

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL LEMPUNG MAGNETIK (MG/ALHYDROTALCITE- MAGNETIT)

Karmanto

Jurusan Pendidikan Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
karmanto@uin-suka.ac.id

Abstract

The study of onmagnetic clay's synthesis and characterization, Mg/Al hydrotalcite-magnetite, in precipitation method has been done. This study aims to determine the material magnetism and stability characteristics of Mg/Al hydrotalcite-magnetite to the changing in pH of medium. Synthesis of Mg/Al hydrotalcite - magnetite conducted in two phases namely the formation of magnetite phase and magnetic synthetic clay phase formation. At the stage of the magnetite phaseformation, magnetite with a molar ratio of Fe(III) : Fe(II) = 1:1 and 2:1 , synthesized by coprecipitation method using NaOH solution at pH13. Then part of the magnetite material obtained, were characterized using X - Ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared (FTIR). At the stage of the Mg/Al hydrotalcite - magnetite formation, magnetite respectively were synthesized with the molar ratio of Fe(III) : Fe (II) = 1:1 and 2:1, further be precipitated with a solution of magnesium nitrate and aluminum nitrate in molar ratio Mg:Al = 2:1. In this stage the pH of medium been maintained at range of 10-13, and then carried out the hydrothermal treatment at a temperature of 110 ° C for 5 hours. After the precipitate is separated by using a centrifuge, the feculence bedried and the material obtained were characterized using XRD and FTIR.

The results show synthesized magnetite with amolarratio of Fe(III): Fe(II) =1:1 had diffractogram, and IR spectra better than synthesized magnetite with the molar ratio of Fe(III): Fe(II) = 2 : 1. The same results were also obtained in the synthesis of Mg/Al hydrotalcite-magnetite, where the Mg/Al hydrotalcite-magnetite synthesized from magnetite with a molarratio of Fe(III): Fe(II) =1:1is betterthan theMg/Alhydrotalcite-magnetite synthesizedfrommagnetitewith amolarratio of Fe(III): Fe(II) =1:1. Magentism test for Mg/Alhydrotalcite-magnetite material shown that this material has capability for interacting with external magnetic field. Result of the Mg/Alhydrotalcite-magnetite's stability test at pH range 2-14, shown that the Mg/Alhydrotalcite-magnetite is relatively stable at pH above 4 and relatively lessstable at pH below 4.

Keyword: magnetite,Mg/Alhydrotalcite-magnetite

A. Pendahuluan
Air bersih di wilayah tanah bergambut

Indonesia merupakan negara dengan lahan gambut tropis terluas di dunia. Luas

lahan gambut tersebut diperkirakan mencapai 27 juta hektar yang tersebar di Kalimantan, Sumatera, dan Papua (Santosa dkk., 2002). Asam humat sebagai salah satu fraksi dari senyawa humat dalam tanah gambut merupakan bahan makromolekul polielektrolit yang memiliki gugus fungsional -COOH, -OH fenolat maupun -OH alkoholat. Salah satu karakteristik khas yang dimiliki oleh asam humat adalah kemampuannya untuk berinteraksi dengan ion logam, oksida, hidrokarbon, mineral, dan senyawa organik.

Dalam bidang lingkungan asam humat sering mendapatkan perhatian khusus dari para peneliti karena peranannya dalam mengakumulasi dan mempengaruhi transport berbagai spesies kimia di lingkungan perairan. Senyawa humat dengan kandungan berbagai macam gugus fungsional seperti -COOH, -OH fenolat maupun -OH alkoholat merupakan senyawa yang sangat penting dan bermanfaat untuk keperluan adsorpsi logam-logam pencemar maupun herbisida dari sistem perairan. Namun demikian, keberadaan asam humat dalam sistem perairan menyebabkan penurunan kualitas air. Hal ini terkait dengan sifat senyawa asam humat yang dapat menyebabkan warna dan rasa yang tidak enak dalam air minum serta kemungkinan akumulasi logam-logam berat berbahaya, pestisida, maupun herbisida yang ada dalam lingkungan perairan pada struktur senyawa asam humat.

Reaksi antara asam humat dengan klorin dalam pengolahan air minum dapat membentuk suatu senyawa organik terklorinasi, yang beberapa di antaranya merupakan senyawa bersifat karsinogenik bagi manusia (Grabowska dkk., 2004). Di samping itu, asam humat juga merupakan media yang baik sebagai penyedia makanan untuk pertumbuhan bakteri. Oleh karenanya, usaha meminimalkan

keberadaan asam humat dalam air minum maupun proses pengolahan air bersih lainnya merupakan langkah yang sangat penting untuk dilakukan.

Sintesis material cerdas & pengolahan air bersih

Untuk keperluan pemisahan asam humat dari sistem perairan, banyak metode yang dapat digunakan seperti pengendapan secara kimia, adsorpsi dengan karbon aktif, pertukaran ion dengan menggunakan resin dan sebagainya. Di samping itu, lempung sintetis, *Mg/Al hydrotalcite*, sebagai senyawa penukar ion dengan anion-anion pada daerah antar lapis yang dapat dipertukarkan juga merupakan adsorben asam humat yang baik. Hampir 80% larutan asam humat dengan konsentrasi 150 mg/L dapat teradsorb pada material lempung sintetis *Mg/Al-hydrotalcite* (Karmanto, 2006). Oleh karenanya lempung sintetis *Mg/Al-hydrotalcite* sangat potensial untuk digunakan pada pemisahan asam humat dari perairan.

Hydrotalcite

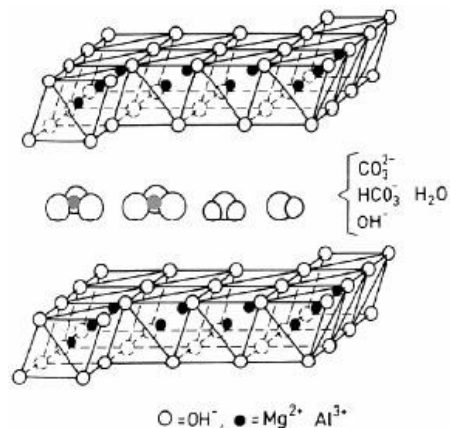
Hydrotalcite merupakan suatu lempung anionik yang dapat terbentuk secara alami. *Hydrotalcite* pertama kali ditemukan di Swedia sekitar tahun 1842 dan secara umum dirumuskan sebagai $[M_{1-x}^{II}M_x^{III}(OH)_2]^{x+}[A_{x/m}^{m-}.nH_2O]^{x-}$, dengan M^{II} berupa kation divalen seperti Mg^{2+} dan Zn^{2+} , M^{III} berupa kation trivalen seperti Al^{3+} dan Fe^{3+} , sedangkan A^{m-} berupa anion organik maupun anorganik yang mengisi ruang antar lapis (Bejoy dkk., 2001).

