



PENGARUH PENAMBAHAN LEMPUNG DENGAN JENIS BERBEDA PADA SINTESIS KOMPOSIT MAGNETIT (Fe_3O_4) LEMPUNG

Zaud Alzaky, Endaruji Sedyadi*

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
Jl. Marsda Adisucipto Yogyakarta 55281 Telp. +62-274-540971
Email: endaruji@yahoo.com*

Abstrak. Telah dilakukan studi Pengaruh Penambahan Lempung Dengan Jenis Berbeda Pada Sintesis Komposit Magnetit (Fe_3O_4) Lempung. Penelitian ini bertujuan untuk Mengetahui pengaruh massa lempung dalam sintesis komposit magnetit-lempung, pengaruh jenis lempung dalam sintesis komposit magnetit-lempung Mengetahui pengaruh temperatur reaksi dalam sintesis komposit magnetit-lempung. Karakterisasi gugus fungsional zeolit menggunakan Spektrofotometer FT-IR dan kristalinitas menggunakan Difraktometer Sinar-X. Prinsip kerja dari penelitian ini adalah disintesisnya suatu nanokomposit Fe_3O_4 -montmorilonit yang digunakan untuk mengadsorpsi logam berat. Pembuatan komposit ini bertujuan untuk meningkatkan kualitas adsorben sehingga dapat menyederhanakan proses pemisahan dan pemisahan dapat lebih baik dari material semula yang belum digabungkan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Karakter komposit Fe_3O_4 -montmorilonit yang diperoleh dari metode kopresipitasi berwarna coklat kehitaman dan memiliki kekuatan magnet yang kuat. Karakter terbaik komposit Fe_3O_4 -montmorilonit diperoleh pada perbandingan konsentrasi $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]=1:1$ dengan hasil berat 4,11 gram, berwarna coklat kehitaman dan memiliki puncak Fe_3O_4 terbanyak. Semakin banyak atau sedikit konsentrasi $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ akan mempengaruhi jenis oksida besi yang terbentuk. Hasil terbaik juga diperoleh pada temperatur 70°C, pada temperatur ini tidak terbentuk senyawa maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$).

Kata kunci: Sintesis, Fe_3O_4 -montmorilonit, Lempung Alam

This publication is licensed under a



Pendahuluan

Kontaminasi logam berat pada lingkungan perairan merupakan masalah besar di dunia saat ini. Persoalan spesifik logam berat di lingkungan terutama karena akumulasinya sampai pada rantai makanan dan keberadaannya di alam, serta meningkatkan sejumlah logam berat yang menyebabkan keracunan terhadap tanah, udara dan air meningkat.

Keberadaan logam-logam berat di lingkungan seperti tembaga, kadmium dan timbal merupakan masalah lingkungan yang perlu mendapat perhatian serius. Adanya ion-ion logam berat dalam limbah industri telah lama menjadi objek dalam bidang kimia analitik dan kimia lingkungan. Limbah yang mengandung logam berat perlu mendapat perhatian khusus, mengingat dalam konsentrasi tertentu dapat memberikan efek toksik yang berbahaya bagi kehidupan manusia dan lingkungan di sekitarnya (Lelifajri, 2010).

Logam berat adalah jenis polutan yang paling banyak ditemukan pada berbagai perairan limbah industri. Perairan limbah industri yang mengandung konsentrasi logam berat rendah hingga tinggi sering ditemukan pada industri pertambangan, penyepuhan logam, pembuatan baterai, pupuk, kimia, farmasi, elektronik, tekstil, dan lain-lain. Keberadaan logam berat tersebut di perairan limbah industri sangat berbahaya bagi kehidupan manusia dan makhluk hidup lainnya, karena sangat beracun dan tidak dapat terbiodegradasi, sehingga sangat perlu untuk dihilangkan untuk memperoleh perairan yang memenuhi standar kualitas lingkungan. Dengan demikian, sangat perlu dikembangkan teknologi untuk mengontrol konsentrasi logam berat dalam perairan limbah industri (Sivaiah et al., 2004).

Banyak metode yang telah dikembangkan untuk menangani masalah limbah di perairan, termasuk presipitasi, ekstraksi, separasi dengan membran (Jain et al., 2005), pertukaran ion (Sivaiah et al., 2004), dan adsorpsi. Metode presipitasi adalah metode yang paling ekonomis tetapi tidak efisien untuk larutan encer, metode pertukaran ion atau osmosis balik pada umumnya efektif, tetapi memerlukan peralatan dan biaya operasional yang relatif tinggi. Metode adsorpsi adalah salah satu metode alternatif yang potensial karena prosesnya yang relatif sederhana, dapat bekerja pada konsentrasi rendah, dapat di daur ulang, dan biaya yang dibutuhkan relatif murah (Blais et al., 2000).

Proses adsorpsi melibatkan gaya tarik-menarik antarmolekul, pertukaran ion, dan ikatan kimia. Karbon aktif banyak digunakan sebagai adsorben yang efektif dalam berbagai aplikasi serta paling banyak digunakan dalam proses adsorpsi untuk perlakuan limbah industri cair (Jusoh et al., 2007). Namun, pengambilan ion logam dengan metode adsorpsi menggunakan karbon aktif komersial membutuhkan biaya relatif mahal. Karbon aktif juga dapat mengalami penurunan aktivitas sebesar 10 - 15 % selama regenerasi. Selain itu karbon aktif merupakan bahan yang bersifat dapat terbakar (combustible material), sehingga kurang tepat jika diaplikasikan pada suhu tinggi (Yenisoy-karakas et al., 2004).

Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan percobaan adsorpsi menggunakan magnetit. Partikel magnetik merupakan suatu material yang memiliki berbagai keunggulan, antara lain: bersifat superparamagnetik, kejenuhan magnet yang tinggi, kontribusi anisotropi yang bagus, dan biokompatibel. Fenomena ini terus meningkat seiring pengaruh ukuran dan permukaan yang didominasi oleh sifat magnetik dari masing-masing partikel

(Kornak, 2005). Selain sifat magnetik yang dimiliki, material magnetik dapat dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi, seperti: pemisahan/ amobilisasi enzim (Shao, 2009), transpor obat, serapan gelombang mikro, fotokatalis, aplikasi biologi, biomedik, pemisahan logam, magnetic resonance imaging (MRI), hipertermia, dll (Dang, 2010).

