

STUDY OF THERMAL AND ACID STABILITY OF BENTONITE CLAY

Studi Kestabilan Termal dan Asam Lempung Bentonit

Karna Wijaya, Ani Setyo Pratiwi, Sri Sudiono, Emi Nurahmi
 Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
 Gadjah Mada University, Yogyakarta

ABSTRACT

The thermal and acid stability of the bentonite clays (Na- and Ca-bentonite) have been tested. The thermal stability testing has been carried out by heating 5 gram of the clays for five hours at 200, 300 and 500°C respectively, meanwhile acid stability testing was performed by immersing 5 gram clays into 100 mL sulphuric acid 1M, 2M and 3M for 24 hours. The tested clays, then were characterized by means of X-Ray diffractometry and IR-spectroscopy methods.

The characterization results showed that upon heating, both Ca- and Na-bentonites indicated same thermal stability. However, upon acid treatment, Na-bentonite was found relatively stabler and more resistance than Ca-bentonite.

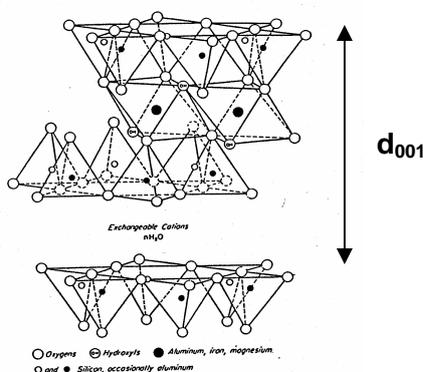
Keywords: bentonite, clay, thermal stability, acid stability.

PENDAHULUAN

Secara morfologis tanah lempung umumnya berwarna agak kecoklat-coklatan dan mudah dibentuk dalam keadaan basah serta mengeras dengan warna kemerah-merahan jika dibakar. Dalam kehidupan sehari-hari tanah lempung digunakan sebagai bahan pembuatan batu bata, tembikar dan genteng. Selain itu dalam dunia industri, tanah lempung dimanfaatkan sebagai bahan pengisi dalam industri kertas, cat dan karet, sebagai bahan penukar ion,

katalis dan adsorben. Karena bidang aplikasinya yang sangat luas lempung sering disebut dengan material multiguna [1,2,3].

Unjuk kerja lempung alam umumnya tidak begitu tinggi. Untuk meningkatkan unjuk kerjanya, maka biasanya lempung tersebut sebelum digunakan dimodifikasi terlebih dahulu. Salah satu cara memodifikasi lempung adalah dengan pilarisasi. Setelah terpilarisasi diharapkan stabilitas lempung, terutama stabilitas termalnya menjadi lebih tinggi [4,5].



Gambar 1. Struktur smektit/montmorillonit dan basal spacing d_{001} .

Dalam berbagai proses fisiko-kimia yang melibatkan asam dan panas, antarlapis lempung yang diwakili dengan bidang 001 dapat rusak. Kerusakan bidang tersebut tentu saja dapat mengganggu proses tadi [6,7].

Penelitian ini memiliki tujuan khusus untuk mempelajari stabilitas struktur lempung, khususnya bidang 001 terhadap pengaruh panas dan asam. Bidang 001 adalah bidang yang bertanggung jawab dalam proses katalitik, pertukaran ion dan interkalasi. Oleh karena itu ketahanan bidang tersebut terhadap pengaruh-pengaruh fisis dan kemis seperti efek panas dan asam perlu dipelajari secara sistematis dan seksama.

EKSPERIMEN

Penelitian ini membahas identifikasi kandungan montmorillonit dalam bentonit dan studi pengaruh pemanasan serta pengasaman terhadap Na- dan Ca-bentonit alam.

Bahan: Bentonit Na dan bentonit Ca dari P.T. Tunas Inti Makmur, Asam Sulfat, H_2SO_4 , 96%, p.a. buatan Merck, Barium Klorida p.a. buatan Merck dan Akuabides.

Alat-alat yang digunakan: Pengaduk magnet, ayakan 250 mesh, neraca elektrik, oven vakum, termometer, alat penggerus, kertas saring Whatman-42, Spektrofotometer Inframerah-Shimadzu model FTIR-8201PC, alat Difraktometer Sinar-X Philips model PW 3710 BASED, tanur, Centrifuge model OSK 6474B dan hot plate.

