



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ORGANOCLAY
TASIKMALAYA TERINTERKALASI SURFAKTAN KATIONIK
ODTMABr SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN P-
KLOOROFENOL**

SKRIPSI

**TEGAR BAKTI PUTRA
0706263492**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ORGANOCLAY
TASIKMALAYA TERINTERKALASI SURFAKTAN KATIONIK
ODTMABr SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN P-
KLOOROFENOL**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**TEGAR BAKTI PUTRA
0706263492**

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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Tegar Bakti P.

NPM : 0706263492

Tanda Tangan : 

Tanggal : 6 Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Tegar Bakti P.
NPM : 0706263492
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Organoclay Tasikmalaya Terinterkalasi surfaktan Kationik ODTMABr serta Aplikasinya Sebagai Adsorben P-klorofenol

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Yuni Krisyuningsih, K

Pembimbing : Drs. Ismunaryo, M, M. Phil

Penguji : Dr. Riwandi Sihombing

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

Penguji : Drs. Ir. Antonius Herry Cahyana

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 6 Juli 2012

KATA PENGANTAR

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

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

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

- (1) Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi S.Si., M.Sc., dan Drs. Ismunaryo. M, M. Phil., selaku dosen Pembimbing Penelitian yang telah sabar menghadapi saya dan menyediakan waktu, tenaga, serta pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
- (2) Dr. Ridla Bakri, M. Phil, selaku Ketua Departemen Kimia, dan Pembimbing Akademis, Drs. Ismunaryo. M, M. Phil, serta Dosen Pengajar di Departemen Kimia yang telah banyak membagi ilmu dan senantiasa membimbing mahasiswa untuk tetap terus belajar dan berkarya.
- (3) Papa dan Mama yang selalu senantiasa memberikan kasih sayangnya, dan mendukung secara moral maupun material..
- (4) Rohman, Rifan, Johanes, Mita, Reka, Sisil, Ikor, Savitri, Zetri, Widi, Adli, Yomi, Muhtar, dan teman-teman kimia angkatan 2007 lainnya.
- (5) Teman seperjuangan penelitian anorganik, Hadi, Mita, Reza, Irna, dan Budi.
- (6) Teman-teman kimia angkatan 2008, 2009, dan 2010.
- (7) Teman-teman Tae Kwon Do dan SMA, Budi, Bhismo, Okta, Cuplis, Harda,

Dedif, Eryadi, Dadi, Umam, dan Andri.

- (8) Mba Ati, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Ema, Mba Elva, Pak Hedi, Pak Kiri, Pak Amin, Pak Trisno (Babe), Pak Mul, Pak Hadi, Pak Mardji, dan pegawai di Lab Afiliasi, saya mengucapkan terima kasih telah banyak membantu saya demi terselesaikannya penelitian ini.
- (9) Rekan-rekan penelitian di lantai 3 dan 4.
- (10) Teman-teman dalas, Edo, Kamal, Cimot, Damar, Sob, Ovan, Aul, Galih, Nan, Kiba, Ricardo dan yang lainnya.
- (11) Teman-teman kost asgard, dipta, ilham, lugi, dan yang lainnya.
- (12) Para sarjana yang banyak membantu melalui tulisan skripsinya sebagai bahan referensi, Ka Irwansyah, Ka Andy, Ka Danar, Ka Andika, Ka Diana, Evi dan Rafi.

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

Penulis

2012

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

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

Nama : Tegar Bakti P.
NPM : 0706263492
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

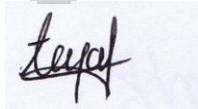
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Preparasi dan Karakterisasi Organoclay Tasikmalaya Terinterkalasi surfaktan
Kationik ODTMABr serta Aplikasinya Sebagai Adsorben P-klorofenol

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Juli 2012
Yang menyatakan



(Tegar Bakti P.)

ABSTRAK

Nama : Tegar Bakti P.
Program Studi : Kimia
Judul : Preparasi dan Karakterisasi Organoclay Tasikmalaya Terinterkalasi surfaktan Kationik ODTMABr serta Aplikasinya Sebagai Adsorben P-klorofenol

Organoclay Tasikmalaya merupakan hasil modifikasi montmorillonit (MMT) yang berasal dari bentonit Tasikmalaya dengan surfaktan kationik ODTMABr. Sebelum dimodifikasi, dilakukan proses fraksinasi terhadap bentonit Tasikmalaya untuk memurnikan montmorillonit (MMT) yang ada pada bentonit. Kemudian dilakukan penyeragaman kation penyeimbang pada MMT dengan Na^+ sehingga terbentuk Na-MMT. Selanjutnya dengan menggunakan kompleks tembaga amin, ditentukan nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK) dan diperoleh nilai KTK sebesar 65,6mek/100gram Na-MMT. Konsentrasi ODTMABr yang ditambahkan pada preparasi organoclay sesuai dengan nilai 1 KTK. Hasil karakterisasi preparasi organoclay dengan XRD, FTIR dan EDS menunjukkan bahwa surfaktan ODTMABr telah berhasil terinterkalasi ke dalam MMT. Selanjutnya, produk organoclay tersebut diuji kemampuan adsorpsinya terhadap p-klorofenol dengan variasi konsentrasi (5-50 ppm) dan membandingkannya dengan kemampuan adsorpsi dari bentonit alam dengan konsentrasi p-klorofenol yang sama. Dari data yang diperoleh pada kurva isotherm adsorpsi menunjukkan bahwa organoclay mampu mengadsorpsi hingga 4,010 mg p-klorofenol/1 g organoclay dan bentonit alam hanya mampu mengadsorpsi sebesar 0,356 mg p-klorofenol/1 g bentonit alam sehingga dapat disimpulkan bahwa organoclay lebih efektif dari bentonit alam dalam menyerap p-klorofenol.

Kata Kunci : *organoclay, basal spacing*, p-klorofenol, isotherm adsorpsi.
xiii+50 halaman : 20 gambar; 5 tabel
Daftar Pustaka : 33 (1981-2012)

ABSTRACT

Name : Tegar Bakti P.
Program Study : Chemistry
Title : Preparation and Characterization of Cationic Surfactants
Organoclay Tasikmalaya Intercalated ODTMABr and Its
Application as P-chlorophenol Adsorbent

Tasikmalaya organoclay is modified of montmorillonite (MMT) derived from Tasikmalaya bentonite with cationic surfactant of ODTMABr. Before the modified, performed fractionation process on Tasikmalaya bentonite to purify the montmorillonite (MMT) which occur in bentonite. Then all cation in MMT homogenized with Na⁺ to form Na-MMT. Furthermore, determined the Cation Exchange Capacity (CEC) by using copper-amine complexes, and obtain the CEC values for Na-MMT is 65,6 meq/100gram. Adding of ODTMABr concentration to the organoclay according to the value of 1 CEC. Characterization with XRD, FTIR and EDS show the surfactant ODTMABr has been successfully intercalated into MMT. Adsorption capacity of organoclay was tested by variation in concentration of p-chlorophenol (5-50 ppm) and compared it with the adsorption capacity of natural bentonite. From the adsorption isotherms of organoclay and natural organoclay showed adsorption of p-chlorophenol are 4,010 mg / 1 g and 0,356 mg / 1 g respectively. It can be concluded that the organoclay is more effective than the natural bentonite in adsorption of p-chlorophenol.

Key Words : organoclay, basal spacing, adsorption, optimum time.
xiii+50 pages : 20 pictures; 5 tables
Bibliography : 33 (1981-2012)

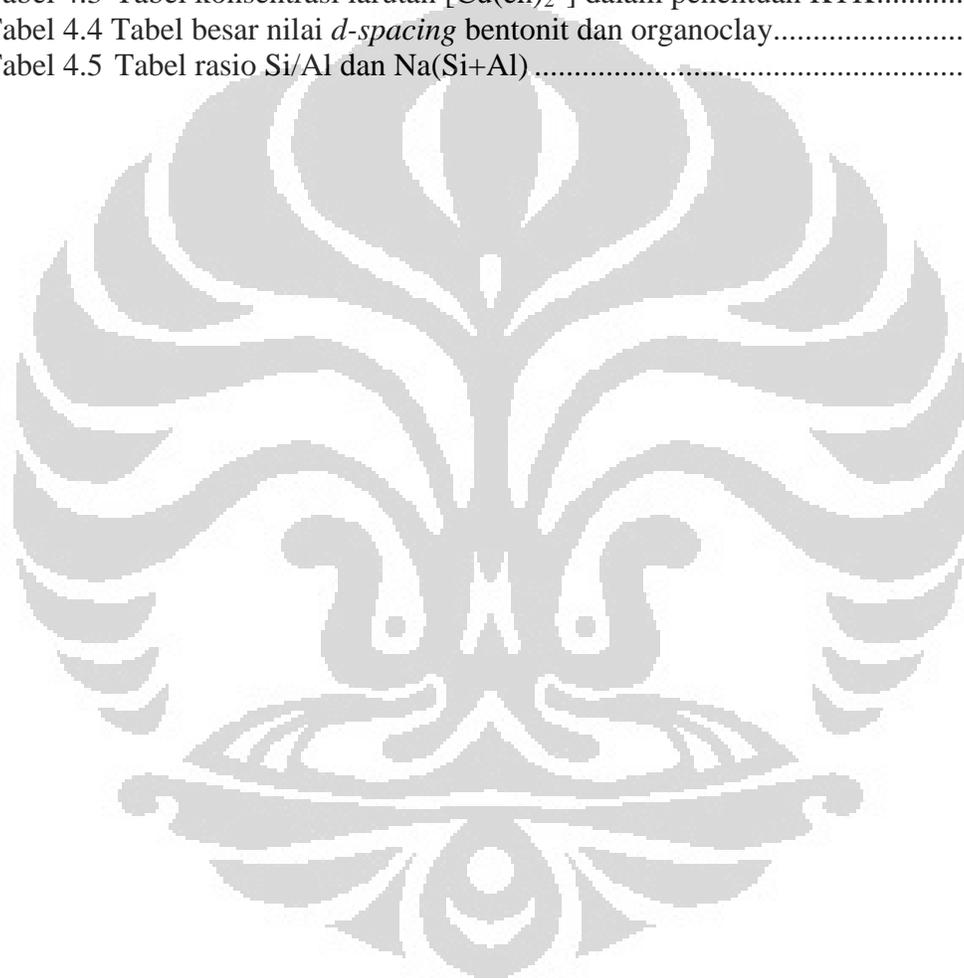
DAFTAR ISI

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
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Batasan Masalah	2
1.3 Perumusan Masalah	2
1.4 Hipotesis	3
1.5 Tujuan Penelitian	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Lempung	4
2.2 Bentonit	7
2.3 Surfaktan Oktasadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr)	9
2.4 <i>Organoclay</i>	10
2.5 Adsorpsi	11
2.6 Isoterm Adsorpsi	12
2.6.1 Isoterm Adsorpsi Langmuir	13
2.6.2 Isoterm Adsorpsi Freundlich	13
2.7 P-klorofenol	14
2.8 Karakterisasi	14
2.8.1 Difraksi Sinar-X (XRD)	15
2.8.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)	16
2.8.3 Spektrometer UV/Visible	17
2.8.4 Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)	18

3. METODE PENELITIAN	20
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	20
3.2 Diagram Alir Penelitian.....	20
3.3 Alat dan Bahan	20
3.3.1 Alat Proses	20
3.3.2 Alat Uji.....	21
3.3.3 Bahan-bahan yang digunakan	21
3.4 Prosedur kerja.....	21
3.4.1 Preparasi Bentonit.....	21
3.4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit.....	21
3.4.3 Preparasi Na-Montmorillonit	22
3.4.4 Penentuan Kapaitas Tukar Kation.....	22
3.4.5 Preparasi <i>Organoclay</i>	23
3.4.6 Penentuan Kapasitas <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben P-klorofenol	23
3.5 Bagan Kerja.....	24
3.5.1 Preparasi Bentonit.....	24
3.5.2 Preparasi Na-Montmorillonit.....	24
3.5.3 Kapasitas Tukar Kation.....	25
3.5.4 Preparasi <i>Organoclay</i>	25
3.5.5 Penentuan Kapasitas <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben P-klorofenol.....	26
4. PEMBAHASAN.....	27
4.1 Preparasi dan Fraksinasi Bentonit	27
4.2 Preparasi Na-Montmorillonit	29
4.3 Penentuan Kapasitas Tukar Kation.....	30
4.4 Preparasi <i>Organoclay</i> Tasikmalaya.....	31
4.5 Penentuan Kapasitas <i>Organoclay</i> sebagai Adsorben P-klorofenol.....	35
4.6 Penentuan Jenis Adsorpsi Isoterm.....	38
5. KESIMPULAN DAN SARAN	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	41
DAFTAR REFERENSI	42

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Tabel persen berat tiap fraksi.....	28
Tabel 4.2 Tabel <i>d-spacing</i> dan komposisi relatif hasil XRD.....	28
Tabel 4.3 Tabel konsentrasi larutan $[\text{Cu}(\text{en})_2^+]$ dalam penentuan KTK.....	31
Tabel 4.4 Tabel besar nilai <i>d-spacing</i> bentonit dan organoclay.....	32
Tabel 4.5 Tabel rasio Si/Al dan Na(Si+Al).....	33



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kerangka dasar pembangun lempung	4
Gambar 2.2	Kerangka dasar lempung	5
Gambar 2.3	Kaolinite	6
Gambar 2.4	Smektit.....	6
Gambar 2.5	Struktur molekul montmorillonit.....	7
Gambar 2.6	Ca-bentonit dan Na-bentonit	9
Gambar 2.7	Oktadesil Trietilamonium Bromida (ODTMABr)	9
Gambar 2.8	Jenis susunan surfaktan dalam lapisan <i>organoclay</i>	11
Gambar 2.9	Struktur P-klorofenol.....	14
Gambar 2.10	Difraksi sinar-X.....	15
Gambar 2.11	Skema kerja Instrumen FTIR	17
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian.....	20
Gambar 4.1	Difraktogram Bentonit alam, F1, F2, F3, dan F4	28
Gambar 4.2	Mekanisme pertukaran kation dengan surfaktan	32
Gambar 4.3	Spektrum FTIR F1 dan Na-MMT.....	34
Gambar 4.4	Spektrum FTIR <i>organoclay</i>	35
Gambar 4.5	Kurva isoterm adsorpsi p-klorofenol oleh bentonit alam dan <i>organoclay</i> Tasikmalaya	36
Gambar 4.6	Spektrum FTIR adsorpsi p-klorofenol oleh <i>organoclay</i>	37
Gambar 4.7	Grafik isoterm adsorpsi p-klorofenol Langmuir.....	38
Gambar 4.8	Grafik isoterm adsorpsi p-klorofenol Freundlich	39

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Difraktogram Bentonit alam, F1, F2, F3, F4 dan FTIR Fraksi 1 Bentonit Tasikmalaya
- Lampiran 2 FTIR Na-MMT dan FTIR *organoclay* Tasikalaya
- Lampiran 3 FTIR adsorpsi p-klorofenol oleh organoclay Tasikmalaya dan puncak-puncak yang terdeteksi pada F1, Na-MMT, dan *Organoclay* melalui FTIR.
- Lampiran 4 Kurva standar konsentrasi larutan $[\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}]$ dalam penentuan KTK.
- Lampiran 5 Kurva standar variasi konsentrasi p-klorofenol dan spektrum Uv-vis standar variasi konsentrasi p-klorofenol.
- Lampiran 6 Spektrum Uv-Vis adsorpsi p-klorofeol oleh bentonit alam dan spektrum Uv-Vis adsorpsi p-klorofeol oleh *organoclay*.



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bentonit merupakan sumber daya non hayati yang tersebar di Indonesia dalam jumlah yang besar. Namun, penggunaan bentonit dalam dunia industri dengan kemampuannya sebagai adsorben tidak begitu tinggi karena memodifikasi bentonit jarang dilakukan sehingga harga jualnya masih rendah. Modifikasi bentonit menjadi *organoclay* adalah salah satu metode untuk meningkatkan daya adsorpsinya yang dilakukan dengan cara menginterkalasi senyawa organik rantai lurus dan panjang (surfaktan) ke dalam interlayer material bentonit yang bertujuan agar bentonit yang semula bersifat hidrofilik, dengan adanya molekul organik rantai lurus akan memberikan sifat hidrofobik sehingga dapat berinteraksi atau mengadsorpsi senyawa-senyawa organik yang umumnya bersifat nonpolar. Karena kemampuannya dalam mengadsorpsi molekul organik, maka *organoclay* telah digunakan dalam aplikasi lingkungan. *Organoclay* sangat efektif dalam menghilangkan kontaminasi molekul organik yang terdapat pada air dan disarankan untuk digunakan dalam *treatment* polutan organik di dalam air (Lizhong, Yimin, & Jianying, 1997).

