

STUDI INTERKALASI LEMPUNG BENTONIT DENGAN GARAM AMONIUM KUATERNER DAN PEMANFAATANNYA SEBAGAI PENGIKAT ION Pb^{2+}

Widia Purwaningrum, I. A. Gede Widihati, Ni Wayan Sekarini

Abstrak : Lempung Na-bentonit diinterkalasi dengan garam amonium kuartener N Cetyl, N,N,N Trimetil Amonium Bromida yang sebanding dengan kapasitas tukar kationnya dengan perbandingan garam amonium kuartener dan Na-bentonit 2,9155 g : 10,0 g. Kemudian lempung yang telah terinterkalasi ditambah asam palmitat 2,0480 g. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi terhadap lempung Na-bentonit tanpa terinterkalasi (LTT) dan lempung Na-bentonit yang telah terinterkalasi garam amonium kuartener dan asam palmitat (LT). Karakterisasi tersebut meliputi penentuan perubahan struktur menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR), penentuan waktu setimbang adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} , penentuan isoterm adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} , dan penentuan kapasitas adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} menggunakan spektrometer serapan atom (AAS). Hasil penelitian menunjukkan terjadi peningkatan jarak dasar (basal spacing) d_{001} sebesar 5,12981 \AA pada lempung terinterkalasi garam amonium kuartener dan asam palmitat (LT) dibandingkan lempung yang tidak terinterkalasi (LTT). Kapasitas adsorpsi lempung tanpa terinterkalasi (LTT) terhadap ion Pb^{2+} sebesar 1,9565 mg/g sedangkan kapasitas adsorpsi adsorpsi lempung terinterkalasi (LT) terhadap ion Pb^{2+} sebesar 4,0263 mg/g.

Kata kunci : Lempung bentonit, interkalasi, adsorpsi Pb^{2+}

Abstract : Na-bentonit clay was intercalated with ammonium kuartener N Cetyl, N,N,N Trimetyl Ammonium Bromide equals to cation exchange capacities which ammonium kuartener and Na-bentonit clay were 2.9155 g : 10.0 g. After that 2,0480 g palmitat acid was added to the intercalated clay. This research characterized Na-bentonit clay with no intercalated (LTT) and Na-bentonit clay was intercalated with ammonium kuartener and palmitat acid (LT). Structure change was analysis with XRD and FTIR method, adsorption balance time to Pb^{2+} , adsorption isoterm to Pb^{2+} and adsorption capacities to Pb^{2+} were analised with AAS. The result of research showed that exhibited intercalation resulted in an increasing of basal spacing d_{001} of LT more than 5.12981 \AA . Adsorption capacity of LTT to Pb^{2+} was 1.956 mg/g while adsorption capacity of LT to Pb^{2+} was 4.0263 mg/g.

Key words : Bentonit clay, intercalation, adsorption of Pb^{2+}

PENDAHULUAN

Cadangan tanah lempung di hampir seluruh wilayah Indonesia cukup besar, namun pemanfaatannya masih belum optimal. Tanah lempung merupakan bahan alam yang murah dan mudah diperoleh serta

banyak mengandung bahan anorganik yang berisi kumpulan mineral-mineral berdiameter efektif $< 0,002 \text{ mm}$ ($< 2 \mu\text{m}$).^(1,2) Berdasarkan kandungan mineralnya, tanah lempung dibedakan menjadi montmorillonit (smektit), kaolinit, haloisit, klorit dan ilit. Di

alam mineral montmorillonit ditemukan dalam tanah bentonit. Bentonit adalah istilah yang digunakan di dalam dunia perdagangan untuk tanah lempung yang mengandung 85% mineral lempung montmorillonit. Mineral montmorillonit penyebarannya paling luas dan bersifat unik karena memiliki kemampuan mengembang, memiliki kation-kation yang dapat dipertukarkan dan dapat diinterkalasi. Sifat inilah yang menyebabkan montmorillonit dapat dimodifikasi untuk memperoleh produk senyawa alumino silikat yang memiliki sifat-sifat kimia fisik yang lebih baik dari sebelumnya. Sifat-sifat kimia fisik tersebut meliputi luas permukaan spesifik, porositas, *basal spacing* d_{001} , keasaman permukaan dan stabilitas termal yang merupakan syarat mutlak sebagai katalis, pengemban katalis dan sebagai adsorben.^(2,3)

