

**KARAKTERISASI BENTONIT TERPILAR Fe_2O_3
SEBAGAI ADSORBEN**

**CHARACTERIZATION OF Fe_2O_3 PILLARED BENTONITE
AS AN ADSORBENT**

Claudia Neriva Cromain.* dan Sari Edi Cahyaningrum

Departement of Chemistry, Faculty of Matematics and Natural Sciences
State University of Surabaya

Jl. Ketintang Surabaya (6023), telp 031-8298761

*Corresponding author, e-mail: claudianeriva@gmail.com

Abstrak. Bentonit merupakan adsorben yang memiliki interlayer dan berpori namun memiliki kemampuan yang kurang maksimal dalam mengadsorpsi Methylene Blue. Peningkatan kemampuan adsorpsi dilakukan dengan pilarisasi sehingga dalam penelitian ini menghasilkan bentonit terpillar Fe_2O_3 . Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui gugus fungsional, komposisi mineral, rerata jejari pori, total volume pori, luas permukaan spesifik dari bentonit dan bentonit terpillar Fe_2O_3 . Pilarisasi dilakukan dengan menginterkalasikan pemilar $FeCl_3$ kemudian dikalsinasi pada $400\text{ }^\circ\text{C}$ sehingga didapatkan bentonit terpillar Fe_2O_3 yang disertai perubahan warna yang semula coklat menjadi merah. Hasil analisis gugus fungsional bentonit dan bentonit terpillar Fe_2O_3 menunjukkan vibrasi ulur $-OH$ masing-masing yaitu 3434 cm^{-1} dan 3435 cm^{-1} ; tekuk $-OH$ dari $Si-OH$ $1638,1\text{ cm}^{-1}$ dan $1639,33\text{ cm}^{-1}$; ulur $Si-O$ dari $Si-O-Si$ yaitu $1038,57\text{ cm}^{-1}$ dan $1051,55\text{ cm}^{-1}$; ulur $Si-O$ dari $Si-O-Al$ yaitu $554,38\text{ cm}^{-1}$ dan $571,10\text{ cm}^{-1}$. Komposisi mineral bentonit terpillar Fe_2O_3 memiliki kandungan Fe yaitu $64,13\%$ dan bentonit sebesar $31,86\%$. Hasil analisis Gas Sorption Analyzer menunjukkan nilai rerata jejari pori bentonit terpillar Fe_2O_3 yaitu $378,6\text{ \AA}$ dan pada bentonit yaitu $171,8\text{ \AA}$, volume total pori pada bentonit terpillar Fe_2O_3 $0,149\text{ cc/g}$ dan pada bentonit yaitu $0,124\text{ cc/g}$ dan luas permukaan spesifik area bentonit terpillar Fe_2O_3 yaitu $7,899\text{ m}^2/\text{g}$ dan pada bentonit $14,54\text{ m}^2/\text{g}$.

Kata Kunci: Bentonit, Bentonit Terpillar Fe_2O_3 , Pilarisasi.

Abstract. Bentonite is an adsorbent which has a porous interlayer and it have less ability to adsorb as maximum of Methylene Blue. Capacity adsorption can be increased by pillarization and in this study have done to synthesis Fe_2O_3 pillared bentonite. The purpose of this study to determine functional groups, mineral composition, mean pore, total volume pore, spesific surface area of bentonite and Fe_2O_3 pillared bentonite. Pillarisation of bentonite can synthesis by the intercalation pillaring agent $FeCl_3$ and then calcined at $400\text{ }^\circ\text{C}$ which is accompanied the changes original color brown to red. The result of the analysis of functional groups Fe_2O_3 pillared bentonite and bentonite of $-OH$ stretching vibration is 3434 cm^{-1} and 3435 cm^{-1} ; bending of $Si-OH$ $1638,1\text{ cm}^{-1}$ and $1639,33\text{ cm}^{-1}$; Strecthing $Si-O$ of $Si-O-Si$ is $1038,57\text{ cm}^{-1}$ and $1051,55\text{ cm}^{-1}$; Strecthing $Si-O$ of $Si-O-Al$ is $554,38\text{ cm}^{-1}$ and $571,10\text{ cm}^{-1}$. Mineral composition Fe_2O_3 pillared bentonite has Fe content $64,13\%$ and bentonite has Fe content $31,86\%$. The result of analysis Gas Sorption Analyzer has $378,6\text{ \AA}$ pore radius average of Fe_2O_3 pillared bentonite and bentonite has $171,8\text{ \AA}$, total volume pore of Fe_2O_3 pillared bentonite is $0,149\text{ cc/g}$, bentonite has $0,124\text{ cc/g}$ and spesific surface area bentonite is $7,899\text{ m}^2/\text{g}$ and Fe_2O_3 pillared bentonite has $14,54\text{ m}^2/\text{g}$.