Preparasi dan Identifikasi Bentonit Alam (Na- dan Ca-Bentonit).

Bentonit alam jenis natrium dan kalsium digerus dan disaring dengan penyaring 250 mesh. Dua puluh lima (25) gram bentonit yang telah lolos penyaring tersebut dimasukkan ke dalam aquabidest 400 ml lalu diaduk selama 24 jam dengan pengaduk magnet. Setelah diaduk dengan pengaduk magnet, sampel dicentrifuge dengan kecepatan 2500 rpm selama 35 menit. Sedimen dipisahkan dari

suspensinya kemudian dikeringkan di dalam oven pada temperatur $110^\circ C$ selama 6 jam. Sampel yang telah kering diayak dengan ayakan 250 mesh sehingga diperoleh bentonit dengan ukuran partikel lolos penyaring 250 mesh. Kedua jenis bentonit tersebut selanjutnya diidentifikasi dengan metode X-ray defraktometri dan spektroskopi infra merah. Pembuatan difraktogram dilakukan di laboratorium difraksi sinar-X PPTM-Bandung.

Untuk keperluan analisis spektroskopi infra merah terhadap kandungan montmorillonit dalam bentonit digunakan metoda pelet KBr. Untuk itu diambil kurang lebih 2 mg sampel dicampurkan dengan 1 gram bubuk KBr selanjutnya dibuat pelet. Pelet dianalisis dengan spektrofotometer infra merah Shimadzu dari bilangan gelombang 4500 s/d 300 cm^{-1} .

Pengaruh Asam sulfat terhadap Ca- dan Na-Bentonit.

Ke dalam masing-masing 3 buah gelas beker yang telah berisi 100 ml asam sulfat dengan konsentrasi 1M, 2M dan 3M dimasukkan 5 gram Ca-bentonit. Suspensi diaduk selama 24 jam lalu disaring. Residu dipisahkan dan dicuci dengan akuabidest berkali-kali sampai bersih (sampai tidak terbentuk lagi endapan putih $BaSO_4$ apabila filtrat ditetesi $BaCl_2$). Endapan dikeringkan dalam oven pada temperatur $110^\circ C$ selama 1 jam selanjutnya digerus halus dan disaring dengan penyaring 250 mesh. Padatan tersebut kemudian dianalisis dengan metode analisis struktur X-ray defraktometri dan spektrofotometri infra merah. Untuk mempelajari pengaruh asam sulfat terhadap Na-bentonit digunakan prosedur yang sama dengan prosedur yang digunakan untuk karakterisasi Ca-bentonit.

Pengaruh Pemanasan terhadap Bentonit

Untuk mempelajari pengaruh pemanasan terhadap Ca-bentonit dan Na-bentonit dilakukan prosedur sebagai berikut: 5 gram sampel bentonit

dimasukkan dalam tanur selama 5 jam pada berbagai variasi temperatur 200°C, 300°C dan 500°C. Tahap selanjutnya sampel bentonit tersebut dianalisis dengan metode difraksi sinar-X dan spektroskopi infra merah.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Identifikasi Kandungan Montmorilonit dalam Bentonit dan Studi Pengaruh Pemanasan serta Pengasaman terhadap Na- dan Ca-Bentonit

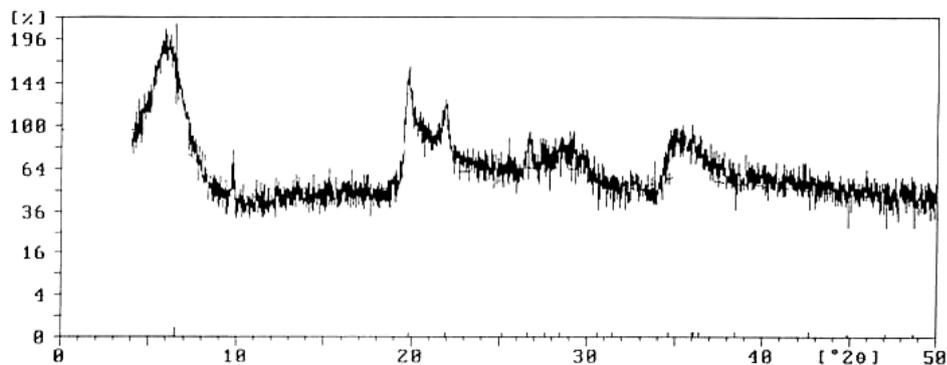
Dalam bagian ini akan dibicarakan tentang identifikasi dan pengaruh penambahan asam sulfat (1M, 2M dan 3M) kepada Ca- dan Na-Bentonit serta pengaruh pemanasan (200°C, 300°C dan 500°C) terhadap kestabilan struktur bentonit tersebut.

