Sintesis dan Karakterisasi Montmorillonit Terpilar Besi (III) Oksida

Yuni Sarma Saragih[1], Tisna Harmawan[1]*, dan Rahmatul Fajri[1]

[1]Program Studi Kimia Fakultas Teknik Universitas Samudra
Jl. Meurandeh, Langsa Aceh 24416, Indonesia

* Corresponding author: tisna_harmawan@unsam.ac.id

ABSTRAK

Montmorillonit adalah mineral yang memiliki struktur berlapis dan memiliki kemampuan untuk mengembang serta memiliki kapasitas tinggi untuk menukar kation. Namun, mineral ini memiliki permukaan dan volume pori yang kecil dan stabilitas termal yang rendah. Akibatnya, kemampuan montmorillonit untuk menyerap ion logam dan molekul organik menurun secara signifikan dan kapasitas penyerapannya menjadi rendah. Proses untuk memodifikasi struktur lempung dapat dilakukan melalui pilarisasi. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis montmorillonit terpilar Fe_2O_3. FTIR digunakan untuk mengkarakterisasi dengan hasil pada bilangan gelombang 1022,27, yang menunjukkan adanya gugus Si-O-Fe yang membentuk oksida logam besi. Pada XRD, puncak yang paling jelas terlihat adalah puncak montmorillonit pada sudut puncak 7,2915. Sementara itu, ketebalan montmorillonit yang terukur menggunakan metode SEM memiliki ukuran terkecil sebesar 4,11 µm dan ukuran terbesar sebesar 18,81 µm. Sehingga berhasil dilakukan sintesis montmorillonit dengan menggunakan Fe_2O_3 sebagai agen pilarisasi.

Kata Kunci: Montmorillonit, Terpilar, FTIR, XRD, SEM

PENDAHULUAN

Montmorillonit merupakan suatu mineral yang terdiri dari silika alumina dengan struktur berlapis yang dapat mengembang dan memiliki kapasitas tukar kation yang tinggi. Selain itu montmorillonit juga memiliki luas permukaan spesifik yang besar dan kestabilan suhu yang tinggi, sehingga dapat digunakan digunakan sebagai bahan penyerap, penyangga katalis, bahan untuk pengecoran logam, dan bahan untuk memodifikasi viskositas [1].

Montmorillonit memiliki kelemahan seperti pori-pori yang kecil dan stabilitas termal yang rendah. Kelemahan ini dapat menyebabkan penyerapan ion logam dan molekul organik serta mengurangi kemampuan lempung untuk menyerap dengan selektif. Oleh karena itu, diperlukan modifikasi lempung agar karakteristik fisik dan kimianya ditingkatkan. Salah satu metode yang digunakan untuk meningkatkan karakteristik ini adalah dengan melakukan pilarisasi. Pilarisasi merupakan suatu metode dalam menyuntikkan muatan positif yang berukuran besar ke dalam celah-celah antara lapisan senyawa yang tersusun secara lapisan. Proses pilarisasi montmorillonit bertujuan untuk menciptakan struktur tiang atau pilar diantara lapisan mineral yang membentuk montmorillonit, sehingga montmorillonit tidak akan melebar saat terkena air dan akan menyusut saat mengering [2].

Beberapa penelitian menunjukkan berbagai aplikasi bentonit terpilar Fe_2O_3 diantaranya [3] sebagai adsorben, [4] bahan dasar pembuatan magnet permanen, [5] Zeolit dan [6] *chelating agent* untuk aplikasi nanofluida. Berdasarkan latar belakang masalah diatas, penelitian mengenai sintesis dan karakterisasi montmorillonit terpilar Fe_2O_3 terhadap karakter fisikokimiawinya belum banyak dilakukan sebelumnya. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dikaji sintesis dan karakterisasi montmorillonit terpilar Fe_2O_3 sebagai katalis terhadap karakter fisikokimiawinya serta basal spacing, morfologi permukaan, dan keberadaan gugus fungsional.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah montmorillonit, aquades, Fe_2O_3 ((Besi (III) Oksida)) 0,2 M, NaOH 0,2 M.

