



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ORGANOCLAY  
BENTONIT TASIKMALAYA TERINTERKALASI DENGAN  
SURFAKTAN NON-IONIK TRITON X-100 : VARIASI  
KATION PENYEIMBANG**

**SKRIPSI**

**PARAMITA PUSPITASARI  
0806399911**

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



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ORGANOCLAY  
BENTONIT TASIKMALAYA TERINTERKALASI DENGAN  
SURFAKTAN NON-IONIK TRITON X-100 : VARIASI  
KATION PENYEIMBANG**

**SKRIPSI**

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

**PARAMITA PUSPITASARI  
0806399911**

**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 : Paramita Puspitasari

NPM : 0806399911

Tanda Tangan : 

Tanggal : Juli 2012

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Paramita Puspitasari  
NPM : 0806399911  
Program Studi : Kimia  
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Bentonit  
Tasikmalaya Terinterkalasi Surfaktan Non-ionik  
Triton X-100 : Variasi Kation Penyeimbang

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

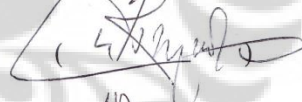
Pembimbing : Dr. Riwandi Sihombing



Pembimbing : Dr. Yuni Krisyuningsih. K



Penguji : Drs. Ismunaryo M.Phil



Penguji : Dra. Tresye Utari M.S.



Penguji : Drs. Riswiyanto M.S



Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : Juli 2012

## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kehadirat Allah SWT yang senantiasa telah memberikan nikmatnya kepada kita semua. Semoga kita terus dapat berada dalam rahmat dan ridho-Nya. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains departemen 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. Riwandi Sihombing dan Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi S.Si., M.Sc., 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, Prof. Dr. Sumi Hudyono PWS, serta Dosen Pengajar di Departemen Kimia yang telah banyak membagi ilmu dan senantiasa membimbing mahasiswa untuk tetap terus belajar dan berkarya.
- (3) Yang Tersayang Ayah dan Ibu yang selalu menanyakan kabar, memberikan kasih sayangnya dan mendukung setiap hal yang saya lakukan, serta kakak saya yang selalu menanyakan kabar.
- (4) Hadyan Adli yang telah mendukung dan diskusinya yang sangat berharga.
- (5) 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 kakak-kakak di Lab Afiliasi, saya mengucapkan terima kasih telah banyak membantu saya demi terselesaikannya penelitian ini.

- (6) Rekan penelitian satu peminatan. Ka Tegar, Budi, Reza, Ka Widi, dan Hadi, saya mengucapkan terima kasih atas dukungannya.
- (7) Pak Salim dan Pak parya, saya mengucapkan terima kasih atas diskusinya.
- (8) Rekan penelitian lantai 3 yang selalu menghadirkan riang tawa juga kepanikan di setiap kondisi.
- (9) Rekan penelitian lantai 4 yang selalu bersemangat.
- (10) Rekan penelitian lab kering yang sangat kuat dihadapan monitor.
- (11) Rekan penelitian di luar fakultas yang jarang berkunjung.
- (12) Teman-teman kelas kimia 2008. Terima kasih kebersamaannya selama ini.
- (13) Kakak-kakak sarjana yang banyak membantu melalui tulisan skripsi dengan bahan yang sama sebelumnya, Ka Irwansyah, Ka Andy, Ka Diana, Ka Evi, dan Ka Rahman.

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 : Paramita Puspitasari  
NPM : 0806399911  
Program Studi : S1  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Skripsi

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

Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Bentonit Tasikmalaya Terinterkalasi  
Surfaktan Non-ionik Triton X-100 : Variasi Kation Penyeimbang

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok  
Pada tanggal : Juli 2012  
Yang menyatakan



( Paramita Puspitasari )

## ABSTRAK

Nama : Paramita Puspitasari  
Program Studi : Kimia  
Judul : Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Bentonit Tasikmalaya  
Terinterkalasi Surfaktan Non-ionik Triton X-100 : Variasi  
Kation Penyeimbang

Bentonit asal Tasikmalaya dimodifikasi menjadi *organoclay* dengan menggunakan surfaktan non-ionik Triton X-100 sebagai agen penginterkalasi. Produk hasil modifikasi dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDAX. Sebelum preparasi, dilakukan fraksinasi presipitasi bentonit dan didapat Fraksi 1 yang kaya montmorillonit (MMT) yang kemudian divariasikan kation penyeimbangannya dengan  $\text{Na}^+$  (menjadi Na-MMT) dan  $\text{NH}_4^+$  (menjadi  $\text{NH}_4$ -MMT). Kemudian nilai KTK Na diperoleh sebesar 66,5 meq/100 gram Na-MMT dengan menggunakan senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$ , dan 65 meq/100 gram Na-MMT dengan menggunakan senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ . Variasi penambahan surfaktan Triton X-100 yang digunakan untuk preparasi *organoclay* 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm terhadap *d-spacing* diamati dengan XRD *low angle* menunjukkan bahwa terjadinya peningkatan *d-spacing* dari 15,10 Å untuk Na-MMT masing-masing menjadi 17,26 Å, 16,91 Å, dan 17,28 Å; 15,75 Å untuk MMT menjadi 16,24 Å, 16,53 Å, dan 16,42 Å; 12,39 Å untuk  $\text{NH}_4$ -MMT (dari Na-MMT) menjadi 15,02 Å, 14,99 Å, dan 14,88 Å; 12,47 Å untuk  $\text{NH}_4$ -MMT (dari MMT) menjadi 15,11 Å, 14,88 Å, dan 15,07 Å. Data yang diperoleh menunjukkan bahwa *d-spacing* yang dihasilkan oleh *organoclay* dari Na-MMT lebih besar dibandingkan dengan *organoclay* lainnya, dan nilai % kenaikan *d-spacing* yang baik merupakan *organoclay* dari  $\text{NH}_4$ -MMT (dari Na-MMT) maupun *organoclay* dari  $\text{NH}_4$ -MMT (dari MMT).

Kata Kunci : kation penyeimbang, organoclay, d-spacing.  
xiii+51 halaman : 30 gambar; 8 tabel  
Daftar Pustaka : 19 (1954-2010)



## ABSTRACT

Name : Paramita Puspitasari  
Program Study : Kimia  
Title : Synthesis and Characterization of Tasikmalaya Bentonite  
Organoclay Intercalated By Non-ionic Surfactant Triton X-100 :  
Balancing Cation Variation

Bentonite of Tasikmalaya is modified into *organoclay* by using non-ionic surfactant Triton X-100 as an intercalation agent. The modified product is characterized with XRD, FTIR, and EDAX analysis. Leading to the preparation, the bentonite was fractionated to obtain the fraction 1 which is rich in montmorillonite (MMT). This fraction then modified using variation balancing cations. The cations variation are  $\text{Na}^+$  (as Na-MMT) and  $\text{NH}_4^+$  (as  $\text{NH}_4$ -MMT). The CEC of the Tasikmalaya bentonite obtained in the research is 66,5 meq/100 g clay with the  $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$  complex and 65 meq/100 g clay with the  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$  complex. The Triton X-100 concentration used in the research was 5360 ppm, 7490 ppm, and 9630 ppm. The influence of Triton X-100 surfactant on the d-spacing of the clay was observed with low angle XRD. The result shows that d-spacing increase from 15,10 Å to 17,26, 16,91 Å, and 17,28 Å for Na-MMT; from 15,75 Å to 16,24 Å, 16,53 Å, and 16,42 Å for MMT; from 12,39 Å to 15,02 Å, 14,99 Å, and 14,88 Å for  $\text{NH}_4$ -MMT (of Na-MMT source) ; and from 12,47 Å to 15,11 Å, 14,88 Å, and 15,07 Å for  $\text{NH}_4$ -MMT (from MMT source). The highest percentage of the d-spacing number was from both  $\text{NH}_4$ -MMT (from Na-MMT and MMT source).

Key Words : balancing cation, organoclay, d-spacing.  
xiii+51 pages : 30 pictures; 8 tables  
Bibliography : 19 (1954-2010)

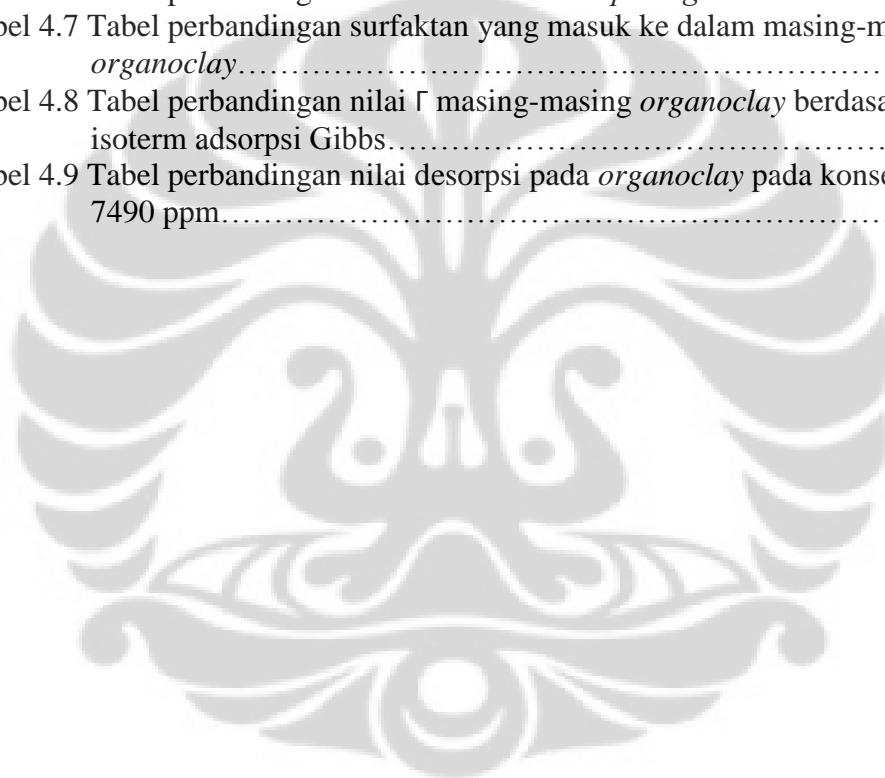
## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
<b>1. PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 LATAR BELAKANG.....	1
1.2 PERUMUSAN MASALAH.....	2
1.3 TUJUAN PENELITIAN.....	2
1.4 HIPOTESIS.....	3
1.5 RUANG LINGKUP.....	3
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
2.1 BENTONIT.....	4
2.2 SURFAKTAN.....	6
2.3 TRITON X-100.....	8
2.4 ORGANOCLAY.....	8
2.5 KARAKTERISASI.....	10
2.5.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	10
2.5.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR).....	11
2.5.3 Spektrometri UV/ Visibel.....	12
2.5.4 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM - EDS).....	13
<b>3. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>14</b>
3.1 LOKASI DAN WAKTU PENELITIAN.....	14
3.2 ALAT DAN BAHAN.....	14
3.2.1 Alat Proses.....	14
3.2.2 Alat Uji.....	14
3.2.3 Bahan.....	14
3.3 FLOW CHART KERJA.....	15
3.4 PROSEDUR KERJA.....	16
3.4.1 Preparasi Bentonit.....	16
3.4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit.....	16

3.4.3	Preparasi Na-MMT.....	16
3.4.4	Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK).....	17
3.4.4.1	Penentuan KTK Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(en)}_2^{2+}$ .....	17
3.4.4.2	Penentuan KTK Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$ .....	17
3.4.5	Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT.....	17
3.4.5.1	Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT Dari MMT .....	17
3.4.5.2	Preparasi $\text{NH}_4$ - MMT Dari Na-MMT .....	18
3.4.6	Sintesis <i>Organoclay</i> .....	18
3.4.6.1	Sintesis <i>Organoclay</i> Dari Na-MMT .....	18
3.4.6.2	Sintesis <i>Organoclay</i> Dari $\text{NH}_4$ -MMT .....	18
3.4.6.3	Sintesis <i>Organoclay</i> Dari MMT .....	19
3.5	BAGAN KERJA .....	19
3.5.1	Preparasi Bentonit.....	19
3.5.2	Preparasi Na-MMT.....	19
3.5.3	Kapasitas Tukar Kation .....	20
3.5.3.1	Kapasitas Tukar Kation Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(en)}_2^{2+}$ .....	20
3.5.3.2	Kapasitas Tukar Kation Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$ .....	20
3.5.4	Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT .....	21
3.5.4.1	Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT Dari MMT .....	21
3.5.4.2	Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT Dari Na-MMT .....	21
3.5.5	Sintesis <i>Organoclay</i> .....	22
3.5.5.1	Sintesis <i>Organoclay</i> Dari Na-MMT .....	22
3.5.5.2	Sintesis <i>Organoclay</i> Dari $\text{NH}_4$ -MMT .....	22
3.5.5.3	Sintesis <i>Organoclay</i> Dari MMT .....	23
<b>4.</b>	<b>PEMBAHASAN .....</b>	<b>24</b>
4.1	PREPARASI DAN FRAKSINASI BENTONIT .....	24
4.2	PREPARASI NA-MONTMORILLONIT .....	27
4.3	PENENTUAN KAPASITAS TUKAR KATION (KTK) .....	29
4.4	PREPARASI $\text{NH}_4$ -MONTMORILLONIT .....	30
4.5	SINTESIS ORGANOCLAY .....	35
<b>5.</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>54</b>
5.1	KESIMPULAN.....	54
5.2	SARAN .....	54
	<b>DAFTAR REFERENSI .....</b>	<b>55</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Tabel nilai <i>d-spacing</i> , % montmorillonit, dan % kuarsa dari hasil fraksinasi bentonit alam.....	26
Tabel 4.2 Tabel perbandingan hasil EDAX dari MMT dan Na-MMT.....	28
Tabel 4.3 Tabel konsentrasi larutan $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$ dan $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ dalam penentuan KTK.....	30
Tabel 4.4 Tabel sampel yang digunakan untuk sintesis <i>organoclay</i> .....	31
Tabel 4.5 Tabel perbandingan nilai <i>d-spacing</i> pada masing-masing <i>organoclay</i> .....	41
Tabel 4.6 Tabel perbandingan % kenaikan nilai <i>d-spacing</i> .....	42
Tabel 4.7 Tabel perbandingan surfaktan yang masuk ke dalam masing-masing <i>organoclay</i> .....	43
Tabel 4.8 Tabel perbandingan nilai $\Gamma$ masing-masing <i>organoclay</i> berdasarkan isoterm adsorpsi Gibbs.....	44
Tabel 4.9 Tabel perbandingan nilai desorpsi pada <i>organoclay</i> pada konsentrasi 7490 ppm.....	51



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Molekul Montmorillonit.....	4
Gambar 2.2 Na-Bentonit.....	5
Gambar 2.3 Ca-Bentonit.....	6
Gambar 2.4 Alkil Sulfat.....	7
Gambar 2.5 Oktadesil Trimetilamonium Bromida.....	7
Gambar 2.6 Triton X-100.....	7
Gambar 2.7 Alkil Betain.....	8
Gambar 2.8 Proses Interkalasi Surfaktan Non-ionik ke dalam Antarlapis Bentonit.....	9
Gambar 2.9 Skema Instrumen XRD.....	11
Gambar 2.10 Skema Instrumen FTIR.....	12
Gambar 4.1 Hasil fraksinasi dari bentonit alam Tasikmalaya.....	25
Gambar 4.2 Hasil XRD Fraksinasi Bentonit.....	25
Gambar 4.3 Perbandingan hasil XRD MMT dan Na-MMT.....	28
Gambar 4.4 Hasil XRD NH <sub>4</sub> -MMT (a) terhadap Na-MMT dan NH <sub>4</sub> -MMT (b) terhadap MMT.....	32
Gambar 4.5 Diagram batang nilai <i>d-spacing</i> dari hasil XRD gambar 4.4.....	32
Gambar 4.6 Gaya hidrasi.....	33
Gambar 4.7 FTIR dari Na-MMT, MMT, NH <sub>4</sub> -MMT (a), dan NH <sub>4</sub> -MMT (b). ..	35
Gambar 4.8 Hasil XRD <i>Organoclay</i> Dengan Variasi CMC Terhadap Na-MMT.....	36
Gambar 4.9 Diagram batang nilai <i>d-spacing</i> dari hasil XRD pada Gambar 4.8.....	37
Gambar 4.10 Hasil XRD <i>organoclay</i> 7490 ppm dari Na-MMT dengan variasi A. penambahan bentonit, dan B. penambahan Triton X-100.....	38
Gambar 4.11 Hasil XRD A. <i>organoclay</i> Na-MMT, B. <i>organoclay</i> MMT, C. <i>organoclay</i> NH <sub>4</sub> -MMT (a), dan D. <i>organoclay</i> NH <sub>4</sub> -MMT (b) pada konsentrasi 7490 ppm.....	39
Gambar 4.12 Hasil XRD A. <i>organoclay</i> Na-MMT, B. <i>organoclay</i> MMT, C. <i>organoclay</i> NH <sub>4</sub> -MMT (a), dan D. <i>organoclay</i> NH <sub>4</sub> -MMT (b) pada konsentrasi 5360 ppm.....	39
Gambar 4.13 Hasil XRD A. <i>organoclay</i> Na-MMT, B. <i>organoclay</i> MMT, C. <i>organoclay</i> NH <sub>4</sub> -MMT (a), dan D. <i>organoclay</i> NH <sub>4</sub> -MMT (b) pada konsentrasi 9630 ppm.....	40
Gambar 4.14 Diagram batang nilai <i>d-spacing</i> dari bentonit terhadap <i>organoclay</i> pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm.....	40
Gambar 4.15 Grafik dari massa surfaktan yang masuk terhadap konsentrasi surfaktan Triton X-100.....	43
Gambar 4.16 FTIR perbandingan Na-MMT dan <i>organoclay</i> dari Na-MMT pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm.....	47
Gambar 4.17 FTIR perbandingan MMT dan <i>organoclay</i> dari MMT pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm.....	48
Gambar 4.18 FTIR perbandingan NH <sub>4</sub> -MMT (a) dan <i>organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (a) pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm.....	49

Gambar 4.19 FTIR perbandingan a. $\text{NH}_4$ -MMT (b) dan <i>organoclay</i> dari $\text{NH}_4$ -MMT (b) pada konsentrasi b. 5360 ppm, c. 7490 ppm, dan d. 9630 ppm.....	50
Gambar 4.20 FTIR desorpsi pada <i>organoclay</i> Na-MMT, <i>organoclay</i> MMT, <i>organoclay</i> $\text{NH}_4$ -MMT (a), dan <i>organoclay</i> $\text{NH}_4$ -MMT (b).....	52



## DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 FTIR fraksi 1 bentonit alam Tasikmalaya dan FTIR Na-MMT
- Lampiran 2 FTIR NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan FTIR NH<sub>4</sub>-MMT (a)
- Lampiran 3 FTIR *organoclay* Na-MMT 7490 ppm dan FTIR *organoclay* MMT 7490 ppm
- Lampiran 4 FTIR *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 7490 ppm dan FTIR *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 7490 ppm
- Lampiran 5 FTIR *organoclay* Na-MMT 5360 ppm dan FTIR *organoclay* MMT 5360 ppm
- Lampiran 6 FTIR *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 5360 ppm dan FTIR *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 5360 ppm
- Lampiran 7 FTIR *organoclay* Na-MMT 9630 ppm dan FTIR *organoclay* MMT 9630 ppm
- Lampiran 8 FTIR *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 9630 ppm dan FTIR *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 9630 ppm
- Lampiran 9 FTIR desorpsi *organoclay* Na-MMT 7490 ppm dan FTIR desorpsi *organoclay* MMT 7490 ppm
- Lampiran 10 FTIR desorpsi *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 7490 ppm dan FTIR desorpsi *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 7490 ppm
- Lampiran 11 Puncak-puncak yang terdeteksi pada F1, Na-MMT, NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan NH<sub>4</sub>-MMT (b) melalui FTIR
- Lampiran 12 Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari Na-MMT pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR
- Lampiran 13 Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (a) pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR
- Lampiran 14 Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (b) pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR
- Lampiran 15 Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari MMT pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR
- Lampiran 16 Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* Na-MMT, *organoclay* MMT, *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) setelah desorpsi
- Lampiran 17 Jumlah ion Na<sup>+</sup> yang masuk
- Lampiran 18 Kurva standar kompleks [Cu(en)<sub>2</sub>]<sup>2+</sup>
- Lampiran 19 Kurva standar kompleks [Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup>
- Lampiran 20 Kurva standar dan perhitungan isoterm adsorpsi Gibbs
- Lampiran 21 EDAX bentonit alam
- Lampiran 22 EDAX MMT
- Lampiran 23 EDAX Na-MMT
- Lampiran 24 EDAX NH<sub>4</sub>-MMT (a)
- Lampiran 25 EDAX NH<sub>4</sub>-MMT (b)

- Lampiran 26 EDAX *organoclay* Na-MMT 7490 ppm  
Lampiran 27 EDAX *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 7490 ppm  
Lampiran 28 EDAX *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 7490 ppm  
Lampiran 29 EDAX *organoclay* MMT 7490 ppm  
Lampiran 30 Perhitungan % montmorillonit dan % kuarsa  
Lampiran 31 Perhitungan pembuatan surfaktan Triton X-100 konsentrasi 7490ppm, 150 ppm, 450 ppm, dan 900 ppm  
Lampiran 32 Perhitungan pembuatan surfaktan Triton X-100 konsentrasi 1350 ppm dan 5360 ppm  
Lampiran 33 Perhitungan pembuatan surfaktan Triton X-100 konsentrasi 9630 ppm  
Lampiran 34 Perhitungan pembuatan larutan senyawa kompleks Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup>  
Lampiran 35 Perhitungan pembuatan larutan senyawa kompleks Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub><sup>2+</sup>





# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Bentonit merupakan mineral yang sangat potensial dan melimpah di Indonesia, seperti Jawa, Sumatera, Kalimantan, dan Sulawesi. Di Jawa, salah satu daerah yang terdapat bentonit adalah Tasikmalaya. Bentonit banyak ditemukan dalam bentuk Ca-Mg-bentonit yang kationnya dapat diganti menjadi Na-bentonit. Modifikasi bentonit telah dilakukan untuk mengembangkan penggunaannya di berbagai bidang.

Berbagai bentonit memiliki kegunaan, yang salah satunya adalah sebagai adsorben. Salah satu penggunaan bentonit adalah sebagai adsorben untuk menyerap senyawa anorganik dan logam berat karena bentonit memiliki sifat hidrofilik pada permukaannya. Penggunaan bentonit sebagai adsorben telah luas dikembangkan, karena bentonit memiliki kapasitas tukar kation (KTK) dan permukaan luas yang besar yang dapat menyerap polutan baik organik maupun anorganik dalam air. Bentonit adalah mineral yang murah untuk digunakan sebagai adsorben. Bentonit masih kurang efektif dalam mengadsorpsi molekul organik dibandingkan molekul anorganik, sehingga perlu dilakukan modifikasi terhadap bentonit.

Kandungan utama bentonit adalah montmorillonit (MMT). Dalam suatu MMT terdapat kation penyeimbang pada bagian antarlapis MMT. Setiap MMT dapat memiliki kation penyeimbang yang berbeda. Perbedaan kation penyeimbang tersebut dapat mempengaruhi karakter MMT, terutama dalam nilai *d-spacing* dari antarlapis MMT. Kation penyeimbang tersebut dapat diganti dengan kation penyeimbang lain melalui penjenuhan dengan garam, sehingga memungkinkan untuk dilakukan modifikasi. Variasi kation penyeimbang diperlukan untuk mengetahui pengaruh perubahan kation terhadap karakter dari MMT. Dalam sintesa organobentonit (bentonit terinterkalasi molekul organik) diharapkan memiliki nilai *d-spacing* semakin besar, maka surfaktan yang akan diinterkalasi ke dalam MMT akan semakin mudah teradsorpsi ke dalam antarlapis MMT.

Modifikasi bentonit yang dilakukan dengan cara penambahan surfaktan agar bentonit yang semula bersifat hidrofilik berubah menjadi organofilik. Bentonit yang telah terinterkalasi dengan surfaktan disebut *organoclay*. Bentonit alam memiliki daya serap yang kurang efektif terhadap suatu *nonpolar nonionic organic compounds* (NOC) dalam air walaupun memiliki permukaan yang tinggi (Yun-Hwei Shen, 2000). Surfaktan yang masuk ke dalam bentonit melalui proses interkalasi mampu memberi dorongan terhadap antarlapis bentonit, sehingga *d-spacing* dapat bertambah besar.

Dalam studi sebelumnya sintesis *organoclay*, Oktaviani (2011) dan Rahman (2012) menggunakan bentonit dari Tapanuli dan surfaktan Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr) sebagai agen penginterkalasi. Dalam penelitian ini, sintesis *organoclay* menggunakan bentonit dari Tasikmalaya dan surfaktan non-ionik. Surfaktan non-ionik yang digunakan pada penelitian kali ini adalah Triton X-100 karena penelitian ini ingin mengetahui daya adsorpsi bentonit terhadap surfaktan non-ionik. Surfaktan non-ionik pada bentonit banyak digunakan pada bidang pertanian untuk meningkatkan daya bersih air dari pestisida. Akan tetapi, surfaktan non-ionik ini belum stabil, sehingga perlu dilakukan penelitian ini untuk mencapai kestabilan bentonit yang sudah terinterkalasi dengan surfaktan non-ionik.

## 1.2 Perumusan Masalah

1. Bagaimana karakter dari bentonit Tasikmalaya?
2. Bagaimana perbandingan kualitas dari bentonit dengan variasi kation penyeimbang?
3. Bagaimana pengaruh konsentrasi surfaktan non-ionik Triton X-100 terhadap kemampuan interkalasi pada sintesis *organoclay*?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Mengetahui karakter dari bentonit Tasikmalaya.
2. Menentukan KTK dari Na-MMT dengan menggunakan metode kompleks  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  dan  $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$ .

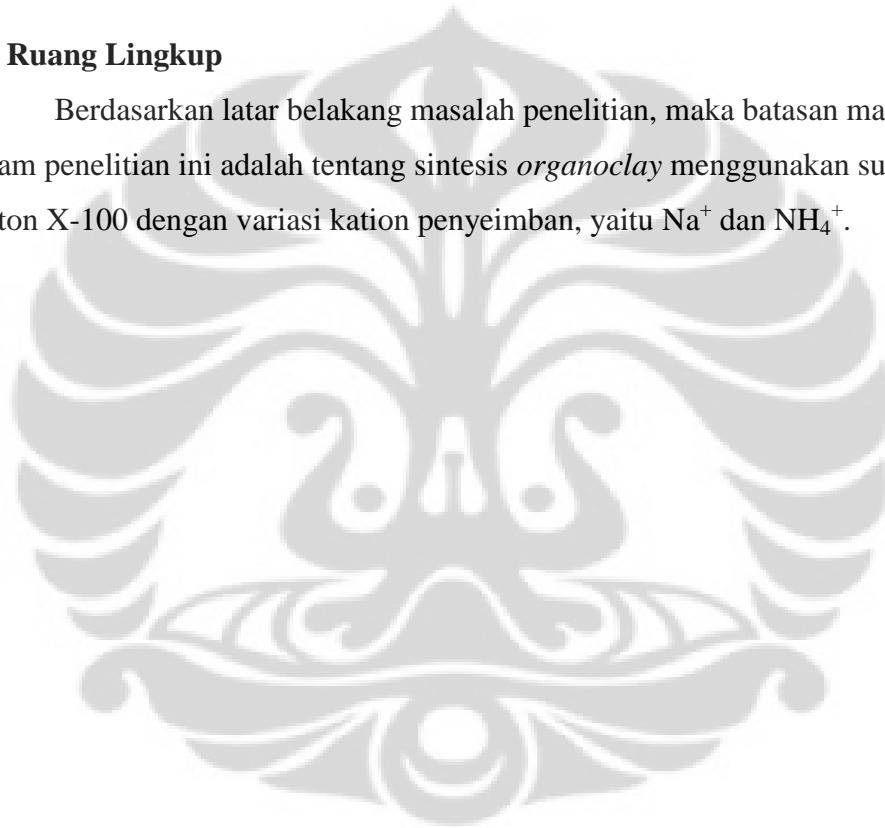
3. Membandingkan sifat bentonit yang kation penyeimbangya divariasikan.
4. Membuat *organoclay* dari bentonit yang kation penyeimbangya telah divariasikan dengan menggunakan surfaktan non-ionik Triton X-100.

#### 1.4 Hipotesis

Kation penyeimbang dalam bentonit memiliki pengaruh terhadap sifat daya mengembang dari *organoclay*. *Organoclay* dapat dibuat dari bentonit yang diinterkalasi dengan surfaktan non-ionik Triton X-100.

#### 1.5 Ruang Lingkup

Berdasarkan latar belakang masalah penelitian, maka batasan masalah dalam penelitian ini adalah tentang sintesis *organoclay* menggunakan surfaktan Triton X-100 dengan variasi kation penyeimbangan, yaitu  $\text{Na}^+$  dan  $\text{NH}_4^+$ .



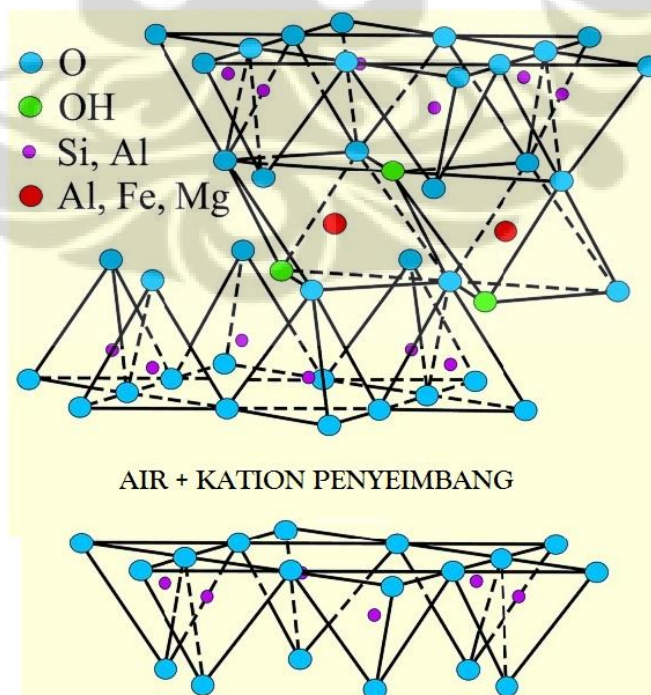
## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Bentonit

Bentonit merupakan salah satu jenis lempung yang sebagian besar kandungannya berupa montmorillonit, dan selebihnya adalah mineral pengotor yang lainnya dari kuarsa, *feldspar*, kalsit, gypsum, dan lain-lain. Bentonit terdiri oleh 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. Gambar 2.1 merupakan gambaran struktur molekul montmorillonit. Struktur montmorillonit terdiri dari dua lapisan tetrahedral Si yang mengapit satu lapisan oktahedral Al. Substitusi lapisan Si oleh Al mengakibatkan bentonit bersifat negatif, sehingga pada bagian antarlapis dibutuhkan adanya kation penyeimbang.



