

UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI BENTONIT TAPANULI
TERINTERKALASI SURFAKTAN KATIONIK ODTMABr
DAN APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN PARA-
KLOROFENOL**

SKRIPSI

**SYAH REZA
0806453030**

**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 : SYAH REZA

NPM : 0806453030

Tanda Tangan : 

Tanggal : Juni 2012

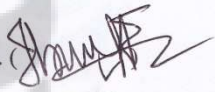
HALAMAN PENGESAHAN


Skripsi ini diajukan oleh :

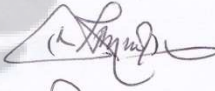
Nama : Syah Reza
NPM : 0806453030
Program Studi : S1 Kimia
Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Bentonit Tapanuli
Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan
Aplikasinya Sebagai Adsorben p-Klorofenol

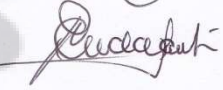
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Yuni K. Krisnandi, S.Si., M.Sc. 

Pembimbing II : Drs. Ridla Bakri, M. Phil., Ph.D 

Penguji I : Ismunaryo Moenandar, M. Phil. 

Penguji II : Dr.rer.nat. Widajanti Wibowo 

Penguji III : Asep Saefumillah, Ph.D 

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 15 Juni 2012

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah, Pengantar dari segala pengantar, Rabb yang telah mengantarkan penulis hingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul “*Preparasi dan Karakterisasi Bentonit Tapanuli Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Insektisida P-klorofenol*” ini tepat dengan baik dan tepat pada waktunya.

Penulisan Tugas Akhir ini bertujuan untuk melengkapi salah satu tugas dan persyaratan untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan Tugas Akhir ini, penulis banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, melalui kesempatan ini, penulis memberikan apresiasi yang sangat besar kepada:

1. Yang Maha Mempercepat, Allah SWT. Dialah yang mempercepat terselesaikannya skripsi ini dalam waktu yang sangat singkat. Sehingga kata pengantar ini lebih cocok berjudul *Kata Percepatan*.
2. Muhammad, pusat dari segala inspirasi dan turunannya.
3. Kedua orang tua, kakak-kakak, keponakan yang slalu memberi dukungan dalam bentuk apapun.
4. Dr. Yuni K. Krisnandi selaku dan Dr. Ridla Bakri M.Phil. selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk mengarahkan penulis dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Mohon maaf jikalau masih banyak kekurangan dalam diri penulis.
5. Dr. Yuni K. Krisnandi selaku pembimbing akademik yang selalu memberikan masukan serta dukungan dalam tiap pertemuan sehingga penulis dapat emnyelesaikan studi tepat pada waktunya dan pada waktu yang tepat.
6. Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen yang selalu menjadi teman diskusi dan membantu mengadvokasi pemakaian alat UV-Vis hingga malam sehingga penulis benar-benar terbantu dalam menyelesaikan penelitian di detik-detik terakhir.

7. Seluruh jajaran Dosen Departemen Kimia yang telah memberikan ilmunya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan masa studinya.
8. Karyawan Departemen Kimia mulai dari Pak Hadi, Pak Mardji, Babe perpus hingga Pak Min, Pak Mul dan Pak Kiri. Mba ati, Mba Rika, Mba Elva, Kak Nisa mohon maaf jika sering merepotkan selama penelitian termasuk pegawai lab afiliasi yang telah membantu pemakaian instrumen.
9. Teman-teman grup penelitian Anorganik yang telah melalui penelitian ini bersama-sama mulai dari Kak Tegar, Irna, Hadi, Paramita, Budi, Kak widi, serta teman-teman yang melakukan penelitian semester ini mulai dari teman menginap hingga yang sering dimintai makanannya.
10. Rasti, vina, Irna dan beberapa teman lain yang membantu penyelesaian skripsi saat-saat terakhir. Terimakasih Tuhan telah menurunkan malaikat-malaikatMu berupa teman yang baik, untuk membantu penulis.
11. Tim Froyo Fikri dan Erika, yang memberi suntikan semangat kepada penulis disaat sedang mengalami kejenuhan. *We 're happy family*
12. Teman-teman kimia mulai dari 2007 hingga 2011, Keluarga besar HMDK 2010 serta BEM FMIPA UI 2011. Semoga silaturahmi kita tetap tersambung. Mohon maaf jika penulis banyak menyakiti hati teman-teman.
13. Quran yang menjadi amunisi, Nescafe moccha yang menjadi teman bergadang, Kahfiers yang menjadi teman nonton bareng sambil menulis, meja penelitian no.13, kotak amal, followers twitter, saudara-saudara seperjuangan.
14. Semua pihak yang telah membantu penulis yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa Skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, sehingga saran dan kritik yang sifatnya membangun selalu penulis harapkan dari semua pihak demi kesempurnaan Skripsi ini. Akhir kata penulis harapkan semoga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Penulis 2012

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

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

Nama : Syah Reza

NPM : 0806453030

Program Studi : Kimia Reguler

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis Karya : Skripsi

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

Preparasi dan Karakterisasi Bentonit Tapanuli Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Insektisida P-klorofenol.

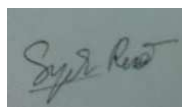
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia /format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juni 2012

Yang menyatakan,



(Syah Reza)

vi

Universitas Indonesia

ABSTRAK

Nama : Syah Reza
Program Studi : Kimia
Judul : Preparasi dan Karakterisasi Bentonit Tapanuli Terinterkalasi
Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya sebagai Adsorben
Para-Klorofenol

Proses adsorpsi pada bentonit tapanuli yang termodifikasi surfaktan kationik terhadap senyawa organik paraklorofenol telah dilakukan. Dilakukan fraksinasi terlebih dahulu untuk mendapat kandungan montmorillonit terbanyak, kemudian dilakukan preparasi Na-MMT (Natrium Montmorillonit), dan penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK) memberikan nilai sebesar 62,5 meq/gram. Surfaktan yang digunakan ialah surfaktan kationik ODTMABr (Oktadesil Trimetil Ammonium Bromida) yang memiliki 18 rantai alkil. Surfaktan ini digunakan sebanyak 1 KTK sebagai interkalan dalam preparasi organoclay. Analisis dengan menggunakan XRD menunjukkan *basal spacing* dari OCT (Organoclay Tapanuli) mengalami peningkatan yang cukup besar (21,04) dibandingkan dengan Na-MMT (14,33) dan montmorillonit (15,69). Hal ini membuktikan bahwa surfaktan kationik telah masuk ke dalam montmorillonit. Hasil uji aplikasi OCT sebagai adsorben senyawa organik para klorofenol ($p\text{-C}_6\text{H}_4\text{Cl}(\text{OH})$) menunjukkan bahwa organoclay lebih baik daya adsorpsinya dibandingkan dengan bentonit alam. Saat p-klorofenol memiliki konsentrasi sebesar 50 ppm, OCT mampu menyerap senyawa tersebut sebesar 36,4 ppm dan belum menunjukkan kondisi optimum. Di sisi lain, bentonit alam telah mencapai optimum saat konsentrasi awal 10 ppm. Pola isotherm adsorpsi dari OCT menunjukkan pola isotherm adsorpsi Freundlich pada konsentrasi besar namun pada konsentrasi kecil pola yang ditunjukkan adalah pola isotherm adsorpsi Langmuir.

Kata Kunci : *clay, organoclay, basal spacing*, p-klorofenol, adsorpsi.
xii+50 halaman : 19 Gambar; 7 tabel
Daftar Pustaka : 23 (1992-2011)

ABSTRACT

Name : Syah Reza
Program Study : Chemistry
Title : Preparation and characterization of Intercalated cationic surfactants ODTMA-Br Bentonite Tapanuli and Its Application for Adsorbent Para-chlorophenol.

Adsorption on tapanuli bentonite modified by cationic surfactant has been done. The fractionation of bentonite has been done in order to get the highest contain of montmorillonite, then it was done the preparation of Na-MMT (Sodium Montmorillonite), and the result of cation exchange capacity (CEC) is 62,5 meq/gram. In this research, ODTMABr (Octadecyl Trimethyl Ammonium Bromide) which has 18 alkyl chains, was used as cationic surfactant. 1 CEC of surfactant was used as intercalant agent in organoclay preparation. XRD analysis showed the basal spacing of OCT increased significantly (21,04) when compared with Na-MMT (14,33) and Montmorillonite (15,69). This result proved that cationic surfactant has been intercalated into montmorillonite. The application of OCT as adsorbent of p-chlorophenol($p\text{-C}_6\text{H}_4\text{Cl(OH)}$) showed that OCT is better than raw material bentonite. When the concentration of p-chlorophenol was 50 ppm, OCT could adsorp its compound in 36,4 ppm and has not reached the optimum condition, whereas raw material benonite has the optimum condition in 10 ppm. The adsorption isotherm of OCT showed Freundlich adsorption isotherm rules in high concentration while in low concentration the rules was followed Langmuir adsorption isotherm.

Key Words : clay, organoclay, basal spacing, p-chlorophenol, isotherm adsorption.
xii+50 page : 19 pictures; 7 tables
Bibliography : 23 (1992-2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Hipotesis.....	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Bentonit	6
2.2 Kandungan Bentonit	8
2.3 Bentonit Sebagai Penukar ion.....	8
2.4 Proses Interkalasi	8
2.5 Surfaktan ODTMABr	9
2.6 Organoclay	10
2.7 P-klorofenol.....	11
2.8 Adsorpsi	12
2.8.1 Isoterm Langmuir.....	13
2.8.2 Isoterm Ferundlich	13
2.9 Karakterisasi.....	14
2.9.1 Difraksi Sinar X (XRD).....	14
2.9.2 FTIR	15
2.9.3 Spektrofotometri UV/Vis.....	16
2.9.4 Energy Dispersive Spectroscopy	16
3. METODE PENELITIAN	18
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan.....	19
3.2.1 Alat Proses.....	19
3.2.2 Alat Uji	19
3.2.3 Bahan-Bahan	20
3.3 Prosedur Kerja	20
3.3.1 Preparasi Bentonit	20
3.3.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit	20

3.3.3 Sintesis Na-Montmorillonite	20
3.3.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation	20
3.3.5 Sintesis Organoclay	20
3.3.6 Aplikasi sebagai Adsorben P-klorofenol.....	20
3.3.7 Diagram Alur Penelitian.....	21
3.4 Bagan Kerja	22
3.4.1 Preparasi Bentonit	22
3.4.2 Sintesis Na-Montmorillonite	23
3.4.3 KTK.....	23
3.4.4 Sintesis Organoclay	24
3.4.5 Aplikasi sebagai Adsorben.....	24
4. PEMBAHASAN	25
4.1 Preparasi Bentonit	25
4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation	27
4.3 Sintesis Organoclay	28
4.4 Karakterisasi.....	29
4.4.1 <i>X-ray Diffractometry (X-RD)</i>	29
4.4.2 Spektroskopi Infra Merah (FTIR).....	32
4.4.3 EDS.....	33
4.5 Aplikasi sebagai Adsorben.....	34
5. KESIMPULAN DAN SARAN	38
5.1 Kesimpulan	38
5.2 Saran.....	38
DAFTAR REFERENSI.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Perbandingan Na-Bentonit dengan Ca-Bentonit.....	6
Tabel 2.2 Karakteristik MMT	7
Tabel 2.3 Karakteristik p-klorofenol.....	11
Tabel 4.1 Tabel konsentrasi larutan $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$ dalam penentuan KTK.....	29
Tabel 4.2 Besar nilai d-spacing tiap fraksi bentonit	31
Tabel 4.3 Tabel persen komponen tiap fraksi bentonit.....	34
Tabel 4.4 Serapan p-klorofenol pada bentonit alam dan OCT	36



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur bentonit	4
Gambar 2.2 Na-Bentonit.....	5
Gambar 2.3 Ca-Bentonit.....	5
Gambar 2.4 Struktur Montmorillonit.....	7
Gambar 2.5 Pertukaran ion pada bentonit.....	8
Gambar 2.6 Ilustrasi proses interkalasi.....	9
Gambar 2.7 Surfaktan ODTMABr.....	10
Gambar 2.8 Jenis Struktur dalam lapisan interlayer.....	11
Gambar 2.9 P-klorofenol.....	12
Gambar 4.1 Tahapan Fraksinasi. Fraksi 1 telah mengendap, sedangkan fraksi dua masih membentuk suspensi.....	26
Gambar 4.2 Pertukaran ion oleh Na^+	27
Gambar 4.3 Na-bentonit mengalami swelling	28
Gambar 4.4 Difraktogram bentonit,MMT, Na-MMT, OCT	30
Gambar 4.5 Jenis susunan alkil dalam lapisan organoclay.....	32
Gambar 4.6 FTIR F2.....	33
Gambar 4.7 FTIR Na-MMT.....	34
Gambar 4.8 Kurva adsorpsi terhadap p-klorofenol.....	34
Gambar 4.9 Grafik isoterm dari OCT-pcf.....	38
Gambar 4.10 Grafik isoterm dari Bentonit alam-pcf.....	38

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Spektrum IR MMT, Na-MMT dan OCT
- Lampiran 2 Kurva standar $\text{Cu}(\text{en})_2$ dan formula perhitungan KTK
- Lampiran 3 Kurva standar dan spektrum UV-Vis standar p-klorofenol
- Lampiran 4 Kurva adsorpsi dan tabel serapan terhadap p-klorofenol
- Lampiran 5 Spektrum UV-Vis bentonit alam dan OCT 1KTK terhadap p-klorofenol
- Lampiran 6 Kurva Isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich
- Lampiran 7 Tabel serapan IR



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sebagian besar penduduk Indonesia memiliki mata pencaharian dibidang pertanian karena iklim Indonesia yang tropis dan tanahnya yang subur. Namun sering kali, hasil panen pertanian rusak oleh hama sehingga penggunaan pestisida sudah menjadi hal yang lumrah. Pestisida merupakan bahan kimia yang digunakan untuk mengendalikan hewan-hewan yang dapat menimbulkan penyakit pada manusia atau komoditas yang dihasilkan dari sektor pertanian. Pestisida mampu memberantas Hama secara cepat, mudah dalam penggunaan, dan secara ekonomis cukup menguntungkan. Pestisida memang memiliki banyak keuntungan bagi petani, namun penggunaannya yang tidak terkendali dapat memiliki dampak negatif terhadap lingkungan dan kesehatan manusia. Pestisida yang digunakan secara langsung ke tanah atau tanaman, hanya sebagian kecil sampai kepada sasaran, sisanya terbuang ke lingkungan. Meski data statistik tentang dampak pestisida pada kesehatan tidak ada, namun data PAN (Pesticide Action Network) Internasional pada tahun 2007 memperkirakan secara global, setiap tahun antara 1 hingga 41 juta orang mengalami dampak kesehatan dari pestisida. WHO pada 2009 memperkirakan bahwa minimal 300.000 orang meninggal setiap tahun karena keracunan pestisida (Purwanti, 2010).

