SINTESIS DAN KARAKTERISASI LEMPUNG TERPILAR Al_2O_3 DAN TERMODIFIKASI *CETYL PIRIDINIUM CHLORIDE*

*Synthesis and Characterization of Cetyl Piridinium Chloride Modified
and Al_2O_3 Pillared Clay*

Ferry Arifiadi^{*)}, Irna Rosmayanti^{*)}, Herlina Damayanti^{*)}, Hernawan^{*)},
Kristanto Wahyudi^{*)}

^{*)} Kontributor Utama

Balai Besar Keramik

Jln. Jend Ahmad Yani No 392, Bandung, Indonesia

Naskah masuk: 1 Desember 2020, Revisi: 6 Januari 2021, Diterima: 12 Januari 2021

ABSTRAK

L

empung bentonit merupakan mineral yang sangat berlimpah di Indonesia dan mempunyai potensi untuk dapat dikembangkan, salah satunya dengan menambahkan interkalan agar didapatkan bentonit termodifikasi dengan karakteristik yang diinginkan. Dalam penelitian ini, sintesis dilakukan dengan metode interkalasi oleh surfaktan *Cetyl Piridinium Chloride* (CPC) dengan variasi %berat dan kemudian dilanjutkan dengan pilarisasi oleh aluminium poliookso. Lalu fasa padat yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu 450°C . Hasil yang diperoleh adalah bentonit yang dimodifikasi CPC dan aluminium poliookso mempunyai karakteristik jarak basal dan luas permukaan yang lebih tinggi dibandingkan dengan bentonit alam dan peningkatan ini juga sebanding dengan jumlah CPC yang ditambahkan sebelum proses pilarisasi. Nilai modifikasi terbaik pada penambahan CPC sebesar 36% berat dengan besar jarak basal $16,8898 \text{ \AA}$ dan luas permukaan $276,478 \text{ m}^2/\text{g}$. Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa penambahan CPC dan aluminium poliookso pada bentonit dapat meningkatkan jarak basal dan luas permukaannya. Konsentrasi CPC yang ditambahkan juga berpengaruh pada peningkatan jumlah kation pemilar yang masuk pada bentonit sehingga pilarisasi yang terjadi pada bentonit lebih banyak dan menyebabkan karakteristik bentonit semakin baik.

Kata Kunci: Bentonit, Interkalasi, Pilarisasi, *Cetyl Piridinium Chloride*, Aluminium Poliookso

ABSTRACT

B

entonite is a mineral that is very abundant in Indonesia and has the potential to be developed, one of which is by adding intercalant to obtain a modified bentonite with the desired characteristics. In this study, the synthesis was carried out by

the intercalation method by surfactant Cetyl pyridinium Chloride (CPC) with % weight variations and then followed by pillarization with aluminum polyoxo. Then the resulting solid phase is calcined at a temperature of 450°C. The results obtained were that bentonite with modified CPC and aluminum polyoxo had higher basal distance and surface area characteristics compared to natural bentonite and this increase was also proportional to the amount of CPC added before the pillarization process. The best modification value in the addition of CPC was 36% by weight with a basal distance of 16,8898 Å and a surface area of 276.478 m² / g. From this research, it can be concluded that the addition of CPC and aluminum polyoxo to bentonite can increase the basal distance and its surface area. The added CPC concentration also has an effect on increasing the number of pillar cations that enter the bentonite so that the pillarization that occurs in bentonite is more and causes the characteristics of the bentonite to be better.

Keywords: *Bentonite, Intercalation, Pillarization, Cetyl Piridinium Chloride, Aluminum Polyoxo*

I. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki jumlah cadangan mineral yang cukup berlimpah, khususnya lempung bentonit. Akan tetapi, saat ini pemanfaatannya masih belum optimal dan masih perlu dikembangkan secara berkelanjutan [1]. Padahal bentonit merupakan salah satu bahan galian yang banyak dibutuhkan industri karena memiliki kemampuan mengembang, luas permukaan yang besar, dan kation kation yang dapat dipertukarkan [2]. Dengan adanya sifat tersebut, bentonit seringkali digunakan baik sebagai katalis, adsorben, maupun sebagai aditif pada industri kosmetik, farmasi dan grease

(gemuk lumas) serta filler pada industri cat [3].

Lempung bentonit alam jika diaplikasikan secara langsung memiliki beberapa kekurangan seperti mudah rusaknya struktur lapis dan hilangnya porositas ketika dipanaskan [4]. Hal tersebut dapat diatasi dengan proses penyisipan ion atau molekul ke dalam interlayer yang dikenal dengan interkalasi [5].