**Gambar 2.1** Struktur Molekul Montmorillonit

[Sumber: modifikasi dari [www.homeremedyskinclear.com](http://www.homeremedyskinclear.com) 30 April 2012]

Bentonit memiliki sifat-sifat fisik, diantaranya :

1. Kapasitas tukar kation (KTK)

Sifat kapasitas tukar kation 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

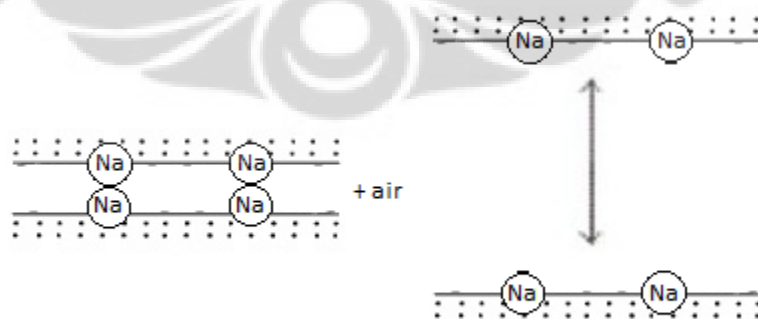
Bentonit memiliki sifat mengadsorpsi karena ukuran partikel koloidnya sangat kecil dan mempunyai kapasitas penukar ion yang tinggi. Sifat ini disebabkan oleh ketidakseimbangan muatan listrik serta adanya pertukaran ion.

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  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{H}^+$ . Akan tetapi,  $\text{Na}^+$  relatif paling banyak diantara kandungan kation lainnya. Na-bentonit banyak menyerap air disertai dengan pengembangan yang lebih besar dari ukuran antarlapis semulanya.

Gambar 2.2 merupakan gambar dari bentonit tipe Wyoming apabila terjadi pengembangan. Bentonit ini lebih mudah mengembang karena gaya hidrasi yang dimiliki  $\text{Na}^+$  lebih besar dibandingkan tipe Ca-Mg.



**Gambar 2.2** Na-Bentonit

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 karena mengandung silika yang tinggi.

Gambar 2.3 merupakan gambar dari bentonit tipe Ca-Mg apabila diberikan air. Ca-Mg bentonit memiliki daya mengembang yang lebih rendah dibandingkan bentonit tipe Wyoming karena gaya hidrasi yang dimiliki  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  lebih kecil dibandingkan gaya hidrasi bentonit tipe Na-bentonit.



**Gambar 2.3** Ca-Bentonit

## 2.2 Surfaktan

Surfaktan merupakan suatu molekul yang memiliki gugus polar yang hidrofilik dan gugus non-polar yang lipofilik. Umumnya bagian non-polar adalah merupakan rantai alkil yang panjang, sementara bagian yang polar mengandung gugus hidroksil. Panjang rantai karbon dalam surfaktan dapat mempengaruhi besarnya perubahan *d-spacing* pada bentonit yang akan disintesis oleh surfaktan tersebut. Setiap surfaktan memiliki nilai *critical micelle concentration* (CMC), yang merupakan nilai batas konsentrasi surfaktan ketika surfaktan dalam larutan mulai membentuk *micelle*. Apabila penambahan surfaktan terus dilakukan, maka surfaktan akan terbentuk sebagai *micelle* dalam system, dan tegangan permukaan tidak berubah.

Klasifikasi surfaktan berdasarkan muatannya dibagi menjadi empat golongan yaitu:

### 1) Surfaktan anionik

Surfaktan ini merupakan surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu anion. Contohnya adalah garam alkana sulfonat, alkil sulfat (Gambar 2.4), garam olefin sulfonat, garam sulfonat asam lemak rantai panjang.



**Gambar 2.4** Alkil Sulfat

## 2) Surfaktan kationik

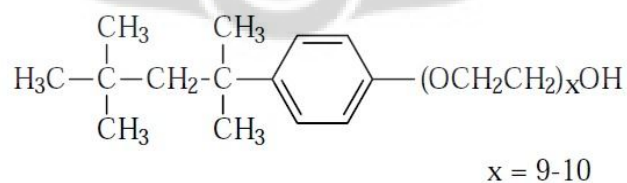
Surfaktan ini merupakan surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu kation. Contohnya *octadecyltrimethylammonium bromide* (Gambar 2.5), garam alkil trimetil ammonium, garam dialkil-dimetil ammonium dan garam alkil dimetil benzil ammonium.



**Gambar 2.5** *Octadecyltrimethylammonium Bromide*

## 3) Surfaktan non-ionik

Surfaktan ini merupakan surfaktan yang bagian alkilnya mengandung gugus polar yang tidak bermuatan, contohnya ester sukrosa asam lemak, polietilen alkil amina, alkil poliglukosida, Triton X-100 (Gambar 2.6), mono alkanol amina, dialkanol amina dan alkil amina oksida.

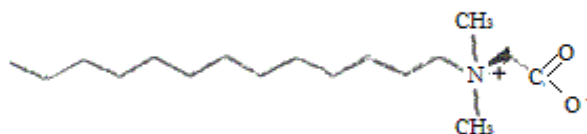


**Gambar 2.6** Triton X-100

## 4) Surfaktan amfoter

Surfaktan ini merupakan surfaktan yang bagian alkilnya mempunyai muatan positif dan negatif. Contohnya adalah yang mengandung asam amino,

betain, fosfobetain. Gambar 2.7 merupakan gambar dari surfaktan yang mengandung betain, yaitu alkil betain.



**Gambar 2.7** Alkil Betain

### 2.3 Triton X-100

Triton X-100 merupakan surfaktan non-ionik yang memiliki gugus hidrofilik (polar) polietilen oksida dan hidrokarbon lipofilik (non-polar). Rumus senyawa dari Triton X-100 adalah  $C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_x$  seperti pada Gambar 2.6.

Triton X-100 dengan berat molekul rata-rata sebesar 625/mol sangat kental apabila dalam suhu ruangan dengan massa jenis sebesar  $1,07 \text{ g/cm}^3$ . Surfaktan Triton X-100 memiliki nilai CMC sebesar 0,24 mM. Surfaktan ini dapat larut dalam air.

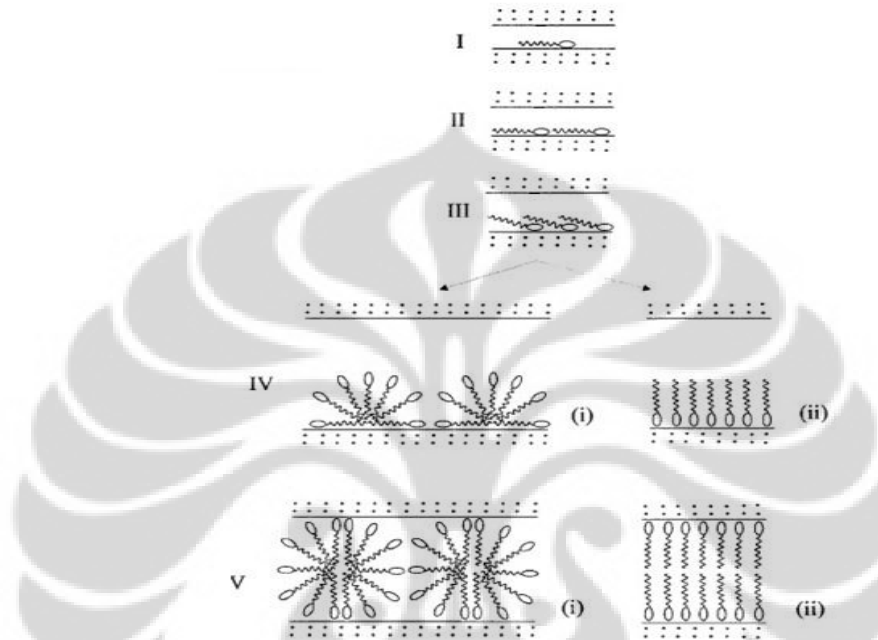
### 2.4 Organoclay

*Organoclay* merupakan suatu hasil dari modifikasi bentonit yang dilakukan dengan cara penambahan surfaktan agar bentonit yang semula bersifat hidrofilik berubah menjadi organofilik. Dengan adanya perubahan sifat ini, bentonit akan bersifat hidrofobik dan dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap senyawa-senyawa organik. Gugus kepala (*head group*) molekul organik yang menginterkalasi montmorillonite turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan (Heinz, *et al.*, 2006).

Proses surfaktan untuk masuk ke dalam antarlapis bentonit disebut dengan proses interkalasi. Interkalasi merupakan penyisipan suatu spesies tamu (atom, ion, atau molekul) ke dalam suatu antarlapis pada senyawa yang berbentuk lapisan tanpa merusak strukturnya. Interkalasi pada bentonit dapat mempengaruhi terhadap suatu *d-spacing* pada bentonit, luas permukaan, dan keasaman permukaan yang berpengaruh terhadap daya adsorpsinya.



Pada proses interkalasi surfaktan non-ionik ke dalam antarlapis bentonit, surfaktan dapat terinterkalasi dengan morfologi yang berbeda, yaitu bentuk *micelle* dan vertikal. Hal tersebut tergantung pada kondisi suatu surfaktan pada saat dilakukannya proses interkalasi. Gambar 2.8 merupakan ilustrasi dari S. Rossi *et al.* (2001) yang menjelaskan tentang mekanisme masuk surfaktan non-ionik nonilfenol ke dalam antarlapis bentonit.



**Gambar 2.8** Proses Interkalasi Surfaktan Non-ionik ke dalam Antarlapis Bentonit

[Sumber: Modifikasi dari jurnal *Influence of Non-ionic Polymers on the Rheological Behaviour of Na<sup>+</sup>-montmorillonite Clay Suspensions-I Nonylphenol-Polypropylene Oxide-Polyethylene Oxide Copolymers* 1 Mei 2012]

Pada Gambar 2.8 bagian I menunjukkan awal proses interkalasi surfaktan ke dalam antarlapis bentonit, sehingga surfaktan masuk menyelimuti lapisan dari bentonit seperti yang ditunjukkan pada bagian II. Setelah bagian antarlapis bentonit terpenuhi dengan surfaktan, bagian hidrofobik pada surfaktan akan terangkat secara perlahan seperti pada bagian III. Surfaktan non-ionik dapat terinterkalasi dalam bentuk bentuk *micelle* seperti yang ditunjukkan pada bagian IV (i) (*monolayer*) dan bagian V (i) (*bilayer*). Surfaktan akan membentuk *micelle* apabila surfaktan tersebut dalam keadaan CMC. Surfaktan non-ionik juga dapat

terinterkalasi ke dalam antarlapis bentonit dalam bentuk vertikal seperti pada bagian IV (ii) (*monolayer*) dan bagian V (ii) (*bilayer*). Gugus hidrofilik dari surfaktan non-ionik akan terikat dengan bentonit.

## 2.5 Karakterisasi

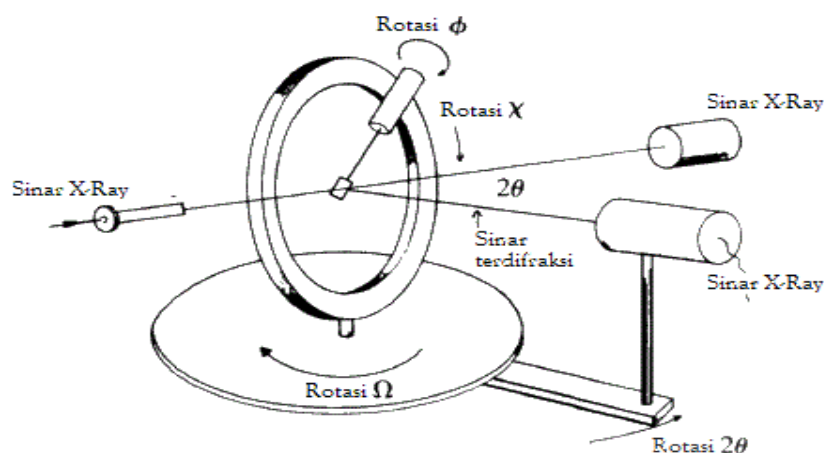
Karakterisasi dilakukan dengan beberapa metode dan beberapa alat instrumen untuk mendapatkan data dan informasi yang dibutuhkan. Berikut adalah alat-alat instrument yang digunakan dalam penelitian ini :

### 2.5.1 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, sehingga penelitian ini menggunakan analisis XRD untuk mengetahui kristalisasi dari bentonit serta nilai  $d$ -spacing dari antarlapis di setiap bentonit.

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.

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.



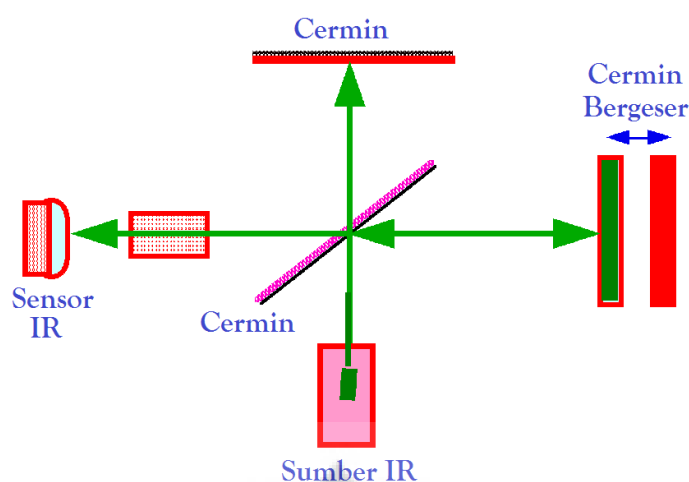
**Gambar 2.9** Skema Instrumen XRD

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. 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.

### 2.5.2 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 diantara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*exited state*), sehingga FTIR digunakan untuk mengidentifikasi serapan yang dihasilkan dari pergerakan ikatan antaratom. Pada penelitian ini, salah satu contoh FTIR digunakan yaitu untuk mengidentifikasi surfaktan yang diinterkalasi ke dalam bentonit.

Pengabsorbansian 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 spectrum infra merah yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul.



**Gambar 2.10** Skema Instrumen FTIR

### 2.5.3 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. Spektrometri UV/VIS digunakan pada penelitian ini untuk mengetahui serapan dari bentonit terhadap senyawa kompleks tembaga amin dan tembaga ammoniak karena spektrometri UV/VIS mampu mengetahui absorbansi dari senyawa kompleks.

Suatu senyawa dapat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis jika mempunyai kromofor pada strukturnya, seperti:

1. Ikatan rangkap terkonjugasi : Panjang gelombang serapan maksimum ( $\lambda_{\text{max}}$ ) dan koefisien ekstingsi molar ( $\epsilon$ ) 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 ( $\lambda_{\text{max}}$ ) ke arah  $\lambda$  yang lebih panjang.
5. Gugus aromatik.

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

SEM-EDX adalah teknik analisis yang digunakan untuk analisa elemental atau karakterisasi kimia suatu sampel. Teknik ini didasarkan pada karakteristik puncak sinar-X yang tergeneralisasi saat elektron berinteraksi dengan materi. Setiap unsur menghasilkan karakteristik sinar-X yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan suatu unsur di pada materi yang diuji.

EDX merupakan suatu instrumen analisis kuantitatif karena dapat menentukan komposisi suatu elemen di dalam materi yang diuji. Alat instrumen ini merupakan analisis kimia non-destruktif dengan resolusi spasial dalam rezim mikrometer. Hal ini didasarkan pada analisis spektral radiasi sinar-X yang dipancarkan dari atom sampel pada iradiasi dengan berkas elektron yang difokuskan dari *Scanning Electron Microscope* (SEM). SEM dan EDX merupakan instrumen yang digabungkan menjadi satu unit, sehingga konfigurasi dapat dibagi menjadi unit SEM dan unit EDX.

Intensitas relatif dari puncak sinar-X dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi relatif dari tiap unsur di dalam suatu sampel. Namun, instrumen ini memiliki keterbatasan dalam menganalisa unsur dengan nomor atom yang lebih kecil dari karbon, karena unsur tersebut tidak dapat terdeteksi oleh EDX.

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

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

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

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat Proses**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain gelas beker 100 mL, 250 mL, 500 mL, dan 1000 mL, labu ukur 10 mL, 25 mL, 250 mL, dan 1000 mL, pipet volumetri, pipet tetes, botol coklat, batang pengaduk, spatula, botol semprot, bulb, mortar, neraca analitik, oven, termometer, sentrifuge, ayakan mesh, kertas saring, corong, dan *magnetic stirrer*.

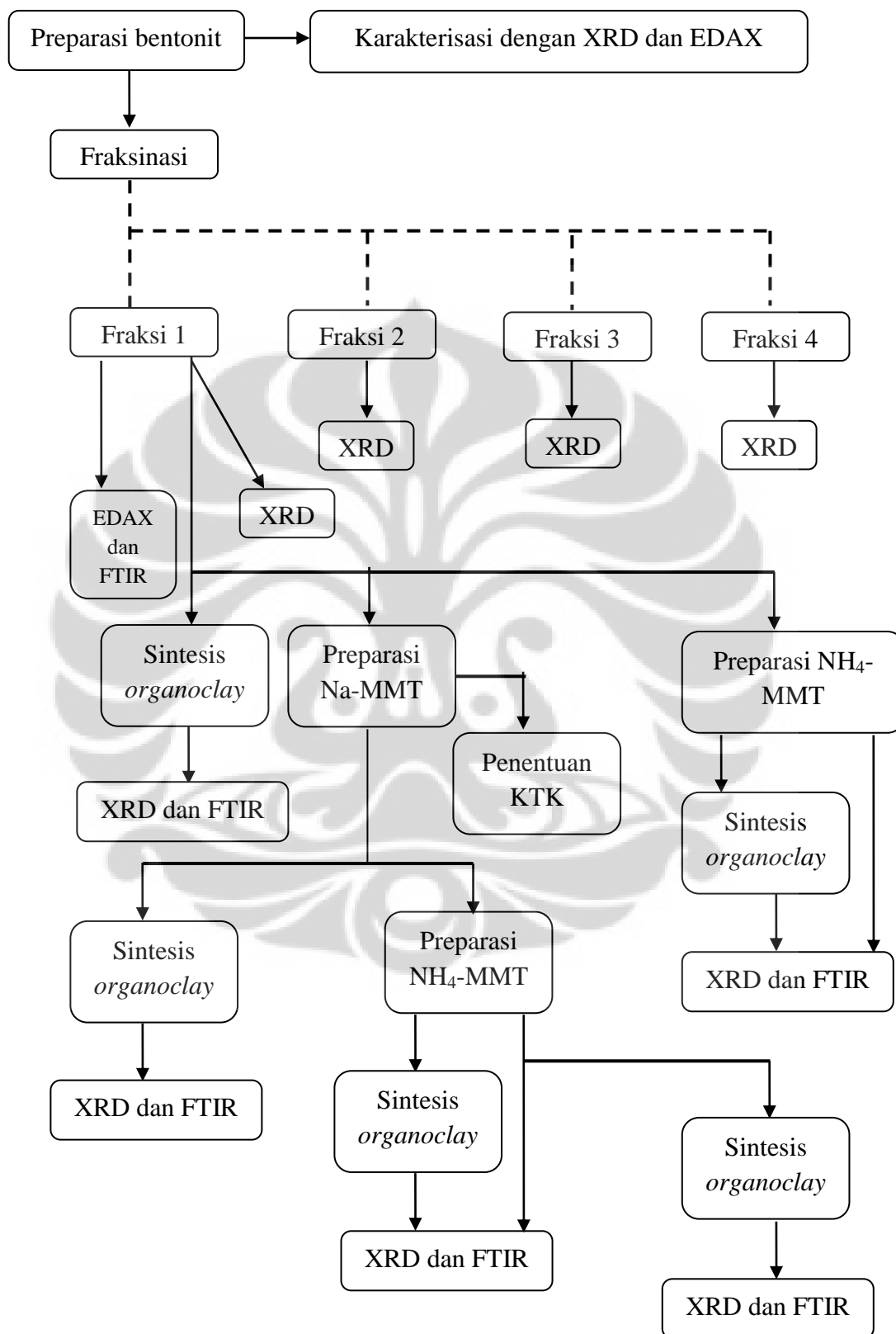
##### **3.2.2 Alat Uji**

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

##### **3.2.3 Bahan**

- Bentonit Alam Tasikmalaya dari Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (Puslitbang tekMIRA)
- Akuademin
- AgNO<sub>3</sub>
- NaCl Merck
- NH<sub>4</sub>Cl Merck
- Etilendiamin (en)
- Amoniak
- Tembaga (II) Sulfat (CuSO<sub>4</sub>) Merck
- Triton X-100

### 3.3 Flow Chart Kerja



### **3.4 Prosedur kerja**

#### **3.4.1 Preparasi Bentonit**

Bentonit asal Tasikmalaya digerus, lalu serbuk bentonit dipanaskan di dalam oven suhu 105 °C selama 2 jam. Bentonit dikarakterisasi dengan XRD dan EDX.

#### **3.4.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit**

Pada fraksinasi sedimentasi bentonit, metode yang digunakan merupakan metode fraksinasi presipitasi yang telah dilakukan oleh Irwansyah (2007). 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 didapat ialah fraksi dua (F2). Suspensi sisa F2 didiamkan selama 2 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi kembali. Endapan yang didapat merupakan fraksi tiga (F3). Suspensi sisa F3 didiamkan selama 3 hari. Endapan yang didapat merupakan endapan fraksi 4 (F4). Setiap endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 °C sampai kering dan kemudian dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDX. Fraksi yang digunakan untuk preparasi selanjutnya adalah F1.

#### **3.4.3 Preparasi 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<sub>3</sub> 1 M hingga tidak terbentuk endapan putih AgCl. Setelah itu, endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 110-120 °C. Endapan digerus dan diayak hingga berukuran 200 mesh. Na-MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDX.



### 3.4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

#### 3.4.4.1 Penentuan KTK Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(en)}_2^{2+}$

Larutan  $\text{CuCl}_2$  1 M sebanyak 1 mL dicampurkan dengan 2 mL larutan etilendiamin 1 M untuk membuat larutan  $0,01 \text{ M Cu(en)}_2^{2+}$ . Setelah itu, 0,1 gram Na-MMT disuspensikan dengan larutan  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  sebanyak 5 mL dan akuades sebanyak 20 mL. Suspensi tersebut diaduk dengan menggunakan stirrer selama 30 menit. Larutan  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  sebelum dan setelah dicampur diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV/Vis pada  $\lambda$  maks 536 nm. Konsentrasi larutan standar dibuat dengan mendekati konsentrasi filtrat larutan kompleks setelah dilakukan pengadukan dengan stirrer.

#### 3.4.4.2 Penentuan KTK Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$

Larutan  $\text{CuCl}_2$  1 M sebanyak 1 mL dicampurkan dengan 4 mL larutan ammoniak 1 M untuk membuat larutan  $0,01 \text{ M Cu(NH}_3)_4^{2+}$ . Setelah itu, 0,1 gram Na-MMT disuspensikan dengan larutan  $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$  sebanyak 5 mL dan akuades sebanyak 20 mL. Suspensi tersebut diaduk dengan menggunakan stirrer selama 30 menit. Larutan  $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$  sebelum dan setelah dicampur diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV/Vis pada  $\lambda$  maks 536 nm. Konsentrasi larutan standar dibuat dengan mendekati konsentrasi filtrat larutan kompleks setelah dilakukan pengadukan dengan stirrer.

### 3.4.5 Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT

#### 3.4.5.1 Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT Dari MMT

Sebanyak 20 gram bentonit MMT disuspensikan ke dalam larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M sebanyak 600 mL. Suspensi diaduk dengan menggunakan stirrer selama 6 jam, lalu campuran didekantasi. Endapan yang didapat didispersikan dengan larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M sebanyak 600 mL, kemudian dilakukan pengadukan dengan stirrer kembali selama 6 jam, lalu campuran didekantasi. Endapan dicuci dengan akuades beberapa kali. Filtrat diuji dengan menambahkan  $\text{AgNO}_3$  1 M hingga tidak terbentuk endapan putih  $\text{AgCl}$ . Endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $110\text{-}120 \text{ }^\circ\text{C}$ , kemudian endapan digerus dan diayak hingga berukuran

200 mesh.  $\text{NH}_4$ -MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDX.

#### **3.4.5.2 Preparasi $\text{NH}_4$ - MMT Dari Na-MMT**

Sebanyak 20 gram bentonit Na-MMT disuspensikan ke dalam larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M sebanyak 600 mL. Suspensi diaduk dengan menggunakan stirrer selama 6 jam, lalu campuran didekantasi. Endapan yang didapat didispersikan dengan larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M sebanyak 600 mL, kemudian dilakukan pengadukan dengan stirrer kembali selama 6 jam, lalu campuran didekantasi. Endapan dicuci dengan akuades beberapa kali. Filtrat diuji dengan menambahkan  $\text{AgNO}_3$  1 M hingga tidak terbentuk endapan putih  $\text{AgCl}$ . Endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $110\text{-}120^\circ\text{C}$ , kemudian endapan digerus dan diayak hingga berukuran 200 mesh.  $\text{NH}_4$ -MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan EDX.

#### **3.4.6 Sintesis *Organoclay***

##### **3.4.6.1 Sintesis *Organoclay* Dari Na-MMT**

Na-MMT sebanyak 2 gram didispersikan dalam 200 mL larutan akuades yang telah dicampurkan dengan Triton X-100 dengan variasi konsentrasi. Masing-masing larutan diaduk selama 24 jam. Campuran disentrifugasi kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Hasil *organoclay* yang didapat diuji dengan XRD, FTIR, dan EDX. Filtrat sisa yang didapat diukur tegangan permukaannya berdasarkan isotherm adsorpsi Gibbs.

##### **3.4.6.2 Sintesis *Organoclay* Dari $\text{NH}_4$ -MMT**

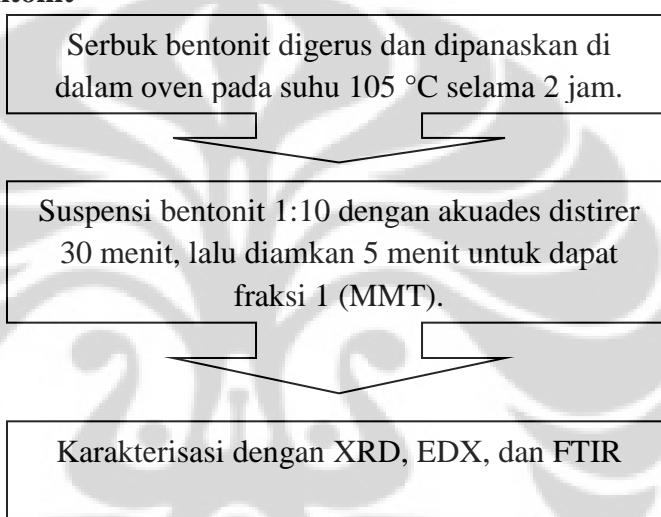
$\text{NH}_4$ -MMT sebanyak 2 gram didispersikan dalam 200 mL larutan akuades yang telah dicampurkan dengan Triton X-100 dengan variasi konsentrasi. Masing-masing larutan diaduk selama 24 jam. Campuran disentrifugasi kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Hasil *organoclay* yang didapat diuji dengan XRD, FTIR, dan EDX. Filtrat sisa yang didapat diukur tegangan permukaannya berdasarkan isotherm adsorpsi Gibbs.

### 3.4.6.3 Sintesis *Organoclay* Dari MMT

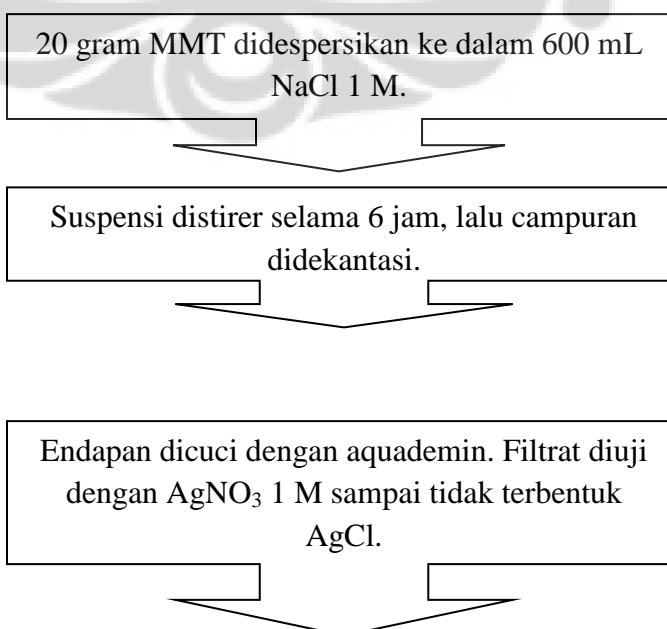
MMT sebanyak 2 gram didispersikan dalam 200 mL larutan akuades yang telah dicampurkan dengan Triton X-100 dengan variasi konsentrasi. Masing-masing larutan diaduk selama 24 jam. Campuran disentrifugasi kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam. Hasil *organoclay* yang didapat diuji dengan XRD, FTIR, dan EDX. Filtrat sisa yang didapat diukur tegangan permukaannya berdasarkan isotherm adsorpsi Gibbs.