Di antara oksida-oksida logam transisi, oksida besi merupakan suatu material yang sangat menarik untuk dipelajari. Secara alamiah bahan-bahan tersebut ditemukan dalam bentuk mineral oksida besi berupa magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Perbedaan suhu kalsinasi akan menghasilkan berbagai bentuk fasa oksida besi, dimana Fe_3O_4 (suhu ruang), $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (kalsinasi 200 oC) dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (kalsinasi 300-600 oC) (Chirita, 2009).

Berbagai penelitian telah melaporkan bahwa partikel magnetit tanpa modifikasi memiliki kestabilan termal yang rendah (Li, 2005) dan dapat mengalami reaksi balik membentuk fasa intermediet FeOOH . Selain itu juga partikel magnetit memiliki sifat kelarutan yang rendah. Menyiasati hal tersebut, maka dilakukan pelapisan (encapsulation) pada berbagai material pendukung, seperti material alam misalkan lempung ataupun zeolit (Safee, 2009).

Penggunaan adsorben alami yang murah dan berlimpah tentu sangat menguntungkan, akan tetapi untuk mengetahui senyawa aktif yang berfungsi sebagai adsorben dari bahan-bahan tersebut bukanlah pekerjaan yang mudah, hal ini dapat menyulitkan dalam menjelaskan fenomena adsorpsi yang terjadi. Oleh karena itu perlu dicari adsorben lain yang strukturnya diketahui dengan pasti, dan hal ini dapat diperoleh dari hasil sintesis.

Adsorben yang digunakan dalam proses adsorpsi harus memenuhi kriteria yang dibutuhkan, di antaranya mempunyai daya serap yang besar terhadap larutan, zat padat yang mempunyai luas permukaan yang besar, tidak larut dalam zat cair yang akan diadsorpsi, tidak beracun dan mudah didapat, serta memiliki harga yang relatif murah. Karbon aktif, mineral lempung, zeolit, biomaterial, dan beberapa limbah padat industri telah banyak digunakan sebagai adsorben untuk adsorpsi ion dan nonionik dalam pengolahan air limbah (Wang dan Peng 2010).

Mineral lempung umumnya ditemukan dalam beberapa kelompok besar, seperti kaolinit, mika, montmorilonit, klorit, illit dan vermikulit (Goenadi, 1982). Di alam, mineral montmorilonit ditemukan dalam tanah bentonit. Montmorilonit kualitas komersial sering juga dinamakan bentonit. Tanah bentonit mengandung kurang lebih 85% montmorilonit, dengan ciri-ciri antara lain: jika diraba licin, lunak, memiliki kilap lilin, berwarna pucat dengan penampakan putih, hijau muda, kelabu, atau merah muda bila dalam keadaan segar dan jika telah lapuk berwarna coklat kehitaman (Riyanto, 1994).

Kelompok montmorilonit paling banyak menarik perhatian karena montmorilonit memiliki kemampuan untuk mengembang (swelling) bila berada dalam air atau larutan organik serta memiliki kapasitas penukar ion yang tinggi sehingga mampu mengakomodasikan kation dalam antarlapisnya dalam jumlah besar (Ogawa, 1992). Dengan memanfaatkan sifat khas dari montmorilonit tersebut, maka antarlapis silikat lempung

montmorilonit dapat disisipi (diinterkalasi) dengan suatu bahan yang lain (misalnya: senyawa organik atau oksida-oksida logam) untuk memperoleh suatu bentuk komposit yang sifat fisikokimianya lebih baik dibandingkan lempung sebelum dimodifikasi. Sifat-sifat fisikokimia tersebut merupakan bagian yang penting pada setiap karakterisasi lempung baik sebagai katalis, pendukung katalis, maupun adsorben (Goenadi, 1982).

Berdasarkan sifat fisiknya, montmorilonit dapat dibagi menjadi dua kelompok, yaitu : Namontmorilonit dan Ca-montmorilonit. Namontmorilonit memiliki kandungan Na^+ yang besar pada antar lapisnya. Selain itu memiliki sifat mudah mengembang bila direndam dalam air dan akan terbentuk suspensi bila didispersikan ke dalam air. Untuk Ca-montmorilonit, kandungan Ca^{2+} dan Mg^{2+} relatif lebih banyak bila dibandingkan dengan kandungan Na^+ . Ca-montmorilonit memiliki sifat sedikit menyerap air dan jika didispersikan ke dalam air akan cepat mengendap atau tidak terbentuk suspensi (Wijaya et al., 2004).

Dalam penelitian ini diharapkan magnetit yang telah dilapisi lempung akan menjadi suatu komposit yang benar-benar baik dalam mengadsorb logam berat serta efisien dan dapat mengikat logam-logam berat seperti Cu dan Ni.

Berdasarkan paparan di atas, pada penelitian ini sintesis magnetit Fe_3O_4 -montmorilonit dibuat untuk meminimalisir kekurangan-kekurangan yang ada pada penelitian sebelumnya. Magnetit Fe_3O_4 akan dilapisi lempung untuk meningkatkan daya adsorpsi yang dilakukan magnetit terhadap logam berat. Selain itu dengan dilapisinya magnetit Fe_3O_4 dengan lempung diharapkan akan menambah kestabilan termal dari magnetit-lempung serta menambah sifat kelarutan terhadap magnetit-lempung karena lempung memiliki sifat kelarutan yang baik di dalam air.

Bahan dan Metode

Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Bentonit, Besi Klorida Heksa Hidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), Ferro Sulfat Heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), Natrium Hidroksida (NaOH) dan akuades.

Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: Seperangkat alat gelas, seperangkat alas sintesis, kertas saring, oven, penyaring Buchner, thermometer, hot plate, neraca analitik, pH meter, Fourier Transform InfraRed (FTIR) dan Thermogravimetri Analyzer (TGA).

Metode Penelitian

Preparasi Lempung

Sebanyak 20 gram lempung dilarutkan dalam 400 mL akuades. Kemudian diaduk selama 6 jam, selanjutnya didiamkan selama 24 jam. Setelah didiamkan selama 24 jam akan terbentuk 2 lapisan di mana lapisan paling bawah merupakan illit dan kaulinit dan lapisan atas yang merupakan montmorilonit. Selanjutnya lapisan pertama yang berupa montmorilonit disaring dengan penyaring buchner dan selanjutnya dikeringkan dalam

oven pada suhu 110-120 oC selama 6 jam. lapisan kedua yang merupakan illit dan kaolinit juga dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120 oC selama 6 jam. Setelah kering kedua lapisan di karakterisasi dengan Fourier Transform InfraRed (FTIR). Dilakukan langkah yang sama dengan variasi massa lempung 40, 60, 80 dan 100 gram dengan perbandingan lempung : akuades adalah 1:20.

Preparasi Magnetit (Fe₃O₄)-Lempung

Ke dalam labu leher tiga dimasukkan 1 mol FeSO₄.7H₂O, 2 mol FeCl₃.6H₂O dan 8 mol NaOH. Selanjutnya dimasukkan montmorilonit yang telah dikeringkan sebelumnya. Kemudian campuran mulai diaduk dan dipanaskan pada suhu 60 °C selama 3 jam dalam atmosfer nitrogen (N₂). Setelah itu campuran disaring dengan penyaring buchner dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110-120 °C selama 6 jam. Setelah kering campuran dikarakterisasi dengan Fourier Transform InfraRed (FTIR) dan Thermogravimetri Analyzer (TGA). Dilakukan langkah yang sama dengan menggantikan montmorilonit dengan illit dan kaolinit yang telah dikeringkan kemudian dilakukan variasi suhu atau temperatur reaksi antara 80, 100, 120 dan 140 °C.

Uji Kemagnetan Menggunakan Medan Magnet Luar

Uji kemagnetan dilakukan untuk mengetahui sifat magnetik dari padatan hasil sintesis. 10 gram serbuk padatan Fe₃O₄-montmorilonit hasil sintesis dimasukkan ke dalam gelas beker dan dilarutkan dalam 500 ml akuades, kemudian ditarik dengan medan magnet luar dari dinding wadah tersebut, diamati apakah serbuk tersebut dapat ditarik.

Hasil dan Pembahasan

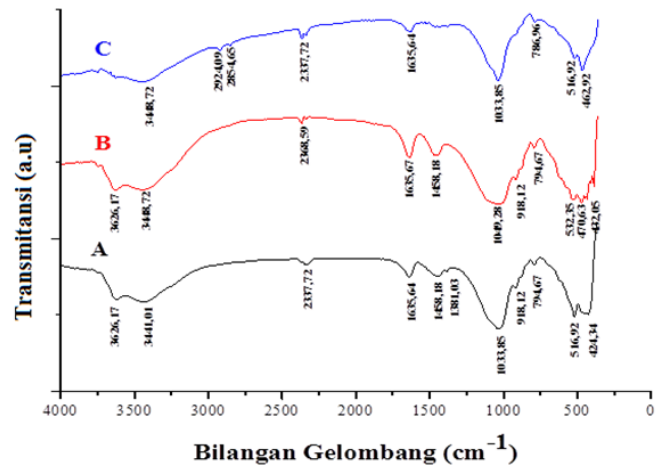
Preparasi Bentonit

Bentonit merupakan bahan baku yang digunakan pada penelitian ini. Bentonit yang digunakan adalah jenis Na-bentonit. Kandungan utama bentonit adalah mineral montmorilonit. Kandungan lain dalam bentonit merupakan pengotor dari beberapa jenis mineral seperti kuarsa, illit, kalsit, mika dan klorit. Oleh karena itu, untuk memperoleh montmorilonit dengan kadar yang lebih tinggi, perlu dilakukan pencucian terhadap bentonit tersebut. Metode yang digunakan dalam preparasi bentonit adalah metode pengendapan. Metode ini diharapkan dapat memisahkan mineral pengotor dari bentonit, sehingga nantinya bentonit yang dihasilkan setelah pencucian memiliki kandungan montmorilonit yang relatif lebih tinggi dibandingkan bentonit alam sebelum pencucian.

Bentonit disiapkan sebanyak 100 gram dan dilarutkan kedalam 2 L akuades, dengan perbandingan bentonit:akuades adalah 1:20. Pencucian dilakukan selama 6 jam agar dapat homogen. Setelah itu, didiamkan selama 24 jam untuk proses pemisahan, campuran membentuk dua lapisan dimana lapisan pertama disebut lapisan yang larut dalam air sedangkan lapisan kedua yang berupa endapan disebut lapisan tidak larut dalam air. Selanjutnya dikeringkan pada temperatur 110 oC selama 24 jam dengan tujuan untuk menghilangkan air. Untuk mengetahui kandungan yang terdapat dalam kedua lapisan, selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan Fourier Transfrom Infrared (FTIR) dan X-Ray Diffraction (XRD).

Hasil Karakterisasi Bentonit Sebelum dan Sesudah Pemurnian menggunakan FTIR

Karakterisasi bentonit alam sebelum dan bentonit setelah pemurnian (bentonit larut dalam air dan bentonit tak larut dalam air) menggunakan FTIR dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Hasil Karakterisasi IR untuk Bentonit Alam (A); Bentonit Larut Dalam Air (B) dan Bentonit Tak Larut Dalam Air (C)

Gambar 4.2 terlihat adanya puncak-puncak serapan yang khas, diantaranya adalah pada bilangan gelombang 3100-3700 cm⁻¹ dan 1600-1700 cm⁻¹. Pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang 3100-3700 cm⁻¹ tepatnya pada bilangan gelombang 3676,12 cm⁻¹ dan 3411,08 (spektrum A); 3626,12 cm⁻¹ dan 3448,72 cm⁻¹ (spektrum B) dan 3448,72 cm⁻¹ (spektrum C) menunjukkan serapan khas dari vibrasi ulur O-H dari ikatan Mg-O-Al dan Al-OH-Al. Vibrasi tekuk H-O-H karena adanya ikatan hidrogen yang berasal dari air yang berikatan dengan bentonit terdapat pada spektrum puncak 1635,64 yang muncul pada spektrum A, B dan C (Rosadalima, 2012).