Pada penelitian ini akan dilakukan interkalasi lempung bentonit dengan garam amonium kuaterner heksadesil trimetil amonium bromida dan asam palmitat yang selanjutnya digunakan sebagai adsorben untuk menyerap ion Pb^{2+} dalam larutan. Karakterisasi terhadap lempung Na-bentonit tanpa terinterkalasi (LTT) dan lempung Na-bentonit yang telah terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT) meliputi penentuan perubahan struktur menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR), penentuan waktu setimbang adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} , penentuan isoterm adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} , dan penentuan kapasitas adsorpsi terhadap ion Pb^{2+}

menggunakan spektrometer serapan atom (AAS).

METODOLOGI PENELITIAN

BAHAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah lempung bentonit, timbal (II) nitrat, garam amonium kuaterner heksadesil trimetil amonium bromida, asam palmitat dan akuades.

ALAT

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, penggerus porselin, lumping, ayakan 105 μm , oven, pengaduk magnet, pemanas, kertas saring Whatman 42, dan timbangan analitik. Peralatan instrumen yang digunakan meliputi : XRD-6000, spektrofotometer inframerah dan spektrofotometer serapan atom.

METODE

Penyiapan lempung

Lempung bentonit diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 105 μm kemudian dicuci beberapa kali dengan akuades selanjutnya disaring menggunakan penyaring vakum dan dikeringkan dalam oven pada temperatur $110^{\circ} - 120^{\circ} C$. Lempung yang telah dikeringkan, digerus sampai halus kemudian diayak menggunakan ayakan ukuran 105 μm . Hasil preparasi sampel sebagian dianalisis menggunakan XRD dan FTIR dan sebagian lagi diinterkalasi dengan garam

amonium kuaterner heksadesil trimetil amonium bromida dan asam palmitat.

Interkalasi Lempung Bentonit dengan Garam Amonium Kuaterner dan Asam Palmitat

Sepuluh gram lempung bentonit dilarutkan ke dalam 1000 mL akuades dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Sebanyak 2,9155 gram garam amonium kuaterner N cetyl N,N,N trimetil amonium bromida ditambahkan dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 24 jam. Campuran di atas ditambah 2,0480 gram asam palmitat dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 48 jam. Setelah itu campuran disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 60°C. Selanjutnya lempung digerus dan diayak dengan menggunakan ayakan berukuran 105 μm . Hasil interkalasi lempung bentonit dengan garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT) dianalisis dengan menggunakan XRD (untuk mengetahui perubahan *basal spacing* d_{001}) dan spektrofotometer FTIR.

Penentuan Waktu Setimbang

Ke dalam 5 buah erlenmeyer 100 mL masing-masing dimasukkan 0,2 gram lempung bentonit tanpa terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LTT). Pada tiap erlenmeyer ditambah adsorbat masing-masing 20 mL Pb (II) 80 ppm. Campuran diaduk dengan pengaduk magnet masing-masing dengan waktu yang berbeda yaitu selama 10,20,40,80 dan 120

menit. Selanjutnya campuran disaring dan filtratnya diukur dengan spektrofotometer serapan atom. Prosedur serupa dilakukan juga terhadap lempung bentonit terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT).

Penentuan Isoterm Adsorpsi

Ke dalam 5 buah erlenmeyer 100 mL masing-masing diisi dengan 0,2 gram lempung bentonit tanpa terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LTT). Pada tiap erlenmeyer masing-masing ditambah 20 mL larutan Pb (II) dengan konsentrasi yang berbeda-beda yaitu 40,60,80,100 dan 120 ppm. Campuran diaduk selama waktu yang diperoleh dari penentuan waktu setimbangnya, selanjutnya disaring dan filtratnya diukur dengan spektrofotometer serapan atom.