ISSN 2716-0963
e-ISSN 2716-1218

Metode

Preparasi Sampel

Sebanyak 50 g bentonit diayak dengan ukuran 100 mesh. Selanjutnya sampel dicuci dengan akuades berulang kali selama 3 jam. Larutan diaplikasikan pada kertas saring untuk proses penyaringan. Setelah itu, endapan tersebut dikeringan dengan menggunakan oven pada suhu 110ºC selama 6 jam. Setelah mengering, partikel-partikel yang terendap dihaluskan hingga menjadi serbuk halus dan kemudian disaring menggunakan ayakan dengan ukuran 200 mesh [7].

Pembuatan Larutan Pemilar Fe_2O_3

Larutan Fe_2O_3 0,2 M dicampur dengan larutan NaOH 0,2 M. NaOH ditambahkan secara perlahan sambil terus diaduk menggunakan pengaduk magnet. Setelah larutan menjadi bening, pengadukan dihentikan. Kemudian, langkah berikutnya melibatkan penjagaan larutan pemilar selama 24 jam. Pemilarisasi montmorillonit dilakukan dengan mencampurkan larutan pemilar suspensi montmorillonit dengan adukannya, yang berlangsung selama 4 jam pada suhu ruangan. Pilarisasi yang dihasilkan dipisahkan menggunakan penyaring dan kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 105ºC. Setelah Fe_2O_3 hasil pilarisasi kering didapatkan, langkah selanjutnya adalah menghaluskannya dan menyaringnya menggunakan ayakan dengan ukuran 100 mesh. Montmorillonit terpilar dijemur hingga kering kemudian dikalsinasi pada suhu 400ºC selama 4 jam [2].

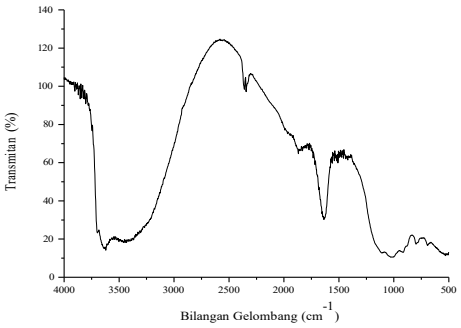
Karakterisasi Montmorillonit Terpilar

Montmorillonit yang telah terpilar oleh Fe_2O_3 kemudian dikarakterisasi untukmengetahui karakteristik fisikokimiawi menggunakan instrumen FTIR, XRD dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Penggunaan FTIR dalam karakterisasi montmorillonit terpilar **Fe_2O_3** adalah untuk mendeteksi gugus fungsi yang ada dalam material tersebut. Penelitian dilakukan pada rentang bilangan gelombang antara 500 hingga 4000 cm^{-1} karena wilayah ini biasanya menunjukkan adanya spektra yang memiliki karakteristik khusus [8].



Gambar 1. Hasil FTIR Montmorillonit Terpilar Fe_2O_3

Berdasarkan Gambar 1 hasil pengujian montmorillonit terpilar Fe_2O_3 menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3630,03; 1635,64; 1022,27 dengan munculnya vibrasi gugus berturut-turut yaitu O-H, H-O-H, dan Si-O-Fe.

Tabel 1. Perbandingan Pita Serapan FTIR Montmorillonit Terpilar Fe_2O_3

Vibrasi gugus	Bilangan gelombang Montmorillonit (Hasil Penelitian)	Bilangan gelombang montmorillonit (Wahyuningsih dkk, 2020)
O-H	3630,03	3641,60
H-O-H	1635,64	1647,61
Si-O-Fe	1022,27	1048,00