Dengan kemampuannya sebagai adsorben senyawa organik, maka *organoclay* akan diuji sebagai adsorben senyawa p-klorofenol. Senyawa fenol dan turunannya misalnya p-klorofenol, terdiri dari rantai dasar benzene aromatik dengan satu atau lebih kelompok hidroksil. Tingkat toksisitas senyawa fenol beragam tergantung dari jumlah atom atau molekul yang melekat pada rantainya. Untuk fenol terklorinasi, semakin banyak atom klorin yang diikat rantai benzen maka semakin toksik fenol tersebut. Klorofenol lebih bersifat toksik pada biota air karena dapat terakumulasi dan lebih persisten dibandingkan dengan senyawa fenol yang sederhana. Dalam perairan, p-klorofenol diketahui sebagai polutan yang berbahaya karena dapat bersifat karsinogenik (pemicu kanker).

Dalam studi awal yang telah dilakukan sebelumnya dengan menggunakan bentonit Tapanuli diketahui bahwa oktadesil trimetilammonium-bentonit (ODTMA-bentonit) memiliki basal spacing yang lebih besar dibandingkan dengan heksadesil trimetilammoinium-bentonit (HDTMA-bentonit). Pada penelitian tersebut juga diketahui bahwa senyawa organik yang lebih nonpolar akan teradsorpsi lebih besar pada ODTMA-bentonit dibandingkan pada HDTMA-bentonit (Haryani, 2010).Selanjutnya Oktaviani (2011) melakukan studi tentang kemampuan adsorpsi molekul fenol oleh montmorillonit (MMT), Na-montmorillonit (Na-MMT), dan ODTMA-bentonit (*organoclay*), diketahui bahwa *organoclay* yang terinterkalasi (ODTMA)⁺ memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik dibandingkan dengan montmorillonit (MMT) maupun Na-montmorillonit (Na-MMT) sehingga pada penelitian kali ini akan diuji daya adsorpsi senyawa p-klorofenol dengan menggunakan *organoclay* dari bentonit Tasikmalaya terinterkalasi dengan surfaktan kationik ODTMA-Br.

1.2 Batasan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah penelitian, maka batasan masalah dalam penelitian ini adalah tentang preparasi *organoclay* tasikmalaya menggunakan surfaktan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr) sebagai penginterkalasi bentonit yang diuji untuk adsorpsi senyawa p-klorofenol.

1.3 Perumusan Masalah

1. Bagaimana karakter hasil preparasi *organoclay* dari bentonit Tasikmalaya dengan surfaktan Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMABr) yang dianalisis dengan beberapa alat uji?
2. Bagaimana daya adsorpsi *organoclay* Tasikmalaya terhadap konsentrasi P-klorofenol?

1.4 Hipotesis

Perbedaan morfologi tanah dari tiap daerah dapat menyebabkan perbedaan kandungan bentonit dari berbagai daerah. Bentonit dengan nilai KTK dan *basal spacing* yang lebih besar akan memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi.

1.5 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Menentukan KTK dari Na-montmorillonite Tasikmalaya dengan menggunakan metode kompleks Cu(en)_2^{2+} .
2. Membuat *organoclay* dari bentonit alam Tasikmalaya dengan menggunakan surfaktan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr), serta mempelajari karakter hasil preparasi dengan XRD, FTIR, dan EDS untuk selanjutnya dapat diaplikasikan sesuai sifat dan karakter tersebut.
3. Mengetahui kemampuan adsorpsi *organoclay* terhadap molekul p-klorofenol dengan variasi konsentrasi.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lempung

Tanah lempung, yang merupakan mineral hasil dari pelapukan batu-batuan silika oleh asam karbonat dan sebagian oleh aktivitas panas bumi ini sangat mudah ditemukan diberbagai tempat. Lempung dikenal sebagai *silica* atau *silicate clay* dalam kosa kata ilmiah karena kandungannya sebagian besar adalah silika. Kandungan *silicate clay* ini mempunyai komposisi tertentu tergantung dari tempat ditemukannya *silicate clay* tersebut.

Lempung merupakan bagian dari kelas mineral silikat plosilikat, dimana struktur dasarnya adalah $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$. Lempung tersusun dari dua kerangka dasar pembangun (Gambar 2.1), yaitu:

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

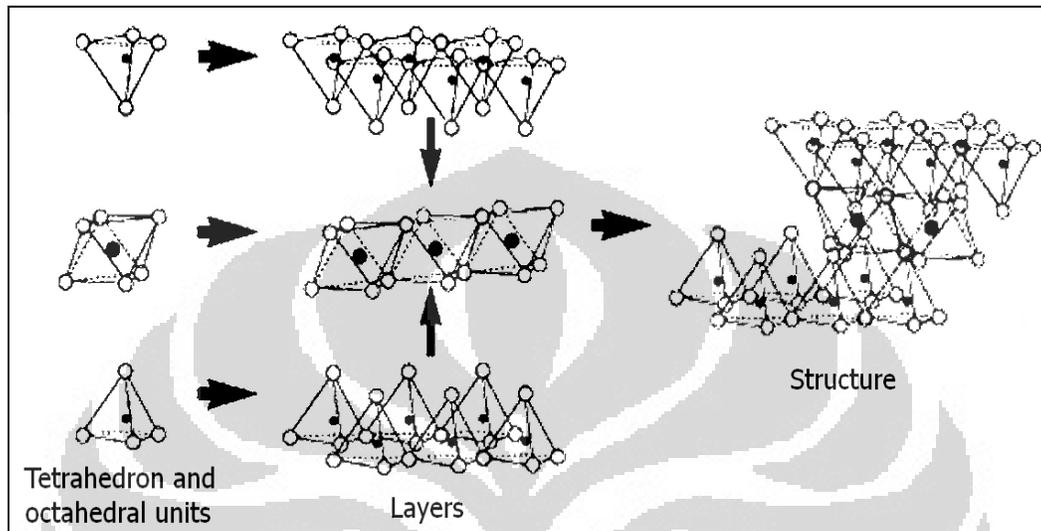


Gambar 2.1 Kerangka Dasar Pembangun Lempung.

a) tetrahedral silikon-oksigen dan b) oktahedral alumunium.

[Sumber: <http://pubpages.unh.edu/~harter/crystal.htm> /30 Mei 2012]

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



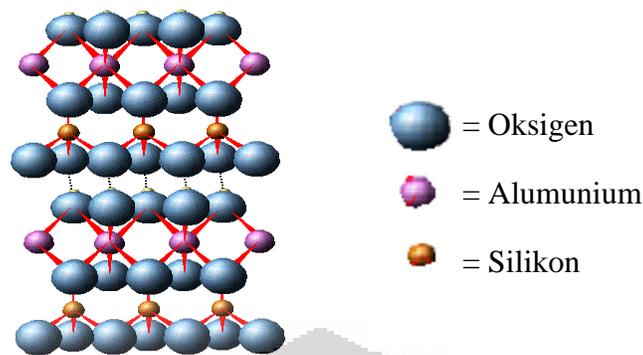
Gambar 2.2 Kerangka Dasar Pembangun Lempung

[Sumber: <http://webmineral.com/8> Mei 2011]

Berdasarkan perbedaan perbandingan komponen lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral yang menyusunnya, lempung dikelompokkan sebagai:

a. **Lempung 1:1**

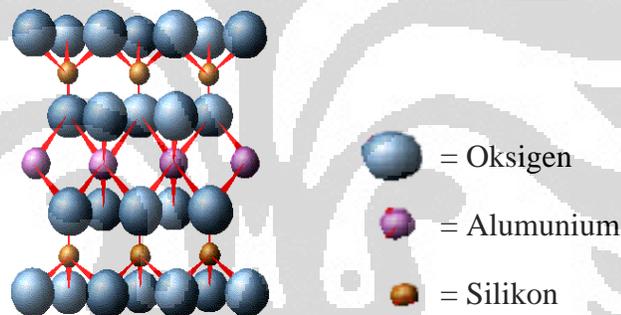
Tersusun oleh satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral. Struktur ini terjadi karena Si tetrahedral bergabung dengan bagian oktahedral melalui ion apikal oksigen. Akibatnya muatan pada ion oksigen ini diseimbangkan melalui ikatan dengan satu ion Si dan dua ion Al (Gambar 2.3). Kelompok lempung ini tidak dapat mengembang dan tidak dapat mengadsorpsi air maupun nutrisi. Contoh lempung 1:1 ini adalah kaolinite.



Gambar 2.3 Kaolinite

b. Lempung 2:1

Tersusun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral. Smektit termasuk ke dalam kelompok ini.



Gambar 2.4 Smektit

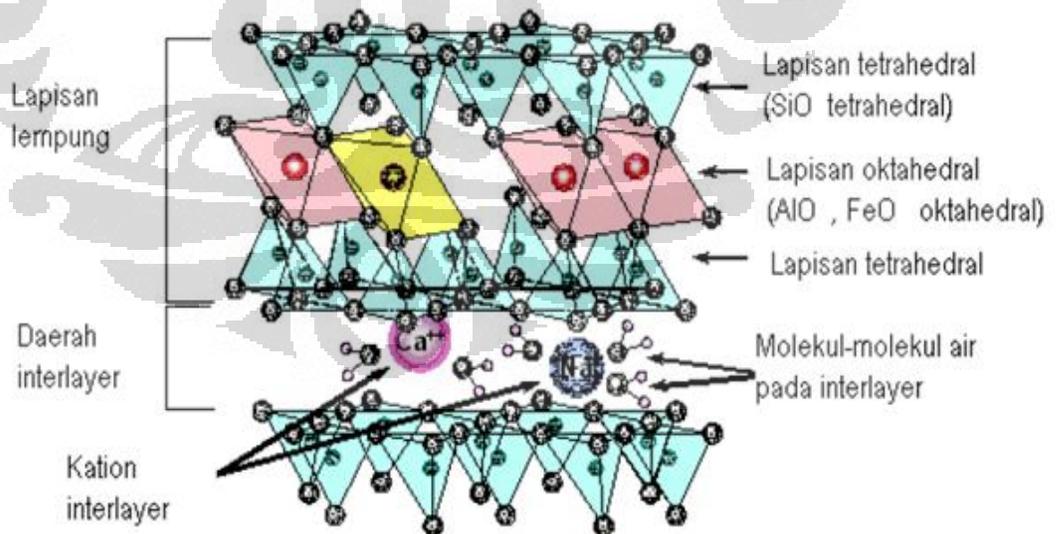
Istilah smektit digunakan untuk menjelaskan kelompok pilosilikat 2:1 yang mampu mengembang dan mempunyai muatan *layer* permanen akibat adanya substitusi isomorfis pada lapisan oktahedral Al (terutama oleh spesi bermuatan rendah seperti Mg^{2+} , Fe^{2+} , atau Mn^{2+}) maupun pada lapisan tetrahedral Si (terutama oleh spesi Al^{3+} atau Fe^{3+}). Kation penyeimbang sangat dibutuhkan karena pada proses substitusi ini mengakibatkan total muatan negatif pada struktur lempung. Lapisan *interlayer* lempung terhidrasi, akibatnya kation dapat bergerak bebas masuk atau keluar lapisan sehingga kation penyeimbang akan berada pada *interlayer* tersebut. Keberadaan

kation yang bebas masuk dan keluar pada daerah *interlayer* ini yang menyebabkan adanya kapasitas tukar kation.

2.2 Bentonit

Bentonit adalah nama dagang untuk jenis lempung yang mengandung mineral montmorillonit antara 80 – 90 %. Komposisi mineral utamanya adalah montmorillonit dan sedikit biodelit dengan sejumlah mineral-mineral pengikutnya seperti orthoklas, oligoklas biotit, pyroxene dan kuarsa. Bentonit terdiri dari kristal alumino-silikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah.

Montmorillonit, yang merupakan kandungan terbesar dalam bentonit, termasuk kelompok mineral smektit yang memiliki struktur koloidal dengan ukuran partikel sangat kecil, sehingga untuk mengidentifikasinya dilakukan dengan analisis difraksi sinar-X. Rumus montmorillonit secara umum yaitu $(OH)_4Si_8Al_4O_{20} \cdot n H_2O$. Berikut adalah gambar dari struktur montmorillonit :



Gambar 2.5 Struktur Molekul Montmortillonit

[Sumber: <http://www.ima-europe.eu/fileadmin/euba/whatisbentonite.htm>/8 Mei 2012]

Bentonit memiliki sifat-sifat fisik sebagai berikut :

1. Kapasitas tukar kation (KTK)

Sifat KTK menunjukkan daya serap bentonit terhadap jumlah kadar air.

Dalam bentonit terjadi kesetimbangan kimia karena terdapat kisi-kisi kristal monmorilonit dan adanya kation yang mudah menarik air.

2. Daya serap

Bentonit memiliki sifat mengadsorpsi karena ukuran partikel koloidnya sangat kecil dan mempunyai kapasitas penukar ion yang tinggi. Sifat ini disebabkan oleh ketidakseimbangan muatan listrik serta adanya pertukaran ion.

3. Luas permukaan

Luas permukaan menunjukkan luas butir-butir atau kristal bentonit yang dinyatakan dalam $m^2/gram$. Apabila luas permukaannya semakin besar, hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah materi yang dapat teradsorpsi.

Berdasarkan tipenya, bentonit memiliki dua jenis :

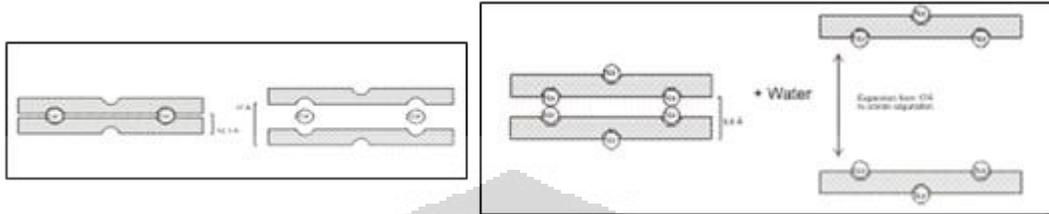
a. Tipe Wyoming (Na-bentonit – Swelling bentonite)

Jenis bentonit ini merupakan bentonit yang dapat mengembang apabila dicelupkan ke dalam air dan akan membentuk koloid. Sifat ini ditentukan oleh jumlah kandungan kation yang tertukar, seperti Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan H^+ . Akan tetapi, Na^+ relatif paling banyak diantara kandungan kation lainnya. Lempung dapat mengembang dan membentuk kation dikarenakan adanya kation Na^+ . Na-bentonit banyak menyerap air disertai dengan pengembangan sebesar delapan kali lipat dari ukuran semulanya. Suspensi dari jenis bentonit ini memiliki pH sebesar 8,5 -9,8.

b. Tipe Ca-Mg (Ca-bentonit – Non swelling bentonite)

Jenis bentonit ini kurang mengembang dibandingkan dengan Na-bentonit apabila dicelupkan ke dalam air. Akan tetapi, Ca-bentonit memiliki daya serap yang lebih baik dibandingkan dengan Na-bentonit. Bentonit ini mengandung silika yang

tinggi. Perbandingan kandungan antara alumina dan silica dalam Ca-bentonit berkisar 4 - 6. Suspensi koloidalnya memiliki pH sebesar 4 – 7.



Gambar 2.6 a) Ca-bentonit dan b) Na-bentonit
[Sumber: Oktaviani, 2010]

2.3 Surfaktan Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMABr)

Octadecyl Trimethyl Ammonium Bromide atau dikenal dengan ODTMA-Br adalah salah satu surfaktan kationik yang sudah biasa digunakan untuk modifikasi bentonit. Berwarna putih, larut dalam alkohol dan air panas, dan dapat melunakkan, mensterilisasi, dan mengemulsi. Nama lain dari surfaktan ini yakni 1-Oktadekanaminium, N,N,N-trimetil-,bromida (1:1). Molekul ini memiliki rumus $C_{21}H_{46}NBr$ dengan berat molekul 392,52 g/mol dan formula molekulnya $[C_{18}H_{37}N(CH_3)_3]^+ Br^-$.