Penentuan Kapasitas Adsorpsi Lempung Bentonit

Ke dalam erlenmeyer 100 mL, dimasukkan 0,2 gram lempung bentonit tanpa terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LTT). Pada erlenmeyer tersebut ditambahkan 20 mL larutan Pb (II) dengan konsentrasi yang didapat dari penentuan isoterm adsorpsinya dan dibiarkan selama waktu setimbang penyerapan. Selanjutnya disaring dan filtratnya diukur dengan spektrofotometer serapan atom. Prosedur yang sama juga dilakukan terhadap lempung bentonit

terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi *Basal Spacing* d_{001}

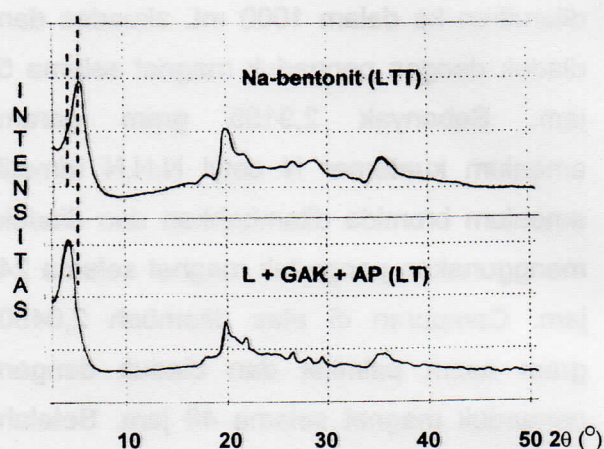
Basal spacing d_{001} perlu diketahui untuk menentukan besarnya pergeseran jarak antar lapis silikat lempung. Jika terjadi interkalasi maka akan terlihat pergeseran jarak antar lapisnya yang ditandai dengan perubahan *basal spacing* d_{001} . Jika jarak antar lapis meningkat maka luas permukaannya juga akan meningkat.

Karakterisasi produk interkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat ke dalam antar lapis silikat lempung bentonit dengan metode difraksi sinar-X ditampilkan oleh Gambar 1. Dari difraktogram dan ditinjau dari *peak-listnya*, dapat dinyatakan bahwa telah terjadi interkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat yang ditandai dengan terjadinya pergeseran sudut 2θ ke arah yang lebih kecil yaitu dari $5,5455^\circ$ menjadi $4,1936^\circ$ dan terjadinya peningkatan *basal spacing* sebesar $5,12981 \text{ \AA}$ yaitu dari $21,05341 \text{ \AA}$ menjadi $15,9236 \text{ \AA}$.

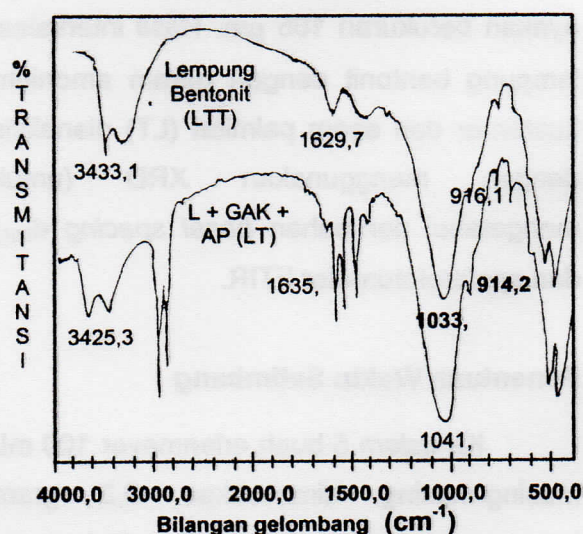
Terjadinya peningkatan jarak antar lapis silikat lempung bentonit (*basal spacing*) disebabkan karena garam amonium kuaterner dan asam palmitat telah terinterkalasi ke dalam antar lapis silikat lempung bentonit melalui suatu pertukaran kation dan interaksi hidrofobik.