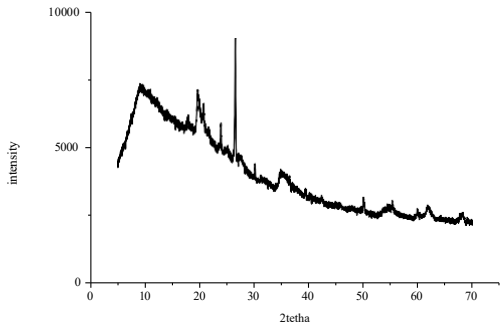
Berdasarkan Tabel 1 di atas muncul puncak pada bilangan gelombang 3626,17 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus OH (gugus hidroksil yang terikat pada Al dilapisan oktahedral Al-Al-OH atau Mg-OH-Al). Bilangan gelombang 1635,64 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk dari H-O-H yang berasal dari air yang teradsorpsi di dalam bentonit sesuai dengan yang dilakukan [9]. Ikatan Si-O-Fe membentuk oksida logam besi yaitu Fe_2O_3 berada pada panjang gelombang 1022,27 cm^{-1} yang menstabilkan struktur bentonit dari proses interkalasi logam pemilar sehingga interlayer montmorillonit lebih terbuka karena terbentuk pilar, dan memperbesar pori-pori pada montmorillonit.

ISSN 2716-0963
e-ISSN 2716-1218

Gugus Si-O-Fe muncul akibat proses pilarisasi pada montmorillonit [10]. Hasil menunjukkan dalam rentang bilangan gelombang 1041,56 cm-1 hingga 794,67 cm-1, ditemukan adanya tingkat absorbsi yang mengindikasikan terjadi vibrasi ulur asimetris pada ikatan Si-O. Pada bilangan gelombang 1033,85 cm-1, ditemukan adanya gugus Si-O yang dapat diidentifikasi melalui pita serapan yang tajam dan intensitas tinggi. Puncak serapan pada frekuensi 1033,85 cm-1 yang sangat kuat mengindikasikan tingkat yang tinggi dari keberadaan montmorillonit dalam komponen bentonit.

Analisis *X-Ray Difractometer* (XRD)

karakterisasi fisika-kimia yang dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Difractometer (*XRD) bertujuan untuk mengetahui *basal spacing* yang terdapat pada montmorillonit pada saat terbentuknya pilar



Gambar 2. Hasil XRD Montmorillonit Terpilar Fe_2O_3

Berdasarkan Gambar 2 hasil analisa XRD yang dilakukan pada montmorillonit terpilar Fe_2O_3. Berdasarkan gambar dapat dilihat puncak difraksi berada pada 7,2915; 19,7963; 26,5943. Menurut [11][14][15] Puncak-puncak spesifik untuk mineral montmorillonit yaitu pada 2θ= 5,29; 19,445 dan 29,197 dengan nilai d berturut-turut d= 16,69 Å; 4,561 Å dan 3,056 Å. Sedangkan puncak spesifik pada 2θ= 25,41 d= 3,502 Å. Sedangkan puncak spesifik pada 2θ= 25,41 d= 3,502 Å dan 2θ= 26,40 d= 3,373Å yang merupakan karakteristik untuk kuarsa. Secara keseluruhan, difraktogram menunjukkan bahwa sampel merupakanmineral montmorillonit.

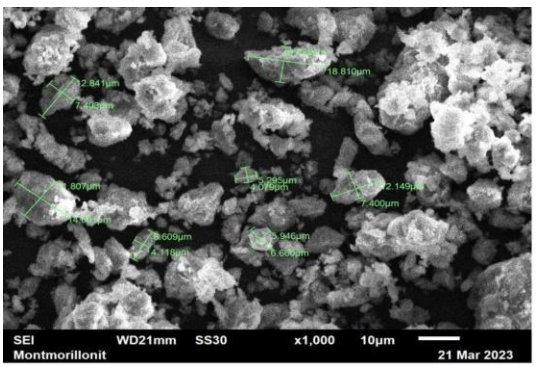
Tabel 2. Puncak Difraksi Montmorillonit

2θ		d (Å)
Referensi (Wahyuningsih,2020)	Hasil penelitian	
-	7,2915	12,11403
16,52	19,7963	4,48116
20,54	26,5943	3,34911