Senyawa organoklor merupakan jenis pestisida yang beracun. Pestisida ini menyerang sistem syaraf hingga tidak dapat berfungsi dengan normal. Para-klorofenol merupakan jenis pestisida yang biasa digunakan oleh petani. Akan tetapi, toksisitas dari p-klorofenol itu sendiri cukup tinggi dibandingkan pestisida lainnya. Nilai batas maksimum residu (*maximum residue limit./MRL*) yang diperbolehkan di Indonesia untuk komoditas pangan sebesar 0.5000 mg /kg (Depkes & Deptan 1996).

Residu p-klorofenol yang menempel dalam buah buahan, sayur-sayuran sangat dikhawatirkan terakumulasi dalam tubuh. Ditambah lagi residu yang terlarut dalam air pada permukaan lahan pertanian dapat mencemari lingkungan dan merusak ekosistem di sekeliling daerah pertanian tersebut. Mengingat

besarnya bahaya dari senyawa tersebut, maka telah banyak dilakukan berbagai penelitian untuk mengurangi residu pestisida di lingkungan. Berbagai metode seperti metode adsorpsi, pengolahan tanah, insinerasi, pemadatan, oksidasi ultraviolet dan lain sebagainya, telah digunakan untuk mengatasi masalah ini. Bentonit merupakan salah satu material yang digunakan pada metode adsorpsi. Penelitian ini akan menggunakan metode adsorpsi oleh bentonit yang termodifikasi oleh surfaktan kationik.

Bentonit merupakan sumber daya alam yang amat melimpah ruah di Indonesia. Sebanyak lebih dari 380 juta ton bentonit tersebar di berbagai daerah. Bentonit memiliki berbagai macam kegunaan, salah satunya ialah sebagai adsorben logam-logam berat. Namun daya adsorpsi dari bentonit itu sendiri belum cukup optimal memuaskan. Hingga saat ini masih terus dilakukan studi untuk mengembangkan pemanfaatan bentonit agar nilai jualnya semakin bertambah dan semakin banyak permasalahan lingkungan yang dapat teratasi.

Pada Penelitian ini, dilakukan modifikasi terhadap bentonit agar mampu menyerap senyawa-senyawa organochlorin seperti pestisida p-klorofenol. Pada mulanya, bentonit yang mengandung sekitar 80% montmorillonit, memiliki sifat hidrofilik, tidak dapat menyerap senyawa organik yang bersifat hidrofobik. Maka, modifikasi dilakukan dengan menginterkalasi surfaktan kedalam interlayer material bentonit. Diharapkan dengan masuknya surfaktan kedalam bentonit, sifat bentonit yang semula hidrofilik berubah menjadi hidrofobik sehingga dapat menyerap senyawa-senyawa organik yang memiliki sifat nonpolar.

Pada studi awal (Haryani,2010), diketahui surfaktan oktadesil trimetilammonium (ODTMA) dapat memberi jarak basal spacing yang lebih besar dibandingkan dengan heksadesil trimetilammonium (HDTMA) ketika dilakukan interkalasi terhadap bentonit. Pada penelitian tersebut juga diketahui bahwa ODTMA-bentonit mampu mengadsorpsi senyawa organik yang lebih nonpolar dibandingkan HDTMA-bentonit.

Pada studi selanjutnya diketahui bahwa organoclay ODTMA-bentonit memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik dalam mengadsorpsi fenol jika dibandingkan dengan Montmorillonit (MMT), dan Na-Montmorillonit (Na-MMT). Diketahui pula bahwa organoclay 1 Kapasitas Tukar Kation (KTK)

memiliki basal spacing yang lebih besar daripada organoclay 2 KTK dan 2,5 KTK (Kapasitas Tukar Kation) dan memiliki kemampuan mengadsorpsi lebih baik (Oktaviani, 2011).

Selanjutnya Marz (2011) melanjutkan studi mengenai daya adsorpsi optimum dari organoclay 1 KTK dalam mengadsorpsi senyawa organik fenol melalui variasi konsentrasi dan waktu. Selanjutnya organoclay tapanuli 1 KTK akan disingkat menjadi OCT. Pada penelitian ini akan dipelajari kemampuan adsorpsi optimum serta desorpsi organoclay terhadap senyawa organik lainnya yaitu pestisida p-klorofenol agar mampu menjawab permasalahan pencemaran limbah residu pestisida di atas.

1.2 Perumusan Masalah

- Bagaimana kemampuan optimum adsorpsi OCT dalam menyerap p-klorofenol?
- Bagaimana karakter OCT sebelum dan sesudah menyerap p-klorofenol?
- Bagaimana kemampuan bentonit alam yang belum dimodifikasi dengan surfaktan dalam menyerap p-klorofenol?
- Bagaimana model isoterm adsorpsi dari OCT-klorofenol?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut

1. Mengetahui kemampuan organoclay Tapanuli dalam mengadsorpsi p-klorofenol melalui variasi konsentrasi?
2. Membandingkan daya adsorpsi dari OCT-p-klorofenol dengan bentonit alam yang mengadsorpsi p-klorofenol.
3. Mempelajari karakteristik OCT sebelum dan sesudah mengadsorpsi p-klorofenol

1.4 Hipotesis

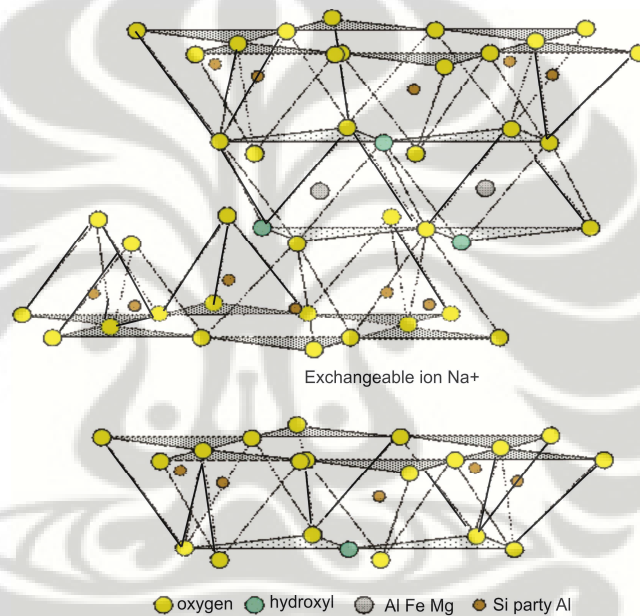
- Dengan memvariasikan konsentrasi dari pestisida p-klorofenol, akan didapat konsentrasi optimum adsorpsi p-klorofenol-OCT.
- OCT memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan dengan bentonit alam Tapanuli.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bentonit

Bentonit merupakan salah satu jenis lempung yang mempunyai kandungan utama mineral smektit (montmorillonit) dengan kadar sekitar 80 % (Syuhada, 2009). Fragmen sisa umumnya merupakan campuran dari mineral-mineral pengotor seperti kuarsa, kristobalit, feldspar, dan mineral-mineral lempung lain, tergantung pada daerah geologisnya. Mineral penyusun dalam bentonit yang dominan adalah montmorillonit. Gambar berikut menunjukkan susunan dari mineral bentonit.



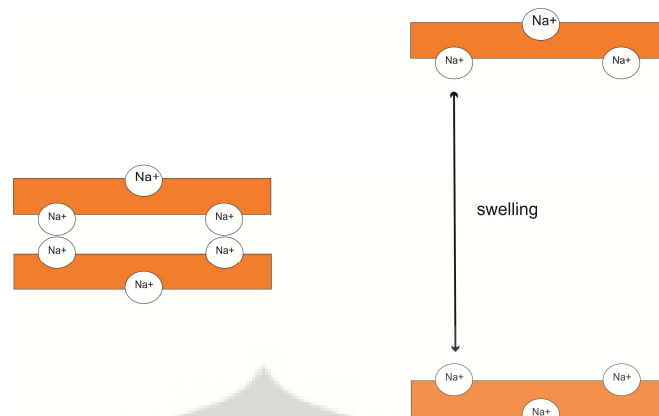
Gambar 2.1 Struktur bentonit (Y. Ichikawa, 2006)

Berdasarkan tipenya, bentonite dibagi menjadi dua, yaitu:

a. Na-bentonit – *Swelling bentonite*

Na bentonit memiliki daya mengembang hingga delapan kali apabila dicampurkan ke dalam air, dan tetap terdispersi beberapa waktu di dalam air. Dalam keadaan kering berwarna putih, pada keadaan basah dan terkena sinar matahari akan berwarna mengkilap. Saat terjadi pertukaran ion, posisi pertukaran diduduki oleh ion-ion sodium (Na⁺). Bentonit jenis natrium banyak digunakan sebagai pencampur pembuatan cat, perekat pasir cetak dalam industri pengecoran

dan sebagainya. Gambar 2.2 memperlihatkan daya *swelling* bentonit yang cukup besar dalam air saat berikatan dengan ion Na^+ .



Gambar 2.2 Na-Bentonit

b. Ca-bentonit – *Non swelling bentonite*

Tipe bentonit ini kurang mengembang apabila dicelupkan ke dalam air, namun tetap terdispersi di dalam air, tetapi secara alami atau setelah diaktivasi mempunyai sifat adsorpsi yang baik. Pada bentonit jenis ini, posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion-ion kalsium dan magnesium. Dalam keadaan kering Ca-bentonit bersifat mudah hancur, berwarna abu-abu, biru, kuning, merah dan coklat. Proses non-swelling Ca-bentonit dalam air ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Ca-bentoit

Berikut ini akan diberikan tabel perbedaan antara Na-Bentonit dengan Ca-Bentonit.

Tabel 2.1 perbedaan Na-Bentonit dengan Ca-Bentonit

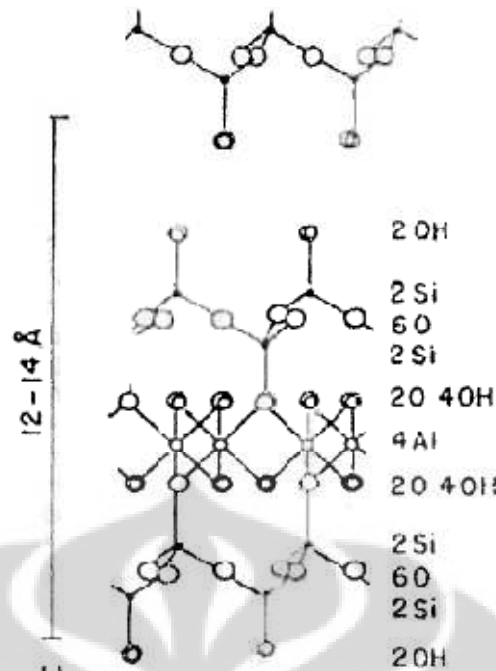
No.	Sifat fisik	Na-Bentonit	Ca-Bentonit
1	Daya Mengembang	Sangat baik	Tidak baik
2	Kekuatan dalam keadaan basah	Sedang	tinggi
3	Perkembangan daya ikat	Sedang	cepat
4	Warna dalam keadaan kering	Putih atau krem	Abu-abu, coklat, biru
5	Perbandingan Na dan Ca	Tinggi	rendah

Sumber: Kunrat (1994) dan Tirani (2006)

2.2 Kandungan Bentonit

Bentonit mengandung komponen montmorillonit yang besar. Montmorillonit ini berperan terhadap kemampuan pertukaran ion pada bentonit. Bentonit asal Tapanuli telah diuji dan ditemukan bahwa bentonit ini mengandung komponen montmorillonit yang cukup besar, sehingga bentonit ini kemudian digunakan untuk berbagai hal untuk pengembangan manfaat dari mineral ini.

Montmorillonit merupakan kandungan bentonit dengan dua lapisan tetrahedral mengapit satu lapisan oktahedral (2:1). Mineral ini secara luas telah banyak digunakan pada berbagai industri dikarenakan kapasitas tukar kationnya yang tinggi, kemampuannya untuk swelling serta luas area permukaannya yang cukup besar. Struktur kristalnya (Gambar 2.4) terdiri dari 2 lembar lapisan silika tetrahedral dan satu lembar lapisan aluminium oktahedral. Setiap satuan selnya terdiri dari 2 lapisan tetrahedral yang disusun oleh unsur utama Si(O,OH) dan mengapit satu lapisan oktahedral yang disusun oleh unsur M(O,OH) dimana M adalah logam Al, Mg, dan Fe, di antara lembaran-lembaran ini, terdapat ruang yang diisi oleh molekul-molekul air dan kation-kation lain (Supeno 2007)



Gambar 2.4 Struktur Montmorillonit

Montmorillonit memiliki muatan negatif yang biasa diseimbangkan dengan kation monovalent dan bivalen seperti Na^+ dan Ca^{2+} . Adanya muatan negatif ini disebabkan oleh substitusi isomorfis kation Si^{4+} dan Al^{3+} pada lapisan silika sehingga memungkinkan terjadi adsorpsi pada daerah antarlapis. Keberadaan kation anorganik ini membuat montmorillonit bersifat hidrofilik. Berikut ini akan disajikan tabel karakteristik montmorillonit.

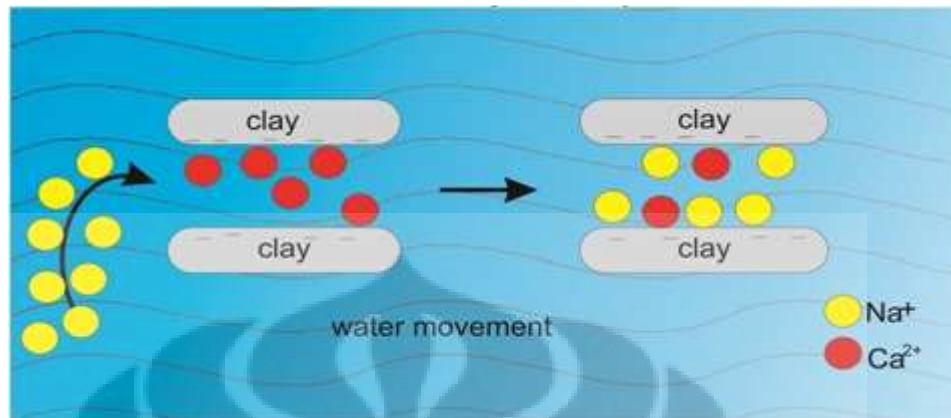
Tabel 2.2 Karakteristik Montmorillonit

No	Karakteristik	Nilai
1	Massa Jenis	2.2-2.8 gr/L
2	Massa molekul relatif	549.07 gr/mol
3	Titik leleh	1330-1430 °C

Sumber : Rusmiasih (2005)

2.3 Bentonit Sebagai Penukar Ion

Bentonit merupakan mineral yang bermuatan negatif sehingga mineral ini menyerap kation-kation yang ada di sekelilingnya. Kation yang terserap pada bentonit ini dapat ditukar dengan kation lain.



