

## KAJIAN SPEKTRA IR DAN AAS LEMPUNG TERPILAR-Fe

Pangoloan Soleman Ritonga

Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Tarbiyah dan Keguruan UIN SUSKA Riau  
 Email: [solemanriau@yahoo.co.id](mailto:solemanriau@yahoo.co.id)

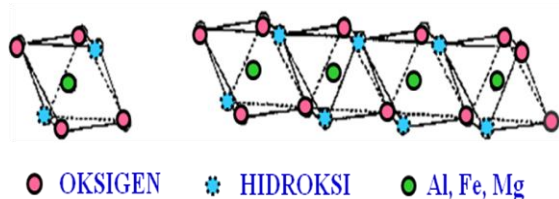
## ABSTRACT

*It has been successfully synthesized a new pillared clay adsorbent by using natural bentonite from the Kecamatan Tulakan Pacitas East Java. The synthesis was carried out by intercalation methode by mixing benzalkonium chloride surfactant solution and precursor solution of iron chloride into natural bentonite solution, then the resulted solid phase was calcined at 400°C. The natural bentonite and the adsorbent of pillared clay were characterized by using infra red spectrophotometer. The iron oxide content was determined by using atomic absorption spectroscopy. It has been concluded that pillarization proses increased the iron oxide content up to five time depending on the mole ratio of iron and cation exchange capacity (CEC) value of natural bentonite. From infra red spectra, it has been concluded that surfactant intercalation into inter layer space can be observed by using peak at 2925.8 and 2852.5  $\text{cm}^{-1}$ , while the iron oxide pillared is not observed.*

**Key words:** Lempung, Pillarisasi, Interkalasi, Spectrophotometry IR, AAS

## 1. PENDAHULUAN

Lempung bentonit merupakan mineral lempung dengan kandungan utama monmorillonit kurang lebih 85%. Lempung tersusun dari mineral alumina silikat yang mempunyai struktur kristal berlapis dan berpori. Lempung bentonit mempunyai kemampuan mengembang (*swellability*) karena ruang antar lapis (interlayer) dapat mengakomodasi ion-ion atau molekul dengan ukuran tertentu. Menurut Grim (1968) terdapat dua unit penyusun yang terlibat dalam kisi-kisi atom pada sebagian besar mineral lempung. Satu unit tersusun dari oksigen atau hidroksida dengan aluminium, besi atau magnesium yang terkoordinasi dalam sistem oktahedral. Penggabungan dari unit-unit oktahedral ini dapat membentuk struktur lapis oktahedral seperti terlihat pada gambar 1.



Gambar 1. Unit Oktahedral

Sedangkan unit pembangun yang lain adalah sistem tetrahedral dari silikon dengan oksigen

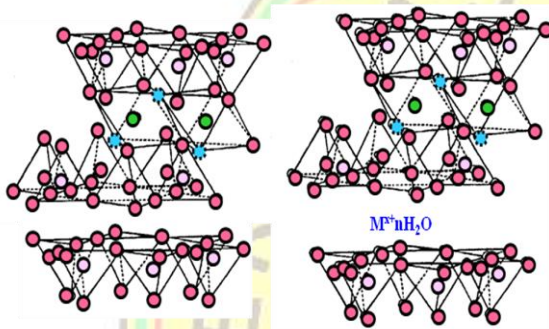
atau hidroksi. Rangkaian unit-unit tetrahedral ini juga dapat membentuk struktur lapis tetrahedral seperti terlihat pada gambar 2. Diantara lapisan terdapat kation-kation yang berfungsi menyeimbangkan muatan negatif yang ada pada bidang lapisnya.



Gambar 2. Unit tetrahedral

Pengelompokan lempung dapat didasarkan atas struktur dan komposisinya (Pinnavaia, 1983). Berdasarkan strukturnya lempung dibagi menjadi 3 golongan yaitu: kristalin (*crystalline minerals*), amorf (*amorphous*) dan campuran (*mixed layered*). Sementara itu mineral kristalin dibedakan menjadi mineral berlapis (*layered mineral*) dan mineral berserat (*fibrous minerals*). Menurut Theng (1977), berdasarkan perbandingan struktur tetrahedral dan oktahedralnya, mineral berlapis dibedakan menjadi 3 yaitu: (1). mineral tipe 1:1, mineral yang terdiri dari satu lapisan oktahedral dan satu lapisan tetrahedral, misalnya kaolin dan sepiantin, (2). mineral tipe 2:1, mineral yang

terdiri dari dua lapisan oktahedral dan satu lapisan tetrahedral, misalnya monmorillonit, mika dan vermiculit, (3). mineral tipe 2:1:1, mineral yang merupakan jenis 2:1 dengan satu lapisan oktahedral tambahan yang tersusun berselang seling, misalnya klovit. Dalam kelompok mineral tersebut, monmorillonit adalah kelompok mineral yang paling menarik karena kemampuannya untuk mengembang (*swelling*) dan mempunyai kapasitas penukar ion yang tinggi sehingga mampu mengakomodasi kation antar lapisnya dalam jumlah besar (Ogawa, 1992; Wijaya 2000). Struktur montmorillonit dapat dilihat pada gambar 3.