ODTMA-Br ini memiliki nilai CMC (Critical Micelle Concentration) sebesar $3,05 \times 10^{-4}$ M. CMC dapat diartikan sebagai batas konsentrasi surfaktan untuk membentuk misel. Gugus amina kwaterner pada surfaktan ODTMA-Br nantinya akan menggantikan kation-kation yang berada di dalam interlayer bentonit.



Gambar 2.7 Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMABr)
[sumber : <http://www.alibaba.com>/8 mei 2012]

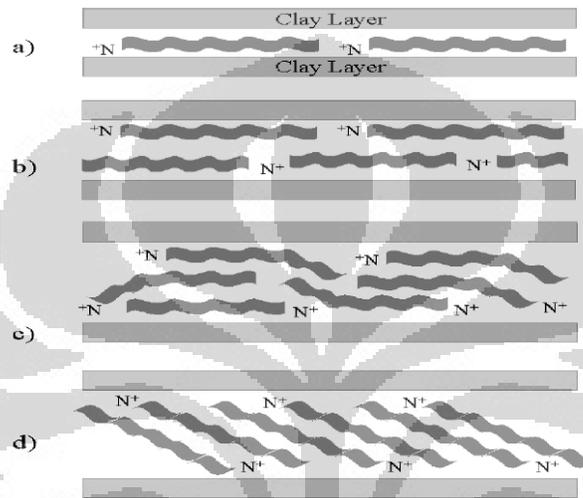
Berdasarkan studi yang dilakukan Haryani (2010) sebelumnya, kemampuan adsorpsi dan basal spacing menggunakan surfaktan ODTMA sebagai agen penginterkalasi lebih baik dibandingkan dengan surfaktan HDTMA. Hal ini juga dijelaskan Frost *et al* (2007) bahwa basal spacing ODTMA-Montmorillonit lebih besar dibandingkan HDTMA-Montmorillonit.

2.4 Organoclay

Organoclay umumnya merupakan suatu hasil dari modifikasi bentonit yang dilakukan dengan cara penambahan surfaktan agar bentonit yang semula bersifat hidrofilik berubah menjadi organofilik. Organoclay dihasilkan dari pertukaran kation-kation anorganik (Na^+ , Ca^{2+} , dan H^+) yang terdapat di permukaan interlayer dan outerlayer clay dengan senyawa-senyawa organik. Dengan adanya perubahan ini, bentonit akan memiliki sifat hidrofobik dan dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap senyawa-senyawa organik. Kation-kation organik yang digunakan untuk memodifikasi bentonit merupakan suatu amina kwarterner yang mengandung ion nitrogen (surfaktan), polimer, dan senyawa organik alam.

Organoclay digunakan secara luas sebagai prekursor nanokomposit, adsorben polutan organik dan material elektrik. Kombinasi sifat hidrofilik surfaktan dan struktur lapisan layer silikat mengakibatkan sifat psikokimia yang khas. Pada saat interkalasi surfaktan, interlayer mineral lempung akan mengalami ekspansi seperti yang terlihat pada data XRD. Sejumlah studi menunjukkan bahwa d-spacing organoclay tergantung pada panjang rantai alkil dan rapatannya surfaktan dalam galeri mineral lempung. Hendrik Heinz dkk menyatakan bahwa gugus kepala (head group) molekul organik yang menginterkalasi montmorillonite turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan. Pada proses tersebut terjadi interaksi organik-anorganik. Gugus R-NH_3^+ membentuk ikatan hidrogen dengan oksigen silikat dengan jarak rata-rata 150 pm, sementara gugus amina kwarterner, $\text{R-N}(\text{CH}_3)_3^+$ tidak membentuk ikatan hidrogen dan sebagai implikasinya $\text{R-N}(\text{CH}_3)_3^+$ memiliki mobilitas yang tinggi dibandingkan R-NH_3^+ .

Studi mengenai perilaku termal dan perubahan jarak ruang antar lapisan organoclay juga telah dilakukan oleh Yunfei Xi dkk (Yunfei Xi et al, 2004). Pada konsentrasi 0,4 KTK penyusunan surfaktan oktadesil trimetilammonium bromida merupakan bentuk monolayer sementara pada konsentrasi 0,8 KTK dibentuk lateral-bilayer.



Gambar 2.8 Jenis susunan surfaktan dalam lapisan organoclay.

- a) lateral satu lapis (monolayer); b) lateral dua lapis (bilayer);
c) paraffin satu lapis (monolayer) dan d) paraffin dua lapis (bilayer)

[Sumber: Yunfei Xi, PhD Thesis (2006)]

2.5 Adsorpsi

Adsorpsi adalah terserapnya atau terikatnya suatu substansi (adsorbat) pada permukaan zat yang dapat menyerap (adsorben). Adsorpsi dapat terjadi antara zat padat dengan zat cair, zat padat dengan gas, zat cair dengan zat cair, dan zat cair dengan gas. Adsorpsi terjadi karena molekul-molekul pada permukaan zat padat atau zat cair yang memiliki gaya tarik dalam keadaan tidak setimbang. Ketidakseimbangan gaya tarik tersebut mengakibatkan zat padat atau zat cair yang digunakan sebagai adsorben cenderung menarik zat-zat lain yang bersentuhan dengan permukaannya. Adsorpsi adalah peristiwa kesetimbangan kimia. Oleh karena itu, berkurangnya kadar zat adsorbat oleh material adsorben terjadi secara kesetimbangan sehingga secara

Universitas Indonesia

teoritis tidak dapat terjadi penyerapan sempurna adsorbat oleh adsorben. Banyaknya adsorbat yang teradsorpsi pada permukaan adsorben dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu :

- Ukuran molekul adsorbat
- Polaritas molekul adsorbat
- Kemurnian adsorben, adsorben yang lebih murni memiliki daya adsorpsi yang lebih baik.
- Luas permukaan adsorben, semakin luas permukaan adsorben maka jumlah adsorbat yang terserap akan semakin banyak.
- Temperatur, adsorpsi merupakan proses eksotermis sehingga jumlah adsorbat akan bertambah dengan berkurangnya temperatur adsorbat. Pemanasan dapat mengakibatkan menurunnya daya serap adsorben.

Berdasarkan interaksi molekular antara permukaan adsorben dengan adsorbat, adsorpsi dibagi menjadi dua bagian, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia.

Adsorpsi fisika terjadi bila gaya intermolekular lebih besar dari gaya tarik antar molekul atau gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben, gaya ini disebut gaya Van der Waals sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain dari adsorben.

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya reaksi antara molekul-molekul adsorbat dengan adsorben dimana terbentuk ikatan kovalen dan ion. Gaya ikat adsorpsi ini bervariasi tergantung pada zat yang bereaksi. Adsorpsi jenis ini bersifat tidak reversibel dan hanya dapat membentuk lapisan tunggal (monolayer).

2.6 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi adalah hubungan yang menunjukkan distribusi adsorben antara fasa teradsorpsi pada permukaan adsorben dengan fasa ruah saat kesetimbangan pada temperatur tertentu.

2.6.1 Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan atas beberapa asumsi, yaitu :

- Adsorben mempunyai permukaan yang homogen dan hanya dapat mengadsorpsi satu molekul adsorbat untuk setiap molekul adsorbennya.
- Tidak ada interaksi antara molekul-molekul yang terserap.
- Semua proses adsorpsi dilakukan dengan mekanisme yang sama.
- Hanya terbentuk satu lapisan tunggal saat adsorpsi maksimum.

Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut.

$$\frac{C}{x/m} = \frac{1}{(x/m)_{\text{mak}} k} + \frac{1}{(x/m)_{\text{mak}}} C \quad \dots\dots\dots (1)$$

C merupakan konsentrasi saat kesetimbangan pada fasa cair, x/m adalah massa adsorbat yang terserap per gram adsorben, k adalah konstanta yang berhubungan dengan afinitas adsorpsi dan $(x/m)_{\text{mak}}$ adalah kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben.

2.6.2 Isoterm Adsorpsi Freundlich

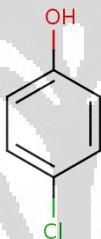
Isoterm adsorpsi ini berdasarkan asumsi bahwa adsorben mempunyai permukaan yang heterogen dan mempunyai potensi terjadinya interaksi antar molekul substrat yang teradsorpsi. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat dituliskan sebagai berikut.

$$\text{Log } (x/m) = \text{log } k + 1/n \text{ log } c \quad \dots\dots\dots (2)$$

2.7 P-klorofenol

P-klorofenol merupakan senyawa aromatik yang memiliki rumus molekul C_6H_5ClO , berbentuk kristal dengan berat molekul 128,56 g/mol, biasanya digunakan sebagai salah satu senyawa dalam pembuatan insektisida, herbisida, antiseptik, dan desinfektan, p-klorofenol dapat masuk ke dalam perairan akibat dari penggunaan pestisida dan limbah berbagai industri.

Senyawa p-klorofenol memiliki titik didih sebesar $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan titik leleh sebesar $43\text{ }^{\circ}\text{C}$. Kelarutan dalam air sebesar 2,7 gram / 100 mL air pada suhu $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. P-klorofenol yang memiliki nilai pKa sebesar 9,38 bersifat lebih asam dari fenol dengan pKa 10 karena memiliki gugus penarik elektron sehingga mudah melepas H^+ .



Gambar 2.9 Struktur P-klorofenol

Dampak pencemaran tanah dan air oleh p-klorofenol dapat mengakibatkan kerusakan biota laut serta mamalia lainnya. Selain itu juga terdapat tingkat toksisitas akut pada p-klorofenol yaitu LD_{50} 670mg/kg (tikus), LC_{50} 11 mg/m³(tikus), dan 1500mg/kg (kelinci).

2.8 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan beberapa metode dan beberapa alat instrumen untuk mendapatkan data dan informasi yang dibutuhkan. Berikut adalah alat-alat instrument yang digunakan dalam penelitian ini :

2.8.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan cara membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral. Sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg yaitu nilai sudut difraksi θ yang berbanding terbalik dengan nilai jarak d (jarak antar kisi dalam kristal).

Sesuai dengan persamaan Bragg :

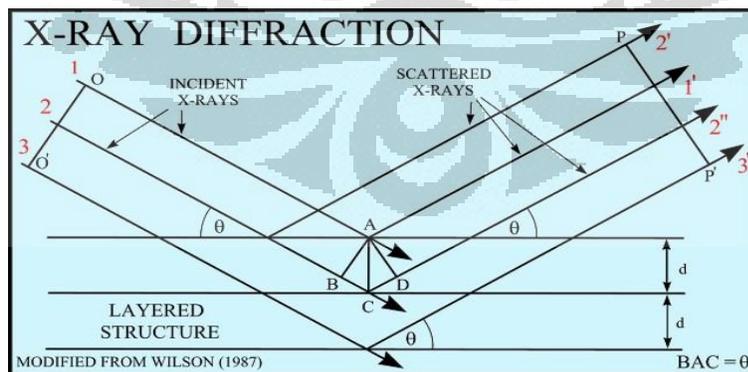
$$n \cdot \lambda = 2 d \sin \theta$$

dimana d = jarak antar kristal

θ = sudut pengukuran (sudut difraksi)

λ = panjang gelombang sinar-X

$n = 1, 2, 3, \dots$



Gambar 2.10 Difraksi Sinar-X

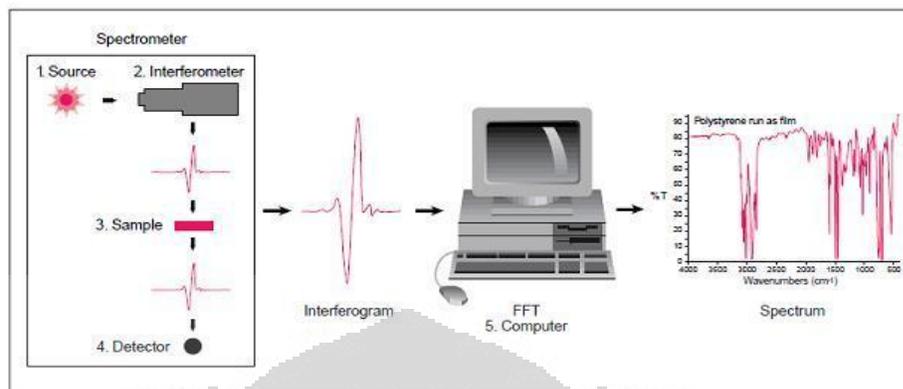
Prinsip dasar XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal. Sebagian sinar tersebut akan terhamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi inilah yang digunakan untuk analisis.

Difraksi sinar X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Pengukuran kristalinitas relatif dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar. Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar-X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut indeks Miller. Setiap kristal memiliki bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar-X pada analisis XRD akan memberikan difraktogram yang khas pula.

2.8.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

FT-IR merupakan suatu instrumen analisis kualitatif. Prinsip kerja FTIR didasarkan pada penyerapan sinar infra-merah oleh sampel. Apabila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya akan mengabsorpsi energi dan terjadilah transisi di antara tingkat energi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*).

Penyerapan energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh spektrofotometer infra merah, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi radiasi. Plot tersebut disebut juga spektrum infra merah yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul.



Gambar 2.11 Skema kerja Instrumen FTIR

[Sumber : <http://blog.uns.ac.id/members/hendriksblog/blogs/recent-posts>]

2.8.3 Spektrometri UV/ Visibel

Molekul selalu mengabsorpsi radiasi elektromagnetik jika frekuensi radiasi ini sama dengan frekuensi getaran molekul tersebut. Elektron yang terikat maupun tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan radiasi UV/VIS. Bagian molekul yang mengabsorpsi dalam daerah UV-VIS dinyatakan sebagai *kromofor*. Suatu molekul dapat mempunyai beberapa kromofor. Panjang gelombang daerah spektrum UV adalah 190-380 nm, sedangkan spektrum visible adalah 380-780 nm. Spektrofotometer yang sesuai untuk pengukuran di daerah spektrum UV-VIS terdiri dari suatu sistem optik dengan kemampuan menghasilkan cahaya monokromatik dalam jangkauan 200-800 nm dan suatu alat yang sesuai untuk menetapkan serapan. Suatu senyawa dapat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis jika mempunyai kromofor pada strukturnya, seperti:

1. Ikatan rangkap terkonjugasi : Panjang gelombang serapan maksimum (λ_{\max}) dan koefisien ekstingsi molar (ϵ) akan bertambah dengan bertambahnya jumlah ikatan rangkap terkonjugasi.
2. Senyawa aromatik
3. Gugus karbonil

4. Auksokrom : Gugus auksokrom mempunyai pasangan elektron bebas, yang disebabkan oleh terjadinya mesomeri kromofor. Yang termasuk dalam gugus auksokrom ini adalah substituen seperti $-\text{OH}$, $-\text{NH}_2$, $-\text{NHR}$, dan $-\text{NR}_2$. Gugus ini akan memperlebar sistem kromofor dan menggeser absorpsi maksimum (λ_{max}) ke arah λ yang lebih panjang
5. Gugus aromatik

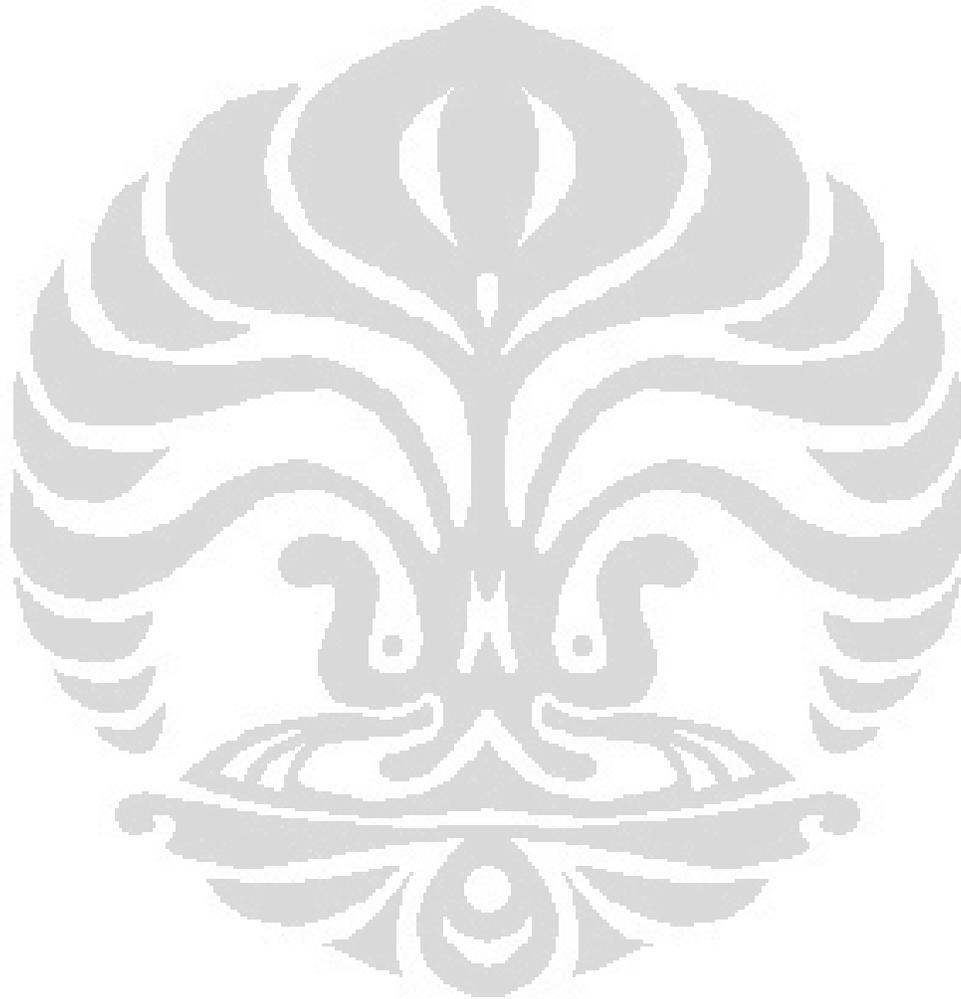
Senyawa p-klorofenol dapat memberikan serapan pada panjang gelombang UV karena memiliki ikatan rangkap dan juga pasangan elektron bebas yang dapat mengalami transisi elektron sehingga dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV.