Gambar 2.5 pertukaran ion pada bentonit

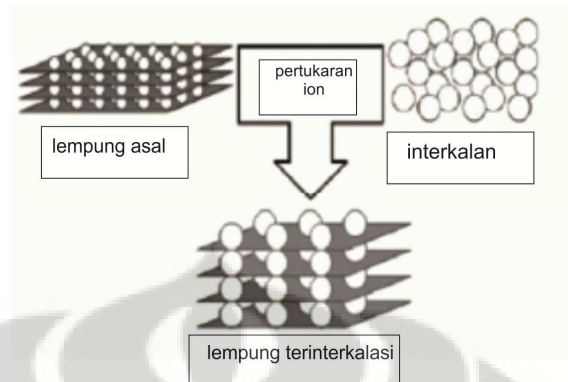
Pada konsentrasi kation rendah, bentonit semakin mudah untuk mengalami pertukaran kation. Kemampuan pertukaran ion ini dinamakan dengan kapasitas tukar kation, yaitu ukuran yang menyatakan banyaknya kation yang dapat ditukarkan dalam satuan miliekivalen per milligram berat sampel (meq/mg).

Kation yang dipertukarkan pada permukaan antarlapis bentonit biasanya ialah Ca^{2+} dan Na^+ . Adanya kation yang dipertukarkan ini memungkinkan bentonit untuk memisahkan logam dari air serta senyawa-senyawa organik dengan mekanisme pertukaran ion. Kation organik yang dipertukarkan seperti surfaktan mampu meningkatkan kemampuan bentonit terutama dalam menyerap senyawa-senyawa organik (Patimah, 2006, Wulandari, 2009)

2.4 Proses Interkalasi

Interkalasi adalah suatu penyisipan spesies tamu (ion, atom, atau molekul) ke dalam antarlapis senyawa berstruktur lapis. Schubert (2002) mendefinisikan interkalasi adalah suatu penyisipan suatu spesies pada ruang antarlapis dari padatan dengan tetap mempertahankan struktur berlapisnya. Atom-atom atau molekul-molekul yang akan disisipkan disebut sebagai interkalan, sedangkan

yang merupakan tempat yang akan dimasuki atom-atom atau molekul-molekul disebut sebagai interkalat. Metode ini akan memperbesar pori material, karena interkalan akan mendorong lapisan atau membuka antar lapisan untuk mengembang.



Gambar 2.6 Ilustrasi proses interkalasi

[Sumber: http://springerimages.com/images/RSS/1-10.1007_s10853.htm]

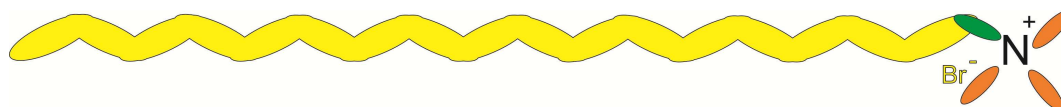
2.5 Surfaktan ODTMA-Br

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

Pada umumnya surfaktan dilambangkan dengan model kepala dan ekor. Bagian kepala melambangkan bagian hidrofilik, sedangkan bagian ekor melambangkan bagian hidrofobik. Bagian hidrofilik merupakan ion logam atau senyawaan logam, sedangkan gugus hidrofobik merupakan rantai hidrokarbon alkil atau alkilaril. Berdasarkan gugus hidrofilik yang dimiliki, surfaktan digolongkan menjadi surfaktan anionik, kationik, surfaktan non ionik serta surfaktan amfoter.

Surfaktan kationik, yaitu surfaktan yang gugus aktifnya bermuatan positif, contohnya adalah garam ammonium kuartener seperti Oktadesil Trimetil Ammonium Bromida. Pada surfaktan ODTMA-Br, terdapat 18 rantai karbon. Surfaktan kationik ini dapat digunakan sebagai penginterkalasi bentonit. Senyawa

ini memiliki rumus $C_{21}H_{46}NBr$ dengan berat molekul 392,52 g/mol dan formula molekulnya $[C_{18}H_{37}N(CH_3)_3]^+Br^-$. Berikut ini adalah Gambar model surfaktan ODTMABr



Gambar 2.7 Oktadesil Trimetilamonium Bromida (ODTMABr)

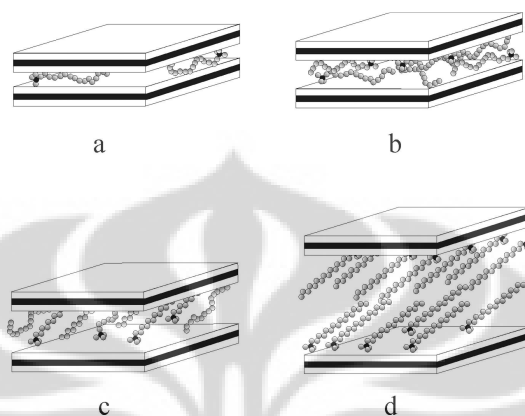
2.6 Organoclay

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

Pada prosesnya, bentonit terdispersi dalam air dan disisipkan surfaktan kationik, amina kuartener diaktifkan dan memanjang tegak lurus dari interlayer clay ke dalam air. Ion bromin berikatan pada rantai karbon secara lemah. Karena ion natrium yang digantikan oleh ammonium bermuatan positif, mereka berikatan dengan brom menghasilkan garam natrium yang kemudian dihilangkan sehingga menjadi organoclay.

Organoclay digunakan secara luas sebagai prekursor nanokomposit, adsorben polutan organik dan material elektrik. Kombinasi sifat hidrofilik surfaktan dan struktur lapisan layer silikat mengakibatkan sifat psikokimia yang khas. Pada saat interkalasi surfaktan, interlayer mineral lempung akan mengalami ekspansi seperti yang terlihat pada data XRD. Sejumlah studi menunjukkan bahwa besarnya *basal spacing* organoclay tergantung pada panjang rantai alkil dan kuatnya ikatan antara surfaktan dengan mineral lempung. Hendrik Heinz dkk, menyatakan bahwa gugus kepala (*head group*) molekul organik yang menginterkalasi montmorillonit turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan. Pada proses tersebut terjadi interaksi organik-

anorganik. Gugus R-NH_3^+ membentuk ikatan hidrogen dengan oksigen silikat dengan jarak rata-rata 150 pm, sementara gugus amina kuartener, $\text{R-N(CH}_3)_3^+$ tidak membentuk ikatan hidrogen dan sebagai implikasinya $\text{R-N(CH}_3)_3^+$ memiliki mobilitas yang tinggi dibandingkan R-NH_3^+ . Gambar 2.7 menunjukkan beberapa posisi surfaktan yang berikatan pada antarlapis bentonit.



Gambar 2.8 Jenis susunan surfaktan dalam lapisan organoclay.

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

2.7 Para-klorofenol

Senyawa *para*-klorofenol merupakan senyawa yang umumnya berbentuk padat pada suhu ruang dan memiliki bau yang tajam. Senyawa ini memiliki rumus molekul $p\text{-C}_6\text{H}_4\text{Cl(OH)}$ serta mempunyai massa relatif sebesar 128.56 g/mol.

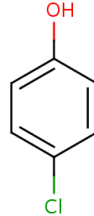
Tabel berikut ini merupakan karakteristik dari senyawa p-klorofenol:

Tabel 2.3 Karakteristik senyawa p-klorofenol

No.	Sifat Fisik	Nilai
1	Titik didih	220 °C
2	Titik lebur	40°C
3	Warna	Putih-bening
4	Densitas	4.43

Sumber: <http://sciencelab.com>

P-klorofenol dapat menimbulkan keracunan pada mamalia, Letal Dosis 50% (LD50) pada tikus akibat pemberian p-klorofenol per oral adalah 367 mg/kg berat badan. Gambar 2.9 merupakan struktur p-klorofenol.



Gambar 2.9 struktur p-klorofenol

[Sumber: <http://bmr.b.wisc.edu>]

Biasanya p-klorofenol masuk ke dalam tubuh melalui kontak dengan kulit dan mata. Hal ini ditandai dengan terjadinya inflamasi pada kulit dan kerusakan pada kornea mata hingga kebutaan. Efek kronis senyawa ini terhadap manusia ialah dapat menyebabkan kerusakan pada liver, otak dan sistem saraf.

2.8 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan peristiwa terakumulasinya partikel pada suatu permukaan. Zat yang diadsorpsi disebut fase teradsorpsi (adsorbat) dan zat yang mengadsorpsi disebut adsorben. Adsorben pada umumnya adalah zat padat yang berongga, contohnya zeolit dan arang aktif (Atkins 1999). Mekanisme adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua yaitu, adsorpsi secara fisika (fisisorpsi) dan adsorpsi secara kimia (kimisorpsi).

Adsorpsi fisik terjadi karena adanya gaya mempunyai jarak jauh tapi lemah dan energi yang dilepaskan jika partikel teradsorpsi secara fisik mempunyai orde besaran yang sama dengan entalpi kondensasi. Adsorpsi ini bersifat reversible, berlangsung pada temperatur rendah, dan tidak perlu aktivasi. Penerapannya antara lain pada penentuan luas permukaan, analisis kromatografi, pemurnian gas dan pertukaran ion.

Kimisorpsi terjadi diawali dengan adsorpsi fisik, yaitu partikel-partikel adsorbat mendekat ke permukaan adsorben melalui gaya Van der Waals atau melalui ikatan hidrogen, diikuti oleh adsorpsi kimia yang terjadi setelah adsorpsi

fisika. Pada adsorpsi kimia, partikel melekat pada permukaan dengan membentuk ikatan kimia (biasanya ikatan kovalen) dan cenderung mencari tempat yang memaksimalkan bilangan koordinasi dengan substrat. Adsorpsi kimia bersifat ireversibel dan berlangsung pada temperatur tinggi.

Isoterm adsorpsi merupakan fungsi konsentrasi zat terlarut yang teradsorpsi pada adsorben terhadap konsentrasi adsorbat dalam larutan. Kesetimbangan terjadi pada saat laju pengikatan adsorben terhadap adsorbat sama dengan laju pelepasannya. Terdapat beberapa tipe isoterm yang digunakan untuk menggambarkan interaksi antara adsorben dan adsorbat. Tipe isoterm adsorpsi yang umum digunakan untuk menggambarkan fenomena adsorpsi padat-cair adalah tipe isoterm Langmuir dan Freundlich (Atkins 1999).

2.8.1 Isoterm Langmuir

Isoterm ini berdasarkan asumsi bahwa:

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

Namun, biasanya asumsi-asumsi sulit diterapkan karena hal-hal berikut: selalu ada ketidaksempurnaan pada permukaan, molekul teradsorpsi tidak *inert* dan mekanisme adsorpsi pada molekul pertama sangat berbeda dengan mekanisme pada molekul terakhir yang teradsorpsi. (Nyoman, 2007)

2.8.2 Isoterm Freundlich

Isoterm ini berdasarkan asumsi bahwa adsorben mempunyai permukaan yang heterogen dan tiap molekul mempunyai potensi penyerapan yang berbeda-beda. Untuk rentang konsentrasi yang kecil dan campuran yang cair, isoterm adsorpsi dapat digambarkan dengan persamaan empirik yang dikemukakan oleh Freundlich. Persamaan ini merupakan persamaan yang paling banyak digunakan saat ini. Persamaannya adalah

$$x/m = kC^{1/n}$$

dengan x = banyaknya zat terlarut yang teradsorpsi (mg)

m = massa dari adsorben (mg)

C = konsentrasi dari adsorbat yang tersisa dalam kesetimbangan

k, n , = konstanta adsorben

Dari isoterm ini, akan diketahui kapasitas adsorben dalam menyerap air.
(Surakarta, 2007)

2.9 Karakterisasi

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

2.9.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

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

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

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

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

Pada penelitian ini XRD digunakan untuk melihat basal spacing pada fraksi 2 montmorillonit, natrium montmorillonit serta OCT. Di samping itu, penggunaan XRD juga dapat mengidentifikasi mineral-mineral yang terdapat dari tiap sampel seperti montmorillonit dan kuarsa melalui besarnya intensitas puncak pada 2θ .

2.9.2 Spektrofotometri Infra Merah (FTIR)

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

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

Berbagai bahan kimia dapat diidentifikasi seperti cat, polimer, pelapis, obat-obatan, dan lain-lain. Secara kualitatif, FTIR mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul tersebut. Panjang gelombang cahaya yang diserap ialah sesuai karakter ikatan kimia yang dapat dilihat spektrum khasnya. Biasanya pada senyawa anorganik, spektra yang muncul lebih simpel. Seperti halnya spektra Si-CH₃, Si-O-Si, Si-C, dll. Penggunaannya untuk analisis kuantitatif dihitung dengan hubungan antara spektrum absorpsi dan konsentrasi biasanya untuk pengukuran jumlah silika dalam industri.

Dari FTIR dapat dilihat gugus fungsi pada spektrum yang khas antara Fraksi montmorillonit, Na-MMT dan Organoclay sehingga dapat dibandingkan spektrum dari sebelum dan sesudah penambahan surfaktan. Disamping itu dapat

ditentukan pula organoclay yang sudah menyerap p-klorofenol melalui spektrum khas dari gugus fungsi senyawa organochlorin.

2.9.3 Spektrofotometer UV/Visibel

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

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

Pada penelitian kali ini, spektrofotometer UV-Visibel berguna untuk menentukan besar absorbansi dari sampel yang terserap dalam hal ini p-klorofenol. Selain itu, alat ini juga digunakan saat menentukan Kapasitas Tukar Kation dengan menggunakan Tembaga Etilendiamina.

2.9.4 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy(EDS)

Energy Dispersion X-ray Spectroscopy (EDS atau EDX) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk menganalisa unsur atau karakterisasi kimia dari sampel. Kemampuan karakterisasi berdasarkan pada prinsip dasar bahwa setiap elemen memiliki atom dengan struktur unik memungkinkan sinar X yang merupakan ciri khas dari struktur atom suatu elemen untuk diidentifikasi secara unik dari satu dengan yang lain.

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



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia yang dimulai pada bulan Februari 2012 hingga Juni 2012.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat Proses:

- Piala gelas 100, 250, 500, dan 1000 mL
- Labu ukur 25, 100, 200, 500, 1000 mL
- Pipet volumetri 10 mL, 1 mL, 25 mL, 50 mL
- Pipet tetes, Bulb
- Oven
- Batang pengaduk dan Spatula
- Botol semprot, Bulb
- Mortar
- Termometer
- Sentrifuge, tabung sentrifuge
- Cawan porselen/kaca arloji
- Magnetic Stirrer dan Stirrer bar

3.2.2. Alat Uji:

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

3.2.3 Bahan

- Bentonit Alam Tapanuli
- Akuades
- NaCl
- AgNO₃
- Oktadesil Trimetilammonium Bromida (ODTMA-Br)
- Etilendiamine
- CuSO₄
- P-klorofenol

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi Bentonit

Bentonit asal Tapanuli yang sudah digerus, segera dipanaskan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam. Bentonit alam yang sudah kering kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, EDS dan FTIR.