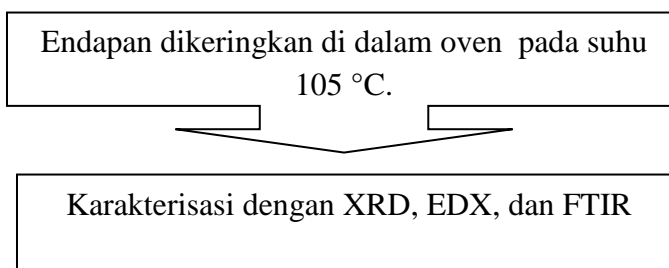
## 3.5 Bagan Kerja

### 3.5.1 Preparasi Bentonit



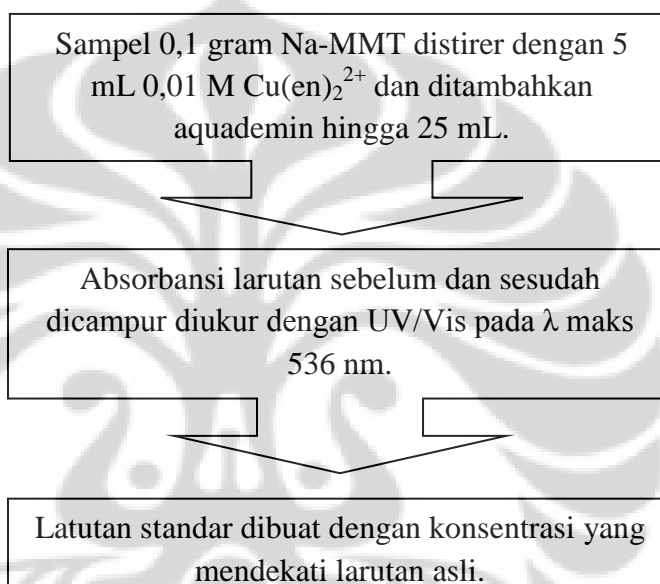
### 3.5.2 Preparasi Na-MMT



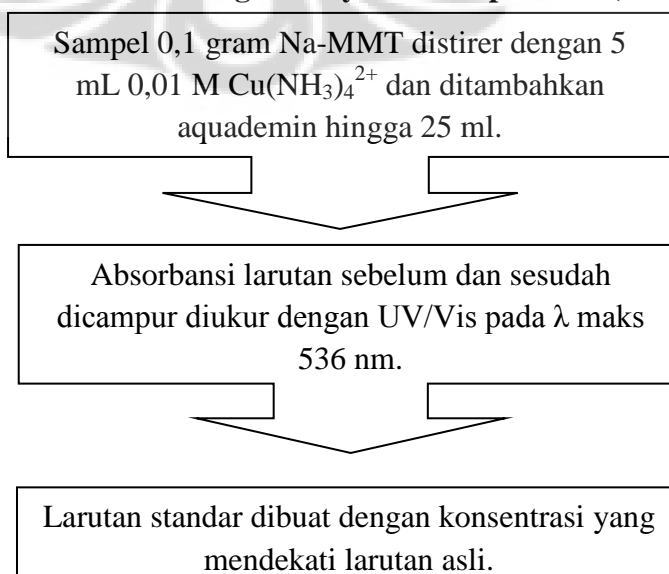


### 3.5.3 Kapasitas Tukar Kation

#### 3.5.3.1 Kapasitas Tukar Kation Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(en)}_2^{2+}$

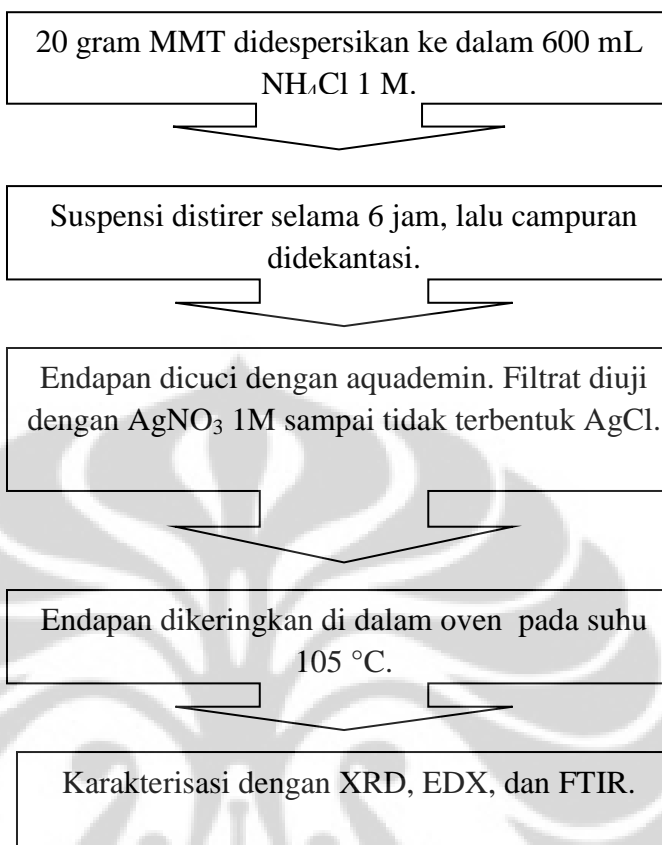


#### 3.5.3.2 Kapasitas Tukar Kation Dengan Senyawa Kompleks $\text{Cu(NH}_3)_4^{2+}$

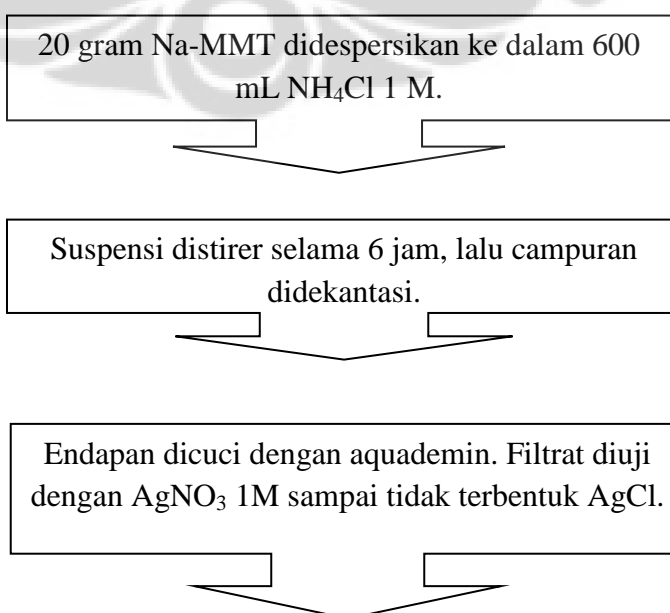


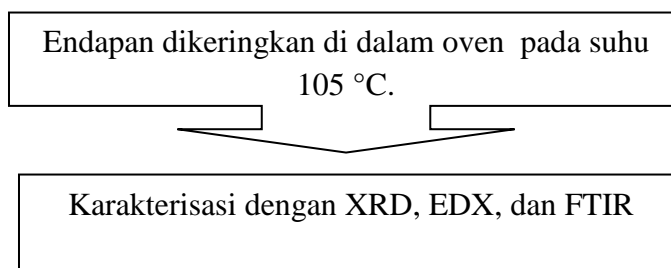
### 3.5.4 Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT

#### 3.5.4.1 Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT Dari MMT



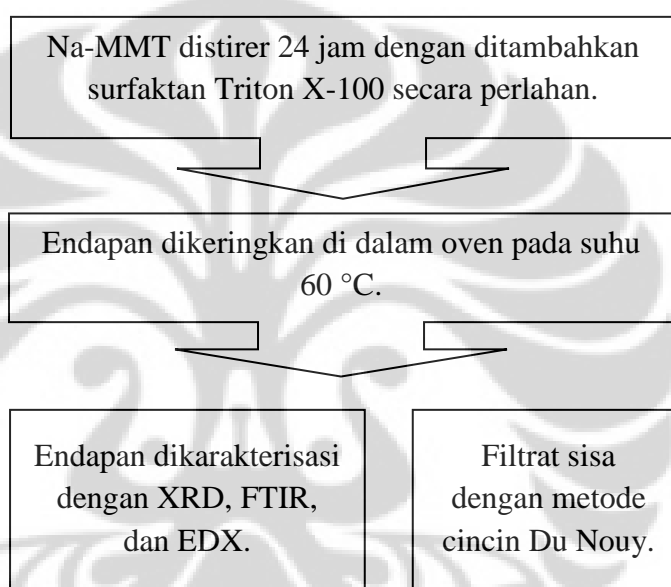
#### 3.5.4.2 Preparasi $\text{NH}_4$ -MMT Dari Na-MMT



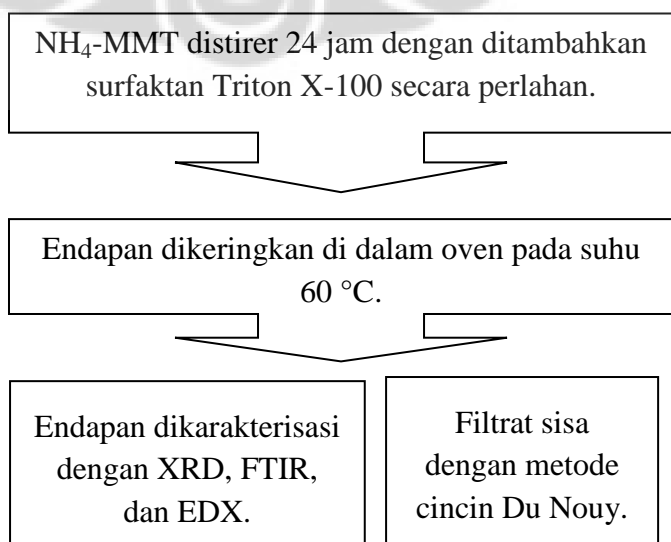


### 3.5.5 Sintesis *Organoclay*

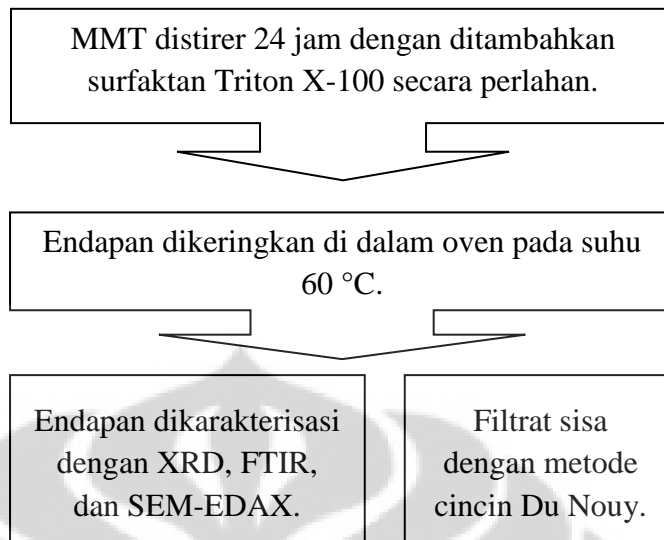
#### 3.5.5.1 Sintesis *Organoclay* Dari Na-MMT



#### 3.5.5.2 Sintesis *Organoclay* Dari NH<sub>4</sub>-MMT



### 3.5.5.3 Sintesis *Organoclay* Dari MMT



## BAB 4

### PEMBAHASAN

Bentonit alam Tasikmalaya difraksinasi untuk mendapatkan MMT dengan kemurnian yang tinggi, kemudian kation penyeimbang dalam MMT divariasikan menjadi  $\text{Na}^+$  dan  $\text{NH}_4^+$  untuk mengetahui karakter dari masing-masing bentonit. Na-MMT juga dilakukan penyeragaman kation penyeimbang menjadi  $\text{NH}_4$ -MMT untuk dibandingkan dengan  $\text{NH}_4$ -MMT yang sebelumnya merupakan MMT. Sintesis *organoclay* dilakukan pada MMT, Na-MMT,  $\text{NH}_4$ -MMT dari MMT, dan  $\text{NH}_4$ -MMT dari Na-MMT yang diinterkalasi dengan surfaktan non-ionik Triton X-100 untuk mengetahui karakterisasi dari masing-masing bentonit.

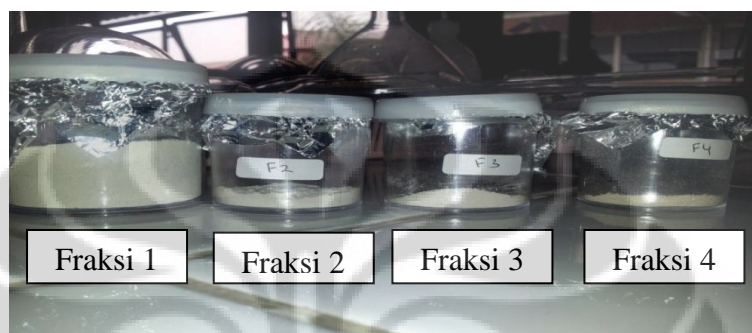
#### 4.1 Preparasi dan Fraksinasi Bentonit

Preparasi awal bentonit dilakukan dengan menggerus bentonit yang akan digunakan. Penggerusan tersebut bertujuan untuk mendapat partikel yang lebih kecil dan luas permukaan yang lebih besar agar air yang berlebih di dalam bentonit mudah untuk keluar pada saat dilakukan pemanasan. Bentonit yang telah digerus kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  untuk mengurangi kadar air yang berlebih dalam bentonit.

Bentonit alam memiliki beragam mineral, yaitu montmorillonit, kaolinit, illite, klorit, dan sebagainya. Untuk mendapatkan bentonit dengan kandungan montmorillonit yang tinggi, sering dilakukan fraksinasi seperti melakukan dengan pengayakan atau fraksinasi presipitasi. Akan tetapi, proses fraksinasi ini tidak mendapatkan kandungan montmorillonit yang murni, melainkan kandungan montmorillonit yang lebih banyak dibandingkan kandungan montmorillonit pada bentonit alam yang belum difraksinasi. Pada proses fraksinasi, fraksi mineral selain montmorillonit diharapkan memiliki nilai kandungan yang lebih sedikit. Bentonit didispersikan dengan air pada saat fraskinasi, sehingga setiap fraksi akan terjadi pemisahan komponen-komponen berdasarkan laju presipitasi. Fraksinasi ini diharapkan setiap fraksi mendapatkan bentonit dengan laju pengendapan yang sama akan mengandung keseragaman jumlah montmorillonit. Proses fraksinasi adalah proses fisik dengan tidak merusak struktur bentonit.

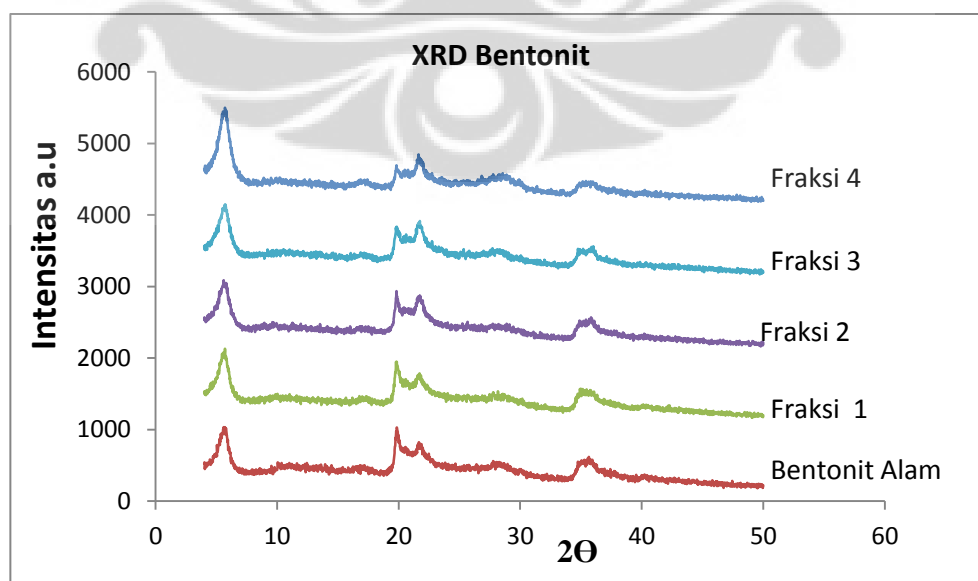


Bentonit alam Tasikmalaya ini belum diketahui fraksi yang kadar montmorillonitnya tertinggi, maka proses fraksinasi dilakukan sampai mendapatkan 4 fraksi. Dengan metode yang sama, Irwansyah (2007) untuk mendapatkan fraksi 1, suspensi didiamkan selama 5 menit., dan untuk mendapatkan fraksi 2, suspensi didiamkan selama 30 menit. Untuk mendapatkan fraksi 3, suspensi didiamkan selama 2 jam, dan untuk mendapatkan fraksi 4, suspensi didiamkan lebih dari 24 jam.



**Gambar 4.1** Hasil fraksinasi dari bentonit alam Tasikmalaya

Hasil proses fraksinasi kemudian dikarakterisasi dengan XRD. Untuk mengetahui besarnya kandungan montmorillonit pada masing-masing fraksi berdasarkan intensitas puncak masing-masing fraksi.



**Gambar 4.2** Hasil XRD Fraksinasi Bentonit

Gambar 4.2 merupakan hasil XRD dari 4 fraksi bentonit dari hasil fraksinasi bentonit. Puncak khas montmorillonit berada di sekitar sudut  $2\theta = 5^\circ$ ,  $19^\circ$ , dan  $35^\circ$ . Sedangkan, pada sudut  $2\theta$  sekitar  $21^\circ$  merupakan ciri khas dari kuarsa (Gambar 4.2). Setelah dilakukan fraksinasi, puncak XRD fraksi 1 sampai fraksi 4 masih memiliki puncak yang sama dengan bentonit alam, namun intensitas dari puncak pada masing-masing fraksi mengalami perubahan. Ini menunjukkan bahwa metode fraksinasi yang telah dilakukan tidak merusak struktur yang ada dalam bentonit, tetapi merubah kemurnian montmorillonit dan kuarsa. Nilai % kemurnian montmorillonit dan nilai *d-spacing* pada masing-masing fraksi dapat dilihat pada Tabel 4.1. Perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 30.

**Tabel 4.1** Tabel nilai *d-spacing*, % montmorillonit, dan % kuarsa dari hasil fraksinasi bentonit alam

<i>Clay</i>	$2\theta$	<i>d-spacing</i> (Å)	% Montmorillonit	% Kuarsa
Bentonit alam	5,59	15,78	77,11	22,89
Fraksi 1	5,61	15,75	79,26	20,74
Fraksi 2	5,63	15,68	72,52	27,49
Fraksi 3	5,62	15,69	72,27	27,73
Fraksi 4	5,64	15,65	77,47	22,54

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa pada fraksi 1 memiliki tingkat kandungan montmorillonit dari hasil XRD. Nilai % kuarsa yang dimiliki oleh fraksi 1 lebih kecil dibandingkan dengan fraksi lainnya, dan juga nilai % montmorillonit pada fraksi 1 memiliki nilai paling besar dibandingkan dengan fraksi lainnya. Pada hasil XRD juga dapat diketahui bahwa fraksi 1 memiliki nilai *d-spacing* yang paling besar, maka pada fraksi 1 memiliki daya mengembang lebih besar dibandingkan fraksi lainnya. Oleh karena itu, fraksi 1 merupakan hasil fraksi yang dilakukan untuk preparasi selanjutnya.

Metode yang digunakan untuk mengetahui banyaknya % montmorillonit dan % kuarsa merupakan metode semi-kuantitatif yang didapat dari perhitungan intensitas puncak dari hasil XRD. Hasil yang didapat bersifat representatif dari nilai sebenarnya, sehingga disebut dengan menggunakan metode semi-kuantitatif.

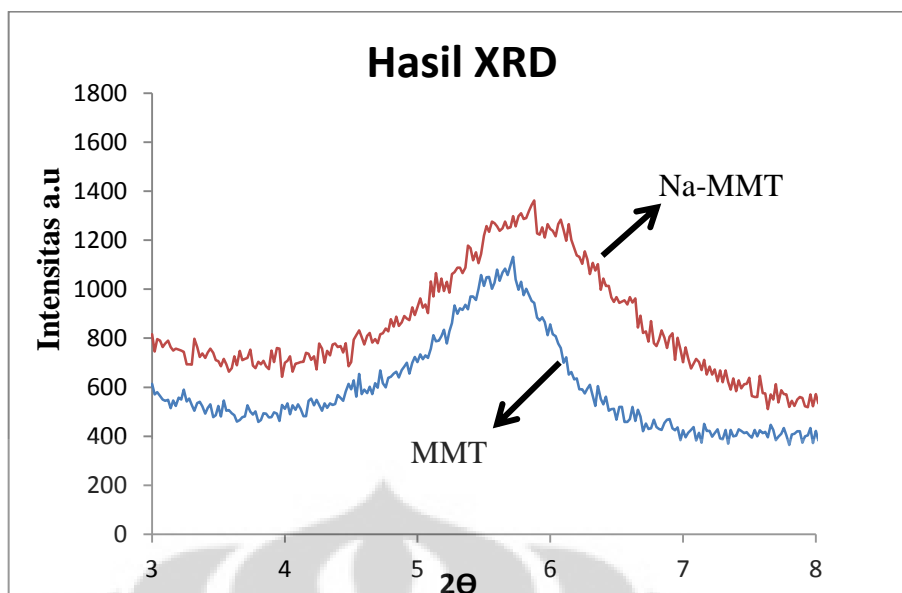
## 4.2 Preparasi Na-Montmorillonit

Fraksi 1 merupakan fraksi yang digunakan untuk membuat *organoclay* karena kandungan montmorillonit yang didapat merupakan kandungan tertinggi dibandingkan dengan kandungan montmorillonit pada fraksi lainnya. Pada saat sintesis *organoclay*, kation penyeimbang memiliki peranan penting. Kation penyeimbang dalam suatu bentonit berbeda-beda, maka dibutuhkan penyeragaman kation penyeimbang untuk mendapatkan *d-spacing* yang lebih baik.

Pada penyeragaman kation penyeimbang dalam penelitian ini, kation  $\text{Na}^+$  digunakan untuk penyeragaman kation karena kation  $\text{Na}^+$  dapat memperbesar daya mengembang bentonit. Untuk melakukan preparasi penyeragaman kation  $\text{Na}^+$  digunakan bentonit dari fraksi 1, sehingga hasil yang didapat disebut Na-MMT. Na-MMT bersifat lebih mengembang karena ion  $\text{Na}^+$  yang berada di permukaan bentonit akan berasosiasi dengan daerah yang mengalami defisiensi muatan positif pada salah satu lapis bentonit, sehingga di antara lapisan akan terpisah cukup jauh dan memungkinkan interaksi dengan air lebih banyak dan meningkatkan nilai *d-spacing*.

Kation yang memiliki gaya hidrasi yang lebih besar akan membuat densitas air yang menghidrasi kation menjadi lebih besar (lebih padat), sehingga antarlapis montmorillonit dapat mengembang lebih besar. Dengan memperbesar daya mengembang dari bentonit dapat lebih mempermudah surfaktan untuk interkalasi ke dalam antarlapis bentonit.

Pada preparasi Na-MMT dikarakterisasi dengan XRD dan EDAX. Hasil XRD dapat mengetahui nilai *d-spacing* pada Na-MMT. Pada hasil EDAX dapat mengetahui banyaknya jumlah  $\text{Na}^+$  yang masuk ke dalam bentonit yang menggantikan kation penyeimbang pada bentonit alam. Gambar 4.3 menunjukkan perbandingan hasil karakterisasi XRD terhadap fraksi 1 (MMT) dengan Na-MMT.



**Gambar 4.3** Perbandingan hasil XRD MMT dan Na-MMT

**Tabel 4.2** Tabel perbandingan hasil EDAX dari MMT dan Na-MMT

Clay	% Fe	% Mg	% Na	% Si	% Al	Mol Si/mol Al
MMT	1,61	2,94	-	26,08	11,68	2,14
Na-MMT	1,47	2,13	1,57	26,93	9,14	2,83

Nilai *d-spacing* dari MMT sebesar 15,75 pada  $2\theta$  sebesar 5,61, sedangkan nilai *d-spacing* dari Na-MMT sebesar 15,10 pada  $2\theta$  sebesar 5,85. Gambar 4.3 menunjukkan bahwa  $2\theta$  pada Na-MMT mengalami pergeseran ke kanan, yang artinya nilai *d-spacing* lebih kecil, tetapi pada nilai *d-spacing* Na-MMT tidak berbeda secara signifikan dibandingkan dengan nilai *d-spacing* MMT karena pada bentonit yang memiliki kation penyeimbang  $\text{Na}^+$  bersifat seperti *illite-vermiculite*, sedangkan bentonit yang memiliki kation penyeimbang  $\text{Mg}^{2+}$  bersifat seperti *illite-smectite*. Sifat tersebut dikarenakan  $\text{Na}^+$  memiliki kelembaban yang lebih rendah, sehingga nilai *d-spacing* pada MMT lebih besar dibandingkan dengan nilai nilai *d-spacing* pada Na-MMT.

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa pada Na-MMT terdapat kation  $\text{Na}^+$  yang artinya ion  $\text{Na}^+$  telah menggantikan kation penyeimbang pada lapisan MMT. Hal ini ditunjukkan oleh penurunan kandungan  $\text{Mg}^{2+}$  pada Na-MMT.  $\text{Mg}^{2+}$  yang tersisa kemungkinan besar merupakan  $\text{Mg}^{2+}$  yang berada di dalam struktur

bentonit karena pada struktur bentonit,  $\text{Al}^{3+}$  dapat disubstitusi oleh  $\text{Mg}^{2+}$  maupun  $\text{Fe}^{3+}$ . Substitusi ini karena radius ion  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  memiliki nilai yang mendekati nilai radius ion  $\text{Al}^{3+}$ . Nilai radius ion dari  $\text{Mg}^{2+}$  sebesar 150 pm, dan nilai radius ion  $\text{Fe}^{3+}$  sebesar 140 pm. Kedua nilai radius ion tersebut mendekati nilai radius ion dari  $\text{Al}^{3+}$ , yaitu 125 pm. Perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 14.

Rasio Si/Al pada Na-MMT mengalami kenaikan dari rasio Si/Al pada MMT. Hal tersebut dimungkinkan karena Al pada struktur tetrahedral kurang stabil dibandingkan dengan Al pada struktur oktahedral.  $\text{Al}^{3+}$  memiliki radius ion yang dapat mensubstitusikan  $\text{Si}^{4+}$ . Radius ion dari  $\text{Si}^{4+}$  adalah 110 pm, sehingga Al dapat mensubstitusikan Si pada struktur tetrahedral. Al yang berada pada struktur tetrahedral lebih mudah lepas dibandingkan dengan Al pada struktur oktahedral karena Al kurang stabil pada struktur tetrahedral.

#### 4.3 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Kapasitas tukar kation merupakan jumlah dari kation penyeimbang pada suatu bentonit yang dapat ditukar dengan kation penyeimbang lainnya. Dalam penentuan kapasitas tukar kation digunakan senyawa kompleks karena senyawa kompleks lebih stabil dalam air dibandingkan dengan logam yang tidak dalam bentuk senyawa kompleks. Senyawa kompleks yang digunakan adalah  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  dan  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ . Hal ini dapat membantu menentukan nilai KTK dengan lebih tepat karena adanya variasi kompleks sehingga nilai KTK yang didapatkan lebih tepat. Hal ini terkait dengan struktur dari senyawa kompleks tersebut. Penentuan nilai KTK dengan kompleks berbeda dilakukan bertujuan untuk mengetahui nilai KTK yang representatif. KTK yang dihasilkan sekitar 10% untuk  $\text{CEC} < 20$  meq/100 gram *clay*. Pada Tabel 4.3 dapat dilihat banyaknya konsentrasi yang terserap.

**Tabel 4.3** Tabel konsentrasi larutan  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  dan  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  dalam penentuan KTK

Senyawa Kompleks Yang Digunakan	Konsentrasi sebelum (mmol/gram)	Konsentrasi sesudah (mmol/gram)	Konsentrasi yang diserap (mmol/gram)	Nilai KTK (mek/100 gram clay)
$[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$	0,67	0,3375	0,3325	66,5
$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	0,6325	0,3075	0,325	65

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

Nilai KTK yang dihasilkan dengan menggunakan senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  sebesar 66,5 meq/100 gram *clay*, dan nilai KTK yang dihasilkan dengan menggunakan senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  sebesar 65 meq/100 gram *clay*. Pada senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  dapat diketahui bahwa jumlah ion  $\text{Cu}^{2+}$  dapat masuk ke dalam bentonit sebanyak 2,11 mg/100 gram *clay*, dan pada senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  dapat diketahui bahwa jumlah ion  $\text{Cu}^{2+}$  dapat masuk ke dalam bentonit sebanyak 2,06 mg/100 gram *clay*. Perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 14 dan Lampiran 15.

Nilai KTK dengan kompleks  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  dan  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  memiliki nilai yang tidak berbeda jauh karena kedua senyawa tersebut merupakan senyawa kompleks yang stabil. Hal tersebut dapat diketahui dari struktur masing-masing senyawa kompleks. Pada senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$  membentuk cincin khelat yang membuat senyawa kompleks tersebut stabil, dan pada senyawa kompleks  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  terjadi interaksi Asam-Basa Lewis. Suatu ligan yang semakin basa, maka senyawa kompleks yang terbentuk akan semakin stabil. Hal ini dikarenakan ligan yang sifatnya lebih basa akan lebih mudah mendonorkan pasangan elektron bebas yang dimilikinya pada logam.

#### 4.4 Preparasi $\text{NH}_4$ -Montmorillonit

Kation penyeimbang memiliki pengaruh terhadap bentonit, maka diperlukan perlakuan penyeragaman terhadap kation penyeimbang. Setiap kation penyeimbang memiliki pengaruh yang berbeda terhadap daya mengembang pada

suatu bentonit. Dalam preparasi  $\text{NH}_4$ -MMT dilakukan prosedur kerja yang hampir sama dengan Na-MMT, tetapi suhu yang digunakan berbeda. Pada preparasi Na-MMT digunakan suhu sebesar  $50\text{ }^\circ\text{C}$  pada saat pengadukan, sedangkan pada preparasi  $\text{NH}_4$ -MMT digunakan suhu sebesar  $40\text{ }^\circ\text{C}$  pada saat pengadukan untuk menghindari penurunan mobilisasi  $\text{NH}_4^+$  pada saat menggantikan kation penyeimbang yang ada pada bentonit. Penurunan mobilisasi tersebut dapat terjadi karena adanya parsial air yang menguap, sehingga dapat mengganggu interaksi pertukaran kation yang sedang terjadi.

Pada preparasi  $\text{NH}_4$ -MMT dilakukan dari 2 sumber berbeda, yaitu dari montmorillonit dan Na-MMT. Variasi tersebut dilakukan untuk mengetahui nilai *d-spacing*  $\text{NH}_4$ -MMT yang lebih baik. Jadi, sampel yang digunakan untuk sintesis *organoclay* dapat dilihat pada Tabel 4.4.

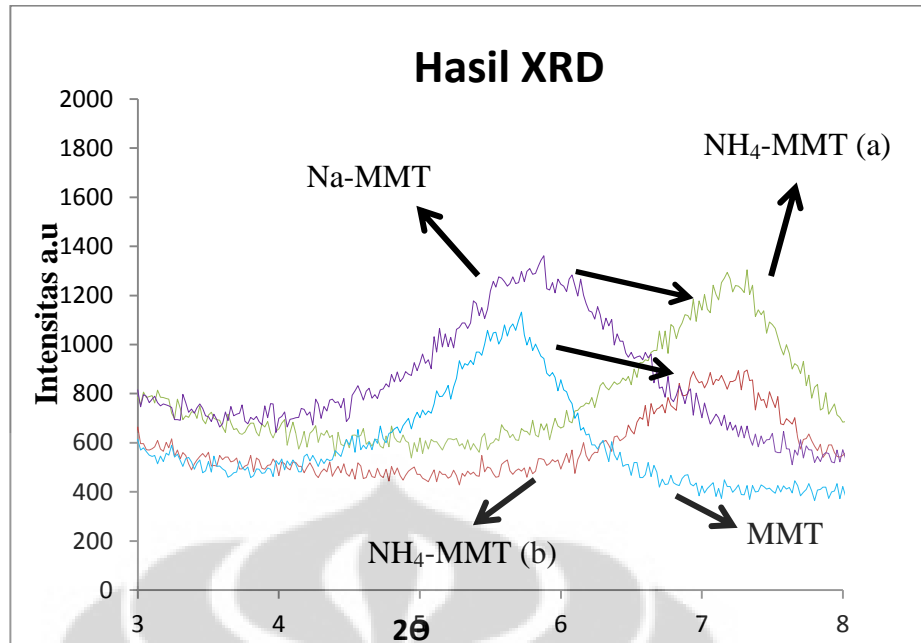
**Tabel 4.4** Tabel sampel yang digunakan untuk sintesis *organoclay*

<i>Clay</i>	<b>Keterangan</b>
MMT	Bentonit yang telah difraksinasi (fraksi 1)
Na-MMT	MMT yang kation penyeimbangnya diseragamkan menjadi ion $\text{Na}^+$
$\text{NH}_4$ -MMT (a)	Na-MMT yang kation penyeimbangnya diseragamkan menjadi ion $\text{NH}_4^+$
$\text{NH}_4$ -MMT (b)	MMT yang kation penyeimbangnya diseragamkan menjadi ion $\text{NH}_4^+$

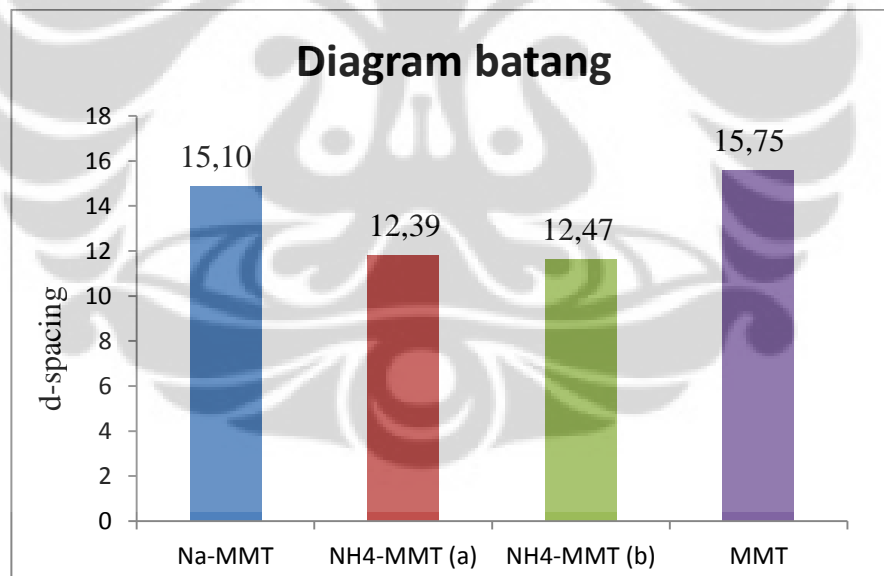
Keterangan :  $\text{NH}_4$ -MMT (a) =  $\text{NH}_4$ -MMT dari Na-MMT

$\text{NH}_4$ -MMT (b) =  $\text{NH}_4$ -MMT dari MMT

Gambar 4.4 merupakan perbandingan hasil XRD antara  $\text{NH}_4$ -MMT (a) dan  $\text{NH}_4$ -MMT (b) terhadap masing-masing bentonit sebelum dibuat menjadi  $\text{NH}_4$ -MMT. Dari hasil XRD dapat diketahui nilai *d-spacing*  $\text{NH}_4$ -MMT (a) terhadap Na-MMT, dan  $\text{NH}_4$ -MMT (b) terhadap MMT.