Identifikasi Kandungan Montmorilonit di dalam Bentonit

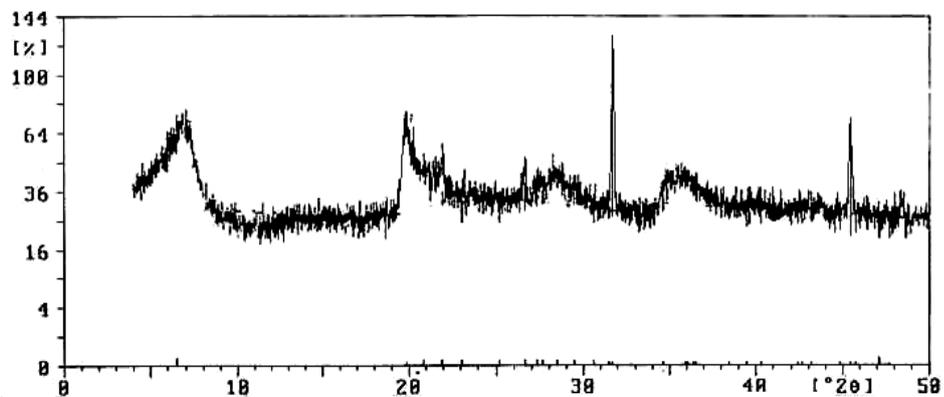
Identifikasi dilakukan dengan metode X-ray difraktometri. Hasil analisis diperlihatkan pada gambar 2 dan gambar 3.

Dari difraktogram tersebut di atas terlihat adanya refleksi lebar pada daerah $2\theta = 5,82^\circ$ ($d_{001} = 15,17 \text{ \AA}$) dan $2\theta = 19,79^\circ$ ($d_{001} = 4,48 \text{ \AA}$). Refleksi ini merupakan ciri khas mineral montmorilonit.

Difraktogram Na-bentonit menunjukkan hasil serupa dengan Ca-bentonit, yaitu munculnya refleksi karakteristik lempung montmorilonit di daerah $2\theta = 6,82^\circ$ ($d_{001} = 12,96 \text{ \AA}$) dan $2\theta = 19,77^\circ$ ($d_{001} = 4,48 \text{ \AA}$). Dari identifikasi yang hasilnya di tampilkan di atas dapat disimpulkan bahwa baik Ca-bentonit maupun Na-bentonit mengandung mineral montmorillonit dengan kandungan yang cukup tinggi.



Gambar 2. Difraktogram Ca-bentonit.