3.3.2 Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 80 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas piala dan ditambahkan 1,6 liter akuades. Campuran tersebut diaduk dengan stirrer selama 30 menit kemudian didiamkan selama 5 menit. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi. Endapan ini disebut sebagai fraksi satu (F1). Suspensi sisa fraksi satu didiamkan kembali selama 2 jam. Endapan yang didapat ialah fraksi dua (F2). Endapan dari fraksi dua lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 °C sampai kering dan kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

3.3.3 Sintesis Na-Montmorillonite (Na-MMT)

Sebanyak 20 gram fraksi dua bentonit disuspensikan ke dalam 600 mL larutan NaCl 1 M. Dilakukan pengadukan dengan menggunakan stirrer selama 6 jam. Campuran didekantasi dan diambil endapannya. Endapan tersebut

didispersikan kembali dengan 600 mL NaCl 1 M. Kemudian dilakukan pengadukan dengan stirrer kembali selama 6 jam, lalu endapan didekantasi. Endapan dicuci dengan akuades beberapa kali. Filtrat diuji dengan menambahkan AgNO₃ 1 M beberapa mL hingga tidak terbentuk endapan putih AgCl. Setelah dilakukan pencucian, endapan kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 110-120 °C. Endapan digerus dan diayak hingga berukuran 100 mikron. Na-MMT yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, EDS dan FTIR.

3.3.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Larutan Cu(en)₂²⁺ 0.01 M dibuat dengan mencampurkan larutan CuSO₄ 1M dan larutan etilendiamin 1 M dengan perbandingan stoikiometri (1:2). Sebanyak 0.1 gram bentonit disuspensikan dengan 5 mL larutan kompleks Cu(en)₂²⁺ dan akuades 20 mL. Kemudian suspensi diaduk dengan stirrer selama 30 menit. Absorbansi larutan sebelum dan setelah dicampur diukur dengan spektrofotometer UV/Vis pada λ maks 536 nm. Larutan standar dibuat dengan konsentrasi yang mendekati absorbansi filtrat larutan kompleks setelah distirrer.

3.3.5 Sintesis *Organoclay*

Sebanyak 2,5 gram Na-MMT didispersikan dalam 500mL aquademin kemudian di stirrer selama 10 jam pada suhu 60°C. ODTMA-Br 0,6133gram yang sudah siap dalam 30mL air kemudian di tambahkan ke dalam suspensi Na-MMT tersebut secara perlahan. Tambahkan aquademin hingga 2 liter dalam Campuran disonikasi pada suhu 60°C selama 30 menit. Suspensi didekantasi dan endapan dicuci beberapa kali dengan akuades sampai yakin tidak ada bromida yang tersisa. Kemudian campuran disentrifugasi lalu endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 3 jam. Hasil *organoclay* yang didapat diuji dengan XRD, EDS,FTIR, dan TGA.

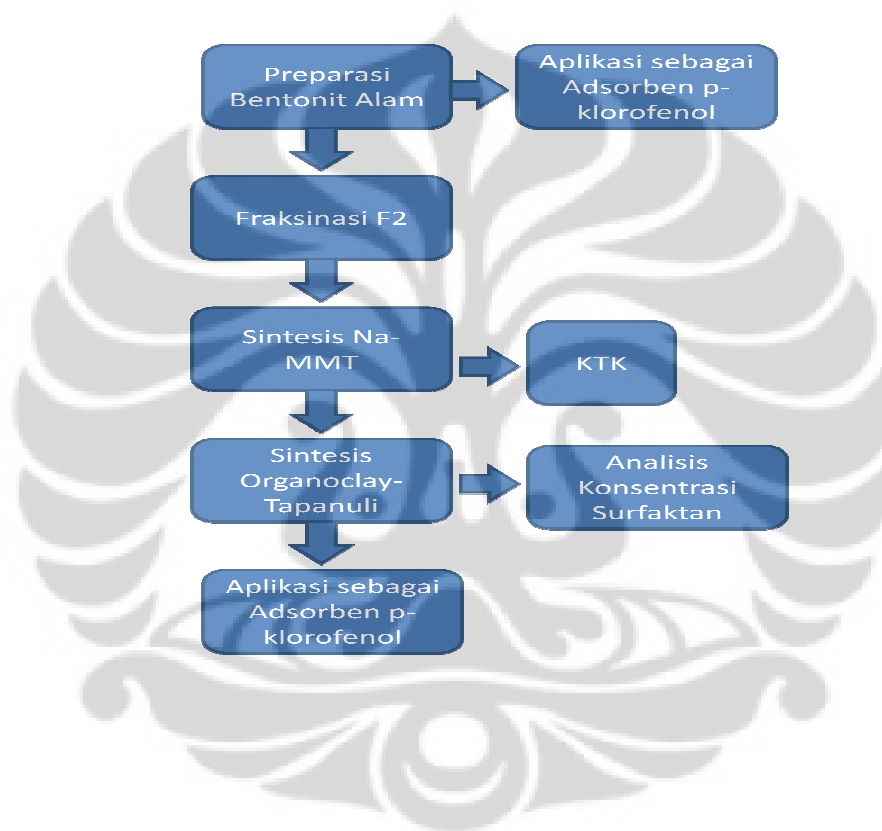
3.3.6 Penentuan Kapasitas OCT dan Bentonit Alam sebagai Adsorben P-klorofenol

Sebanyak 0,25 gram OCT didispersikan masing-masing ke dalam 25 mL larutan p-klorofenol 5,10,15,20 dan 50 ppm. Campuran distirrer selama 1/2 jam

pada suhu ruang kemudian di diamkan hingga 12 jam. Filtrat diambil dengan cara disentrifugasi selama 5 menit. Larutan standar dan Filtrat sampel diukur dengan UV-Vis pada panjang gelombang maksimum untuk mengetahui absorbansinya. Padatan diuji dengan XRD dan FTIR.

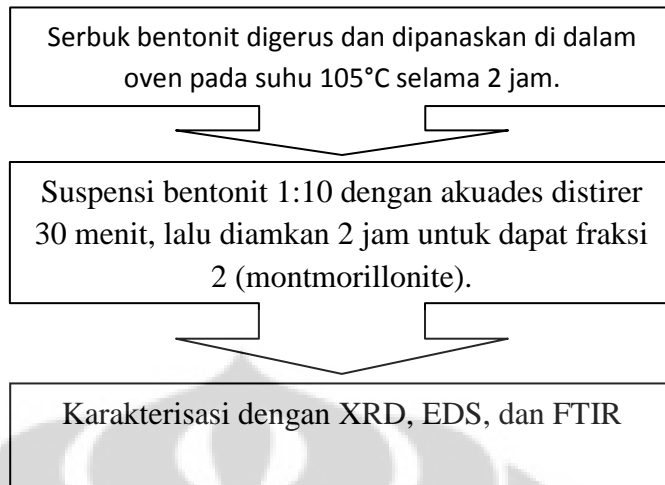
3.3.7 Diagram Alur Penelitian

Diagram Alur penelitian dibawah ini merupakan alur yang dilakukan dari bulan Februari hingga Juni dengan tiap alur memakan waktu yang berbeda-beda.