Hasil Analisis Spektra Infra Merah

Spektra infra merah Na-bentonit tanpa dan terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat ditunjukkan pada Gambar 2, dirangkum dalam tabel 1 dan tabel 2.



Gambar 1 Difraktogram lempung Na-bentonit tanpa dan terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat.



Gambar 2 Spektra FTIR dari Na-bentonit tanpa dan terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LTT dan LT).

Pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar $3433,1 \text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan OH regang yaitu dari OH

oktahedral dan serapan air yang terjerap oleh mineral lempung. Sedangkan vibrasi tekuk OH muncul pada daerah bilangan gelombang sekitar $1629,0 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar $1039,6 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi Si – O – Si rentang yang teramati sebagai puncak

serapan yang lebar dengan intensitas yang jelas. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar $961,1 \text{ cm}^{-1}$ berhubungan dengan OH rentang yang terikat pada Al. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar $522,7 \text{ cm}^{-1}$ berhubungan dengan vibrasi Si – O rentang.

Tabel 1. Serapan karakteristik lempung bentonit

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus serap
3433,1	Rentangan H_2O dan rentang –OH oktahedral
1629,7	–OH tekuk
1033,8	Rentangan Si – O – Si
916,1	Rentangan OH yang terikat pada Al
518,8	Rentangan Si - O

Tabel 2 Pergeseran serapan yang terjadi pada lempung bentonit terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus serap
3425,3	–OH regang
1635,5	–OH tekuk
1041,5	Si – O – Si regang
914,2	Al – O regang
524,6	Si – O regang

Dari spektra FTIR dapat dilihat bahwa terjadi pergeseran bilangan gelombang setelah terjadi interkalasi. Secara umum pita serapan vibrasi –OH rentang dari molekul air yang muncul pada lempung bentonit bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil. Adanya interaksi –OH oktahedral dengan kation H^+ menyebabkan –OH oktahedral semakin lemah, sehingga

akan mengalami vibrasi pada daerah bilangan gelombang yang lebih rendah.

Vibrasi –OH tekuk dari H_2O pada lempung bentonit tanpa terinterkalasi muncul pada daerah bilangan gelombang $1629,7 \text{ cm}^{-1}$ sedangkan pada lempung bentonit yang terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat vibrasi –OH tekuk dari H_2O muncul pada daerah bilangan gelombang $1635,5 \text{ cm}^{-1}$.

Pita serapan ini mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi. Pergeseran ini menunjukkan bahwa molekul air yang terserap dalam antar lapis lempung bentonit semakin berkurang atau mengalami dehidrasi karena kemungkinan $-OH$ tekuk dari H_2O tersebut digantikan oleh asam palmitat.

Keasaman Permukaan Lempung Bentonit

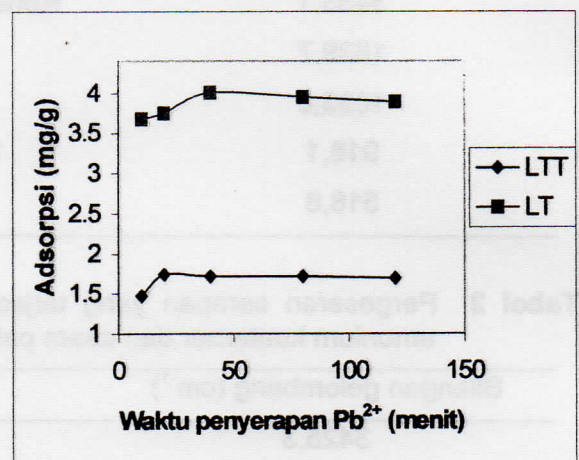
Spektra FTIR (Gambar 2)

menunjukkan bahwa situs asam Lewis terdeteksi pada daerah bilangan gelombang $1542,9\text{ cm}^{-1}$, dengan pita serapan yang tajam. Situs asam Lewis nampak karena terinterkalasinya asam palmitat pada ruang antar lapis lempung yang sebelumnya telah mengikat N^+ dari garam amonium kuartener. Dimana N^+ dari garam amonium kuartener tersebut berfungsi sebagai akseptor elektron dan asam palmitat sebagai donor elektron yang nantinya membentuk senyawa koordinasi.