Dari struktur dua dimensinya, *hydrotalcite* terbentuk karena adanya penyusunan lembaran bidang lapis $[M_{1-x}^{II}M_x^{III}(OH)_2]^{x+}$. Susunan beberapa

bidang lapis ini dipisahkan oleh anion-anion $[A_{x/m}^{m-}.nH_2O]^{x-}$ yang dapat dipertukarkan. Struktur lembaran bidang lapis $[M_{1-x}^{II}M_x^{III}(OH)_2]^{x+}$ didasarkan pada struktur bidang lapis M(II) hidroksida di mana ion-ion M^{II} tersusun pada bidang lapisnya. Bidang lapis ini terbentuk karena adanya pembagian sama rata tepi-tepi $M(OH)_6$ (Xianmei dkk., 2003).

Lembaran oktahedral ini terdiri dari enam buah atom oksigen pada keenam sudutnya dan sebuah atom M^{II} di bagian tengah. Lembaran ini dapat dikembangkan oleh jalinan dua buah atom oksigen dalam setiap oktahedral dengan unit oktahedral terdekat (Xianmei dkk., 2003). Struktur sel satuan *hydrotalcite* dengan lembar oktahedral.

Menurut Schulze (2001), struktur *hydrotalcite* dapat diturunkan dari *brucite*, $Mg(OH)_2$, yang mana struktur tersebut memperlihatkan lapisan-lapisan oktahedral dengan pembagian tepi hidroksida yang terpusat pada magnesium menurut $Mg(OH)_6/3$ (**Gambar A. 1**). Penggantian *isomorphus* ion Mg^{2+} oleh Al^{3+} mengakibatkan lapisan bermuatan positif. Muatan positif ini diimbangi oleh interkalasi anion dan air pada ruang antar lapis (*interlayer*). Molekul-molekul air ini berperan di dalam ikatan hidrogen pada lapisan-lapisan hidroksida (Trifiro, 1996).



Gambar A.1 Struktur *hydrotalcite* (Schulze, 2001)

Hydrotalcite telah lama diketahui dan dipelajari oleh para peneliti. Keunikan struktur dan sifatnya telah menarik minat para peneliti untuk mengkaji lebih jauh potensi material yang dimiliki oleh senyawa ini. Sejauh ini *hydrotalcite* telah banyak digunakan sebagai penukar ion, penyaring molekul, *stabilizer* untuk polimer, zat aditif untuk karet, proses pengolahan air limbah, katalis heterogen dan sebagainya. Schulze (2001) menggunakan *Ni/Mg/Al hydrotalcite* sebagai katalis dalam oksidasi parsial propana. Cornejo dkk., (2004) memanfaatkan *hydrotalcite* untuk mengadsorpsi herbisida dalam air seperti dodesilbenzil sulfonat (DBS), 2,4,6-trinitrofenol (TNP) dan 2,4,6-triklorofenol (TCP). Dalam bidang farmasi *hydrotalcite* dimanfaatkan sebagai obat mag untuk mengatasi kelebihan asam lambung. Saat ini *Mg/Al hydrotalcite* banyak dikaji terkait potensi pemanfaatannya untuk keperluan pemisahan asam humat dalam perairan.

Magnetit (Fe_3O_4)

Magnetit (Fe_3O_4) merupakan salah satu bijih besi yang dikenal di samping Hematit (Fe_2O_3), Limonit ($FeO(OH)$) dan Siderit ($FeCO_3$). Kegunaan magnetit cukup banyak, diantaranya sebagai pelindung

korosi lanjut pada pembuatan baja dan sangat potensial untuk dijadikan adsorben logam-logam berat.

Vaclavikova *et al.* (2003) telah melakukan sintesis magnetit melalui pengendapan serempak (*co-precipitation*) dari Fe(III) dan Fe(II) oleh penambahan NH_4OH . Magnetit hasil sintesis tersebut digunakan untuk adsorpsi Pb(II) dan Cu(II) pada pH 4,5 sedangkan adsorpsi Cd(II) dilakukan pada pH 6,0. Hasil penelitian menunjukkan dalam rentang konsentrasi ion yang diadsorb, yaitu 20-400 mg/L, magnetit mampu mengadsorb lebih dari 54 mg Pb/g magnetit, 15 mg Cu/g magnetit, dan 65 mg Cd/g magnetit.

Material komposit hidrotalcite-magnetit

Kelemahan *Mg/Al-hydrotalcite*, untuk pemisahan asam humat, adalah karakteristiknya yang akan membentuk koloid dalam air. Dalam pengolahan air bersih, pembentukan koloid menjadi kendala tersendiri karena proses pengendapan gravitasional memerlukan waktu yang lama. Di sisi lain kita mengenal magnetit sebagai senyawa oksida besi yang memiliki sifat kemagnetan yang sangat kuat diantara bentuk-bentuk senyawa oksida besi yang ada.

Ide untuk memadukan material lempung sintetis *Mg/Al-hydrotalcite* yang memiliki kemampuan adsorben asam humat yang baik, dengan material magnetit yang memiliki sifat kemagnetan yang kuat, merupakan tujuan sintesis material komposit pada penelitian ini. Material komposit yang diharapkan dari perpaduan dua material yang berbeda tersebut diharapkan memiliki kemampuan adsorpsi yang baik dan dapat berinteraksi dengan medan magnet luar dan stabil. Kemampuan interaksi material komposit dengan medan magnet luar diperlukan untuk mempercepat

pengendapan, sehingga pemisahan koloid dapat dilakukan dengan lebih mudah dan cepat. Mengingat begitu besar potensi material komposit *Mg/Al-hydrotalcite-magnetit* bagi pemisahan asam humat dalam perairan, menjadikan penelitian tentang sintesis dan karakterisasi material komposit lempung-magnetik (*Mg/Al-hydrotalcite-magnetit*) menjadi penting untuk dilakukan guna mengetahui karakter material dan kestabilannya terhadap perubahan pH larutan.

