

**KARAKTER BENTONIT TERPILAR LOGAM ALUMINIUM
PADA VARIASI SUHU KALSINASI**

**THE CHARACTER OF ALUMINIUM METAL PILLARED BENTONITE
AT VARIOUS CALCINATION TEMPERATURES**

Toeti Koestiari

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya
e-mail : toeti.kustiari@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari karakter bentonit terpillar logam aluminium pada berbagai suhu kalsinasi. Instrumen yang digunakan untuk melihat karakter fisiko-kimia adalah Spektrofotometer IR, *X-ray Diffraction* dan *Gas Sorption Analyzer*. Hasil yang diperoleh menunjukkan adanya persamaan dan perbedaan karakter dari B-Al yang dikalsinasi pada suhu 300, 400, dan 500 °C. Persamaan karakter ketiga B-Al terletak di daerah gugus fungsional pada bilangan gelombang 1636 cm⁻¹ dan 3500-4000 cm⁻¹, serta sesuai dengan hasil XRD untuk lapis SiO₂ dan Al₂O₃ yang tidak mengalami perubahan pada harga *d*, maupun bentuk pori yang dihasilkan menggunakan GSA. Perbedaan suhu kalsinasi menyebabkan perbedaan bilangan gelombang di daerah sidik jari yaitu adanya pita tajam yang disebabkan oleh banyaknya ion Al³⁺ di antar lapis terutama pada suhu kalsinasi 500 °C. Jumlah ion Al³⁺ karena masuknya pemilar menyebabkan perbedaan luas permukaan ditunjukkan juga oleh GSA dengan harga radius pori dan luas permukaan tertinggi terletak pada B-Al/400°C. Dengan demikian bentonit terpillar Al pada suhu kalsinasi 400 °C merupakan hasil yang terbaik ditinjau dari karakter fisiko-kimia.

Kata kunci: karakter fisiko-kimia, pemilaran, suhu kalsinasi.

ABSTRACT

The objective of this research was to study Aluminum metal pillared bentonite characters at various calcination temperatures. The instrument used to see the physico-chemical character are Spectrophotometer IR, X-ray Diffraction and Gas Sorption Analyzer. The results can be seen the similarities and differences character of the B-Al that calcined at 300, 400, and 500°C. The similarities of the three B-Al character is indicated in the functional groups at wave number 1636 cm⁻¹ and 3500-4000 cm⁻¹, as well as in accordance with the XRD results for SiO₂ and Al₂O₃ layers that do not change in the distance interlayer, and the pore shapes using GSA. Calcination temperature differences lead to differences in the wave number of fingerprints that is the sharp band due to the amount of Al³⁺ ions in the interlayer especially at calcination temperature of 500 °C. The number of Al³⁺ ions that intercalate as pillared cause the difference surface area is shown by the GSA whose the highest value of the pore radius and surface area is the B-Al / 400 °C. This means that the effect of calcination temperature at 400 °C Al pillared bentonite is stabilized as shown by the average pore size and the best results in terms of the physico-chemical character.

Keywords: calcination temperature , physico-chemical character, pillared.

PENDAHULUAN

Pembuatan kristal yang teraktivasi dapat dilakukan menggunakan beberapa cara tergantung dari jenis produk yang diinginkan. Sebagai contoh adalah polikristalin yang digunakan sebagai adsorben dapat disintesis melalui teknik interkalasi, impregnasi/insersi dan pertukaran ion dengan metode suhu rendah. Pada metode suhu rendah (pada atau sedikit di atas suhu kamar) beberapa reaksi dapat dilaksanakan untuk memodifikasi struktur material. Reaksi jenis ini disebut interkalasi insersi yaitu suatu ion atau molekul ditambahkan pada suatu senyawa namun struktur dasar senyawa yang dimasuki tidak berubah. Penambahan ion dilakukan dengan menyisipkan ion-ion ke dalam struktur yang telah ada dan menyebabkan reduksi pada senyawa awal (*host*) bila yang disisipkan adalah kation atau oksidasi bila yang disisipkan adalah anion (Ismunandar, 2006). Salah satu contohnya adalah penelitian yang dilakukan oleh Fatimah dan Wijaya (2006) yang mengemukakan terjadinya penurunan kadar Al dan Si serta reduksi mineral pengotor yang ada dalam montmorillonit pada saat proses dekomposisi. Teknik interkalasi ini dilakukan pada bahan yang mempunyai struktur berlapis dimana ada ikatan kovalen yang kuat dalam lapisan dan ikatan van der Waals antar lapisan. Keberhasilan interkalasi akan menyebabkan struktur material bentonit akan terpillar dan bersifat rigid.

Beberapa variabel yang diperhatikan pada proses pilarisasi adalah waktu, suhu, pH dalam hal ini derajat hidrolisis OH/L (logam), konsentrasi ion logam, waktu dan suhu pertumbuhan, serta tipe *counter ion* (ion

pengimbang). Metode suhu rendah ini berguna untuk membuat bahan-bahan reaktif yang memiliki luas permukaan besar dan dipergunakan untuk adsorben.