**Gambar 4.4** Hasil XRD NH<sub>4</sub>-MMT (a) terhadap Na-MMT dan NH<sub>4</sub>-MMT (b) terhadap MMT



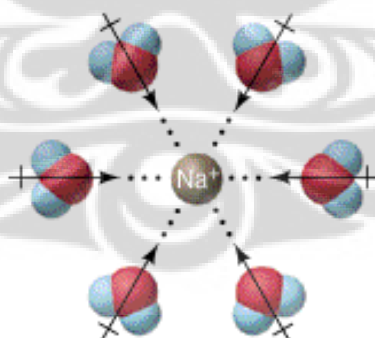
**Gambar 4.5** Diagram batang nilai *d-spacing* dari hasil XRD gambar 4.3

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa adanya pergeseran puncak XRD pada NH<sub>4</sub>-MMT terhadap Na-MMT ataupun MMT. Na-MMT memiliki  $2\theta$  : 5,85 bergeser pada saat menjadi NH<sub>4</sub>-MMT (a) yang memiliki  $2\theta$  : 7,13. Sedangkan, MMT memiliki  $2\theta$  : 5,61 bergeser pada saat menjadi NH<sub>4</sub>-MMT (b) yang



memiliki  $2\theta : 7,08$ . Puncak  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  bergeser ke arah kanan, artinya *d-spacing* pada  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  lebih rendah daripada *d-spacing*  $\text{Na-MMT}$  maupun  $\text{MMT}$  yang ditunjukkan pada diagram batang Gambar 4.5. Pada Lampiran 23 dapat diketahui bahwa kation  $\text{Na}^+$  sudah tidak ada dalam bentonit. Hal ini dimungkinkan karena  $\text{Na}^+$  sudah tergantikan dengan  $\text{NH}_4^+$ . Nilai *d-spacing* yang dimiliki  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  lebih rendah dibandingkan dengan  $\text{Na-MMT}$  maupun  $\text{MMT}$  dimungkinkan karena gaya hidrasi dari masing-masing ion.

Setiap ion memiliki gaya hidrasi yang berbeda. Gaya hidrasi merupakan suatu gaya dari ion yang dapat mengganggu interaksi antarmolekul air. Gaya hidrasi ion  $\text{Na}^+$  merupakan gaya hidrasi yang lebih besar daripada gaya hidrasi  $\text{NH}_4^+$ , sehingga ion  $\text{NH}_4^+$  tidak terlalu mengganggu interaksi antarmolekul air, yang artinya kation  $\text{NH}_4^+$  memiliki daya mengembang yang tidak sebesar kation  $\text{Na}^+$ . Hal tersebut dapat dilihat dari nilai *d-spacing*  $\text{NH}_4^+$  lebih kecil dibandingkan dengan nilai *d-spacing*  $\text{Na}$  pada Tabel 4.4. Kation  $\text{Mg}^{2+}$  juga memiliki gaya hidrasi yang lebih besar daripada kation  $\text{NH}_4^+$ , sehingga *d-spacing* pada suatu bentonit yang kation penyeimbang  $\text{NH}_4^+$  memiliki nilai yang lebih kecil dibandingkan nilai *d-spacing* pada bentonit yang kation penyeimbang  $\text{Mg}^{2+}$ .



**Gambar 4.6** Gaya hidrasi

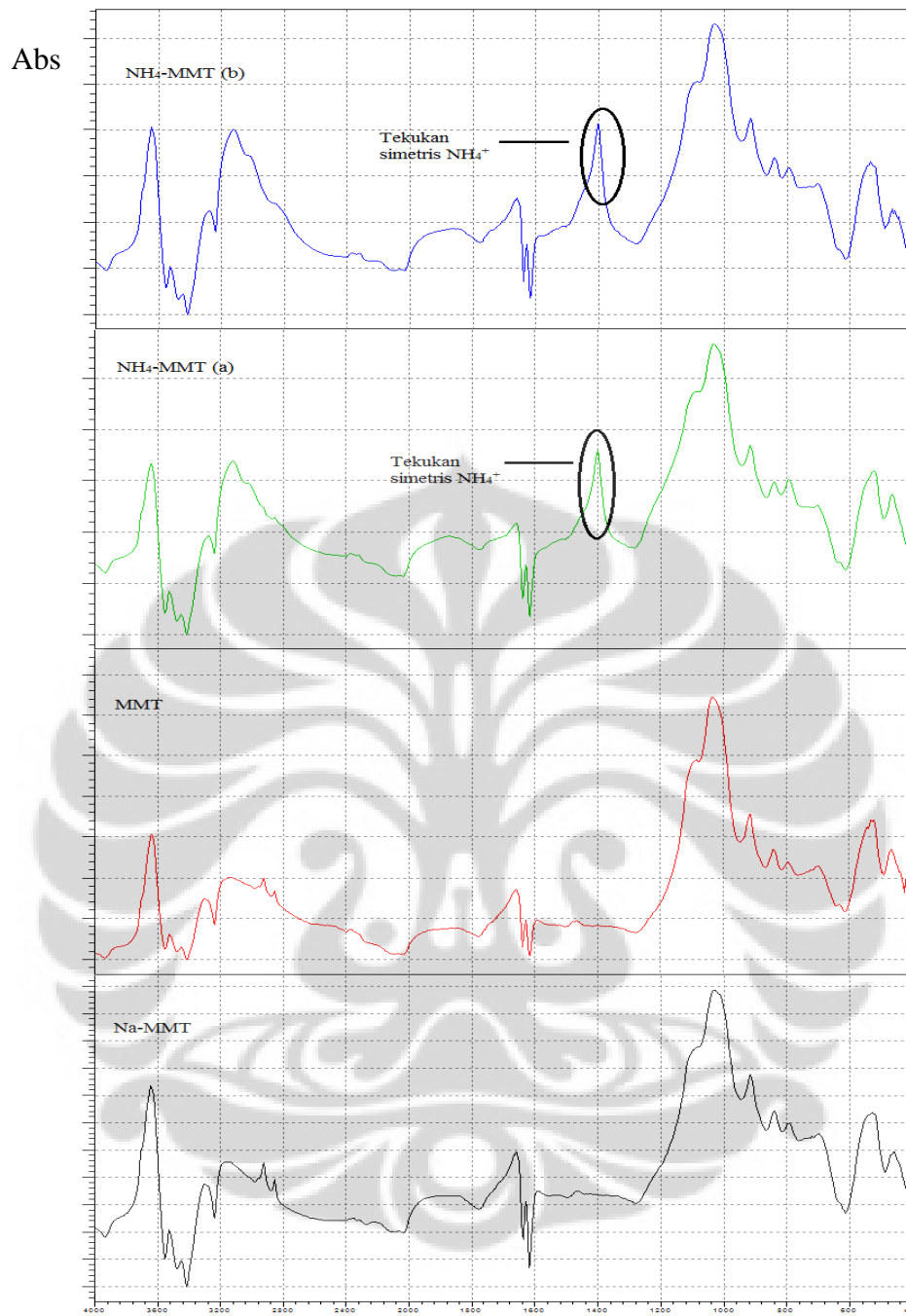
[Sumber: [www.science.uwaterloo.ca/~cchieh/cact/fig/interaction.gif](http://www.science.uwaterloo.ca/~cchieh/cact/fig/interaction.gif) 7 Mei 2012]

$\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) memiliki intensitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan intensitas  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b). Tingginya intensitas menjelaskan bahwa tingkat kemurnian suatu mineral, sehingga  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) menunjukkan tingkat

kemurnian yang lebih murni daripada  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) terhadap pengotor yang ada di dalam mineral tersebut.

Adanya  $\text{NH}_4^+$  dalam  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  juga ditunjukkan dengan hasil karakterisasi dari FTIR seperti pada Gambar 4.7. Pada spektra  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) menunjukkan adanya puncak pada  $1400\text{ cm}^{-1}$  yang artinya terdapat tekukan simetris dari  $\text{NH}_4^+$ , dan juga pada spektra  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) menunjukkan adanya puncak pada  $1402\text{ cm}^{-1}$  yang artinya juga terdapat tekukan simetris dari  $\text{NH}_4^+$ . Pita serapan pada bilangan gelombang  $1628\text{ cm}^{-1}$  pada Na-MMT, MMT,  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a), dan  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) menunjukkan adanya tekuk H-O-H terdeformasi. OH struktural pada kerangka silikat bentonit terdapat pada bilangan gelombang sekitar  $3639\text{ cm}^{-1}$  pada Na-MMT,  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a), dan  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b), sedangkan pada MMT terletak pada bilangan gelombang  $3636\text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan yang menunjukkan adanya vibrasi Si-O dan Al-O terdapat pada bilangan gelombang sekitar  $500\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ .





**Gambar 4.7** FTIR dari Na-MMT, MMT,  $\text{NH}_4\text{-MMT (a)}$ , dan  $\text{NH}_4\text{-MMT (b)}$

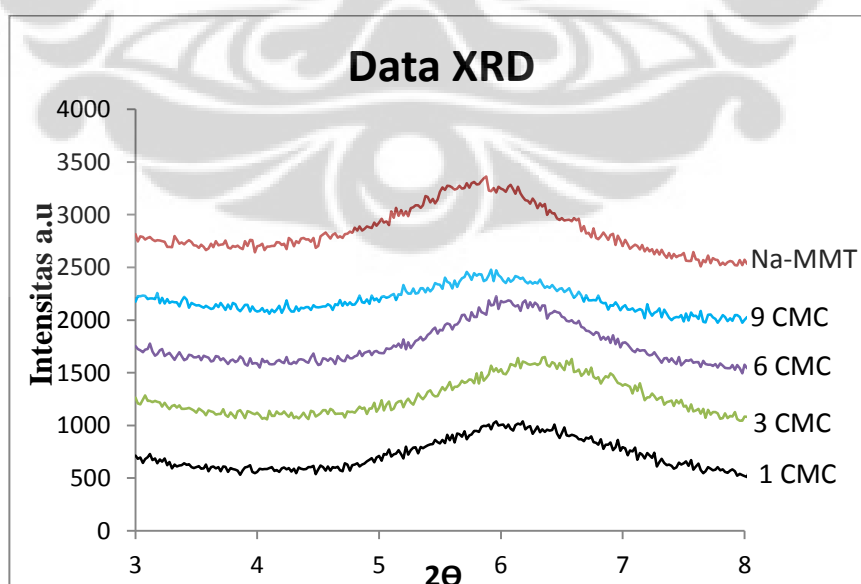
#### 4.5 Sintesis Organoclay

*Organoclay* diharapkan memiliki nilai *d-spacing* yang lebih baik, sehingga proses interkalasi surfaktan ke dalam bentonit dapat optimum. Pada proses interkalasi surfaktan non-ionik Triton X-100 ke dalam bentonit, tidak menggunakan nilai kapasitas tukar kation (KTK) seperti studi sebelumnya yang

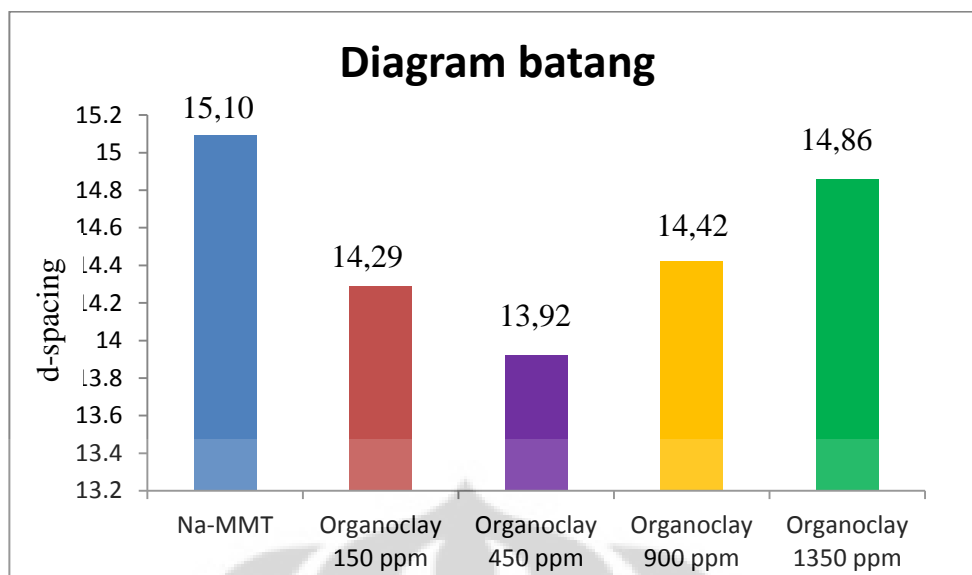
menggunakan surfaktan kationik. Oleh karena itu, variasi yang dilakukan tidak menggunakan nilai KTK bentonit tersebut.

Surfaktan non-ionik Triton X-100 memiliki gugus hidrogen yang akan berinteraksi dengan oksigen yang berada pada ikatan SiOH. Surfaktan non-ionik memiliki interaksi yang berbeda dengan surfaktan kationik terhadap bentonit. Interaksi yang terjadi pada surfaktan non-ionik merupakan ikatan hidrogen. Dengan begitu, pada proses interkalasi tidak dilakukan pengaturan suhu, dan juga tidak dilakukan perlakuan ultrasonik. Pada saat penambahan surfaktan dilakukan secara perlahan agar tidak terbentuk agregat.

Nilai CMC dari suatu surfaktan perlu diperhatikan. CMC merupakan suatu konsentrasi surfaktan untuk membentuk misel. Sebelum dilakukannya proses interkalasi terhadap bentonit dibutuhkan terlebih dahulu mengetahui nilai CMC dari surfaktan Triton X-100, yaitu 0,24 mM (150 ppm). Variasi surfaktan yang akan diinterkalasi ke dalam Na-MMT sebesar 1 CMC (150 ppm), 3 CMC (450 ppm), 6 CMC (900 ppm), dan 9 CMC (1350 ppm). Variasi yang dilakukan berdasarkan nilai CMC surfaktan Triton X-100 karena ingin mengetahui nilai *d-spacing* saat konsentrasi berada di nilai CMC. Gambar 4.8 menunjukkan hasil XRD dari *organoclay* dari Na- MMT dengan variasi CMC.



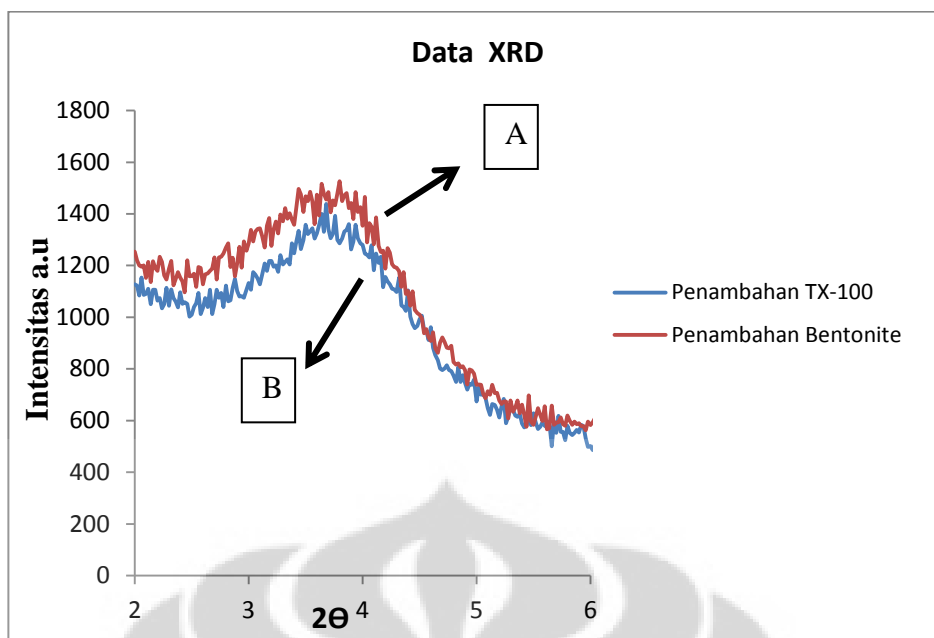
**Gambar 4.8** Hasil XRD *Organoclay* Dengan Variasi CMC Terhadap Na-MMT



**Gambar 4.9** Diagram batang nilai *d-spacing* dari hasil XRD pada gambar 4.8

Gambar 4.9 merupakan perbandingan *d-spacing* dari Na-MMT dan *organoclay* dengan variasi konsentrasi. Hasil dari karakterisasi XRD menunjukkan bahwa variasi konsentrasi surfaktan Triton X-100 yang telah dilakukan tidak menaikkan nilai *d-spacing* dari *organoclay*. Ikatan surfaktan non-ionik terhadap montmorillonit merupakan ikatan hidrogen, maka ikatan yang terbentuk lebih lemah dibandingkan dengan ikatan ionik. Maka dari itu, variasi konsentrasi Triton X-100 dilakukan lagi dengan nilai konsentrasi lebih tinggi, sehingga tidak dilakukan terhadap bentonit yang memiliki kation penyeimbang lainnya.

Variasi cara pembuatan *organoclay* perlu dilakukan untuk mengetahui kondisi yang optimum. Gambar 4.10 merupakan gambar grafik hasil XRD *organoclay* 7490 ppm dari Na-MMT dengan bervariasi cara pembuatan *organoclay*.

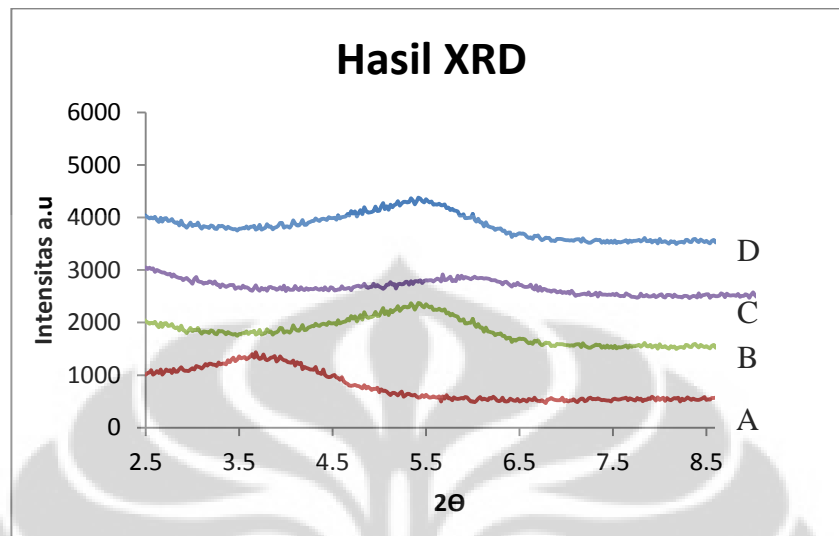


**Gambar 4.10** Hasil XRD *organoclay* 7490 ppm dari Na-MMT dengan variasi A. penambahan bentonit, dan B. penambahan Triton X-100

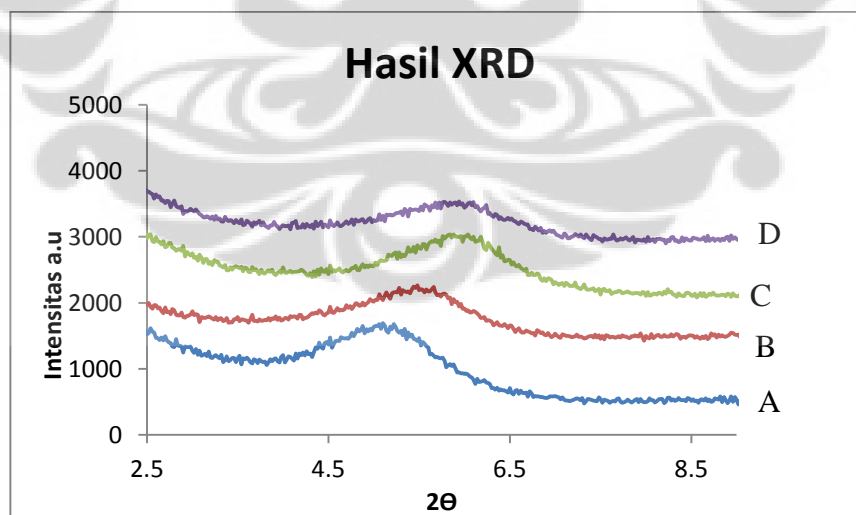
Hasil XRD dengan variasi penambahan menunjukkan perbedaan hasil yang tidak signifikan. Pada *organoclay* dengan penambahan surfaktan Triton X-100 memiliki nilai *d-spacing* sebesar 16,91 pada  $2\theta : 5,22$ , sedangkan pada *organoclay* dengan penambahan Na-MMT memiliki nilai *d-spacing* sebesar 17,08 pada  $2\theta : 5,17$ . Walaupun penambahan Triton X-100 memiliki nilai *d-spacing* yang lebih rendah dibandingkan dengan penambahan Na-MMT, namun penambahan surfaktan dilakukan dengan cara yang lebih teliti karena menggunakan buret. Maka, sintesis *organoclay* selanjutnya terhadap variasi konsentrasi surfaktan dan variasi kation penyeimbang dilakukan dengan cara penambahan surfaktan Triton X-100.

*Organoclay* yang telah dibuat dari Na-MMT dengan surfaktan 7490 ppm menunjukkan bahwa adanya kenaikan *d-spacing* yang berarti surfaktan telah masuk ke dalam antarlapis Na-MMT. Pada penelitian ini dilakukan dengan variasi kation penyeimbang terhadap montmorillonit. Maka, *organoclay* dibuat juga dari  $\text{NH}_4$ -MMT (a),  $\text{NH}_4$ -MMT (b), dan MMT. Variasi kation penyeimbang ini dilakukan untuk mengetahui kation penyeimbang yang lebih mudah tergantikan dan mengetahui nilai *d-spacing* yang tinggi saat diinterkalasi dengan surfaktan

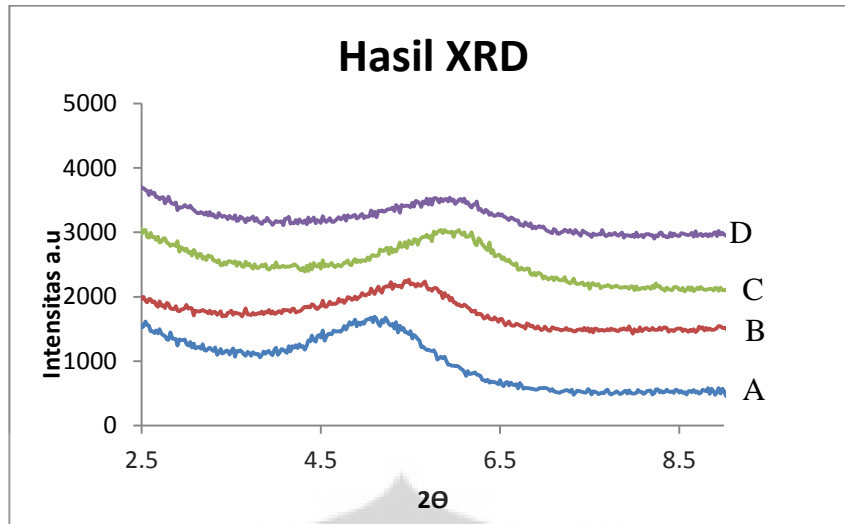
Triton X-100. Gambar 4.11, Gambar 4.12, dan Gambar 4.13 merupakan hasil XRD *organoclay* dengan variasi kation penyeimbang terhadap surfaktan Triton X-100 7490 ppm, 5360 ppm, dan 9630 ppm.



**Gambar 4.11** Hasil XRD A. *organoclay* Na-MMT, B. *organoclay* MMT, C. *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan D. *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) pada konsentrasi 7490 ppm

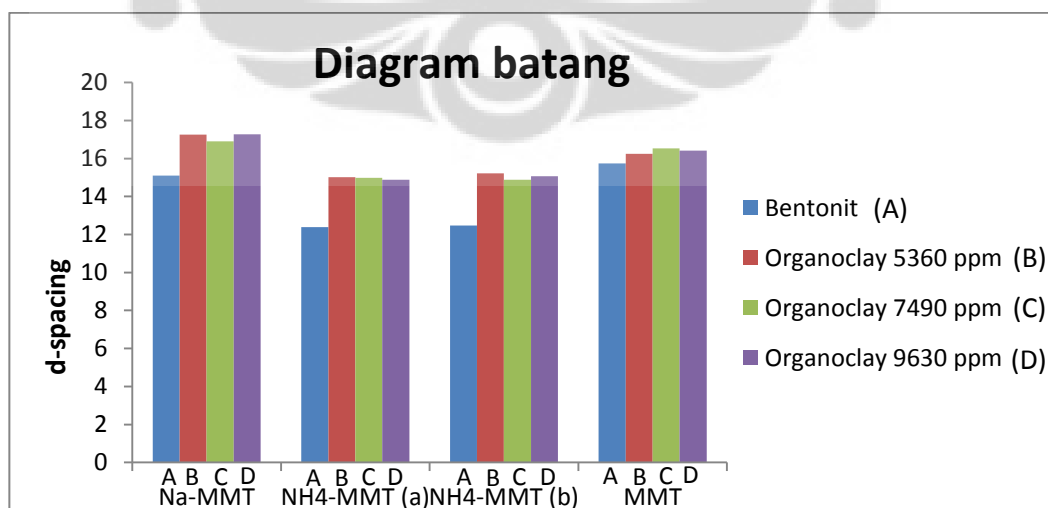


**Gambar 4.12** Hasil XRD A. *organoclay* Na-MMT, B. *organoclay* MMT, C. *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan D. *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) pada konsentrasi 5360 ppm



**Gambar 4.13** Hasil XRD A. *organoclay* Na-MMT, B. *organoclay* MMT, C. *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan D. *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) pada konsentrasi 9630 ppm

Dari hasil XRD pada surfaktan Triton X-100 7490 ppm, 5630 ppm, dan 9630 ppm dapat dilihat bahwa adanya perbedaan  $2\theta$  terhadap variasi kation penyeimbang. Hal ini juga dapat dilihat dari nilai *d-spacing* dari masing-masing bentonit. Nilai *d-spacing* masing-masing bentonit dapat dilihat pada Gambar 4.14 yang merupakan diagram batang. Dari Gambar 4.14 dapat dilihat bahwa nilai *d-spacing* pada *organoclay* Na-MMT memiliki nilai *d-spacing* paling besar.



**Gambar 4.14** Diagram batang nilai *d-spacing* dari bentonit terhadap *organoclay* pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm



**Tabel 4.5** Tabel perbandingan nilai *d-spacing* pada masing-masing *organoclay*

Clay	<i>d-spacing</i> (Å)			
	Sumber <i>Organoclay</i>	<i>Organoclay</i>		
		5360 ppm	7490 ppm	9630 ppm
Na-MMT	15,10	17,26	16,91	17,28
NH <sub>4</sub> -MMT (a)	12,39	15,02	14,99	14,88
NH <sub>4</sub> -MMT (b)	12,47	15,11	14,88	15,07
MMT	15,75	16,24	16,53	16,42

Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT

Pada Gambar 4.14 dan Tabel 4.5, nilai *d-spacing* pada masing-masing *organoclay* mengalami kenaikan dibandingkan bentonit sebelum terinterkalasi surfaktan Triton X-100. Hal tersebut menunjukkan bahwa surfaktan Triton X-100 telah masuk ke dalam antarlapis bentonit. Pada *organoclay* dari Na-MMT masih terdapat Na<sup>+</sup> yang dapat dilihat pada Lampiran 25, sehingga dapat diketahui bahwa surfaktan Triton X-100 tidak dapat menggantikan seluruh ion Na<sup>+</sup> yang berada dalam antarlapis bentonit. Nilai *d-spacing* yang paling besar merupakan nilai *d-spacing* dari *organoclay* yang dibuat dari Na-MMT, tetapi nilai kenaikan *d-spacing* yang lebih banyak merupakan pada *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (b) yang dapat dilihat dari Tabel 4.6.

Nilai *d-spacing* pada NH<sub>4</sub>-MMT (a) maupun NH<sub>4</sub>-MMT (b) tidak memberikan hasil yang berbeda secara signifikan. Penyeragaman kation NH<sub>4</sub><sup>+</sup> terhadap bentonit yang berbeda kation penyeimbangannya tidak memberikan pengaruh nilai *d-spacing* yang berbeda secara signifikan walaupun pada saat diinterkalasi dengan surfaktan Triton X-100. Nilai kenaikan tersebut didukung dengan Gambar 4.15 yang merupakan % massa surfaktan yang masuk ke dalam bentonit. Variasi nilai *d-spacing* yang didapat dapat mempengaruhi efektifitas *organoclay* pada saat digunakan sebagai adsorben.