Keywords: Bentonite, Fe_2O_3 Pillared Bentonite, Pillarisation.

PENDAHULUAN

Berbagai macam upaya telah digunakan untuk menanggulangi permasalahan zat warna limbah cair yang dihasilkan dari industri. Upaya-upaya penanggulangan tersebut antara lain yaitu adsorpsi, filtrasi dan koagulasi. Adsorpsi merupakan penyerapan suatu molekul atau ion terutama pada aplikasinya untuk penanganan limbah cair seperti limbah yang mengandung zat warna. Adsorpsi banyak digunakan dalam teknik penanganan limbah cair karena ditinjau dari segi biaya, efektif menyerap molekul adsorbat dan mudah [1].

Penggunaan adsorben pada proses adsorpsi pada umumnya telah digunakan antara lain menggunakan bentonit, karbon aktif, zeolit dan kitosan. Bentonit merupakan lempung alam yang sangat melimpah di Indonesia dan dapat digunakan untuk menanggulangi masalah limbah cair. Penggunaan dengan material ini tidak membutuhkan biaya yang tinggi karena tersedia banyak di alam. Penggunaan bentonit juga telah menunjukkan hasil yang baik sebagai adsorben untuk mengurangi bahkan menurunkan konsentrasi dari limbah cair yang mengandung zat warna [2].

Bentonit dapat mengadsorpsi secara efektif logam atau zat warna karena bentonit memiliki struktur lapisan interlayer, berpori dan daya tukar kation yang tinggi [3]. Kation pada bentonit tersebut tidak saling terikat kuat dan mudah tergantikan oleh kation lainnya. Kandungan yang paling utama yang ada pada bentonit adalah montmorillonit [4].

Montmorillonit merupakan suatu mineral yang terdiri dari silika alumina dengan struktur berlapis [5]. Struktur yang ada dan menyusun montmorillonit pada bentonit dapat berkemampuan menjadi besar atau mengembang dan memiliki kapasitas tukar kation yang tinggi. Na bentonit memiliki sifat yang lebih *swelling* dan lebih banyak memiliki ion Na untuk dipertukarkan [6].

Penggunaan bentonit secara langsung sebagai adsorben memiliki kemampuan yang kurang maksimal dalam mengadsorpsi karena

ketahanan bentonit rendah apabila terendam dalam air dan memiliki sifat *swelling* akibat struktur berlapis (*interlayer*) bentonit. Upaya peningkatan kemampuan adsorpsi dan ketahanan apabila terendam dalam air dapat dilakukan yaitu dengan cara pilarisasi bentonit.

Upaya peningkatan kemampuan adsorpsi dan ketahanan apabila terendam dalam air dapat dilakukan yaitu dengan cara pilarisasi bentonit. Sebelum dipilarisasi, tahap persiapan pertama yaitu bentonit *diaging* dalam larutan NaCl agar kation-kation pada *interlayer* bentonit bertambah banyak sehingga semakin banyak pula kation pemilar yang dapat ditukar.

Pilarisasi merupakan salah satu modifikasi bentonit yang dapat meningkatkan kemampuan dalam mengadsorpsi karena kation dari pemilar diinterkalasikan kedalam *interlayer* bentonit. Proses selanjutnya bentonit dikalsinasi agar ikatan pada Si-O-Fe semakin kuat dan mengubah Fe(OH) menjadi Fe₂O₃ sehingga diperoleh bentonit terpillar Fe₂O₃ [7]. Menurut penelitian [8], tentang variasi kalsinasi bentonit terpillar, pada suhu optimum kalsinasi 400 °C menghasilkan kemampuan adsorpsi bentonit tertinggi dan struktur bentonit akan mengalami kerusakan pada suhu kalsinasi diatas 400 °C.