Penelitian ini menggunakan pemilar $AlCl_3$ dengan bahan bentonit. $AlCl_3$ adalah senyawa monomer pada suhu $800\text{ }^\circ C$, sedangkan pada suhu di bawah $400\text{ }^\circ C$ baik solid maupun uapnya berbentuk dimer dengan rumus molekul Al_2Cl_6 dan merupakan molekul dengan kisi tetrahedral (Quagliano, 1964). Molekul ini menunjukkan adanya perubahan ikatan dari ikatan ionik menjadi ikatan kovalen (West, 1988). $AlCl_3$ digunakan sebagai bahan pemilar karena mudah dihidrolisis menjadi polimer Al (kation berukuran besar) yang disebut dengan "ion *keggin* = Al_{13} atau $[Al_{13}O_4(OH)_{28}]^{3+}$ (Smart and Moore, 2005). Bila basa NaOH yang digunakan untuk menghidrolisis larutan $AlCl_3$ maka akan terbentuk kompleks $[Al(H_2O)_6]^{3+}$ pada pH di bawah 3. Tetapi bila pH dinaikkan, ligan H_2O terdeprotonasi sehingga terbentuk $[Al(OH)_x(H_2O)_{6-x}]^{(3-x)+}$. Spesies mononuklir dengan $x = 4$ hanya stabil dalam larutan sangat encer; sedangkan pada konsentrasi tinggi spesies polinuklir akan terbentuk melalui reaksi kondensasi dengan membentuk ikatan Al-O-Al (Schubert and Hüsing, 2000).

Perubahan Bentonit-terpillar pada berbagai suhu dapat diketahui dari jenis gugus fungsional bentonit, *basal spacing*, diameter pori, volume pori, luas permukaan bentonit. Penentuan gugus fungsi dilakukan menggunakan Spektrofotometer Infra Merah. *Basal spacing* dapat diketahui menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD), luas permukaan dan volume pori dapat ditentukan melalui metode adsorpsi gas N_2 dengan menggunakan *Gas Sorption Analyser*.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Karakterisasi bentonit terpillar aluminium menggunakan *X-Ray Diffraction* JEOL JDX - 3530 , Spektrometer IR Buck Scientific - 500 dan AAS Perkin Elmer AA-100, *Gas Sorption Analyser* Quantachrome NovaWin2.

Bahan-bahan yang dipergunakan dalam penelitian ini semuanya dalam kemurnian pro analisis yaitu bentonit dan AlCl_3 dari Sigma; NaOH dan AgNO_3 dari E. Merck. Air dalam penelitian ini adalah Aquademineralisata

Pembuatan bentonit-terpillar

Pembuatan larutan pemilar dilakukan dengan mencampurkan AlCl_3 0,4 M dan larutan NaOH 0,4 M dengan perbandingan $[\text{OH}]/\text{L}[\text{Logam}] = 2$ atau pH 4,18 yang diadopsi dari Tomul dan Balci (2007). Pada gelas kimia yang lain dimasukkan bentonit ke dalam aquademineralisata (1g/50 mL) dan diaduk selama dua jam. Suspensi didiamkan 2 hari, kemudian ditambah larutan pemilar dengan perbandingan 1g/25 mL. Campuran diaduk selama 4 jam dan didiamkan selama 24 jam. Endapan

disaring dan dicuci hingga bebas Cl^- . Serbuk dikalsinasi pada suhu 300, 400, dan 500 °C selama 3 jam.

Karakterisasi bentonit terpillar Aluminium

Endapan bebas Cl^- yaitu bentonit terpillar Aluminium (B-Al) selanjutnya dikenai perlakuan variasi suhu kalsinasi untuk mencari suhu optimal dengan waktu kalsinasi 3 jam. Perlakuan tersebut adalah dengan memanaskan B-Al pada suhu 300, 400 dan 500 °C. Hasil pemanasan selanjutnya dikarakterisasi dengan Spektrofotometer Infra Merah untuk menentukan gugus fungsional utama dan XRD untuk menentukan *basal spacing* (d_{001}) dan 2θ , sedangkan untuk mengukur luas permukaan, volume pori, dan jari-jari pori menggunakan GSA.