Interkalasi merupakan penyisipan suatu spesies pada ruang antarlapis dari padatan dengan tetap mempertahankan struktur berlapisnya [6]. 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 [7]. Interkalat yang sering digunakan untuk mengatasi rentannya bentonit terhadap termal adalah interkalat yang mengandung kation hidroksi logam polinuklir dari Al, Zr, Ti, dan Fe karena interkalat ini bersifat cukup stabil terhadap pengaruh panas [8]. Pemanasan interkalat ini akan menghasilkan pilar atau tiang oksida logam di antara lapisannya, sehingga proses ini lebih dikenal dengan sebutan proses pilarisasi. Lempung hasil pilarisasi atau lempung terpillar mempunyai kemampuan adsorpsi lebih tinggi, stabilitas termal, dan luas permukaan yang besar sehingga berpotensi untuk dijadikan adsorben atau katalis [4].

Dari beberapa jenis kation, aluminium merupakan salah satu dari jenis kation yang sering digunakan sebagai agen pemilar pada bentonit karena dapat menghasilkan bentonit terpillar dengan stabilitas mekanis dan termal yang lebih unggul dibandingkan beberapa kation lainnya [9]. Selain itu, berdasarkan penelitian

Nino R. dan Anis K.[10], penambahan kation logam Al pada bentonit dapat lebih meningkatkan karakteristik luas permukaan dan jarak basal pada bentonit dibandingkan beberapa kation lainnya sehingga dapat menghasilkan bentonit terpillar dengan karakteristik yang lebih baik.

Beberapa peneliti telah menggunakan metode baru dalam sintesis lempung terpillar yaitu dengan menginterkalasikan surfaktan ionik ke dalam rongga antarlapis lempung terlebih dahulu sebelum dilakukan pilarisasi, seperti yang dilakukan oleh Pangoloan S.R. [11] yang menggunakan surfaktan benzalkonium klorida dan agen pemilar besi klorida dan Sofia S.Z.V e.al [12] yang menggunakan surfaktan *Hexadecyltrimetilammonium* bromida (HDTMA-Br). Penambahan surfaktan ini bertujuan untuk membuka rongga pada antar lapis lempung sehingga memudahkan untuk diinterkalasi lebih lanjut dengan kation logam sebagai agen pemilar [11].

Salah satu jenis surfaktan yang sering dijumpai dalam kehidupan sehari - hari adalah *Cetyl Piridinium Chloride* (CPC) yang biasa digunakan sebagai bahan obat kumur [13]. Berdasarkan penelitian yang

dilakukan oleh N,Banik et.al [14] dan Hermawan dkk [15], penambahan CPC pada bentonit dapat meningkatkan jarak basal dengan cukup signifikan. Adanya peningkatan jarak basal ini dapat memudahkan bentonit bila diinterkalasi lebih lanjut dengan kation logam sebagai agen pemilar sehingga dapat dihasilkan bentonit dengan karakteristik yang lebih baik. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan modifikasi bentonit dengan menggunakan kombinasi CPC dan aluminium poliokso sebagai agen pemilar yang sering digunakan untuk pilarisasi bentonit dan telah terbukti dapat meningkatkan karakteristik bentonit sehingga dari modifikasi ini diharapkan dapat terbentuk bentonit dengan karakteristik yang lebih baik yang mendukung untuk dapat diaplikasikan lebih lanjut ke depannya baik sebagai katalis ataupun sebagai adsorben.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah lempung bentonit alam yang berasal dari Sukabumi. Sebelum digunakan, dilakukan preparasi terlebih dahulu terhadap bentonit dengan pencucian dan penyaringan 400 mesh untuk

menghilangkan kandungan pengotor yang terdapat di dalamnya. Kemudian dilakukan pengaktifan lempung dengan Na_2CO_3 sebanyak 12% berat bentonit dan dilakukan karakterisasi dengan alat *X-ray Fluorescence Spectrometry* (XRF) untuk melihat perubahan komposisi kimia setelah dilakukan aktivasi.

Lempung yang telah diaktivasi lalu diinterkalasi dengan penambahan surfaktan (CPC) dengan variasi rasio berat surfaktan terhadap bentonit 2 %, 10 % dan 36 % pada suhu 80 °C selama 4 jam. Endapan yang dihasilkan kemudian disaring dan dicuci dengan air hangat ($55 \pm 5^\circ\text{C}$) sampai pH netral lalu dikeringkan. Bentonit yang telah diinterkalasi CPC kemudian dipilarisasi dengan menggunakan agen pemilar. Agen pemilar yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan aluminium poliokso. Agen pemilar ini disiapkan melalui pencampuran 500 mL larutan NaOH 1,2 M dan 250 mL AlCl_3 1,2M pada suhu 60°C yang disertai dengan pengadukan selama 3 jam kemudian diperam selama 24 jam.