**Tabel 4.6** Tabel perbandingan % kenaikan nilai *d-spacing*

<i>Clay</i>	% Kenaikan <i>d-spacing</i> (pada variasi konsentrasi surfaktan)		
	5360 ppm	7490 ppm	9630 ppm
<i>Organoclay</i> dari Na-MMT	14,30	11,97	14,44
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (a)	21,22	20,99	20,09
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (b)	21,17	19,33	20,85
<i>Organoclay</i> dari MMT	3,11	4,95	4,25

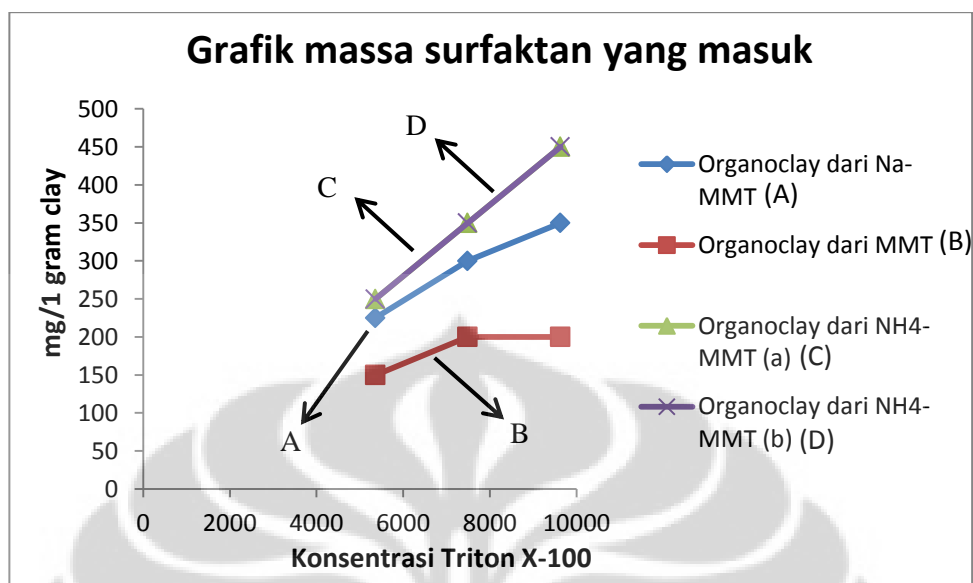
Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT

Nilai % kenaikan yang terjadi pada *d-spacing organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) maupun *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) lebih besar dibandingkan dengan *organoclay* MMT dan *organoclay* Na-MMT. Kekuatan ionik yang dimiliki oleh NH<sub>4</sub><sup>+</sup> tidak terlalu kuat seperti kekuatan ionik Na<sup>+</sup> maupun kation penyeimbang pada MMT, sehingga kation NH<sub>4</sub><sup>+</sup> lebih mudah tergantikan oleh surfaktan. Oleh karena itu, % kenaikan *d-spacing* pada *organoclay* 5630 ppm, *organoclay* 7490 ppm, dan *organoclay* 9360 ppm terhadap NH<sub>4</sub>-MMT (a) maupun NH<sub>4</sub>-MMT (b) lebih besar dibandingkan dengan % kenaikan *d-spacing* pada *organoclay* MMT dan *organoclay* Na-MMT, namun pada *organoclay* Na-MMT dan *organoclay* MMT memiliki nilai *d-spacing* yang lebih besar dibandingkan dengan nilai *d-spacing* pada *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b). Hal ini dimungkinkan karena nilai *d-spacing* pada Na-MMT dan MMT sebelum menjadi *organoclay* sudah memiliki nilai yang lebih besar dibandingkan NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan NH<sub>4</sub>-MMT (b), sehingga lebih mudah untuk mendapatkan nilai *d-spacing* yang besar.

Pada pembuatan *organoclay* perlu diketahui konsentrasi sisa dari filtrat yang didapat untuk mengetahui banyaknya konsentrasi surfaktan Triton X-100 yang masuk, sehingga dapat dibandingkan dengan nilai % kenaikan nilai *d-spacing*. Metode yang digunakan merupakan metode cincin Du Nouy. Metode tersebut dapat mengetahui konsentrasi sisa dari filtrat dengan cara mendapatkan data tegangan permukaannya. Gambar 4.15 menjelaskan massa surfaktan Triton

X-100 pada 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm yang masuk dari variasi *organoclay*.



**Gambar 4.15** Grafik dari massa surfaktan yang masuk terhadap konsentrasi surfaktan Triton X-100

**Tabel 4.7** Tabel perbandingan surfaktan yang masuk ke dalam masing-masing *organoclay*

Clay	Surfaktan yang masuk (mmol/gram clay)		
	5360 ppm	7490 ppm	9630 ppm
<i>Organoclay</i> dari Na-MMT	0,36	0,48	0,56
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (a)	0,4	0,56	0,72
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (b)	0,4	0,56	0,72
<i>Organoclay</i> dari MMT	0,24	0,32	0,32

Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT

Metode cincin Du Nouy merupakan metode semi-kuantitatif. Dari data tersebut dapat diketahui bahwa surfaktan yang masuk ke dalam bentonit seperti pada Tabel 4.7. Surfaktan yang masuknya paling besar merupakan nilai dari *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b). Nilai tersebut dapat

didukung dengan kenaikan nilai *d-spacing* dari *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) yang merupakan nilai % kenaikan *d-spacing* yang paling besar. NH<sub>4</sub><sup>+</sup> memiliki gaya elektrostatis yang lebih lemah dibandingkan dengan kekuatan ionik pada Na<sup>+</sup> maupun Mg<sup>2+</sup>, sehingga ion NH<sub>4</sub><sup>+</sup> lebih mudah tergantikan oleh surfaktan. Pada NH<sub>4</sub><sup>+</sup> terdapat hidrogen yang dapat berinteraksi lebih baik dengan surfaktan Triton X-100 karena ikatan yang terjadi merupakan ikatan hidrogen, sehingga lebih mudah berinteraksi dengan surfaktan non-ionik Triton X-100.

**Tabel 4.8** Tabel perbandingan nilai  $\Gamma$  masing-masing *organoclay* berdasarkan isoterm adsorpsi Gibbs

Clay	$\Gamma$ (mmol/cm <sup>2</sup> )		
	5360 ppm	7490 ppm	9630 ppm
<i>Organoclay</i> dari Na-MMT	$1,7 \times 10^{-5}$	$2,26 \times 10^{-5}$	$2,82 \times 10^{-5}$
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (a)	$2,46 \times 10^{-5}$	$3,37 \times 10^{-5}$	$4,37 \times 10^{-5}$
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (b)	$2,46 \times 10^{-5}$	$3,37 \times 10^{-5}$	$4,37 \times 10^{-5}$
<i>Organoclay</i> dari MMT	$0,76 \times 10^{-5}$	$1,02 \times 10^{-5}$	$1,00 \times 10^{-5}$

Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT

Tabel 4.8 merupakan perbandingan nilai  $\Gamma$  masing-masing *organoclay* berdasarkan isoterm adsorpsi Gibbs. Data yang ditampilkan merupakan data surfaktan yang teradsorpsi per luas permukaan. Dari data pada Tabel 4.8 dapat diketahui nilai surfaktan yang masuk dengan satuan mmol/gram *clay* sebanding terhadap data pada Tabel 4.7. Akan tetapi, untuk mengetahui nilai surfaktan yang masuk dengan satuan mmol/gram *clay* dari data pada Tabel 4.8 perlu diketahui data luas permukaan dari hasil karakterisasi BET (*Brunauer Emmet Teller*). Penelitian ini tidak melakukan karakterisasi dengan BET, sehingga tidak diketahui nilai luas permukaan. Perhitungan terdapat pada Lampiran 20.

Nilai surfaktan yang masuk pada masing-masing *organoclay* di bawah nilai KTK. Nilai KTK dengan metode Cu(en)<sub>2</sub><sup>2+</sup> sebesar 66,5 mek/100 gram *clay* atau sebesar 0,665 mmol/gram *clay*. Hal ini menunjukkan bahwa tidak semua

surfaktan dapat menggantikan kation yang ada di dalam antarlapis bentonit. Hanya saja, pada *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) maupun *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) pada penambahan surfaktan Triton X-100 dengan konsentrasi 9630 ppm memiliki nilai surfaktan yang masuk lebih besar dibandingkan dengan nilai KTK. Hal tersebut dimungkinkan karena kation NH<sub>4</sub><sup>+</sup> yang berinteraksi dengan SiOH pada lapisan bentonit telah terhidrolisis, dan juga terdapat kation NH<sub>4</sub><sup>+</sup> yang tidak berinteraksi dengan gugus SiOH sehingga surfaktan yang masuk dapat berinteraksi dengan gugus SiOH yang tidak berinteraksi dengan NH<sub>4</sub><sup>+</sup>.

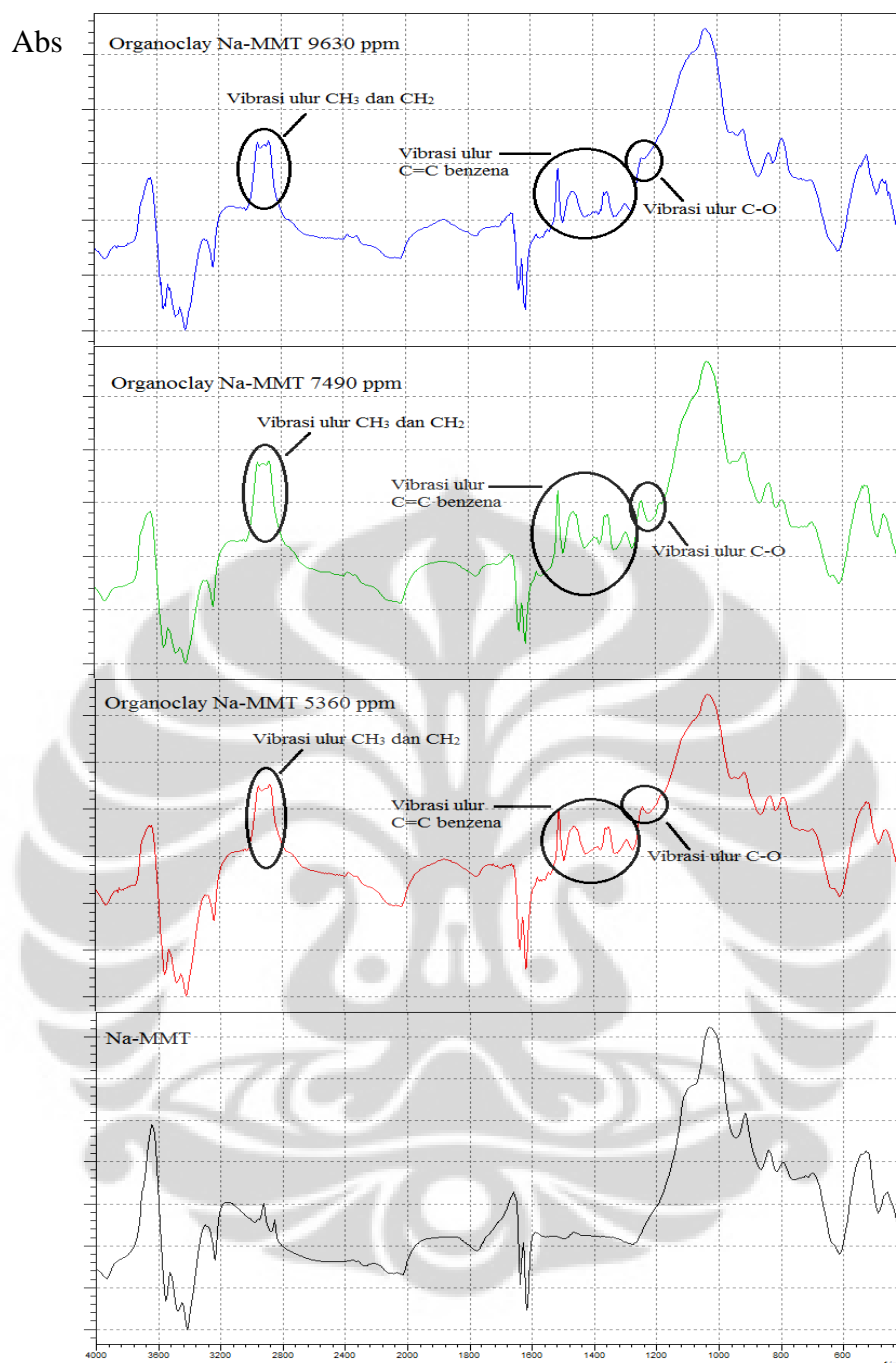
Pada penelitian ini, jumlah surfaktan Triton X-100 pada konsentrasi tertinggi dalam penelitian ini yang terinterkalasi ke dalam Na-MMT didapatkan 0,56 mmol/gram *clay*. Apabila Na-MMT pada bentonit yang sama terinterkalasi dengan surfaktan kationik ODTMABr, nilai yang didapatkan sebesar 0,611 mmol/gram. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah mol surfaktan non-ionik Triton X-100 yang masuk ke dalam bentonit lebih kecil dari nilai jumlah surfaktan kationik yang masuk ke dalam bentonit. Oktaviani (2011) yang melakukan interkalasi surfaktan kationik ODTMABr ke dalam antarlapis Na-MMT mendapatkan nilai *d-spacing* sebesar 21,03 Å, sedangkan surfaktan non-ionik Triton X-100 pada konsentrasi tertinggi dalam penelitian ini yang masuk ke dalam antarlapis Na-MMT didapatkan nilai *d-spacing* sebesar 17,28 Å. Hal ini dapat disebabkan karena interkasi gugus polar surfaktan Triton X-100 terhadap lapisan bentonit tidak sebaik dengan interaksi surfaktan ODTMABr. Interaksi surfaktan kationik terhadap antarlapis bentonit merupakan interaksi ionik, sehingga interaksi tersebut lebih kuat dibandingkan dengan interkasi hidrogen yang terjadi pada lapisan bentonit dengan surfaktan non-ionik Triton X-100.

Semua *organoclay* pada bentonit yang telah divariasikan kation penyeimbangannya dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui surfaktan Triton X-100 dalam bentonit. Surfaktan Triton X-100 dapat diketahui dengan munculnya 2 puncak di sekitar 2950 cm<sup>-1</sup> dan 2876 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari CH<sub>3</sub> dan CH<sub>2</sub>. Surfaktan Triton X-100 juga dapat diketahui dengan adanya vibrasi ulur dari C=C dari benzena yang ada pada surfaktan Triton X-100 pada bilangan gelombang sekitar 1500 cm<sup>-1</sup> yang biasanya terdiri dari 3 atau 4

puncak. Pada surfaktan Triton X-100 juga terdapat ikatan C-O yang ditunjukkan dengan adanya puncak di sekitar  $1244\text{ cm}^{-1}$ .

Gambar 4.16 merupakan perbandingan FTIR *organoclay* 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm terhadap Na-MMT. Na-MMT terinterkalasi Triton X-100 memiliki puncak di sekitar  $2951\text{ cm}^{-1}$  dan  $2876\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan bahwa adanya  $\text{CH}_3$ , dan  $\text{CH}_2$ . Pada puncak tersebut merupakan intensitas yang kuat. Pada pita serapan yang terdapat di bilangan gelombang sekitar  $1510\text{ cm}^{-1}$ ,  $1460\text{ cm}^{-1}$ ,  $1354\text{ cm}^{-1}$ , dan  $1296\text{ cm}^{-1}$  merupakan C=C aromatik yang menunjukkan adanya Triton X-100 pada bentonit. Dan, pada bilangan gelombang di sekitar  $1244\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur C-O.

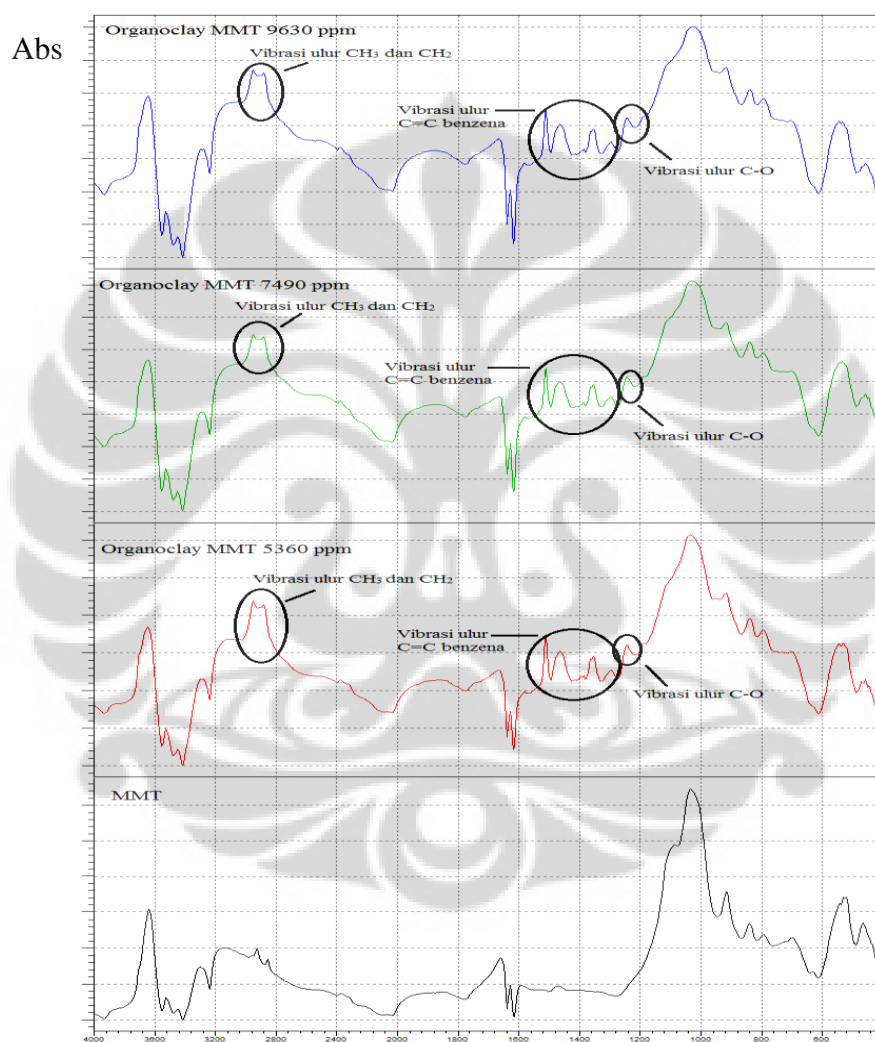




**Gambar 4.16** FTIR perbandingan Na-MMT dan *organoclay* dari Na-MMT pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm

Pada FTIR *organoclay* 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm terhadap MMT juga hampir sama dengan *organoclay* dari Na-MMT yang dapat dilihat pada Gambar 4.17. Pada Gambar 4.17 dapat dilihat bahwa juga terdapat puncak di sekitar  $2951 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2876 \text{ cm}^{-1}$ . Kedua puncak tersebut menandakan adanya

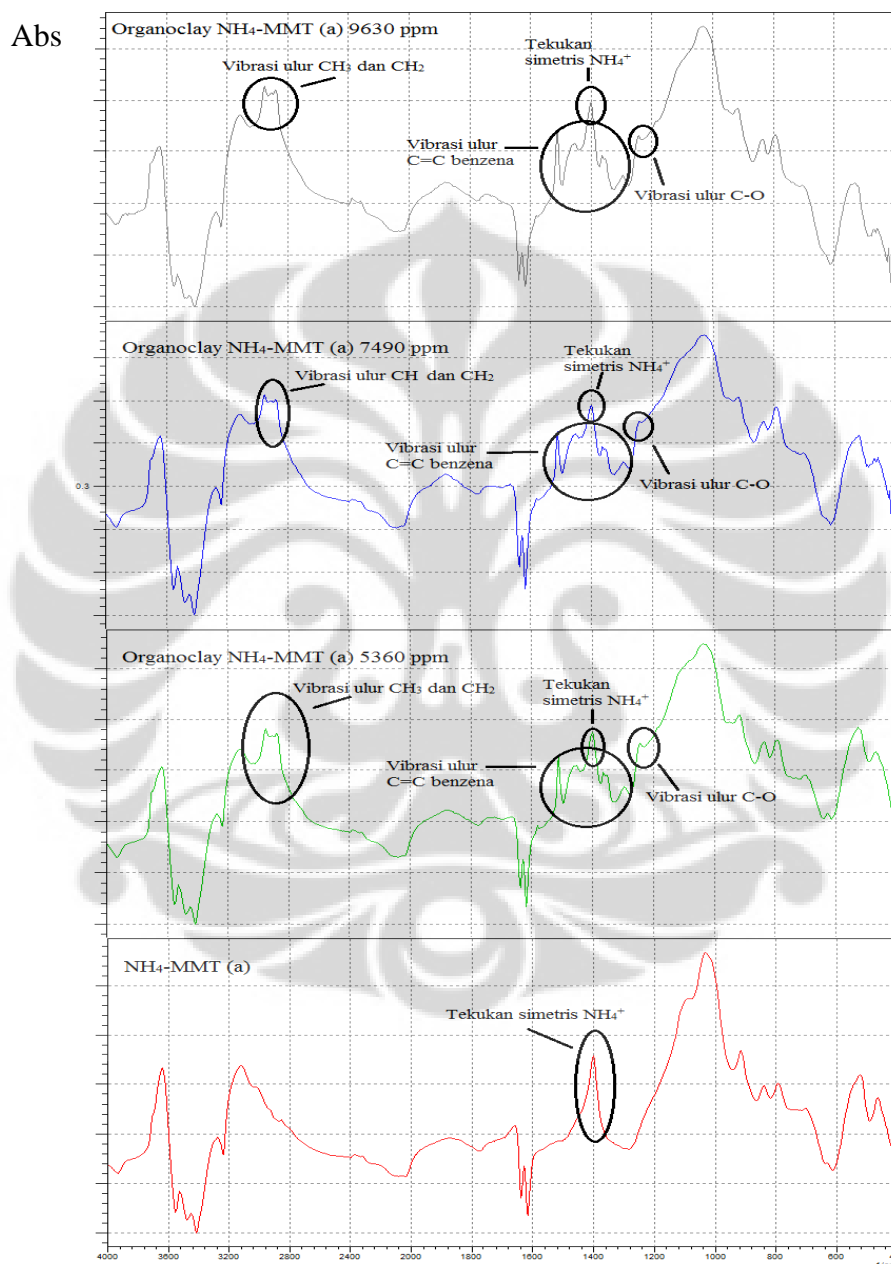
CH<sub>3</sub>, dan CH<sub>2</sub> yang berasal dari surfaktan Triton X-100, dan juga terdapat pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1510 cm<sup>-1</sup>, 1460 cm<sup>-1</sup>, 1354 cm<sup>-1</sup>, dan 1296 cm<sup>-1</sup> yang merupakan C=C aromatik. Pada bilangan gelombang di sekitar 1244 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur C-O. Dengan begitu, adanya pita serapan pada bilangan gelombang tersebut dapat diketahui bahwa surfaktan Triton X-100 berada di dalam MMT.



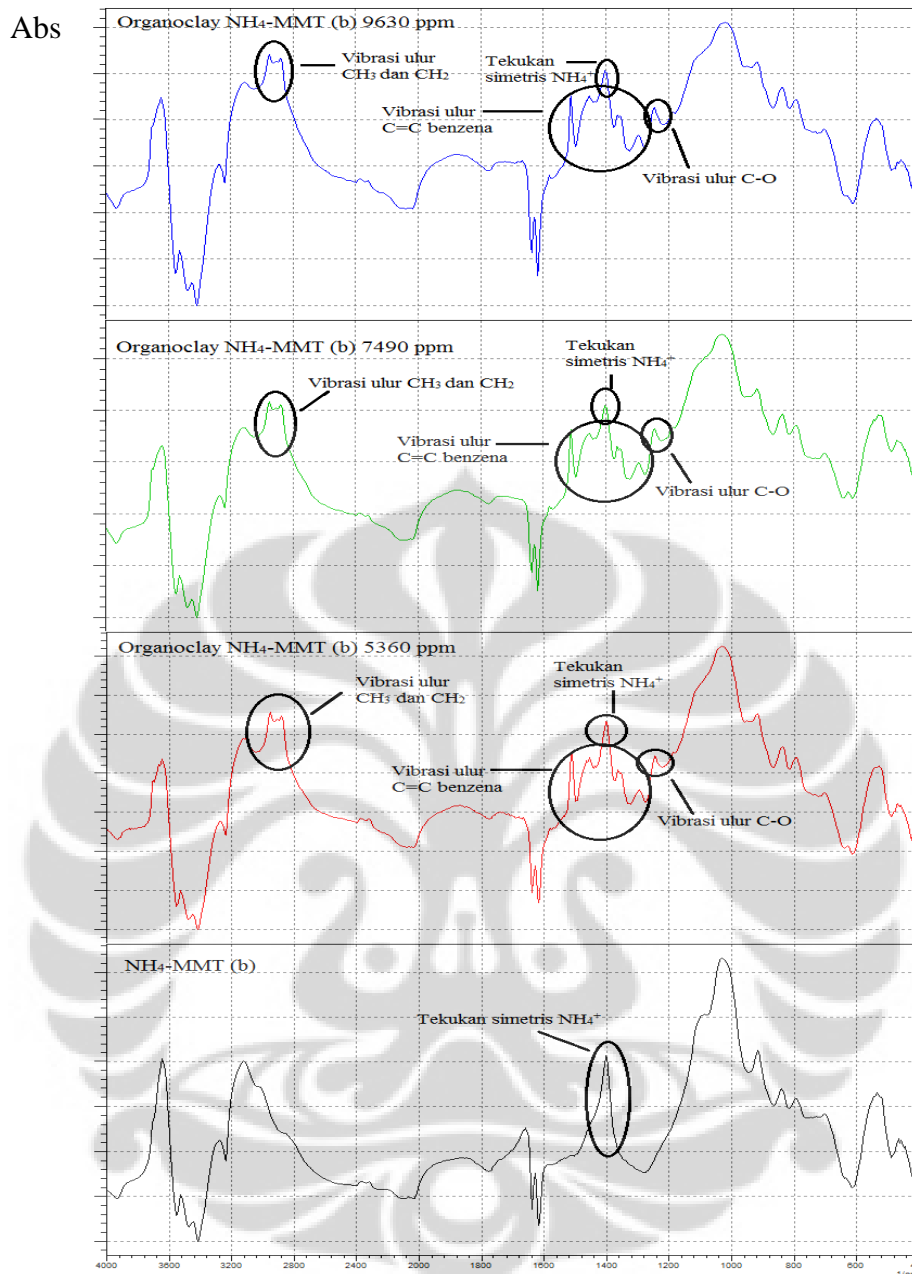
**Gambar 4.17** FTIR perbandingan MMT dan *organoclay* dari MMT pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm



FTIR pada *organoclay*  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) maupun *organoclay*  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) juga memiliki pita serapan khas dari surfaktan Triton X-100. Hasil FTIR pada *organoclay*  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) dapat dilihat pada Gambar 4.18, sedangkan Hasil FTIR pada *organoclay*  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) dapat dilihat pada Gambar 4.19.



**Gambar 4.18** FTIR perbandingan  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) dan *organoclay* dari  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) pada konsentrasi 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm



**Gambar 4.19** FTIR perbandingan a.  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) dan *organoclay* dari  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) pada konsentrasi b. 5360 ppm, c. 7490 ppm, dan d. 9630 ppm

Pada Gambar 4.18 dan Gambar 4.19 juga terdapat puncak di sekitar 2951  $\text{cm}^{-1}$  dan 2876  $\text{cm}^{-1}$ . Kedua puncak tersebut menandakan adanya  $\text{CH}_3$ , dan  $\text{CH}_2$  yang berasal dari surfaktan Triton X-100, dan juga terdapat pita serapan bilangan gelombang sekitar 1510  $\text{cm}^{-1}$ , 1460  $\text{cm}^{-1}$ , 1354  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1296  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan  $\text{C=C}$  aromatik. Pada bilangan gelombang di sekitar 1244  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur  $\text{C-O}$ . Hal tersebut menunjukkan adanya surfaktan Triton X-100 pada

*organoclay* Na-MMT, *organoclay* MMT, MMT *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b). Pada *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) juga masih terdapat NH<sub>4</sub><sup>+</sup> pada bilangan gelombang sekitar 1402 cm<sup>-1</sup>.

Pada konsentrasi surfaktan Triton X-100 7490 ppm dilakukan desorpsi terhadap air untuk mengetahui ketahanan surfaktan yang ada di dalam bentonit. Metode yang dilakukan dengan menggunakan metode cincin Du Nouy. Pada Tabel 4.9 dapat dilihat hasil desorpsi dari *organoclay* pada konsentrasi 7490 ppm.

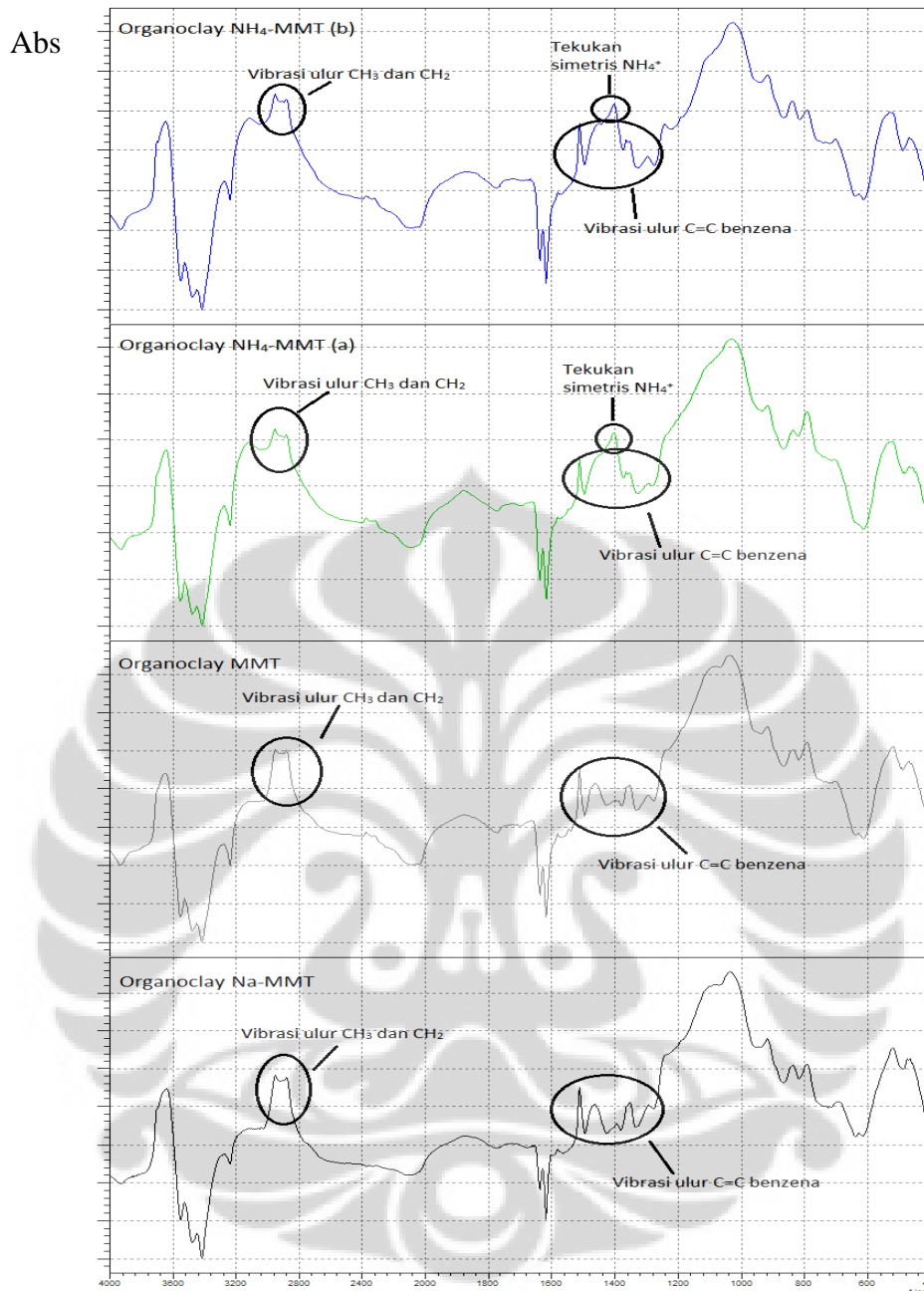
**Tabel 4.9** Tabel perbandingan nilai desorpsi pada *organoclay* pada konsentrasi 7490 ppm

<i>Clay</i>	Surfaktn yang masuk (mmol/gram <i>clay</i> )	Surfaktan terdesorpsi (mmol/gram <i>clay</i> )	Sisa surfaktan (mmol/gram <i>clay</i> )
<i>Organoclay</i> dari Na-MMT	0,48	0,16	0,32
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (a)	0,56	0,216	0,344
<i>Organoclay</i> dari NH <sub>4</sub> -MMT (b)	0,56	0,224	0,336
<i>Organoclay</i> dari MMT	0,32	0,16	0,16

Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT

Pada Tabel 4.9 dapat diketahui bahwa bentonit ini dapat menahan surfaktan Triton X-100 dalam bentonit sekitar 0,3 mmol/gram *clay*. Akan tetapi, pada *organoclay* dari MMT memiliki nilai surfaktan yang terdesorpsi lebih banyak dibandingkan *organoclay* lainnya. Hal ini dimungkinkan karena surfaktan yang ada pada *organoclay* dari MMT tidak banyak yang berinteraksi dengan lapisan bentonit, sehingga mudah terdesorpsi. Hasil desorpsi juga dapat dilihat dari spektra FTIR pada Gambar 4.20.