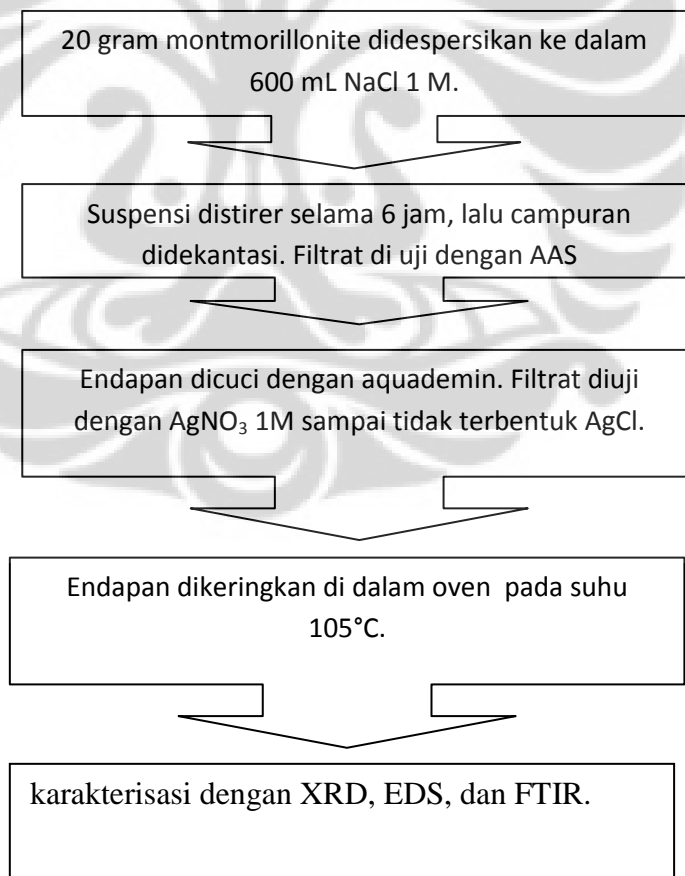


3.4 Prosedur Kerja (Bagan Kerja)

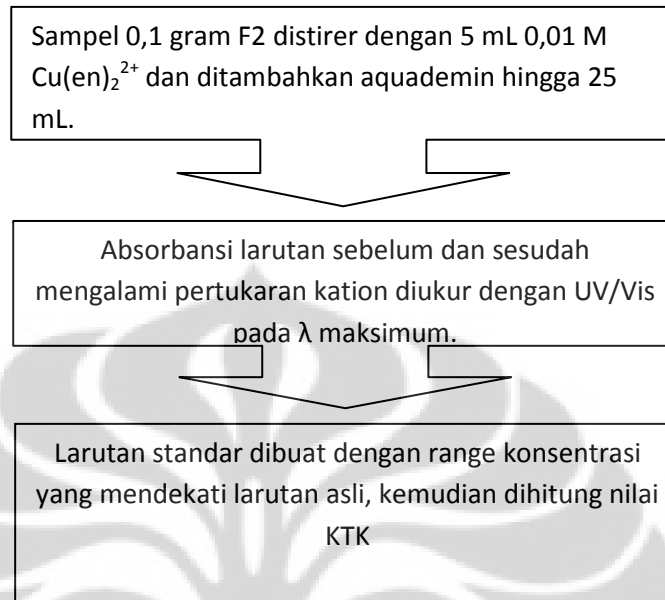
3.4.1 Preparasi Bentonit



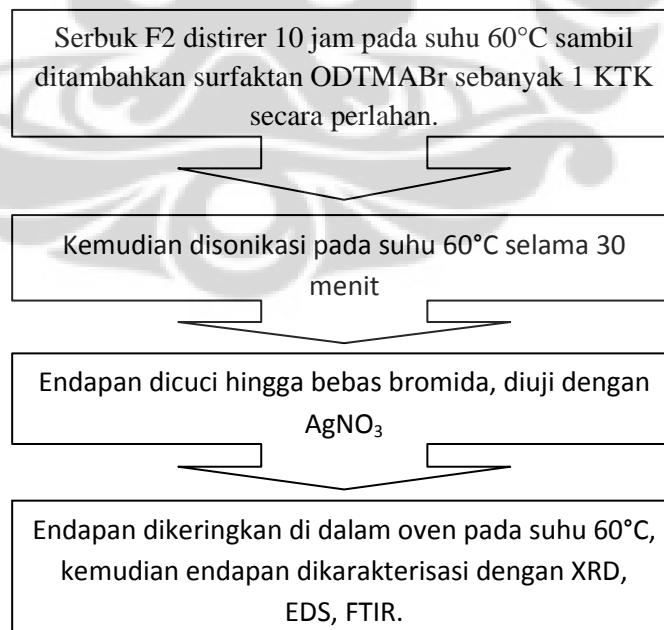
3.4.2 Sintesis Na-Montmorillonite



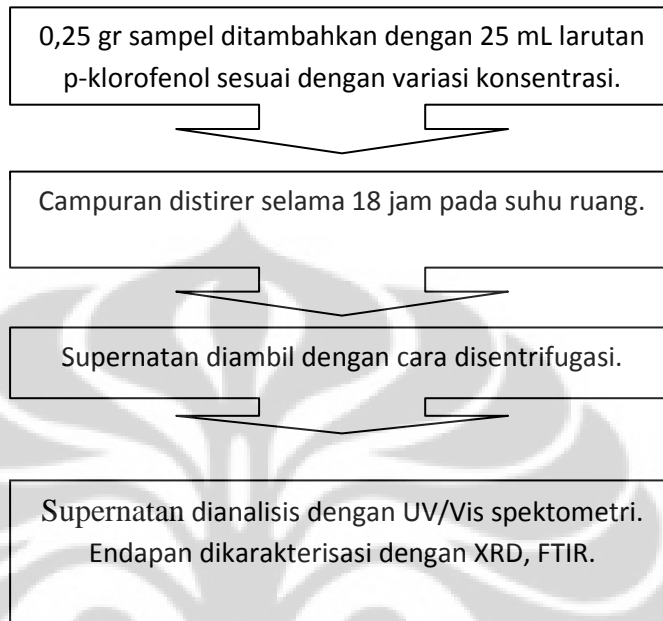
3.4.3 Kapasitas Tukar Kation



3.4.4 Sintesis *Organoclay*



3.4.5 Penentuan Kapasitas *Organoclay* dan Bentonit Alam sebagai Adsorben P-klorofenol

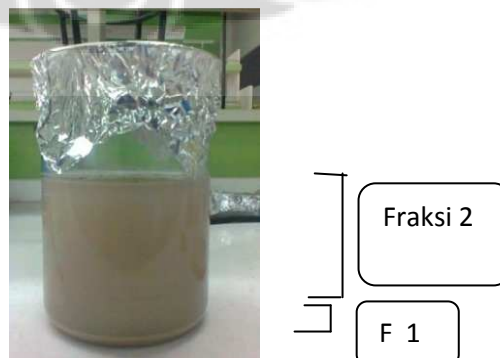


BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

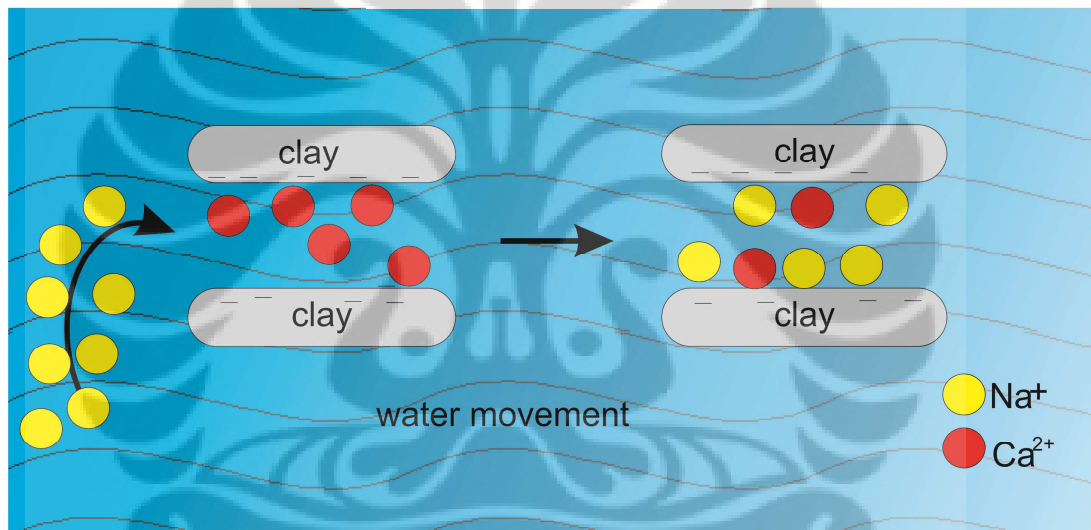
4.1. Preparasi bentonit

Penelitian ini diawali dengan aktivasi dari bentonit asal Tapanuli pada suhu 105°C. Pada suhu ini air yang kemungkinan sudah masuk ke dalam bentonit dapat menguap kembali sehingga sifat alami bentonit sebagai adsorben dapat bekerja maksimal. Bentonit tapanuli memiliki ukuran yang halus sehingga tidak perlu dilakukan penggerusan terlebih dahulu. Kandungan utama dari bentonit ialah mineral montmorillonit. Namun mineral lain seperti kuarsa, illite, dan kristoballite juga ada dalam bentonit dalam jumlah kecil. Maka, untuk menghilangkan mineral-mineral selain montmorillonite, dilakukan fraksinasi yaitu dengan menstirer selama 30 menit bentonit alam yang telah diaktivasi, kemudian memindahkan bagian atas suspensi setelah didiamkan sekitar 5 menit. Fraksi 1 merupakan bagian bawah bentonit yang mengendap setelah didiamkan, sedangkan fraksi 2 merupakan suspensi yang masih melayang di dalam beaker (Gambar 2.1). Hal ini disebabkan massa jenis dari montmorillonit lebih kecil dibandingkan dengan mineral lainnya. Fraksi 2 yang masih membentuk suspensi menunjukkan bahwa interaksi antara air dengan *interlayer* silikat pada montmorillonit terjadi cukup kuat (Oktaviani, 2010). Fraksi 2 merupakan fraksi dimana kandungan montmorillonit dari bentonit memiliki jumlah paling besar dibandingkan dengan fraksi 3 ataupun fraksi 4 (Irwansyah, 2007). Maka pada penelitian ini digunakan fraksi 2 untuk masuk ke dalam tahapan kerja selanjutnya.



Gambar 4.1 Fraksinasi bentonit. F1 mengendap terlebih dahulu, F2 masih membentuk suspensi (Oktaviani, 2011).

Setelah fraksi 2 terbentuk, dilakukan penyeragaman kation Na^+ di antarlapis bentonit. Penyeragaman ini bertujuan untuk mengganti semua kation kation dengan Na^+ sehingga penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK) dapat lebih mudah dilakukan karena didasarkan pada jumlah kation Na^+ . Konsentrasi ion Na^+ yang dicampurkan kedalam suspensi F2 ialah sebesar 6M. Konsentrasi ion Na^+ sengaja dibuat pekat agar ion-ion tersebut mampu memaksa kation kation lain yang memiliki valensi lebih dari satu dapat terlepas dari lapisan *interlayer* bentonit. Hasil dari penyeragaman kation ini disebut Na-Montmorillonit (Na-MMT). Pertukaran ion Na^+ diilustrasikan oleh Gambar 4.2.

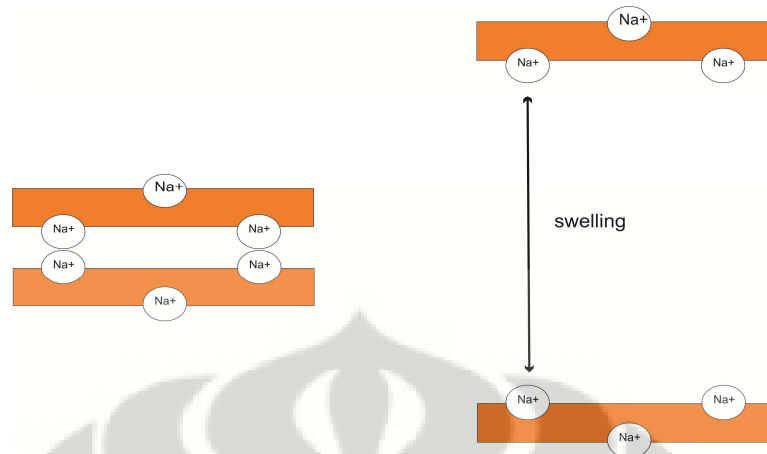


Gambar 4.2 pertukaran ion oleh Na^+

Na-MMT memiliki sifat mengembang (swelling) yang baik, sehingga dengan menyeragamkannya, daya swelling dari montmorillonit akan semakin tinggi. Dengan semakin tingginya daya swelling dari montmorillonit, maka surfaktan yang masuk kedalam *interlayer* lapisan bentonit akan semakin banyak.

Di bandingkan dengan Ca-bentonit, Na-bentonit memiliki daya swelling yang jauh lebih besar. Sebabnya adalah Na-bentonit yang hanya memiliki muatan satu positif berikatan dengan permukaan siloxan (Si-O) pada salah satu lembar

saja, sehingga antar lapis bentonit dapat diisi oleh 2 ion Na^+ dan menimbulkan daya tolak. Daya tolak inilah yang membuat antar lapis bentonit terpisah cukup jauh seperti yang diilustrasikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Na-bentonit mengalami swelling

4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation

Kapasitas Tukar Kation (KTK) ditentukan setelah Na-MMT berhasil didapat. Metode yang digunakan untuk penentuan KTK ialah metode kompleks $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$. Metode ini dilakukan dengan mensuspensikan bentonit kedalam kompleks $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ dan aquademin kemudian distirer selama 30 menit. $\text{Cu}(\text{en})_2^{2+}$ yang terserap dapat dihitung dengan melihat banyaknya kompleks yang tersisa melalui instrumen Spektrofotometer visible.

Pertukaran kation dengan logam berat seperti Cu bersifat irreversible dan tidak bergantung pada pH. Kelebihan metode ini dibandingkan dengan metode Kjeldahl ialah pada metode ini terjadi reaksi tunggal yang lebih cepat dalam pertukaran kationnya. Kapasitas Tukar Kation yang dihasilkan juga lebih reproduisible dengan akurasi sekitar 10% untuk $\text{CEC} < 20 \text{ meq}/100 \text{ gram clay}$ (Bergaya, 1997).

Perhitungan bisa didapat melalui kurva antara absorbansi dengan konsentrasi melalui persamaan garis dengan memasukkan nilai konsentrasi ke formula determinasi KTK. Berikut ini adalah tabel konsentrasi larutan kompleks tembaga amin

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

Konsentrasi awal (mmol/gram)	Konsentrasi akhir (mmol/gram)	Konsentrasi yang diserap (mmol/gram)	Nilai KTK (mek/100 gram clay)
0,00296	0,00171	0,00125	62,5

$\lambda = 536\text{nm}$; volume = 25 mL ; massa Na-MMT = 0.1 gram

Berdasarkan kurva antara konsentrasi dan absorbansi dari larutan kompleks tembaga amin, diperoleh persamaan $y = 0,964 x + 0,001$. Nilai konsentrasi dari larutan kompleks tembaga amin yang sisa dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan tersebut. Dengan melakukan perhitungan, didapat nilai KTK Na-MMT sebesar 62,5 (mek/100gram).

4.3 Sintesis *Organoclay*

Dalam pembuatan organoclay, nilai KTK menjadi faktor yang cukup penting karena jumlah surfaktan yang masuk bergantung pada besarnya jumlah bentonit yang didispersikan agar surfaktan bisa masuk kedalam bentonit dengan maksimal. Surfaktan yang digunakan pada penelitian ini ialah Oktadesil Trimetilamonium Bromida atau biasa disebut ODTMABr. Dengan penggunaan surfaktan ini diharapkan senyawa organochlorin dapat terserap lebih banyak karena surfaktan ini memiliki rantai alkil yang panjang. Semakin panjang rantai alkil, maka stabilitas termal dari bentonit akan semakin tinggi, daya *swelling* bentonit juga akan semakin besar.

Proses pembuatan organoclay dilakukan dengan memasukkan surfaktan kedalam Na-MMT yang sudah didispersikan dalam air dan berada dalam kondisi pengadukan dengan stirer. Penambahan surfaktan dilakukan setetes demi setetes setelah Na-MMT dalam air sudah benar-benar terdistribusi secara merata dan suhu suspensi sudah mencapai 60°C . Penambahan setetes demi setetes serta pengadukan dilakukan agar surfaktan yang masuk dapat berikatan dengan bentonit secara merata serta surfaktan yang telah masuk tidak berkumpul membentuk misel. Agar surfaktan yang telah masuk ke dalam antarlapisan bentonit dapat

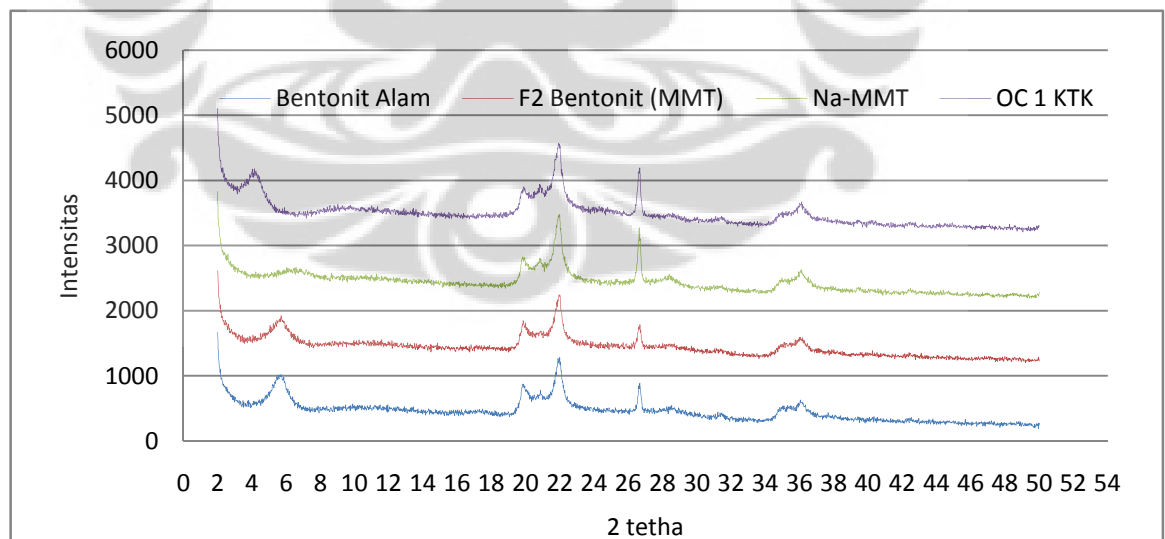
terikat secara kuat maka surfaktan ditambahkan dalam kondisi suhu diatas suhu ruang yaitu sekitar 60°C .

Kation-kation yang berikatan pada bentonit yang didominasi oleh ion Na^+ akan mengalami pertukaran dengan surfaktan kationik melalui pengadukan selama sepuluh jam. Selain itu, surfaktan juga akan menginterkalasi permukaan negatif bentonit yang belum berikatan dengan kation lain. Interaksi surfaktan kationik tidak hanya mengubah sifat bentonit dari hidrofilik menjadi hidrofobik, tapi juga mampu meningkatkan basal spacing dari bentonit. Peningkatan basal spacing yang terjadi cukup besar bila dibandingkan tanpa interkalasi surfaktan.

4.4 Karakterisasi

4.4.1 X-ray Diffractometry (X-RD)

Uji XRD dilakukan pada bentonit alam, fraksi 2 (montmorillonit), Na-Montmorillonit, dan organoclay (OCT). Hal ini bertujuan agar diketahui jarak basal spacing dari tiap fase dan sejauh mana surfaktan yang diinterkalasi dapat memperbesar jarak basal spacing dari bentonit. Berikut ini merupakan hasil uji XRD pada tiap fase.



Gambar 4.4 Difraktogram dari Bentonit Alam, MMT, Na-MMT, OCT

Gambar diatas menunjukkan pola difraksi dari bentonit alam, fraksi dua montmorillonit, Na-MMT dan organoclay. Dari Gambar tersebut dapat dilihat beberapa puncak khas montmorillonit yaitu pada sekitar $2\theta = 19,6^\circ$; $26,7^\circ$ dan 36° . Selain itu muncul pula puncak khas yang menunjukkan mineral kuarsa yaitu pada $2\theta = 22^\circ$. Hal ini menandakan bahwa terdapat mineral lain seperti kuarsa dalam bentonit Tapanuli. Hubungan antara 2θ dengan d-spacing dibuktikan dalam rumus:

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

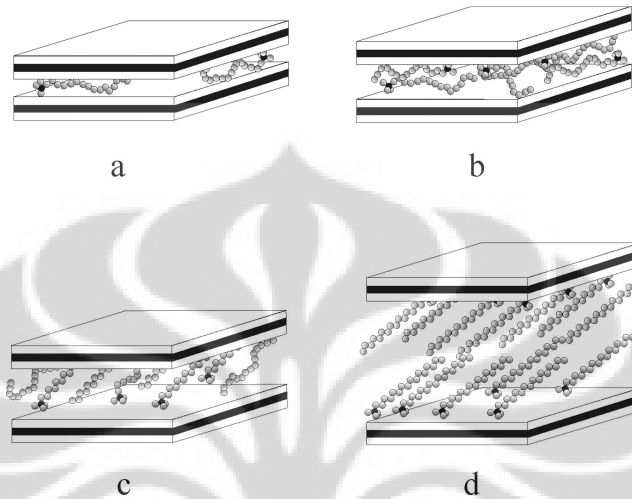
Dari Gambar terlihat bahwa terjadi pergeseran 2θ pada puncak Na-MMT dan OCT. Pada Na-MMT puncak bergeser ke kanan menunjukkan 2θ yang lebih besar dibandingkan dengan fraksi 2. Hal ini menunjukkan bahwa nilai d spacing dari Na-MMT mengalami penurunan dibandingkan dengan F2. Hal ini dapat diketahui secara kualitatif dengan memperhatikan rumus diatas. Begitu pula dengan OCT 1KTK, pada puncak terjadi pergeseran ke arah kiri yang menunjukkan menurunnya 2θ . Hal ini menandakan bahwa telah terjadi peningkatan nilai d-spacing pada OCT dibandingkan dengan Na-MMT dan F2. Tabel berikut akan memberikan informasi secara kuantitatif nilai d-spacing dari tiap fraksi bentonit.