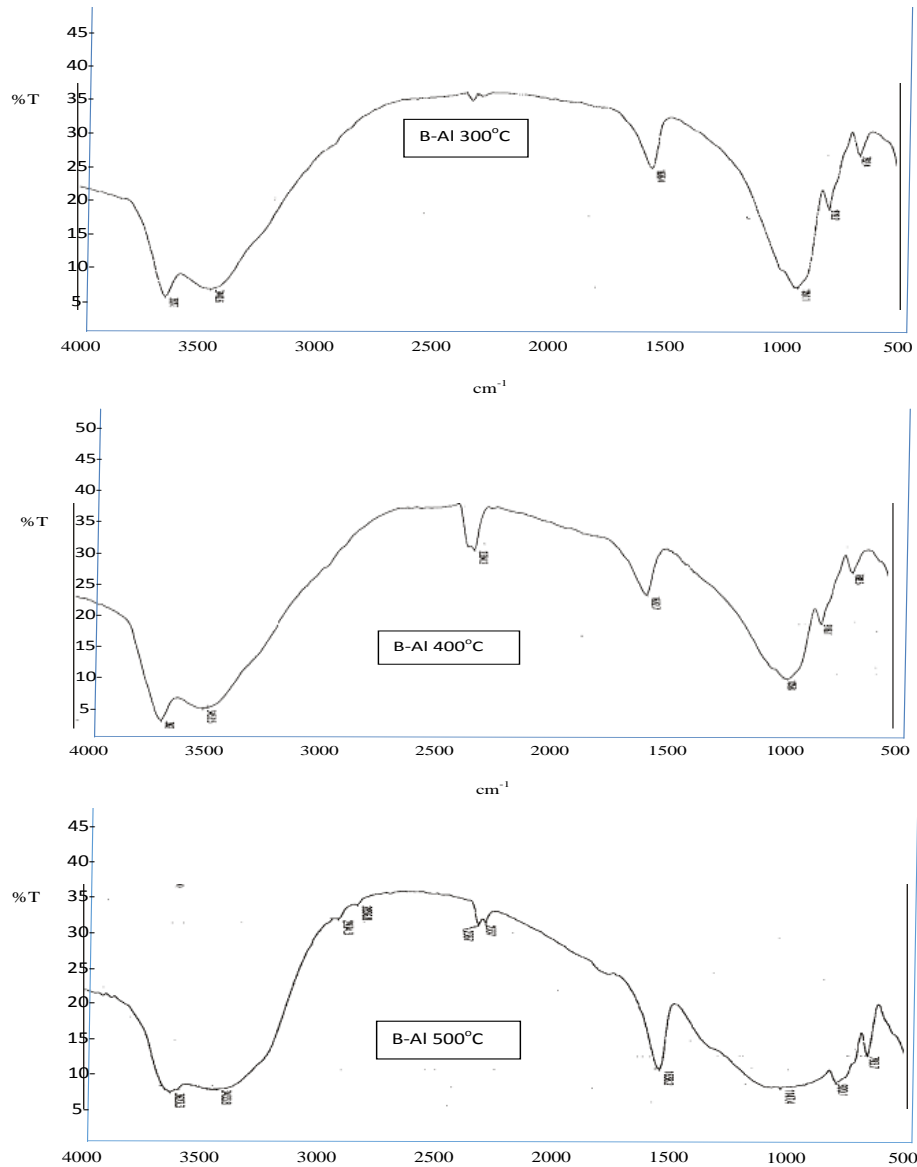
HASIL DAN PEMBAHASAN

Spektra Infra merah untuk masing-masing Bentonit terpillar/Al setelah kalsinasi selama 3 jam pada suhu 300, 400, dan 500 °C ditunjukkan pada **Gambar 1**. Bilangan gelombang yang terbaca dari spektra pada **Gambar 1** ditabulasi pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Analisis spektra Infra merah Bentonit-Aluminium (B-Al) pada suhu kalsinasi 300, 400, 500 °C dengan lama pemanasan 3 jam

Bilangan Gelombang Teoritis (cm^{-1})	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	B-Al/300 °C	B-Al/400 °C	B-Al/500 °C
Deformasi SiO_2 (792-795)	792,4	794,3	796,2
Vibrasi OH, deformasi OH-kation (847-950)	919,2	918,5	923,9
Vibrasi O-Al-OH dari oktahedral, ulur Si-O, ulur Si-O-Si antisimetris (1000-1200)	1051,1	1082,1	1059
Deformasi H-O-H (1635)	1636,4	1636,4	1636,4
Vibrasi OH air teradsorpsi, vibrasi O-Al-OH dalam sesquioksida (3400-3600)	3440,6	3457,4	3444,8
Ulur OH oktahedron silikat (3600-3800)	3627,1	3627,2	3637,2

Keterangan : bilangan gelombang teoritis dirangkum dari Grim (1968), Tan (1996), Katti dan Katti and Katti (2003), Tolstoy *et al.*, (2003).



Gambar 1: Spektra IR untuk Bentonit-Al (B-Al) hasil kalsinasi 300, 400, 500 °C.

Pada B/Al terdapat dua bagian gugus fungsional yaitu gugus fungsional yang berhubungan dengan H-O-H dan daerah sidik jari yang berhubungan dengan lapisan tetrahedral/oktahedral (Tan, 1982). Persamaan B-Al/300 °C dan B-Al/400 °C terletak pada bilangan gelombang 3600–3800 cm^{-1} yang ditunjukkan oleh harga yang tidak berbeda secara signifikan, tetapi harga tersebut berbeda dengan B-Al/500 °C. Menurut Tolstoy, *et al.*, (2003) harga bilangan gelombang ini merupakan daerah OH yang terikat pada Al^{+3} atau

adanya OH yang terikat diantara tetrahedral dan oktahedral. Frekuensi vibrasi yang tidak sama menunjukkan perbedaan kekuatan ikatan antara molekul, sehingga harga pada kalsinasi 500 °C lebih tinggi dibanding dua B-Al yang lain.

Pada bilangan gelombang 3600–3400 cm^{-1} , bilangan gelombang B-Al/300 °C < B-Al/500 °C < B-Al/400 °C. Hal ini bukan berarti bahwa air yang dikandung oleh B-Al/400 °C paling banyak tetapi juga adanya ikatan OH paling kuat yang terjadi karena adanya

vibrasi O-Al-OH, dan pada B-Al/500 °C pemilar dimungkinkan tidak mengandung air karena kalsinasi.

Pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} , ketiga B-Al menunjukkan terjadinya vibrasi tekuk H-O-H yang sama. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa ketiga B-Al mempunyai kestabilan jumlah air yang teradsorpsi setelah kalsinasi. Vibrasi pada bilangan gelombang ini menunjukkan kekuatan ikat dalam molekul dan massa tiap unsur dalam kisi kristal (Clark, 1999). Vibrasi pada bilangan gelombang 1200 – 1000 cm^{-1} menunjukkan frekuensi vibrasi pada sampel B-Al/300 °C < B-Al/500 °C < B-Al/400 °C. Perbedaan tersebut menunjukkan adanya perubahan panjang ikatan O-Al-OH yang disebabkan substitusi gugus Al pada Si tetrahedral (Burch, 1988).

Antara bilangan gelombang 950 – 847 cm^{-1} , data menunjukkan bahwa B-Al/400 °C < B-Al/300 °C < B-Al/500 °C. Bilangan gelombang B-Al/400 °C paling rendah dibanding B-Al/500 °C karena pada kalsinasi terjadi pemakaian bersama OH dari Al oktahedral dengan Si tetrahedral. Menurut Tomul and Balci (2007), deformasi OH-kation ini menyebabkan adanya tempat (*site*) aktif asam Bronsted/Lewis dan dalam hal ini B-Al/400 °C lebih kuat dibanding B-Al/500 °C.