2.8.4 Energy Dispersion X-ray spectroscopy (EDS)

Energy Dispersion X-ray spectroscopy (EDS atau EDX) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk menganalisa unsur atau karakterisasi kimia dari sampel. EDS adalah salah satu varian fluoresensi X-ray spektroskopi yang mengandalkan penyelidikan sampel melalui interaksi antara radiasi elektromagnetik dan material. Analisis sinar-X yang dipancarkan dari sampel dapat dilakukan dengan spektrometer dispersif energi, yang memungkinkan analisis melalui perbedaan energi sinar-X. Sinar-X microanalyses memungkinkan identifikasi dan lokalisasi konstituen unsur pada sampel, dengan batas resolusi 0,5 sampai 1,0 persen berat.

Prinsip kerja dari instrumen EDS adalah identifikasi karakteristik sinar-X yang dihasilkan dari interaksi berkas elektron dengan volume sampel. Ketika berkas elektron terlepas dari inti, elektron dari tingkat energi yang lebih tinggi akan mengalami transisi untuk menggantikan elektron pada inti yang telah hilang. Transisi dari tingkat energi yang lebih tinggi ke tingkat yang lebih rendah akan disertai dengan pelepasan energi, yang besarnya adalah perbedaan antara dua tingkat energi elektron. Sebuah foton (sinar-X) dengan energi tertentu merupakan salah satu bentuk dari pelepasan energi tersebut. Karena elektron inti pada atom yang berbeda terpisah maka

dengan yang mengetahui tingkat energi diskrit, identifikasi unsur dilakukan dengan mengamati energi dari karakteristik sinar-X dihasilkan.

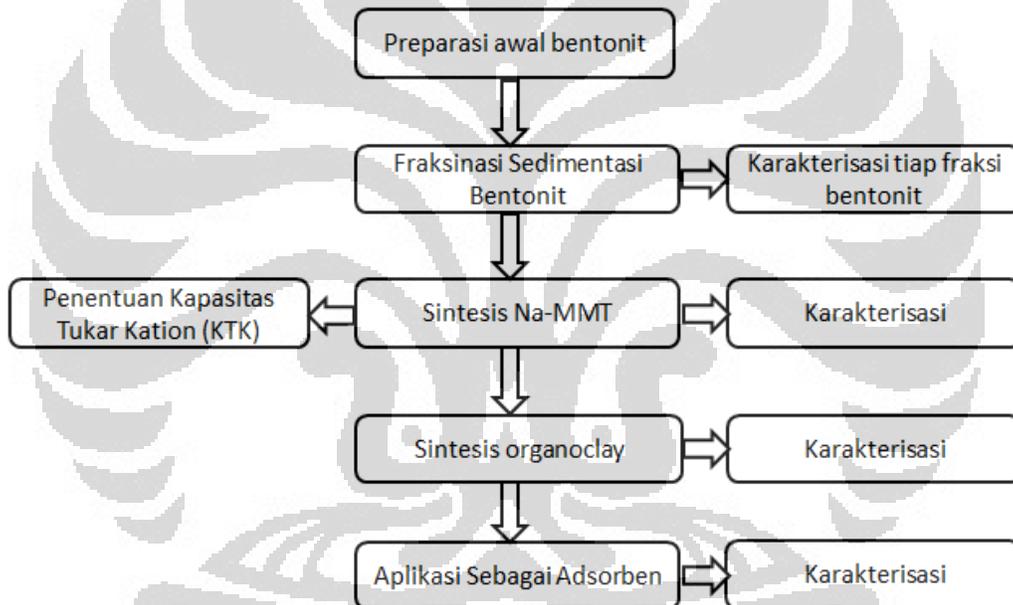


BAB 3 METODELOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia yang dimulai dari bulan Februari sampai dengan Mei 2012.

3.2 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat Proses

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain gelas beker 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1000 mL, dan 2000 mL, labu ukur 10 mL, 25 mL, 100 mL dan

1000 mL, pipet volumetri, pipet tetes, botol coklat, batang pengaduk, spatula, botol semprot, bulb, mortar, neraca analitik, oven, termometer, sentrifuge, sonikator, ayakan mesh, kertas saring, corong, dan *magnetic stirrer*.

3.3.2 Alat Uji

Alat uji yang digunakan untuk analisa dan karakterisasi adalah spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR, EDS, dan Difraksi sinar-X (XRD)

3.3.3 Bahan

- Bentonit Alam Tasikmalaya (Sumber : Tekmira)
- Akuades
- AgNO₃
- NaCl
- Etilendiamin (EDA)
- Tembaga (II) Sulfat (CuSO₄)
- Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMABr)
- P-klorofenol

3.4 Prosedur kerja

3.4.1 Preparasi Bentonit

Bentonit asal Tasikmalaya disaring serta digerus, lalu serbuk bentonit yang didapat dipanaskan di dalam oven suhu 105° C selama 2 jam lalu bentonit dikarakterisasi.

3.4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 100 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan 2 liter akuades. Campuran tersebut diaduk dengan stirrer selama 30 menit kemudian didiamkan selama 5 menit. Endapan yang terbentuk dipisahkan

dengan dekantasi. Endapan ini disebut sebagai fraksi satu (F1). Suspensi sisa F1 didiamkan kembali selama 30 menit. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi. Endapan yang didapat ialah fraksi dua (F2). Suspensi sisa F2 didiamkan kembali selama 2 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi. Endapan yang didapat ialah fraksi tiga (F3). Suspensi sisa F3 didiamkan kembali selama 3 hari. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi. Endapan yang didapat ialah fraksi empat (F4). Endapan F1, F2, F3, dan F4 dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C sampai kering dan kemudian dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDS. Dari hasil ini diperoleh F1 sebagai fraksi yang kaya akan montmorillonit (MMT)

3.4.3 Preparasi Na-Montmorillonite (Na-MMT)

Sebanyak 20 gram bentonit F1 disuspensikan ke dalam larutan NaCl 1 M sebanyak 600 mL. Pengadukan suspensi dengan menggunakan stirrer selama 6 jam. Kemudian campuran tersebut didekantasi. Endapan yang didapat lalu didispersikan dengan larutan NaCl 1 M sebanyak 600 mL. Kemudian dilakukan pengadukan dengan stirrer kembali selama 6 jam, lalu campuran didekantasi. Endapan yang didapat kemudian dicuci dengan akuades beberapa kali. Filtrat diuji dengan menambahkan AgNO_3 1 M sampai yakin tidak terbentuk endapan putih AgCl. Setelah itu, endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu $110\text{-}120^{\circ}\text{C}$. Endapan digerus dan diayak hingga berukuran 200 mesh. Na-MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDS.

3.4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Penentuan kapasitas tukar kation dilakukan mengikuti metode yang telah dilaporkan oleh Oktaviani (2011). Larutan CuSO_4 1 M dicampurkan dengan larutan etilendiamin 1 M dengan perbandingan stokiometri 1:2 untuk membuat larutan $0,01\text{ M Cu(en)}_2^{2+}$. Setelah itu, 0,1 gram bentonit disuspensikan ke dalam

masing-masing 3, 4, dan 5 mL larutan Cu(en)_2^{2+} dan dilarutkan dengan akuades hingga 25 mL. Lalu suspensi tersebut diaduk dengan menggunakan stirrer selama 30 menit. Kemudian larutan sebelum dan setelah dicampur diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV/Vis pada λ maks 536 nm. Konsentrasi larutan standar dibuat dengan mendekati konsentrasi filtrat larutan kompleks setelah distirrer.

3.4.5 Preparasi *Organoclay*

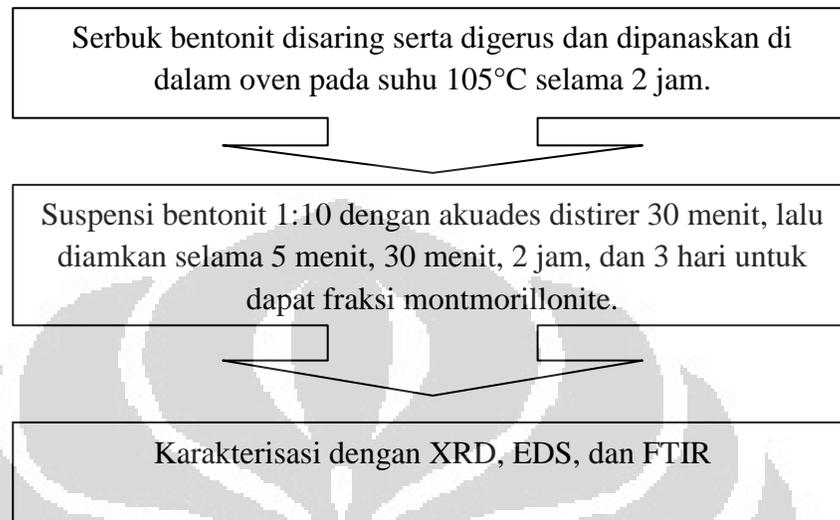
Melarutkan ODTMA-Br sebanyak 0,6437 gram ke dalam 30 mL akuades untuk pembuatan 1 KTK *organoclay*. Sebanyak 2,5 gram Na-Montmorillonit didispersikan dalam 2000 mL akuades dan dilakukan pengadukan selama 10 jam. ODTMA-Br yang sudah siap ditambahkan ke dalam suspensi secara perlahan-lahan pada suhu suspensi 60°C . Campuran diultrasonik pada suhu 60°C selama 30 menit. Suspensi didekantasi, endapan dicuci beberapa kali dengan akuades sampai tidak ada bromida yang tersisa (tidak ada endapan putih AgBr). Sentrifugasi campuran tersebut, ambil padatannya lalu oven dengan suhu 60°C selama 3 jam. Padatan (*organoclay* 1 KTK) yang didapat dikarakterisasi dengan XRD, EDS dan FTIR.

3.4.6 Penentuan Kapasitas *Organoclay* sebagai Adsorben P-klorofenol

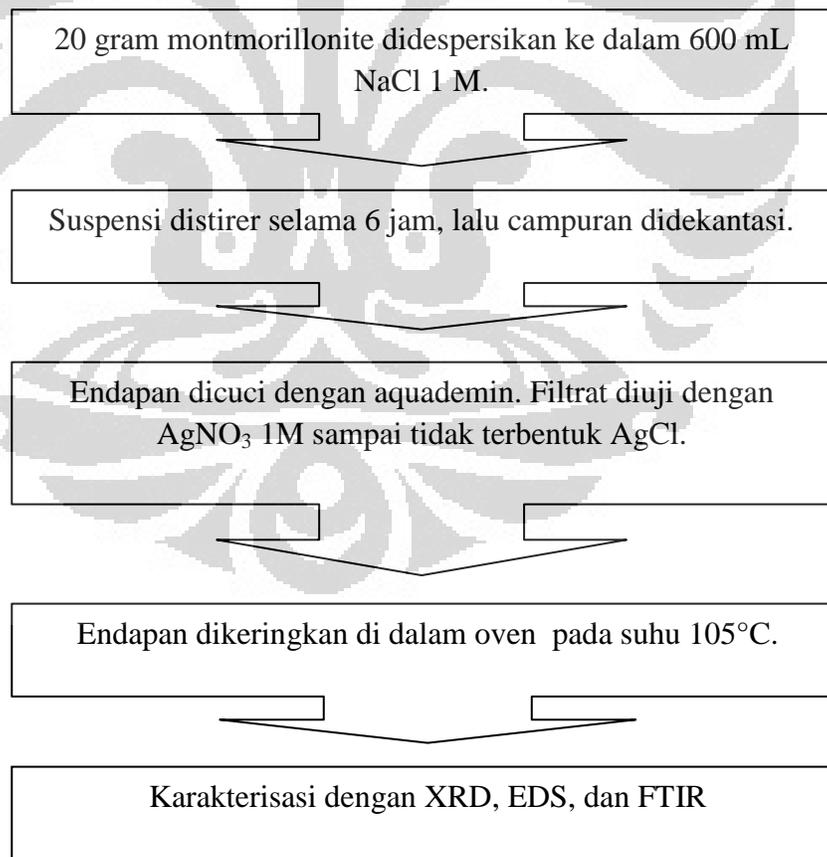
Sebanyak 0,25 gram *organoclay* dilarutkan ke dalam 25 mL larutan p-klorofenol dengan variasi konsentrasi. Untuk setiap campuran yang ada diaduk dengan stirrer selama 12 jam. Untuk pengambilan filtrat, campuran disentrifugasi. Kemudian filtrat dari campuran diambil untuk kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis. Untuk mengetahui konsentrasi larutan yang diuji, dibuatkan larutan standar p-klorofenol dengan variasi konsentrasi sebagai pembanding konsentrasi sisa hasil adsorpsi. Endapan yang ada kemudian dikeringkan dan digerus sampai membentuk serbuk lalu dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

3.5 Bagan Kerja

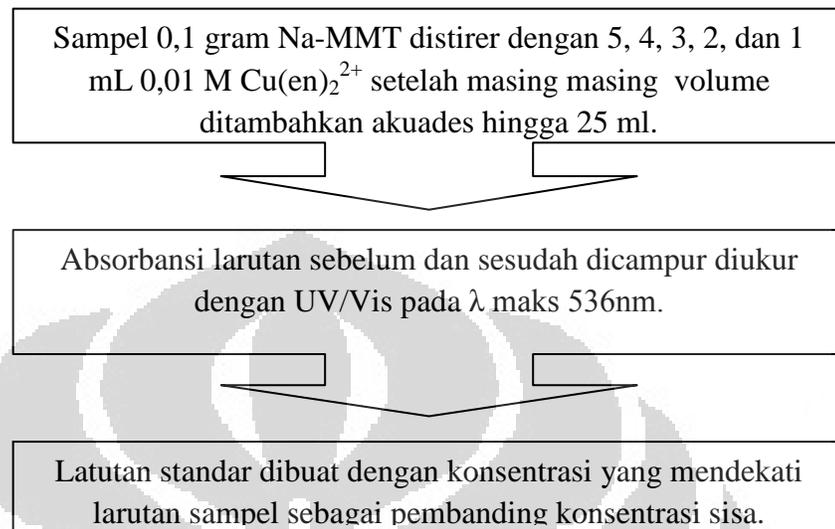
3.5.1 Preparasi Bentonit



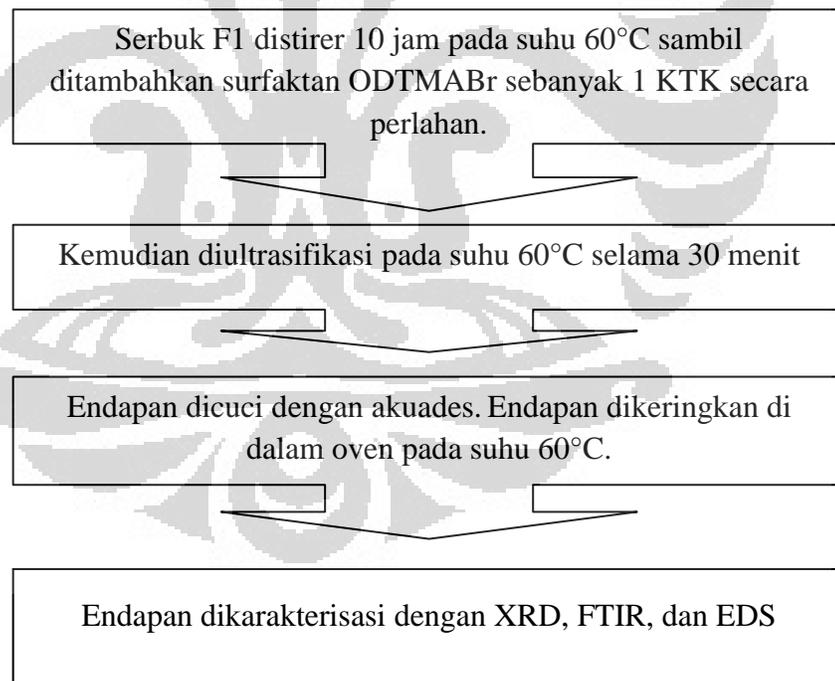
3.5.2 Preparasi Na-Montmorillonite



3.5.3 Kapasitas Tukar Kation



3.5.4 Preparasi *Organoclay*



3.5.5 Aplikasi Sebagai Adsorben P-klorofenol

0,25 gram adsorben ditambahkan dengan 25 mL larutan p-klorofenol sesuai dengan variasi konsentrasi.