**Gambar 4.20** FTIR desorpsi pada *organoclay* Na-MMT, *organoclay* MMT, *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b)

Gambar 4.20 menunjukkan bahwa masih terdapat surfaktan Triton X-100 pada masing-masing *organoclay* dengan adanya puncak pada bilangan gelombang sekitar  $2951\text{ cm}^{-1}$  dan  $2876\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari CH<sub>3</sub> dan CH<sub>2</sub>. Pada puncak bilangan gelombang sekitar  $1510\text{ cm}^{-1}$ ,  $1460\text{ cm}^{-1}$ ,  $1354\text{ cm}^{-1}$ , dan  $1296\text{ cm}^{-1}$  juga terdapat vibrasi ulur dari C=C aromatik dari benzena,

yang artinya masih terdapat surfaktan Triton X-100 pada masing-masing *organoclay*). Pada *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) juga masih terdapat NH<sub>4</sub><sup>+</sup> pada bilangan gelombang sekitar 1402 cm<sup>-1</sup>, yang artinya masih terdapat surfaktan di dalam bentonit sehingga dapat diketahui bahwa daya tahan *organoclay* ini terhadap desorpsi memiliki ketahanan yang cukup baik karena jumlah surfaktan yang terdesorpsi tidak banyak. Hal ini menandakan bahwa surfaktan Triton X-100 memiliki interaksi yang cukup baik terhadap lapisan bentonit.



## BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

1. Nilai KTK Na-montmorillonit dihitung dengan metode tembaga amin didapatkan sebesar 66,5 mek/100 gram *clay*, dan nilai KTK yang dihitung dengan metode tembaga ammoniak didapatkan sebesar 65 mek/100 gram *clay*.
2. Surfaktan non-ionik Triton X-100 dapat diinterkalasi ke dalam antarlapis bentonit berdasarkan data peningkatan nilai *d-spacing* XRD dari masing-masing *organoclay*.
3. Nilai *d-spacing* yang dihasilkan Na-MMT setelah terinterkalasi dengan surfaktan Triton X-100 menghasilkan nilai yang lebih besar dibandingkan dengan *organoclay* dari MMT, *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (b).
4. Nilai % kenaikan nilai *d-spacing* dan nilai % massa surfaktan yang dihasilkan *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (a) maupun *organoclay* dari NH<sub>4</sub>-MMT (b) menghasilkan nilai yang paling besar dibandingkan dengan *organoclay* dari Na-MMT dan *organoclay* dari MMT.
5. Nilai surfaktan yang terdesorpsi terhadap masing-masing *organoclay* tidak banyak.

### 5.2 Saran

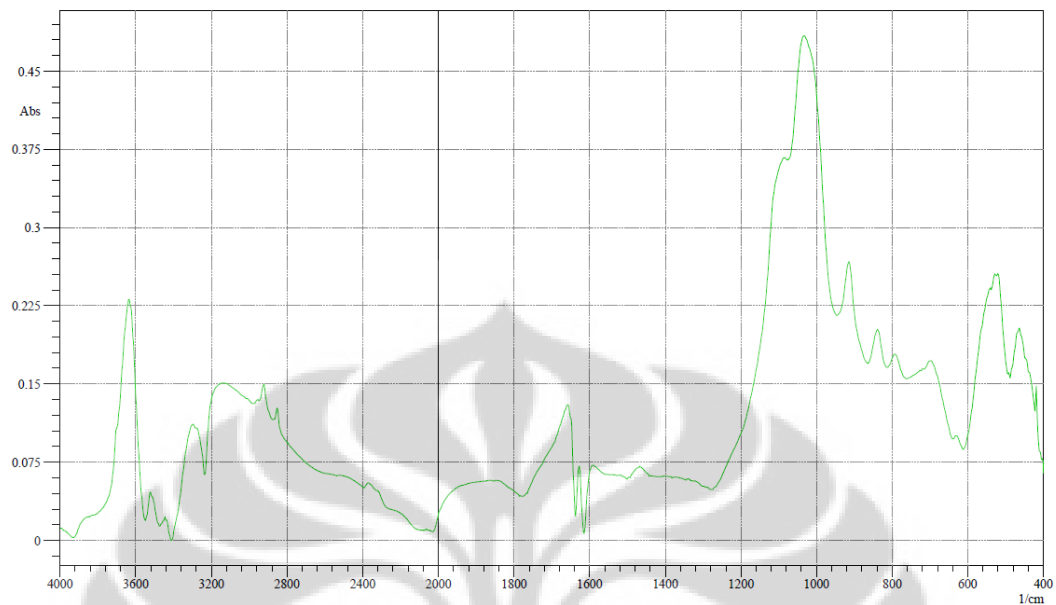
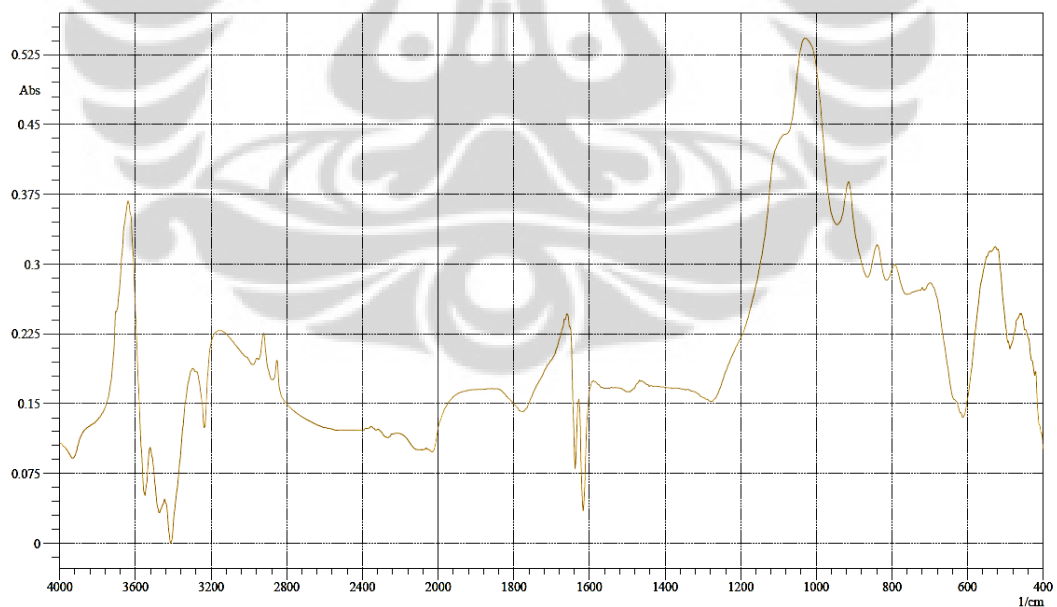
1. Sebaiknya dilakukan variasi konsentrasi disekitar 1350-5360 ppm
2. Sebaiknya juga dilakukan aplikasi adsorpsi senyawa organik terhadap *organoclay* agar diketahui daya serap yang lebih baik
3. Sebaiknya juga dilakukan perlakuan desorpsi setelah dilakukan aplikasi sebagai adsorben dari suatu senyawa organik
4. Sebaiknya juga dilakukan interkalasi surfaktan lainnya terhadap bentonit alam Tasikmalaya

## DAFTAR REFERENSI

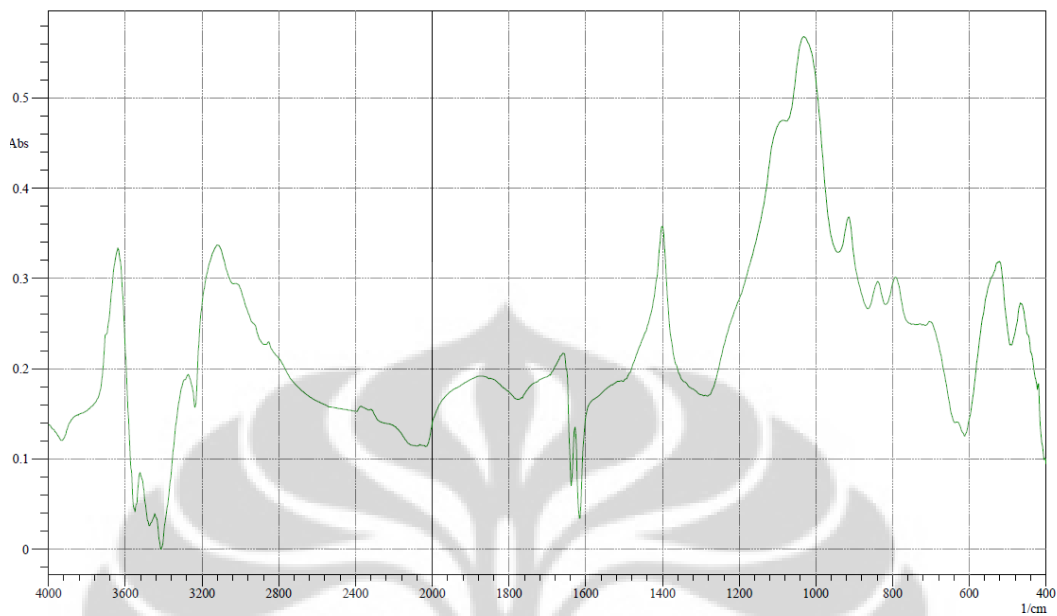
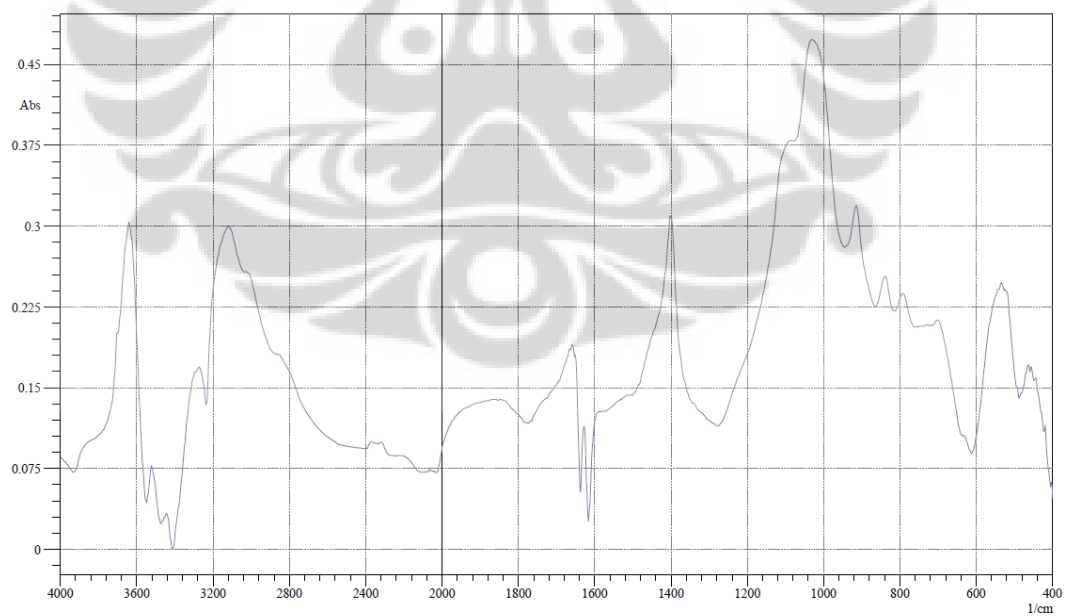
- Barhoumi, M., I. Beurroies, R. Denoyel, H. Sai'd, K. Hanna. (2003).  
*Coadsorption of phenol and nonionic surfactants onto clays*. ScienceDirect Journal.
- Bergaya, F. Vayer M.s (1997). *CEC of clays: Measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex*. Applied Clay Science 12 (1997) 275-280. Perancis.
- David A. Laird. (2006). *Influence of layer charge on swelling of smectites*. ScienceDirect Journal.
- Eladio A, Ferreiro. Silvia G, de Bussetti. (2007). *Interaction of colloidal particles of  $NH_4^+$ -montmorillonite with activated carbon*. ScienceDirect Journal.
- Ghiaci, M., R.J. Kalbasi, A. Abbaspour. (2006). *Adsorption isotherms of non-ionic surfactants on Na-bentonite (Iran) and evaluation of thermodynamic parameters*. ScienceDirect Journal.
- Guegan, Regis. (2010). *Intercalation of a Nonionic Surfactant ( $C_{10}E_3$ ) bilayer into a Na-Montmorillonite Clay*. Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, CNRS-Université d'Orléans, Perancis.
- Heinz, Hendrik, R. A. Vaia, R. Krishnamoorti, B. L. Farmer. (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.
- Luckham, Paul F. Sylvia Rossi. (1999). *The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions*. ScienceDirect Journal.
- 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.

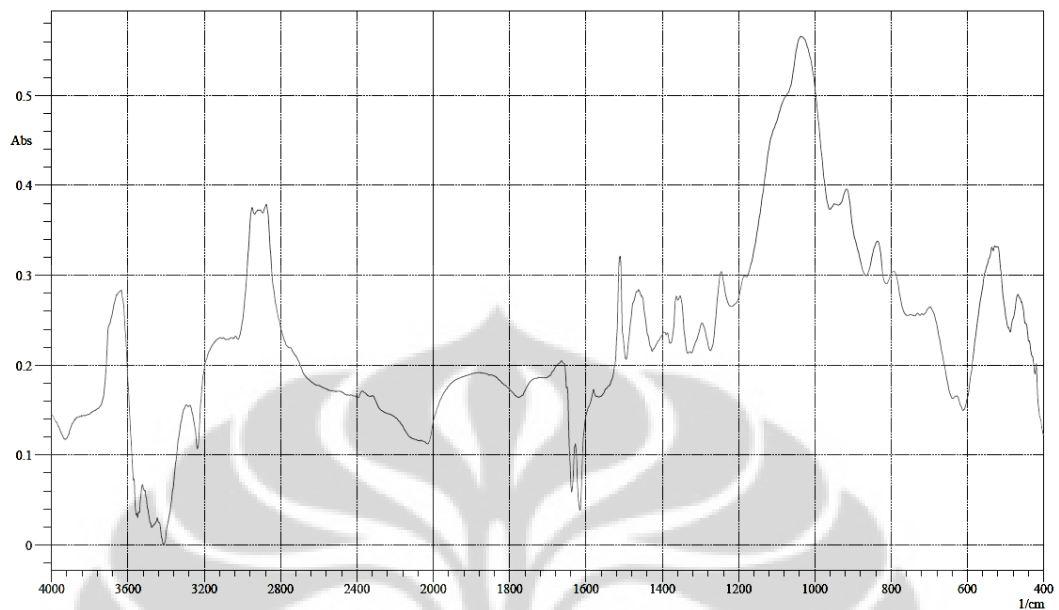
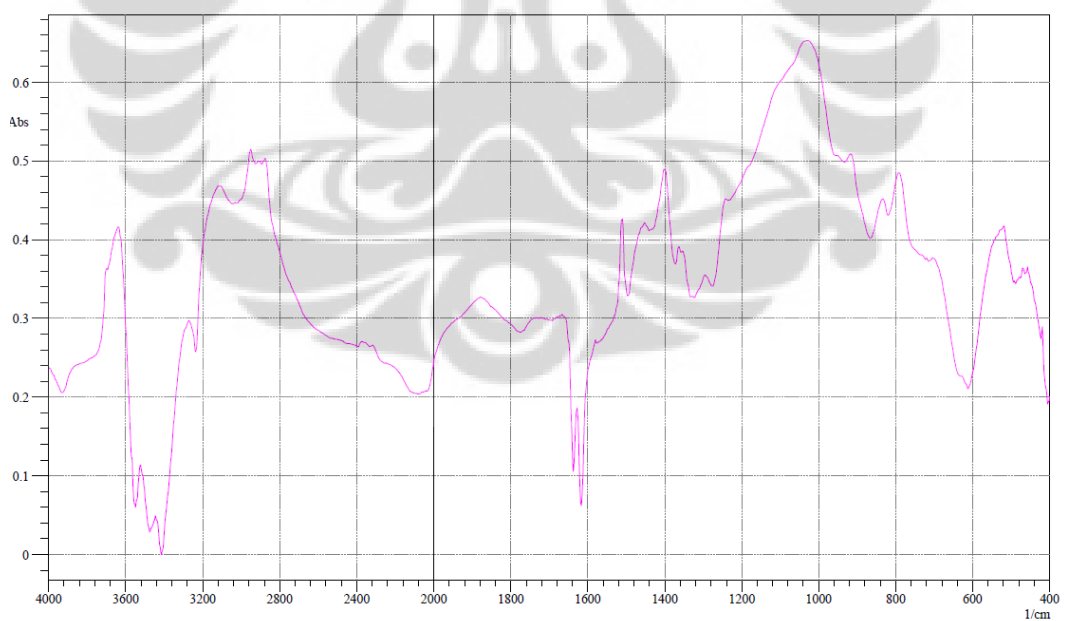
- Niinae, Masakazu, dkk. *Nonionic Surfactant Solubilization of PAHs in Bentonite/Aqueous Systems*. Department of Urban and Environmental Engineering, Kyoto University, Kyoto, Japan.
- Norrish, K. (1954). *The Swelling Of Montmorillonite*. Division of Soils, C.S.I.R.O., Adelaide, Australia.
- Oktaviani, Evi. (2011). *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Fenol*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Shen, Yun-Hwei. (2000). *Preparations of Organobentonite Using Nonionic Surfactants*. Department of Resources Engineering, National Cheng Kung University, Taiwan.
- Skoog, Douglas A., dkk. (2002). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Thomson BROOKS/COLE.
- Syuhada, Rachmat Wijaya, Jayatin, dan Saeful Rohman. (2009). *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Bandung. Vol. 2 No. 1.
- [www.science.uwaterloo.ca](http://www.science.uwaterloo.ca). 7 Mei 2012
- [www.homeremedyskinclear.com](http://www.homeremedyskinclear.com). 30 April 2012
- <http://webmineral.com>. 5 April 2012.



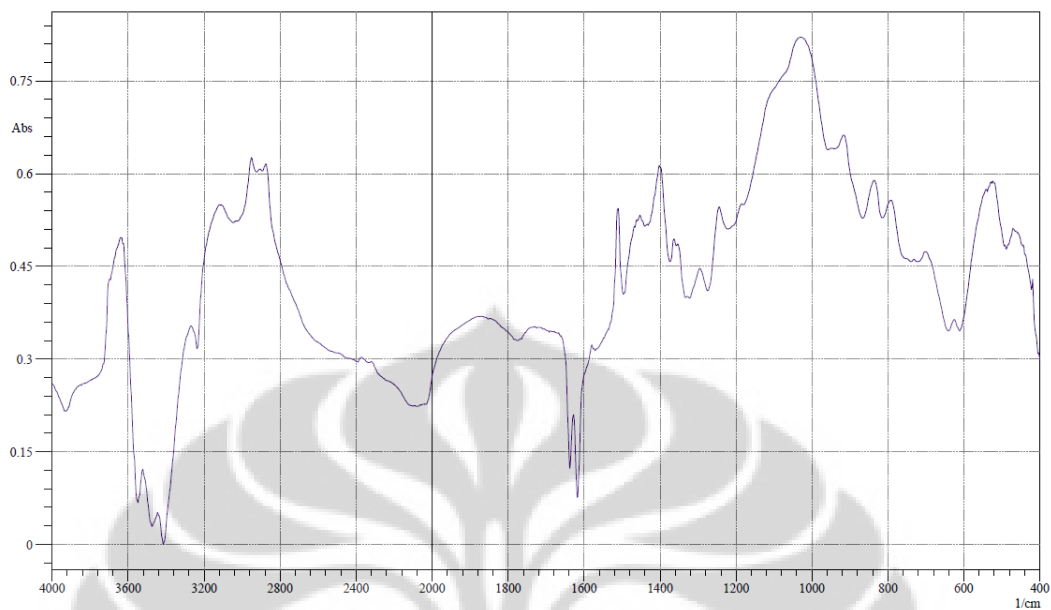
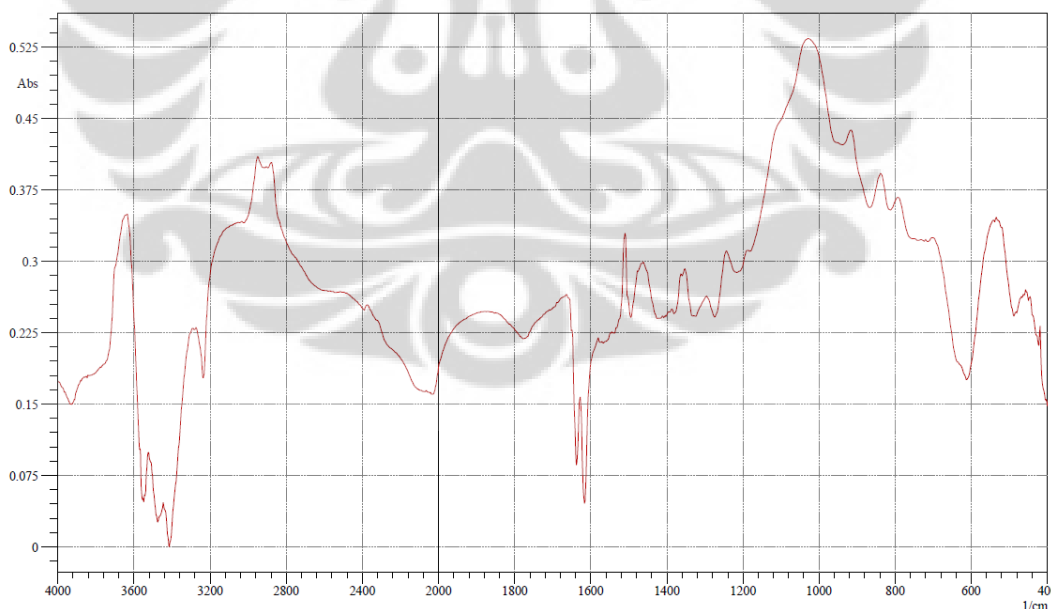
**LAMPIRAN 1****FTIR Fraksi 1 Bentonit Tasikmalaya****FTIR Na-MMT**

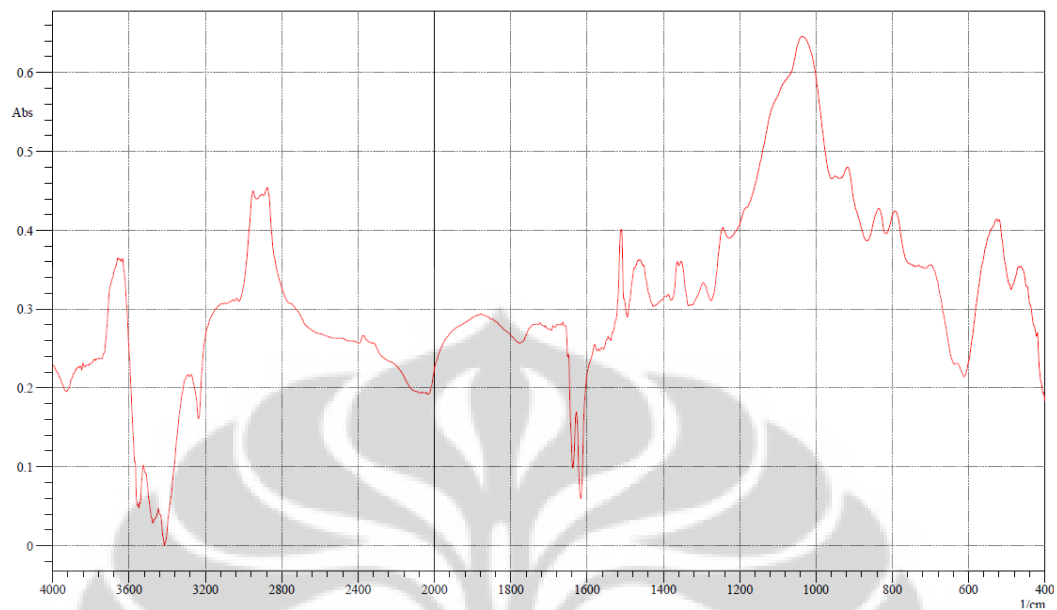
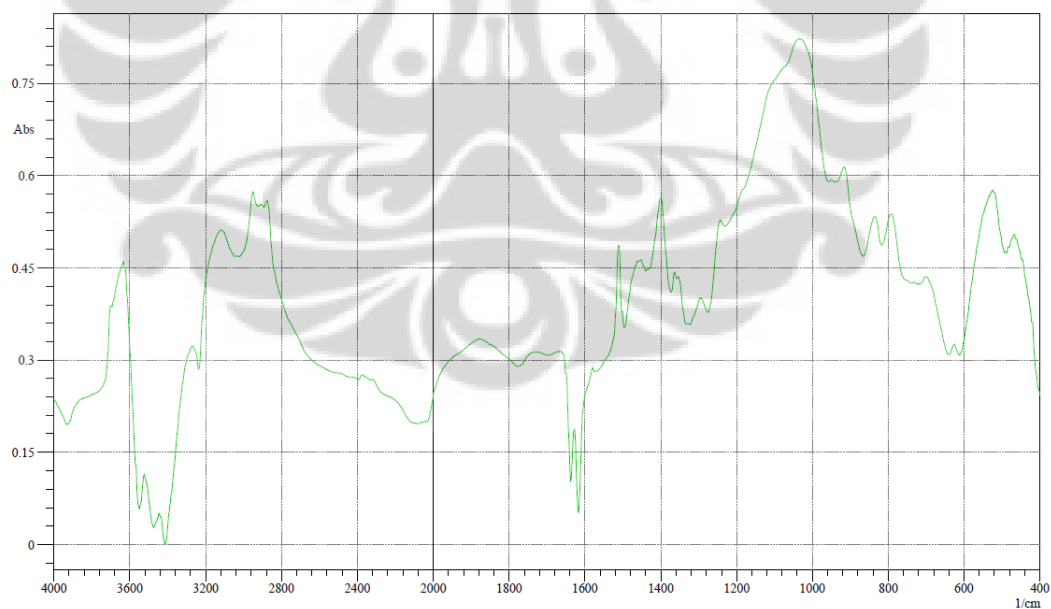
## LAMPIRAN 2

FTIR  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a)FTIR  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b)

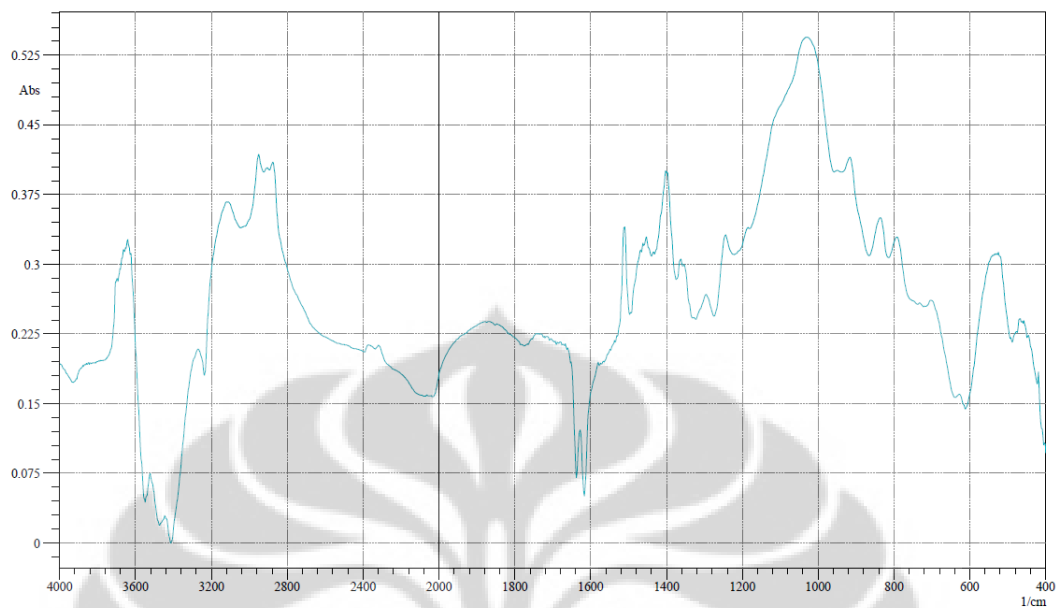
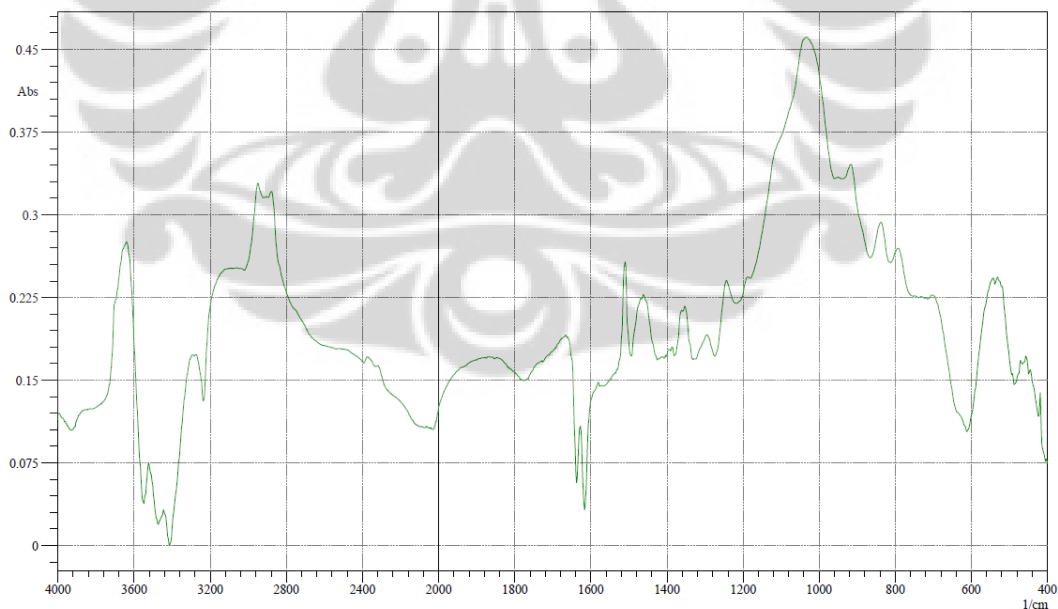
**LAMPIRAN 3**FTIR *Organoclay* Na-MMT 7490 ppmFTIR *Organoclay* FTIR  $\text{NH}_4$ -MMT (a) 7490 ppm