**Gambar 3. Struktur Montmorillonit**

Lempung sangat berguna untuk dipakai pada bidang katalis, adsorpsi dan pertukaran kation, tetapi mempunyai kelemahan yaitu rusaknya struktur lapis dan hilangnya porositas karena pemanasan pada suhu tinggi (Cool dan Vansant, 1998). Hal tersebut dicoba diatasi dengan proses penyisipan ion atau molekul ke dalam interlayer yang dikenal dengan interkalasi. Pemanasan interkalat akan menghasilkan pillar sehingga proses ini lebih dikenal dengan proses pillarisasi.

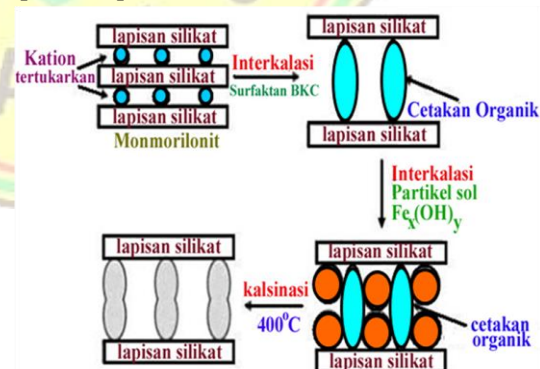
Pilarisasi dapat dilakukan dengan menginterkalasi polikation hidroksi terhadap lempung, selanjutnya dikalsinasi sehingga membentuk pilar-pilar oksida logam (Yang dkk., 1992). Berbagai macam kation dapat digunakan sebagai agen pemilar antara lain ion-ion alkyl ammonium, kation amina bisiklis dan beberapa kation kompleks seperti kelat serta kation hidroksi logam polinuklir dari Al, Zr, Ti, Fe dan lain-lain (Clearfield, 1992; Yang dkk., 1992).

Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa lempung bentonit yang telah terpillar memiliki beberapa kelebihan, antara lain stabilitas termal yang lebih tinggi, volume pori dan luas permukaan yang lebih besar. Adanya sifat unggul dari lempung terpillar menjadikan material tersebut potensial untuk digunakan sebagai adsorben.

Para peneliti telah mengembangkan suatu metode baru dalam sintesis lempung terpillar yaitu interkalasi surfaktan ionik ke dalam rongga antarlapis lempung. Penambahan surfaktan ini bertujuan untuk membuka rongga pada antar lapis lempung sehingga mudah untuk diinterkalasi lebih lanjut dengan kation logam.

Pada penelitian ini surfaktan yang digunakan adalah benzal konium klorida dan sebagai agen pemilarnya yaitu besi klorida, karena benzyl konium klorida dan besi merupakan surfaktan dan logam yang murah dan mudah didapatkan.

Rightor, Tzou dan Pinnavaia (1991) melaporkan, pemiliran dengan oksida besi akan menghasilkan lempung terpillar dengan basal spacing sampai 29 Å dengan luas permukaan 350 m<sup>2</sup>/g. Hal ini akan meningkatkan daya adsorpsi lempung jika dibandingkan dengan lempung alam yang hanya memiliki luas permukaan 70 – 100 m<sup>2</sup>/g. Dengan adanya surfaktan diharapkan akan mampu meningkatkan porositas serta luas permukaannya dibandingkan dengan lempung terpillar tanpa surfaktan.



**Gambar 4. Proses Pillarisasi**

Seperti yang dilaporkan oleh Pinnavaia dkk (1998), lempung terpillar silika yang disintesis dengan menggunakan cetyltrimethylammonium



bromide (CTMA) sebagai agen templat dan tetraethyl orthosilicate (TEOS) sebagai agen pemilar mempunyai basal spacing antara 2,5-7,5 Å dan luas permukaan spesifiknya antara 400-900 m<sup>2</sup>/g. Pada tahun 2001, Kwon dkk. melaporkan lempung terpillar silika yang disintesis dengan menggunakan dodesilamin sebagai agen templat dan TEOS sebagai agen pemilar mempunyai luas permukaan spesifik antara 403-577 m<sup>2</sup>/g. Polverejan dkk. (2000) mensintesis lempung terpillar silika dengan luas permukaan spesifik antara 800-920 m<sup>2</sup>/g, jarak basal spacing antara 33-35 Å dan volume pori 0,38-0,44 cm<sup>3</sup>/g. Keberhasilan interkalasi ke dalam struktur lempung bentonit diharapkan menjadikan lempung bentonit sebagai pengadsorpt (penyerap) pengotor yang efektif