Dari spektra FTIR (Gambar 2) menunjukkan bahwa situs asam Bronsted muncul pada bilangan gelombang $1419,5\text{ cm}^{-1}$. Munculnya situs asam Bronsted karena adanya kation H^+ yang terperangkap dalam lempung. Adanya kation H^+ disebabkan oleh perlakuan preparasi interkalasi yang dilakukan dalam medium larutan kompleks suasana asam (asam palmitat). Kation H^+ juga berasal dari H_2O yang terperangkap dalam alumina silikat lempung.

Waktu Setimbang Adsorpsi Lempung Bentonit terhadap ion Pb^{2+}

Penentuan waktu setimbang adsorpsi dilakukan untuk mengetahui waktu minimum yang dibutuhkan oleh lempung bentonit dalam mengadsorpsi ion Pb^{2+} dalam larutan. Waktu setimbang adsorpsi ion Pb^{2+} oleh lempung bentonit dapat diketahui dengan membuat grafik antara berat ion Pb^{2+} yang teradsorpsi terhadap waktu.



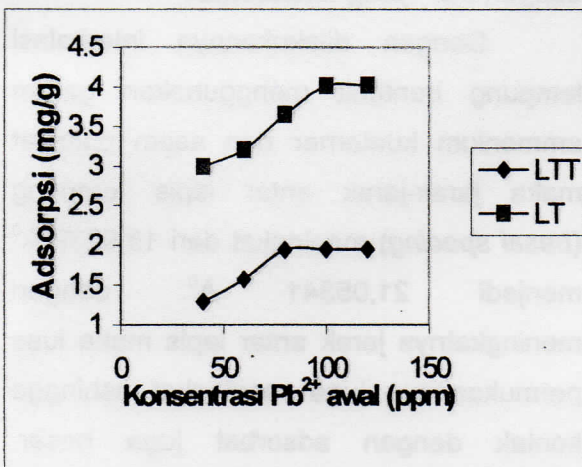
Gambar 3 Grafik penyerapan ion Pb^{2+} oleh lempung bentonit tanpa terinterkalasi (LTT) dan dengan terinterkalasi garam amonium kuartener dan asam palmitat (LT).

Dari grafik pada Gambar 3 terlihat bahwa LTT memiliki waktu setimbang 20 menit terhadap ion Pb^{2+} , sedangkan LT memiliki waktu setimbang yang lebih lama daripada LTT yaitu 40 menit. Hal ini disebabkan karena LT memiliki *basal spacing* yang lebih besar daripada LTT sehingga kemungkinan luas permukaannya juga lebih besar. Sampel dengan luas permukaan yang besar akan memerlukan waktu kontak yang lebih lama untuk

mencapai keadaan yang setimbang dengan suatu larutan.

Isoterm Adsorpsi Lempung Bentonit terhadap Ion Pb²⁺

Pada penentuan isoterm adsorpsi terhadap ion Pb²⁺, jumlah ion Pb²⁺ yang teradsorpsi per gram bentonit oleh LTT mencapai nilai maksimum pada konsentrasi ion Pb²⁺ mula-mula sebanyak 80 ppm, dengan kapasitas adsorpsi mencapai 1,9400 mg/g. pada saat LTT direaksikan dengan konsentrasi yang lebih besar yaitu 100 ppm, LTT memberikan kapasitas adsorpsi yang hampir sama yaitu 1,9438 mg/g (Gambar 4).