## LAMPIRAN 4

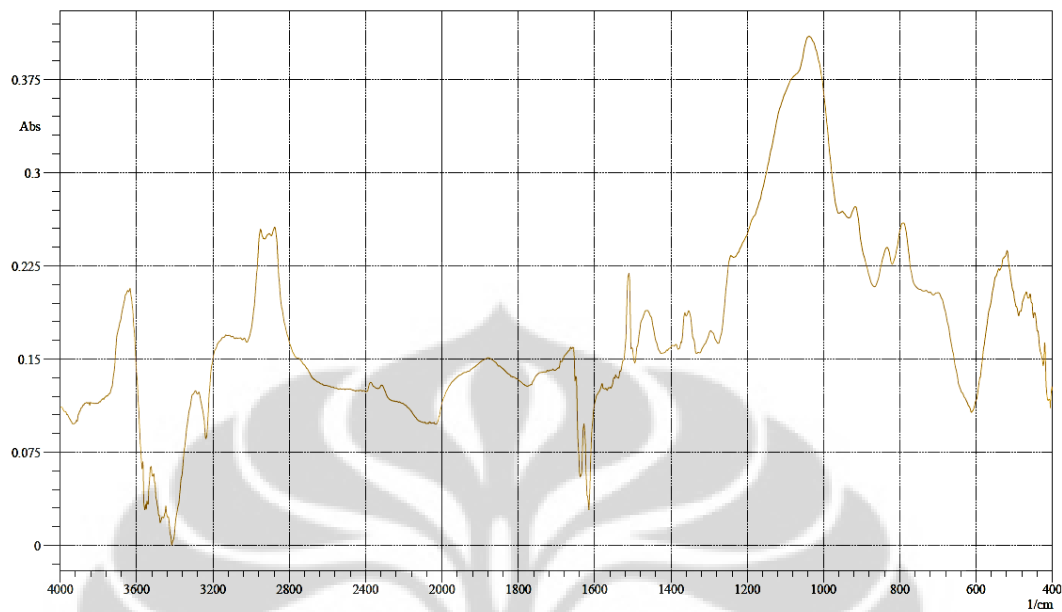
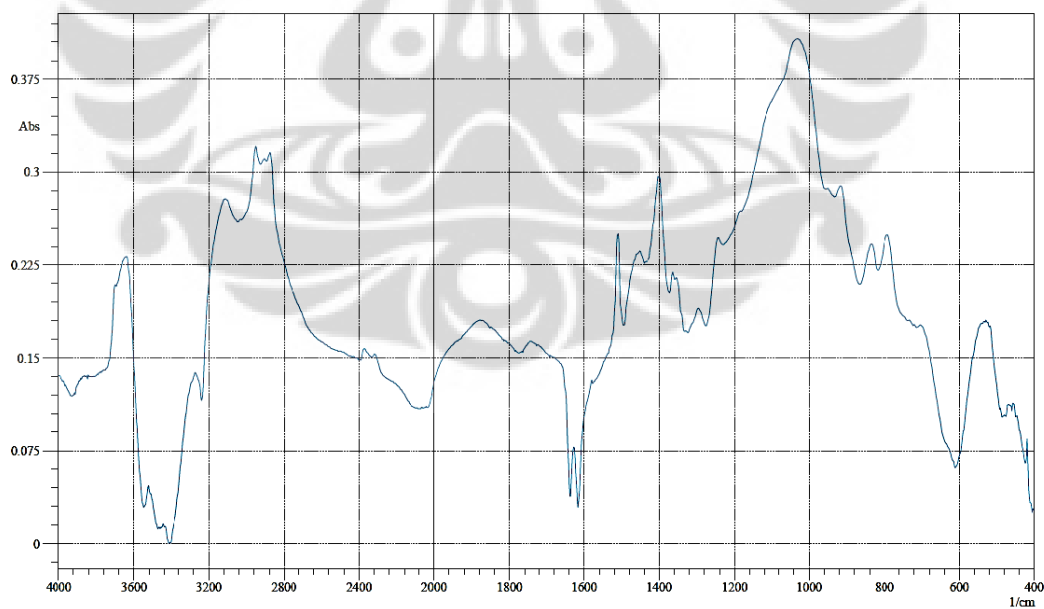
FTIR *Organoclay* FTIR NH<sub>4</sub>-MMT (b) 7490 ppmFTIR *Organoclay* FTIR MMT 7490 ppm

**LAMPIRAN 5**FTIR *Organoclay* Na-MMT 5360 ppmFTIR *Organoclay* FTIR  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) 5360 ppm

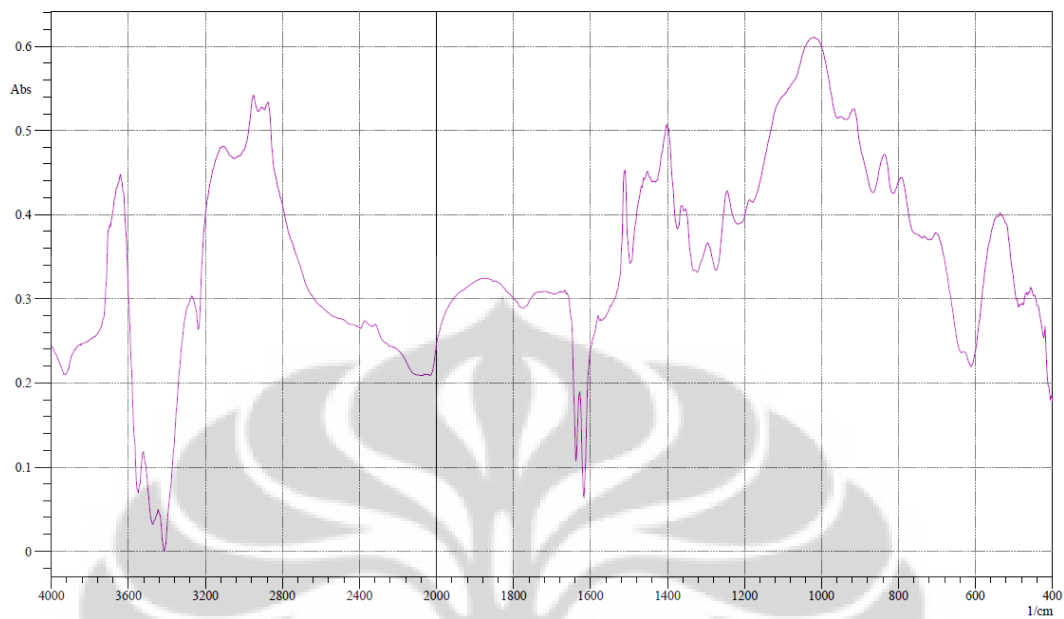
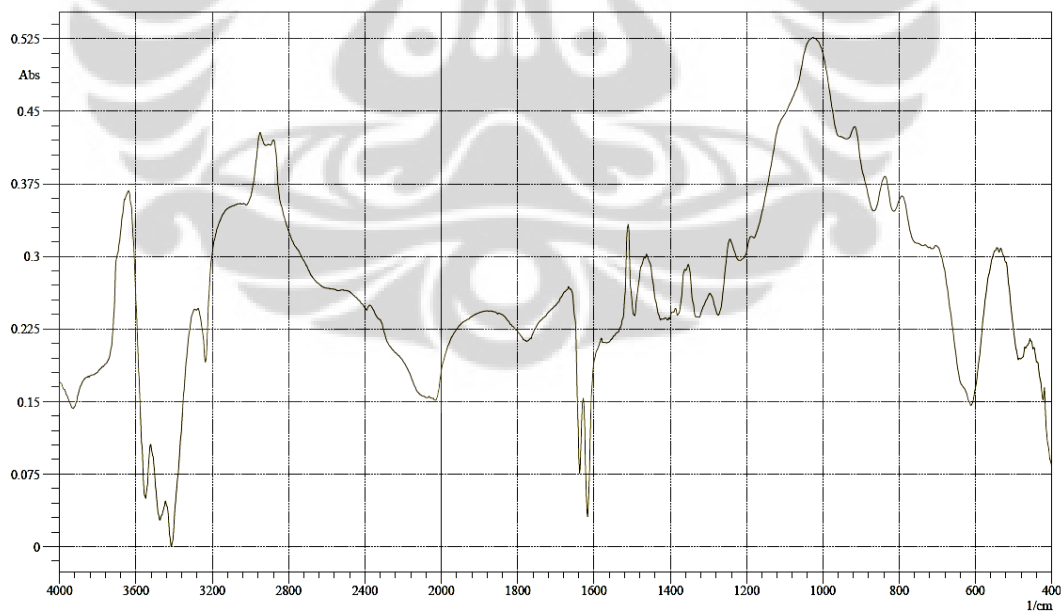
## LAMPIRAN 6

FTIR *Organoclay* FTIR NH<sub>4</sub>-MMT (b) 5360 ppmFTIR *Organoclay* FTIR MMT 5360 ppm

## LAMPIRAN 7

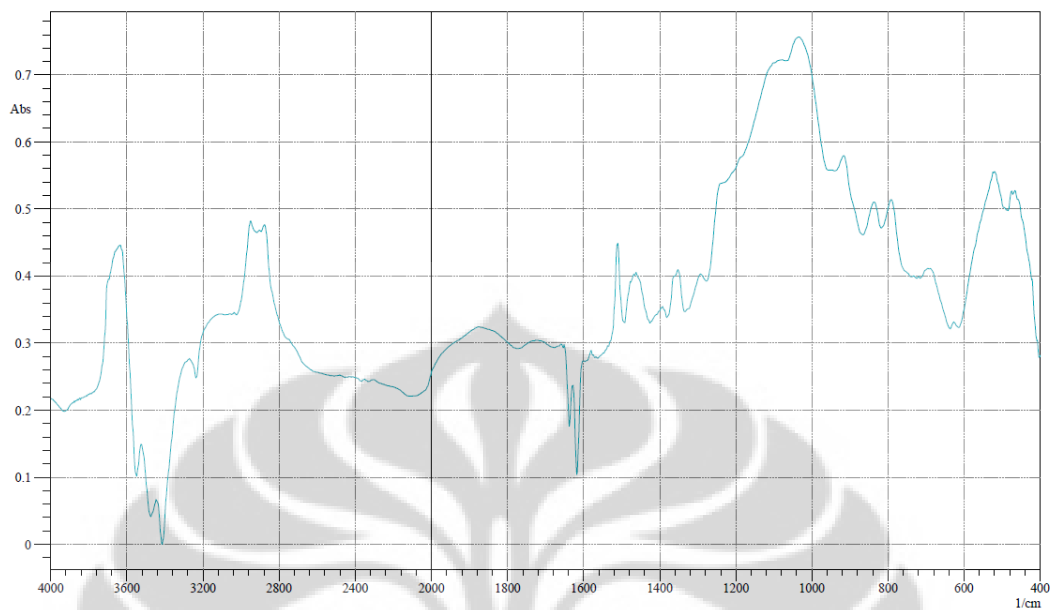
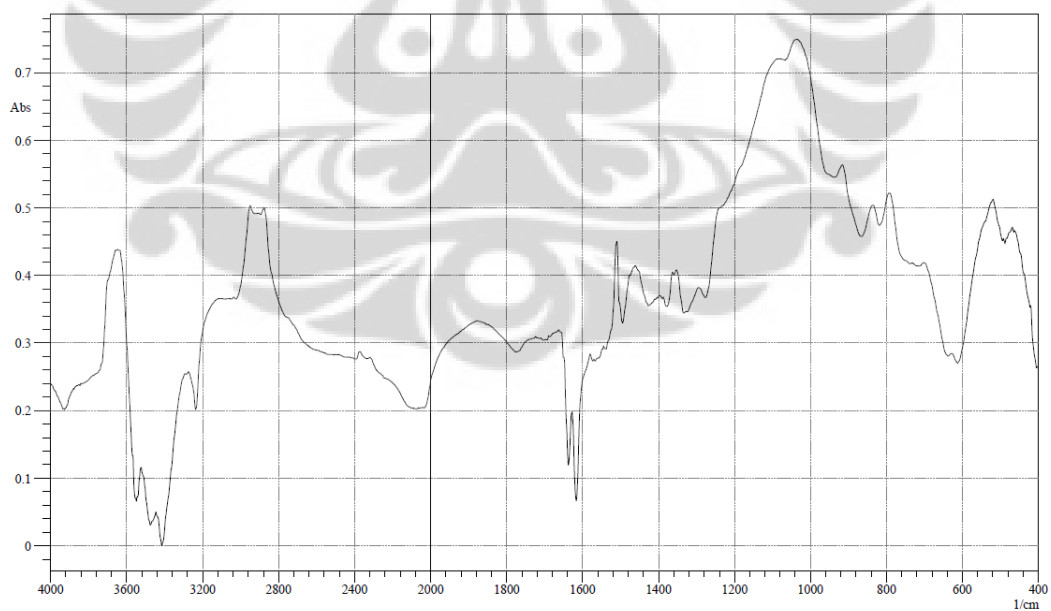
FTIR *Organoclay* Na-MMT 9630 ppmFTIR *Organoclay* FTIR  $\text{NH}_4$ -MMT (a) 9630 ppm

## LAMPIRAN 8

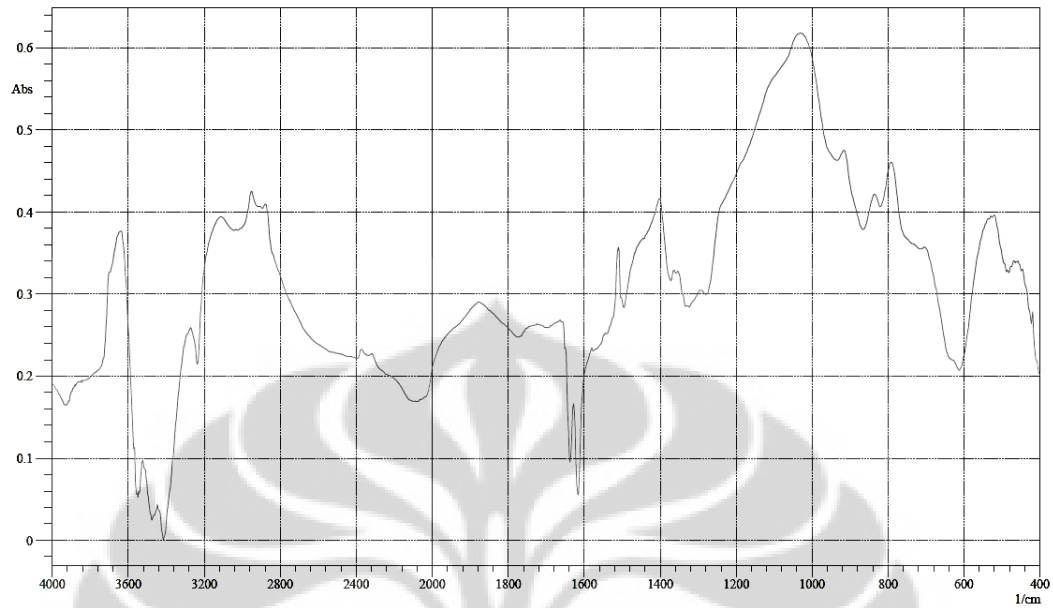
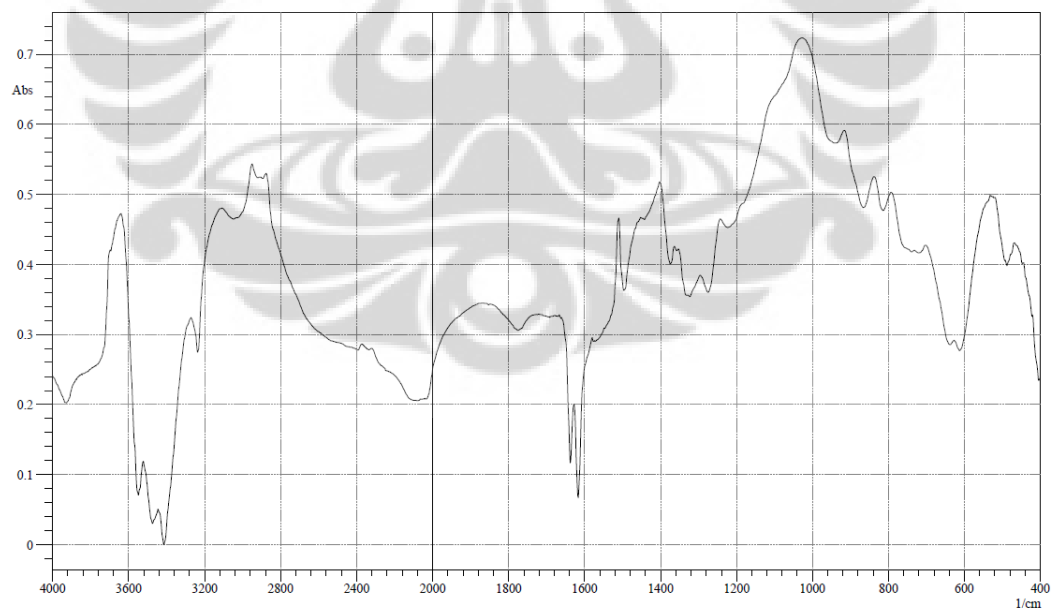
FTIR *Organoclay* FTIR NH<sub>4</sub>-MMT (b) 9630 ppmFTIR *Organoclay* FTIR MMT 9630 ppm



## LAMPIRAN 9

FTIR Desorpsi *Organoclay* Na-MMT 7490 ppmFTIR Desorpsi *Organoclay* MMT 7490 ppm

## LAMPIRAN 10

FTIR Desorpsi *Organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 7490 ppmFTIR Desorpsi *Organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 7490 ppm

## LAMPIRAN 11

Puncak-puncak yang terdeteksi pada F1, Na-MMT, NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan NH<sub>4</sub>-MMT (b) melalui FTIR

No	Jenis Spektra	Wavelength cm <sup>-1</sup> Fraksi 1 (MMT)	Wavelength cm <sup>-1</sup> Na-MMT	Wavelength cm <sup>-1</sup> NH <sub>4</sub> -MMT (a)	Wavelength cm <sup>-1</sup> NH <sub>4</sub> -MMT (b)
1	Ulur O-H Struktural (Mg, Al)-OH	3636	3639	3640	3640
2	Ulur O-H dari Molekul Air	3298	3296	3273	3273
3	HOH Deformasi dari Molekul Air	1628	1628	1628	1628
4	Ulur Si-O-Si, deformasi Al <sub>2</sub> OH, deformasi Mg-Al-OH, Al-O, Si-O-Mg dan Si-O-Fe Vibrasi	1034, 914, 696, 529, 463	1030, 914, 698, 527, 461	1032, 914, 704, 521, 467	1030, 914, 702, 534, 455
5	Si-O Tekukan	529, 463	527, 461	521, 467	534, 455
6	Tekukan Simetris NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	-	-	1400	1402
7	Ulur CH <sub>3</sub> , dan CH <sub>2</sub>	-	-	-	-
8	Vibrasi ulur C-O	-	-	-	-
9	C=C Benzena (3-4 puncak)	-	-	-	-

Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT

## LAMPIRAN 12

Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari Na-MMT pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR

No	Jenis Spektra	Wavelength cm <sup>-1</sup> 5360 ppm TX-100	Wavelength cm <sup>-1</sup> 7490 ppm TX-100	Wavelength cm <sup>-1</sup> 9630 ppm TX-100
1	Ulur O-H Struktural (Mg, Al)-OH	3659	3639	3645
2	Ulur O-H dari Molekul Air	3292	3294	3275
3	HOH Deformasi dari Molekul Air	1628	1628	1628
4	Ulur Si-O-Si, deformasi Al <sub>2</sub> OH, deformasi Mg-Al- OH, Al-O, Si-O-Mg dan Si-O-Fe Vibrasi	1036, 918, 698, 519, 463	1036, 916, 698, 525, 467	1038, 916, 698, 519, 469
5	Si-O Tekukan	519, 463	525, 467	519, 469
6	Tekukan Simetris NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	-	-	-
7	Ulur CH <sub>3</sub> , dan CH <sub>2</sub>	2951, 2876	2949, 2876	2951, 2876
8	Vibrasi ulur C-O	1244	1246	1242
9	C=C Benzena (3-4 puncak)	1510, 1460, 1354, 1296	1510, 1462, 1354, 1296	1510, 1462, 1354, 1296

## LAMPIRAN 13

Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (a) pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR

No	Jenis Spektra	Wavelength $\text{cm}^{-1}$ 5360 ppm TX-100	Wavelength $\text{cm}^{-1}$ 7490 ppm TX-100	Wavelength $\text{cm}^{-1}$ 9630 ppm TX-100
1	Ulur O-H Struktural (Mg, Al)-OH	3632	3640	3644
2	Ulur O-H dari Molekul Air	3271	3271	3271
3	HOH Deformasi dari Molekul Air	1628	1628	1628
4	Ulur Si-O-Si, deformasi $\text{Al}_2\text{OH}$ , deformasi Mg-Al- OH, Al-O, Si-O-Mg dan Si-O-Fe Vibrasi	1034, 916, 702, 525, 467	1030, 916, 704, 519, 457	1030, 916, 704, 525, 455
5	Si-O Tekukan	525, 467	519, 457	525, 455
6	Tekukan Simetris $\text{NH}_4^+$	1400	1402	1402
8	Ulur $\text{CH}_3$ , dan $\text{CH}_2$	2951, 2876	2951, 2876	2845, 2901
9	Vibrasi ulur C-O	1242	1242	1244
10	C=C Benzena (3-4 puncak)	1510, 1452, 1364, 1294	1510, 1452, 1364, 1296	1510, 1452, 1364, 1296

## LAMPIRAN 14

Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari  $\text{NH}_4\text{-MMT}$  (b) pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR

No	Jenis Spektra	Wavelength $\text{cm}^{-1}$ 5360 ppm TX-100	Wavelength $\text{cm}^{-1}$ 7490 ppm TX-100	Wavelength $\text{cm}^{-1}$ 9630 ppm TX-100
1	Ulur O-H Struktural (Mg, Al)-OH	3642	3636	3642
2	Ulur O-H dari Molekul Air	3269	3269	3271
3	HOH Deformasi dari Molekul Air	1628	1628	1628
4	Ulur Si-O-Si, deformasi $\text{Al}_2\text{OH}$ , deformasi Mg-Al- OH, Al-O, Si-O-Mg dan Si-O-Fe Vibrasi	1030, 916, 702, 530, 461	1030, 916, 702, 525, 471	1018, 916, 704, 536, 457
5	Si-O Tekukan	530, 461	525, 471	536, 457
6	Tekukan Simetris $\text{NH}_4^+$	1402	1402	1402
7	Ulur $\text{CH}_3$ , dan $\text{CH}_2$	2951, 2876	2951, 2876	2951, 2876
8	Vibrasi ulur C-O	1244	1244	1244
9	C=C Benzena (3-4 puncak)	1510, 1452, 1361, 1296	1510, 1452, 1364, 1296	1510, 1452, 1364, 1296

## LAMPIRAN 15

Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* dari MMT pada konsentrasi Triton X-100 5360 ppm, 7490 ppm, dan 9630 ppm melalui FTIR

No	Jenis Spektra	Wavelength cm <sup>-1</sup> 5360 ppm TX-100	Wavelength cm <sup>-1</sup> 7490 ppm TX-100	Wavelength cm <sup>-1</sup> 9630 ppm TX-100
1	Ulur O-H Struktural (Mg, Al)-OH	3640	3636	3640
2	Ulur O-H dari Molekul Air	3275	3275	3292
3	HOH Deformasi dari Molekul Air	1628	1628	1628
4	Ulur Si-O-Si, deformasi Al <sub>2</sub> OH, deformasi Mg-Al-OH, Al-O, Si-O-Mg dan Si-O-Fe Vibrasi	1034, 916, 704, 530, 457	1030, 916, 700, 534, 457	1026, 916, 704, 534, 457
5	Si-O Tekukan	530, 457	534, 457	534, 457
6	Tekukan Simetris NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	-	-	-
8	Ulur CH <sub>3</sub> , dan CH <sub>2</sub>	2949, 2880	2951, 2880	2950, 2880
9	Vibrasi ulur C-O	1244	1244	1244
10	C=C Benzena (3-4 puncak)	1510, 1462, 1352, 1296	1510, 1462, 1352, 1296	1510, 1462, 1352, 1296

## LAMPIRAN 16

Puncak-puncak yang terdeteksi pada *organoclay* Na-MMT, *organoclay* MMT, *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a), dan *organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) setelah desorpsi

No	Jenis Spektra	Wavelength cm <sup>-1</sup> Organoclay Na-MMT	Wavelength cm <sup>-1</sup> Organoclay MMT	Wavelength cm <sup>-1</sup> Organoclay NH <sub>4</sub> -MMT (a)	Wavelength cm <sup>-1</sup> Organoclay NH <sub>4</sub> -MMT (b)
1	Ulur O-H Struktural (Mg, Al)-OH	3633	3647	3640	3640
2	Ulur O-H dari Molekul Air	3271	3275	3273	3271
3	HOH Deformasi dari Molekul Air	1628	1628	1628	1628
4	Ulur Si-O-Si, deformasi Al <sub>2</sub> OH, deformasi Mg-Al-OH, Al-O, Si-O- Mg dan Si-O- Fe Vibrasi	1034, 916, 694, 521, 467	1033, 916, 702, 519, 469	1030, 916, 704, 521, 457	1026, 916, 702, 525, 469
5	Si-O Tekukan	521, 467	519, 469	521, 457	534, 455
6	Tekukan Simetris NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	-	-	1402	1402
7	Ulur CH <sub>3</sub> , dan CH <sub>2</sub>	2949, 2878	2949, 2878	2951, 2878	2951. 2876
8	Vibrasi ulur C-O	-	-	-	1242
9	C=C Benzena (3-4 puncak)	1510, 1462, 1352, 1292	1510, 1462, 1352, 1294	1510, 1364, 1294	1510, 1364, 1296

Keterangan : NH<sub>4</sub>-MMT (a) = NH<sub>4</sub>-MMT dari Na-MMT

NH<sub>4</sub>-MMT (b) = NH<sub>4</sub>-MMT dari MMT



## LAMPIRAN 17

Jumlah ion  $\text{Na}^+$  yang masuk

<i>Clay</i>	% Fe	% Mg	% Na	% Si	% Al	Si/Al
MMT	1,61	2,94	-	26,08	11,68	2,23
Na-MMT	1,47	2,13	1,57	26,93	9,14	2,95

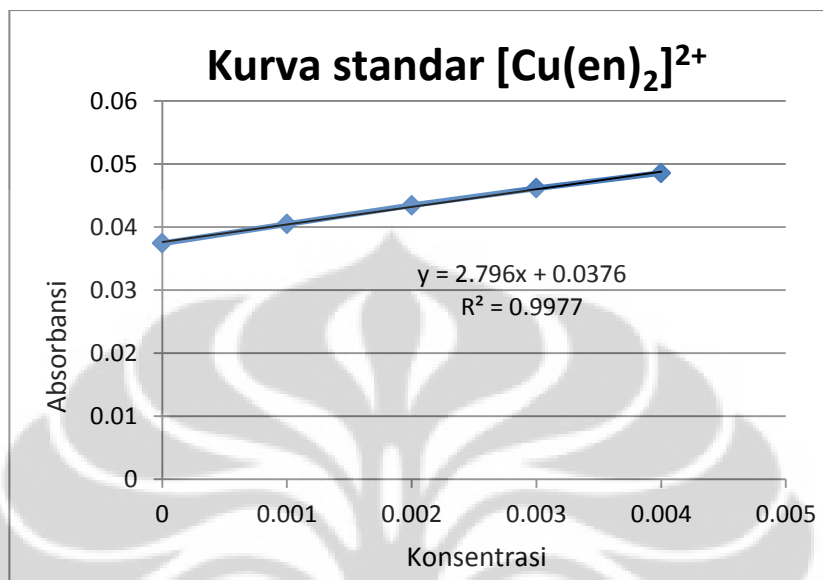
$\text{Mg}^{2+}$  yang keluar = 2,94 % - 2,13 % = 0,81 % (*divalent*)

*monovalent*

$$0,81 \% \times 2 = 1,62 \% \sim 1,6 \%$$

$\text{Na}^+$  yang masuk = 1,57 % ~ 1,6 %

## LAMPIRAN 18

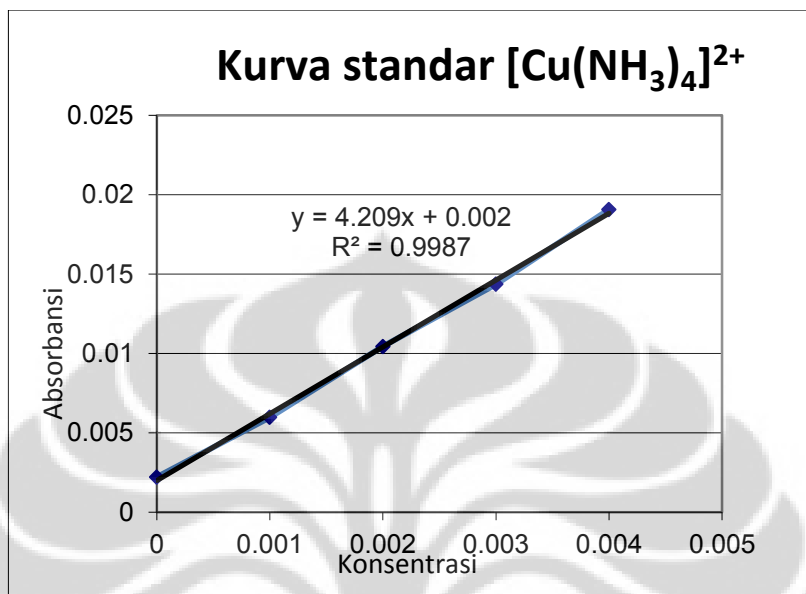
Kurva standar kompleks  $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$ 

Standar $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$	Absorbansi
0 M	0.03743
0.001 M	0.04048
0.002 M	0.04346
0.003 M	0.04616
0.004 M	0.04857

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

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

## LAMPIRAN 19

Kurva standar kompleks  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 

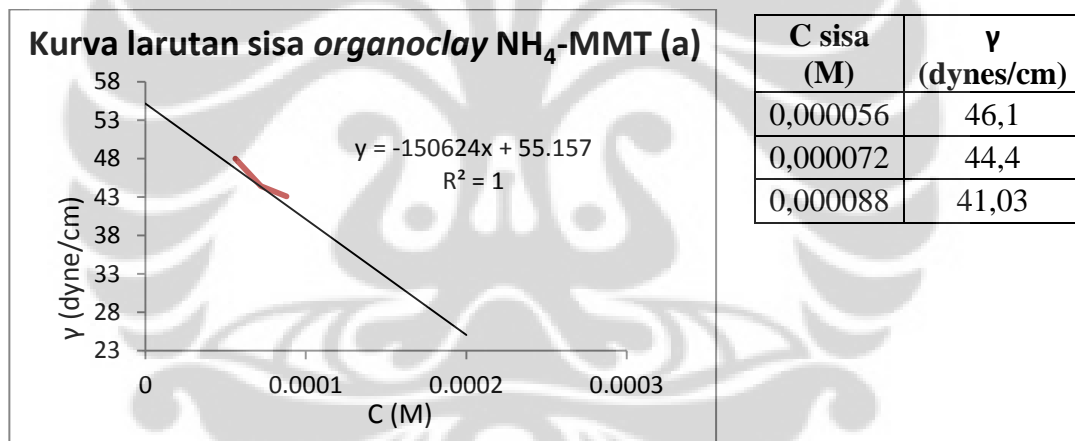
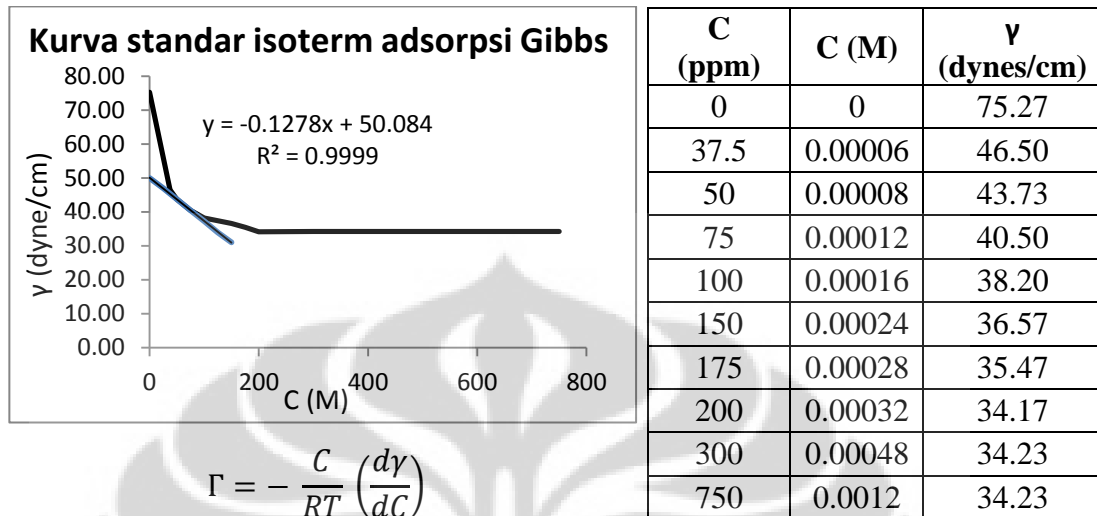
Standar $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	Absorbansi
0 M	0,00221
0.001 M	0,00653
0.002 M	0,01044
0.003 M	0,01436
0.004 M	0,01906

$$\text{KTK} = \text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+} \text{ total} - \text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+} \text{ tak terserap}$$

$$\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+} = \frac{M \text{ Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+} \times V_{\text{total}} \times \text{muatan kompleks}}{0,1 \text{ gr}}$$