B. Metode Penelitian

Sintesis & karakterisasi magnetit (Fe_3O_4)

Garam feri klorida ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dan fero sulfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dengan perbandingan molar Fe(III) : Fe(II) = 1:1 dan 2:1, masing-masing dilarutkan dalam 50 mL aquabides. Kemudian masing-masing larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu leher tiga 500 mL. Selanjutnya dilakukan pemanasan pada temperatur konstan 80°C . Ke dalam labu leher tiga tersebut ditambahkan 3,23 gram KNO_3 . Selama proses pemanasan, larutan NaOH 0,5 M yang dilarutkan dalam 100 mL akuabides secara bertetes-tetes melalui corong pisah yang dipasang di atasnya. Proses pemanasan pada temperatur konstan 80°C dan pengadukan selama 60 menit menggunakan pengaduk magnetik terus dilakukan hingga terbentuk suspensi. Selanjutnya suspensi yang terbentuk distabilkan dengan cara pendinginan 15 menit pada temperatur kamar tanpa pengadukan. Suspensi magnetit yang terbentuk dipisahkan dari larutan dengan cara *disentrifuge*, dan kemudian dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada temperatur 60°C . Padatan yang diperoleh selanjutnya dihaluskan dan diayak 270 mesh, dan dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) dan spektrofotometer inframerah (FTIR).

Sintesis Mg/Al Hydrotalcite - magnetit

Material lempung magnetik *Mg/Al hydrotalcite*-magnetit disintesis menggunakan metode presipitasi. Sintesis dimulai dengan membuat dua larutan suspensi magnetit (Fe_3O_4) masing-masing dengan perbandingan molar $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ 1:1, dan 2:1 sebagaimana prosedur sintesis magnetit di atas dengan pengecualian prosedur pemisahan dengan sentrifugasi dan pengeringan. Ke dalam dua larutan suspensi magnetit tersebut, masing-masing ditambahkan tetes demi tetes 40 mL larutan campuran $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (perbandingan molar $\text{Mg}:\text{Al} = 2:1$). Selama sintesis dilakukan suhu dipertahankan pada temperatur 60°C dan pH dijaga pada pH 12 dengan penambahan NaOH tetes demi tetes. Larutan suspensi yang terbentuk selanjutnya dipanaskan dengan perlakuan hidrotermal pada temperatur 110°C selama 5 jam. Padatan yang terbentuk dicuci dengan akuabides dan dipisahkan dengan *sentrifuge* hingga pH filtrat netral, padatan kering yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C , kemudian dihaluskan dan diayak dengan ayakan 270 mesh, untuk kemudian dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) dan spektrofotometer inframerah (FTIR).

Uji kemagnetan Mg/Al hydrotalcite-magnetit menggunakan medan magnet luar

Beberapa gram serbuk *Mg/Al-hidrotalcite-magnetit* hasil sintesis dimasukkan kedalam suatu wadah. Batang magnet sebagai sumber medan magnet luar diletakkan dekat wadah. Selanjutnya diamati bagaimana interaksi material *Mg/Al-hidrotalcite-magnetit* terhadap medan magnet luar yang diberikan.

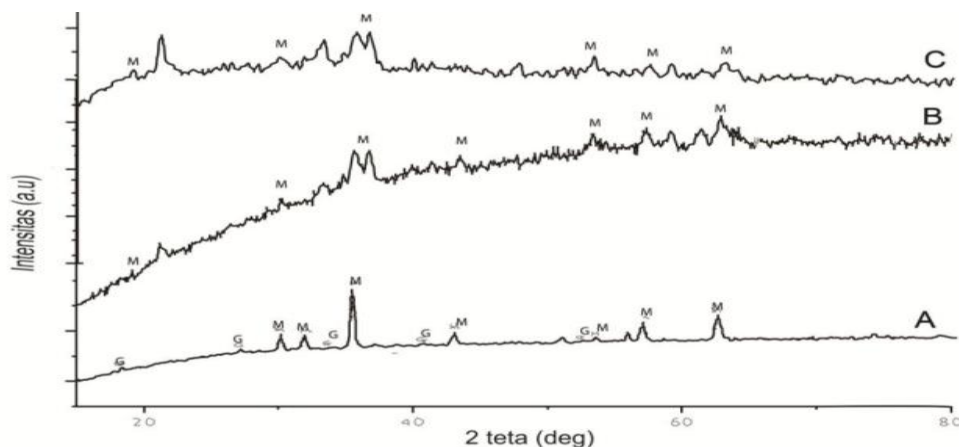
Uji kestabilan Mg/Al hydrotalcite-magnetit terhadap pH medium

Dibuat sederet pelarut air akuabides 50 ml dengan variasi pH 2, 4, 6, 8, 10, 12, dan 14. Pada masing-masing pelarut tersebut ditambahkan 0,1 gram *Mg/Al Hydrotalcite-magnetit* untuk kemudian di aduk selama 210 menit dalam *shaker bath*. Selanjutnya endapan yang ada dipisahkan dari larutan dengan cara di *sentrifuge* dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C . Endapan yang telah kering ditimbang kembali dan dibuat grafik pH lawan persen berat *Mg/Al Hydrotalcite-magnetit* yang tersisa.

C. Hasil & Pembahasan

Sintesis & karakterisasi magnetit

Sintesis dan karakterisasi magnetit, dilakukan guna mengkaji karakteristik material magnetit yang disintesis pada berbagai variasi perbandingan molar $\text{Fe}(\text{III})$ dan $\text{Fe}(\text{II})$. Berdasarkan hasil analisis XRD dan spektroskopi inframerah didapat data profil magnetit sebagaimana ditunjukkan pada Gambar C.1 dan Gambar C.2.