Bentonit terpillar Fe₂O₃ merupakan bentonit yang menggunakan agen pemilar dari oksida logam Fe₂O₃. Penggunaan Fe₂O₃ sebagai agen pemilar bentonit digunakan karena Fe merupakan kation bermuatan 3+ yang lebih kuat dibandingkan dengan kation yang bermuatan lebih rendah seperti Ca⁺, Na⁺ dan K⁺ yang terkandung dalam bentonit sehingga dapat dengan mudah mengalami pertukaran [9].

Pilarisasi bentonit dengan menggunakan Fe₂O₃ dapat berfungsi sebagai penyangga atau pilar pada struktur *interlayer* yang ada pada bentonit sehingga bentonit tidak dapat mengalami *swelling* apabila terendam air, tidak mengempis apabila dalam keadaan kering dan tanpa adanya merusak struktur dari yang ada pada bentonit.

Berdasarkan latar belakang tersebut maka perlu dilakukan penelitian tentang pembuatan dan karakterisasi bentonit terpillar Fe_2O_3 untuk meningkatkan kemampuan dalam mengadsorpsi *methylene Blue*.

METODE PENELITIAN

Tahap Penyiapan bentonit

Bentonit PT Madu Lingga Perkasa Gresik sebanyak 20 gram direndam dalam 350 mL NaCl 1 M sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Suspensi *diaging* selama 24 jam lalu dipisahkan. Residu dicuci beberapa kali dengan aquades dan air cucian ditetesi AgNO_3 1 M hingga tidak terbentuk endapan putih. Bentonit dikeringkan dalam oven pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ hingga kering dan diayak 100 mesh.

Tahap Pembuatan Larutan Pemilar

Larutan pemilar dibuat pada 250 ml FeCl_3 0,2M ditambahkan sedikit demi sedikit larutan NaOH 0,4 M hingga pH 2 sambil diaduk. Larutan yang telah homogen kemudian didiamkan selama 24 jam.

Tahap pilarisasi bentonit dengan Fe_2O_3

Sebanyak 10 gram bentonit dimasukan Dimasukkan dalam 500 mL akuades sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Suspensi bentonit kemudian ditambahkan larutan pemilar 250 mL dan diaduk selama 5 jam. Kemudian suspensi *diaging* pada temperatur kamar selama 24 jam dan dipisahkan. Residu yang didapat dicuci beberapa kali dengan aquades dan air cucian ditetesi AgNO_3 0,1 M hingga tidak terbentuk endapan putih AgCl . Bentonit dikeringkan dalam oven pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ hingga kering. Bentonit yang telah kering kemudian dihaluskan dan diayak 100 mesh. Bentonit dikalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam kemudian dikarakterisasi dengan FTIR untuk analisa gugus fungsi, XRF untuk analisa komposisi mineral dan SAA untuk rerata jari-jari pori, total volume pori dan luas permukaan spesifik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penyiapan bentonit

Perendaman bentonit di dalam larutan NaCl bertujuan untuk menjadikan Na bentonit dengan memperbanyak ion Na^+ sehingga pada *interlayer* bentonit dapat terbuka. Hal tersebut dapat menjadikan bentonit lebih memiliki sifat mengembang apabila di dalam air. Ion Na^+ yang semakin banyak di dalam *interlayer* bentonit dapat meningkatkan jumlah kation logam pemilar yang masuk untuk ditukarkan dengan ion Na^+ .

Pembuatan Larutan Pemilar

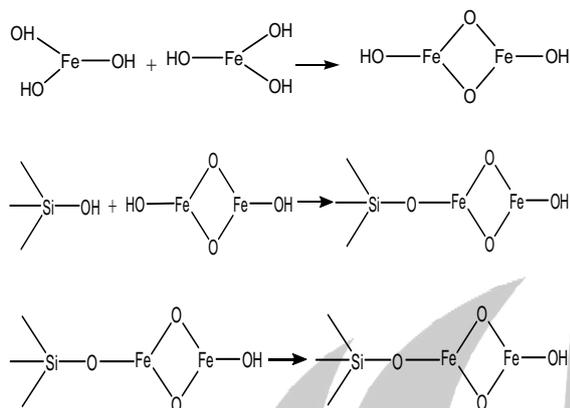
Pembuatan larutan pemilar dilakukan dengan cara mengambil larutan NaOH 0,4 M yang ditambahkan sedikit demi sedikit dalam larutan FeCl_3 0,2 M hingga pH larutan yang terbentuk 2. Penambahan larutan NaOH pada pH tersebut merupakan kondisi larutan dimana sebelum larutan mengendap karena apabila adanya endapan dapat mengganggu proses interkalasi logam pemilar dalam bentonit. Larutan kemudian didiamkan selama 24 jam. Reaksi yang terjadi dalam proses tersebut sebagai berikut:



Pilarisasi bentonit dengan Fe_2O_3

Bentonit direndam didalam akuades dan terbentuk suspensi bentonit dengan tujuan agar *interlayer* bentonit dapat membuka karena sifat mengembang yang dimiliki bentonit apabila di dalam air. Suspensi bentonit kemudian ditambahkan larutan pemilar dan diaduk hingga homogen. Pengadukan tersebut dilakukan agar larutan pemilar terinterkalasi secara sempurna ke dalam struktur *interlayer* bentonit. Larutan kemudian didiamkan selama 24 jam agar proses interkalasi logam pemilar ke dalam struktur *interlayer* bentonit dapat terjadi secara sempurna, pertukaran antar kation bentonit dan kation pemilar dapat terjadi. Bentonit memiliki gugus Si-OH yang dapat mengikat kation Fe^{3+} dari logam pemilar. Pembentukan Fe_2O_3 yang

terjadi pada bentonit terpillar dapat dilihat pada Gambar 1.

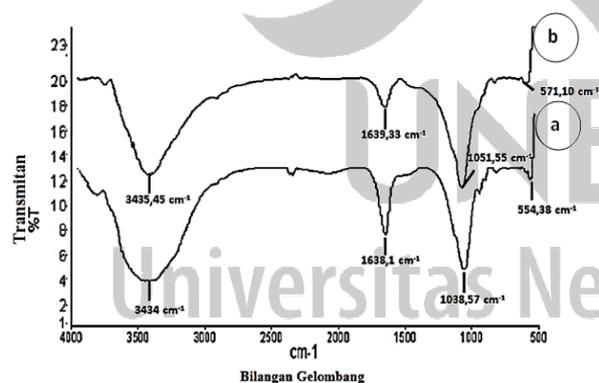


Gambar 1. Reaksi pembentukan bentonit terpillar Fe_2O_3

Bentonit kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C . Tujuan adanya proses kalsinasi yaitu memperkuat ikatan Si-O-Fe, membentuk oksida logam besi yaitu Fe_2O_3 , menstabilkan struktur bentonit dari proses interkalasi logam pemilar sehingga *interlayer* bentonit lebih terbuka karena terbentuk pilar, dan memperbesar pori-pori pada bentonit. Reaksi yang terjadi pada pembentukan Fe_2O_3 yaitu:



Analisa Gugus Fungsional



Gambar 2. Spektra inframerah (a) bentonit dan (b) bentonit terpillar Fe_2O_3 .

Berdasarkan spektra inframerah pada gambar 2, menunjukkan bahwa bentonit dan bentonit terpillar Fe_2O_3 menunjukkan pergeseran bilangan gelombang.

Bilangan gelombang pada bentonit yaitu 3434 cm^{-1} mengalami kenaikan intensitas pada bentonit terpillar Fe_2O_3 yaitu $3435,45 \text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut dapat terjadi karena ulur $-\text{OH}$ dari molekul air yang teradsorpsi yang memiliki ikatan hidrogen yang kurang kuat dengan permukaan Si-O karena adanya Fe_2O_3 yang masuk ke dalam *interlayer* pada bentonit terpillar Fe_2O_3 . Bilangan gelombang $1638,10 \text{ cm}^{-1}$ juga mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang $1639,33 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini terjadi karena adanya tekuk $-\text{OH}$ dari Si-OH yang menunjukkan adanya ikatan antara *interlayer* bentonit dengan Fe_2O_3 . Bilangan gelombang daerah $1038,57 \text{ cm}^{-1}$ bergeser ke daerah $1051,55 \text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut dapat terjadi karena vibrasi pada gugus Si-O-Si yang menunjukkan terbentuknya Fe_2O_3 pada *interlayer* bentonit. Bilangan gelombang pada daerah $796,41 \text{ cm}^{-1}$ mengalami pergeseran bilangan gelombang ke daerah $797,50 \text{ cm}^{-1}$ karena ulur $-\text{OH}$ yang menunjukkan telah terikat kation pemilar yaitu Fe^{3+} pada *interlayer* bentonit. Bilangan gelombang $554,38 \text{ cm}^{-1}$ mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah $571,10 \text{ cm}^{-1}$ dan semakin besar intensitasnya. Pergeseran gelombang yang terjadi menunjukkan kalsinasi dan pilarisasi yang terjadi pada bentonit terpillar tidak merusak struktur silikat pada bentonit. Pita serapan inframerah yang semakin besar intensitasnya terjadi karena ikatan antara Fe_2O_3 dan ikatan Si-OH-Al *interlayer* bentonit yang semakin kuat sehingga menyebabkan pergeseran bilangan gelombang yang lebih tinggi sehingga bentonit terpillar Fe_2O_3 telah terbentuk.