Gambar 3. Difraktogram Na-bentonit

Pengaruh Asam Pada Ca-Bentonit dan Na-Bentonit

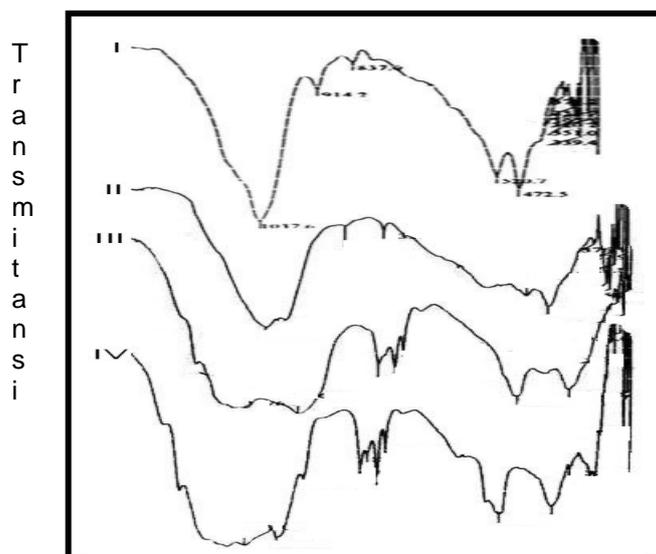
Untuk mengetahui pengaruh asam terhadap kestabilan struktur lempung khususnya terhadap bidang 001, lempung bentonit dimasukkan ke dalam larutan asam sulfat selama 24 jam. Penambahan asam berkonsentrasi tinggi ini akan melarutkan bahan-bahan anorganik maupun organik yang terdapat dalam lempung tersebut. Pada pemberian asam berkonsentrasi tinggi, struktur lempung dapat hancur yang ditandai dengan hilangnya refleksi bidang 001. Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh penambahan asam terhadap struktur bentonit, dilakukan identifikasi dengan menggunakan analisis spektroskopi inframerah dan difraksi sinar-X.

Daerah inframerah untuk spektra lempung dibagi dalam dua kelompok daerah frekuensi [7], yaitu : Daerah antara 4000 cm^{-1} sampai 3000 cm^{-1} merupakan getaran regang dari air yang terserap dan atau gugus OH oktahedral. Daerah antara 1400 cm^{-1} - 800 cm^{-1} yang disebabkan oleh getaran Al-OH dan atau Si-O yang disebut daerah sidik jari (*finger prints*). Hasil analisis infra merah terhadap Ca-bentonit setelah perlakuan

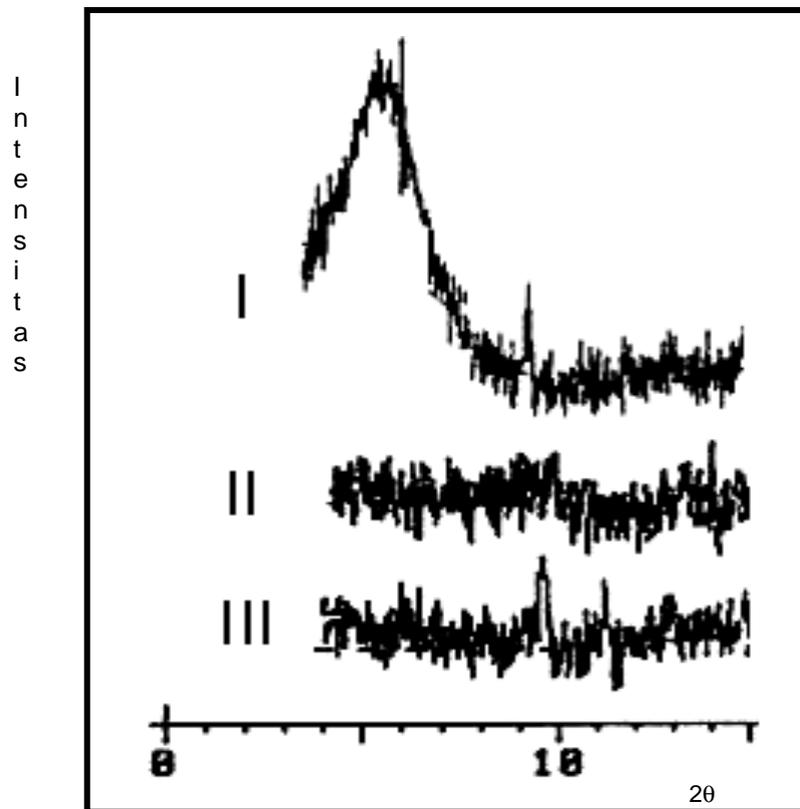
dengan asam dapat dilihat pada gambar 4 di bawah.

Dari spektra pada gambar 4 terlihat adanya beberapa perubahan pita serapan akibat penambahan asam sulfat 1M, 2M dan 3M: Dengan penambahan asam sulfat 1M, pita serapan Si-O-Si (*stretching*) yang muncul di daerah $1037,6\text{ cm}^{-1}$ mengalami penurunan intensitas. Hal yang serupa juga terjadi pada penambahan asam sulfat 2M dan 3M. Pengurangan intensitas ini mengindikasikan telah terjadinya gangguan pada ikatan Si-O-Si.