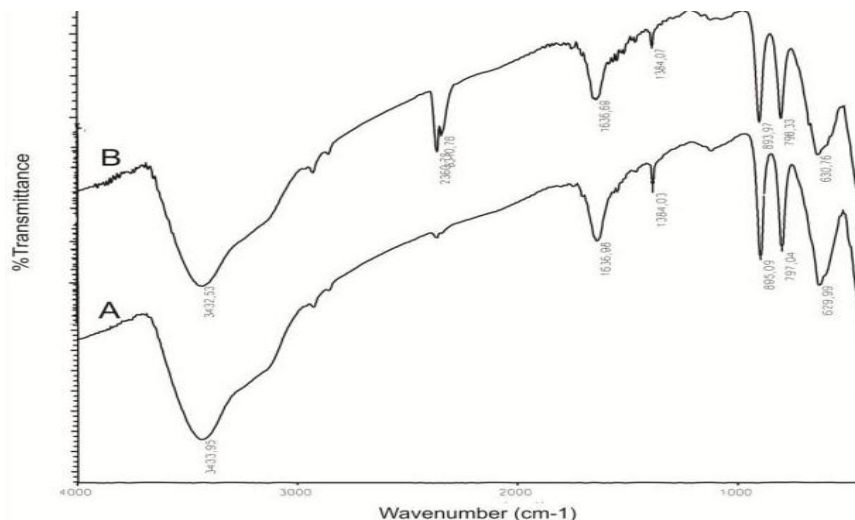
Gambar C.1. Profil difraktogram karakterisasi padatan magnetite, gambar A, Magnetit yang disintesis oleh Sutardi (2004), gambar B, magnetit yang disintesis dengan perbandingan molar Fe(III) : Fe(II) = 1:1 dan gambar C, magnetit yang disintesis dengan perbandingan molar Fe(III) : Fe(II) = 2:1

Interpretasi difraktogram dalam analisis material magnetit pada penelitian ini difokuskan pada pengamatan puncak-puncak difraktogram yang muncul pada rentang sudut difraksi 15° - 80° , dimana magnetit umumnya menghasilkan puncak difraktogram karakteristik pada daerah tersebut. Berdasarkan data difraktogram Gambar C.1 terlihat bahwa pada padatan sampel magnetit yang disintesis dengan perbandingan molar Fe(III):Fe(II) = 1:1, puncak-puncak difraktogram yang mengindikasikan karakter magnetit, muncul pada sudut difraksi $19,15^{\circ}$; $30,27^{\circ}$; $35,66^{\circ}$; $43,53^{\circ}$; $53,28^{\circ}$; $57,13^{\circ}$; $62,95^{\circ}$; $70,48^{\circ}$ dan $73,21^{\circ}$, sedangkan padatan hasil sintesis dengan perbandingan molar Fe(III):Fe(II) = 2:1, puncak-puncak difraktogram karakter magnetit muncul pada sudut difraksi $19,14^{\circ}$; $30,06^{\circ}$; $35,70^{\circ}$; $42,92^{\circ}$; $53,26^{\circ}$; $57,26^{\circ}$; $62,98^{\circ}$; $71,25^{\circ}$, dan $73,40^{\circ}$.

Di samping fasa magnetit, material hasil sintesis sebagaimana ditunjukkan data difraktogram pada Gambar C.1 di atas, ternyata juga mengandung fasa besi oksida yang lain. Hal ini tampak dari beberapa puncak difraktogram yang muncul pada sudut difraksi tertentu

yang bukan puncak karakteristik magnetit. Pada material hasil sintesis dengan perbandingan rasio molar Fe(III) : Fe(II) = 1:1 misalnya, terdapat puncak-puncak difraktogram yang mirip dengan karakter goethit dengan intensitas puncak yang relatif rendah pada sudut difraksi $21,21^{\circ}$; $59,44^{\circ}$, dan $61,41^{\circ}$. Karakter goethit juga terlihat pada difraktogram material hasil yang disintesis pada perbandingan rasio molar Fe(III) : Fe(II) = 2:1, yang muncul pada sudut difraksi $21,24^{\circ}$ dengan intensitas puncak yang relatif tinggi, dan pada sudut difraksi $47,72^{\circ}$; $59,06^{\circ}$, dan $61,23^{\circ}$ dengan intensitas puncak yang relatif rendah. Hal ini mengindikasikan bahwa magnetit yang disintesis pada perbandingan molar Fe(III) : Fe(II) = 2:1 mengandung goethit lebih banyak dari pada material magnetit yang disintesis pada perbandingan rasio molar 1:1. Keberadaan fasa goethit diperkuat dengan munculnya pita serapan pada bilangan gelombang $797,04\text{cm}^{-1}$ dan $895,09\text{cm}^{-1}$ (spektrum A) serta $796,33\text{cm}^{-1}$ dan $893,97\text{cm}^{-1}$ (spektrum B), pada data spektra inframerah hasil karakterisasi

material dengan menggunakan (Gambar C.2).
spektrofotometer FTIR Shimadzu (Gambar

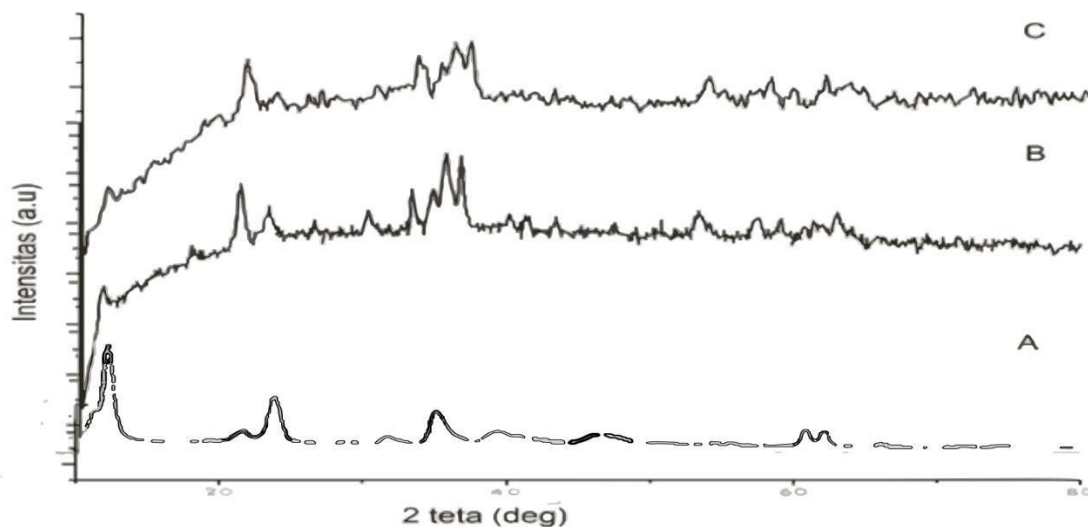


Gambar C.2. Spektra IR padatan hasil sintesis Fe_3O_4 dengan perbandingan molar $\text{Fe(III):Fe(II)} = 1:1$ (spektrum A), dan padatan sampel yang disintesis dengan perbandingan molar $\text{Fe(III):Fe(II)} = 2:1$ (spektrum B)

