

ISSN : 0854 - 5405

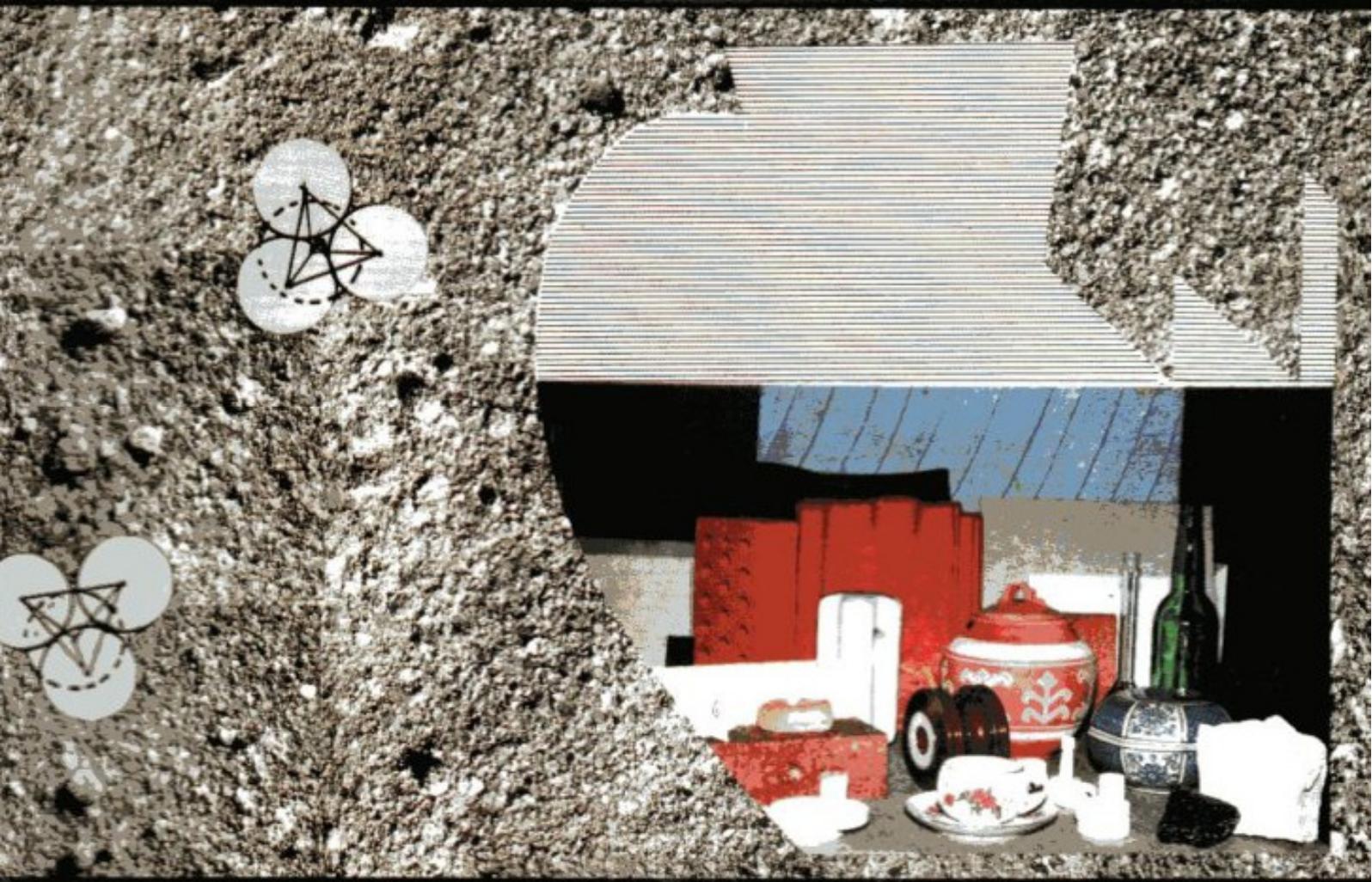


**Kementerian
Perindustrian**
REPUBLIK INDONESIA

Jurnal
KERAMIK DAN GELAS INDONESIA

JOURNAL OF THE INDONESIAN CERAMICS AND GLASS

Vol. 25 No. 2. Desember 2016



KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI

BALAI BESAR KERAMIK

JKGI	VOL. 25	No. 2	Hal. 46 - 107	Bandung Desember 2016	ISSN 0854 - 5405
------	---------	-------	---------------	--------------------------	---------------------

Terakreditasi No: 658/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

Jurnal
KERAMIK DAN GELAS INDONESIA
JOURNAL OF THE INDONESIAN CERAMICS AND GLASS

Vol. 25 No. 2. Desember 2016

Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia adalah majalah ilmiah yang diterbitkan dua kali dalam setahun untuk menyebarkan hasil-hasil penelitian dan pengembangan serta ulasan ilmiah tentang keramik dan gelas kepada lembaga penelitian dan pengembangan, ilmuwan dan peminat lainnya. Tulisan dalam Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia dapat dikutip dengan menyebutkan sumbernya.

Penanggung Jawab
Kepala Balai Besar Keramik
Ir. Supomo, M.Sc.

Ketua Penyunting Merangkap Anggota
Ir. Hernawan, MT (Keramik Maju & Gelas)

Penyunting Ahli
Dra. Sri Cicih Kurniasih, M.Si (Keramik Elektronik & Nano Material)
Ir. Subari (Keramik Konvensional dan Pengetahuan Bahan)
Drs. Suhandi (Keramik Maju & Ilmu Bahan)

Mitra Bestari
DR.Ir. Aristianto MMB, MSCE (Keramik Elektronik & Keramik Struktural)
Dra. Naniek Sulistarihani, MS (Keramik Elektronik & Keramik Struktural)
Dr. Diana Rakhmawaty E, M.Si (Kimia Anorganik)
Prof. Dr. Ir. Tarzan Sembiring (Keramik Maju)
Drs. Fanani Hamzah, MS (Keramik Maju & Gelas)

Sekretariat & Redaksi Pelaksana
Dr. Handoko Setyo Kuncoro, ST, MT, M.Eng, PhD.
Nurhidayati, S.Si, MT.