Pilarisasi dilakukan dengan pencampuran 20 gram Na-bentonit yang telah diaduk selama 48 jam dalam aqua DM (1 gram Na-bentonite dalam 100 mL air), dengan agen

pemilar, lalu dilakukan pengadukan selama 3 jam, kemudian dilanjutkan dengan pemeraman selama 48 jam. Setelah dilakukan pemeraman, campuran disaring, dicuci dengan aqua DM lalu dikeringkan. Kemudian, pada tiap sampel yang telah dipilarisasi dilakukan kalsinasi pada suhu 450°C selama 3 jam. Sampel bentonit diberi label seperti Tabel 1.

Tabel 1. Desain komposisi modifikasi sampel bentonit

Kode sampel	Na ₂ CO ₃	CPC (%)			Al-Poliokso
		2	10	36	
Be					
Na-Be	✓				
BP-CPC 2	✓	✓			✓
BP-CPC 10	✓		✓		✓
BP-CPC 36	✓			✓	✓

Sampel yang telah dikalsinasi kemudian dilakukan karakterisasi luas permukaan dengan menggunakan alat BET (*Brunauer–Emmett–Teller*), fasa mineral dengan menggunakan alat *X-ray diffraction* (XRD), gugus fungsi dengan alat *Fourier - Transform Infrared* (FTIR) *Spectroscopy*, komposisi kimia unsur dengan *X-ray Fluorescence* (XRF) *Spectrometry* dan morfologi dengan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

III.1 Komposisi Kimia Bahan Baku Sebelum Dan Setelah Diaktivasi

Bentonit alam yang digunakan pada penelitian ini termasuk ke dalam kelompok Ca-bentonit karena berdasarkan pengujian XRF sebagaimana yang ditunjukkan pada Tabel 2, bentonit alam yang didapat memiliki kandungan ion Ca²⁺ dan Mg³⁺ yang lebih tinggi daripada Na⁺. Hal ini mengindikasikan bahwa bentonit yang digunakan memiliki kecenderungan untuk bersifat *non-swelling*, yakni kurang mengembang ketika dicelupkan dalam air. Oleh karena itu, pada bentonite ini perlu dilakukan aktivasi.

Tabel 2. Komposisi kimia bentonit Sukabumi

Komposisi kimia	Bentonit Sukabumi (%)	Bentonit Teraktivasi Na ₂ CO ₃ (%)
SiO ₂	61,06	61,3
Al ₂ O ₃	13,33	19,8
Fe ₂ O ₃	1,66	3,9
CaO	5,81	0,6
MgO	3,67	1,3
Na ₂ O	0,33	2,2
K ₂ O	0,97	0,4

Setelah dilakukan aktivasi dengan dengan penambahan Na₂CO₃ sejumlah 12 %-berat bentonit, terdapat peningkatan pada jumlah

Na_2O pada bentonit dan penurunan pada jumlah CaO dan MgO . Hal ini disebabkan adanya pertukaran ion Ca^{2+} oleh Na^+ ketika dilakukan penambahan Na_2CO_3 dengan reaksi seperti berikut [16]:

Pada Tabel 2 dapat terlihat bahwa pada sampel yang telah diaktivasi, jumlah Na_2O bertambah dari 0,33% menjadi 2,2%. Menurut Ganjar Lebaik [17], jumlah Na_2O di atas 2% merupakan karakteristik dari Na-Bentonit. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa bentonit telah mengalami perubahan dari Ca-Bentonit menjadi Na-Bentonit setelah diberi perlakuan dengan Na_2CO_3 .

III.2 Karakteristik Mineral Lempung dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Bentonit alam yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kandungan mineral berupa montmorilonit, piroplit, kristobalit, Kuarsa dan kalsit seperti yang terlihat dalam difraktogram pada Gambar 1.

Setelah dilakukan modifikasi baik dengan Na_2CO_3 maupun dengan CPC dan pilarisasi dengan larutan aluminium poliookso, didapatkan adanya perubahan pada pola dan intensitas difraksi pada posisi 5-7

($^{\circ}2\theta$) seperti yang terlihat pada Gambar 2.

Gambar 1. Difraktogram sinar-X sampel bentonit alam Sukabumi

Pola dan intensitas difraksi antara 2-10 ($^{\circ}2\theta$) berkaitan dengan bidang $d(001)$ dari satuan sel montmorilonit. Perubahan pada posisi ini berkaitan dengan pelebaran jarak basal. Pada Gambar 2 di daerah posisi 5-7($^{\circ}2\theta$), dapat terlihat adanya pergeseran puncak difraktogram ke arah sebelah kiri setelah bentonit dimodifikasi dengan CPC dan pilarisasi dengan aluminium poliookso. Menurut Ruslan ddk.[18], pergeseran puncak pada daerah d_{001} ke arah kiri menunjukkan adanya peningkatan pada jarak antar lapis silika montmorilonit. Hal ini mengindikasikan penambahan CPC dan aluminium poliookso memperlebar jarak antar lapis pada bentonit.