Di daerah sidik jari yaitu bilangan gelombang 792 – 795 cm^{-1} data menunjukkan bahwa B-Al/300 °C < B-Al/400 °C < B-Al/500 °C. Vibrasi deformasi Si-O terbesar terletak pada B-Al/500 °C diperkirakan karena masuknya kation pemilar, sedangkan pada B-Al/300 °C dapat dikatakan belum terjadi pemiliran yang sempurna. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa ketiga B-Al mempunyai persamaan dan perbedaan di daerah sidik jari dan pada daerah gugus fungsional. Persamaan dan perbedaan di daerah sidik jari dapat

digunakan untuk mengetahui struktur bentonit yang berhubungan dengan lapis tetrahedral SiO_2 dan lapis oktahedral Al_2O_3 . Pada gugus fungsional persamaan dan perbedaan menunjukkan hubungan H-O-H sedangkan perubahan bilangan gelombang pada daerah sidik jari disebabkan terutama perubahan pada gugus fungsional O-Al-OH. Perubahan ini terjadi karena pada pembentukan pemilar menggunakan konsentrasi AlCl_3 0,4M dan basa NaOH 0,4 M, sehingga terjadi reaksi kondensasi dengan membentuk ikatan Al-O-Al. Terbentuknya ikatan ini sesuai dengan Schubert and Hüsing (2000) yang menyatakan bahwa pada pH di bawah 3 akan terbentuk kation kompleks logam $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, sedangkan pada pH di atas 3 ligan air yang dikandung oleh bentonit akan terdeprotonisasi (Tan, 1982). Dengan demikian komposisi pemilar juga berpengaruh terhadap hasil vibrasi seperti yang ditunjukkan pada penelitian Okoye dan Cobi (2011) yang menggunakan senyawa $\text{Al}(\text{NO})_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, dimana intensitas Si-O dan Al-O sedikit turun pada pemiliran.

Berdasarkan data infra merah dapat diketahui bahwa persamaan dari ketiga B-Al terletak pada daerah gugus fungsional bilangan gelombang 1636 cm^{-1} yaitu terjadinya deformasi H-O-H dan bilangan gelombang 3500-4000 cm^{-1} . Hal ini berarti bahwa adanya kestabilan jumlah air yang terikat setelah kalsinasi dan menunjukkan kekuatan ikat dalam molekul dan massa tiap unsur dalam kisi kristal yang sama.

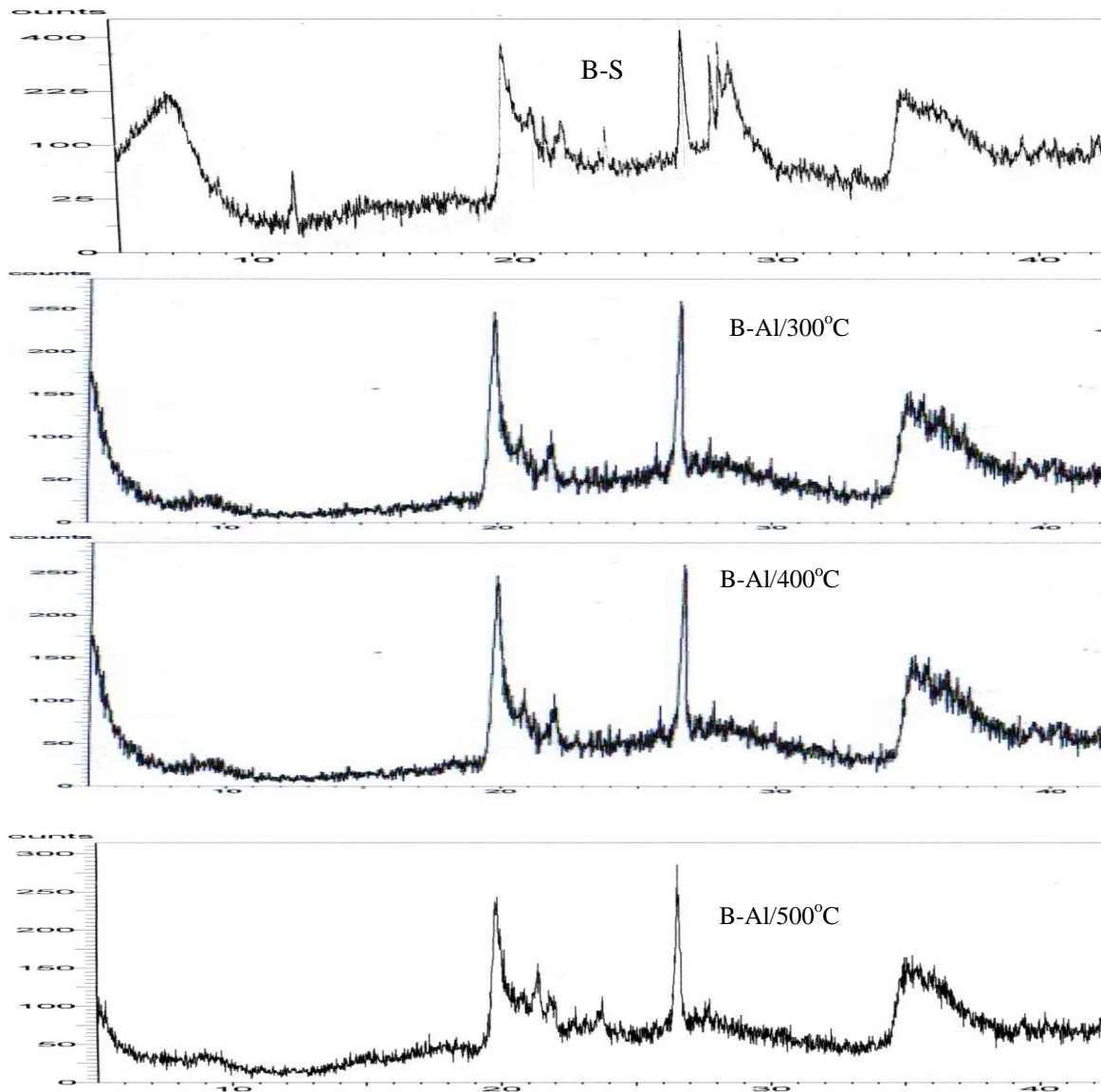
Adanya perbedaan terletak pada bilangan gelombang di daerah sidik jari yaitu pada bilangan gelombang 1200-500 cm^{-1} . Data infra merah menunjukkan B-Al/400 °C mempunyai pita tajam pada 1082,1 cm^{-1} yang berarti banyak ion Al^{+3} di oktahedral (Stuart, 2004). Pada bilangan gelombang didekat 3600 cm^{-1} pita melebar berharga 3637,2 cm^{-1}