Alamat Penyunting dan Tata Usaha
Balai Besar Keramik
Jl. Akhmad Yani No. 392 Bandung 40272
Telp: (022) 7206221, 7207115, 7206296
Fax: (022) 7205322
e-mail: jkgi.bbk@gmail.com

DAFTAR ISI

	Halaman
1. Sintesis dan Karakterisasi Bone Ash Sintetik dari Bahan Alam <i>Characterization of Synthetic Bone Ash from Natural Sources</i> Kristanto Wahyudi, Frank Edwin dan Naili Sofyaningsih	46 - 58
2. Modifikasi Filter Keramik dengan Y-Alumina sebagai Adsorben Logam Berat <i>Modified Ceramic Filter with Y-Alumina Addition as Heavy Metals Adsorben</i> Eneng Maryani, Suhandha, Naili Sofyaningsih dan Ayu Ratnaningsih	59 - 67
3. Kajian Perkembangan Penelitian Glasir untuk Industri Keramik Selama 25 Tahun Terakhir <i>A Riview on The Glaze Researches Development Over The Last 25 Years in Center for Ceramics</i> Handoko Setyo Kuncoro, Herlina Damayanti dan Naili Sofyaningsih	68 - 78
4. Zirkonia untuk Aplikasi Material Restorasi Gigi <i>Zirconia as a Material for Dental Restorative Applications</i> Lia Asri, Rifki Septawendar dan Bambang Sunendar	79 - 88
5. Sintesis dan Karakterisasi γ -Alumina Nanopartikel dari Garam Nitrat dengan Variasi Penambahan Polietilen Glikol (PEG) <i>Synthesis and Caharcaterization of Nanoparticle γ-alumina from Nitarte Salt with Variation of Polyethylen Glycol (PED) Addition.</i> Raisa Khairani, Heri Setiawan dan Bambang Sunendar	89 - 95
6. Sintesis dan Karakterisasi Lempeung Terinterkalasi dengan Menggunakan Cetyl Pridinium hloride <i>Synthesis and Characterization of Clay Intercalation Using Cetyl Pridinium Chloride</i> Hernawan dan Nurhidayati	96 - 107

KATA PENGANTAR

Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia Vol. 25 No.2 Desember 2016 ini menyajikan 6 (enam) makalah yang ditulis oleh Peneliti Balai Besar Keramik dan instansi litbang lainnya. Makalah-makalah tersebut membahas sintesis dan karakterisasi bone ash sintetik dari bahan alam, modifikasi filter keramik dengan γ -alumina sebagai adsorben logam berat, kajian perkembangan penelitian glasir untuk industri keramik selama 25 tahun terakhir, bahan zirkonia untuk aplikasi material restorasi gigi, sintesis nanopartikel γ -alumina dari garam nitrat dengan variasi penambahan polietilen glikol (PEG), dan sintesis lempung terinterkalasi dengan menggunakan *cetyl pyridinium chloride*.

Pada makalah pertama bahan baku alam yang digunakan untuk pembuatan bone ash sintetik diambil dari kapur Padalarang dan Cirebon dengan bahan pembentuk larutan asam fosfat teknis. Hasil karakterisasi XRD untuk pH 8-11 pada suhu kalsinasi 800°C menunjukkan hasil struktur kristal yang identik dengan tulang asli yang dibakar pada suhu 950°C, yaitu kristal hidroksiapatit (HA). Sedangkan hasil FTIR menunjukan gugus yang dominan dari ikatan fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 417 cm^{-1} dan 1084 cm^{-1} dengan sebagian fraksi kecil gugus karbonat (CO_3^{2-}), gugus hidroksil (OH), berturut-turut pada bilangan gelombang 1447 cm^{-1} dan 3417 cm^{-1} .

Pada makalah kedua dipaparkan guna meningkatkan daya adsorpsi filter keramik terhadap logam berat maka dilakukan modifikasi filter dengan mengisi 80 gram adsorben γ -alumina ke dalamnya. Filter keramik yang dimodifikasi telah berhasil mengadsorpsi logam berat (Pb, Ar, dan Cd) terutama Pb sehingga diperoleh kadar Pb sampai batas kuantifikasi alat pengukuran.

Pada makalah ketiga hasil-hasil penelitian glasir khususnya di Balai Besar Keramik akan dikaji dalam kaitannya dengan permasalahan di industri keramik di Indonesia. Hasil perhitungan dengan metode statistik ANOVA memberikan nilai *p-value* dibawah 0,05 dan perhitungan nilai *F* 4,75 (diatas kriteria *F* 2,87) yang menunjukkan bahwa penelitian-penelitian glasir selama ini memiliki hubungan yang signifikan dengan permasalahan di industri (IKM) keramik Indonesia.

Pada makalah keempat diulas mengenai perkembangan zirkonia sebagai material restorasi gigi, mulai dari struktur zirkonia, sifat mekanik, degradasi, aplikasi, sampai dengan studi *in vivo* dan *in vitro*. Selain itu juga dibahas mengenai prospek dan fokus penelitian zirkonia ke depan sebagai material restorasi gigi.

Pada makalah kelima ditunjukkan bahwa material gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) telah berhasil disintesis dengan prekursor aluminum nitrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) pada variasi penambahan surfaktan polietilen glikol (PEG) 6000 (PEG/Al 0.133) sebagai dispersan dan pengarah struktur satu dimensi (template). Hasil analisis XRD dan SEM menunjukkan jenis fasa mineral gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dengan sebagian besar partikel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ +PEG memiliki morfologi berbentuk bulat dan sebagian lagi cenderung berbentuk batang dengan ukuran panjang sekitar (40 – 70) nm dan diameter (10 – 20) nm.

Pada makalah keenam ditunjukkan bahwa lebar jarak basal (antar lapis) dari *montmorillonite* dipengaruhi berat *Cetylpyridinium chloride* (CPC) ditambahkan terhadap berat Na-Monmorilonit. Indikasi adanya pelebaran ditunjukkan oleh perubahan posisi, bentuk, dan intensitas hasil refleksi basal (d_{001}) pada difraktogram setelah dilakukannya proses interkalasi.

Hasil penelitian dan kajian di atas diharapkan dapat menyumbangkan kemajuan teknologi keramik di Indonesia, sehingga tidak tertinggal dengan kemajuan teknologi keramik global.

Redaksi selalu mengharapkan kritik dan saran dari para pembaca.