Tabel 4.2 Besar nilai d-spacing tiap fraksi Bentonit

Sampel	2 theta	d Spacing (Å)
Bentonit Alam	5,61	15,7
F2	5,62	15,69
Na-MMT	6,16	14,33
1 KTK	4,19	21,04

Dari tabel diatas dapat terlihat bahwa terjadi peningkatan d-spacing dari Na-MMT yang nilainya 14,33 meningkat menjadi sebesar 21,04 saat bentonit telah menjadi *organoclay*. Studi sebelumnya dijelaskan bahwa OCT 1 KTK memiliki nilai d-spacing paling besar dibandingkan dengan OCT 2 KTK dan OCT 2,5 KTK. Bahkan pada OCT 2,5 KTK terjadi penurunan d-spacing yang cukup

signifikan. Hal ini kemungkinan dikarenakan konsentrasi surfaktan yang berlebih, akan menyebabkan surfaktan tersusun secara lateral satu lapis dalam bentonit. Pola XRD untuk 2,5 KTK pun mengalami perubahan (Gambar 4.5). Perubahan pada difraktogram tersebut kemungkinan disebabkan pengaruh dari penambahan surfaktan yang berlebihan (Oktaviani, 2011). Gambar berikut memperlihatkan kemungkinan posisi surfaktan yang masuk kedalam bentonit.

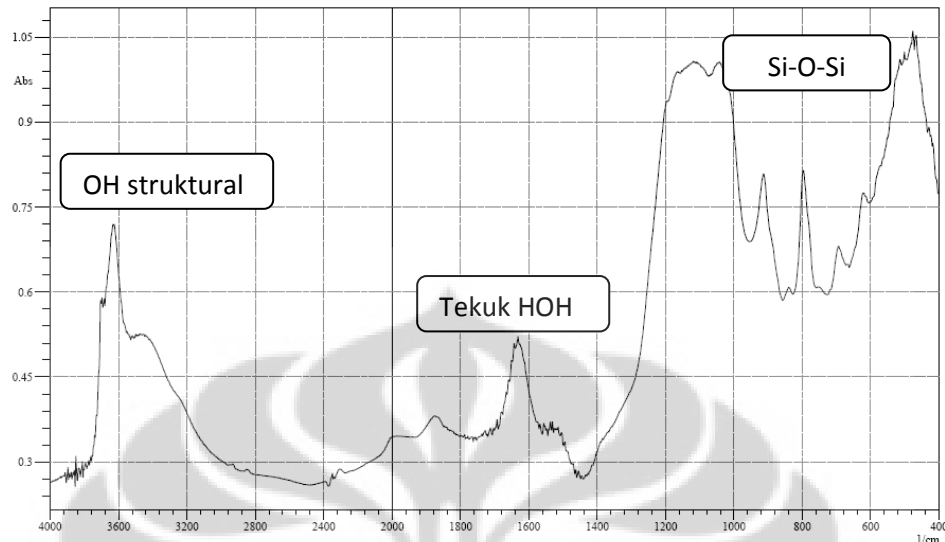


Gambar 4.5 Jenis susunan alkil dalam lapisan organoclay. a) lateral satu lapis (monolayer); b) lateral dua lapis (bilayer); c) paraffin satu lapis (monolayer) dan d) paraffin dua lapis (bilayer)

Surfaktan yang digunakan dalam penelitian ini ialah ODTMABr yang memiliki 18 rantai alkil. Pada studi sebelumnya dijelaskan bahwa surfaktan ODTMABr dengan 18 rantai alkil nilai d-spacing lebih besar dibandingkan dengan surfaktan HDTMABr yang memiliki 16 rantai alkil (Haryani, 2010). Dengan semakin besarnya nilai d-spacing diharapkan semakin besar pula kemungkinan polutan-polutan organik yang terserap pada organoclay.

4.4.2 Spektroskopi Infra Merah (FTIR)

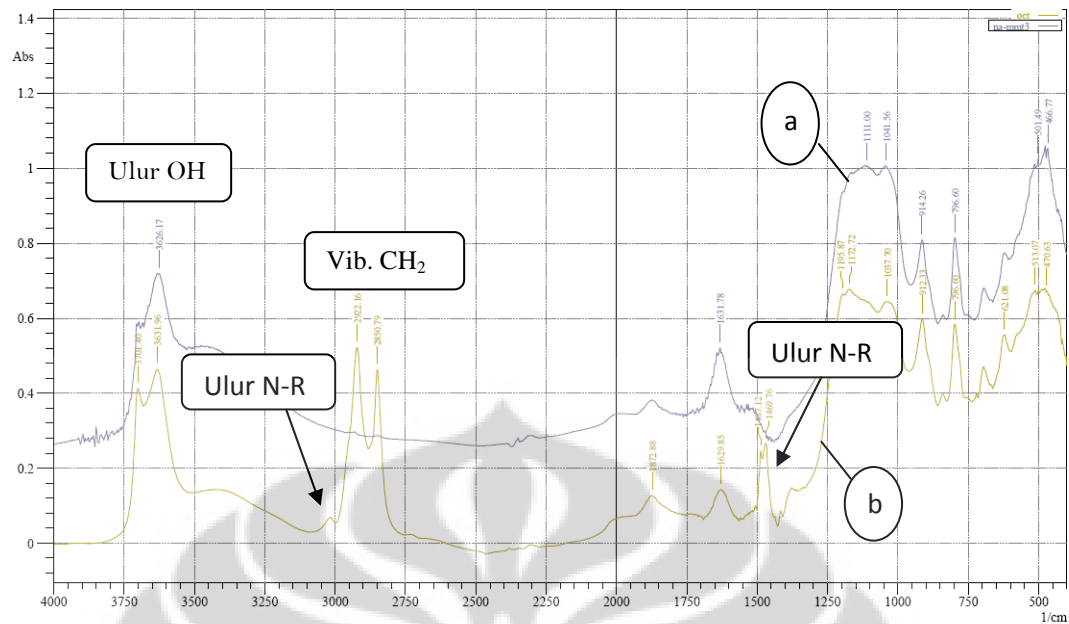
Uji FTIR dilakukan agar diketahui puncak-puncak khas yang menunjukkan gugus fungsi di tiap fase bentonit.



Gambar 4.6 FTIR dari F2 (Montmorillonit)

Dari hasil karakterisasi FTIR pada F2, terlihat serapan khas bentonit yaitu pada kisaran bilangan gelombang 3633 cm^{-1} yang menunjukkan puncak OH struktural dari kerangka silikat bentonit. Vibrasi tekuk dari molekul air juga terlihat dengan sangat jelas pada kisaran bilangan gelombang 1630 cm^{-1} . Serapan vibrasi tekuk Si-O-Si terlihat pada bilangan gelombang sekitar 528 cm^{-1} dan pada kisaran bilangan gelombang 914 cm^{-1} dan 1040 cm^{-1} terlihat intensitas puncak yang menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Si pada bentonit.

Pada Gambar spektrum Na-MMT di bawah ini, puncak yang terbentuk tidak berbeda dengan puncak pada montmorillonit, hanya saja intensitas pada Spektrum Na-MMT terlihat lebih tinggi dibandingkan dengan Montmorillonit. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh banyaknya molekul air yang masuk dalam Na-MMT. Hal ini terlihat jelas pada kisaran bilangan gelombang 1630 cm^{-1} dan 3600 cm^{-1} , Intensitas pada kisaran bilangan gelombang ini menunjukkan absorbansi yang meningkat pada Na-MMT. Kedua bilangan gelombang tersebut menunjukkan vibrasi tekuk HOH dan vibrasi ulur dari OH struktural.



Gambar 4.7 Spektrum IR dari Na-Montmorillonit dan Organoclay Tapanuli

Dari Gambar di atas, terlihat perbedaan yang jelas antara Spektrum Na-MMT dengan OCT dimana terdapat puncak yang khas dari OCT yang tidak dimiliki oleh Na-MMT. Pada bilangan gelombang sekitar 2840 cm^{-1} terlihat puncak serapan yang menunjukkan vibrasi simetrik dan asimetrik dari C-H pada metilen ($-\text{CH}_2$). Puncak ini membuktikan bahwa surfaktan Kationik yang memiliki rantai karbon metilen telah masuk kedalam bentonit. Vibrasi tekuk NR_3^+ Asimetrik dan Simetrik terlihat pada kisaran bilangan gelombang 1470 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa garam amonium kuarterner telah masuk dalam bentonit.

4.4.3 EDS

Tabel berikut ini menunjukkan banyaknya unsur pada tiap fraksi bentonit yang terdeteksi pada instrument EDS:

Tabel 4.3 Persen komponen pada bentonit alam, F2, Na-MMT, dan OCT

Jenis Bentonit	C (%)	O(%)	Na(%)	Mg(%)	Al(%)	Si(%)	Ca(%)	Fe(%)
Bent.Alam	4,12	52,21	0	0,86	15,35	26,02	0,25	1,18
F2	4,67	52,1	0	0,64	12,87	28,1	0,14	1,49
Na-MMT	3,69	52,78	0,92	0,6	10,73	30,61	0	0,68
OCT	8,39	62,71	0	0,55	6,67	19,98	0	1,8

Dari tabel di atas, terlihat beberapa Kation seperti Mg^{2+} , Ca^{2+} dan $Fe^{2+/3+}$ berada dalam bentonit alam dan F2 montmorillonit. Ketika dilakukan sintesis Na-MMT terjadi penyisipan kation Na^+ ke dalam antarlapis bentonit, hal ini menyebabkan kation-kation seperti Ca^{2+} , Mg^{2+} , dan $Fe^{2+/3+}$ mengalami penurunan persen berat. Di sisi lain ion Na^+ mengalami kenaikan dari 0% menjadi 0,92%. Hal ini menunjukkan pertukaran ion yang cukup baik antara kation penyeimbang dengan ion Na^+ .

Dalam pembuatan organoclay, terjadi penyisipan surfaktan yang memiliki banyak rantai karbon kedalam *interlayer* bentonit menggantikan ion Na^+ dan beberapa kation lain. Hal ini dibuktikan dengan meningkatnya persen berat C pada saat bentonit telah menjadi organoclay. Dari data EDS di atas, terlihat bahwa persen karbon meningkat cukup drastis dari 3,69% menjadi 8,39%. Selain itu, Jumlah persen Natrium dalam organoclay juga menjadi 0%, hal ini menandakan bahwa kation natrium sudah mengalami pertukaran ion dengan surfaktan kationik.

4.5 Aplikasi OCT Sebagai Adsorben Para-klorofenol

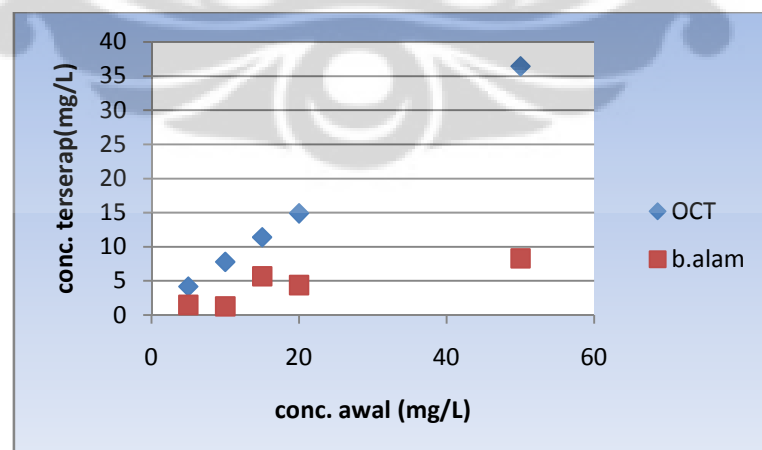
Pada penelitian ini, dilakukan uji aplikasi organoclay 1 KTK sebagai adsorben senyawa organochlor. Senyawa yang digunakan ialah p-klorofenol. Dilakukan berbagai variasi konsentrasi agar dapat diketahui konsentrasi optimum dari p-klorofenol yang terserap oleh organoclay. Sebagai pembanding, dilakukan

juga aplikasi terhadap p-klorofenol dengan bentonit alam sebagai adsorbennya. Tabel 4.4 di bawah ini menunjukkan jumlah p-klorofenol yang terserap pada bentonit alam dan OCT pada konsentrasi 5,10,15,20 dan 50 ppm.

Tabel 4.4 Perbandingan Serapan Konsentrasi P-klorofenol antara Bentonit Alam dengan OCT 1KTK

Konsentrasi awal p-klorofenol (mg/L)	Serapan Bentonit Alam (mg/L)	Serapan OCT (mg/L)
5	1,5	4,2
10	1,3	7,8
15	5,7	11,4
20	4,4	14,9
50	8,3	36,4

Data yang didapat dari tabel diatas kemudian diolah menjadi bentuk kurva agar terlihat perbandingan kenaikan konsentrasi yang terserap baik dari bentonit alam maupun dari OCT. Gambar 4.9 menunjukkan kurva hasil dari bentonit alam dengan OCT 1KTK dalam menyerap senyawa p-klorofenol.

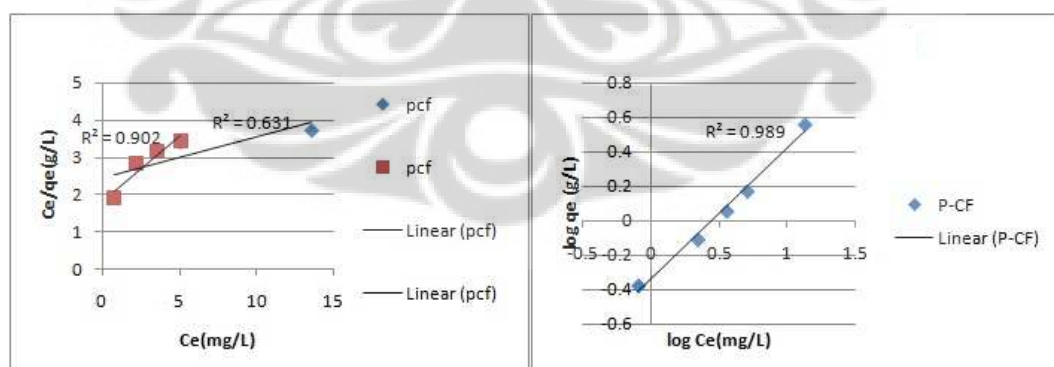


Gambar 4.8 Kurva Adsorpsi Bentonit Alam dengan OCT

Dari kurva adsorpsi diatas, dapat dilihat bahwa OCT dapat menyerap lebih banyak senyawa p-klorofenol dibandingkan dengan bentonit alam pada tiap titik konsentrasinya. Hal ini disebabkan pada OCT terdapat surfaktan yang mampu mengikat senyawa p-klorofenol lebih banyak dibandingkan dengan bentonit alam. Adanya surfaktan ODTMABr juga menyebabkan ikatan yang terjadi antara OCT dengan p-klorofenol menjadi lebih kuat. Hal ini dapat terjadi karena gugus nonpolar pada surfaktan mengikat p-klorofenol yang juga bersifat non polar.