untuk B-Al/500 °C menunjukkan bahwa pada suhu ini 3 OH pada permukaan oktahedral membentuk ikatan H dengan O dari sisi tetrahedral lapisan berikutnya.

Hubungan antara suhu dan jarak antar bidang serta persamaan dan perbedaan struktur juga ditunjukkan oleh data difraktogram B-Al yang diperoleh dengan menggunakan *X-ray Diffraction* seperti yang terlihat pada **Gambar 2**. Difraktogram yang diperoleh terdiri dari

montmorillonit, quartz dan muscovite. Difraktogram dari ketiga B-Al dari suhu yang berbeda ini dibandingkan dengan difraktogram dari bentonit *host*.

Struktur SiO₂ dan struktur Al₂O₃ untuk B-S *host* tidak mengalami perubahan yang berarti dibandingkan dengan B-Al yang dikalsinasi pada 300, 400, dan 500 °C. Data selengkapnya ditabulasikan di **Tabel 2**.



Gambar 2. Difraktogram XRD dari Bentonit *host* (B-S), Bentonit-Al (B-Al) hasil kalsinasi 300, 400, dan 500 °C.

Tabel 2. Harga d_{001} dan 2θ untuk Bentonit – Aluminium (B-Al) teraktivasi pada berbagai suhu dibandingkan Bentonit *host* (B-S).

	Montmorillonit		SiO ₂		Al ₂ O ₃	
	$d \text{ \AA}$	$2\theta^\circ$	$d \text{ \AA}$	$2\theta^\circ$	$d \text{ \AA}$	$2\theta^\circ$
B-S	12,267	7,1015	4,2669	20,8600	2,5615	35,1520
	0		3,3482	26,6400		
B-Al/ 300°C	9,5999	9,2045	4,4862	19,7733	2,5638	34,9683
B-Al/ 400°C	9,3047	9,4972	3,3518	26,5719	2,5635	34,9726
B-Al/ 500°C	16,841	5,2429	4,4764	19,8172	2,5667	34,9277
	6		3,3400	26,6350		
			4,4716	19,8388		
			3,3475	26,6063		

Harga d_{001} Montmorillonit adalah 12,2670 Å; pada 2θ : 7,1015°. Harga ini berubah untuk B-Al yang dikalsinasi pada suhu 300, 400, atau 500 °C. Jarak antar bidang B-Al/ 300 °C dan B-Al/400 °C dapat dikatakan berharga sama, tetapi berbeda dengan B-Al/500 °C. Perbedaan jarak antar bidang menunjukkan adanya perubahan komponen yang terkandung di dalamnya dan dapat terjadi karena posisi atom dalam struktur yang berbeda. Meskipun demikian pada B-Al komponen penyusun bentonit yaitu SiO₂ dan Al₂O₃ belum mengalami kerusakan atau dengan kata lain posisi atom tidak mengalami perubahan dalam sel satuan. Berdasarkan harga tersebut dapat dianalisis bahwa diantara ketiga B-Al jarak antar bidang yang dimiliki oleh B-Al/300 °C hampir sama dengan B-Al/400 °C karena adanya pemilar yang memperkuat struktur antar bidang. Harga jarak antar bidang pada B-Al/500 °C paling besar karena pada suhu ini terjadi deformasi montmorillonit, sehingga jarak antar bidang terdeteksi pada posisi difraksi $2\theta = 5,2429^\circ$. Posisi difraksi yang berlainan menandakan adanya pengaruh atom penyusun bentonit yang berlainan, dan hal tersebut mempengaruhi intensitas difraksi sinar X. Analisis ini sesuai dengan analisis yang dihasilkan oleh spektra infra merah yang menyatakan adanya ulur O-H dari struktur silikat. Dengan demikian

perbedaan jarak antar bidang disebabkan karena jumlah atom dan posisi atom dalam sel (West, 1988). Hal ini juga dikemukakan oleh Tomul dan Balci (2007) yang menyatakan bahwa jumlah spesi interkalat menyebabkan jarak antar pilar dan berpengaruh pada luas permukaan dan kekuatan struktur kristal. Struktur kristal ini berkaitan dengan jumlah elektron yang terkandung pada titik tertentu dan diketahui sebagai intensitas I (Ismunandar, 2006). Spesi interkalat yang menyebabkan jarak antar pilar juga dikemukakan oleh Taslimah dan Azmiawati (2008). Pada penelitiannya dinyatakan bahwa pada kalsinasi 300 °C terbentuk γ -alumina dan pada 500 °C terbentuk β -alumina, sedangkan pada 400 °C fasa transisi alumina masih belum stabil sehingga ruang antar lapis masih mengalami perubahan. Sebaliknya pada penelitian yang telah dilakukan, justru suhu 400 °C yang merupakan suhu optimum, karena tidak menggunakan molekul pengarah (*template*) seperti yang digunakan oleh Taslimah dan Azmiawati (2008). Sesuai dengan Tan (1982), maka d_{001} untuk B-Al/500 °C merupakan bentonit kering udara dan pada penelitian ini data menunjukkan adanya perubahan warna dari abu-abu menjadi kemerahan.