(a)

(b)

Gambar 2. Difraktogram sinar-X sampel bentonit yang telah dimodifikasi: (a) sudut difraksi (2θ) 5° - 40° ; (b) sudut difraksi (2θ) 5° - 20°

Perubahan jarak basal pada bentonit setelah dilakukan modifikasi juga dapat terlihat pada Tabel 3. Pada bentonit yang ditambahkan Na_2CO_3 terjadi penurunan pada *d-spacing* bentonit. Hal ini terjadi karena adanya pertukaran ion Ca^{2+} oleh Na^+ yang memiliki ukuran ion lebih kecil pada *interlayer* bentonit sehingga menyebabkan jarak *interlayer*-nya

menjadi lebih kecil. Setelah bentonit dimodifikasi dengan CPC dan dilanjutkan dengan pilarisasi dengan agen pemilar aluminium polioksida, dapat terlihat adanya penambahan jarak antar bidang yang cukup signifikan. Hal ini disebabkan oleh terbentuknya pilar Al_2O_3 di *interlayer* bentonit setelah dilakukan kalsinasi yang memperkuat struktur antar bidang. Penambahan CPC sebelum pilarisasi berpengaruh pada peningkatan jarak basal pada bentonit setelah dipilarisasi. Hal ini disebabkan karena CPC membuka rongga pada antar lapis lempung sehingga dapat meningkatkan kation logam sebagai agen pemilar masuk pada *interlayer* bentonit sehingga ketika dipanaskan pilar oksida (Al_2O_3) yang terbentuk di daerah *interlayer* bentonit semakin banyak dan hal ini menyebabkan jarak basal pada bentonit lebih besar.

Tabel 3. Harga d_{001} dan 2θ sampel bentonit

Sampel	Posisi (2θ)	<i>d-spacing</i> (Å)
Be	5,6809	15,5442
Na-Be	7,5924	11,63453
BP-CPC 2	5,4845	16,1006
BP-CPC 10	5,4458	16,2151
BP-CPC 36	5,228	16,8898

III.3 Karakteristik Gugus Fungsi Lempung dengan FTIR

Spektra Infra merah untuk sampel bentonit sebelum dan sesudah dimodifikasi ditunjukkan pada Gambar 3. Analisis dilakukan pada daerah bilangan gelombang $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ karena pada umumnya spektra yang menunjukkan karakteristik bentonit muncul pada daerah tersebut.

(a)

(b)

Gambar 3. Spektra IR untuk sampel bentonit alam dan bentonit yang sudah dimodifikasi: (a) bilangan gelombang 4000 – 2000 cm^{-1} ; (b) bilangan gelombang 2000 – 400 cm^{-1}

Pada Gambar 3 dapat terlihat adanya perubahan pada spektra bentonit alam, Na-bentonit, dan BP-CPC 2 yaitu pada pita serapan $369,19\text{ cm}^{-1}$, 3618 cm^{-1} , $3630,64\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan ini berhubungan dengan vibrasi ulur -OH dari silanol atau yang terdapat di antara lembaran tetrahedral dengan oktahedral [19]. Intensitas pita serapan ini berkurang pada BP-CPC 2 dan menghilang pada BP-CPC 10 dan BP-CPC 36. Hal ini disebabkan oleh adanya delaminasi dan dehidroksilasi pada bentonit terpillar Al_2O_3 akibat pilarisasi pada suhu 450°C sehingga mengakibatkan lepasnya gugus hidroksil (-OH) pada antar lapis struktur bentonit. Penambahan CPC lebih banyak menyebabkan pilarisasi pada *interlayer* bentonit lebih banyak terjadi sehingga menyebabkan gugus hidroksil yang terlepas semakin banyak dan menyebabkan turunnya intensitas pita serapan pada bentonit. Pengaruh delaminasi dan dehidroksilasi pada bentonit juga dapat terlihat dari daerah pita serapan pada $920 - 850\text{ cm}^{-1}$. yang berkaitan dengan serapan karakteristik vibrasi tekuk -OH pada ikatan Al-Al-OH. Pada BP-CPC 2, intensitas pita serapan jauh lebih lemah dibandingkan Be-Na bahkan pada BP-CPC

10 dan BP-CPC 36 tidak terdapat pita serapan ini yang menandakan delaminasi dan dehidroksilasi pada BP-CPC 10 dan BP-CPC 36 lebih banyak terjadi dibandingkan pada BP-CPC 2.