Redaksi

SINTESIS DAN KARAKTERISASI LEMPUNG TERINTERKALASI DENGAN MENGGUNAKAN CETYL PYRIDINIUM CHLORIDE

Synthesis And Characterization Of Clay Intercalation Using Cetyl Pyridinium Chloride

Hernawan dan Nurhidayati

Balai Besar Keramik, Jl. Jendral Ahmad Yani 392 Bandung 40272 Tlp: (022) 7206221
e-mail: keramik@bbk.go.id

Naskah diterima : 3 Oktober 2016, Rev I : 10 Oktober 2016, Rev II : 18 Oktober 2016, Diterima : 21 Nopember 2016

ABSTRAK



etylpyridinium chloride (CPC) merupakan garam organik yang terdiri kation kuartener dari amonium dan anion khlor. CPC dapat digunakan untuk memperlebar jarak basal/interkalasi dari montmorillonite. Hasil penelitian menunjukkan lebar jarak basal (antar lapis) dipengaruhi berat CPC ditambahkan terhadap berat Na-Montmorilonit. Indikasi adanya pelebaran ditunjukkan oleh perubahan posisi, bentuk, dan intensitas hasil refleksi basal (d_{001}) pada difraktogram setelah dilakukannya proses interkalasi. Dari hasil perhitungan dengan persamaan Bragg's, jarak antar lapis tertinggi yang dapat dicapai pada posisi puncak tertinggi sebesar 22.1 A pada komposisi 0.9 gram CPC per 2.5 gram Na-Montmorilonite

Kata kunci: *Cetylpyridinium chloride* (CPC), kation kuartener ammonium, basal, interkalasi

ABSTRACT



Cetylpyridinium chloride (CPC) is an organic salts that composed of quartener cation of ammonium and chlor anion. CPC use for widening distance/intercalating basals of montmorillonite. The results show that distance of basals was influenced by the CPC weight added to the montmorillonite weighth. The presence of intercalation of montmorillonite is indicated by the change of position, shape and intensity in the difractogram after treatmet with CPC. From the calculation uses Bragg's Equation, the largest distance of interlayer in montmorillont is 22.1 A, with composition 0.9 gram CPC per 2.5 gram Na-Montmorilonite.

Keyword: *Cetylpyridinium chloride* (CPC), quarternair ammonium cation, basal, intercalation

I. PENDAHULUAN

Lempung terinterkalasi adalah lempung yang mengalami proses penyisipan makromolekul di antara ruang antarlapis (interlayer), yang berlangsung melalui reaksi pertukaran ion. Permukaan silikat dari mineral lempung memiliki muatan negatif yang dapat mengikat ion positif atau kation. Kation-kation yang terikat tersebut dapat dipertukarkan baik dengan kation organik ataupun anorganik sehingga memungkinkan untuk memodifikasi sifat lempung seperti sifat adsorpsi, lebar antar lapisan, hidrofbisitas

Interkalasi dengan interkalan kation organik memungkinkan dihasilkannya bahan komposit yang dikenal dengan *organoclay*. Kombinasi dengan senyawa organik dapat mengubah sifat mineral lempung, dari yang bersifat hidrophilik menjadi bersifat hidrofobik. *Organoclay* juga merupakan bahan yang dapat digunakan sebagai i) bahan prekursor nanokomposit, ii) absorbent polutan senyawa organik dan katalis¹³⁾, iii) bahan pengendali rheologi⁵⁾ dan iii) bahan filler kosmetik⁶⁾, obat-obatan/farmasi^{15,16)}, bahan elektrikal dan sensor.

Pada penelitian ini, interkalasi lempung dilakukan terhadap lempung jenis monmorilonit dengan menggunakan garam "Cetyl Pyridinium Chloride (CPC)". Monmorilonite adalah lempung jenis smektit dengan struktur bangunan TOT yaitu 2 lembaran tetrahedral dari silikat (T) mengapit 1 lembaran Oktahedral dari Aluminat (O). Diantara lapis – lapis terdapat kation yang akan dipertukarkan

dengan kation *Cetyl Pyridinium* sebagai surfaktan.

Garam *Cetyl Pyridinium Chloride* yang digunakan pada percobaan ini merupakan garam organik yang akan berdisosiasi menghasilkan kation kuarterner dari amonium dan anion khlor. Kation akan terikat pada permukaan montmorilonite mengisi ruang antarlapis (interlayer). Penyisipan menyebabkan perubahan struktur yang pada penelitian ini akan diamati dari ada tidaknya perubahan posisi, bentuk, dan intensitas hasil refleksi basal (d_{001}) pada difraktogram¹⁴⁾ setelah proses interkalasi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

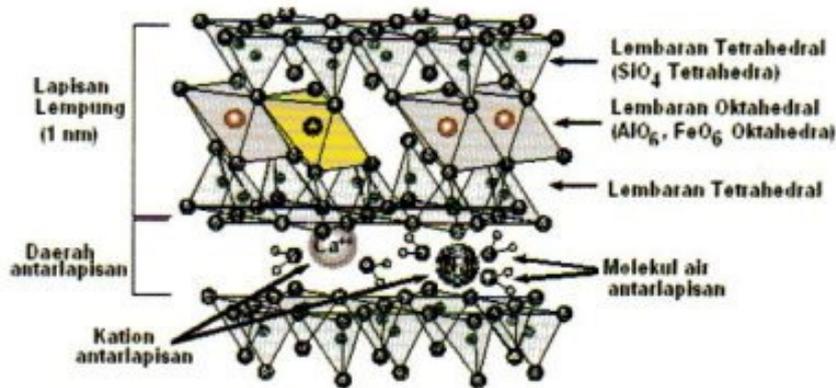
Lempung merupakan bahan galian yang tersedia di alam dalam jumlah sangat besar demikian pula penggunaannya di industri. Pemanfaatan lempung mencakup banyak bidang seperti pertanian, keramik, bangunan, proses kimia, farmasi dan obat-obatan, kosmetik, lingkungan, dll. Diantara berbagai mineral lempung yang tersedia di alam dan yang banyak mendapatkan perhatian adalah dari jenis monmorilonit. Mineral jenis ini memiliki ukuran sangat kecil dengan struktur dan sifat yang memudahkan untuk dilakukannya interkalasi.

Montmorillonit adalah mineral lempung dari kelompok smektit dengan struktur lapis 2:1, yaitu 2 lembaran tetrahedral (T) yang mengapit lembaran octahedral (O) dan dikenal dengan

susunan TOT (Gambar 1). Jarak antarlapis dapat mengembang sebagai akibat pertukaran kation atau penjenuhan oleh molekul air pada ruang antarlapisnya.

Pertukaran ion pada permukaan lembar silikat dapat menyebabkan kelebihan muatan negatif yang

menyebabkan masuknya kation lain untuk menetralkan muatan. Penggantian Ca^{2+} oleh Na^+ sebagai misal menyebabkan timbulnya muatan negatif yang dapat dinetralkan dengan adsorpsi kation lain yang dapat berasal dari garam organik.