Karakterisasi juga dilakukan menggunakan GSA dengan tujuan untuk

mengetahui pengaruh suhu terhadap sistem pori bentonit, luas permukaan, dan jari-jari pori. Hasil yang didapatkan ditunjukkan pada **Gambar 3** dan datanya ditabulasi pada **Tabel 3**. Pori-

pori yang ada pada ketiga Bentonit-Al (B-Al) dapat diketahui tipenya berdasarkan adsorpsi-desorpsi BET menurut klasifikasi *de Boer* (Oscik, 1982).

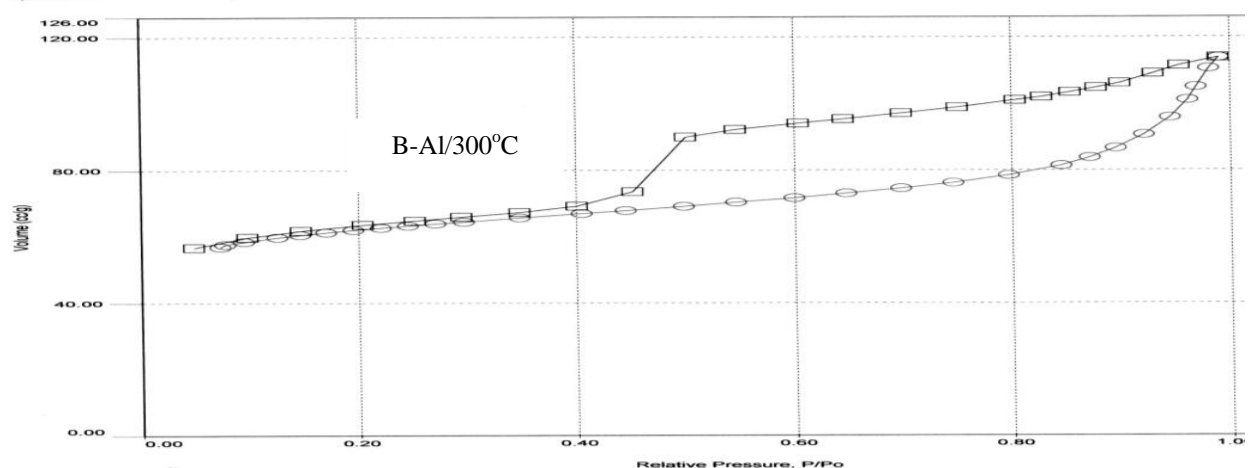
Tabel 3. Karakter Bentonit-Al (B-Al) hasil kalsinasi pada suhu 300, 400, dan 500 °C menggunakan GSA

Karakter	B-Al/ 300 °C	B-Al/ 400 °C	B-Al/ 500 °C
P/P_0 HL (atm)	0,4513-0,5007	0,4494-0,5512	0,4497 – 0,5541
Volume HL (cc/g)	73,5639-89,9465	82,3687-97,6947	78,0538 –91,8979
Luas permukaan (m ² /g)	193,316	217,021	208,807
Kapasitas adsorpsi(cc/g)	113,8618	112,3119	112,6130
Volume Pori Total (cc/g)	1,761 x10 ⁻¹	1,737 x10 ⁻¹	1,737 x10 ⁻¹
Rata-rata Ukuran Pori (Å)	18,2212	16,0110	16,6124

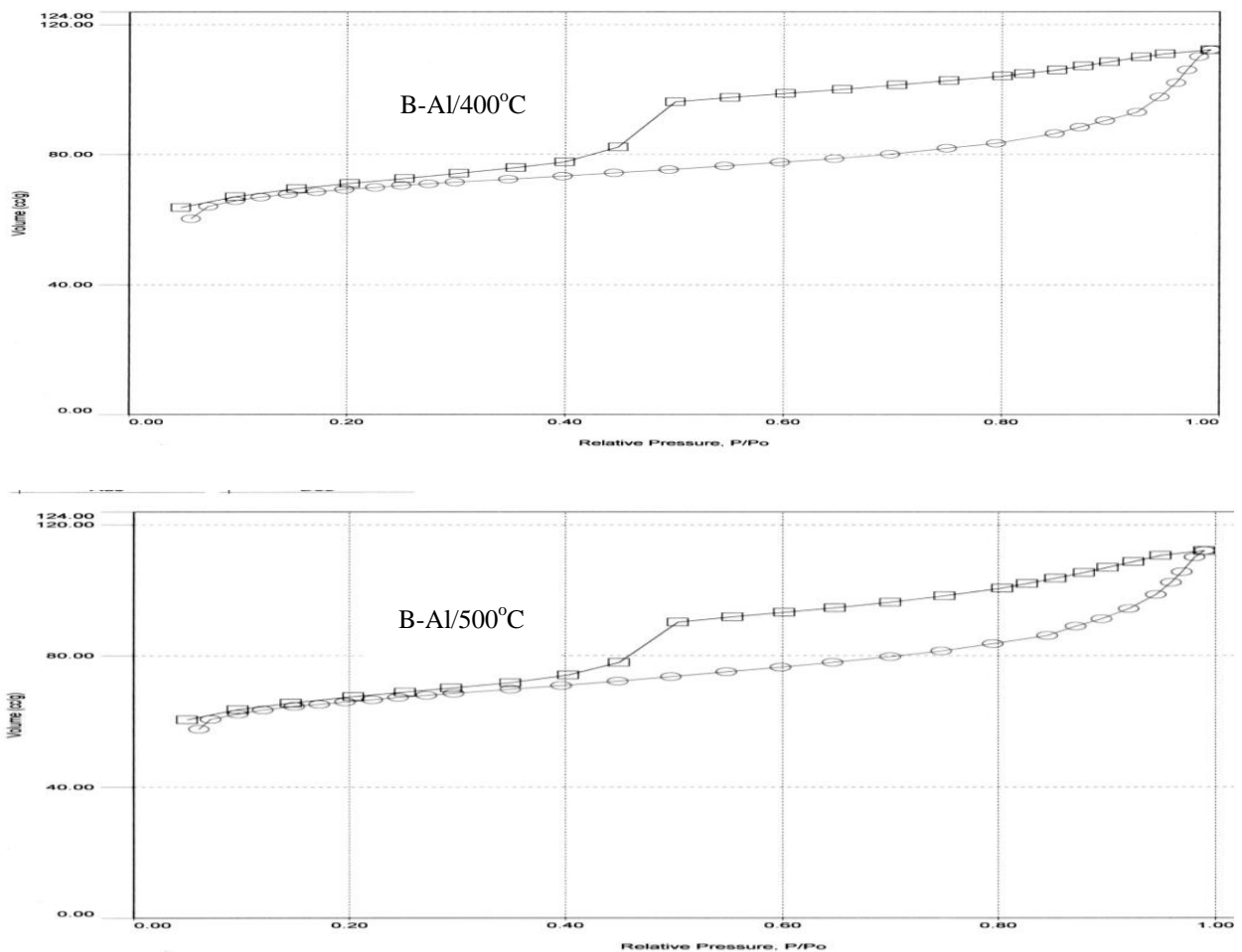
Keterangan: HL: *hysteresis loops*, P_0 : tekanan awal, B-Al/300 °C: Bentonit-Aluminium pada suhu kalsinasi 300 °C, B-Al/400 °C: Bentonit-Aluminium pada suhu kalsinasi 400 °C, dan B-Al/500 °C: Bentonit-Aluminium pada suhu kalsinasi 500 °C.