## 2. METODE PENELITIAN

### 1. Pembuatan Larutan Pemilar

Larutan pemilar polikation Fe dibuat dengan melarutkan FeCl<sub>3</sub> · 6 H<sub>2</sub>O (BM = 270,30 g/mol) dalam akuades sehingga konsentrasi larutan menjadi 0,2 M, kemudian dihidrolisis dengan larutan NaOH 0,1 M secara perlahan-lahan sampai rasio OH/Fe<sup>3+</sup> = 2. Larutan ini diaduk sampai homogen selanjutnya didiamkan (*aging*) selama 24 jam pada temperatur kamar. Jumlah larutan pemilar yang dibuat sesuai dengan kajian variasi rasio mmol Fe: KTK lempung yakni: 1; 7; 13 dan 19.

### 2. Pembuatan Suspensi Lempung Bentonit

Sampel lempung bentonit pada poin-1 ditimbang sebanyak 20 gram dan dilarutkan dalam 1000 ml akuades atau dengan perbandingan 2% (b/v). Larutan ini kemudian diaduk selama 24 jam pada suhu kamar. Dibuat lima suspensi sesuai dengan kajian variasi mmol Fe: KTK lempung.

### 3. Proses interkalasi dan Pilarisasi

Suspensi yang telah disiapkan pada III.2.3 ditambahkan larutan agen templat benzalkonium klorida sebesar; 1% (1ml bkc/100 ml akuades); 5% (5 ml bkc/100 ml akuades) dan

10% (10 ml bkc / 100 ml akuades) untuk masing-masing perlakuan lalu diaduk selama 6 jam. Kemudian ditambahkan larutan pemilar dari poin 2 sedikit demi sedikit dan diaduk selama 24 jam. Hasil padatan disaring dan dicuci dengan akuades hingga bebas ion Cl<sup>-</sup> (uji negatif terhadap AgNO<sub>3</sub>). Padatan ini dikeringkan dalam oven pada suhu 100 -110 °C selama 5 jam, selanjutnya digerus, diayak dan dikalsinasi pada 400 °C selama 5 jam.

### 4. Penentuan Gugus Fungsional

Sampel yang dianalisis sebanyak lebih kurang 1 mgr digerus dan dihomogenkan dengan 100 mgr KBr dengan cara ditekan menggunakan alat *vibrating mill* dengan tekanan sebesar 8-9 ton sehingga membentuk pelet tipis yang transparan. Pelet ini kemudian diletakkan didalam sel instrumen spektrofotometer FTIR-8201 PC Shimadzu dan dianalisis. Analisis dilakukan terhadap sampel lempung alam dan lempung.

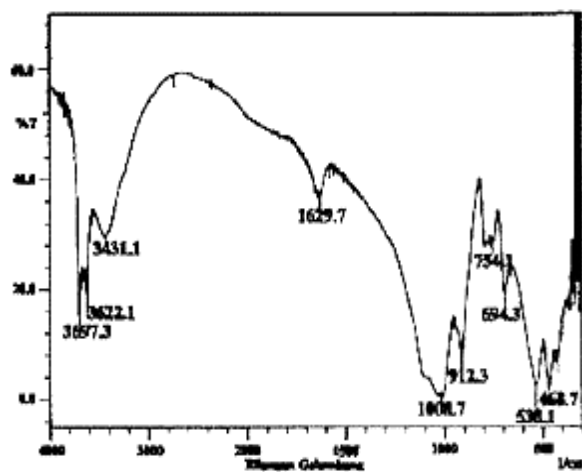
### 5. Penentuan kadar Fe

Siapkan larutan standar Fe dengan konsentrasi 0; 2,5; 5; 10; 15 dan 20 ppm. Diukur absorbansi dari masing-masing larutan standar dan larutan sampel. Dibuat kurva absorbansi versus konsentrasi dan tentukan konsentrasi Fe dalam sampel dengan regresi linear.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Analisis menggunakan spektrofotometer inframerah

Analisis selanjutnya dilakukan dengan spektroskopi inframerah untuk mengetahui jenis vibrasi antara atom-atom dalam mineral lempung alam. Analisis dilakukan pada daerah bilangan gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup> karena biasanya spektra yang karakteristik akan muncul pada daerah tersebut. Hasil analisis dengan spektrofotometer inframerah terhadap lempung alam disajikan dalam gambar 5.