## LAMPIRAN 20

Kurva standar dan perhitungan isotherm adsorpsi Gibbs



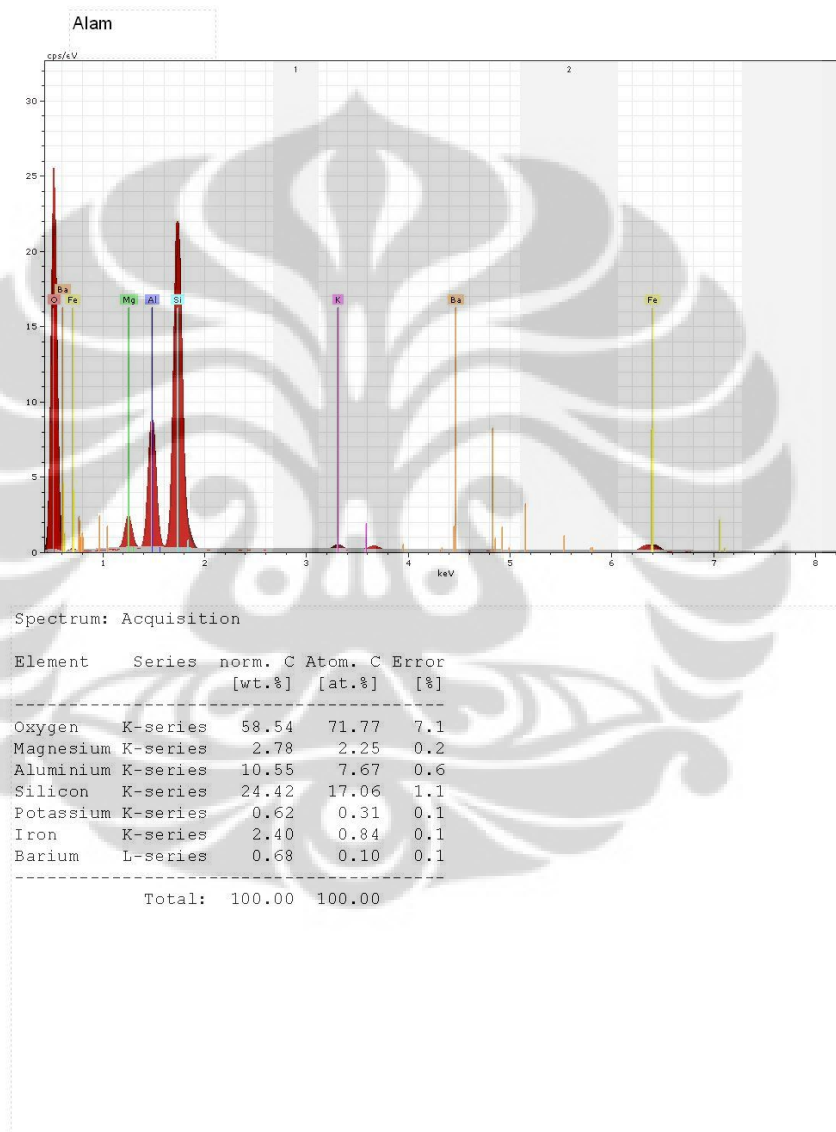
$$\begin{aligned} \Gamma_{awal} \text{ (dari 5360 ppm)} &= -\frac{0,000096}{(8,314 \times 10^{-7})(303)} \left( \frac{-13,3}{0,000096} \right) \\ &= 5,28 \times 10^{-10} \frac{\text{mol}}{\text{cm}^2} \text{ (dikali 100x pengenceran)} \\ &= 5,28 \times 10^{-5} \frac{\text{mmol}}{\text{cm}^2} \\ \Gamma_{sisa} \text{ (dari 5360 ppm)} &= -\frac{0,000056}{(8,314 \times 10^{-7})(303)} \left( \frac{-7,1}{0,000056} \right) \\ &= 2,82 \times 10^{-10} \frac{\text{mol}}{\text{cm}^2} \text{ (dikali 100x pengenceran)} \\ &= 2,82 \times 10^{-5} \end{aligned}$$

$$\Gamma_{terserap} = \Gamma_{awal} - \Gamma_{sisa}$$

## LAMPIRAN 21

### EDAX Bentonit Alam

#### Application Note



5/31/2012

Page 1 / 1

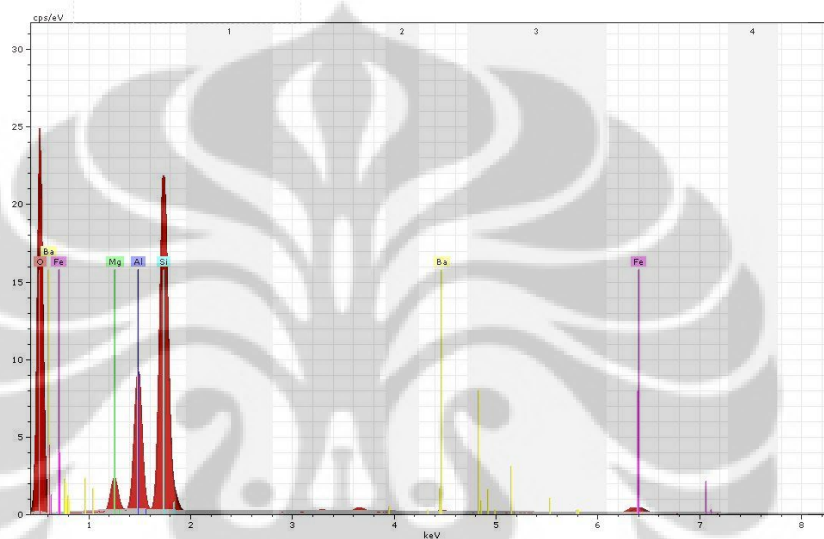
## LAMPIRAN 22

## EDAX MMT

## Application Note



MMT



Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C	Atom. C	Error
		[wt.%]	[at.%]	[%]
Oxygen	K-series	57.09	70.19	7.1
Magnesium	K-series	2.94	2.38	0.2
Aluminium	K-series	11.68	8.52	0.6
Silicon	K-series	26.08	18.27	1.2
Iron	K-series	1.61	0.57	0.1
Barium	L-series	0.60	0.09	0.1
Total:		100.00	100.00	

5/31/2012

Page 1 / 1

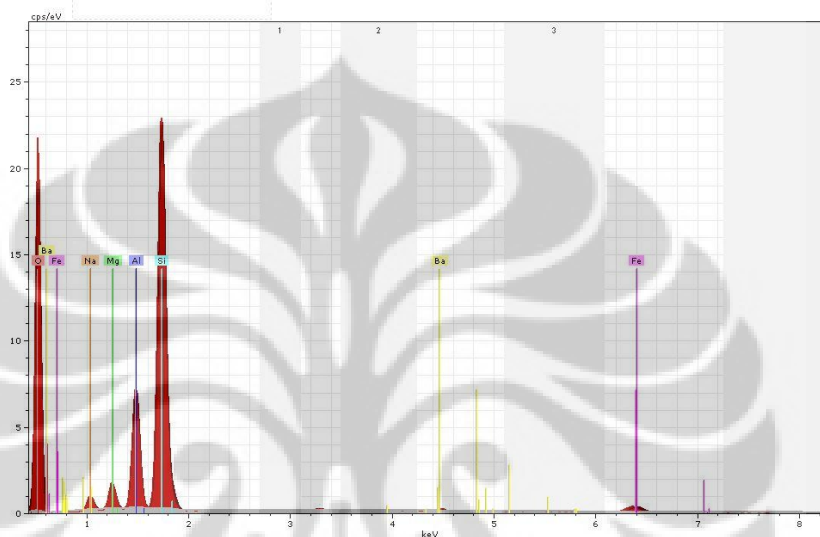
## LAMPIRAN 23

## EDAX Na-MMT

## Application Note



Na-MMT



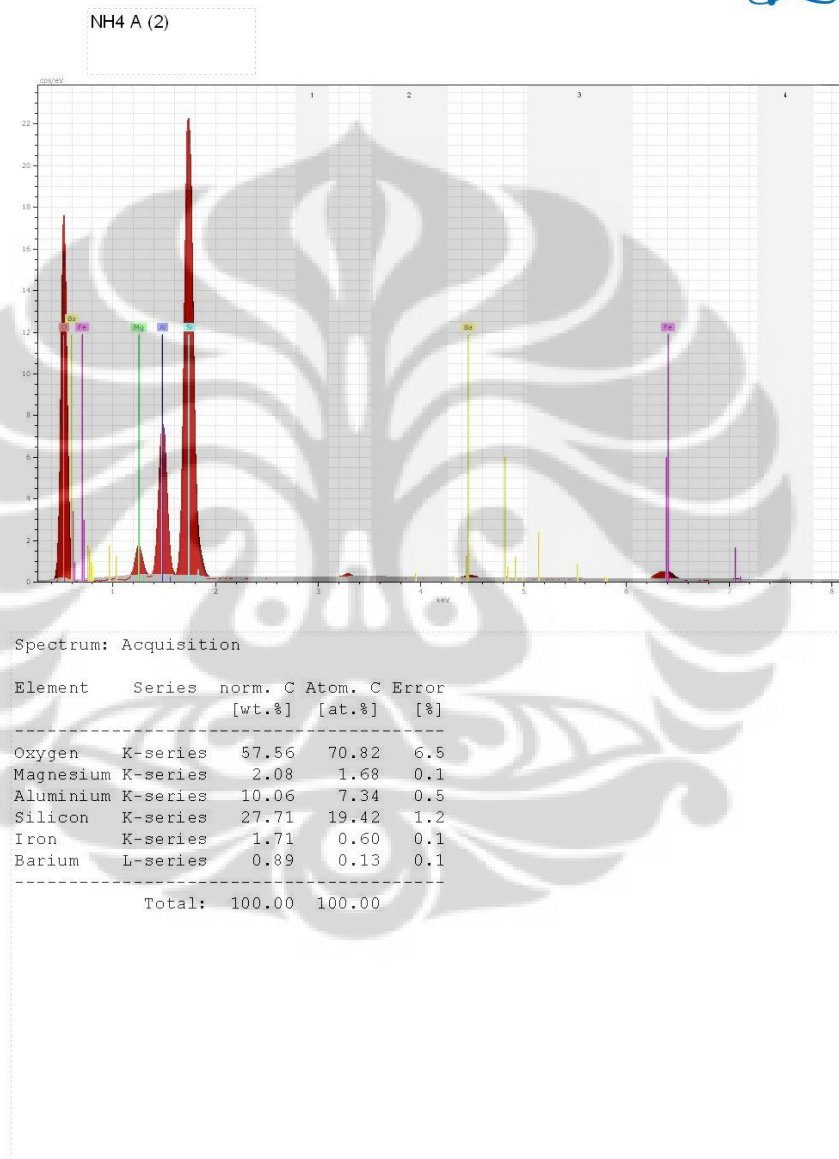
Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Oxygen	K-series	58.12	70.99	6.9
Magnesium	K-series	2.13	1.71	0.2
Aluminium	K-series	9.14	6.62	0.5
Silicon	K-series	26.93	18.74	1.2
Iron	K-series	1.47	0.51	0.1
Barium	L-series	0.64	0.09	0.1
Sodium	K-series	1.57	1.34	0.3
Total:		100.00	100.00	

5/31/2012

Page 1 / 1

## LAMPIRAN 24

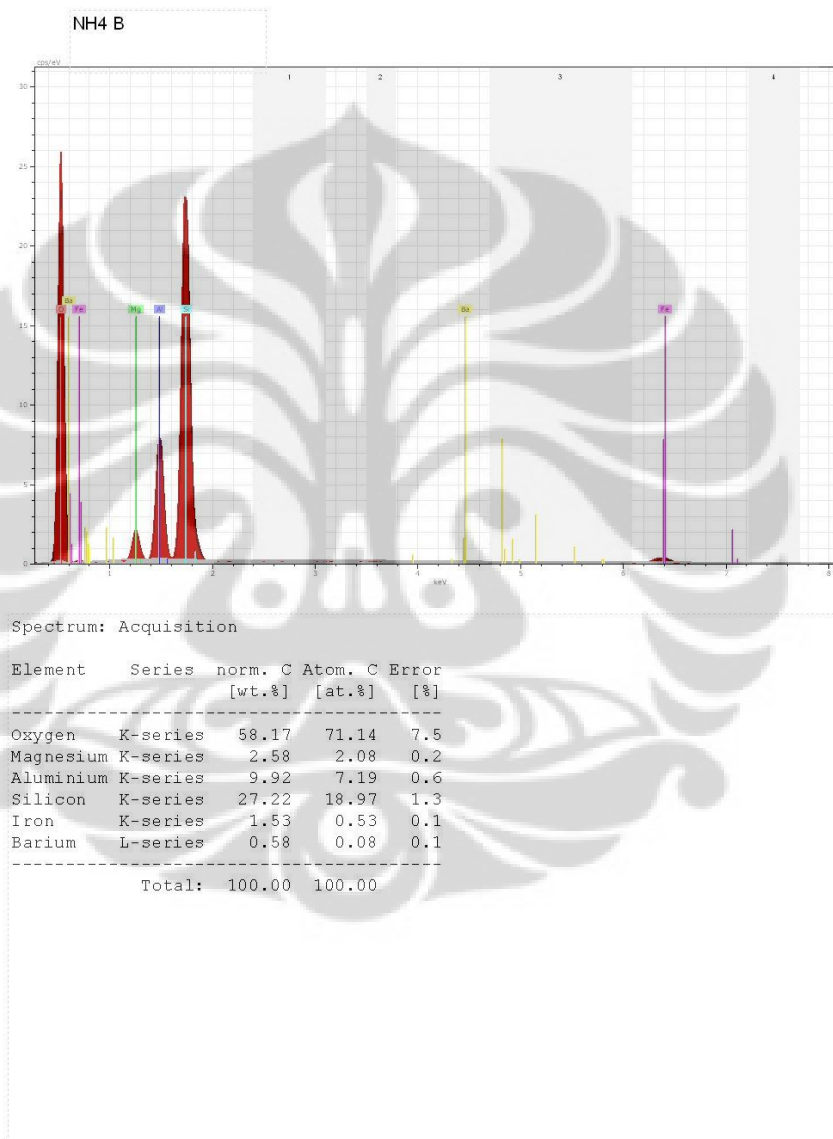
EDAX NH<sub>4</sub>-MMT (a)



## LAMPIRAN 25

EDAX NH<sub>4</sub>-MMT (b)

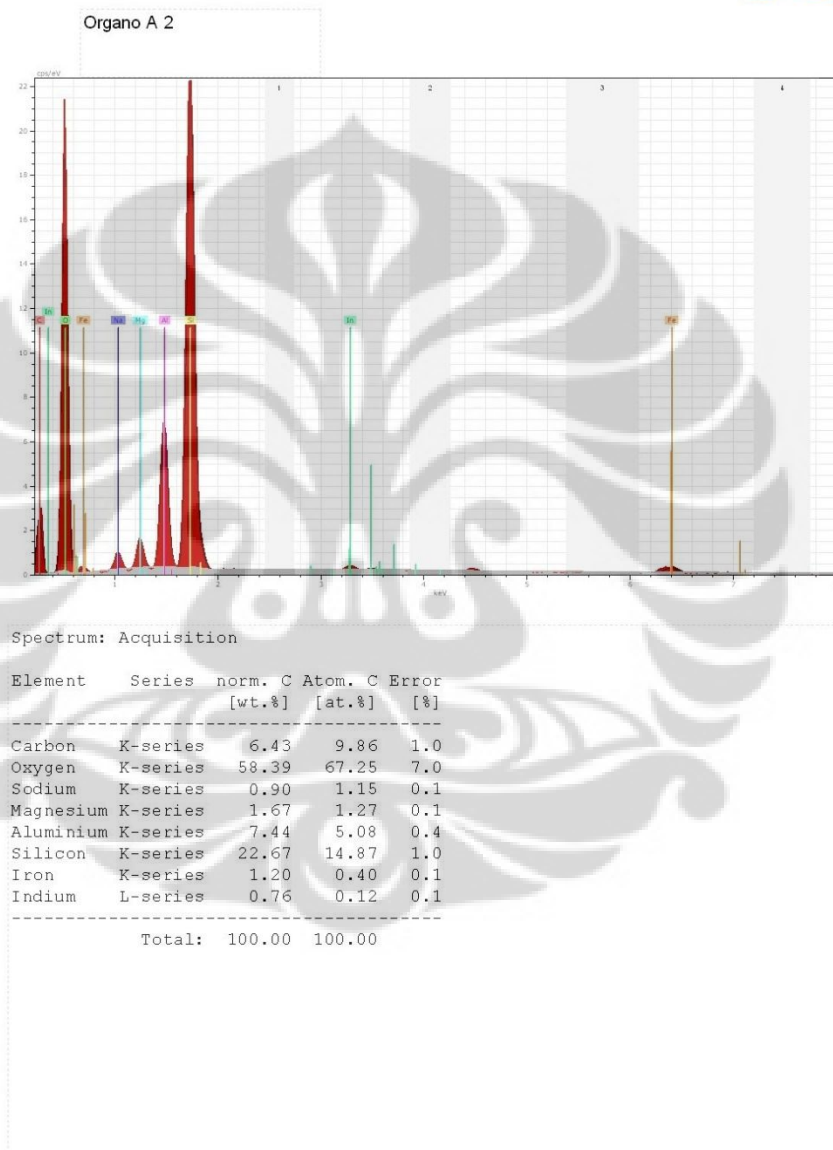
## Application Note



5/31/2012

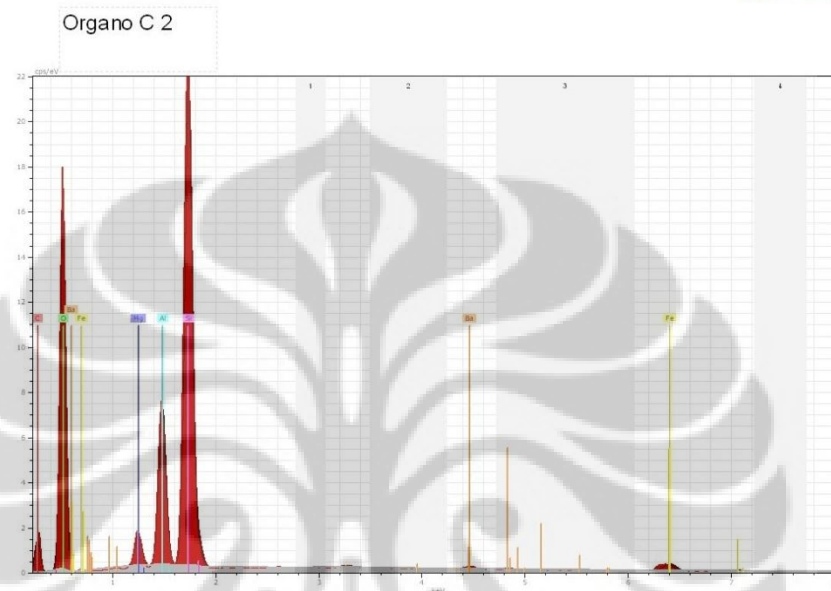
Page 1 / 1

## LAMPIRAN 26

EDAX *Organoclay* dari Na-MMT 7490 ppm

Page 2 / 2

## LAMPIRAN 27

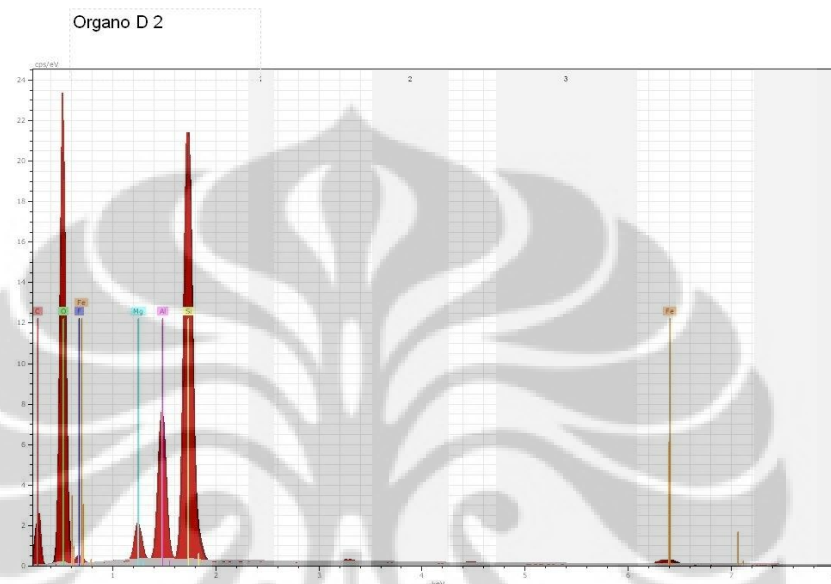
EDAX *Organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (a) 7490 ppm

Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	6.52	7.04	0.7
Oxygen	K-series	58.29	68.52	6.5
Magnesium	K-series	1.98	1.53	0.1
Aluminium	K-series	8.66	6.04	0.4
Silicon	K-series	24.25	16.24	1.0
Iron	K-series	1.54	0.52	0.1
Barium	L-series	0.79	0.11	0.1
Total:		100.00	100.00	

Page 2 / 2

## LAMPIRAN 28

EDAX *Organoclay* NH<sub>4</sub>-MMT (b) 7490 ppm

Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	6.72	7.50	0.8
Oxygen	K-series	53.47	62.25	6.6
Fluorine	K-series	8.13	7.97	2.5
Magnesium	K-series	2.26	1.73	0.2
Aluminium	K-series	8.28	5.72	0.5
Silicon	K-series	21.71	14.40	1.0
Iron	K-series	1.33	0.44	0.1
Total:		100.00	100.00	

Page 2 / 2

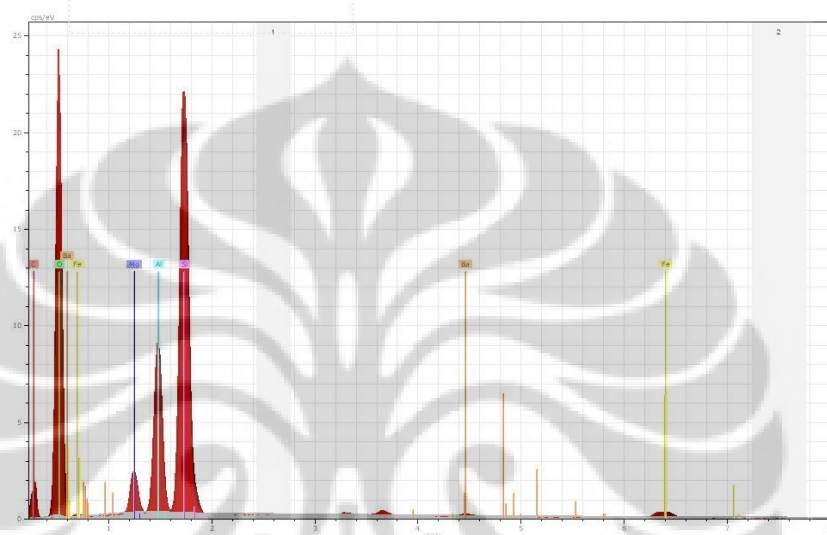
## LAMPIRAN 29

EDAX *Organoclay* MMT 7490 ppm

## Application Note



Organo B



Spectrum: Acquisition

Element	Series	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Carbon	K-series	3.57	5.62	0.6
Oxygen	K-series	58.38	69.13	7.0
Magnesium	K-series	2.70	2.10	0.2
Aluminium	K-series	10.04	7.05	0.5
Silicon	K-series	22.87	15.43	1.0
Iron	K-series	1.59	0.54	0.1
Barium	L-series	0.85	0.12	0.1
Total:		100.00	100.00	

5/31/2012

Page 1 / 2

## LAMPIRAN 30

Perhitungan % montmorillonit dan % kuarsa

<i>Clay</i>	<b>Intensitas Total</b>	<b>Intensitas Total Montmorillonit</b>	<b>Intensitas Kuarsa</b>
Bentonit Alam	1057	815	242
Fraksi 1	1114	883	231
Fraksi 2	1106	802	304
Fraksi 3	1100	795	305
Fraksi 4	1078	835	243

$$\% \text{ Montmorillonit} = \frac{\text{Intensitas Total Montmorillonit}}{\text{Intensitas Total}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ Kuarsa} = \frac{\text{Intensitas Kuarsa}}{\text{Intensitas Total}} \times 100 \%$$

### LAMPIRAN 31

Perhitungan pembuatan surfaktan Triton X-100 konsentrasi 7490ppm, 150 ppm, 450 ppm, dan 900 ppm

- Pembuatan Triton X-100 7490 ppm dalam labu ukur 500 mL

➤ Massa surfaktan Triton X-100 yang dibutuhkan

$$7490 \text{ ppm} = 7490 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$\frac{7490 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{x}{0,5 \text{ L}}$$

$$x = 3745 \text{ mg} = 3,745 \text{ g}$$

➤ Volume surfaktan Triton X-100 yang dibutuhkan

$$\rho = 1,07 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$\frac{1,07 \text{ g}}{1 \text{ mL}} = \frac{3,745 \text{ g}}{y}$$

$$y = 3,5 \text{ mL}$$

- Pembuatan Triton X-100 150 ppm dalam labu ukur 50 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$7490 \text{ ppm} \times V_1 = 150 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- Pembuatan Triton X-100 450 ppm dalam labu ukur 50 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$7490 \text{ ppm} \times V_1 = 450 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

- Pembuatan Triton X-100 900 ppm dalam labu ukur 50 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$7490 \text{ ppm} \times V_1 = 900 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

### LAMPIRAN 32

Perhitungan pembuatan surfaktan Triton X-100 konsentrasi 1350 ppm, dan 5360 ppm

- Pembuatan Triton X-100 1350 ppm dalam labu ukur 50 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$7490 \text{ ppm} \times V_1 = 1350 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 9 \text{ mL}$$

- Pembuatan Triton X-100 5360 ppm dalam labu ukur 500 mL

- Massa surfaktan Triton X-100 yang dibutuhkan

$$5360 \text{ ppm} = 5360 \text{ mg/L}$$

$$\frac{5360 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{x}{0,5 \text{ L}}$$

$$x = 2680 \text{ mg} = 2,68 \text{ g}$$

- Volume surfaktan Triton X-100 yang dibutuhkan

$$\rho = 1,07 \text{ g/mL}$$

$$\frac{1,07 \text{ g}}{1 \text{ mL}} = \frac{2,68 \text{ g}}{y}$$

$$y = 2,5 \text{ mL}$$



### LAMPIRAN 33

Perhitungan pembuatan surfaktan Triton X-100 konsentrasi 9630 ppm

- Pembuatan Triton X-100 9630 ppm dalam labu ukur 500 mL

- Massa surfaktan Triton X-100 yang dibutuhkan

$$9630 \text{ ppm} = 9630 \text{ mg/L}$$

$$\frac{9630 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{x}{0,5 \text{ L}}$$

$$x = 4815 \text{ mg} = 4,815 \text{ g}$$

- Volume surfaktan Triton X-100 yang dibutuhkan

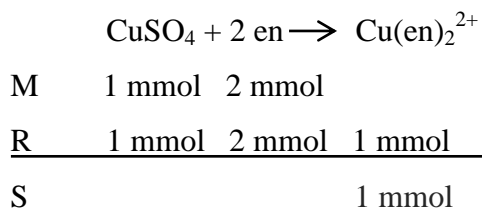
$$\rho = 1,07 \text{ g/mL}$$

$$\frac{1,07 \text{ g}}{1 \text{ mL}} = \frac{4,815 \text{ g}}{y}$$

$$y = 4,5 \text{ mL}$$

## LAMPIRAN 34

Perhitungan pembuatan larutan senyawa kompleks  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$



$$\begin{aligned} \text{Volume CuSO}_4 &= \frac{\text{mol CuSO}_4}{\text{Konsentrasi CuSO}_4} \\ &= \frac{1 \text{ mmol}}{1 \text{ M}} \\ &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume en} &= \frac{\text{mol en}}{\text{Konsentrasi en}} \\ &= \frac{2 \text{ mmol}}{1 \text{ M}} \\ &= 2 \text{ mL} \end{aligned}$$

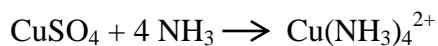
Volume yang dibutuhkan untuk mendapatkan 0,01 M  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  1 mmol :

$$\begin{aligned} \text{Volume Cu(en)}_2^{2+} &= \frac{\text{mol Cu(en)}_2^{2+}}{\text{Konsentrasi Cu(en)}_2^{2+}} \\ &= \frac{1 \text{ mmol}}{0,01 \text{ M}} \\ &= 100 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sebanyak 1 mL  $\text{CuSO}_4$  dan 2 mL en untuk membuat senyawa kompleks  $\text{Cu(en)}_2^{2+}$  dalam labu ukur 100 mL

## LAMPIRAN 35

Perhitungan pembuatan larutan senyawa kompleks  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$



M 1 mmol 4 mmol

R 1 mmol 4 mmol 1 mmol

S 1 mmol

$$\begin{aligned} \text{Volume CuSO}_4 &= \frac{\text{mol CuSO}_4}{\text{Konsentrasi CuSO}_4} \\ &= \frac{1 \text{ mmol}}{1 \text{ M}} \\ &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume en} &= \frac{\text{mol en}}{\text{Konsentrasi en}} \\ &= \frac{4 \text{ mmol}}{1 \text{ M}} \\ &= 4 \text{ mL} \end{aligned}$$

Volume yang dibutuhkan untuk mendapatkan 0,01 M  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$  1 mmol :

$$\begin{aligned} \text{Volume Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+} &= \frac{\text{mol Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}}{\text{Konsentrasi Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}} \\ &= \frac{1 \text{ mmol}}{0,01 \text{ M}} \\ &= 100 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sebanyak 1 mL  $\text{CuSO}_4$  dan 4 mL en untuk membuat senyawa kompleks  $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$  dalam labu ukur 100 mL