Pada proses adsorpsi-desorpsi BET, ketiga B-Al menunjukkan karakteristik tipe pori khusus karena menghasilkan *hysteresis loops* pada tekanan relatif dengan volume tertentu seperti yang

ditunjukkan oleh harga yang tercantum pada **Tabel 3**. Data yang diperoleh juga menunjukkan tipe IV adsorpsi isotherm sesuai IUPAC (Rouquerol, *et al.*,1999)



Gambar 3. Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ untuk sampel Bentonit-Al (B-Al) setelah kalsinasi pada suhu 300, 400, dan 500 °C.



Gambar 3. (lanjutan) Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ untuk sampel Bentonit-Al (B-Al) setelah kalsinasi pada suhu 300, 400, dan 500 °C.

Keterangan: kurva dengan lambang bulatan = adsorpsi.
kurva dengan lambang kotak = desorpsi.

Berdasarkan proses adsorpsi desorpsi tersebut dapat dikemukakan bahwa ketiga B-Al mempunyai tipe pori golongan E dari klasifikasi *de Boer* (Oscik, 1982) yaitu pori yang mempunyai bentuk botol tinta (*bottle ink*). Diantara ketiga B-Al, B-Al/400 °C merupakan bentonit yang mempunyai kapasitas adsorpsi yang paling kecil dan tekanan relatif rendah meskipun kapasitas adsorpsinya maupun tekanannya hampir sama dengan B-Al/500 °C. Melalui proses desorpsi dapat diketahui tekanan relatif B-Al/400 °C paling besar dengan kapasitas desorpsi tertinggi.

Menggunakan **Tabel 3** juga dapat diketahui bahwa luas permukaan B-Al/400 °C mempunyai harga yang tertinggi = 217,021 m²/g . Diantara ketiga B-Al, B-Al/400 °C mempunyai luas permukaan radius pori terkecil, meskipun volume pori total lebih rendah dibandingkan B-Al/300 °C. Melihat harga tersebut juga dapat dianalisis bahwa radius pori B-Al/400 °C lebih seragam dibanding B-Al yang lain dengan ukuran pori rata-rata = 16,0100 Å, meskipun ukuran untuk seluruh bentonit adalah mikropori.

B-Al/500 °C mempunyai luas permukaan yang lebih rendah dibanding B-Al/400 °C, karena adanya pemilar Al

yang terhidrasi. Pembentukan pemilar tidak hanya dipengaruhi oleh pH campuran, tetapi juga dipengaruhi oleh kalsinasi. Menurut Schubert and Hüsing (2000) lempung terpillar Al ditentukan oleh ion antar-lapis dengan larutan yang mengandung kation $[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{7+}$ atau disingkat ion $_{13}Al$ yang masuk (interkalasi) dalam bentonit. Setelah proses kalsinasi sekitar $500\text{ }^{\circ}C$, ion $_{13}Al$ terhidrasi dan berubah menjadi partikel Al_2O_3 yang memilar lapisan tetrahedral-oktahedral aluminosilikat dari smektit sehingga terbentuk pori-pori. Dehidrasi dimulai pada suhu $200\text{ }^{\circ}C$ dan bersamaan dengan itu daerah antar bidang mulai mengkerut, serta stabil pada suhu $500\text{ }^{\circ}C$ (Smart, and Moore 2005). Pada penelitian Lubis (2007) dihasilkan luas permukaan $72,42\text{ m}^2/\text{gr}$ dengan jari-jari pori rata-rata $1,08\text{ nm}$. Pemilar yang digunakan adalah $AlCl_3\text{ }0,1\text{ M}$ dan $NaOH\text{ }0,5\text{ M}$ dengan perbandingan $OH/L = 2$ dan hasilnya dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^{\circ}C$. Sementara itu penelitian yang dilakukan oleh Xuan Zhang dkk. (2012) menggunakan pemilar campuran $Fe(NO_3)_3$ dan $Al(NO_3)_3$ yang dihidrolisis dengan Na_2CO_3 sehingga diperoleh perbandingan $OH/(Al + Fe) = 2$. Hasil yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu $350\text{ }^{\circ}C$. Apabila dilakukan pencucian monmorillonit dengan $NaCl$ sebelum proses pemiliran seperti yang dilakukan oleh El Miz dkk. (2014) dan kemudian setelah pemiliran dikalsinasi pada suhu $350\text{ }^{\circ}C$, maka akan didapatkan luas permukaan total yang lebih besar dan volume pori total yang lebih kecil dibandingkan penelitian yang telah dilakukan.