**Gambar 5. Spektra inframerah lempung alam**

Dari gambar 5 terlihat bahwa lempung alam mempunyai puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 468,7; 538,1; 694,3; 754,1; 912,3; 1008,7; 1629,7; 3431,1; 3622,1 dan 3697,3  $\text{cm}^{-1}$ . Daerah 400-1200  $\text{cm}^{-1}$  dinamakan juga daerah sidik jari (*finge print region*). Puncak-puncak yang muncul pada daerah ini antara lain 1008,7; 912,3; 754,1; 694,3; 538,1; 468,7; dan 426,2  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak serapan yang paling tajam pada daerah 1008,7  $\text{cm}^{-1}$  adalah karakteristik vibrasi ulur dari Si-O. Hal ini diperkuat oleh Farmer dan Russell (1964) yang melaporkan bahwa puncak serapan untuk montmorillonit Wyoming (Amerika Serikat) muncul pada bilangan gelombang 1048  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan Flanigen et.al (1971) menyatakan serapan kuat pada daerah 950 – 1250  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur dari T-O (dimana T = Si atau Al) yang melibatkan gerakan utama dari atom oksigen. Hal yang sama juga ditegaskan oleh Madejova (2002) yang mencatat puncak serapan khas Si-O dari montmorillonit, nontronit, hektorit dan saponit berturut-turut muncul pada bilangan gelombang 1030, 1019, 1012 dan 1009  $\text{cm}^{-1}$ .

Munculnya puncak pada bilangan gelombang 912,3  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk OH yang berikatan dengan kation. Serapan 754,1  $\text{cm}^{-1}$  adalah serapan untuk vibrasi tekuk Si-O yang tegak lurus sumbu optik. Sedangkan puncak pada bilangan gelombang 694,3  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk Si-O yang sejajar dengan sumbu optik. Katti (2002) juga

melaporkan bahwa vibrasi tekuk OH dengan kation terjadi pada daerah 918, 888 dan 847  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan puncak di bilangan gelombang 778  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi tekuk Si-O yang tegak lurus dengan sumbu optik dan 671  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk Si-O yang sejajar dengan sumbu optik.

Vibrasi tekuk Si-O-Al (Al oktahedral) muncul pada bilangan gelombang 538,1  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan 468,7  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk Si-O-Si. Menurut Komadel (2003) vibrasi tekuk Si-O-Al terjadi pada daerah serapan 520  $\text{cm}^{-1}$  yang mana merupakan pita yang sangat sensitif dengan kehadiran Al di lapis oktahedral sedangkan Madejova (2002) mengamati vibrasi tekuk Si-O-Al terjadi pada serapan 520  $\text{cm}^{-1}$  dan vibrasi tekuk Si-O-Si pada bilangan gelombang 470  $\text{cm}^{-1}$ .

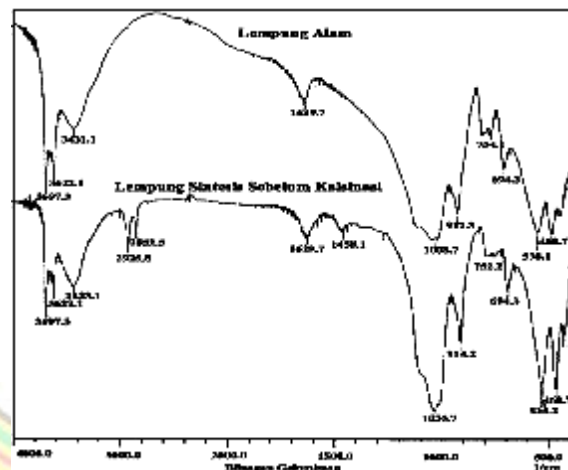
Adanya serapan pada daerah bilangan gelombang 1629,7  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk -OH dari molekul air terserap. Hal ini hampir sama dengan yang diamati oleh Grim (1968) dalam Darwanta (2002) yang menyatakan bahwa  $\text{H}_2\text{O}$  yang terserap memberikan serapan pada daerah 3400 dan 1640  $\text{cm}^{-1}$  yang sesuai dengan vibrasi dari  $\text{H}_2\text{O}$ . Menurut Katti (2002) bahwa serapan pada 1635  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi tekuk H-O-H. Munculnya serapan pada daerah bilangan gelombang 3697,3 dan 3622,1 menunjukkan adanya vibrasi ulur dari -OH, sedangkan vibrasi pada 3431,1  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi H-O-H yang membentuk ikatan hidrogen dengan air. Hal ini juga ditegaskan oleh Madejova (2002) bahwa munculnya puncak pada bilangan gelombang 3669; 3653 dan 3620  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur -OH dari silanol atau yang terdapat diantara lembaran tetrahedral dengan oktahedral, begitu juga dengan Katti (2002) melaporkan serapan pada 3634  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi tekuk O-H sedangkan pada bilangan gelombang 3433  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi H-O-H yang membentuk ikatan hidrogen dengan air. Dapat disimpulkan bahwa kandungan utama lempung alam Tulakan Pacitan adalah montmorillonit dengan melihat adanya kesesuaian puncak-puncak pada spektra inframerah lempung alam Tulakan Pacitan



dengan lempung montmorilonit hasil peneliti lain.