Analisis Komposisi Mineral

Pilarisasi bentonit yang telah dilakukan menghasilkan perubahan serbuk bentonit yang semula berwarna coklat menjadi berwarna merah karena telah terbentuk pilar Fe_2O_3 sehingga menyebabkan adanya perubahan tersebut, sedangkan pada bentonit yang tidak mengalami pilarisasi berwarna coklat yang dapat ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Bentonit Terpilang Fe_2O_3 (1) dan Bentonit (2)

Hasil yang telah dilakukan pada uji komposisi mineral bentonit dan bentonit terpilang Fe_2O_3 dengan menggunakan instrumen pada XRF (*X-Ray Fluorescence*) yang telah disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Mineral bentonit dan bentonit terpilang Fe_2O_3

Mineral	Komposisi Mineral	
	Bentonit	Bentonit Fe_2O_3
Na	11,61	-
Al	9,00	7,20
Si	27,3	25,76
Ca	6,58	0,61
Fe	31,86	64,13
K	0,61	-
Ca	6,58	0,61
Mn	0,23	0,22
Cu	1,81	0,15
Zn	6,05	-
Pb	1,40	-
Cr	0,88	-

Data pada Tabel 1 menunjukkan bahwa bentonit memiliki kandungan Na sebesar 11,61% lebih banyak dibandingkan kandungan Ca yang hanya 6,58%. Hal tersebut menunjukkan bahwa bentonit yang dipakai merupakan jenis Na- bentonit. Proses pilarisasi bentonit dengan Fe_2O_3 telah ditunjukkan dengan adanya kandungan Fe yang mengalami kenaikan yaitu dari 31,86% menjadi 64,13%. Selain hal tersebut, kation Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mn^{2+} pada bentonit terpilang Fe_2O_3 mengalami penurunan komposisi dari bentonit tidak terpilang. Hal tersebut dapat terjadi karena kation kation Fe^{3+} telah berhasil menukar kation-kation yang ada pada bentonit yang memiliki muatan lebih kecil dari Fe^{3+} , adanya hal ini memperkuat bahwa proses pilarisasi bentonit telah berhasil.

Analisis rerata jejari pori, total volume pori dan luas permukaan bentonit dan bentonit terpilang Fe_2O_3

Hasil karakterisasi bentonit dan bentonit terpilang Fe_2O_3 menggunakan *Gas Sorption Analyzer* ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Karakterisasi *Gas Sorption Analyzer* pada bentonit dan bentonit terpilang Fe_2O_3

Mineral	Rerata jejari pori (Å)	Volume Total Pori (cc/g)	Luas permukaan spesifik (m^2/g)
Bentonit	171,800	0,124	14,540
Bentonit Terpilang Fe_2O_3	378,500	0,149	7,899

Berdasarkan data Tabel 2, menunjukkan nilai rerata jejari pori bentonit terpilang Fe_2O_3 sebesar 378,500 Å yang lebih besar dibandingkan rerata jejari pori bentonit yang sebesar 171,800 Å . Nilai rerata jejari pori bentonit terpilang Fe_2O_3 yang lebih besar tersebut menunjukkan bahwa proses pemiliran pada bentonit terpilang Fe_2O_3 telah berhasil. Berhasilnya proses pemiliran tersebut juga ditunjukkan dengan adanya data pada peningkatan nilai volume total pori pada bentonit yang sebesar 0,124 cc/g menjadi 0,149 cc/g pada bentonit terpilang Fe_2O_3 . Luas permukaan spesifik yang didapatkan dari analisa GSA, pada bentonit didapatkan hasil sebesar 14,540 m^2/g dan nilai luas permukaan spesifik pada bentonit terpilang Fe_2O_3 sebesar 7,899 m^2/g , hal ini dapat terjadi karena nilai rerata jejari pori pada bentonit Fe_2O_3 yang semakin besar sehingga menyebabkan luas permukaan spesifik semakin kecil.