Gambar 1. Struktur Montmorilonit

Lempung secara alami bersifat hidrophilik namun dapat dimodifikasi yang menjadikannya bersifat hidropobik. Perubahan dari hidropilik menjadi hidropobik dilakukan dengan cara pertukaran ion, kation Na^+ , K^+ , ataupun Ca^{2+} diganti misalnya dengan kation organik, seperti alkyl ammonium ($R-NH_3^+$) atau fosponium¹²⁾. Kation alkyl amonium atau fosponium akan terikat pada permukaan basal clay sementara bagian rantai alifatiknya akan berada menjauh dari permukaan. Rantai alipatik dapat memiliki gugus fungsi yang dapat bereaksi dengan polimer atau monomer menghasilkan suatu nanokomposit clay/polimer atau organoclay.

Ada berbagai teknik menghasilkan bahan organoclay, namun pada dasarnya adalah membuat terlebih dahulu susunan dari pelat berlapis – lapis clay mengembang. Clay yang mengalami

pengembangan atau interkalasi merupakan precursor untuk nanoclay. Interkalasi menjadikan jarak antar pelat-pelat clay lebih lebar. Bahan interkalasi (interkala) adalah juga surfaktan yang fungsinya menurunkan tegangan antarmuka clay dan interkalan. Penetrasi surfaktan diantara pelat-pelat tersebut, dengan disertai pertukaran ion, akan memperlebar jarak antar pelat clay. Semakin panjang rantai surfaktan (interkalan) semakin besar rapat muatan dan jarak antar pelat.

Efektifitas proses interkalasi bergantung dari sifat-sifat clay. Lempung jenis kaolinit tidak mengembang didalam air dikarenakan rendahnya kereaktifan permukaan basal untuk mengadsorpsi molekul air. Demikian pula dengan adsorpsi ion sebagaimana ditunjukkan oleh kemampuan pertukaran kationnya (cation exchange capacity/CEC).

Lempung secara alami bersifat hidrophilik namun dapat dimodifikasi yang menjadikannya bersifat hidropobik. Perubahan dari hidropilik menjadi hidropobik dilakukan dengan cara pertukaran ion, kation Na^+ , K^+ , ataupun Ca^{2+} diganti misalnya dengan kation organik, seperti alkyl ammonium (R-NH_3^+) atau fosponium¹²⁾. Kation alkyl amonium atau fosphonium akan terikat pada permukaan basal clay sementara bagian rantai alifatiknya akan berada menjauh dari permukaan. Rantai alipatik dapat memiliki gugus fungsi yang dapat bereaksi dengan polimer atau monomer menghasilkan suatu nanokomposit clay/polimer atau organoclay.

Ada berbagai teknik menghasilkan bahan organoclay, namun pada dasarnya adalah membuat terlebih dahulu susunan dari pelat berlapis – lapis clay mengembang. Clay yang mengalami pengembangan atau interkalasi merupakan precursor untuk nanoclay. Interkalasi menjadikan jarak antar pelat-pelat clay lebih lebar. Bahan interkalasi (interkala) adalah juga surfaktan yang fungsinya menurunkan tegangan antarmuka clay dan interkalan. Penetrasi surfaktan diantara pelat-pelat tersebut, dengan disertai pertukaran ion, akan memperlebar jarak antar pelat clay. Semakin panjang rantai surfaktan (interkalan) semakin besar rapat muatan dan jarak antar pelat.

Efektifitas proses interkalasi bergantung dari sifat-sifat clay. Lempung jenis kaolinit tidak mengembang didalam air dikarenakan rendahnya kereaktifan permukaan basal untuk mengadsorpsi molekul air. Demikian pula dengan

adsorpsi ion sebagaimana ditunjukkan oleh kemampuan pertukaran kationnya (cation exchange capacity/CEC).

Pengembangan smectite dapat mencapai 30% volume dari keadaan kering ke keadaan basah diatas kemampuan pengembangan kaolinit. Sementara, kemampuan pertukaran kation dari kaolinit berkisar 3-15 meq/100g dibawah nilai kemampuan pertukaran ion smectite yang mencapai kisaran 70-130 meq/100 gr.

Ada empat cara melakukan interkalasi atau exfoliasi clay yaitu, in-situ polimerisasi, solusi induksi interkalasi, melt interkalasi, dan template interkalasi^{10,11)}. In-situ polimerisasi adalah ekskalasi dengan menyelipkan monomer diantara pelat, diikuti dengan polimerisasi dengan cara pemanasan, radiasi, initiator atau katalisator. Polimer digunakan terutama bersifat termoset. Cara ini digunakan dengan polimer jenis PA 6 (polyamide 6), PE, PET, PP dan epoxy resin

Ekskalasi dengan solusi induksi dilakukan dengan menyelipkan polimer yang didispersikan dalam pelarut. Cara ini cocok untuk sintesis nanokomposit dengan polimer polaritas rendah bahkan non polar. Pelarut selanjutnya diuapkan untuk mendapatkan clay terinterkalasi. Untuk polimer larut dalam air, polimer digunakan antara lain PEO (Poly ethylene oxide), PVA (polyvinyl alkohol), PVP (poly vinyl pyrrolidione), EVA (ethylene vinyl acetate). Untuk polimer dengan pelarut bukan air, ekskalasi dapat dilakukan dengan PCL (poly e-caprolactone), PLA (poly lactide) dengan pelarut khloroform.

Melt interkalasi berlangsung dengan lelehan polimer, polimer yang meleleh

selanjutnya melakukan penetrasi kedalam antarmuka pelat. Pada cara ini tidak digunakan pelarut seperti pada solusi induksi dan hanya untuk polimer bersifat termoplastis. Polimer diantaranya polypropylene, polyethylene, polystyrene, nylon.

Pada pembuatan nanoclay, tahap berikutnya adalah exfoliasi yaitu melepaskan pelat – pelat menjadi individu yang terpisah. Pemisahan dilakukan dengan memberikan gaya internal atau external. Gaya external diberikan melalui mekanikal, kejutan suhu, perubahan tekanan atau ultrasonic. Gaya internal diberikan melalui bahan yang bersifat polar yang ditambahkan yang kemudian penetrasi diantara pelat clay. Clay exfoliasi merupakan nanoclay.

III. METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan digunakan antara lain bentonite, sodium hidroksida (Na_2CO_3), Cetylpyridinium chloride ($\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{NCl}$), HCl, aquadest, kertas saring.

Bentonit digunakan dari jenis kalsium montmorilonit yang diubah terlebih dahulu menjadi sodium monmorilonit yang kemudian disisipi dengan kation *Cetyl Pyridinium* melalui proses pertukaran ion.

Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri dari potmill untuk penghalusan dengan kapasitas 3 liter, ayakan untuk

memisahkan bahan berdasarkan ukuran butir dengan ukuran 200, 300 dan 400 mesh, gelas ukur, gelas kimia, Labu ukur, pengaduk, hotplate dan oven pengering

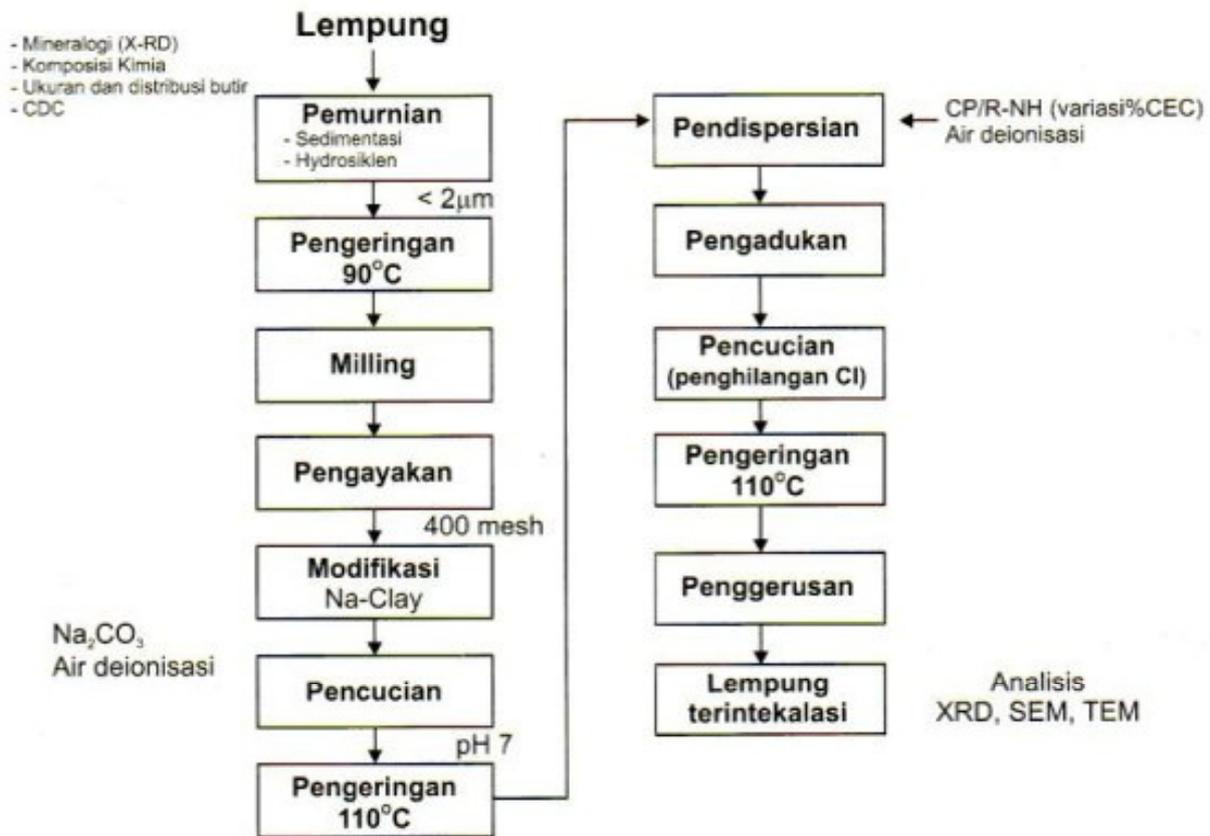
Metode

Sebanyak 500 gram bentonit digiling basah di dalam potmill volume 3 liter. Hasil penggilingan selanjutnya dipisahkan secara basah dengan ayakan 400 mesh. Padatan lolos 400 mesh dikeringkan di dalam oven pengering pada suhu 110°C hingga diperoleh padatan bentonit kering. Padatan bentonite kering sebanyak 50 gram ditambahkan sebanyak 40 gram Na_2CO_3 dan didispersikan dalam 100 ml air didalam gelas kimia yang dilengkapi dengan pengaduk. Pengadukan dilakukan dengan laju pengaduk 2000 rpm untuk selama 6 jam. Perlakuan ini diharapkan mengubah Ca-bentonit menjadi Na-bentonit melalui pertukaran ion. Padatan dipisahkan dari air dengan penyaringan menggunakan kertas saring. Selanjutnya, padatan yang dihasilkan dikeringkan di dalam oven.

Na-montmorilonit yang dihasilkan selanjutnya diberikan perlakuan untuk interkalasi. Sebanyak 2.5 gram Na-montmorillonit didispersikan ke dalam 300 ml aquades dan ditambahkan *Cetyl Pyridinium Chloride* dengan variasi 0.3 gram, 0,9 gram dan 3 gram. Hasil berupa Na-montmorilonit yang terinterkalasi selanjutnya dikeringkan

di dalam oven dan dikarakterisasi diperiksa perubahannya melalui pengamatan visual, analisa EDX dan difraksi sinar X

Secara diagram alir, proses interkalasi lempung disajikan dalam Gambar 2



Gambar 2. Diagram Alir Penelitian

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

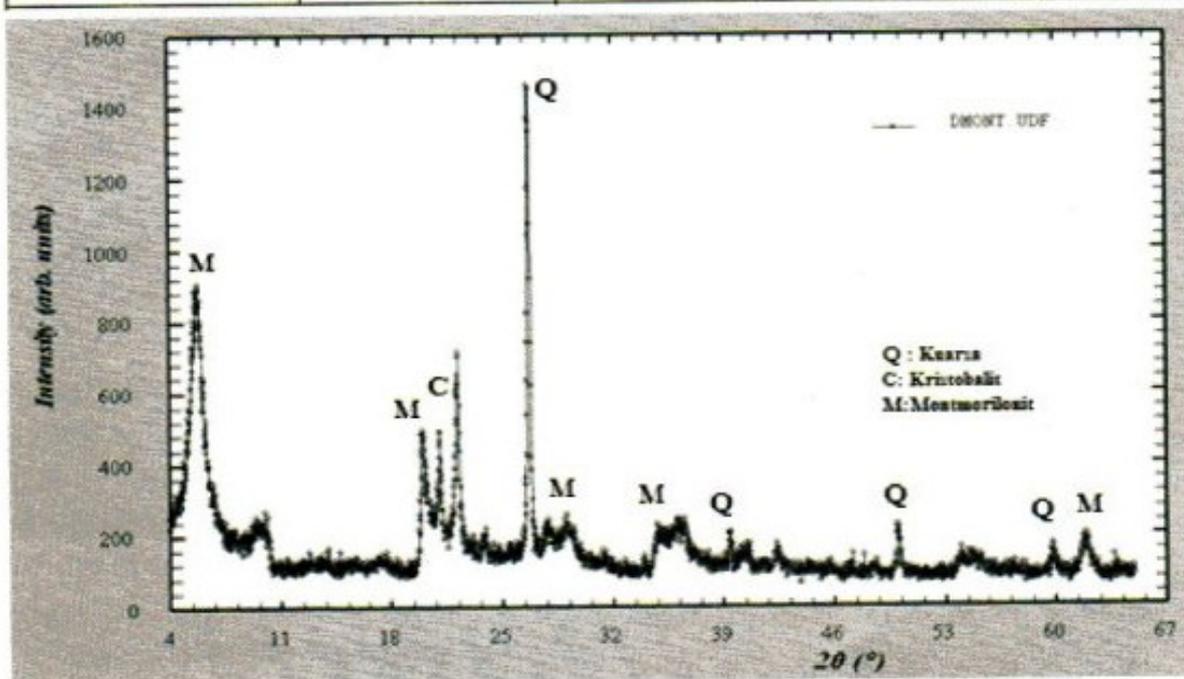
4.1 Karakteristik Kimia dan Mineral Bahan Baku