Menurut Diaz dkk., (2003) magnetit memberikan serapan tajam yang karakteristik pada bilangan gelombang 450cm^{-1} yang merupakan bagian dari serapan vibrasi rentang Fe-O magnetit. Wang dkk.,(2008), melaporkan vibrasi Fe-O magnetit muncul pada bilangan gelombang sekitar 417cm^{-1} . Berdasarkan pada Gambar C.2 di atas terlihat bahwa pada serapan tajam terjadi pada bilangan gelombang $403,26\text{ cm}^{-1}$ (spektrum A) dan pada bilangan gelombang sekitar 401 cm^{-1} (spektrum B), yang menunjukkan vibrasi Fe-O pada magnetit.

Sintesis & karakterisasi Mg/Al hidrotalsit-magnetit

Sintesis material *Mg/Alhidrotalsit-magnetit* dilakukan guna mengkaji karakteristik material komposit lempung magnetik. Material komposit hasil sintesis dikaji melalui puncak-puncak difraktogram sinar-X untuk mengidentifikasi pembentukan *Mg/Al hidrotalsite-magnetit* pada padatan sampel yang disintesis dari Mg^{2+} dan Al^{3+} (perbandingan rasio molar dari $[\text{Mg}^{2+}]/[\text{Al}^{3+}] = 2:1$), dengan variasi $[\text{Fe}^{3+}]:[\text{Fe}^{2+}]$ masing-masing 1:1 dan 2:1 (Gambar C.3).



Gambar C.3 Profildifraktogram karakterisasi padatan *Mg/Al hydrotalcite-magnetit*, gambar (A), *Mg/Al hydrotalcite* yang disintesis oleh Karmanto (2006), gambar (B) padatan *Mg/Al hydrotalcite-magnetit* yang disintesis dengan perbandingan molar $[Fe^{3+}]/[Fe^{2+}]$ 1:1 dan gambar (C) padatan sampel *Mg/Al hydrotalcite-magnetit* yang disintesis dengan perbandingan molar $[Fe^{3+}]/[Fe^{2+}]$ 2:1

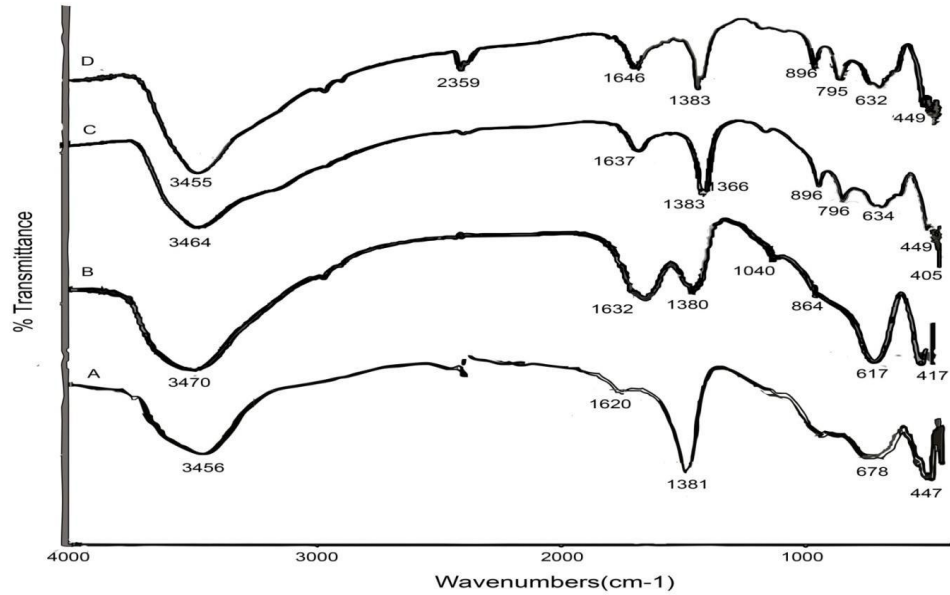
Berdasarkan difraktogram di atas terlihat bahwa puncak-puncak difraktogram karakter *Mg/Al hidrotalsit* juga dimiliki oleh material hasil sintesis yang muncul pada 2θ : $11,54^\circ$; $23,26^\circ$; $34,72^\circ$; $35,67^\circ$; $40,03^\circ$; $47,38^\circ$; $53,28^\circ$; $57,56^\circ$; $60,81^\circ$; $61,32^\circ$ dan $63,04^\circ$ untuk difraktogram B dan pada daerah 2θ : $11,78^\circ$; $23,38^\circ$; $34,92^\circ$; $35,86^\circ$; $40,35^\circ$; $46,66^\circ$; $53,44^\circ$; $57,76^\circ$; $60,95^\circ$; $61,54^\circ$ dan $63,22^\circ$ untuk padatan difraktogram C. Hal ini mengindikasikan adanya karakter lempung *Mg/Al hidrotalsit* pada material yang disintesis. Puncak-puncak difraktogram pada daerah 2θ : $19,15^\circ$; $30,27^\circ$; $35,66^\circ$; $43,53^\circ$; $53,28^\circ$; $57,39^\circ$; $62,95^\circ$; $70,48^\circ$; $73,22^\circ$ (gambar B) dan pada daerah 2θ : $19,14^\circ$; $30,06^\circ$; $35,70^\circ$; $42,92^\circ$; $53,26^\circ$; $57,42^\circ$; $63,22^\circ$; $71,69^\circ$; dan $74,65^\circ$ (gambar C), merupakan ciri difraksi dari bidang kristal Fe_3O_4 . Dalam difraktogram di atas (gambar B dan gambar C) masih terdapat beberapa puncak yang muncul pada sudut difraksi tertentu dan bukan merupakan karakter

Mg/Al hydrotalcite-magnetit seperti sudut 2θ : $21,21^\circ$; $21,24^\circ$ (difraktogram A; B) yang mengindikasikan adanya goethite. Berdasarkan interpretasi kedua difraktogram hasil sintesis dapat dinyatakan bahwa kedua padatan yang diperoleh mempunyai jenis kristal *Mg/Al hidrotalcite* dan magnetit, dengan kandungan minor goethite.