Untuk mempelajari proses yang terjadi dalam pembuatan lempung terpillar-Fe maka akan dikaji dengan spektra inframerah. Lempung hasil rekayasa dibuat dengan cara interkalasi surfaktan benzalkonium klorida dilanjutkan dengan sol-Fe pada konsentrasi yang bervariasi. Untuk melihat gugus fungsional pada lempung terinterkalasi surfaktan benzalkonium klorida dan sol besi dilakukan analisa spektrofotometer inframerah. Dari analisa ini diharapkan dapat diamati perubahan struktur dengan adanya perubahan gugus-gugus fungsional pada lempung sebagai akibat dari proses interkalasi. Dengan membandingkan hasil spektra lempung alam dan lempung terinterkalasi surfaktan dan sol besi akan diamati perubahan gugus fungsionalnya. Hasil spektrofotometrinya ditampilkan pada gambar 6. Dari gambar tersebut terlihat jelas ada perbedaan yang mendasar antara spektra lempung alam Tulakan Pacitan dengan spektra lempung alam yang terinterkalasi surfaktan benzalkonium klorida dan sol besi. Perbedaan mendasar terlihat pada munculnya puncak-puncak baru pada bilangan gelombang 2925,8; 2852,5; 2381,9 dan 1458,1  $\text{cm}^{-1}$ . Munculnya puncak-puncak baru ini merupakan indikasi adanya sesuatu yang menyebabkan terjadinya perubahan pada struktur lempung.

Munculnya serapan pada panjang gelombang tersebut diduga berasal dari gugus-gugus fungsional surfaktan benzalkonium klorida yang ditambahkan pada proses interkalasi. Serapan pada bilangan gelombang 2925,8 dan 2852,5  $\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah vibrasi ulur C-H rantai alkil dari molekul surfaktan benzalkonium klorida. Puncak 2925,8  $\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah vibrasi C-H simetri dari gugus  $\text{CH}_2$ , sedangkan puncak 2852,5  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur C-H asimetrik gugus  $\text{CH}_2$ . Keberadaan gugus-gugus  $\text{CH}_2$  surfaktan ini diperkuat dengan munculnya puncak didaerah 1458,1  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan daerah vibrasi C-H dari deformasi  $\text{CH}_2$ .

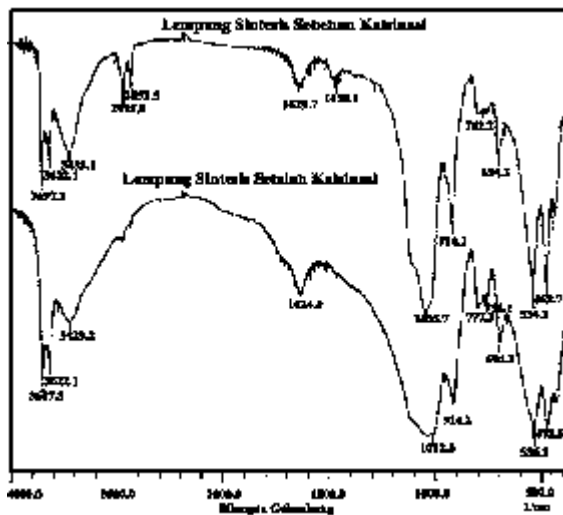


**Gambar 6. Spektra lempung alam Tulakan Pacitan dan Lempung terinterkalasi surfaktan dan sol besi**

Munculnya serapan pada panjang gelombang tersebut diduga berasal dari gugus-gugus fungsional surfaktan benzalkonium klorida yang ditambahkan pada proses interkalasi. Serapan pada bilangan gelombang 2925,8 dan 2852,5  $\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah vibrasi ulur C-H rantai alkil dari molekul surfaktan benzalkonium klorida. Puncak 2925,8  $\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah vibrasi C-H simetri dari gugus  $\text{CH}_2$ , sedangkan puncak 2852,5  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur C-H asimetrik gugus  $\text{CH}_2$ . Keberadaan gugus-gugus  $\text{CH}_2$  surfaktan ini diperkuat dengan munculnya puncak didaerah 1458,1  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan daerah vibrasi C-H dari deformasi  $\text{CH}_2$ . Interkalasi surfaktan ke dalam lempung bertujuan untuk membuka rongga pada antar lapis lempung, sehingga diduga posisi surfaktan tersebut berada di antar lapis lempung. Masuknya kation Fe pada lempung dapat diamati pada daerah bilangan gelombang 914,2  $\text{cm}^{-1}$ . Pada spektra lempung hasil rekayasa sebelum kalsinasi terlihat adanya perubahan intensitas yang lebih tajam pada daerah ini. Diduga ini terjadi karena masuknya kation Fe pada lempung tersebut. Hal ini dipertegas oleh Katti (2002), bahwa vibrasi tekuk -OH dengan kation terjadi pada daerah bilangan gelombang 918, 888 dan 847  $\text{cm}^{-1}$ .