Selanjutnya serapan pada bilangan gelombang 1033,85 cm⁻¹ (spektrum A dan C) dan 1049,28 cm⁻¹ (spektrum B) diakibatkan oleh vibrasi regang Si-O-Si yang teramati sebagai puncak serapan yang lebar dengan intensitas yang jelas, ini diperkuat dengan munculnya serapan di bilangan gelombang 424,34 cm⁻¹ dan 432,05 cm⁻¹. Pita serapan pada bilangan gelombang 918,28 cm⁻¹ pada spektrum A dan B menunjukkan adanya vibrasi OH dan AlOH pada lapisan oktahedral sesuai dengan penelitian Madevoja (2003). Serapan pada bilangan gelombang 532,35 cm⁻¹ adalah serapan karakteristik Si-O-Al, sedangkan pita pada bilangan gelombang 470,63 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk Si-O-Si.

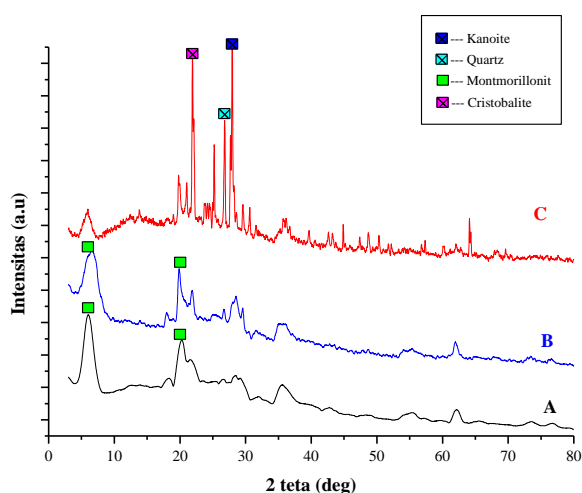
Dari gambar 4.2 terlihat bahwa tidak ada perubahan yang signifikan antara spektra bentonit sebelum pencucian dengan bentonit setelah pencucian (lapisan yang larut dalam air dan lapisan yang tidak larut dalam air). Kedua spektra memiliki puncak-puncak serapan yang hampir sama, hanya saja ada beberapa puncak serapan yang mengalami pergeseran bilangan gelombang yaitu dari bilangan gelombang 1381,03 cm⁻¹ (spektrum A) tidak muncul di spektrum B dan C; 1033,85 cm⁻¹

(spektrum A) menjadi 1049,28 cm⁻¹ (spektrum B) dan 1033,85 cm⁻¹ (spektrum C); 918,12 cm⁻¹ (spektrum A dan B) tidak muncul di spektrum C; 516,92 cm⁻¹ (spektrum A) menjadi 532,35 cm⁻¹ (spektrum B) dan 516,92 cm⁻¹ (spektrum C); dan 424,34 cm⁻¹ (spektrum A) menjadi 470,63 cm⁻¹ (spektrum B) dan 462,92 cm⁻¹ (spektrum C).

Pergeseran bilangan gelombang ke arah gelombang yang lebih besar menunjukkan adanya kenaikan energi vibrasi, ini mengidentifikasi bahwa bentonit setelah pencucian lebih murni dan lebih baik dibandingkan sebelum pencucian (Permanasari, 2010). Selain itu dapat pula disimpulkan bahwa pencucian bentonit dapat meningkatkan kandungan mineral yang dapat menyerap air. Mineral-mineral tersebut diidentifikasi lebih lanjut dengan menggunakan XRD.

Hasil Karakterisasi Bentonit Sebelum dan Sesudah Pemurnian Menggunakan XRD

Karakterisasi bentonit alam dan bentonit setelah pemurnian (bentonit larut dalam air dan bentonit tak larut dalam air) menggunakan XRD dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Hasil Karakterisasi Bentonit Alam Menggunakan XRD pada Bentonit Alam (A); Bentonit Larut Dalam Air atau Montmorilonit (B) dan Bentonit Larut Dalam Air (C)

Pola difraksi sinar-X dari Bentonit ditampilkan pada gambar 4.3. Refleksi Bentonit pada difraktogram A dan B menunjukkan ciri khas mineral lempung montmorilonit yaitu pada jarak d001 sekitar 12,0-15,0 Å. Refleksi yang melebar atau tidak ramping menunjukkan bahwa kristalisasi mineral lempung montmorilonit dalam bentonit alam kurang baik. Hal ini terjadi karena pengaruh heterogenasi dari kation-kation terhidrat yang terdapat pada antarlapis lempung montmorilonit, yakni Na⁺, Ca²⁺ dan K⁺ atau dapat dikatakan bahwa mineral lempung bentonit banyak campurannya. Menurut West (1992), refleksi intensitas difraksi sinar-X mengidentifikasi kesempurnaan kristal dan kerapatan susunan dalam kristal. Semakin ramping refleksi intensitas suatu

material maka kekerystalannya semakin baik dengan susunan atom semakin rapat (Serly, 2008).

Pada difraktogram A puncak montmorilonit muncul pada daerah 2θ: 6,08°; 20,22° dan 26,62° (d: 14,5 Å; 4,4 Å dan 3,34 Å). Sedangkan puncak difrak montmorilonit juga muncul pada difraktogram B. Puncak montmorilonit pada difraktogram B muncul pada daerah 2θ: 6,49°; 19,99° dan 26,69° (d: 13,6 Å; 4,44 Å dan 3,34 Å).