Campuran distirer selama 12 jam pada suhu ruang.

Supernatan diambil dengan cara disentrifugasi.

Supernatan dianalisis dengan spektrometri UV/Vis.

Endapan dikarakterisasi dengan FTIR

BAB 4 PEMBAHASAN

4.1 Preparasi dan Fraksinasi Bentonit

Preparasi bentonit asal Tasikmalaya ini 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. Montmorillonite merupakan komponen utama dari bentonit sehingga untuk mendapatkan fraksi dengan kandungan montmorillonite tinggi perlu dilakukan fraksinasi agar dapat dipisahkan dari komponen-komponen lainnya dalam bentonit seperti kuarsa, pirofosit, kristobalit, dan kaolinit. Pemisahan dengan cara fraksinasi didasarkan pada perbedaan besar dan kecilnya massa jenis.

Pada penelitian ini tidak dilakukan metode purifikasi seperti reaksi kimia maupun kalsinasi untuk menghilangkan pengotor pada bentonit, karena perlakuan kimia yang diberikan terhadap bentonit akan mengurangi kandungan montmorillonit dan merusak struktur bentonit (Irwansyah, 2007). Oleh karena itu digunakan perlakuan fisik seperti fraksinasi untuk menghindari hal-hal seperti yang disebutkan sebelumnya. Proses fraksinasi yang dilakukan merupakan proses pemisahan berdasarkan berat jenis dari berbagai fraksi yang terkandung pada bentonit.

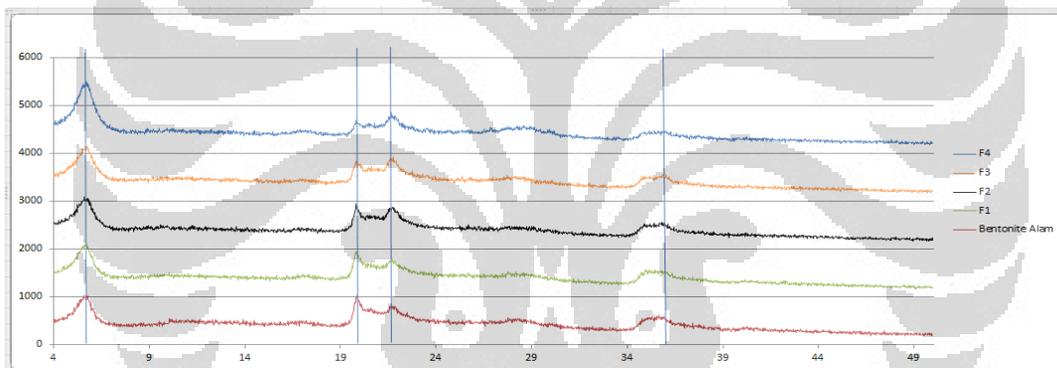
Proses fraksinasi diawali dengan mendispersikan bentonit dalam akuades dengan cara distirer selama 30 menit dengan tujuan agar semua partikel terdistribusi sempurna. Selanjutnya suspensi bentonit didiamkan dan difraksinasi, preparasi berdasarkan rentang waktu 5 menit, 30 menit, 120 menit, dan 360 menit. Proses fraksinasi endapan dilakukan dengan cara dekantasi. Filtrat yang diperoleh kemudian disedimentasi lagi berdasarkan rentang waktu yang ditetapkan, sementara itu sedimen yang diperoleh dikeringkan dengan dioven pada suhu 105⁰ C.

Tabel 4.1 Tabel persen berat tiap fraksi

Fraksi	% Berat
Fraksi 1/F1 (5 menit)	88,05
Fraksi 2/F2 (30 menit)	4,92
Fraksi 3/F3 (120 menit)	2,17
Fraksi 4/F4 (360 menit)	1,72
Total	96,86

Dari data Tabel 4.1 total berat bentonit yang berhasil dikumpulkan tidak mencapai 100 % karena masih terdapat sisa bentonit yang masih belum tersedimentasi yang ditunjukkan dengan warna filtrat fraksi 4 yang masih keruh.

XRD Bentonite

**Gambar 4.1** Difaktogram Bentonit alam, F1, F2, F3, dan F4**Tabel 4.2** Tabel D-spacing dan Komposisi Relatif hasil XRD

Clay	D-spacing	%Montmorillonit	%Kuarsa
Bentonit alam	15,78	100	74,46
Fraksi 1	15,75	74,33	55,93
Fraksi 2	15,68	68,95	80
Fraksi 3	15,69	60,29	74,75
Fraksi 4	15,65	23,87	40,57

Gambar 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi XRD dari bentonit alam, fraksi 1, fraksi 2, fraksi 3, dan fraksi 4. Puncak-puncak khas bentonit seperti fraksi montmorillonit muncul di sekitar sudut $2\theta = 20,2$ dan fraksi kuarsa yang terdeteksi di sekitar $2\theta = 21,7$ serta nilai *d-spacing* yang dapat dilihat melalui puncak 2θ di sekitar 5,6. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, nilai *d-spacing* F1 berada pada puncak $2\theta = 5,6058$; F2 pada puncak $2\theta = 5,6314$; F3 pada puncak $2\theta = 5,6250$; dan F4 pada puncak $2\theta = 5,6413$; sedangkan nilai *d-spacing* dari F1 sebesar 15,75; pada F2 sebesar 15,68; pada F3 sebesar 15,69; dan pada F4 sebesar 15,65. Hal ini disebabkan karena adanya pergeseran puncak di 2θ menyebabkan terjadinya perubahan nilai *d-spacing*. Sesuai dengan persamaan $n\lambda = 2d \sin \theta$, maka pergeseran 2θ ke arah kanan atau semakin besar nilai 2θ akan menyebabkan nilai *d-spacing* semakin menurun. Selanjutnya perhitungan kandungan montmorillonit di tiap fraksi dihitung melalui perhitungan semikuantitatif. Pada perhitungan ini, kandungan di masing-masing fraksi dihitung melalui perbandingan antara puncak dengan intensitas tertinggi dari tiap fraksi dengan intensitas pada puncak montmorillonit dan puncak kuarsa dari fraksi tersebut. Berdasarkan nilai pada Tabel 4.2 maka dapat ditentukan bahwa kandungan montmorillonit tertinggi dan nilai *d-spacing* tertinggi terdapat pada fraksi 1 sehingga endapan pada fraksi 1 yang selanjutnya akan digunakan untuk proses preparasi Na-MMT.

Pada Gambar 4.1 menunjukkan pola difraktogram hasil XRD bentonit alam, fraksi 1, fraksi 2, fraksi 3, dan fraksi 4 yang serupa. Hal ini menunjukkan bahwa metode fraksinasi tidak merusak struktur bentonit, namun memiliki tingkat kesulitan yang cukup tinggi saat memisahkan, sehingga masih terdapat kemungkinan pengotor ikut terbawa saat proses pemisahan (dekantasi).

4.2 Preparasi Na-Montmorillonit

Sebelum preparasi *organoclay*, dilakukan penyeragaman kation di antara interlayer bentonit fraksi 1 dengan ion Na^+ . Substitusi ini bertujuan untuk menyeragamkan kation yang ada di antara interlayer, sehingga dalam penentuan

harga KTK (kapasitas tukar kation) dapat lebih akurat karena berdasarkan pertukaran jumlah kation Na^+ pada interlayer. Selain itu penyeragaman dengan kation Na^+ akan memperbesar daya mengembang bentonit tersebut seperti halnya Na-bentonit yang bersifat *swelling*. Hasil dari penyeragaman kation pada fraksi 1 ini disebut Na-MMT (Na-Montmorillonite).

Penyeragaman dengan kation Na^+ akan memperbesar daya mengembang karena pada Na-bentonit, kation Na^+ yang berada pada permukaan bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami defisiensi muatan positif pada salah satu lembar saja, sehingga di antara lembaran (interlayer) akan terpisah cukup jauh dan memungkinkan interaksi dengan air lebih banyak dan meningkatkan kestabilan (Irwansyah, 2007). Perbesaran daya mengembang ini dapat mempermudah proses preparasi *organoclay*.

4.3 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Setelah dilakukan penyeragaman kation Na^+ pada interlayer bentonit fraksi 1, dilakukan penentuan kapasitas tukar kation yang bertujuan untuk menentukan jumlah surfaktan yang akan ditambahkan pada proses interkalasi surfaktan. Penentuan kapasitas tukar 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 reproduibel dengan akurasi sekitar 10% untuk $\text{CEC} < 20 \text{ meq}/100 \text{ gram clay}$.

Metode penentuan kapasitas tukar kation dengan kompleks $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ dilakukan melalui pengukuran jumlah kompleks $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ yang tersisa menggunakan spektrofotometer UV sehingga jumlah kompleks $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ yang terserap pada Na-montmorillonit dapat diketahui. Berdasarkan kurva standarisasi antara konsentrasi

dan absorbansi dari larutan kompleks $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$, diperoleh persamaan $y = 1,906 x + 0,0129$. Dengan menggunakan persamaan tersebut, maka dapat ditentukan nilai konsentrasi $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ yang tersisa.

Tabel 4.3 Tabel konsentrasi larutan $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$ dalam penentuan KTK

Variasi $[\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}]$	[M] awal	[M] akhir	KTK (mek/100 g)
5 mL	$2,0417 \times 10^{-3}$	$7,5026 \times 10^{-4}$	64,6
4 mL	$1,7943 \times 10^{-3}$	$4,6695 \times 10^{-4}$	66,4
3 mL	$1,7156 \times 10^{-3}$	$3,9874 \times 10^{-4}$	65,8

Dengan melakukan perhitungan secara rata-rata, maka didapat nilai KTK Na-MMT sebesar 65,6 (mek/100 gram).

4.4 Preparasi *Organoclay* Tasikmalaya

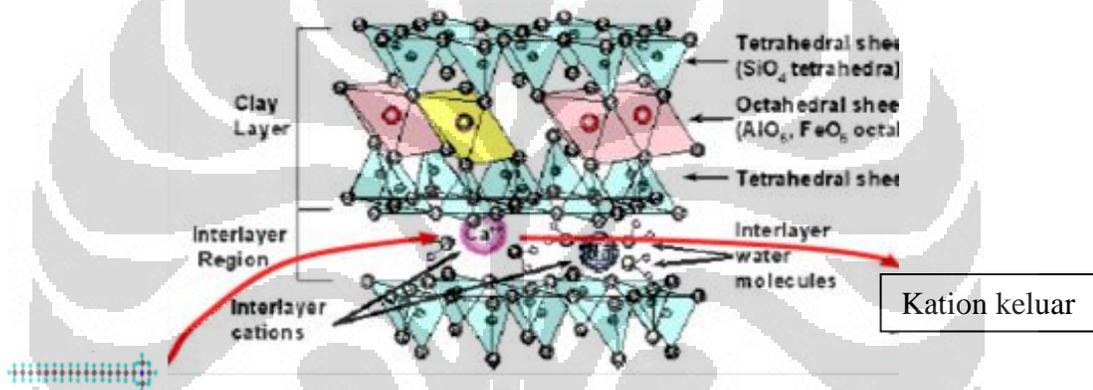
Frakasi 1 yang telah mengalami penyeragaman kation diantara interlayer menjadi Na-MMT selanjutnya akan digunakan untuk proses preparasi *organoclay*. Proses preparasi *organoclay* merupakan suatu proses penyisipan (interkalasi) surfaktan ke dalam interlayer Na-MMT sehingga terbentuk *clay* yang mengandung senyawa organik pada bagian interlayer. Senyawa organik yang digunakan pada penelitian kali ini adalah surfaktan kationik Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMA-Br). Menurut Syuhada, dkk (2009), rantai alkil yang lebih panjang pada surfaktan akan menghasilkan *organoclay* dengan stabilitas termal dan peningkatan *d-spacing* yang lebih baik.

Penambahan surfaktan ke dalam suspensi Na-MMT dan air disesuaikan dengan nilai KTK yang telah didapat. Berdasarkan nilai 1 KTK maka jumlah surfaktan yang harus ditambahkan adalah 0,25748 gram/gram Na-MMT karena sesuai dengan laporan Syuhada dkk (2008) bahwa nilai KTK yang lebih besar dari 1,0 KTK akan mengurangi peningkatan *d-spacing*. Hal ini kemungkinan dikarenakan konsentrasi surfaktan yang berlebih, akan menyebabkan surfaktan tersusun secara

Universitas Indonesia

lateral satu lapis dalam bentonit. Penambahan surfaktan ke dalam suspensi Na-MMT dan air haruslah perlahan agar tidak terbentuk misel sehingga *d-spacing* dari organoclay akan lebih besar. Suspensi *organoclay* perlu di ultrasonik untuk menghilangkan agregat yang terbentuk.

Pada awal proses interkalasi, Na-MMT disuspensikan terlebih dahulu dalam air yang bertujuan agar Na-MMT dapat mengembang akibat kation interlayer yang mampu menghidrasi molekul air sehingga dapat mempermudah proses interkalasi Na-MMT.



Gambar 4.2 Mekanisme pertukaran kation dengan surfaktan
[Sumber: Diana, 2010 (Referensi: Permanasari, 2003, telah diolah kembali)]

Tabel 4.4 Besar nilai *d-spacing* bentonit dan organoclay

Clay	2θ	<i>d Spacing</i> (Å)
Na-MMT	5,85	15,10
<i>Organoclay</i>	4,43	19,92

Proses interkalasi surfaktan terjadi melalui pertukaran kation-kation pada daerah interlayer Na-MMT yang tertarik secara elektrostatis dengan muatan negatif pada bentonit. Gugus amina kwaterner yang bersifat kationik dari surfaktan ODTMABr akan menggantikan kation-kation pada interlayer Na-MMT. Berdasarkan Tabel 4.4 terjadi peningkatan *d-spacing* dari interlayer Na-MMT setelah menjadi

organoclay yang menunjukkan bahwa proses interkalasi surfaktan ODTMABr telah berhasil dilakukan.