Hasil uji difraksi sinar X (Gambar 3) menunjukkan bahwa mineral utama yang ada pada bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah montmorillonite dan kuarsa yang ditunjukkan masing – masing oleh sudut theta.

Berdasarkan pengujian EDX sebagaimana ditunjukkan pada Tabel I, perhitungan rasional dengan menganggap kandungan mineral lempung utama adalah montmorillonite dengan rasio berat $Al_2O_3/SiO_2 = 0.424$ maka kadar monmorilonite dalam bahan baku adalah 76% sementara kuarsa adalah 22%. Sisa adalah oksida lain-lain seperti alkali, alkali tanah atau oksida tanah jarang.

Tabel 1. Hasil Analisis EDX Bahan Baku Montmorillonite

Analyte	Result	(Std. Dev.)	Proc.-Calc.	Line	Intensity
Si102	72.746 %	(0.202)	Quant.-FP	SiKa	0.7490
Al203	14.431 %	(0.253)	Quant.-FP	AlKa	0.0272
Fe203	7.424 %	(0.009)	Quant.-FP	FeKa	62.1715
S03	1.641 %	(0.021)	Quant.-FP	S Ka	0.0764
Ca0	1.576 %	(0.005)	Quant.-FP	CaKa	0.5635
Ti02	1.001 %	(0.007)	Quant.-FP	TiKa	2.1587
K20	0.970 %	(0.006)	Quant.-FP	K Ka	0.2332
Zr02	0.100 %	(0.000)	Quant.-FP	ZrKa	6.8205
Mn0	0.030 %	(0.002)	Quant.-FP	MnKa	0.2082
Sr0	0.029 %	(0.000)	Quant.-FP	SrKa	1.9223
Zn0	0.021 %	(0.001)	Quant.-FP	ZnKa	0.5388
Cu0	0.017 %	(0.001)	Quant.-FP	CuKa	0.3728
Y203	0.015 %	(0.000)	Quant.-FP	Y Ka	1.0217

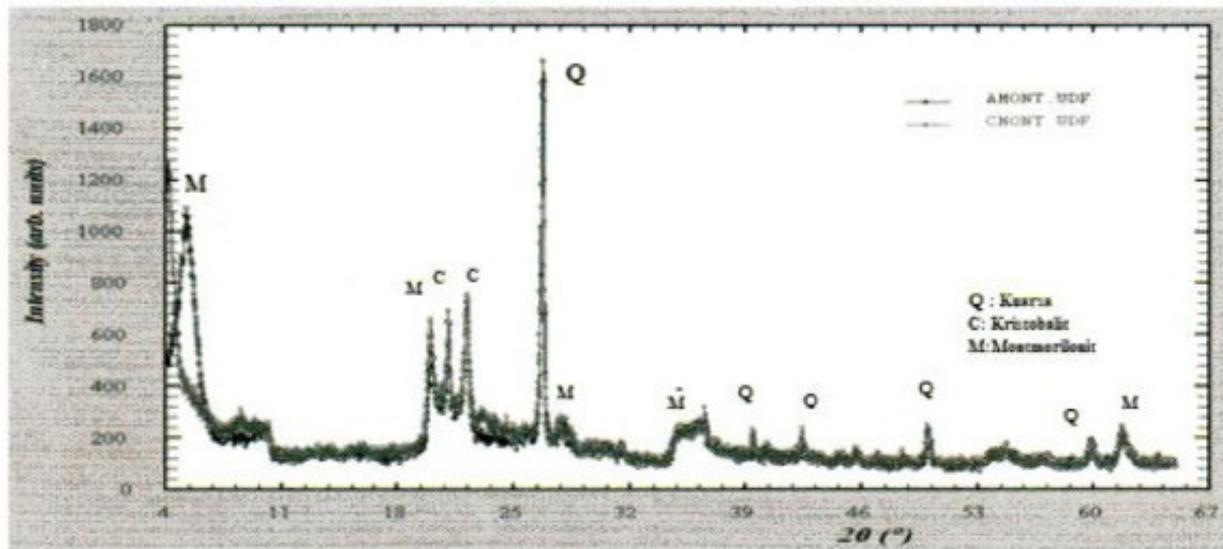


Gambar 3. Hasil Analisis XRD Bahan Baku Bentonit

4.2 Karakterisasi Mineral Lempung Terpillar

Hasil difraksi sinar X untuk rentang 2 theta 4° – 67° (Gambar 4) menunjukkan adanya mineral kuarsa yang belum terpisahkan setelah proses penyaringan. Pemurnian lempung dari kuarsa menjadi isu

penting untuk penggunaan khusus. Pemisahan lempung dari kuarsa perlu dilakukan sebelum proses berikutnya. Pemisahan dilakukan dengan penggilingan yang diikuti dengan penyaringan, namun demikian pada penelitian ini teknik pemisahan tidak cukup efektif untuk memurnikan lempung dari kuarsa.



Gambar 4. Hasil Analisis XRD Setelah Penambahan *Cetyl Pyridinium Chloride*

Hasil pengamatan menunjukkan lempung terinterkalasi dapat tetap dihasilkan meskipun kuarsa belum sepenuhnya dapat dipisahkan, hal ini ditunjukkan oleh adanya pergeseran puncak difraksi sinar X pada utamanya rentang sudut 2 theta 2 – 6° (Gambar 6). Pada rentang lain pergeseran tidak tampak signifikan, hal ini berarti dalam sintesis nanoclay perlakuan kimia hanya berefek pada basal.