Keberadaan impuritas goethite pada material *Mg/Al hidrotalsit-magnetit* hasil sintesis diperkuat dengan adanya serapan pada daerah bilangan gelombang $896,17\text{ cm}^{-1}$ dan $796,19\text{ cm}^{-1}$ (spektrum C) dan daerah bilangan gelombang $896,01\text{ cm}^{-1}$ dan $795,98\text{ cm}^{-1}$ (spektrum D) pada analisis spektra inframerah dari material komposit *Mg/Al hidrotalsit-magnetit* sebagaimana ditunjukkan Gambar C.4. Pada spektrum C terlihat serapan tajam yang menunjukkan vibrasi Fe-O magnetit pada bilangan gelombang $405,57\text{ cm}^{-1}$ sementara spektrum D tidak terlihat secara jelas, namun demikian

vibrasi Fe-O magnetit diperkirakan akan terlihat pada bilangan gelombang 350-400 cm^{-1} . Pada spektrum C terlihat serapan pada bilangan gelombang 449,15

cm^{-1} dengan intensitas yang lebih tinggi dari pada spektrum D pada bilangan gelombang 449,26 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Mg-O-Al.



Gambar C.4. Profil spektra inframerah padatan hasil sintesis *Mg/Alhydrotalcite*- magnetit, gambar (A) *Mg/Al hydrotalcite* yang disintesis dengan perbandingan molar $[\text{Mg}^{2+}]/[\text{Al}^{3+}]$ 2:1 oleh Nurrahmawati (2010), gambar (B) padatan *Magnetic Co-AlHydrotalcite* yang disintesis oleh Wang *atal.*, (2008) (C) padatan *Mg/Alhydrotalcite*-magnetit yang disintesis dengan perbandingan molar $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ 1:1 dan gambar (D) padatan *Mg/Al hydrotalcite*-magnetit yang disintesis dengan perbandingan molar $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ 2:1

Uji kemagnetan menggunakan medan magnet luar



(a)



(b)

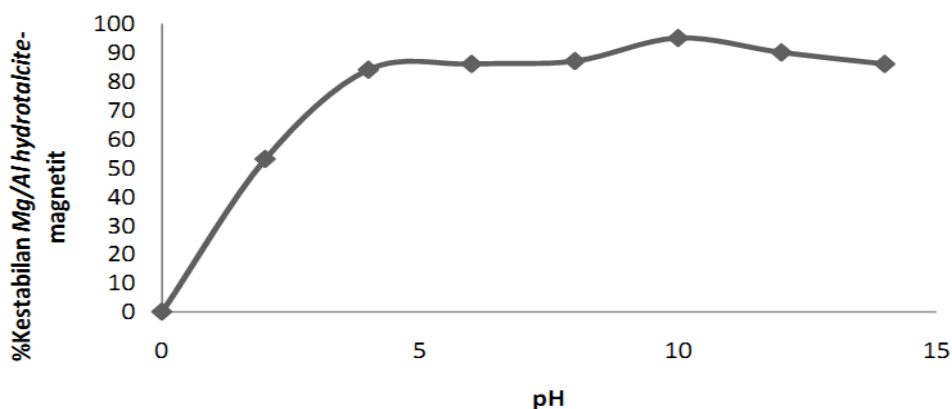
Gambar C.5. Padatan *Mg/Alhydrotalcite*-magnetit hasil sintesis saat didekatkan dengan medan magnet luar, gambar (a) *Mg/Alhydrotalcite*- magnetit $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ 1:1, dan gambar (b) *Mg/Alhydrotalcite*-magnetit $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ 2:1

Salah satu sifat material komposit yang akan dikaji pada penelitian ini adalah sifat kemagnetan bahan. Untuk mengkaji hal ini dilakukan serangkaian pengujian dengan menggunakan sumber medan magnet luar. Dua material padatan hasil sintesis dimasukkan dalam suatu wadah plastik kemudian diberi medan magnet dari luar dinding wadah tersebut, dan diamati apakah serbuk padatan tersebut dapat berinteraksi dengan medan magnet yang diberikan. Saat medan magnet luar yang telah diketahui mempunyai sifat kemagnetan didekatkan pada dinding wadah yang berisi padatan hasil sintesis tersebut, kedua material padatan hasil sintesis yaitu *Mg/Alhydrotalcite-magnetit* dengan perbandingan $[Fe^{3+}] : [Fe^{2+}] = 1:1$ dan *Mg/Alhydrotalcite magnetit* $[Fe^{3+}]:[Fe^{2+}]=2:1$ yang mula-mula diam di dasar akan mengikuti gerakan magnet. Padatan hasil sintesis tidak hanya

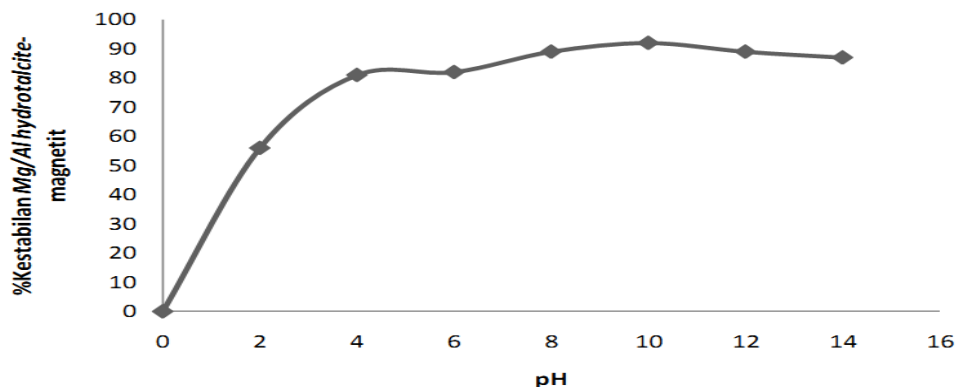
sebagian tertarik oleh medan magnet dari luar tetapi hampir seluruh padatan hasil sintesis yang ada dalam wadah ikut tertarik juga (Gambar C.5). Hal ini mengindikasikan bahwa material komposit yang disintesis dengan perbandingan $Fe^{3+} : [Fe^{2+}] = 1:1$ dan $2:1$ memiliki sifat dapat berinteraksi dengan medan magnet luar.