Dari kurva di atas juga terlihat bahwa pada bentonit alam konsentrasi p-klorofenol yang terserap tidak beraturan. Pada konsentrasi 50 ppm, bentonit alam hanya mampu mengadsorp p-klorofenol sebanyak 8,3 ppm. Hal ini membuktikan bahwa bentonit alam tanpa adanya modifikasi tidak mampu menyerap p-klorofenol dengan baik. Hal ini sangat berbeda dengan OCT yang mampu mengadsorp p-klorofenol dengan baik hingga pada konsentrasi 50 ppm belum tercapai konsentrasi optimum.

Data yang didapat pada Tabel 4.4 kemudian diolah untuk mengetahui model isotherm adsorpsinya. Berikut ini adalah grafik linearitas dari isotherm adsorpsi Freundlich dan Langmuir dari bentonit alam dan OCT yang telah menyerap p-klorofenol:

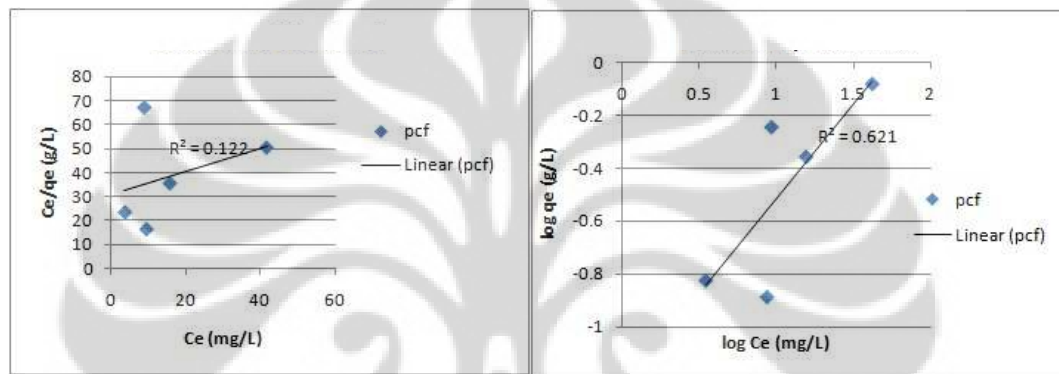


Gambar 4.9 Grafik penentuan linearitas isotherm adsorpsi Freundlich dan Langmuir dari OCT terhadap p-klorofenol

Dari grafik kurva isotherm adsorpsi diatas, terlihat bahwa linearitas dari kurva isotherm Freundlich lebih mendekati 1 yaitu 0,989 dibandingkan dengan isotherm Langmuir yang hanya sebesar 0,631. Hal ini menandakan bahwa senyawa

organik p-klorofenol lebih cenderung teradsorpsi membentuk multilayer. Namun jika hanya digunakan empat titik awal dari kurva isoterm langmuir, linearitas dari kurva tersebut mencapai 0,902. Maka kemungkinan yang terjadi adalah pada konsentrasi rendah, p-klorofenol berinteraksi dengan OCT membentuk lapisan monolayer pada bagian permukaan bentonit yang homogen.

Pada bentonit alam, kurva isoterm adsorpsinya tidak dapat ditentukan apakah cenderung Freundlich atau Langmuir karena grafik yang sangat tidak beraturan dan *linearitas* yang jauh di bawah 1. Gambar di bawah merupakan kurva isoterm dari bentonit alam



Gambar 4.10 Kurva Isoterm Adsorpsi dari Bentonit alam

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

- Nilai KTK Na-bentonit dihitung dengan metode tembaga amin didapatkan sebesar 62,5 meq/100gram *clay*.
- Surfaktan kationik ODTMABr telah dapat diinterkalasi ke dalam interlayer bentonit berdasarkan data peningkatan *basal spacing XRD organoclay*
- Berdasarkan kurva adsorpsi, dapat diketahui OCT mampu menyerap p-klorofenol jauh lebih baik daripada bentonit alam tanpa modifikasi .
- Pada saat konsentrasi telah mencapai 50 ppm, belum di temukan titik optimum dari penyerapan OCT terhadap p-klorofenol.

5.2 Saran

- Sebaiknya dilakukan penentuan kapasitas OCT terhadap p-klorofenol diatas konsentrasi 50 ppm agar diketahui konsentrasi p-klorofenol optimum yang mampu diserap *organoclay*.
- Sebaiknya dilakukan uji desorpsi terhadap surfaktan untuk mengetahui apakah ada surfaktan yang terlepas ketika dilakukan adsorpsi terhadap p-klorofenol

DAFTAR REFERENSI

- Oktaviani, Evi. (2011). *Preparasi dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Fenol*. Skripsi Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
- Marz, Rahman Arif. (2011). *Studi Daya Adsorpsi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr terhadap Fenol dan Limbah Fenol Hasil Demulsifikasi Minyak Bumi*. Skripsi Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
- Bergaya, F. Vayer M.s (1997). *CEC of clays: Measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex*. Applied Clay Science 12 (1997) 275-280. Perancis.
- Frost, Ray and Xi, Yunfei and He, Hongping. (2007) . *Modification of the surfaces of Wyoming montmorillonite by the cationic surfactants alkyl trimethyl, dialkyl dimethyl and trialkyl methyl ammonium bromides*. Journal of Colloid and Interface Science 305(1): pp: 150-158.
- Haryani, Diana Nur. (2010). *Preparasi dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik HDTMABr dan ODTMABr Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Molekul Organik*. Skripsi Departemen Kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Heinz, H. Vaia, R. A. Krishnamoorti, R. and Farmer, B. L. (2006). *Self-Assembly of Alkylammonium Chains on Montmorillonite: Effect of Chain Length, Head Group Structure, and Cation Exchange Capacity*. J. Phys. Chem. B 2005, 109, 13301-13306 Ohio. Wright State University, Ohio and University of Houston, Texas.
- M. Boufatit, H. Ait-Amar, W.R. McWhinnie (2006). *Development of an Algerian material montmorillonite clay. Adsorption of phenol, 2-dichlorophenol and 2,4,6-trichlorophenol from aqueous solutions onto montmorillonite exchanged with transition metal complexes*. Chemical Engineering and Applied Chemistry, Aston University, Aston Triangle, Birmingham B4 7ET, UK

- Jallal M. Gnaima, and Roger A. Sheldon (2004). *Shape-selective para-chlorination of phenol using sulfonyl chloride with the aid of microporous catalysts*. Department of Organic Chemistry and Catalysis, Delft University of Technology, Julianalaan 136, 2628 BL Delft, The Netherlands.
- Irwansyah. (2007). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Kurniawan, Danar. (2008). *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay dengan Metode Ultrasonik sebagai Adsorben p-Klorofenol dan Hidroquinon*. Skripsi Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Lizhong Zu, Yimin Li, & Jianying Zhang. (1997). *Jurnal Sorption Of Organobentonites To Some Organic Pollutants In Water*. Departement of Environmental Science, Hangzhou University Hangzhou, Zhejiang, China
- Nurdiansyah, Andika. (2007). *Studi Awal Aplikasi Organoclay sebagai Adsorben Fenol dan Katekol*. Departemen kimia. FMIPA Universitas Indonesia.
- Syuhada, Rachmat Wijaya, Jayatin, dan Saeful Rohman. (2009). *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Bandung. Vol. 2 No. 1
- Yunfei, Xi, Zhe Ding, Hongping Ho, & Ray L. Frost. 2005. Infrared spectroscopy of organoclays synthesized with the surfactant octadecyltrimethylammonium bromide. *Spectrochimica acta. Part A, Molecular and biomolecular spectroscopy*, 2005. 61(3): p. 515-25.

www.bentonit.ruenproductiondeposits.htm. Deposits. Kamis, 20 Januari 2011 pukul 14.45 WIB

www.galleries.com/minerals/silicate/phyllosi.htm. Jumat, 21 Januari 2011 pukul 14.00 WIB.

Buisson et al., "Determination of Chlorinated Phenols by Capillary GC/ECD." *J. Chromatogr. Sci.*, 22 (8), 399-42 (1984).

Safoora Mirmohamadsadeghi, Tahereh Kaghazchi, Mansooreh Soleimani, Neda Asasian (2012). *An efficient method for clay modification and its*

application for phenol removal from wastewater. Department of Chemical Engineering, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran.

Zahir Rawajfih, Najwa Nsour (2005). *Characteristics of phenol and chlorinated phenols sorption onto surfactant-modified bentonite.* Department of Natural Resources and Environment, Jordan University of Science and Technology, PO Box 3030, Irbid 22110, Jordan.

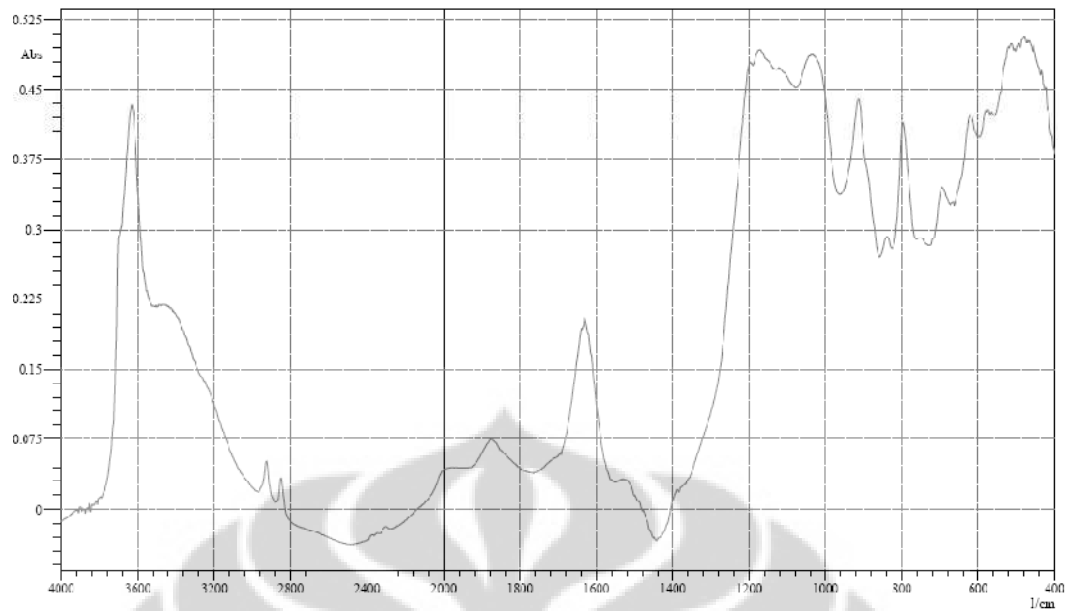
Ian S. Butler, Martin Baril, Yongfei Xi, Raymond L. Frost (2011). *Effect of external high pressures on the clay mineral sodium montmorillonite intercalated with methylated octadecylammonium bromide surfactants.* Department of Chemistry, McGill University, 801 Sherbrooke Street West, Montreal, Quebec, Canada.

Rui Liu, Ray L. Frost, Wayne N. Martens, Yong Yuan (2008). *Synthesis, characterization of mono, di and tri alkyl surfactant intercalated Wyoming montmorillonite for the removal of phenol from aqueous systems.* Inorganic Materials Research Program, School of Physical and Chemical Sciences, Queensland University of Technology, GPO Box 2434, Brisbane, Queensland 4001, Australia.

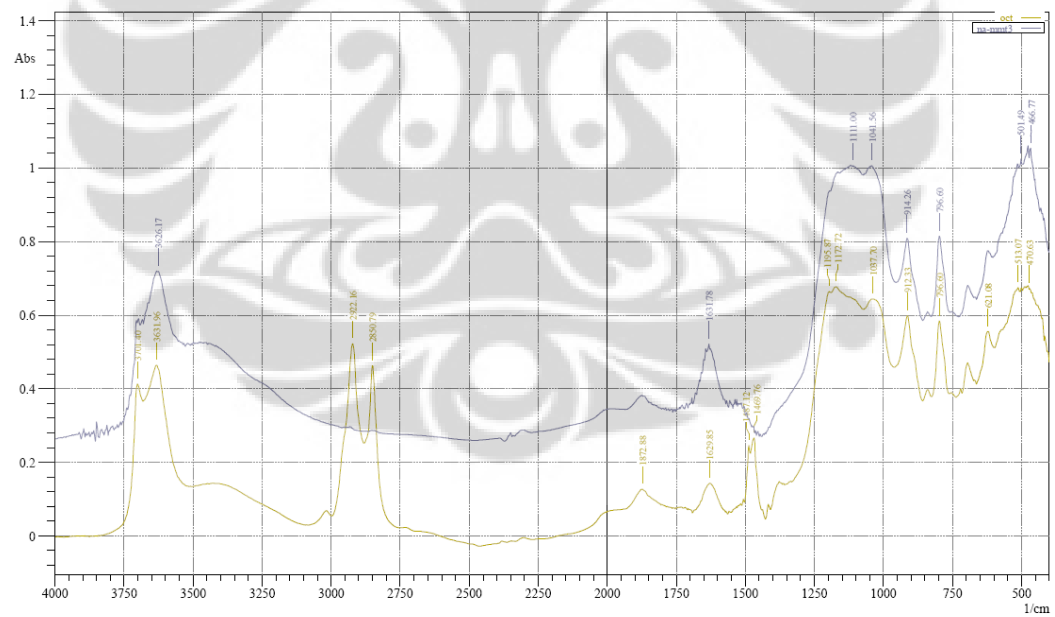
M.J. Sanchez-Martin, M.S. Rodriguez-Cruz. (2005). *Efficiency of different clay modified with a cationic surfactant in the adsorption of pesticides: Influence of clay type and pesticide hydrophobicity.* Departamento Agricultura y Alimentación, Universidad de La Rioja, Madre de Dios, 51, 26006 Logroño, Spain.

W. Montgomery, J. Tuff, S.C. Kohn, R.L. Jones (2011). *Reactions between organic acids and montmorillonite clay under Earth-forming conditions* Department of Earth Science, Wills Memorial Building, Queens Rd, Bristol, BS8 1RJ, United Kingdom.