Pada difraktogram C puncak tertinggi dimiliki oleh difraksi kanoite. Puncak difraksi kanoite nampak pada daerah 2θ: 27,69°; 29,58° dan 30,62° (d: 3,21 Å; 3,02 Å dan 2,91 Å). Selain kanoite juga muncul puncak lain seperti puncak yang dimiliki oleh difraksi kuarsa. Puncak difraksi kuarsa muncul pada daerah 2θ: 26,78°; 20,80° dan 49,89° (d: 3,33 Å; 4,26 Å dan 1,82 Å). Puncak difraksi cristobalite juga muncul pada daerah 2θ: 21,89°; 35,90° dan 31,56° (d: 4,05 Å; 2,83 Å dan 2,49 Å).

Berdasarkan penjelasan diatas maka dapat disimpulkan bahwa bentonit setelah pencucian memiliki puncak montmorilonit dibandingkan sebelum pencucian, sehingga bentonit larut dalam air yang memiliki puncak montmorilonit paling banyak akan digunakan untuk penelitian selanjutnya.

Sintesis Komposit Fe₃O₄-Bentonit

Berdasarkan jenis bentonit yang digunakan ada tiga macam komposit yang akan dibuat, yaitu komposit magnetit-bentonit, komposit magnetit-montmorilonit dan komposit magnetit-kaulin. Magnet oksida besi dibuat dengan menggunakan prekursor FeCl₃-FeSO₄ dengan perbandingan mol 1:1. Bentonit merupakan salah satu material yang dapat digunakan untuk absorben logam perairan, namun bentonit memiliki sifat magnet yang lemah, sedangkan magnetit memiliki sifat magnet yang lebih besar namun magnetit memiliki sifat kelarutan yang lebih kecil. Oleh karena itu kedua material ini perlu dikompositkan untuk mendapatkan hasil yang maksimal (Fisli et al., 2007).

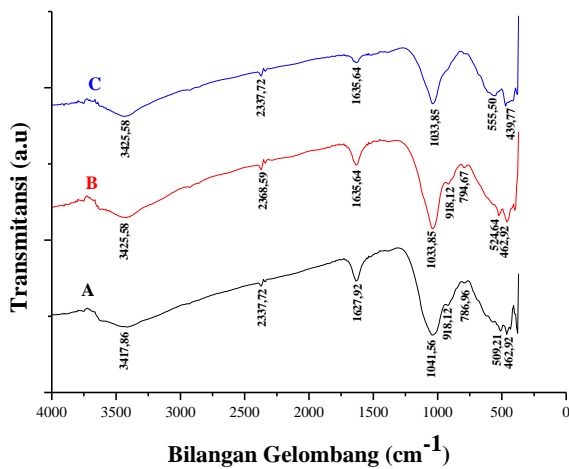
Hasil dari sintesis komposit Fe₃O₄-bentonit ini berupa padatan berwarna hitam kecoklatan. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR) yang berguna untuk mengetahui apakah telah terbentuk ikatan Si-O-Fe dan akan diperkuat dengan X-Ray Diffraction (XRD) yang dibandingkan dengan standar JCPDS. Pada sintesis komposit Fe₃O₄-bentonit ini dikaji pengaruh variasi jenis bentonit dan variasi berat montmorilonit terhadap karakteristik komposisi Fe₃O₄-bentonit hasil sintesis.

Variasi jenis bentonit dilakukan dengan menggunakan hasil preparasi bentonit yang sudah dilakukan yaitu, lapisan yang larut dalam air, lapisan yang tidak larut dalam air dan bentonit sebelum pencucian. Variasi ini dilakukan untuk mengetahui jenis bentonit mana menghasilkan hasil yang maksimal setelah disintesis dengan magnetit.

Hasil Karakterisasi Komposit Fe₃O₄-Bentonit Variasi Jenis Bentonit Menggunakan FTIR

Hasil karakterisasi komposit Fe₃O₄-bentonit variasi jenis bentonit menggunakan FTIR dapat dilihat pada gambar 4.4. Pada gambar terlihat pada spektrum A menunjukkan bahwa serapan khas gugus fungsi utama bentonit yaitu pada bilangan

gelombang 1041,56 cm⁻¹ yang merupakan daerah serapan gugus Si-O-Si. Berdasarkan spektrum B dan C terlihat pada bilangan gelombang 1033,85 cm⁻¹.



Gambar 3. Spektra IR Hasil Sintesis Fe₃O₄-Bentonit dengan Variasi Jenis Bentonit dimana Bentonit Murni (A); Bentonit Larut Dalam Air (B) dan Bentonit Tak Larut Dalam Air (C).

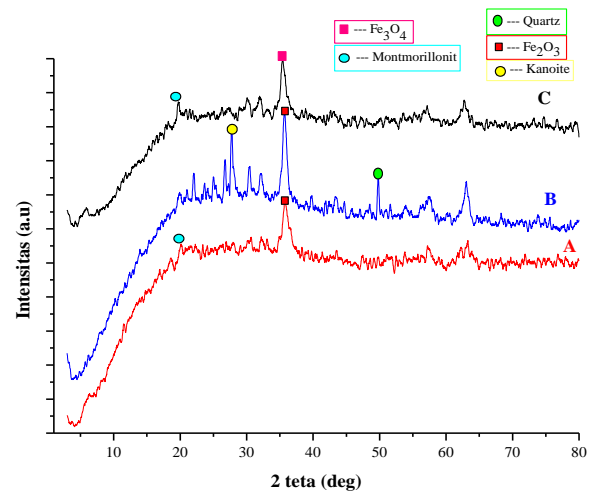
Pada bilangan gelombang 3417,86 cm⁻¹ pada spektrum A dan 3425,58 cm⁻¹ pada spektrum B dan C memperlihatkan daerah serapan untuk gugus O-H, hal ini dibuktikan dengan munculnya serapan dibilangan gelombang 1627,92 cm⁻¹ pada spektrum A; 1635,64 cm⁻¹ pada spektrum B dan C. Pada bilangan gelombang 918,12 cm⁻¹ dan 509,21 cm⁻¹ pada spektrum A memperlihatkan daerah serapan gugus Al-O dan Si-O. Berdasarkan spektrum B, serapan gugus Al-O dan Si-O juga muncul dibilangan gelombang 918,12 cm⁻¹ dan 524,64 cm⁻¹. Sedangkan pada spektrum C terlihat pada bilangan gelombang 555,50 cm⁻¹. Massa atom Al lebih besar dibandingkan massa atom Si, sehingga frekuensi vibrasi Al-O lebih besar dibandingkan frekuensi vibrasi Si-O (Serly, 2008).