Pada bilangan gelombang 3600–3400 cm^{-1} , terjadi sedikit peningkatan intensitas pita serapan pada BP-CPC 2, BP-CPC 10 dan BP-CPC 36. Hal ini disebabkan oleh adanya vibrasi -OH pada ikatan O-Al-OH sesquioksida yang terbentuk pada saat proses pilarisasi sehingga meningkatkan intensitas pada bilangan gelombang tersebut. Penambahan CPC sedikit berpengaruh pada peningkatan intensitas pita serapan ini sehingga menunjukkan bahwa penambahan CPC berpengaruh pada ikatan O-Al-OH sesquioksida dalam bentonit, walaupun pengaruhnya tidak terlalu signifikan. Pada bilangan gelombang 1600 -1800 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk dari H-O-H pada air yang teradsorpsi di dalam bentonit, terjadi penurunan intensitas pita serapan pada BP-CPC 2, BP-CPC 10 dan BP-CPC 36. Hal ini menandakan bahwa jumlah air yang teradsorpsi pada bentonit lebih sedikit akibat kalsinasi dan pilarisasi. Jumlah CPC sedikit berpengaruh pada penurunan

intensitas pita serapan ini karena CPC berperan dalam mengurangi jumlah air pada bentonit sebelum dilakukan pilarisasi.

Pada bilangan gelombang 1200–980 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi O-Al-OH dari oktahedral, ulur Si-O, dan ulur Si-O-Si antisimetris, terjadi penurunan intensitas dan perbedaan bilangan gelombang pita serapan pada bentonit alam dengan BP-CPC 2, BP-CPC 10 dan BP-CPC 36. Semakin banyak CPC yang ditambahkan sebelum pilarisasi, bilangan gelombangnya semakin besar dan intensitasnya semakin kecil. Hal tersebut disebabkan oleh adanya perubahan panjang ikatan O-Al-OH akibat substitusi gugus Al pada Si tetrahedral yang disebabkan oleh adanya pilarisasi pada *interlayer* bentonit. Peningkatan konsentrasi CPC menyebabkan peningkatan jumlah pilarisasi yang terjadi pada *interlayer* yang terjadi sehingga menyebabkan penurunan pada intensitas dan perubahan posisi puncak serapan bentonit setelah pilarisasi.

Pada bilangan gelombang 792 – 790 cm^{-1} yang berkaitan dengan deformasi SiO_2 terjadi penurunan intensitas pita serapan. Menurut penelitian M.Hamidi et.al [20],

penurunan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang ini pada lempung terpillar disebabkan oleh berkurang dan hilangnya silika bebas pada bentonit akibat proses pilarisasi.

Pada bilangan gelombang 520 – 540 dan 469-480 cm^{-1} , yang menunjukkan vibrasi bending Si – O dan vibrasi ulur Al-O, terdapat penurunan intensitas dan hilangnya puncak pita serapan di daerah vibrasi *bending* Si-O pada bentonit yang dimodifikasi, tapi hal yang sebaliknya terjadi pada daerah vibrasi ulur Al-O dimana terjadi peningkatan intensitas puncak serapan pada bentonit yang dimodifikasi. Hal ini bersesuaian dengan penelitian M.Hamidi et.al [21], yang terjadi penurunan intensitas serapan pada vibrasi bending Si-O dan kenaikan pada daerah vibrasi ulur

Al-O akibat adanya pilarisasi. Semakin meningkatnya intensitas puncak serapan pada daerah vibrasi ulur Al-O juga mengindikasikan kandungan Al pada sampel bentonit yang telah dimodifikasi CPC dan pilarisasi meningkat seperti yang terlihat pada Tabel 4.

III.4 Komposisi Kimia Bentonit Setelah Dimodifikasi

Untuk menganalisa komposisi kimia bentonit yang sudah dimodifikasi CPC dan larutan aluminium poliokso digunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Komposisi kimia yang terdapat pada sampel lempung (bentonit) setelah dimodifikasi CPC dan pilarisasi dengan agen pemilar aluminium poliokso disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Komposisi kimia sampel lempung (bentonit)

Komposisi kimia	Konsentrasi (%)				
	Be	Na-Be	BP-CPC 2	BP-CPC 10	BP-CPC 36
Si (SiO_2)	61,06	61,3	55,11	51,46	43,61
Al (Al_2O_3)	13,33	19,8	38,3	43,3	52,3
Fe (Fe_2O_3)	1,66	1,9	1,22	1,23	1,31
Ca (CaO)	5,81	0,6	0,55	0,54	0,54
Mg (MgO)	3,67	3,3	3,91	3,74	3,67
Na (Na_2O)	0,33	2,2	1,27	0,74	-
K (K_2O)	0,97	0,4	0,52	0,57	0,521

Pada Tabel 4, dapat terlihat bahwa komposisi unsur utama pada sampel bentonit adalah Si^{2+} , Al^{3+} ,