Uji Kestabilan material terhadap pH medium

Uji kestabilan dilakukan guna mengetahui pengaruh perubahan pH medium terhadap kestabilan *Mg/Alhydrotalcite-magnetit* hasil sintesis. Berdasarkan grafik uji kestabilan *Mg/Alhydrotalcite-magnetit* terhadap pH medium, Gambar C.6 dan Gambar C.7 terlihat bahwa pada pH di atas tiga, kedua padatan hasil sintesis *Mg/Alhydrotalcite* relatif stabil.



Gambar C.6 Grafik kestabilan *Mg/Alhydrotalcite-magnetit* $[Fe^{3+}]/[Fe^{2+}] = 1:1$ terhadap pH medium



Gambar 4.6. Grafik kestabilan *Mg/Alhydrotalcite*-magnetit $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] = 2:1$ terhadap pH medium

D. Kesimpulan

Berdasarkan atas hasil penelitian dan pembahasan yang dilakukan, disimpulkan bahwa :

1. *Mg/Al* hidrotalsit-magnetit yang disintesis pada perbandingan molar $\text{Fe(III)} : \text{Fe(II)} = 1:1$ memiliki difraktogram, dan spektra IR yang lebih baik dibandingkan material *Mg/Al* hidrotalsit-magnetit yang disintesis dengan perbandingan molar $\text{Fe(III)} : \text{Fe(II)} = 2:1$.
2. Penambahan gugus magnetit berpengaruh terhadap sifat kemagnetan lempung *Mg/Al hydrotalcite*.
3. Material padatan *Mg/Al hydrotalcite-magnetite* relatif stabil pada pH medium di atas empat, dan kurang stabil pada pH dibawah empat.

Daftar Pustaka

- [1] El-kharrag, Rkia., et al. 2011. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *JCeramint*. 2011.01.052
- [2] Fajaroh, F., Setyawan, H., Winardi, S., Widiyastuti (2009). Sintesis Nano partikel Magnetite dengan Metode Elektrokimia Sederhana. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Edisi Khusus. 2009.
- [3] Fonin, M., Pentcheva, R., Dedkov, Yu. S., Sperlich, M., Vyalikh, D. V., Csheffler, M., Rudiger, U., and Guntherodt. 2005. Surface Electronic Structure of the Fe_3O_4 (100): Evidence a half-metal to metal transition. *J.Phys. Rev.*,72.104436.
- [4] Gustanti,Isni. (2007). Sintesis Magnetit (Fe_3O_4) dengan Metode Hidrolisis Oksidatif dan Kajian Kinetika Adsorsinya terhadap Zn (II). Skripsi. FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [5] Hayes M.B., dan F.L. Himes. 1986. Nature and Humus Mineral Complexes, In: Interaction of Soil Mineral With Natural Organics and Microbes (P.M. Huang dan M. Schintzer, eds). *Soil.Sci.Soc. WI*:103-158.
- [6] He, J., Wei, M., Li, B., Kang, Y., Evans, D. G., and Duan, X. (2005).
- [7] Preparation of Layered Double Hydroxides. Berlin Heidelberg:Springer Verlag,Inc.
- [8] Indrianingsih, A.W. 2005. Sintesis Magnetit (Fe_3O_4) dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Pb (II) dalam Medium Air. Skripsi. FMIPA. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [9] Karmanto. 2006. Sintesis *Mg/AlHydrotalcite* Sebagai Adsorben Asam Humat. Skripsi. FMIPA UGM Yogyakarta.
- [10] Kartini,I,1994. Kajian Pengambilan Cr(III) dengan Menggunakan Koagulan dan Kombinasi Koagulan-Flokulan. Skripsi. FMIPA UGM Yogyakarta.
- [11] Khopkar, S.M. 2007. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UIPress.