Berasarkan Tabel 2 hasil analisis XRD dari montmorillonit dapat dilihat pola difraksi sinar-x menunjukan padatan hasil sintesis menunjukkan tiga puncak karakteristik utama yaitu pada sudut 2θ= 7,2915; 19,7963 dan 26,5943 dengan harga d= 12,11403 Å; 4,48116 Å dan 3,34911 Å yang mengidentifikasikan bahwa bentonit memiliki kandungan utama berupa montmorillonit, kuarsa dan alumminia. Hal yang mirip juga dilakukan [8][16][17] menyatakan adanya puncak pada daerah 2θ = 22,20 dan 2θ = 26,64 berturut-turut merupakan puncak dari mineral feldspar dan kuarsa sehingga dapat disimpulkan bahwa lempung alam mengandung mineral montmorillonit sebagai komponen utama. Hasil difraktogram menunjukkan adanya puncak intensitas tertinggi terdapat pada 2θ= 7,2915 yang menunjukkan puncak khas mineral montmorillonit.

Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy)*

Karakterisasi fisika-kimia yang dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran pori pada montmorillonit terpilar Fe_2O_3.



Gambar 3. Hasil SEM montmorillonit terpilar Fe_2O_3

Berdasarkan Gambar 3 hasil karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dapat dilihat adanya bongkahan putih yang diduga adalah oksida besi yang menempel di lapisan luar montmorillonit. Pembentukan Fe_2O_3 sebagai pilar di dalam antarlapis montmorillonit maupun permukaan montmorillonit mengakibatkan perubahan morfologi yang ditunjukkan dengan bongkahan putih yang merupakan Fe_2O_3 [12]. Pembentukan oksida juga mengakibatkan lapisan montmorillonit *sweling* atau mengembang yang mengindikasikan terbentuknya pilar diantar lapis montmorillonit [13]. Gambar juga menunjukkan bahwa luas permukaan montmorillonit terpilar Fe_2O_3 dapat kita lihat ketebalan montmorillonit ukuran paling kecil 4,11 µm dan ukuran paling besar 18.81 µm.

KESIMPULAN

Telah disintesis montmorillonit dengan cara dipilarisasi menggunakan Fe_2O_3 yang ditunjukan adanya ikatan *Van Der Walls* (Si-O-Fe). Karakteristik fisikokimiawi montmorillonit terpilar Fe_2O_3 menggunakan FTIR didapatkan pada bilangan gelombang 1022,27 yang merupakan gugus Si-O-Fe yang membentuk oksida logam besi. Sedangkan pola difraksi sinar-x padatan hasil sintesis menunjukkan tiga puncak karakteristik utama yaitu pada sudut 2θ= 7,2915; 19,7963 dan 26,5943 dengan harga d= 12,11403 Å ; 4,48116 Å dan 3,34911 Å yang mengidentifikasikan bahwa montmorillonit merupakan kandungan utama dari montmorillonit. Hasil analisis SEM menunjukkan ketebalan montmorillonit ukuran paling kecil 4,11 µm dan ukuran paling besar 18.81 µm.

REFERENSI

[1] Siregar, S. H., & Irma, W. 2016. Sintesis dan Perbandingan Struktur, Tekstur Bentonit Alam dan Bentonit Teraktivasi Asam. *Photon: Jurnal Sain Dan Kesehatan*. *7*(1):137-140.

[2] Udyani, K., I, Prasetyo., P, Mulyono., Yuliani., H, R. 2010. Pengaruh OH/Fe Pada Pembuatan Ampo Terpilar Besi Oksida Terhadap Penjerapan Deterjen Dalam Air. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan".* Yogyakarta.

[3] Cromain, C.N., Sari, E.C. 2016. Karakterisasi Bentonit Terpilar Fe_2O_3. *Unesa Journal Of Chemistry.* 5(3):1-6.