Fe^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ dan K^+ yang dihitung dalam bentuk senyawa oksida. Adanya peningkatan

konsentrasi pada Al dalam bentuk Al_2O_3 pada bentonit setelah dilakukan modifikasi dengan CPC dan pilarisasi dengan larutan aluminium poliookso, menunjukkan adanya kation Al^{3+} yang memasuki *interlayer* bentonit dan membentuk pilar Al_2O_3 . Selain itu juga, nilai konsentrasi Al meningkat seiring dengan penambahan konsentrasi CPC. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan CPC berpengaruh pada peningkatan jumlah Al^{3+} yang masuk ke dalam *interlayer* bentonit pada saat dilakukan pilarisasi dengan aluminium poliookso. Unsur Na^+ dan Ca^{2+} seperti yang terlihat pada Tabel 4 mengalami penurunan yang disebabkan oleh adanya penggantian kation Na^+ dan Ca^{2+} pada saat interkalasi dengan CPC dan pilarisasi dengan larutan aluminium poliookso.

III.5 Karakteristik Luas Permukaan Lempung

Luas permukaan lempung bentonit sebelum dan setelah dimodifikasi dapat terlihat pada Tabel 5. Setelah dilakukan modifikasi pada bentonit terjadi perubahan pada nilai luas permukaannya. Bentonit yang diaktivasi dengan natrium karbonat (Na_2CO_3) memiliki luas permukaan spesifik dan volume total pori yang

lebih besar dibandingkan sebelumnya. Menurut Mega R.F [22], hal ini merupakan akibat interaksi bentonit dengan aktivator basa yang dapat melepaskan ion Al^{3+} , Fe^{2+} dan Mg^{2+} serta pengotor-pengotor lainnya dari kisi-kisi struktur. Hilangnya pengotor ini menyebabkan volume pori meningkat, kisi kristal menjadi lebih bersih, dan jari-jari juga meningkat sehingga luas permukaan pada bentonit menjadi lebih besar dibandingkan sebelumnya.

Bentonit teraktivasi Na_2CO_3 yang selanjutnya dimodifikasi oleh CPC dan larutan aluminium poliookso mengalami juga peningkatan pada nilai rerata jejari pori, luas permukaan dan nilai volume total porinya seperti yang terlihat pada Tabel 5. Peningkatan pada nilai – nilai tersebut, menunjukkan bahwa pada lempung telah terjadi proses pemiliran yang membentuk pori-pori baru berupa mesopori dari pilar - pilar oksida alumina yang menyangga ruang antar lapis molekul monmorilonit saat bentonit dikalsinasi. Terbentuknya pori – pori baru ini menyebabkan peningkatan nilai rerata jejari pori, nilai volume total pori, dan luas permukaan pada lempung bentonit. Penambahan CPC sebelum pilarisasi juga

berpengaruh pada peningkatan luas permukaan pada bentonit setelah dipilarisasi seperti yang terlihat pada Tabel 5. Semakin tinggi konsentrasi CPC yang ditambahkan, maka luas permukaan bentonit semakin besar. Hal ini disebabkan karena CPC membuka rongga pada antar lapis lempung sehingga dapat meningkatkan kation logam sebagai

agen pemilar masuk pada *interlayer* bentonit sehingga ketika dipanaskan pilar oksida (Al_2O_3) yang terbentuk di daerah *interlayer* bentonit semakin banyak yang mengakibatkan bertambahnya poros pada bentonit. Hal ini menyebabkan rerata jejari pori, nilai volume total pori, dan luas permukaan pada lempung bentonit lebih besar.

Tabel 5. Luas permukaan dan pori lempung alam dan lempung termodifikasi

Sampel	Luas Permukaan BET (m^2/g)	Total volume pori (cc/g)	Radius Pori Rata – rata (Å)
Be	11,921	0,1091	18,3
Na-Be	28,699	0,1827	33,15
BP-CPC- 2	227,453	0,3770	43,5
BP-CPC- 10	239,755	0,5416	45,18
BP-CPC- 36	276,478	0,6738	48,74

III.6 Karakteristik Morfologi Lempung dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Untuk mendeskripsikan permukaan (morfologi) bentonit dilakukan karakterisasi dengan SEM. Morfologi butiran yang diperoleh melalui pengujian SEM terhadap masing-masing sampel bentonit diperlihatkan pada Gambar 4. Gambar 4 sebelah kiri memperlihatkan perbandingan tingkat kekasaran permukaan untuk masing - masing bentonit, sedangkan Gambar 4 sebelah kanan memperlihatkan perbandingan besar ukuran butir bentonit.

Pada Gambar 4 (a) dan (b), dapat terlihat ukuran butiran bentonit alami (sampel Be) lebih besar dibandingkan ukuran butiran bentonit hasil aktivasi dengan natrium karbonat (Na-Be). Selain itu juga relief atau perbedaan bagian permukaan tinggi terhadap permukaan rendah pada bentonit alam lebih kontras dibanding permukaan bentonit hasil aktivasi. Relief atau perbedaan tinggi rendahnya permukaan butiran bentonit menjadi ukuran untuk menilai tingkat kekasaran permukaan. Hal ini mengindikasikan proses aktivasi mengubah morfologi butiran bentonit dari permukaan kasar menjadi permukaan

halus. Perubahan morfologi bentonit ini juga bersesuaian dengan luas permukaan bentonit yang meningkat

setelah dilakukan aktivasi seperti yang terlihat pada Tabel 5.