Lempung yang telah diinterkalasi dengan surfaktan benzalkonium klorida dan sol besi selanjutnya dikalsinasi sehingga terbentuk pilar oksida logam yang kaku (*rigid*) untuk

menyanga struktur lapisannya. Surfaktan benzalkonium klorida merupakan spesies organik yang memiliki stabilitas termal kecil dari 400°C. Ini dapat dilihat dengan membandingkan spektra lempung hasil rekayasa sebelum dan sesudah kalsinasi yang disajikan pada gambar 7.



**Gambar 7. Spektra lempung hasil rekayasa sebelum dan sesudah kalsinasi**

Dari gambar 7. terlihat bahwa serapan khas untuk surfaktan benzalkonium klorida pada bilangan gelombang 2925,8; 2852,5; 2381,9 dan 1458,1  $\text{cm}^{-1}$  setelah dikalsinasi pada suhu 400°C tidak muncul lagi, tetapi memunculkan puncak di daerah bilangan gelombang 777,3  $\text{cm}^{-1}$ . Ini berarti bahwa proses kalsinasi telah menghilangkan senyawa organik dan mengubah hidrolisa besi menjadi oksida logamnya. Munculnya puncak di daerah bilangan gelombang 777,3  $\text{cm}^{-1}$ , menurut Madejova (2003) dan Katti dan Katti (2002), puncak ini merupakan puncak khas -OH yang terikat kation. Dalam hal ini kation yang diinterkalasikan adalah  $\text{Fe}^{3+}$ , maka puncak-puncak ini diduga merupakan vibrasi Fe-O dan Fe-OH. Sebagai akibat pilarisasi oksida logam yang terbentuk belum mampu diamati dengan spektrofotometer inframerah secara jelas. Oleh karena itu peningkatan konsentrasi Fe akibat terbentuknya oksida besi di dalam lempung terpillar selanjutnya akan diamati dengan metoda spektroskopi serapan atom (AAS).

## 2. Analisis kandungan besi dengan metoda AAS

Untuk menghasilkan lempung terpillar dengan porositas dan stabilitas termal yang tinggi, para peneliti telah mengembangkan suatu metode baru dalam sintesis lempung terpillar. Metode baru tersebut adalah dengan menginterkalasikan surfaktan kemudian diikuti dengan agen pemilar dalam sintesis lempung terpillar. Interkalasi surfaktan ionik ke dalam rongga antar lapis lempung diharapkan terjadi pembentukan pilar yang besar pada struktur lapis lempung monmorillonit, karena surfaktan berfungsi untuk membuka rongga pada antar lapis lempung sehingga kation logam mudah untuk diinterkalasi pada proses selanjutnya. Semakin besar rongga yang terbuka maka akan semakin banyak kation logam yang terinterkalasi.

Sol besi yang diinterkalasikan pada lempung berperan sebagai pilar di daerah antar lapis lempung hasil rekayasa. Pilar besi oksida ini terbentuk saat kalsinasi. Jumlah sol besi yang masuk di daerah antar lapis akan menentukan jumlah besi oksida yang terbentuk. Untuk mengetahui peranan surfaktan dalam pengaturan jumlah sol besi yang masuk di dalam lempung maka akan dikaji kandungan besi pada lempung dengan spektrofotometer serapan atom. Adapun besarnya jumlah surfaktan yang diinterkalasikan untuk masing-masing sampel yaitu 0.1%, 1%, 5% dan 10%. Hasil analisis kandungan besi pada lempung alam dan lempung hasil rekayasa disajikan pada tabel 1 dan gambar 8.

Dari tabel 1 terlihat bahwa proses interkalasi sol besi dapat dikatakan telah berlangsung dengan sukses. Hal ini dapat dilihat dengan membandingkan kandungan besi pada lempung alam dengan kandungan besi yang diinterkalasi dengan sol besi telah terjadi peningkatan yaitu dari 22,849 mgr/gr menjadi 47,713 mgr/gr atau terjadi kenaikan sekitar 77,43%. Penambahan surfaktan pada konsentrasi 1% merupakan kondisi optimum untuk masuknya sol besi ke dalam lempung lempung hasil rekayasa. Ketika penambahan surfaktan di atas 1% yaitu sekitar 5% dan 10%



maka jumlah sol besi di dalam lempung lempung hasil rekayasa semakin sedikit. Terlihat bahwa konsentrasi surfaktan membatasi jumlah sol besi yang bisa masuk ke daerah antar lapis lempung. Dengan kata lain terjadi kompetisi antara sol besi dan molekul surfaktan.