Penambahan asam sulfat juga mengakibatkan terjadinya perubahan serapan di daerah $914,2\text{ cm}^{-1}$. Pada penambahan asam sulfat dengan konsentrasi 1M belum terlihat adanya perubahan atau pergeseran atau penurunan intensitas yang mendasar sekali, tetapi pada penambahan H_2SO_4 2M dan 3M, pita serapan di daerah $914,2\text{ cm}^{-1}$ tidak tampak lagi. Fakta ini mengindikasikan bahwa penambahan asam sulfat dengan konsentrasi yang semakin meningkat mengakibatkan hilangnya gugus Al-O aluminosilikat sehingga spektra vibrasinya tidak teramati pada daerah $914\text{-}920\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4. Spektra inframerah Ca-bentonit dengan dan tanpa pengasaman (I: Tanpa pengasaman, II: Dengan pengasaman 1M, III: Dengan pengasaman 2M, IV : Dengan pengasaman 3M)



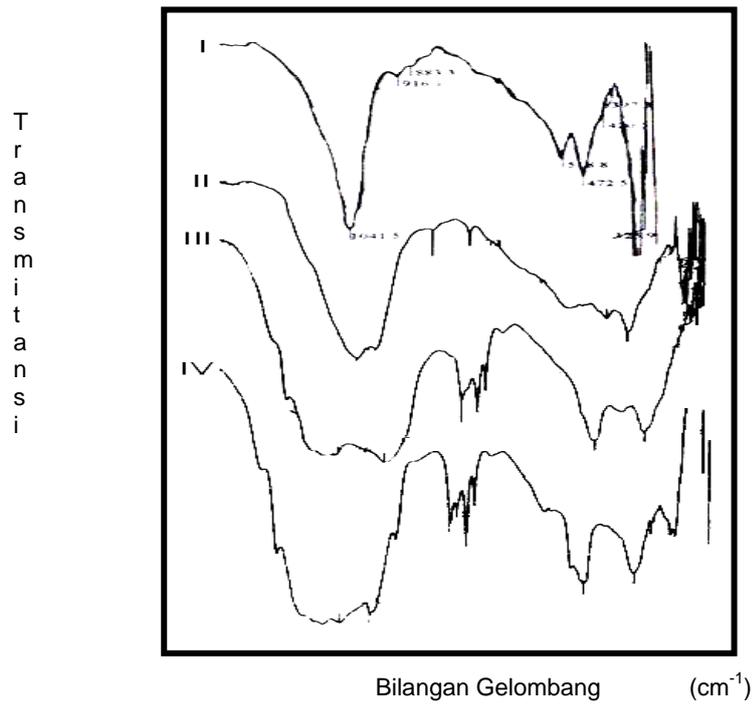
Gambar 5. Difraktogram Ca-bentonit sebelum dan setelah perlakuan dengan asam (I: Tanpa penambahan asam, II: Dengan penambahan asam 1M III: Dengan penambahan asam 3M).

Dengan demikian dapat dikatakan bahwa penambahan asam sulfat dengan konsentrasi di atas 1M terhadap Ca-bentonit mengakibatkan kerusakan kerangka aluminosilikat (dealuminisasi). Spektra vibrasi dari Si-O atau Al-O yang muncul pada daerah $837,0\text{ cm}^{-1}$ juga mengalami pergeseran menjadi $833,2\text{ cm}^{-1}$ karena penambahan asam sulfat 1M. Fakta-fakta ini menunjukkan bahwa penambahan asam sulfat akan menyebabkan gangguan terhadap kerangka silika alumina dan konsentrasi asam yang tinggi dapat merusak lapisan alumina. Si-O (*deformation*) yang terlihat pada Ca-bentonit sebelum penambahan asam sulfat berada pada daerah $520,7\text{ cm}^{-1}$. Dengan adanya penambahan asam 1M belum mengalami pergeseran, tetapi pada penambahan asam dengan konsentrasi 2M dan 3M telah mengakibatkan terjadinya pergeseran