Liese (1967) menyatakan bahwa analisis inframerah untuk magnetit biasanya dicirikan oleh pita serapan yang lebar dan menyebar di sekitar bilangan gelombang 590-579 cm⁻¹ dan daerah 400-340 cm⁻¹ yang diakibatkan adanya vibrasi Fe-O magnetit (Kagel, 1971). Menurut Petcharoen dan Sirivat (2012) vibrasi Fe-O pada magnetit ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 580 cm⁻¹. Pada spektrum A dan B serapan gugus Fe-O magnetit muncul pada bilangan gelombang 462,92 cm⁻¹, sedangkan pada spektrum C serapan gugus Fe-O magnetit tidak muncul, hal ini mengidentifikasi bahwa masih banyaknya pengotor yang terdapat dalam spektrum C sehingga menutupi serapan dari gugus Fe-O magnetit.

Hasil Karakterisasi Komposit Fe₃O₄-Bentonit Variasi Jenis Bentonit Menggunakan XRD

Pada difraktogram A puncak difraksi magnetit (Fe₃O₄) tidak terlihat, melainkan muncul puncak maghemit (Fe₂O₃). Puncak difraksi maghemit terlihat pada daerah 2θ: 35,82o dan 63,08o dan

30,38o (d: 2,51 Å; 1,47 Å dan 2,94 Å). Sedangkan untuk puncak difraksi bentonit montmorillonit muncul pada daerah 2θ: 19,58o; 6,12o dan 17,23o (d: 4,53 Å; 14,98 Å dan 4,97 Å). Pola difraksi sinar-X dari komposit Fe₃O₄-bentonit variasi jenis bentonit ditampilkan pada gambar 4



Gambar 4. Hasil Difraksi Sinar X Komposit Fe₃O₄-Bentonit dengan Variasi Jenis Bentonit dimana Bentonit Murni (A); Bentonit Tak Larut Dalam Air (B) dan Bentonit Larut Dalam Air (C)

Berdasarkan Gambar 4 Pada difratogram B juga tidak terlihat puncak difraksi dari magnetit, namun muncul puncak difraksi maghemit dengan puncak tertinggi nampak pada daerah 2θ: 35,69o; 62,96o dan 30,39o (d: 2,51 Å; 1,47 Å dan 2,94 Å). Selain puncak maghemit, difratogram B juga menunjukkan puncak difraksi kuarsa yang terlihat pada daerah 2θ: 49,76o; 26,72o dan 20,97o (d: 1,82 Å; 3,34 Å dan 4,25 Å). Selain itu juga muncul mineral lain berupa puncak difraksi kanoite dengan puncak tertinggi terlihat pada daerah 2θ: 27,72o; 29,74o dan 30,38o (d: 3,21 Å; 3,01 Å dan 2,91 Å).

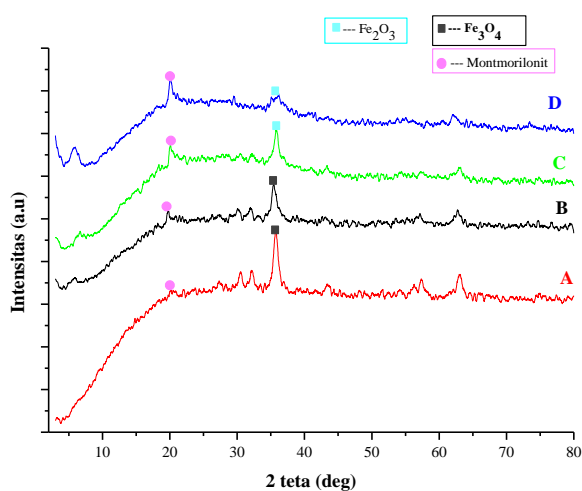
Sedangkan pada difraktogram C menunjukkan adanya puncak difraksi magnetit (Fe₃O₄) yang muncul pada daerah 2θ: 35,46o; 62,71o dan 30,11o (d: 2,53 Å; 1,48 Å dan 2,97 Å). Selanjutnya untuk puncak difraksi montmorillonit muncul pada daerah 2θ: 19,72o; 6,22o dan 5,08o (d: 4,49 Å; 1,50 Å dan 17,4 Å). Dari ketiga difratogram di atas terlihat bahwa difratogram C jauh lebih baik dibandingkan dua difratogram lainnya, hal ini terbukti dengan munculnya puncak difraksi magnetit (Fe₃O₄) dan juga montmorillonit yang diharapkan.

Sintesis Komposit Fe₃O₄-Montmorillonit dengan Variasi Gram Montmorillonit

Variasi gram montmorillonit dilakukan untuk mendapatkan hasil yang maksimal dari sintesis komposit Fe₃O₄-montmorillonit. Variasi gram yang dilakukan yaitu 1,5; 3; 4,5 dan 6,5 gram montmorillonit.