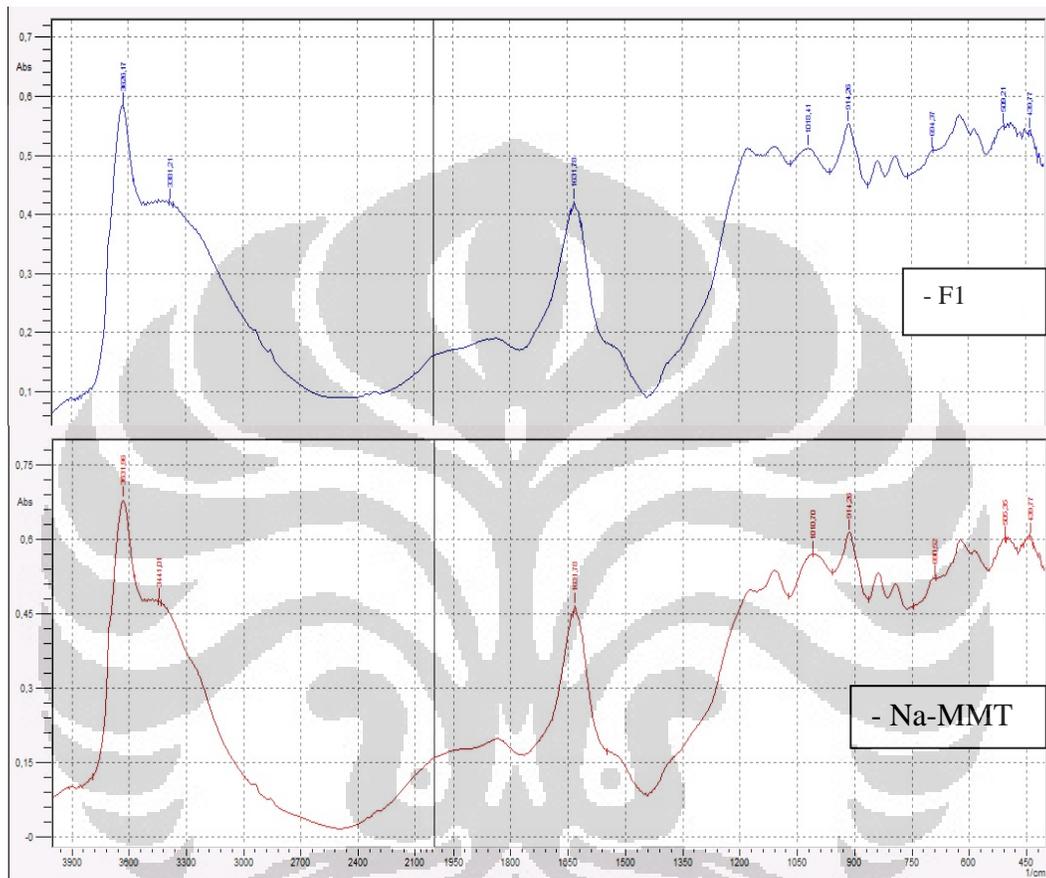
Tabel 4.5 Tabel rasio Si/Al dan Na/(Si+Al)

<i>Clay</i>	Na (% mol)	Si (% mol)	Al (% mol)	Si/Al	Na/(Si+Al)
Bentonit Alam	0	0,966	0,643	1,502	0
F1	0	1,042	0,645	1,615	0
Na-MMT	0,060	0,993	0,518	1,917	0,040
<i>Organoclay</i>	0	1,208	0,666	1,814	0

Bentonit merupakan salah satu jenis lempung 2:1 dengan kerangka yang tersusun oleh dua lapisan tetrahedral yang mengapit satu lapisan oktahedral. Lapisan tetrahedral dibentuk dari tetrahedral silikon-oksigen sedangkan lapisan oktahedral terbentuk oleh oktahedral yang membagi ujung-ujung oksigen dan hidroksil dengan Al, maka berdasarkan kerangka penyusunnya rasio Si/Al dari bentonit pada umumnya sebesar 2. Terjadinya perubahan rasio Si/Al dari bentonit dapat disebabkan oleh struktur montmorillonit yang mengalami proses substitusi isomorfis, dimana posisi Al^{3+} digantikan oleh Mg^{2+} atau Fe^{2+} sedangkan Si^{4+} digantikan Al^{3+} atau Fe^{3+} sehingga sebagai konsekuensinya terdapat netto muatan negatif pada permukaan montmorillonit. Menurunnya nilai rasio Si/Al dapat terjadi karena proses substitusi isomorfis Si^{4+} pada kerangka tetrahedral yang digantikan oleh Al^{3+} atau Fe^{3+} sedangkan naiknya nilai rasio Si/Al dapat terjadi karena proses substitusi isomorfis Al^{3+} pada kerangka oktahedral yang digantikan oleh Mg^{2+} atau Fe^{2+} .

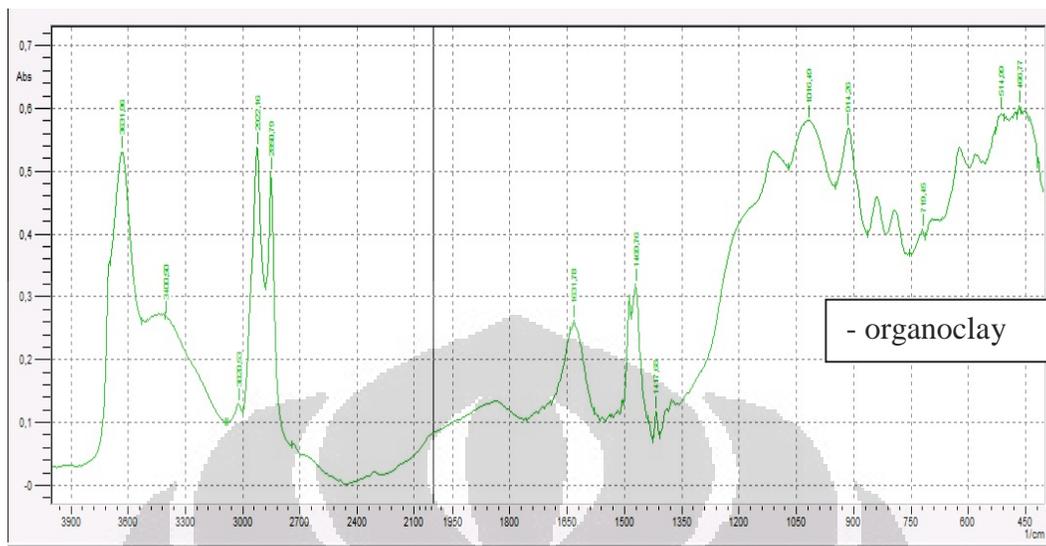
Berdasarkan rasio Si/Al pada Tabel 4.5 menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan rasio Si/Al secara signifikan. Hal ini membuktikan bahwa struktur pada montmorillonit tidak mengalami kerusakan. Pada karakterisasi hasil preparasi Na-MMT terlihat adanya kation Na^+ yang telah menggantikan ion-ion penyeimbang pada interlayer montmorillonit pada fraksi 1. Namun, pada hasil preparasi *organoclay*

sudah tidak terdapat lagi kation Na^+ . Hal ini disebabkan telah terjadinya pertukaran ion Na^+ oleh surfaktan kationik ODTMA^+ melalui proses interkalasi.



Gambar 4.3 Spektrum FTIR F1 dan Na-MMT

Hasil karakterisasi F1 dan Na-MMT dengan FTIR pada Gambar 4.3 menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3631 cm^{-1} yang merupakan puncak OH struktural pada kerangka silikat bentonit. Ulur OH dan tekuk HOH dari molekul air ditunjukkan pada bilangan gelombang 3441 cm^{-1} dan 1631 cm^{-1} . Selain itu juga muncul vibrasi Si-O dan Al-O pada bilangan gelombang $400\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$.

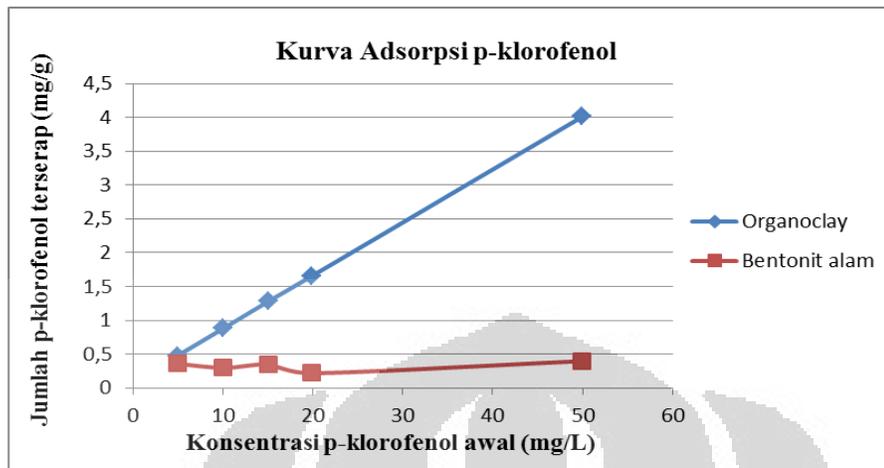


Gambar 4.4 Spektrum FTIR *organoclay*

Berdasarkan hasil karakterisasi *organoclay* terlihat adanya serapan baru pada bilangan gelombang 2922 cm^{-1} dan 2850 cm^{-1} yang merupakan vibrasi simetrik dan asimetrik dari C-H pada mrtilen ($-\text{CH}_2$) sedangkan vibrasi ulur CH muncul pada bilangan gelombang 1417 cm^{-1} . Serapan dari vibrasi uluran amina primer NH_3^+ tampak pada bilangan gelombang 3020 cm^{-1} dan untuk vibrasi tekuk NH_3^+ tampak pada bilangan gelombang 1469 cm^{-1} . Timbulnya serapan baru tersebut merupakan akibat adanya gugus yang berasal dari surfaktan ODTMABr. Hal menunjukkan bahwa surfaktan tersebut telah berhasil terikat oleh montmorillonite.

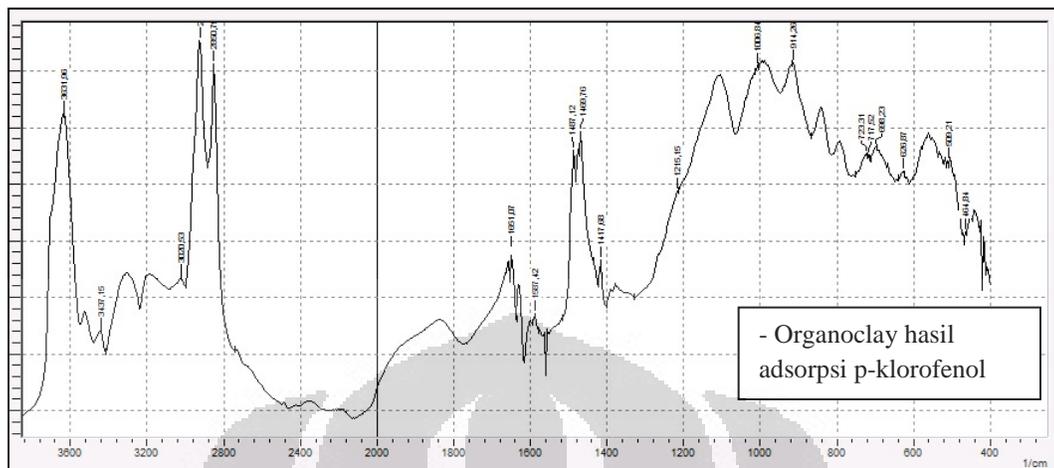
4.5 Penentuan Kapasitas Adsorpsi p-klorofenol

Pada penelitian ini, dilakukan uji aplikasi *organoclay* Tasikmalaya dan bentonit alam sebagai adsorben molekul organik. Molekul organik yang digunakan adalah p-klorofenol yang merupakan derivat dari senyawa fenol. Pada penelitian ini, digunakan p-klorofenol dengan berbagai konsentrasi, yaitu 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 50 ppm yang diinteraksikan dengan *organoclay* Tasikmalaya.



Gambar 4.5 Kurva adsorpsi p-klorofenol oleh bentonit alam dan organoclay Tasikmalaya.

Dari Gambar 4.5 terlihat bahwa daya adsorpsi *organoclay* Tasikmalaya terhadap p-klorofenol hingga konsentrasi 50 ppm p-klorofenol masih terus mengalami peningkatan. Pada konsentrasi 50 ppm p-klorofenol, daya adsorpsi *organoclay* Tasikmalaya dapat mencapai 4,010 mg p-klorofenol setiap 1 g *organoclay* Tasikmalaya sedangkan daya adsorpsi bentonit alam terhadap p-klorofenol hingga konsentrasi 50 ppm p-klorofenol tidak mengalami perubahan yang signifikan. Pada konsentrasi 5 ppm p-klorofenol, daya adsorpsi mencapai 0,356 mg p-klorofenol setiap 1 g bentonit alam dan pada konsentrasi 50 ppm p-klorofenol, daya adsorpsi bentonit alam hanya dapat mencapai 0,39604 mg p-klorofenol setiap 1 g bentonit alam. Hal ini dikarenakan selain basal spacing *organoclay* yang lebih besar juga karena interaksi hidrofobik yang terjadi antara gugus nonpolar (gugus fenil) yang ada pada senyawa p-klorofenol dengan rantai panjang surfaktan yang ada pada *organoclay* dan interaksi hidrofilik antara gugus yang lebih polar (-OH) pada p-klorofenol dengan atom gugus OH pada silanol yang terdapat pada struktur montmorillonit.



Gambar 4.6 Spektrum FTIR adsorpsi p-klorofenol oleh *organoclay*.

Hasil penyerapan p-klorofenol oleh *organoclay* dapat dilihat pada data spektra FTIR. Puncak serapan ulur OH dari H₂O pada *organoclay* terbentuk pada bilangan gelombang 3423 cm⁻¹. Nmun setelah *organoclay* didispersikan dengan p-klorofenol maka terjadi penurunan intensitas serapan ulur OH dari H₂O yang terbentuk pada bilangan gelombang 3437 cm⁻¹. Hal ini dapat diakibatkan oleh jumlah H₂O yang berkurang pada *organoclay* karena tersubstitusi oleh molekul p-klorofenol. Selain itu, adsorpsi p-klorofenol oleh *organoclay* menyebabkan terbentuknya puncak-puncak serapan dari senyawa p-klorofenol, seperti puncak serapan ulur CH aromatik pada panjang gelombang 3020 cm⁻¹, puncak serapan ulur C=C aromatik pada panjang gelombang 1587 cm⁻¹ dan 1487 cm⁻¹, puncak serapan ulur CO pada panjang gelombang 1215 cm⁻¹, puncak serapan tekukan CH ke luar bidang pada panjang gelombang 723 cm⁻¹, puncak serapan tekukan C=C ke luar bidang pada panjang gelombang 698 cm⁻¹, puncak serapan tekukan OH ke luar bidang pada panjang gelombang 626 cm⁻¹.

Pada adsorpsi p-klorofenol oleh bentonit alam terjadi akibat interaksi hidrofilik antara gugus yang lebih polar (-OH) pada p-klorofenol dengan atom gugus OH pada silanol yang terdapat pada struktur montmorillonit dan interaksi antara

kation penyeimbang pada interlayer dengan gugus $-Cl$ pada p-klorofenol yang cenderung bersifat elektronegatif.

4.6 Penentuan Jenis Isoterm Adsorpsi

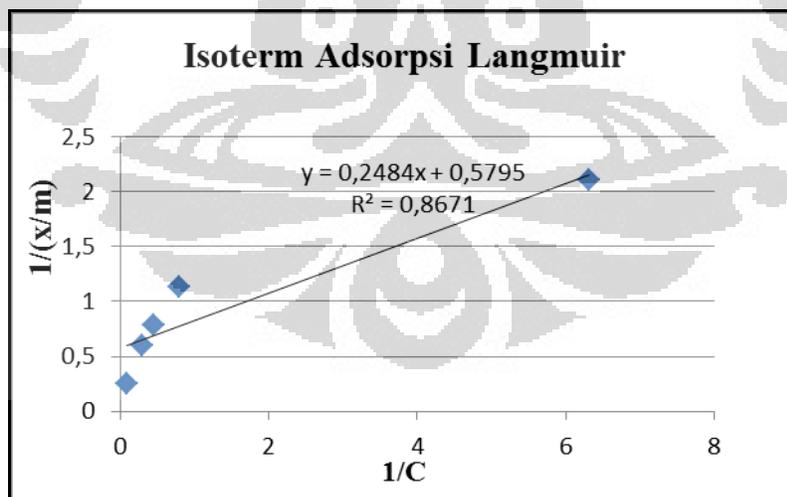
Setelah menentukan kemampuan adsorpsi *organoclay* terhadap senyawa – klorofenol, maka selanjutnya akan dilakukan penentuan jenis adsorpsi isoterm dari adsorben *organoclay* Tasikmalaya. Jenis adsorpsi yang akan dibandingkan adalah isoterm adsorpsi Freundlich dan isoterm adsorpsi Langmuir.

Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi.

Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut :

$$\frac{C}{x/m} = \frac{1}{(x/m)_{\text{mak}} k} + \frac{1}{(x/m)_{\text{mak}}} C$$

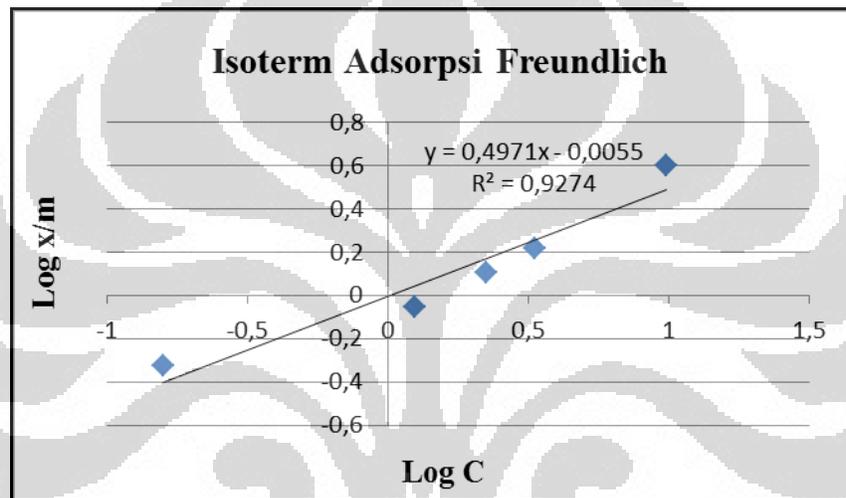
Dengan memplotkan $1/(x/m)$ sebagai sumbu y dan $1/C$ sebagai sumbu x maka dapat diperoleh grafik isoterm adsorpsi Langmuir.



Gambar 4.7 Grafik isoterm adsorpsi Langmuir p-klorofenol.

Selain persamaan isoterm adsorpsi Langmuir, persamaan isoterm adsorpsi Freundlich juga dapat diturunkan secara teoritis sehingga dapat diperoleh grafik isoterm adsorpsi Freundlich. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat dituliskan sebagai berikut :

$$\text{Log } (x/m) = \log k + 1/n \log c$$

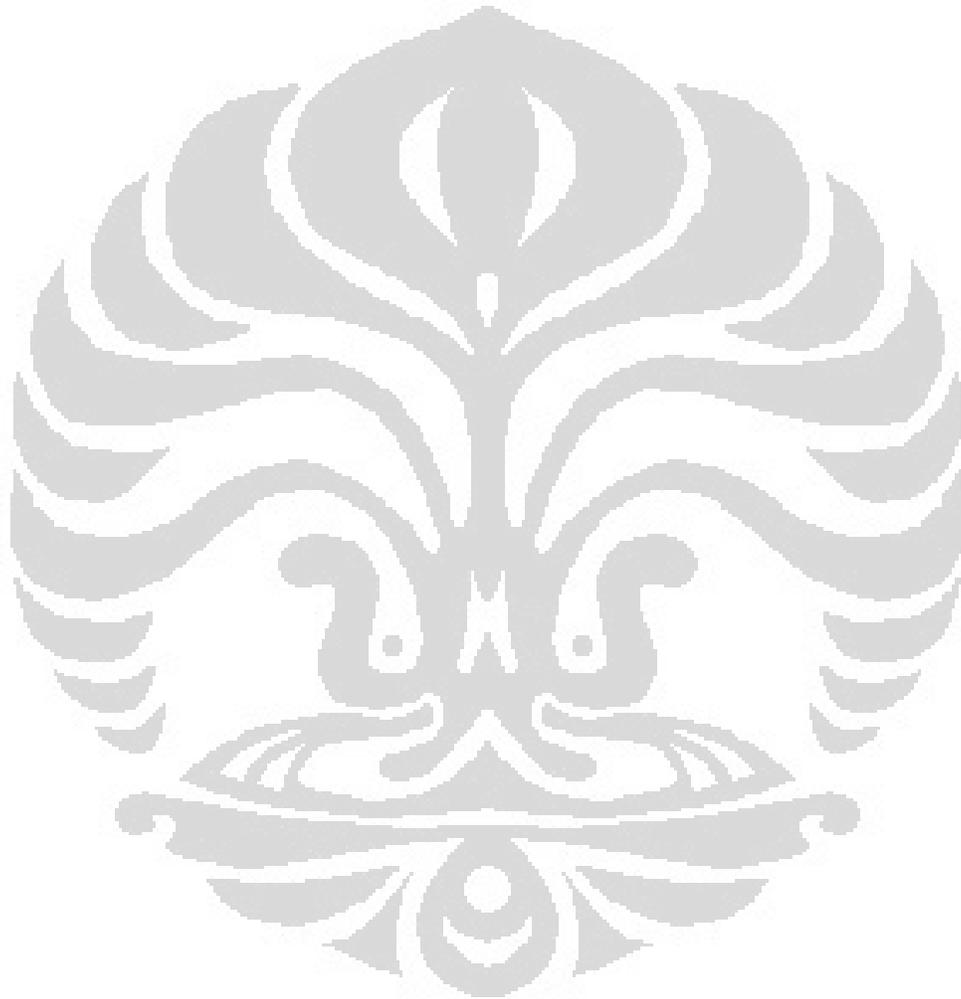


Gambar 4.8 Grafik isoterm adsorpsi Freundlich p-klorofenol.

Berdasarkan grafik isoterm adsorpsi Langmuir dan grafik isoterm adsorpsi Freundlich tersebut dapat dilihat bahwa persamaan isoterm adsorpsi Freundlich lebih linier dibandingkan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dengan koefisien relasi (R) sebesar 0.9274 untuk Freundlich dan 0.8671 untuk Langmuir. Hal ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi p-klorofenol oleh organoclay Tasikmalaya 1 KTK mengikuti persamaan isoterm adsorpsi Freundlich.

Kecenderungan terhadap adsorpsi isoterm Freundlich disebabkan karena adsorpsi p-klorofenol yang terjadi pada interlayer *organoclay* tempat surfaktan terinterkalasi lebih mendominasi dibandingkan dengan adsorpsi yang terjadi pada permukaan lapisan monolayer.

Adsorpsi isoterm Langmuir hanya terjadi pada konsentrasi rendah, hal ini terlihat pada adsorpsi isoterm Langmuir yang membentuk linearitas yang cukup baik pada adsorpsi di konsentrasi 5-20 ppm p-klorofenol. Pada adsorpsi isoterm Langmuir, proses adsorpsi yang terjadi hanya membentuk satu lapisan tunggal saat adsorpsi maksimum serta tidak ada interaksi antara molekul-molekul yang terserap.



BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Pada bentonit Tasikmalaya, kandungan montmorillonit terbanyak melalui proses fraksinasi terdapat pada fraksi 1.
2. Nilai KTK Na-bentonit dihitung dengan metode tembaga amin didapatkan sebesar 65,6 meq/gram *clay*.
3. Surfaktan kationik ODTMABr telah dapat diinterkalasi ke dalam interlayer bentonit berdasarkan data peningkatan *basal spacing XRD organoclay* dengan variasi 1 KTK.
4. Berdasarkan kurva isotherm adsorpsi, *organoclay* lebih efektif dalam menyerap p-klorofenol dibandingkan bentonit alam.
5. Pada konsentrasi 50 ppm p-klorofenol, daya adsorpsi organoclay Tasikmalaya dapat mencapai 4,00990 mg p-klorofenol setiap 1 g organoclay Tasikmalaya.

5.2 Saran

1. Sebaiknya juga dilakukan aplikasi adsorpsi p-klorofenol dengan variasi waktu agar dapat diketahui waktu optimum untuk pencapaian konsentrasi kesetimbangan.
2. Sebaiknya dilakukan penyerapan p-klorofenol dengan konsentrasi yang lebih tinggi agar diketahui konsentrasi maksimum penyerapan p-klorofenol yang dapat diserap *organoclay*.
3. Sebaiknya dilakukan uji desorpsi *organoclay* terhadap sampel adsorbat agar organoclay dapat diregenerasi kembali sehingga dapat digunakan kembali sebagai adsorben.

DAFTAR REFERENSI

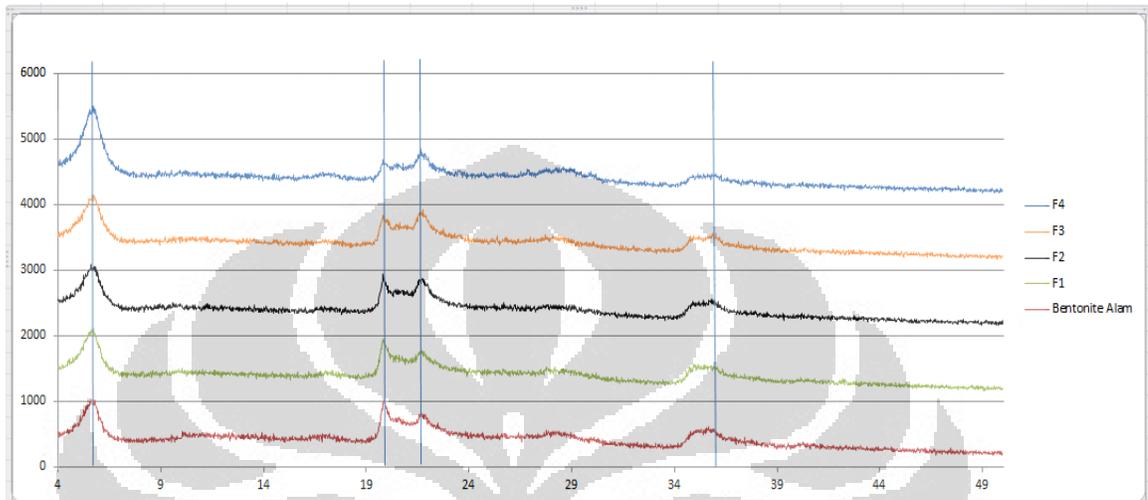
- Bergaya, F. Vayer M.s (1997). *CEC of clays: Measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex*. Applied Clay Science 12 (1997) 275-280. Perancis.
- Frost, Ray and Xi, Yunfei and He, Hongping. (2007) . *Modification of the surfaces of Wyoming montmorillonite by the cationic surfactants alkyl trimethyl, dialkyl dimethyl and trialkyl methyl ammonium bromides*. Journal of Colloid and Interface Science 305(1): pp: 150-158.
- Frost, Ray and He, Hongping and Klopogge, Theo and Bostrom, Thor and Duong, Loc and Yuan, Peng and Xi, Yunfei and Yang, Dan. (2006). *Changes in the morphology of organoclays with HDTMA+ surfactant loading*. Applied Clay Science 31(3-4):pp. 262-271.
- Handoyo, Kristian S. (2001). *Dasar dasar kimia anorganik nonlogam* Universitas Negeri Yogyakarta. hal;8.18-8.19.
- Haryani, Diana Nur. (2010). *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkelasi Surfaktan Kationik HDTMABr dan ODTMABr Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Molekul Organik*. Skripsi Departemen Kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Heinz, H. Vaia, R. A. Krishnamoorti, R. and Farmer, B. L. (2006). *Self-Assembly of Alkylammonium Chains on Montmorillonite: Effect of Chain Length, Head Group Structure, and Cation Exchange Capacity*. J. Phys. Chem. B 2005, 109, 13301-13306 Ohio. Wright State University, Ohio and University of Houston, Texas.
- Irwansyah. (2007). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Jaycock, M. J and G. D. Parfitt. (1981). *Chemistry of Interfaces*. Ellis Horwood Limited
- Kurniawan, Danar. (2008). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay dengan Metode Ultrasonik sebagai Adsorben p-Klorofenol dan Hidroquinon*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.

- Lizhong Zu, Yimin Li, & Jianying Zhang. (1997). *Jurnal Sorption Of Organobentonites To Some Organic Pollutants In Water*. Departement of Environmental Science, Hangzhou University Hangzhou, Zheijang, China
- Martini, Kus Sri, Ashadi, & Sulistyo Saputro. 2009. *Pengembangan Metode Regenerasi dan Kestabilan Sistem Adsorben Surfaktan Kationik Berpenyangga Montmorillonit Lokal untuk Menanggulangi Polutan Organik dan Logam Berat*. Artikel Ilmiah Universitas Sebelas Maret Surakarta
- Marz, Rahman Arif. (2012). *Studi Daya Adsorpsi Organoclay Tapanuli Terhadap Fenol dalam Air dan Limbah Air Hasil Demulsifikasi Minyak Bumi*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Meys, Drew. (1999). *Surfaces, interfaces and colloids: Principles and applications, Second edition*. John Willey & Sons, Inc, New York.
- Meier, L.P. and Kahr, G. (1999). Determination of the cation exchange capacity (CEC) of clay minerals using the complexes of copper(II) ion with triethylenetetramine and tetraethylenepentamine. *Clays Clay Miner.* 47, pp: 386 – 388.
- Nurdiansyah, Andika. (2007). *Studi Awal Aplikasi Organoclay sebagai Adsorben Fenol dan Katekol*. Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Oktaviani, Evi. (2011). *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Fenol*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Oxtoby, David W dkk. (2002). *Principles of Modern Chemistry, Fifth Edition*. Brooks/Cole. New York.
- Perneyeszi, Timea, Roy Kasteel, Barbara Witthuhn, & Peter Klahre. (2006). Adsorption of 2,4-dichlorophenol on Organic/Aquafier Material Mixtures Studied Under Static and Flow Conditions. *Applied Clay Science* 32: pp: 179-189
- Pettersson, Torbjörn, Esben Thormann, and Per Claesson. (2010). *AFM Study of Montmorillonit*. Technical Report, Royal Institute of Technology.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1992). *Spektroskopi Inframerah*. Liberty, Yogyakarta.

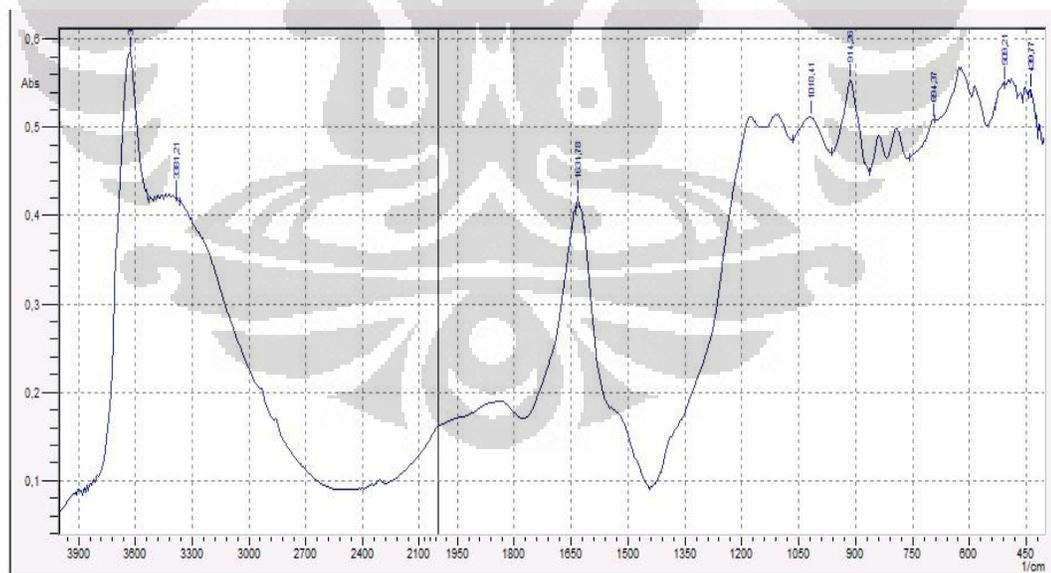
- Sirappa, M.P, dan Astiana Sastiono. (2003). *Analisis Mineral Lempung Tanah Regosol Lombok Dengan Menggunakan Sinar X Dalam Kaitannya Dengan Penentuan Sifat dan Cara Pengelolaan Tanah*. Jurnal Ilmu Tanah dan Lingkungan. Vol. 3 No. 2, pp1-6.
- Syuhada, Rachmat Wijaya, Jayatin, dan Saeful Rohman. (2009). *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Bandung. Vol. 2 No. 1
- Vianna, M.M.G Ramos, J.H.R Franco, & C.A Pinto. (2004). *Sorption of Oil Pollution by Organoclays and A Coal/Mineral Complex*. Brazilian Journal of Chemical Engineering.
- Yunfei, Xi, Zhe Ding, Hongping Ho, & Ray L. Frost. (2005). *Infrared spectroscopy of organoclays synthesized with the surfactant octadecyltrimethylammonium bromide*. Spectrochimica acta. Part A, Molecular and biomolecular spectroscopy, 2005. 61(3): p. 515-25.
- Yunfei, Xi. (2006). *Synthesis, Characterisation and Application of Organoclays*. PhD Thesis. Queensland University of Technology.
- <http://webmineral.com>. 18 Mei 2012.
- <http://www.eytonsearth.org/clay-chemistry.php> 27 Mei 2012.
- <http://www.fysast.uu.se/molcond/content/bentonite-and-kaolinite> 28 Mei 2012.
- <http://www.eytonsearth.org/bentonite-montmorillonite.php> 29 Mei 2011.
- http://www.aquatechnologies.com/info_bentonite_clay.htm 29 Mei 2012.
- <http://www.nuance.northwestern.edu/KeckII/Instruments/FT-IR/index.html> 6 Mei 2012.
- <http://www.ima-europe.eu/fileadmin/euba/whatisbentonite.htm> 8 Mei 2012.
- <http://www.alibaba.com>/8 mei 2012.