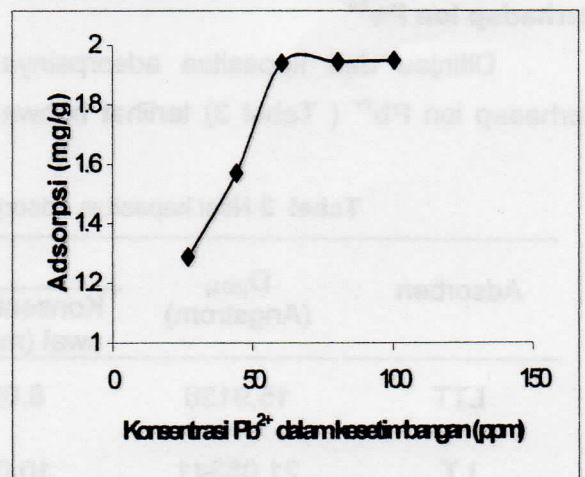


Gambar 4 Penentuan isoterm adsorpsi lempung bentonit tanpa terinterkalasi (LTT) dan dengan terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT) terhadap ion Pb²⁺.

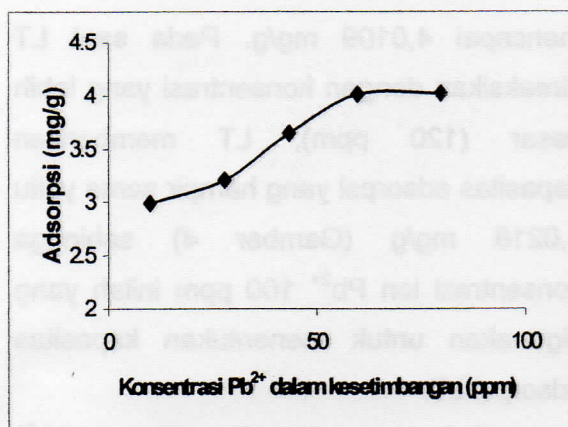
Dengan demikian konsentrasi 80 ppm ini digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi LTT terhadap ion Pb²⁺. Jumlah ion Pb²⁺ yang teradsorpsi per gram bentonit oleh lempung bentonit terinteraksi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT) mencapai nilai maksimum pada konsentrasi ion Pb²⁺ mula-mula 100 ppm, dengan kapasitas adsorpsi

mencapai 4,0109 mg/g. Pada saat LT direaksikan dengan konsentrasi yang lebih besar (120 ppm), LT memberikan kapasitas adsorpsi yang hampir sama yaitu 4,0218 mg/g (Gambar 4) sehingga konsentrasi ion Pb²⁺ 100 ppm inilah yang digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi LT.

Pola isoterm adsorpsi ion Pb²⁺ dapat diketahui dengan membuat grafik antara konsentrasi Pb²⁺ dalam kesetimbangan dengan banyaknya ion Pb²⁺ yang teradsorpsi. Dari Gambar 5 dan Gambar 6 terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi ion Pb²⁺ yang ditambahkan maka semakin besar pula konsentrasi ion Pb²⁺ yang dapat diadsorpsi oleh lempung bentonit tanpa dan terinterkalasi garam ammonium kuaterner dan asam palmitat (LT dan LTT), dan suatu saat mencapai konsentrasi tertentu dimana situs aktif lempung bentonit sudah tidak dapat mengikat logam lebih banyak lagi (adsorben dalam keadaan jenuh)



Gambar 5 Pola isoterm adsorpsi lempung bentonit tanpa terinterkalasi (LTT) terhadap ion Pb²⁺.



Gambar 6 Pola isoterm adsorpsi lempung bentonit terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT) terhadap ion Pb²⁺.