Hasil Karakterisasi Komposit Fe₃O₄-Montmorillonit Variasi Gram Montmorillonit Menggunakan XRD

Hasil karakterisasi komposit Fe₃O₄-montmorillonit variasi gram montmorillonit dengan menggunakan XRD dapat dilihat pada gambar 4.7. Pada gambar 4.7 menampilkan hasil difraktogram dari karakterisasi padatan komposit Fe₃O₄-Montmorillonit yang disintesis pada (A) 1,5 gram montmorillonit; (B) 3 gram montmorillonit; (C) 4,5 gram montmorillonit dan (D) 6,5 gram montmorillonit. Gambar 4 menunjukkan terjadinya pergeseran sudut 2θ ke kiri atau makin kecil adalah akibat terbentuknya magnetit pada antarlapis silika lempung, hal ini menunjukkan berhasilnya proses interkalasi. Komposit Fe₃O₄-montmorillonit menunjukkan refleksi yang melebar dan tajam, hal ini terjadi akibat delaminasi struktur lapisan silikat karena proses interkalasi kation kompleks logam besi (Serly, 2008).



Gambar 5. Hasil Hasil Difraksi Sinar X Komposit Fe₃O₄-Montmorillonit 1,5 gram (A); 3 gram (B); 4,5 gram (C) dan 6,5 gram (D)

Difraktogram A menunjukkan dominasi puncak difraksi magnetit (Fe₃O₄) lebih banyak muncul dibandingkan puncak difraksi montmorillonit. Puncak difraksi magnetit pada difraktogram A muncul pada daerah 2θ: 35,69o; 62,96o dan 29,98o (d: 2,53 Å; 1,48 Å dan 2,97 Å). Sedangkan difraktogram B menunjukkan puncak difraksi yang seimbang antara magnetit dengan montmorillonit. Puncak difraksi Fe₃O₄ muncul pada daerah 2θ: 35,46o; 62,71o dan 30,11o (d: 2,53 Å; 1,48 Å dan 2,97 Å). Selanjutnya untuk puncak difraksi montmorillonit muncul pada daerah 2θ: 19,72o; 62,20o dan 5,080o (d: 4,49 Å; 1,50 Å dan 17,4 Å).

Pada difraktogram C puncak magnetit (Fe₃O₄) tidak terlihat melainkan muncul puncak difraksi maghemit (Fe₂O₃), hal ini dikarenakan puncak magnetit tertutupi oleh puncak montmorillonit. Puncak tertinggi pada difraktogram C dimiliki oleh puncak maghemit (Fe₂O₃) yaitu pada daerah 2θ: 35,78o; 30,48o dan 62,13o (d: 2,51 Å; 2,94 Å dan 1,48 Å). Puncak montmorillonit terlihat pada daerah 2θ: 4,109o; 20,07o dan

28,35o (d: 21,5 Å; 4,43 Å dan 3,15 Å). Selain puncak difraksi maghemit (Fe₂O₃) dan montmorillonit, pada difraktogram C juga muncul puncak lain seperti puncak difraksi gibbsite yang muncul pada daerah 2θ: 18,28o; 20,48o dan 37,54o (d: 4,85 Å; 4,37 Å dan 2,39 Å).

Pada difraktogram D puncak tertinggi dimiliki oleh montmorillonit. Puncak difraksi montmorillonit muncul pada daerah 2θ: 20,00o; 5,84o dan 17,85o (d: 4,50 Å; 15,0 Å dan 5,01 Å). Puncak magnetit (Fe₃O₄) hampir tidak kelihatan, hal ini disebabkan terlalu banyaknya montmorillonit yang terdapat dalam difraktogram D yang dapat menutupi puncak dari magnetit. Dalam difraktogram D muncul juga puncak-puncak baru seperti hematit (Fe₂O₃) yang muncul pada daerah difraksi 2θ: 36,00o; 33,13o dan 54,58o (d: 2,52 Å; 2,70 Å dan 1,69 Å). Dari hasil keempat difraktogram di atas menunjukkan bahwa difraktogram B yang lebih memiliki hasil yang maksimal dibandingkan difraktogram lainnya. Hal ini terbukti dengan munculnya puncak-puncak utama seperti magnetit dan juga montmorillonit. Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa hasil sintesis dari difraktogram B memiliki jenis kristal Fe₃O₄-montmorillonit.

Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa perbedaan jenis lempung dan banyaknya gram montmorillonit pada saat sintesis dapat mempengaruhi hasil sintesis. Komposit hasil sintesis yang memiliki jenis kristal Fe₃O₄ paling banyak dan tidak terbentuk oksida besi maghemit (γ-Fe₂O₃) adalah komposit Fe₃O₄-montmorillonit dengan variasi montmorillonit sebanyak 3 gram.

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa Karakter terbaik dari Fe₃O₄ variasi jenis bentonit diperoleh pada komposit Fe₃O₄-montmorillonit dengan puncak Fe₃O₄ terbanyak. Karakter terbaik dari komposit Fe₃O₄-montmorillonit variasi gram montmorillonit diperoleh pada variasi 3 gram montmorillonit.

Daftar Pustaka

- Alemdar, A., Oztekin, N., B. Erim, F., I. Ece end Gungor, N. 2005. Effects of Polyathyleneimine Adsorption Rheology of Bentonite Suspensions. *Bull Mater, Sci.* No. 28. p. 287-291.
- Bruice, P. Y. 2001. *Organic Chemistry*. New Jersey: Prentice Hall International Inc.
- Chatwall, G. 1985. *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Himalaya Publishing House: Bombay
- Chirita, M and Grozescu. 2009. Fe₂O₃-Nanoparticle, Physical Properties and Their Photochemical and Photoelectrochemical Applications. *Chem. Bull.* 54. 68: 1-8.
- Costaa, A. C. F. M. 2003. Synthesis, Microstructure and Magnetic Properties Of Ni-Zn Ferrites. *Journal of Magenitism and Magnetic Materials* 256: 174-182.
- Dang, F., N. Enomoto., J. Hojo and K. Enpuku. 2010. Sonochemical Coating of Magnetite Nanoparticles with Silica. *Ultrasonic Sonochemistry*. 17: 193-199.
- Das Braja M. 1988. *Mekanika Tanah (Prinsip-Prinsip Rekayasa Geoteknis)* Jilid 1. Jakarta: Erlangga