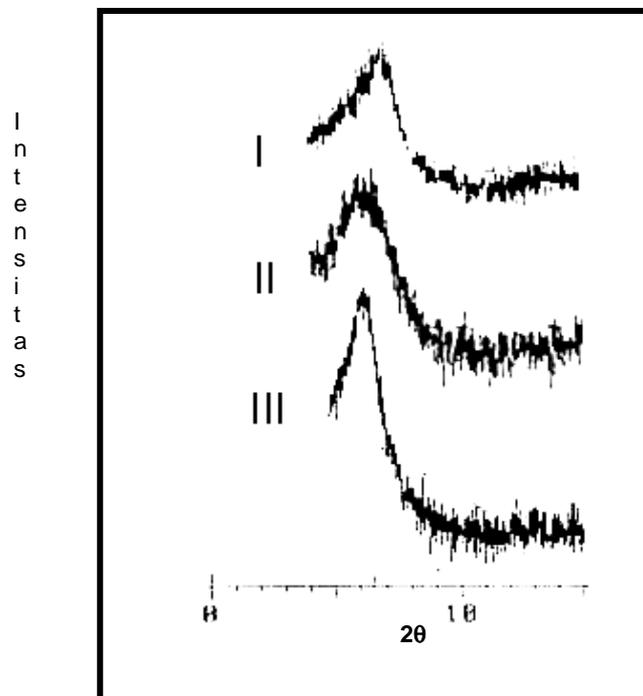
serapan yang menunjukkan bahwa telah terjadi perubahan pada ikatan Si-O. Data yang diperoleh dari hasil analisis difraksi sinar-X terhadap Ca-bentonit sebelum diberi asam, maupun setelah diberi asam ditampilkan pada gambar 5.

Dari difraktogram di atas tampak bahwa penambahan asam sulfat dengan konsentrasi 1M terhadap lempung Ca-bentonit telah menyebabkan kerusakan bidang 001 struktur lempung montmorillonit. Kerusakan ditandai dengan hilangnya refleksi bidang 001 montmorillonit yaitu refleksi melebar di daerah $2\theta = 5^\circ - 6^\circ$.

Hasil studi spektroskopi infra merah terhadap Na-bentonit yang belum dan sudah ditambahkan asam sulfat ditunjukkan pada gambar 6.



Gambar 6. Spektra inframerah Na-bentonit sebelum dan setelah perlakuan dengan asam (I : Tanpa pengasaman, II: Dengan pengasaman 1M, III: Dengan pengasaman 2M, IV: Dengan pengasaman 3M).



Gambar 7. Difraktogram Na-Bentonit sebelum dan setelah perlakuan dengan Asam (I: Tanpa penambahan asam, II: Dengan penambahan asam 1M III: Dengan penambahan asam 3M).

Penambahan asam sulfat mengakibatkan perubahan-perubahan pita serapan sebagai berikut:

Pita serapan dari Si-O-Si (*stretching*) yang muncul pada $1041,5 \text{ cm}^{-1}$ mengalami penurunan intensitas akibat kenaikan konsentrasi asam. Serapan tersebut menurun secara drastis dengan adanya penambahan asam sulfat pada konsentrasi 1M, 2M, dan 3M.

Adanya penambahan asam sulfat pada Na-bentonit dengan konsentrasi 1M, 2M dan 3M tidak mengakibatkan hancurnya aluminosilikat yang terlihat dengan masih utuhnya puncak $916,1 \text{ cm}^{-1}$. Penambahan asam 1M, 2M dan 3M hanya mengakibatkan berkurangnya intensitas serapan dari vibrasi Al-O.

Intensitas serapan juga mengalami penurunan pada daerah $518,8 \text{ cm}^{-1}$ yang dimiliki Si-O (*deformation*) setelah penambahan asam sulfat.

Penurunan intensitas serapan juga terjadi pada daerah $472,5 \text{ cm}^{-1}$ tetapi intensitas serapan cenderung kembali naik setelah penambahan asam sulfat 2M dan 3M. Fenomena terakhir ini sampai saat ini belum dapat dijelaskan sebab-musababnya.