[4] Sihombing, Meilan, dan Erwin, Amiruddin. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe_2O_3 Dari Pasir Alam Desa logas kabupaten kuantan singingi. *Komunikasi fisika indonesia (KFI).* 17(2):1-6.

[5] Abdulloh, A., Purkan, P., Nizar., H. 2017. Preparasi dan karakterisasi α-Fe_2O_3/Zeolit Y Untuk Reaksi Perengkahan Asam Palmitat. *Jurnal Kimia Riset*. 2(2). 69-76.

[6] Hardian, Arie., Alvi, A.R., Dani, G.S., Senadi, B. 2017. Synthesis And Characterization Of Fe_2O_3 Nanoparticles Using Averrhoa Bilimbi As Biomaterial Chelating Agent For Nanofluids Application. *Jurnal Penelitian Kimia*.13(2): 133-146.

[7] Wahyuningsih, P., Karna.W., Wega. T. 2020. Pengaruh Perlakuan Temperatur pada Sintesis Bentonit Terpilar Al2O3 terhadap Karakternya dan Aplikasinya Sebagai Katalis dalam Reaksi Esterifikasi. *Jurnal Ilmiah Jurutera*. 1(02): 024-028.

[8] Soleman. 2011. Identifikasi Gugus Fungsi Dan Kandungan Mineral Lempung Pacitan Dengan Spektroskopi Infra Red (IR) X-Ray Diffraction (XRD). *Jurnal Poton*. 2 (1). 31-35.

[9] Mahmudha,S., Irwan, N. 2016. Pengaruh Penggunaan Bentonit Teraktivasi Asam Sebagai Katalis Terhadap Peningkatan Kandungan Senyawa Isopulegol Pada Minyak Sereh Wangi Kabupaten Gayo Lues – Aceh. *Chimica et Natura Acta*. 4(3): 123-129.

[10] Purwaningsih, E., Supartono, S. & Harjono, H. (2012). Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Dengan Metanol Menggunakan Katalis Bentonit. *Indonesian Journal Of Chemical Science*. 1(2): 133-139.

[11] Rihayat, T., Dan Mashura. 2018. Pelapis Poliuretan Berbasis Minyak Jarak Dan Bentonit Sebagai Ketahanan Panas. *Journal Of Science And Technology*. 16(2): 1 – 10.

[12] Yuliani, H.R. 2010. Modifikasi Ampo melalui Metode Pilarisasi. *prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia Dan Proses*. 1-7.

[13] Dhamayanti,Y., Karna., W., Iqmal., T. 2005. Fotodgradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Fe2O3 Montmorillonit dan

Sinar Ultraviolet. *Proseding Seminar Nasional.*

[14] HARMAWAN, T., AMRI, Y., & FADLLY, T. A. (2019). Isolation and Characterization Montmorillonite Nanoparticles of Aceh Tamiang Bentonite as Patchouli Oil (Pogostemon cablin) Bleaching. *Oriental Journal of Chemistry*, *35*(5).

[15] Ramayanti, D., Harmawan, T., & Fajri, R. (2021). Analisis Kadar Patchouli Alcohol Menggunakan Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC–MS) pada Pemurnian Minyak Nilam (Pogostemon cablin B.) Aceh Tamiang dengan Nanomontmorillonite. *al Kimiya: Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan*, *8*(2), 68-74.

[16] Susanti, F., Harmawan, T., & Wahyuningsih, P. (2021). Pengaruh Interkalasi Mikro Montmorillonit Dengan Mikro Kitosan Sebagai Adsorben Untuk Meningkatkan Mutu Minyak Nilam. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, *43*(2), 133-142.

[17] Ramayanti, D., Harmawan, T., & Fajri, R. (2021). Analisis Kadar Patchouli Alcohol Menggunakan Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC–MS) pada Pemurnian Minyak Nilam (Pogostemon cablin B.) Aceh Tamiang dengan Nanomontmorillonite. *al Kimiya: Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan*, *8*(2), 68-74.