0
Lead	L-series	2.24	0.22	0.2
<hr/>				
Total:		100.00	100.00	

**Lampiran 28**

NaMMTCuen



Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	56.03	70.52	8.5
Aluminium	K-series	6.39	4.77	0.4
Silicon	K-series	32.66	23.42	1.8
Iron	K-series	0.85	0.31	0.1
Copper	K-series	1.18	0.37	0.1
Sodium	K-series	0.02	0.01	0.0
Magnesium	K-series	0.17	0.14	0.0
Potassium	K-series	0.07	0.04	0.1
Calcium	K-series	0.20	0.10	0.1
Barium	L-series	0.30	0.04	0.0
Chromium	K-series	0.03	0.01	0.0
Manganese	K-series	0.05	0.02	0.0
Cobalt	K-series	0.08	0.03	0.0
Nickel	K-series	0.10	0.03	0.0
Silver	L-series	0.06	0.01	0.0
Cadmium	L-series	0.08	0.01	0.1
Lead	L-series	1.74	0.17	0.2
<hr/>				
Total:		100.00	100.00	

## Lampiran 29

### Data Adsorpsi dan Penentuan Lineritas Isotherm Adsorpsi

#### Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB2120)

ppm awal (mg/L)	Ce (mmol/L)	log Ce	ppm terserap (mg/L)	qe(mmol/g)	log qe	Ce/qe
11,24	0,1	-1	11,24	0,100357143	-0,998451711	1
33,72	0,3	-0,5228787	33,72	0,301071429	-0,521330457	1
67,44	0,6	-0,2218487	53,53	0,477946429	-0,320620779	1,259854287
112,4	1	0	72,2	0,644642857	-0,190680825	1,556786704
337,2	3	0,47712125	55,19	0,492767857	-0,307357629	6,1098025

#### Komposit Bentonit Oksida Besi (BOB1211)

ppm awal (mg/L)	Ce (mmol/L)	log Ce	ppm terserap (mg/L)	qe (mmol/g)	log qe	Ce/qe
11,24	0,1	-1	11,24	0,1	-1	1
33,72	0,3	-0,5228787	29,3	0,260676157	-0,583898691	1,150853242
67,44	0,6	-0,2218487	45,87	0,408096085	-0,389237571	1,470241988
112,4	1	0	51,35	0,456850534	-0,340225863	2,188899708
168,6	1,5	0,17609126	96,59	0,859341637	-0,065834145	1,745522311
224,8	2	0,30103	118,64	1,055516014	0,023464827	1,894807822
337,2	3	0,47712125	170,72	1,51886121	0,181518091	1,975164011
562	5	0,69897	437,45	3,891903915	0,59016211	1,284718254
1124	10	1	828,98	7,375266904	0,867777742	1,355883133
2248	20	1,30103	407,239	3,623122776	0,559083051	5,52009999