Hasil analisis dari Na-bentonit dengan menggunakan difraksi sinar-X ditunjukkan pada gambar 7.

Untuk Na-bentonit, penambahan asam sulfat tidak mempengaruhi terjadinya perubahan struktur. Hal ini terlihat dari adanya penambahan asam dengan konsentrasi 1M tidak menyebabkan menurunnya refleksi. Sudut difraksi $2\theta = 6,82^\circ$ tidak hilang. Demikian juga dengan adanya penambahan asam pada konsentrasi 3M tidak menunjukkan penurunan refleksi dan puncak montmorillonit tetap muncul pada daerahnya. Tidak adanya penurunan dari refleksi mengindikasikan bahwa penambahan asam sulfat dengan konsentrasi 1M dan 3M belum mempengaruhi struktur dari montmorillonit. Kemungkinan dengan penambahan asam yang memiliki konsentrasi lebih tinggi dari 3M dapat

menyebabkan kerusakan struktur khususnya bidang 001 dari montmorillonit.

Pengaruh Pemanasan Pada Ca-Bentonit dan Na-Bentonit

Pemanasan terhadap Ca- dan Na-bentonit bertujuan untuk mengetahui pengaruh pemanasan terhadap kestabilan struktur montmorillonit, khususnya bidang 001. Pemanasan dilakukan selama 5 jam pada temperatur 200, 300 dan 500°C .

Pemanasan pada temperatur tinggi ini akan menyebabkan lepasnya gugus OH dari dalam kerangka montmorillonit, sehingga kerusakan struktur montmorillonit pada sisi lembaran dioktahedral dan tetrahedralnya tidak dapat dihindari lagi [5]. Rusaknya struktur montmorillonit (*bidang 001*) ditandai dengan hilangnya refleksi bidang 001 yang biasanya muncul pada $2\theta = 5-6^\circ$ pada difraktogram Na-bentonit.

Dari difraktogram di atas, dapat dilihat dengan jelas bahwa pemanasan pada suhu 300°C terhadap lempung Ca- dan Na-bentonit sudah dapat mengakibatkan rusaknya bidang 001.

KESIMPULAN

Dari kajian data eksperimen yang tercantum dalam bab hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan hal-hal sebagai berikut:

1. Na-Bentonit maupun Ca-bentonit mengandung montmorillonit.
2. Struktur Na-bentonit relatif lebih stabil terhadap pengaruh asam sulfat daripada struktur Ca-bentonit.
3. Terhadap pengaruh pemanasan, baik Ca-bentonit maupun Na-bentonit menunjukkan ketahanan struktur yang sama.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini dapat terlaksana berkat bantuan finansial sub Proyek Que Jurusan Kimia FMIPA-UGM melalui *Project Grant* tahun 2000.

DAFTAR PUSTAKA

1. Fota, H.D., 1998, *Dasar-Dasar Ilmu Tanah (terjemahan)*, 7ed, Gadjah Mada Press Yogyakarta.
2. Kumar, P., Jasra, R.V., and Bhat, T.S.G., 1995, *Evolution of Porosity and Surface Acidity in Montmorillonite Clay on Acid Activation*, Ind. Eng. Chem. Res., 34, 1440-1448.
3. Leonard, V.I., 1995, *Materials Chemistry an Emerging Disiplne*, ACS, Washington.
4. Ogawa, M., 1992, Dissertation, Waseda University, Tokyo.
5. Van Olphen, H., 1977, *An Introduction to Clay Colloid Chemistry for Clay Technologist, Geologist, and Soil Scientist*, 2nd Ed., A Willey-Interscience Publication, Canada.
6. Pinnavaia, T.J., *Intercalated Clay Catalyst*, 1983, Science, Vol. 220, Nr. 4595, 365-371.
7. Tan, K.H., 1998, *Dasar-Dasar Kimia Tanah*, Gadjah Mada University Press, 93-161.
8. Wijaya, K., 1995, *Interkalasi Senyawa-Senyawa Fotokromik Kedalam Antar Lapis Smektit dan Pemanfaatannya untuk Bahan Penyimpan Data Optik*, Penelitian P4M, UGM, Yogyakarta.