Gambar 4. Perbedaan morfologi permukaan bentonit (perbesaran : 40.000x & skala 0,5 μm (kiri) dan 1000x & skala 10 μm (kanan)): (a) Be, (b) Na-Be, (c) BP-CPC 2, (d) BP-CPC 10 (e) BP-CPC 36

Modifikasi bentonit lebih lanjut dengan CPC dan pilarisasi mempengaruhi juga morfologi pada bentonit. Pada Gambar 4 (c), (d), dan (e) dapat terlihat adanya pengurangan ukuran butir bentonit setelah dilakukan modifikasi lebih lanjut dengan CPC dan pilarisasi dengan larutan aluminium polioikso. Selain itu tingkat

kekasaran permukaan bentonit pun berkurang dan permukaannya menjadi lebih halus. Penambahan konsentrasi CPC sebelum pilarisasi menurunkan tingkat kekasaran dan ukuran butiran pada bentonit setelah pilarisasi. Hal ini mengindikasikan modifikasi CPC sebelum pilarisasi turut berperan dalam mengubah morfologi bentonit,

khususnya dalam penurunan ukuran butir dan tingkat kekasarannya sehingga bentonit menjadi cenderung lebih halus. Perubahan morfologi pada bentonit ini berpengaruh pada luas permukaannya yang menjadi lebih besar seperti yang terlihat di Tabel 5.

IV. KESIMPULAN

Lempung bentonit alam Sukabumi telah dapat dimodifikasi dengan CPC dan pilarisasi dengan agen pemilar aluminium poliokso. Modifikasi ini menyebabkan peningkatan jarak basal dan luas permukaan pada bentonit dan mengubah morfologi bentonit menjadi lebih halus serta berukuran butir lebih kecil. Penambahan konsentrasi CPC sebelum pilarisasi berpengaruh pada jumlah kation Al^{3+} yang masuk pada bagian *interlayer* bentonit pada saat pilarisasi dengan aluminium poliokso sehingga berpengaruh pada peningkatan karakteristik bentonit setelah pilarisasi, dengan kondisi terbaik yang didapatkan pada penelitian adalah pada penambahan CPC sebesar 36% berat dengan karakteristik nilai jarak basal sebesar 16,8898 Å dan luas permukaan 276,478 m²/gram. Adanya peningkatan luas permukaan dan jarak basal ini memberikan potensi bagi kombinasi CPC dan aluminium

poliokso untuk digunakan sebagai interkalan pada bentonit yang mana karakteristik tersebut sangat dibutuhkan bentonit dalam pengaplikasiannya, khususnya sebagai katalis dan adsorben.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Krisnandi, Y.K., Riwardi S., Ovan, S.M., "Bentonit Alam Tapanuli Diinterkalasi Surfaktan", *J. Kim. FMIPA UI*, Vol.1, 2013
- [2] W. S. K. Nugroho, A. Suseno, and P. Priyono, "Pengaruh Suhu Kalsinasi pada Modifikasi Lempung dengan Oksida Aluminium sebagai Pemilar," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 17, no. 2, pp. 43–47, 2014, doi: 10.14710/jksa.17.2.43-47.
- [3] R. A. Nugrahani dan Ismiyati, "Pemanfaatan Nanobentonit Sebagai Bahan Tambahan Pada Formula Grease, Kosmetik Dan Nanokomposit Polimer", pp. 1-4, 2014.
- [4] B. M. Onaola, Y. Utubira, J.B. Manuhuttu, "Pilarisasi Lempung Alam Desa Ouw Dengan Al_2O_3 Sebagai Adsorben Zat Warna Metil Orange," *Molluca J. Chem. Educ.*, vol. 10, no. 1, pp. 63–71, 2020.
- [5] B. K. Kizilduman, M. Alkan, and Y.