- Day, Jr.R.A. dan Underwood, A.L. 1989. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga
- Evans, Michael. 2003. Environmental Magnetism. California, USA: Academic Press
- Fisli A., Hamsah D., Wardiyati dan Ridwan. 2007. Pengaruh suhu pembuatan nanokomposit oksida besi bentonit. *J Sains Mat Indones.* 2, 145-149.
- Goenadi, D.H., 1982, Dasar-Dasar Kimia Tanah. Diterjemahkan oleh Tan, K. H.
- Grant, N. M., dan Suryanayana, C. 1998. X-Ray Diffraction : A Partical Approach. New York: Plenum Press
- Hadi, A. P. 2009. Kajian transformasi antar fasa pada komposit Fe₃O₄/Fe₂O₃. Skripsi Jurusan Fisika FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh November: Surabaya
- Jusoh, A., Shiung. L.S., Ali N. 2007. Simulation Study of the removal efficiency of granular activated carbon on cadmium and lead. *Desalination.* 206: 9-16.
- Khopkar, S. M. 2007. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI Press
- Kornak R, D. Niznasky., K. Haimann., W. Tylus and K. Maruszewsky. 2005. Synthesis of Magnetic Nanoparticles via the Sol-Gel Technique. *Materials Science-Poland.* 23, 1, 87-92.
- Lelifajri. 2010. Adsorpsi Ion Logam Cu(II) Menggunakan Lignin dari Limbah Serbuk Kayu Gergaji. Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Syiah Kuala: Banda Aceh.
- Li, Zhen., Q. Sun., and M. Gao. 2005. Preparation of Water-Soluble Magnetite Nanocrystals from Hydrated Ferric Salt in 2-Pyrrolidone : Mechanism Leading to Fe₃O₄. *Angew. Chem. Int. Ed.* 44: 123-126.
- Permanasari, Anna., Siswaningsih, W., dan Irnawati Wulandari. 2010. Uji Kinerja Adsorben Kitosan-Bentonit terhadap Logam Berat dan Diazinon Secara Simultan. *Jurnal Program Studi Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UPI*
- Pertiwi, C. 2007. Sintesis Magnetit (Fe₃O₄) dengan Metode Kopresipitasi serta Aplikasinya untuk Adsorpsi Cd(II). Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta
- Pertiwi, D. 2007. Sintesis Magnetit dengan Metode Kopresipitasi serta Kajian Kelayakan Adsorbsinya terhadap Cr(III). Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta
- Riyanto, A. 1994. Bahan Galian Industri Bentonit. Direktorat Jendral Pertambangan Umum, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral: Bandung
- Safee, N. H. A. 2009. Synthesis and Characterization of Carbocymethyl Chitosan-Fe₃O₄ Nanoparticles. *Prosiding Seminar Kimia Bersama UKM-ITB VIII*, 9-11 Juni 2009. P: 474-479.
- Sastrohamidjojo, H. 2007. Spektroskopi Edisi Ketiga. Yogyakarta: Liberty
- Sekewael, Serly J. 2008. Karakterisasi Sifat Fisikokimia Komposit Besi Oksida-Montmorilonit Hasil Interkalasi Silikat Lempung Montmorilonit. *Indonesia Chemica Acta.* ISSN 2085-014X, Vol. 1. No. 1.
- Shao, D. et.,al. 2009. Effective Adsorption and Separation of Lysozyme with PAA-modified Fe₃O₄@Silica Core-Shell Microsphere. *Journal of Colloid and Interface Science.* 336: 526-532.
- Sholihah, Lia Kurnia. 2010. Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe₃O₄ yang Berasal Dari Pasir Besi dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich). Tesis Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam ITS. Surabaya.
- Sivaiah, M.V. et.,al. 2004. Ion Exchange Studies of Cerium(III) on Uranium antimonite. *J. Nucl. Radiochem. Sci.,* 5, 1, 7-10.
- Suharyana. 2012. Dasar-Dasar Dan Pemanfaatan Metode Difraksi Sinar-X. skripsi Universitas Sebelas Maret: Surakarta
- Taqiyah, R. 2012. Perbandingan Struktur Kristal dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) dan Barium Zirkonium Titanat (BZT) yang ditumbuhkan dengan Metode Sol-Gel. Skripsi, Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret: Surakarta
- Vlack, L. H. 2004. Elemen-elemen Ilmu dan Rekayasa Material. (diterjemahkan oleh: S. Djaprie) Jakarta: Erlangga
- Vogel, A. I. 1979. Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis. 5th ed. London: Longman. Inc.
- Widodo, Basuki. 2008. Analisa Sifat Mekanik Komposit Epoksi dengan Penguat Serat Pohon Aren (Ijuk) model Lamina Berorientasi Sudut Acak (Random). *Jurnal Teknologi TECHNOSCINTIA* , Vol. 1 No. 1.
- Widyawati, N. 2012. Analisa Pengaruh Heating Rate terhadap tingkat Kristal dan Ukuran Butir Lapisan BZT yang Ditumbuhkan dengan Metode Sol Gel. Universitas Sebelas Maret: Surakarta.
- Wijaya K., Eko S., Mudasir., Iqmal T dan Ika L. 2004. Synthesis of Iron Oxide-Montmorilonit Composite and Study of its Structural Stability Againts Sulfuric Acid. *Indo. J. Chem.,* 2004, 5. No. 1, Vol. 1.
- Wijaya K., Iqmal T dan Nanik H. 2005. Synthesis of Fe₂O₃-Montmorilonit and its Application as A Photocatalyst for Degradation of Congo Red Dye. *Indo. J. Chem.,* 2005, 5. No. 1, 41-47.
- Willard, H. 1988. Instrumental Methods of Analysis. Wadsworth Publishing company: California
- Yulia, Istinia., Karna K., Iqmal T dan Mudasir. 2003. Pilarisasi dan Karakterisasi Montmorilonit. *Jurnal SainsMateri Indonesia Indonesian Journal ofMaterials Science.* ISSN : 1411-1098, Vol. 4, No. 3, hal : 1 – 7.