- [12] Kim, D.K., Kikhaylova, M., Zhang, Y., and Muhammed, M. 2003. Protective Coating of Super paramagnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Chem Mater.* 15.1617-1627.
- [13] Kim, J., Choi, H.-J., Sohn, T. Kang. 1999. *J. Electrochem. Soc.* 146. 4401. Kloprogge, J.T., J. Kristof, dan R.L. Frost. 2001. Thermogravimetric Analysis-mass Spectrometry (TGA-MS) of Hydrotalcites Containing CO₃²⁻, NO₃⁻, Cl⁻, SO₄²⁻ or ClO₄⁻. *Proceeding of the 12th International Clay Conference. Bahai-Blanca, Argentina.*
- [14] Kloprogge, J.T., Weier, M., Crespo, I., Ulibarri M.A., Barriga C., Rives V., Martens, W.M. and Frost, R.L. 2004. *J. Solid State Chem.* 177.1382-1387.
- [15] Li, Tiefu, Deng, Y., Song, X., Jin, Z., and Zhang, Y. 2003. The Formation of Magnetite Nanoparticle in Ordered System of the Soybean Lechitin. *Bull. Korean Chem. Soc* 2003.24.958-960.
- [16] Muzakir, Muhammad. 2005. Sintesis Magnetit (Fe₃O₄) dan kajian Adsorpsinya terhadap Ion Cr(III). Skripsi. FMIPA. UGM. Yogyakarta.
- [17] Nindiyasari, Fitriana, et al. 2006. Hidrotalcit Zn-Al-NO₃ Sebagai Penukar Anion dalam Pengolahan Polutan Anion Hexasianoferrat (II). Skripsi. FMIPA UGM Yogyakarta.
- [18] Nurqadar, R. Irwa. 2009. Studi Komparasi Mg/Al Hydrotalcite dari Brine Water Tiruan dengan Mg/Al Hydrotalcite Komersial. Skripsi. FMIPA. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [19] Nurrahmawati, Arini. (2010). Sintesis Senyawa Mg/Al Hydrotalcite dan Rekonstruksinya Menggunakan Gelombang Mikro. Skripsi. FMIPA. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [20] Pertiwi, C. 2007. Sintesis Magnetit (Fe₃O₄) dengan Metode Kopresi pitasi serta Aplikasinya untuk Adsorpsi Cd(II). Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [21] Pertiwi, D. 2007. Sintesis Magnetit dengan Metode Kopresi pitasi serta Kajian Kelayakan Absorbsinya terhadap Cr(III). Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [22] Pollman, H. 1989. Mineralogisch-Kristallographische Untersuchungen an Hydratationsprodukten der Aluminat Phase. *Hydraulischer Bindemittel-Hilfsmittel-Schrift. Mineralogisches Institut der Universität Erlangen Nuremberg.* <http://www.wiley.com>, diakses pada tanggal 13 September 2013.
- [23] Rachim, A. 1995. Penggunaan kation-kation Polivalen dalam Kaitannya dengan Ketersediaan Fosfat untuk Meningkatkan Produksi Jagung pada Tanah Gambut. Disertasi Doktor. Program Pasca sarjana IPB. Bogor.
- [24] Roonasi, Payman. 2007. Adsorption and Surface Reaction Properties of Synthesized Magnetite Nanoparticles. Thesis. Department of Chemical Engineering and Geosciences Lulea University of Technology.
- [25] Roto, et al. 2008. Synthesis of Hydrotalcite Zn-Al-SO₄ as Anion Exchanger and Its Application to Treat of Pollutant Contained Hexacyanoferrate (II). *Indo. J. Chem.* 2008.8. (3). 307-313.
- [26] Sastrohamidjojo, H. 2007. Spektroskopi. Edisi ketiga. Yogyakarta: Liberty.
- [27] Sastrohamidjojo, H. 1991. Spektroskopi Inframerah. Cetakan pertama. Yogyakarta: Liberty.
- [28] Schinitzer, M. 1986. Pengikatan Bahan Humat Oleh Koloid Mineral Tanah. (dalam Huang, P.M., dan Schinitzer, M. 1986. "Interaksi Mineral Tanah dengan Organik Alam dan Mikrobia. Terjemahan Goenadi, D.H., 1997). Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- [29] Schulze, K., 2001. Ni/Mg/Al catalysts derived from hydrotalcite-type precursors for the partial oxidation of propane. *Synthesis and characterization of physicochemical and catalytic properties*, Ph.D. Thesis, Gerhard-Mercator-University, Duisburg, Germany.
- [30] Schwertmann, U., and Cornell, R.M. 1991. *Iron Oxide in the Laboratory: Preparation and Characterization*. New York: VCH Publisher, Inc.
- [31] Schwertmann, U., and Connel, R.M. 2000. *Iron Oxides in the Laboratory*:

- Preparation. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- [32] Schwertmann, U., and Taylor, R.M. 1989. Iron Oxides In Minerals In Soil Environments, 2nd Ed. Wisconsin: J.B. Dixon and S.B. Weed, eds.
- [33] Senesi, N. 1994. Spectroscopic Studies of Metal Ion Humic Acid Substance Complexation in Soil, In 15th. World Congress of Soil Science. Acapulco, Mexico.
- [34] Stevenson, F.J. 1994. Humic Chemistry: Genesis, Composition, Reactions. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- [35] Stumm, W., and J.J. Morgan. 1981. Aquatic Chemistry. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- [36] Sutardi, 2004. Sintesis Magnetit (Fe_3O_4) dan Uji Kelayakannya untuk Mengadsorb Hg(II) dalam Larutan. Skripsi. FMIPA UGM Yogyakarta.
- [37] Susanti, B.A. 2000. Pengaruh pH dalam Sintesis Magnetit dengan Menggunakan Kalium Nitrat sebagai Elektrolit Pendukung. Skripsi. FMIPA. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [38] Suyanta dan Kartini, I. 1999. Kajian Pengaruh pH Dalam Pembuatan Sol Magnetit Adsorben Logam. Laporan Penelitian M.A.K. 5250 Anggaran Rutin Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- [39] Teja, Amyn S., and Koh, Pei Yoong. Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticle. Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials. xx:1-24. 2008.
- [40] Trifiro, F., dan A. Vaccari. 1996. Comprehensive Supramolecular Chemistry. Penterjemah F. Vogtle, Atwood, J.E.D. Davies, dan D. MacNicol. Pergamon Press. Oxford. pp.251-291.
- [41] Underwood. 2002. Analisis Kimia Kuantitatif. Edisi keenam. Jakarta: Erlangga. Vaclavikova, M., Jakabsky, S., and Hredzak, S. 2003. Magnetit Nanoscale
- [42] Particles for Removal of Heavy Metal Ions, <http://drexel.edu/coe/research/conferences/NATOASI2003/manuscripts/5.2.vaclavikova.pdf>.
- [43] Van Vlack, L.H. 1995. Ilmu dan Teknologi Bahan (diterjemahkan oleh Djaprie, S. Edisi 5. Jakarta: Penerbit UI-Press.
- [44] Wang, Jun, et al. 2008. Preparation and Characterization of New Magnetic Co-AIHTLc/Fe $3O_4$ Solid Base. Nanoscale Res Lett. (2008) 3:338-342
- [45] Waseda, Y., Matsubara, E., dan Shinoda, K. 2011. X-Ray Diffraction Crystallography. New York: Springer.
- [46] West, A.R. 1984. Solid State Chemistry and its Application. New York: John Wiley and Sons, Ltd..
- [47] Xianmei, X., et al. 2003. Preparation, Characterization and Application of Zn/Al Hydrotalcite Like Compound. J. Chem. Nat. Gas. Vol. 12, No. 4. pp.259-263.