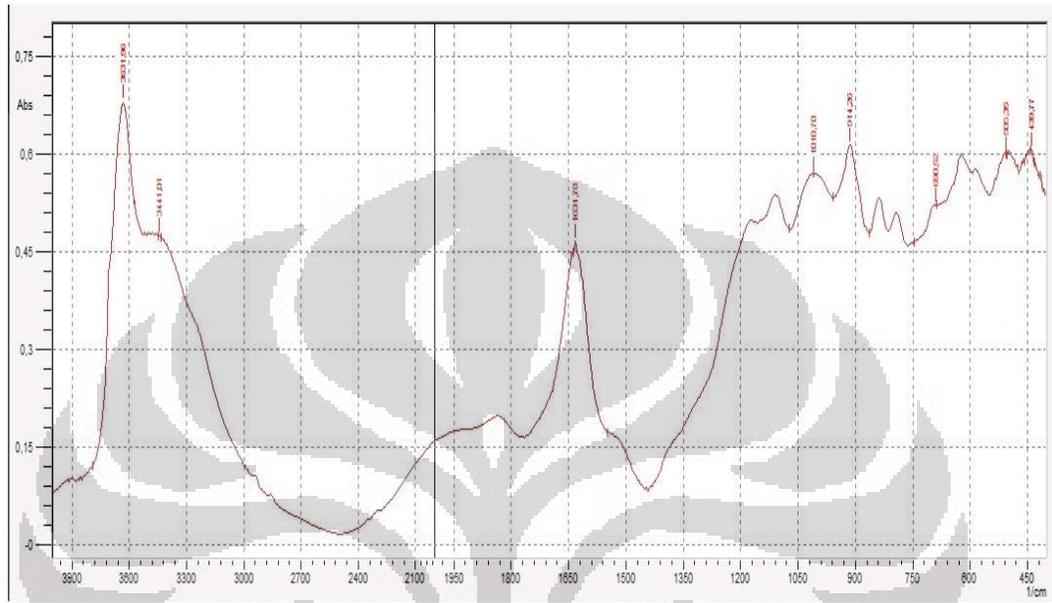
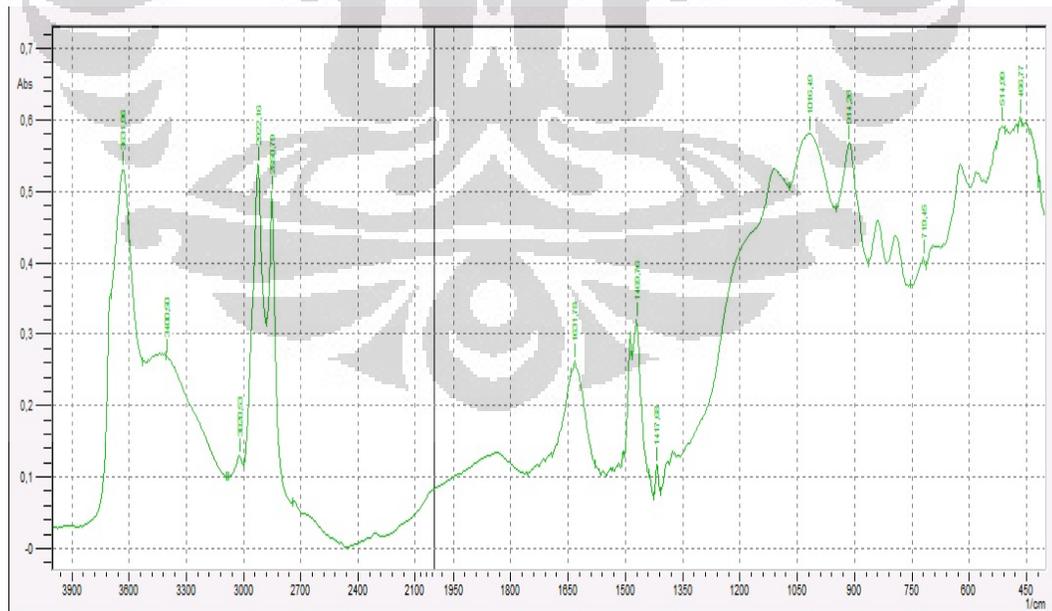
LAMPIRAN 1

Difaktogram XRD Bentonit alam, F1, F2, F3, dan F4



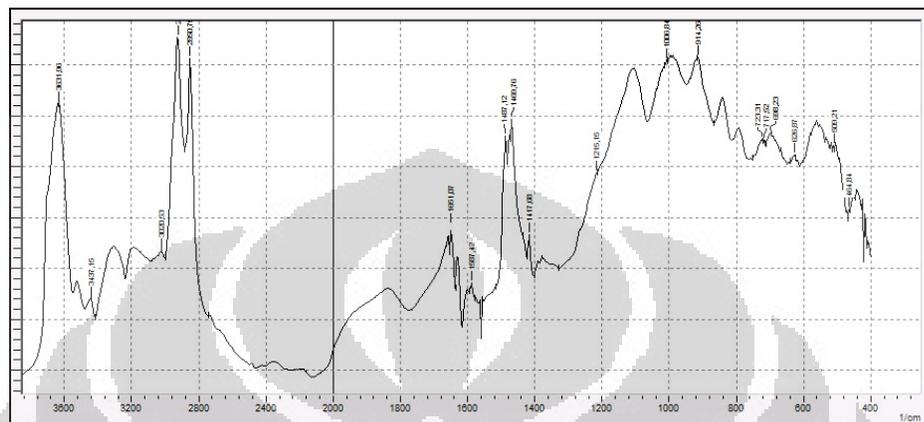
FTIR Fraksi 1 Bentonit Tasikmalaya



LAMPIRAN 2**FTIR Na-MMT****FTIR Organoclay Tasikmalaya**

LAMPIRAN 3

FTIR Adsorpsi p-klorofenol oleh *organoclay* Tasikmalaya



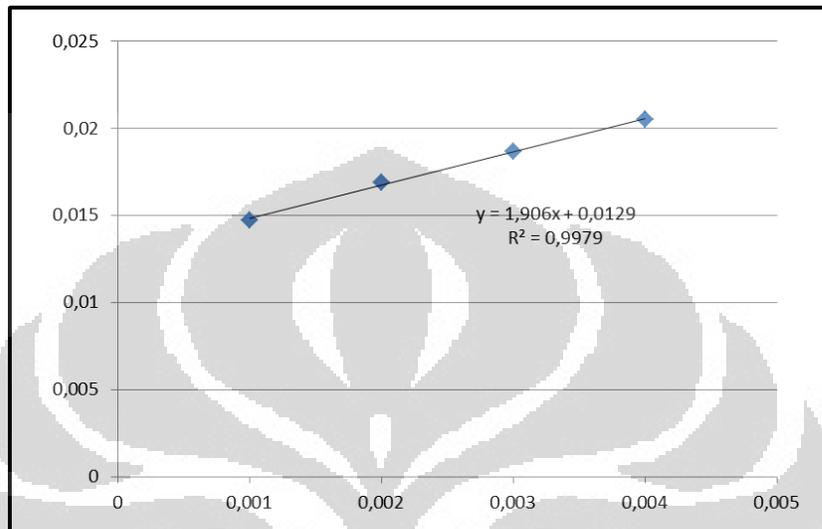
Puncak-puncak yang terdeteksi pada F1, Na-MMT, dan *Organoclay* melalui FTIR

Jenis spektra	Wavelength cm ⁻¹ F1	Wavelength cm ⁻¹ Na-MMT	Wavelength cm ⁻¹ Organoclay
Ulur O-H struktural	3626	3631	3631
Ulur O-H dari molekul air	3381	3441	3400
Tekuk HOH dari molekul air	1631	1631	1631
Ulur Si-O-Si, deformasi Al ₂ OH, deformasi Al-Mg-OH, Al-O dan Si-O-Fe	1018, 914, 694, 509, 439	1010, 914, 690, 505, 439	1016, 914, 719, 514, 466
Amina Primer NH ₃ ⁺ Asimetrik dan Simetrik Uluran Vibrasi	-	-	3020
Vibrasi simetrik dan asimetrik dari C-H pada metilen (-CH ₂)	-	-	2922, 2850
Vibrasi ulur C-H	-	-	1417
Tekuk Si-O	509, 439	505, 439	514, 466
Tekukan NH ₃ ⁺ Asimetrik dan Simetrik	-	-	1469

Universitas Indonesia

LAMPIRAN 4

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



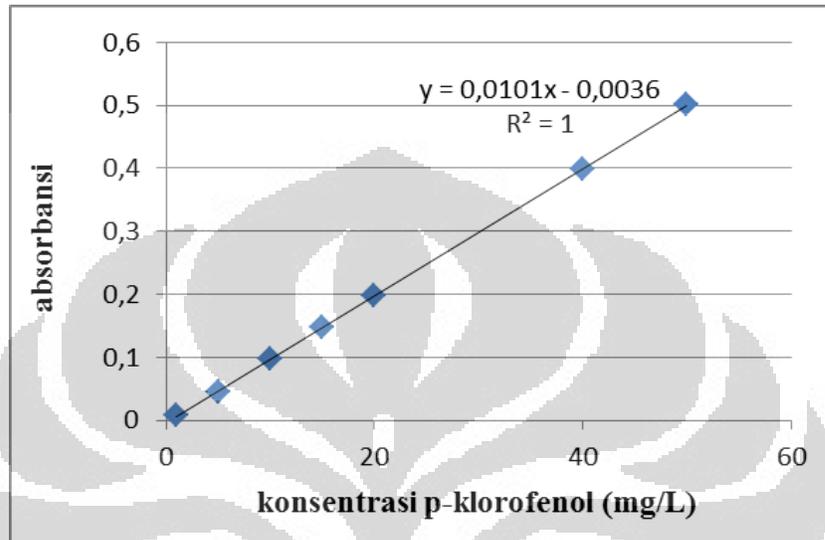
Variasi $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$	[M] awal	[M] akhir	KTK (meq/100gr)
5 ml	$2,0417 \times 10^{-3}$	$7,5026 \times 10^{-4}$	64,6
4 ml	$1,7943 \times 10^{-3}$	$4,6695 \times 10^{-4}$	66,4
3 ml	$1,7156 \times 10^{-3}$	$3,9874 \times 10^{-4}$	65,8
Nilai KTK rata-rata			65,6

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

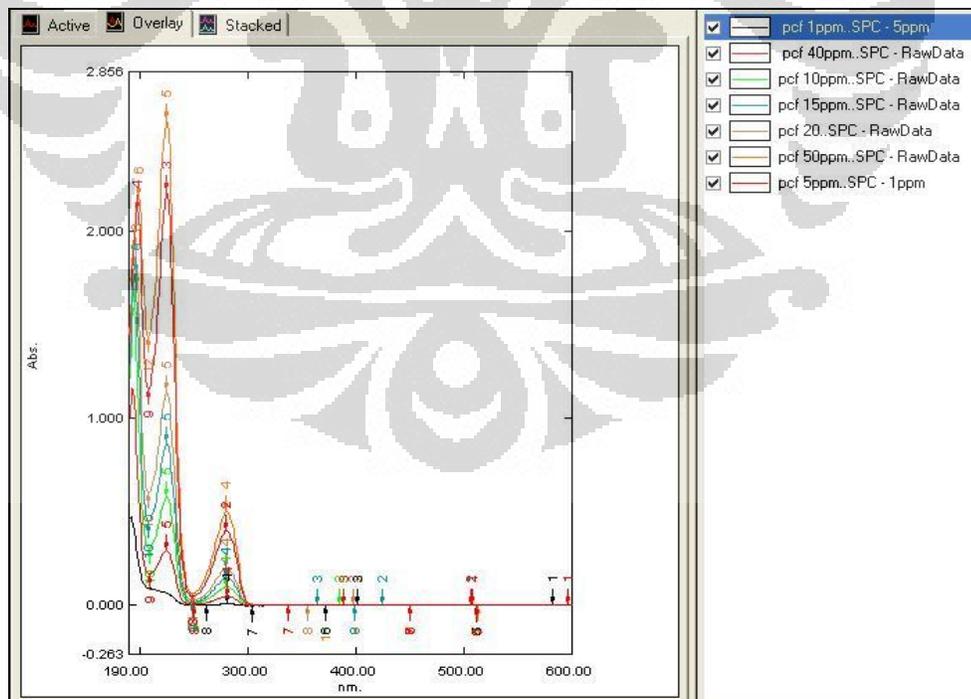
$$\text{Cu}(\text{en})_2^{2+} = \frac{M \text{ Cu}(\text{en})_2^{2+} \times V_{\text{total}} \times \text{muatan kompleks}}{0,1 \text{ gr}}$$

LAMPIRAN 5

Kurva standar variasi konsentrasi p-klorofenol (1-50)

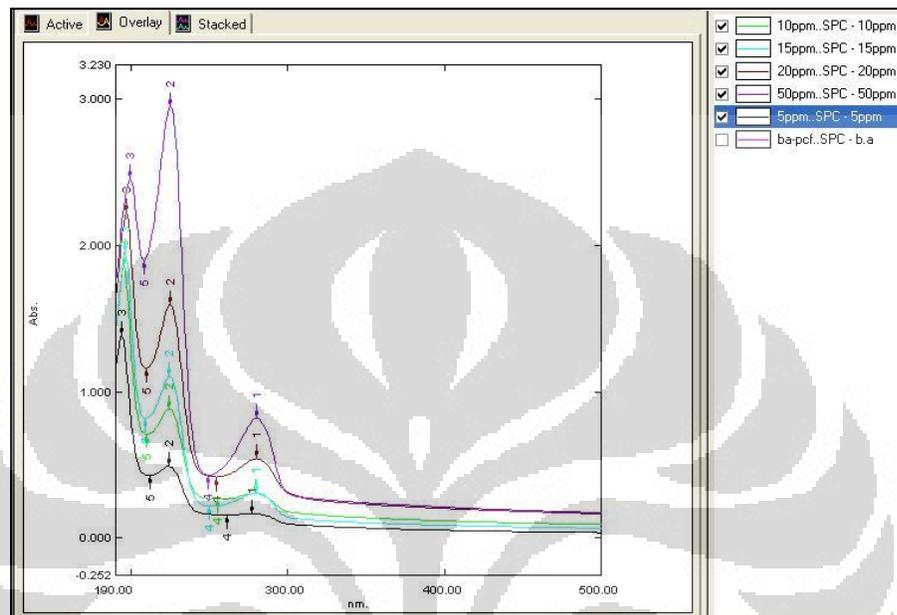


Spektrum Uv-Vis standar variasi konsentrasi p-klorofenol (1-50)



LAMPIRAN 6

Spektrum Uv-Vis adsorpsi p-klorofenol oleh bentonit alam

Spektrum Uv-Vis adsorpsi p-klorofenol oleh *organoclay*