Gambar 6 jelas menunjukkan adanya pergeseran puncak 2 theta dari mineral montmorillonite yang mengarah ke kiri dengan kenaikan kadar *Cetylpyridinium Chloride*. Perubahan pola dan intensitas difraksi antara rentang sudut 2 theta 2 – 6° berkaitan bidang d[001] dari satuan sel montmorilonit. Perubahan ini berkaitan dengan pelebaran jarak basal. Pendekatan untuk mengetahui besarnya pelebaran jarak basal adalah dengan persamaan Brag yang dinyatakan dengan.

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{\lambda}{2\theta}$$

Dengan, d jarak antar bidang kisi kristal

θ = sudut difraksi (radian)

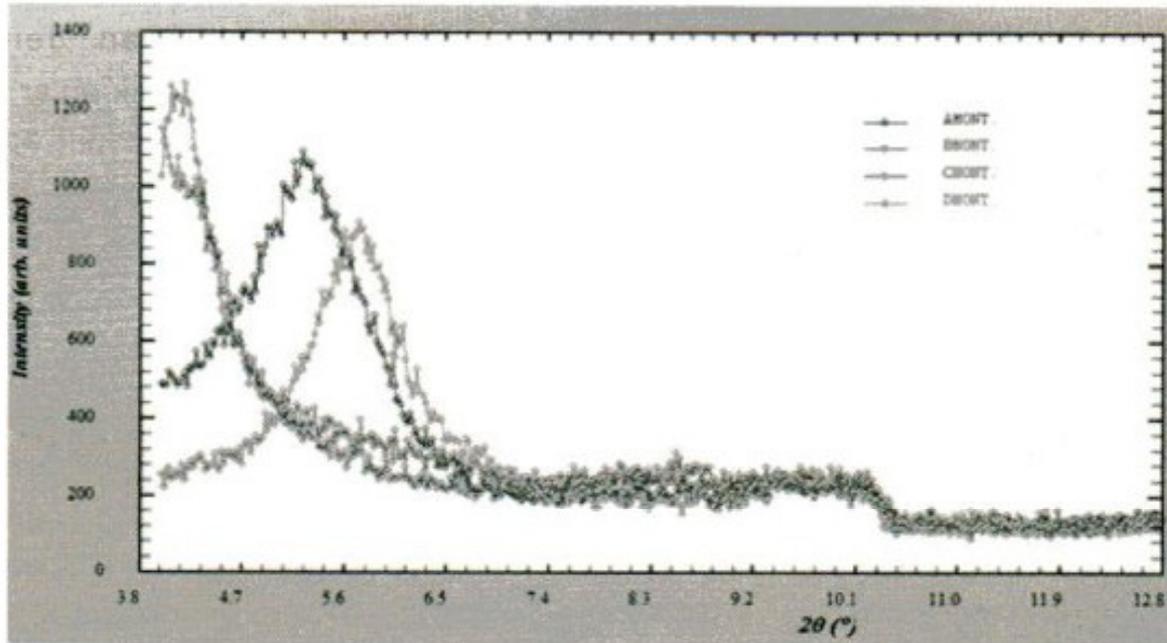
λ = panjang gelombang (1.544 stroom)

Sudut θ yang membesar mengindikasikan adanya pertambahan jarak antar bidang basal. Penggantian molekul oleh kation cetyl pyridinium yang memiliki ukuran lebih besar yang bertanggungjawab melebarkan jarak tersebut. Berdasarkan pada Gambar 3, lebar interlayer pada d [001] adalah 15.2A ($2\theta = 5.8^\circ$). Hal ini berkesesuaian dengan hasil telusur beberapa literatur, jarak antar basal yang berkisar antara 13.6 A (terhidarasi) hingga 15 A (bersifat lembab)¹⁷

Hasil X-RD (Gambar 5) menunjukkan pergeseran 2θ dari 5.8 menjadi 5.3 yang mengindikasikan

terjadinya pelebaran jarak interlayer sebesar 9% (dari 15.2A menjadi 16.7 A). Penambahan lebih lanjut semakin melebarkan jarak antar lapisan yaitu berturut-turut 21.5 A ($2\theta = 4.1^\circ$) (B-Mont) dan 22,1A ($2\theta = 4.0^\circ$) (C-Mont). Hasil percobaan menunjukkan tidak ada pergeseran yang signifikan dari harga 2 theta setelah penambahan

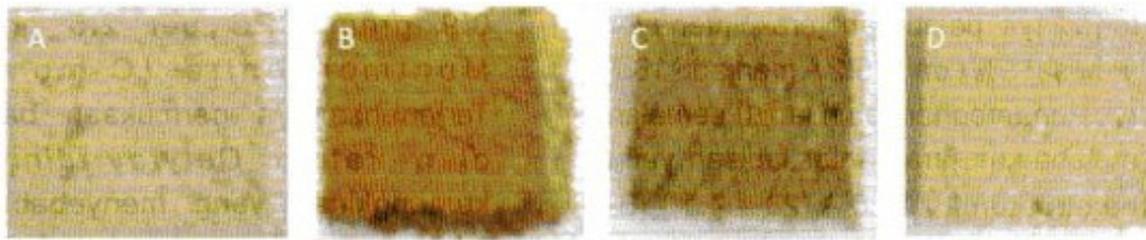
0.9 gram CPC per 2.5 gram Montmorilonite (C-mont). Terjenuhkannya permukaan basal oleh kation *Cetylpyridinium* kemungkinan yang menyebabkan tidak terjadinya lagi penambahan jarak secara nyata sebagaimana ditunjukkan oleh 2 theta yang relatif tetap.



Gambar 5. Hasil Analisis XRD Setelah Penambahan Cetyl Pyridinium pada rentang 2 theta $3.8^\circ - 13^\circ$

Penampakan visual menunjukkan perubahan warna dari produk interkalasi karena penambahan cetyl pyridinium chloride. Pada penambahan CPC sebesar 0.3 gram CPC per 2.5 gram warna montmorilonite (A-mont) yang dihasilkan adalah putih kekuningan (Gambar A) yang mendekati warna Montmorilonite (Gambar D) tanpa penambahan CPC (D-mont). Warna menjadi merah (Gambar B) pada penambahan CPC sebesar 0.9 gram

CPC per 2.5 gram Montmorilonite (C-mont) dan berubah menjadi coklat (Gambar C) pada penambahan CPC yang lebih besar, 3 gram CPC per 2.5 gram Na-Montmorilonite (C-mont). Hal ini terjadi karena deposisi hasil reaksi CPC dengan sel mikroorganisme sebagaimana terjadi pula pada permukaan dan sela-sela gigi ketika digunakan sebagai obat kumur.^{7,8)} Perbedaan warna kemungkinan karena kadar sisa sel mikroorganisme terdeposisi.