- Turhan, "Al-Pillared-Montmorillonite (Alpmt) / Poly (MethylMethacrylate) (Pmma) Nanocomposites: The Effects Of Solvent Types And Synthesis Methods," *Adv. Mater. Sci.*, vol. 17, no. 3, pp. 5–23, 2017, doi: 10.1515/adms.
- [6] A. Maged, I. S. Ismael, S. Kharbish, B. Sarkar, S. Peräniemi, and A. Bhatnagar, "Enhanced interlayer trapping of Pb(II) ions within kaolinite layers: intercalation, characterization, and sorption studies," *Environ. Sci. Pollut. Res.*, vol. 27, no. 2, pp. 1870–1887, 2020, doi: 10.1007/s11356-019-06845-w.
- [7] Fitriyah, "Interkalasi Xilenol Orange Pada Zeolit Alam Lampung sebagai Elektroda Zeolit Termodifikasi," *J. Kim. dan Pendidik.*, vol. 1, no. 2, pp. 162–175, 2016.
- [8] P. S. Ritonga, "Kajian XRD dan IR Lempung Terpillar-Fe Pada Penjernihan Minyak Daun Cengkeh," *Pros. Semin. Rapat Tah.*, 2015, pp. 339–348
- [9] C. B. Molina, J. A. Casas, J. A. Zazo, and J. J. Rodríguez, "A comparison of Al-Fe and Zr-Fe pillared clays for catalytic wet peroxide oxidation," *Chem. Eng. J.*, vol. 118, no. 1–2, pp. 29–35, 2006, doi: 10.1016/j.cej.2006.01.007.
- [10] N. Rinaldi and A. Kristiani, "Physicochemical of pillared clays prepared by several metal oxides," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1823, no. March, 2017, doi: 10.1063/1.4978136
- [11] P. S. Ritonga, "Kajian Spektra Ir Dan AAS Lempung Terpillar-Fe," in *SEMI RATA 2015*, 2015, pp. 339–348.
- [12] S. Z. Vercellone, E. Sham, and E. M. F. Torres, "Measure of Zeta Potential of Titanium Pillared Clays," *Procedia Mater. Sci.*, vol. 8, no. December, 2015, pp. 599–607, doi:10.1016/j.mspro.2015.04.114.
- [13] A. I. Toar, J. Posangi, and V. Wowor, "Daya Hambat Obat Kumur Cetylpyridinium Chloride Dan Obat Kumur Daun Sirih Terhadap Pertumbuhan Streptococcus Mutans," *J. Biomedik*, vol. 5, no. 1, pp. 163–168, 2013, doi: 10.35790/jbm.5.1.2013.2639.
- [14] N. Banik, S. A. Jahan, S. Mostofa, H. Kabir, N. Sharmin, M. Rahman and S. Ahmed, "Synthesis and

- characterization of organoclay modified with cetylpyridinium chloride," *Bangladesh J. Sci. Ind. Res.*, vol. 50, no. 1, pp. 65–70, 2015, doi: 10.3329/bjsir.v50i1.23812.
- [15] Hernawan dan N. Nurhidayati, "Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia", vol. 25, no. 2. pp. 96–107, 2016, doi: <http://ejournal.kemenperin.go.id/jkgi/article/view/2669/2071>.
- [16] C. Ruskandi, A. Siswanto, and R. Widodo, "Physical and chemical characterization of bentonite to distinguish natural sodium bentonite from activated sodium bentonite," *Polimesin*, vol. 18, pp. 53–60, 2020.
- [17] G. Labaik, "Kajian Terhadap Bentonit Di Kabupaten Tasikmalaya Dan Kemungkinannya Dijadikan Bahan Pembersih Minyak Sawit (CPO)," *Makalah ilmiah: Buletin Sumber Daya Geologi*, pp. 38–42, 2005.
- [18] M. M. Ruslan, Jaya Hardi, "Sintesis Dan Karakterisasi Katalis Lempung Terpillar Zirkonia Tersulfatasi Sebagai Katalis Perengkah," in *Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY 2017*, 2017, vol. 1, no. 2017, pp. 319–324.
- [19] P. Wahyuningsih, K. Wijaya, and W. Trisunaryanti, "Pengaruh Perlakuan Suhu pada Sintesis Bentonit Terpillar Al_2O_3 terhadap Karakternya dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Reaksi Esterifikasi," *J. Ilm. Jurutera*, vol. 1, no. 2, pp. 24–28, 2014.
- [20] M. H. Ravari, A. Sarrafi, and M. Tahmooresi, "Synthesis and characterization of mixed al,cu-pillared and copper doped al-pillared bentonite," *Chem. Chem. Technol.*, vol. 13, no. 2, pp. 231–235, 2019, doi: 10.23939/chcht13.02.231.
- [21] M. H. Ravari, A. Sarrafi, and M. Tahmooresi, "Synthesizing and characterizing the mixed Al,Cu-pillared and copper doped Al-pillared bentonite for electrocatalytic reduction of CO_2 ," *South African Journal of Chemical Engineering*, vol. 31. pp. 1–6, 2020, doi: 10.1016/j.sajce.2019.10.001.
- [22] M. R. Fauziyati, "Uji Adsorpsi Bentonit Teraktivasi KOH Terhadap Logam Cu(II)," *Walisongo J. Chem.*, vol. 2, no. 2, pp. 80–88, 2019, doi: 10.21580/wjc.v2i2.6028