Dari Gambar 5 dan Gambar 6 terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi ion Pb²⁺ yang ditambahkan maka semakin besar pula konsentrasi ion Pb²⁺ yang dapat diadsorpsi oleh lempung bentonit tanpa dan terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT dan LTT), dan suatu saat mencapai konsentrasi tertentu dimana situs aktif lempung bentonit sudah tidak dapat mengikat logam lebih banyak lagi (adsorben dalam keadaan jenuh)

Kapasitas Adsorpsi Lempung Bentonit terhadap Ion Pb²⁺

Ditinjau dari kapasitas adsorpsinya terhadap ion Pb²⁺ (Tabel 3) terlihat bahwa

nilai kapasitas adsorpsi LT lebih besar daripada kapasitas adsorpsi LTT. Hal ini disebabkan karena LT merupakan lempung yang telah mengikat senyawa organik yaitu garam ammonium kuaterner sehingga membentuk suatu senyawa kompleks melalui suatu ikatan koordinasi. Kompleks yang terbentuk, kemudian digunakan untuk menjangkar ligan-ligan yaitu asam palmitat melalui interaksi hidrofob. Lempung bentonit yang telah terinterkalasi tersebut digunakan sebagai adsorben untuk mengikat ion Pb²⁺, dimana ligan atau asam palmitat membentuk senyawa kompleks dengan Pb²⁺ yang teradsorpsi.

Dengan dilakukannya interkalasi lempung bentonit menggunakan garam ammonium kuaterner dan asam palmitat maka jarak-jarak antar lapis lempung (*basal spacing*) meningkat dari 15,9239 Å⁰ menjadi 21,05341 Å⁰. dengan meningkatnya jarak antar lapis maka luas permukaannya juga meningkat sehingga kontak dengan adsorbat juga besar. Dengan demikian kapasitas adsorpsi dari LT lebih besar daripada LTT.

Tabel 3 Nilai kapasitas adsorpsi LTT dan LT terhadap ion Pb²⁺

Adsorben	D ₍₀₀₁₎ (Angstrom)	Adsorpsi terhadap larutan Pb ²⁺		
		Konsentrasi awal (mg/g)	Kapasitas adsorpsi (mg/g)	Persentase adsorpsi (mg/g)
LTT	15,9136	8,0000	1,9565	24,46
LT	21,05341	10,0000	4,0263	40,26

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan :

1. Interkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat ke dalam antar lapis lempung bentonit meningkatkan *basal spacing* atau jarak antar lapisnya sebesar 5,12981 Å (21,05341-15,9236) Å.
2. Interkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat menyebabkan peningkatan keasaman permukaan yaitu terdeteksi dengan munculnya situs asam Lewis pada bilangan gelombang 1542,9 cm^{-1} dan situs asam Bronsted pada bilangan gelombang 1419,5 cm^{-1} .
3. Lempung bentonit terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LT) memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar daripada lempung tanpa terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat (LTT).
4. Kapasitas adsorpsi dari LT terhadap Pb^{2+} adalah 4,0263 mg/g sedangkan kapasitas adsorpsi dari LTT terhadap Pb^{2+} adalah 1,9764 mg/g.

Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan terdapat beberapa hal menarik untuk diteliti lebih lanjut, antara lain:

1. Perlu dilakukan penelitian mengenai kemampuan adsorpsi lempung bentonit terinterkalasi garam amonium kuaterner dan asam palmitat terhadap ion logam lain yang bersifat toksik.
2. Perlu dilakukan sintesis lempung terinterkalasi garam amonium kuaterner dengan menggunakan ligan yang berbeda.

DAFTAR PUSTAKA

- Bruce, D.W. and O'Hare, D., 1992, *Inorganic Materials*, John Wiley & Sons Ltd, New York.
- Malakul, P., 1998, *Metal Adsorption and Desorption Characteristics of Surfactant-Modified Clay Complexes*, Ind. Eng. Chem. Res. 37, 4296-4301, The University of Michigan, Ann Arbor, Michigan.
- Suhala, S. dan Arifin, M., 1997, *Bahan Galian Industri*, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral, Bandung.
- Tan, K.H., 1982, *Dasar-Dasar Kimia Tanah*, Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- Widihati, I.A.G., 2003, *Sintesis Lempung Monmorillonit Terpillar Fe_2O_3 ; Difraktogram, Luas Permukaan, Dan Situs Asamnya*, Review Kimia, Vol. 6, No.1, ISSN: 1410-8321, Denpasar.