Hasil karakterisasi yang telah didapatkan dari analisa gugus fungsional menggunakan FTIR, analisa komposisi mineral dengan XRF juga mendukung hasil karakterisasi rerata jejari pori, total volume pori dan luas permukaan spesifik ini yang mengindikasikan bahwa pembuatan bentonit terpilang Fe_2O_3 telah berhasil.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil pembahasan terhadap hasil penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil karakterisasi bentonit dan bentonit terpillar Fe_2O_3 pada analisis gugus fungsional menunjukkan vibrasi ulur $-\text{OH}$ masing-masing yaitu 3434 cm^{-1} dan 3435 cm^{-1} ; tekuk $-\text{OH}$ dari Si-OH $1638,1\text{ cm}^{-1}$ dan $1639,33\text{ cm}^{-1}$; ulur Si-O dari Si-O-Si yaitu $1038,57\text{ cm}^{-1}$ dan $1051,55\text{ cm}^{-1}$; ulur Si-O dari Si-O-Al yaitu $554,38\text{ cm}^{-1}$ dan $571,10\text{ cm}^{-1}$.
2. Analisis komposisi mineral pada bentonit terpillar Fe_2O_3 memiliki kandungan Fe yang lebih besar yaitu 64,13% dibandingkan dengan kandungan Fe 31,86%.
3. Hasil analisis menggunakan *Gas Sorption Analyzer* menunjukkan bahwa nilai rerata jejari pori bentonit terpillar Fe_2O_3 yaitu $378,6\text{ \AA}$ lebih besar dibandingkan rerata jejari bentonit yaitu $171,8\text{ \AA}$ dan peningkatan nilai volume total pori pada bentonit yaitu $0,124\text{ cc/g}$ menjadi $0,149\text{ cc/g}$ pada bentonit terpillar Fe_2O_3 . Hasil karakterisasi dari gugus fungsional, komposisi mineral yang mendukung hasil karakterisasi rerata jejari pori, total volume pori dan luas permukaan spesifik ini mengindikasikan bahwa pembuatan bentonit terpillar Fe_2O_3 telah berhasil.

4. Kama. 2002. "Studi Kestabilan Termal dan Asam Lempung Bentonit". *Indonesian Journal of Chemistry*. Vol. 01 (2): hal. 22-29.
5. Koestiari, T., Muji, H., Amirudin dan Effendy. 2012. "Karakterisasi Bentonit Teknis Sebagai Adsorben Indigo Biru". *Jurnal Manusia dan Lingkungan*. Vol. 19 (3): hal. 248-249.
6. Fatimah. 2009. *Adsorpsi dan Katalisis Menggunakan Material Berbasis Clay*. Jakarta: Graha Ilmu.
7. Yuliani, HR., Prasetyo, Prasetya, dan Kartika. 2010. "Pembuatan dan Karakterisasi Ampo Terpillar Besi Oksida (Kajian Rasio Hidrolisis Agen Pemilar (OH/Fe))". *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*. Yogyakarta.
8. Yuli, 2010. "Modifikasi ampo melalui metode pilarisasi". *Seminar rekayasa kimia dan proses*. ISSN: 1411-4216.
9. Ulum, Miftachul. 2011. *Pemanfaatan Bentonit Terpillar Fe_2O_3 Sebagai Adsorben Ion Logam Cr^{6+}* . Skripsi: Universitas Negeri Surabaya.

DAFTAR PUSTAKA

1. Wahbi, Abdurakib dan Hani Ahmed Qasim Dammag. 2011. "Removal of Methylene Blue From Aqueous Solutions Using Yemen Bentonite". *Diyala Journal of Engineering Sciences*. Vol. 04 (01): hal. 30-53.
2. Emrah., Bulut. 2008. "Equilibrium and kinetic data and process design for adsorption of congo red onto bentonite". *Journal of Hazardous Material*. Vol. 154 (1-3): pp. 613.
3. Rosadalima, Panda 2012. *Modifikasi Bentonit Terpillar Al dengan Kitosan Untuk Adsorpsi Logam*. Jurusan Kimia: UI.