Surfaktan yang diinterkalasikan ternyata berpengaruh terhadap jumlah besi oksida yang terbentuk. Semakin tingginya konsentrasi surfaktan yang diinterkalasikan akan semakin sedikit jumlah besi oksida yang masuk pada lempung hasil rekayasa. Masuknya surfaktan dapat mengarahkan masuknya sol besi ke daerah antar lapis lempung. Penambahan surfaktan ini bertujuan untuk membuka rongga

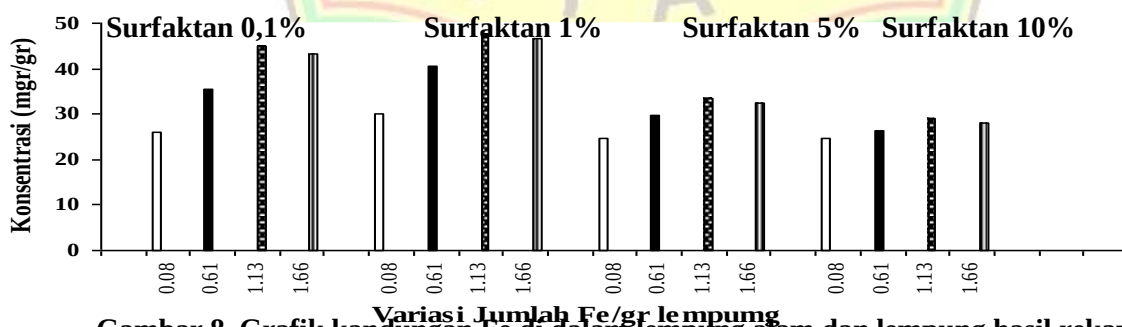
pada antar lapis lempung sehingga mudah untuk diinterkalasi lebih lanjut dengan kation logam. Tampaknya pada kondisi ini sol besi dan molekul surfaktan secara bersama-sama optimal mengisi daerah antar lapis lempung. Namun penataan keduanya pada daerah antar lapis dikontrol oleh sol surfaktan.

Pada saat konsentrasi surfaktan dinaikan menjadi 5% dan 10%, konsentrasi surfaktan cukup besar sehingga memungkinkan molekul surfaktan berkompetisi lebih besar untuk menata diri didaerah antar lapis. Masuknya surfaktan dengan konsentrasi cukup tinggi ini mampu menghambat sebagian sol besi sehingga konsentrasi sol besi menjadi turun.

**Tabel 1. Kandungan besi pada lempung alam dan lempung hasil rekayasa**

| Adsorben      | Konsentrasi surfaktan BKC yang ditambahkan | Jumlah Fe yang ditambahkan /gr lempung | Kandungan besi |                  |
|---------------|--------------------------------------------|----------------------------------------|----------------|------------------|
|               |                                            |                                        | (mgr/gr)       | % berat (mgr/gr) |
| Lempung alam  | -                                          | -                                      | 22,849         | 2,28             |
| Adsorben – 1  | BKC 0,1%                                   | 0,0875 gr                              | 25,939         | 2,59             |
| Adsorben – 2  |                                            | 0,6130 gr                              | 35,455         | 3,55             |
| Adsorben – 3  |                                            | 1,1385 gr                              | 44,966         | 4,50             |
| Adsorben – 4  |                                            | 1,6640 gr                              | 43,238         | 4,32             |
| Adsorben – 5  | BKC 1%                                     | 0,0875 gr                              | 30,101         | 3,01             |
| Adsorben – 6  |                                            | 0,6130 gr                              | 40,599         | 4,06             |
| Adsorben – 7  |                                            | 1,1385 gr                              | 47,713         | 4,77             |
| Adsorben – 8  |                                            | 1,6640 gr                              | 46,591         | 4,66             |
| Adsorben – 9  | BKC 5%                                     | 0,0875 gr                              | 24,762         | 2,48             |
| Adsorben – 10 |                                            | 0,6130 gr                              | 29,713         | 2,97             |
| Adsorben – 11 |                                            | 1,1385 gr                              | 33,310         | 3,33             |
| Adsorben – 12 |                                            | 1,6640 gr                              | 32,410         | 3,24             |
| Adsorben – 13 | BKC 10%                                    | 0,0875 gr                              | 24,804         | 2,48             |
| Adsorben – 14 |                                            | 0,6130 gr                              | 26,227         | 2,62             |
| Adsorben – 15 |                                            | 1,1385 gr                              | 29,089         | 2,91             |
| Adsorben – 16 |                                            | 1,6640 gr                              | 28,137         | 2,81             |