Gambar 6. Penampakan dengan Penambahan (A) 0.3 gram CPC per 2.5 gram Na-Montmorilonite; (B) 0.9 gram CPC per 2.5 gram Na-Montmorilonite; (C) 3 gram CPC per 2.5 gram Na-Montmorilonite; (D) Tanpa Penambahan CPC

Hasil penelitian menunjukkan ini menunjukkan *Cetyl Pyridinium Chloride* dapat digunakan sebagai interkalan yang efektif. Dengan pelebaran jarak basal dimungkinkan untuk masuknya molekul – molekul lain melalui melalui mekanisme adsorpsi sementara lebar jarak antar basal menjadikannya adsorpsi bersifat selektif terhadap besar molekul. Beberapa aplikasinya adalah diantaranya sebagai adsorbent untuk pemurnian minyak nabati, senyawa organik dalam air buangan, logam berbahaya, dll.

V. KESIMPULAN

Kesimpulan

Cetylpyridinium chloride (CPC) dapat digunakan untuk memperlebar jarak basal yang sebanding dengan berat CPC terhadap berat Monmorilonit. Indikasi adanya pelebaran ditunjukkan oleh perubahan posisi, bentuk, dan intensitas hasil difraksi X-RD pada rentang 2θ $2 - 6^\circ$ yang merupakan refleksi dari bidang

d_{001} . Hasil perhitungan dengan persamaan Bragg's, jarak antar lapis terlebar yang dapat dicapai adalah $22,1A$ ($2\theta = 4.0^\circ$), yaitu untuk komposisi 0.9 gram CPC per 2.5 gram montmorilonit.

Saran

Penggunaan lempung interkalasi mencakup banyak bidang yang sangat luas di dalam industri. Hasil penelitian ini belum mengamati pemanfaatannya secara khusus oleh karena itu penelitian lebih lanjut diharapkan, terutama yang berkaitan pengaruh perbandingan cetyl pyridinium terhadap monmorilonit dan pengaruhnya terhadap lebar jarak antar lapis dan kemampuan adsorpsi. Jarak antar lapis mempengaruhi selektifitas molekul yang dapat diadsorpsi sementara kemampuan adsorpsi dipengaruhi oleh sisa luasan aktif dipermukaan basal. Hal ini diperlukan untuk mengetahui penggunaan lempung terpillar secara secara spesifik.

VI. DAFTAR PUSTAKA

1. Frost Ray and He, Hongping and Kloproge, et. all *Changes in the Morphology of Organoclay with HDTMA+Surfactant Loading*, Applied Clay Science 31(3-4), pp 262-271, Elsevier 2006
2. Farzana Hussain, Mehdi Hojjati, Masami Okamoto, Russel E. Gorga, Review article: Polymer-matrix Nanocomposites, Processing, Manufacturing, and Application: An Overview
3. Hasmukh A. Patel, Rajesh S. Somani, Hari C Bajaj and Raksh V. Jasra, Nanoclays for Polymer Nanocomposites, Paints, Inks, Greases and Cosmetics Formulation, Drug Delivery Vehicle and Waste Water Treatment, Bull. Mater. Sci, Vol 29, No.2, April 2006, pp 133-145, Indian Academy of Science.
4. C. YURUDU, S ISCI, C UNLU, O ATICI, O I ECE and N GUNGOR, Synthesis and Characterization of HDA/NaMMT organoclay, Bull. Mater. Sci, Vol 28, No.6, October 2005, pp 623-628, Indian Academy of Science.
5. Xiaolong Wang, Baolin Liu, and Peizhi Yu, Research on the Preparation and Mechanism of Organic Montmorillonite and Its Application in Drilling Fluid, Journal of Nanomaterials, Volume 2015, Article ID 514604, pp 1-10
6. Camila Braga Dornelas cs, Characterization of Intercalation Compounds of Sunscreens in the Bentonite Organoclay, Journal of Chemical and Pharmaceutical Research, 2015, 7 (12): 816-823.
7. Kassis Cynthia, Extrinsic tooth discoloration, an updated review, Dental tribune Middle East & Africa Edition, March-April 2015, pp 6B-10B
8. Priyanka.S.R , Dr.Veronica, Tooth discolouration due to endodontic materials and Procedures, IOSR Journal of Dental and Medical Sciences (IOSR-JDMS) e-ISSN: 2279-0853, p-ISSN: 2279-0861. Volume 9, Issue 4 (Sep.- Oct. 2013), PP 32-36
9. Vishal Mehrotra, Asheesh Sawhny, Ira Gupta, Rohit Gupta, Tell Tale Shades Of Discolored Teeth - A Review Indian Journal of Dental Sciences. June 2014 Issue:2, Vol.:6, ©Indian Journal of Dental Sciences. (June 2014, Issue:2, Vol.:6)
10. Nikhil N. Bhiwankar a,1 , R.A. Weiss a , b , * Melt intercalation/exfoliation of polystyrene sodium-montmorillonite nanocomposites using sulfonated polystyrene ionomer compatibilizers, Polymer 47 (2006) 6684e6691

11. QUANG T. NGUYEN, DONALD G. BAIRD, Preparation of Polymer–Clay Nanocomposites and Their Properties, *Advances in Polymer Technology*, Vol. 25, No. 4, 270–285 (2006)
12. Pankil Singla, Rajeev Mehta, Siddh Nath Upadhyay, Clay Modification by the Use of Organic Cations, *Green and Sustainable Chemistry*, 2012, 2, 21-25
13. Manju Kurian, S. Kavitha. A Review on the Importance of Pillared Interlayered Clays in Green Chemical Catalysis, International Conference on Emerging Trends in Engineering & Management (ICETEM-2016) *IOSR Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)* e-ISSN: 2278-5736.PP 47-54
14. P. ČAPKOVÁ, a R . A. J . DRIESSEN, a M . NUMAN, a H . SCHENK, C Z. WEISS, and C Z. KLIKA, Modelling of Intercalated Clay Minerals, *Chem. Papers* 52 (1) 1—6 (199
15. Inderpreet Singh Khurana, Satvinder Kaur, Harpreet Kaur & Rajneet Kaur Khurana, Multifaceted role of clay minerals in pharmaceuticals, *Future Sci. OA* (2015) 1(3), FSO6
16. Bello ML, Junior AM, Vieira BA, Dias LRS, de Sousa VP. Et al., Montmorillonite/Amine-Containing Drugs Complexes: New Insight on Intercalated Drugs Arrangement into Layered Carrier Material. *PloS ONE* . doi : 10 . 1371 / journal.pone.0122210, pp 1-20, March 24, 2015
17. Montmorillonite: Montmorillonite mineral information and data. - Mindat<https://www.mindat.org/min-2821.html>