KESIMPULAN

Kalsinasi pada suhu $300, 400,$ dan $500\text{ }^{\circ}C$ dari B-Al menunjukkan persamaan dan perbedaan karakter fisiko-kimianya. Persamaan karakter ketiga B-Al terletak di daerah gugus

fungsional bilangan gelombang 1636 cm^{-1} yaitu terjadinya deformasi H-O-H dan pada $3500-4000\text{ cm}^{-1}$ yang berarti adanya kestabilan jumlah air yang terikat setelah kalsinasi dan menunjukkan kekuatan ikat dalam molekul dan massa tiap unsur dalam kisi kristal yang sama. Hal ini sesuai dengan hasil XRD untuk lapis SiO_2 dan Al_2O_3 yang tidak mengalami perubahan pada harga d , maupun bentuk pori yang dihasilkan menggunakan GSA.

Perbedaan suhu kalsinasi menyebabkan perbedaan pada bilangan gelombang di daerah sidik jari yaitu adanya pita tajam yang disebabkan oleh banyaknya ion Al^{3+} di antar lapis. Kalsinasi B-Al pada suhu yang berlainan menyebabkan perbedaan d_{001} terutama pada suhu kalsinasi $500\text{ }^{\circ}C$. Jumlah ion Al^{3+} yang bertambah karena masuknya pemilar menyebabkan perbedaan luas permukaan ditunjukkan juga oleh GSA dengan harga radius pori dan luas permukaan tertinggi terletak pada B-Al/ $400\text{ }^{\circ}C$. Hal ini berarti bahwa pada suhu kalsinasi $400\text{ }^{\circ}C$ bentonit terpillar Al mulai stabil seperti yang ditunjukkan oleh rata-rata ukuran pori yang tidak berbeda jauh dengan kalsinasi pada suhu $500\text{ }^{\circ}C$.

DAFTAR PUSTAKA

- Burch, R. 1988. *Pillared Clay-Catalysis to Day*. Amsterdam: Elsevier Science Publisher.
- Clark, R. N. 1999. *Spectroscopy of Rocks and Minerals, and Principles of Spectroscopy*. New York: John Wiley & Sons, Inc. A. Rencz Editor.
- El M, M. Salhi, S. Chraibi, I. El B, A. Laure F, M. Tahani, A. 2014. Characterization and Adsorption Study of Thymol on Pillared Bentonite. *Open Journal of Physical Chemistry*.4 (98 – 116).

- Fatimah, I. dan Wijaya, K. 2006. Pengaruh Metode Preparasi Terhadap Karakter Fisikokimia Montmorillonit Termodifikasi ZrO_2 . *Akta Kimindo*. Vol 1. No.2.
- Grim, R.E. 1968. *Clay Mineralogy*. New York : Mc. Graw-Hill Book Company.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam, Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*. Bandung: Penerbit ITB.
- Katti, K. and Katti, D. 2003. *Effect of Clay-Water Interactions on Swelling In Montmorillonit Clay*. North Dakota State University: Fargo
- Lubis, S. 2007. Preparasi Bentonit Terpilar Alumina dari Bentonit Alam dan Pemanfaatannya Sebagai Katalis pada Reaksi Dehidroksi Etanol, 1 Propanol Serta 2 Propanol. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Vol 6. No. 2
- Okoye, I.P. and Cobi. 2011. Synthesis and Characterization of Al-Pillared Bentonite Clay Minerals. *Research Journal of Applied Sciences*. 6 (7 – 12).
- Ościak, J. 1982. *Adsorption*. Chichester, Toronto : John Wiley & Sons.
- Quagliano, J.V. 1964. *Chemistry*. New York: Englewood Cliffs-Prentice Hall, Inc.
- Rouquerol, F.; Rouquerol, J.; Sing, K. 1999. *Adsorption by Powders & Porous Solids*. New York : Academic Press
- Schubert, U. and Hüsing, N. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Weinheim New York : Wiley-VCH.
- Smart, L.E. and Moore, E.A. 2005. *Solid State Chemistry*. New York : Taylor & Francis Group LLC
- Stuart, B. 2004. *Infra Red Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons.
- Tan, K.H. 1982. *Principles Of Soil Chemistry*. New York : Marcel Dekker
- Taslimah, R. K. dan Azmiawati, Choiril. 2008. Pilarisasi Lempung dengan Al_2O_3 untuk Agen Pemucat Minyak Sawit. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. Vol.4. No. 3.
- Tolstoy, V. P.; Chernystiova, I. V; Skryshevsky, V. A. 2003. *Hand Book of Infra Red Spectra of Ultrathin Films*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Tomul, F. and Balci, S. 2007. Synthesis and Characterization of Al-Pillared Inter - layered Bentonites. *G. U. Journal of Science*. 21 (1).
- West, A.R. 1988. *Basic Solid State Chemistry*. New York, Toronto, Singapore: John Wiley & Sons.
- Xuang Zhang. Qian Wang. Honglei Jiang. 2012. Research on the Preparation of the Environmental Friendly Pillared Bentonite and Its Catalytic Properties. *2nd International Conference on Electronic & Mechanical Engineering and Information Technology*. Atlantis Press. Paris. France.