**Kandungan Fe di dalam lempung alam dan hasil rekayasa**



**Gambar 8. Grafik kandungan Fe di dalam lempung alam dan lempung hasil rekayasa**

#### 4. KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses pillarisasi dengan menginterkalasikan

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dapat meningkatkan kandungan besi oksida hingga sebesar lima kali lipat bergantung pada rasio mol Fe dan nilai kapasitas pertukaran

kation (KTK) bentonit alam. Dari data spectra infra merah (FT-IR) dapat disimpulkan bahwa interkalasi surfaktan pada ruang antar lapis silikat dapat teramati dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 2825,8 dan 2852,5  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan pilar besi oksida tidak teramati

## 5. DAFTAR PUSTAKA

- Badan POM RI, 2004, *Persyaratan Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis Buatan dalam Produk Pangan*, Jakarta
- Clearfield, Abraham, 1992, "Preparation of Pillared Clays and Their Catalytic Properties", Chemistry Departement Texas A and M University College Station, 345 – 390.
- Cool, P., and Vansant, E.F., 1988, " Pillared Clays: Preparation, Characterization and Application ", Moleculer Sieves, Springer.
- Darwanta, 2002, "Sintesis dan Karakterisasi Lempung Terpillar-Al Serta Aplikasinya Sebagai Katalis Hidrorengkah Fraksi Berat Minyak Bumi", Tesis S-2, Universitas Yogyakarta.
- Flanigen, E.M., Khatami, H., 1971, "Infrared Structural Studies of ZeoliteFramework, Molecularr Sieve Zeolite-I", American Society Adv. In Chemistry Series No. 101, Washington, 201-226.
- Grim R.E., 1968", *Clay Mineralogy*", second Edition, Me Graw Hill Book Company, New York.
- Gunzler, H., Gremlich, H., 2002, " I R Spektroskopi ", Wiley-VCH, Germany.
- Katti,K., and Katti D., 2001, "Effect of Clay-Water Interactions on Swelling in Montmorillonite Clay", Departement of Civil Engineering and Construction North Dakota State University, Fargo.
- Komadel, P., 2003, "Chemically Modified smectites", Slovak Academy of Sciences, Slovakia, Clay Mineral, 38, 127 -138
- Kwon, O., Park, K., and Jeong, S., 2001, "Preparation of porous Silica-Pillared Monmorillonite: Simultaneous Intercalation of Amine-Tetraethylortho-silicate into H-Montmorillonite", Bull. Korean Chem. Soc., 22, 678-684.
- Madejova, J., 2003, "FTIR Techniques in Clays Mineral Studies", Slovak Academy of Sciences, Slovakia, 31, 1 – 10.
- Ogawa, M. and Kuroda, K., 1997, "Preparation of Inorganic Nanocomposites through Intercalation of Organoammonium Ions into Layered Silicates", Bull. Chem. Soc. Jpn., 70, 2593-2618.
- Polvarejan, M., Pauly, T. R., and Pinnavaia, T. J., 2000, Acetic Porous Clay Heterostructure (PCH): Intragallery Assembly of mesoporous Silica in Synthetic Saponite Clay, Chem. Mater., 12, 2698-2704
- Pinnavaia, T.J., 1983, "Intercalated Clay Catalyst", Science, 220 – 365.
- Pinnavaia, T.J., Galarneau, A. H., and Barodawalla, A. F., 1998, "Porous Clay Heterostructure by Gallery Templated Synthesis", United State Patent, 5, 834-391.
- Rightor, E.G., Tzou, M.S., and Pinnavaia, T.J., 1991, " Iron Oxide Pillared Clay with Large Gallery Height: Syntesis and properties as a Fischer – Tropsch Catalyst, Journal of Catalysis, 130, 29 – 40.
- Riyanto, A., 1994, " Bahan Galian Industri Bentonit", Direktorat Jendral Pertambangan Umum, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral, Bandung.
- Yang, R.T., Chem, J.P., Kikkinedes, E.S., and Cheng, L.S., 1992, Pillared Clay as Superior Catalyst for Selective Catalytic Reduction of NO with NH<sub>3</sub>", Ind. Eng. Chem. Res., 31, 1440 – 1445
- Wijaya, Karna, 2000, "Sintesis Lempung Monmorilonit Terpillar Berbahan Baku Bentonit Alam Indonesia dan Aplikasinya Sebagai Katalis, Bahan Foto-Fungsional dan Adsorben", Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.