LAMPIRAN 1

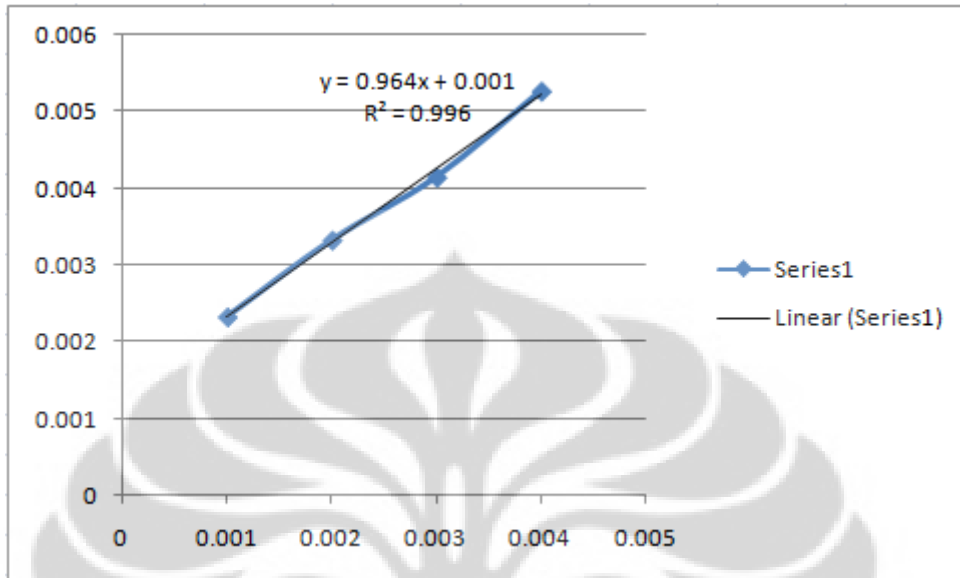


FTIR F2 Montmorillonit



FTIR Na-MMT dan OCT

LAMPIRAN 2

Kurva standar Cu(en)²⁺

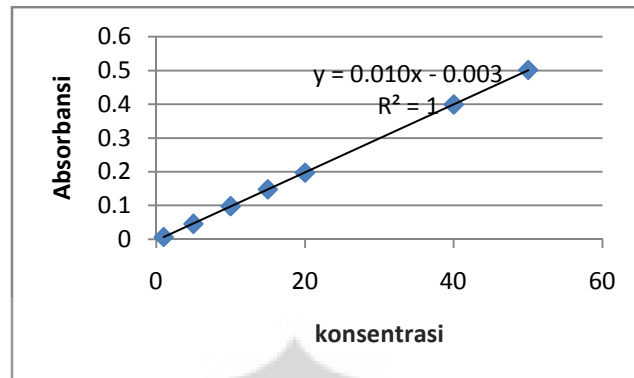
Standar [Cu(en) ₂] ²⁺	Absorbansi
0.001 M	0.00233
0.002 M	0.00333
0.003 M	0.00415
0.004 M	0.00527

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

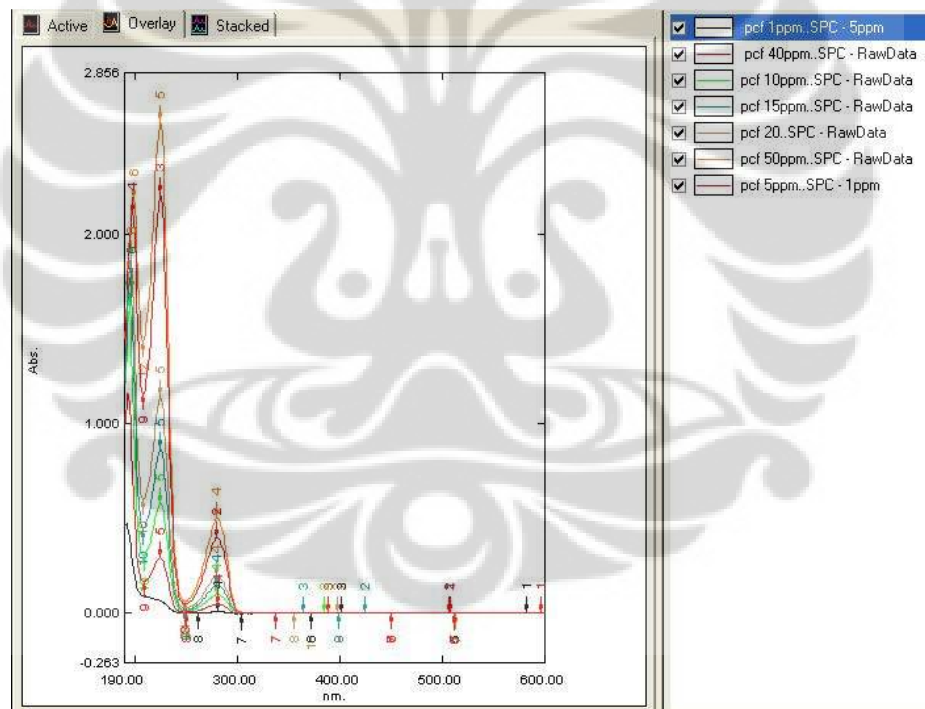
$$\text{Cu(en)}_2^{2+} = \frac{M \text{ Cu(en)}_2^{2+} \times V_{\text{total}} \times \text{muatan kompleks}}{0,1 \text{ gr}}$$

LAMPIRAN 3

Kurva Standar p-klorofenol

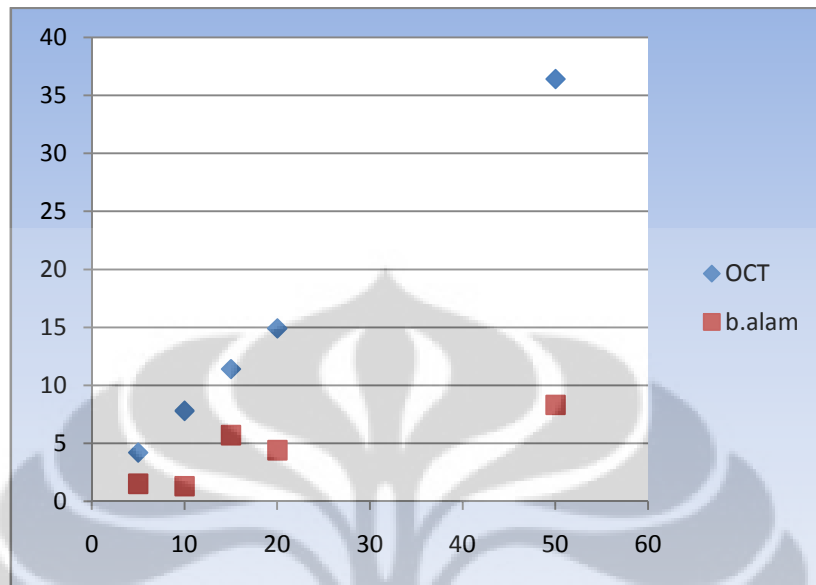


Spektrum Standar p-klorofenol



LAMPIRAN 4

Kurva Adsorpsi Bentonit alam dan OCT terhadap p-klorofenol

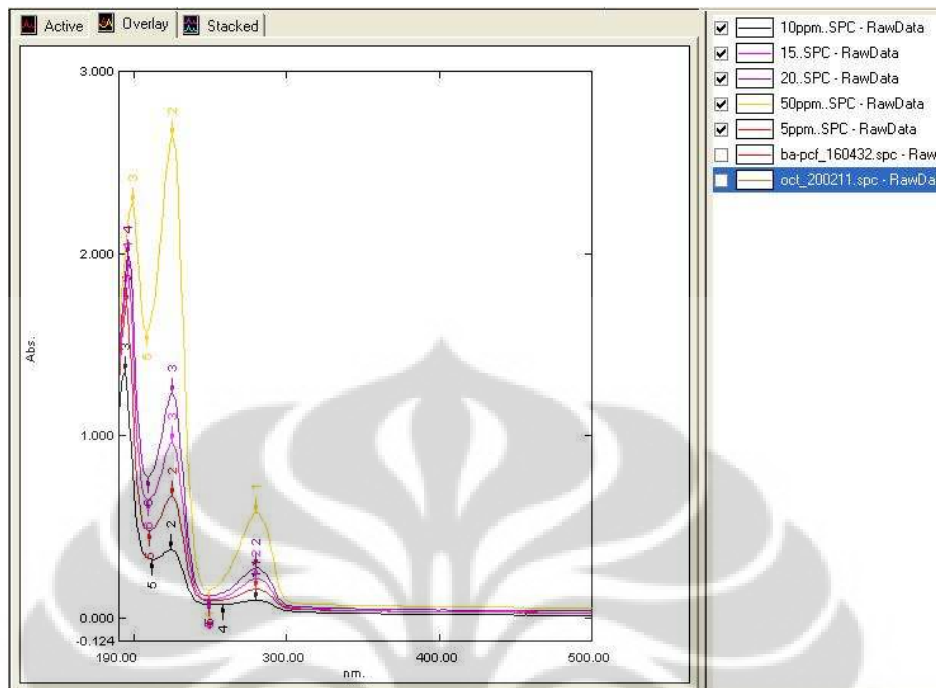


Tabel Serapan

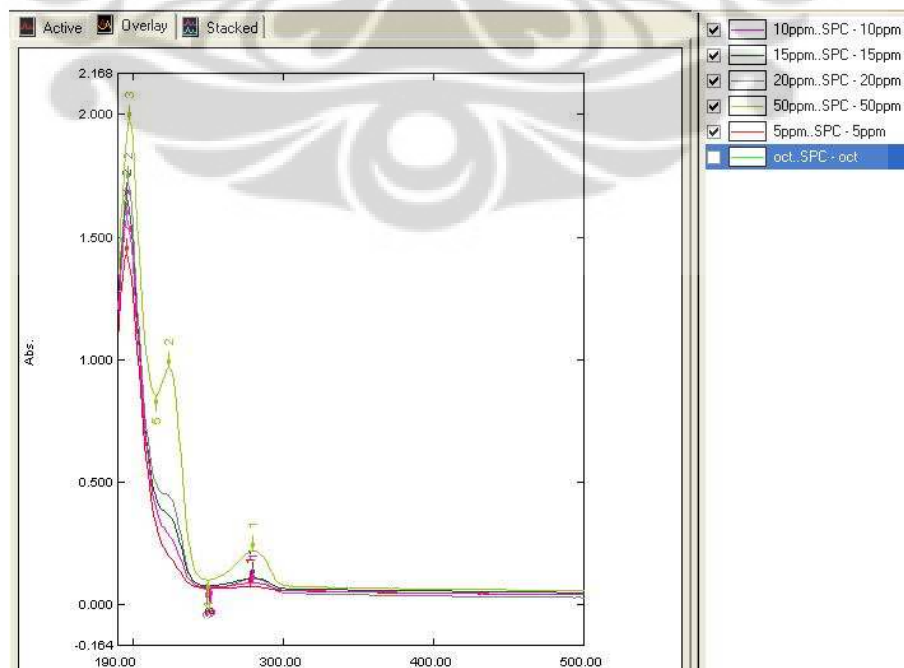
Konsentrasi awal p-klorofenol (mg/L)	Serapan Bentonit Alam (mg/L)	Serapan OCT (mg/L)
5	1.5	4.2
10	1.3	7.8
15	5.7	11.4
20	4.4	14.9
50	8.3	36.4

LAMPIRAN 5

Gambar Spektrum serapan bentonit alam terhadap p-klorofenol

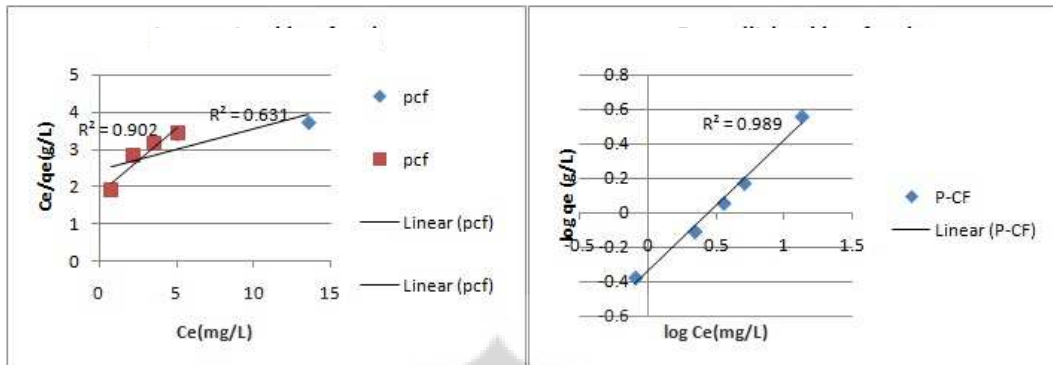


Gambar Spektrum serapan OCT terhadap p-klorofenol

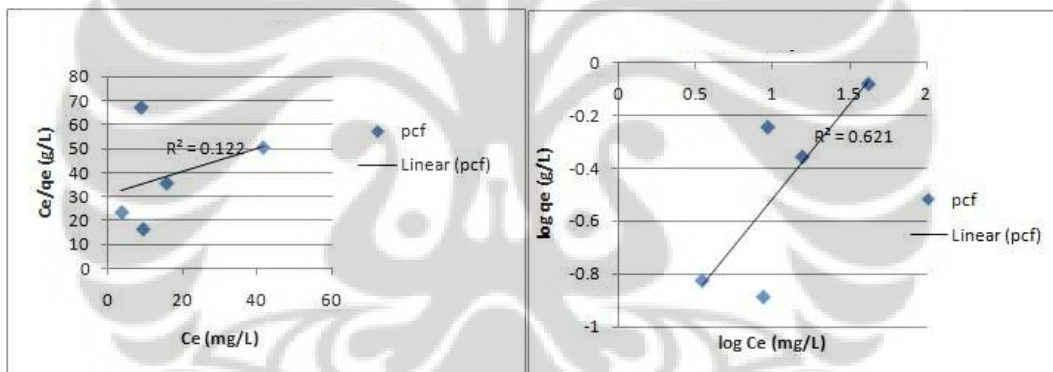


LAMPIRAN 6

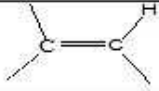

Kurva Isoterm Adsorpsi pada OCT



Kurva Isoterm Adsorpsi pada bentonit alam



LAMPIRAN 7

Ikatan	Tipe Senyawa	Daerah frekuensi (cm ⁻¹)	Intensitas
C - H	Alkana	2850 - 2970 1340 - 1470	Kuat Kuat
C - H	Alkena 	3010 - 3095 675 - 995	Sedang Kuat
C - H	Alkuna 	3300	Kuat
C - H	Cincin Aromatik	3010 - 3100 690 - 900	Sedang Kuat
O - H	Fenol, monomer alkohol, alkohol ikatan hidrogen, fenol	3590 - 3650 3200 - 3600	Berubah-ubah Berubah-ubah, terkadang melebar
	monomer asam karboksilat, ikatan hidrogen asam karboksilat	3500 - 3650 2500 - 2700	Sedang Melebar
N - H	Amina, Amida	3300 - 3500	Sedang
C=C	Alkena	1610 - 1680	Berubah-ubah
C=C	Cincin Aromatik	1500 - 1600	Berubah-ubah
C≡C	Alkuna	2100 - 2260	Berubah-ubah
C - N	Amina, Amida	1180 - 1360	Kuat
C≡N	Nitril	2210 - 2280	Kuat
C - O	Alkohol, Eter, Asam Karborsilat, Ester	1050 - 1300	Kuat
C=O	Aldehid, Keton, Asam Karboksilat, Ester	1690 - 1760	Kuat
NO ₂	Senyawa Nitro	1500 - 1570 1300 - 1370	Kuat Kuat

Sumber : *Principle of Instrumental Analysis*, Skoog, Holler, Nieman, 1998.