

**MODIFIKASI LEMPUNG BENTONIT TERAKTIVASI ASAM DENGAN
BENZALKONIUM KLORIDA SEBAGAI ADSORBEN
ZAT WARNA RHODAMINE B**

Ni Putu Widya Tironika Dewi^{1*}, I Nengah Simpen¹, dan I Wayan Suarsa¹

¹*Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran*

**E-mail:putuwidyadewi16@yahoo.com*

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang modifikasi lempung bentonit yang teraktivasi asam dan terinterkalasi surfaktan sebagai adsorben dalam penyerapan zat warna *rhodamine B*. Asam yang digunakan untuk aktivasi adalah asam sulfat 1,5 M dan surfaktan untuk interkalasi digunakan surfaktan benzalkonium klorida (BKC) dengan variasi konsentrasi 0,1; 0,5; dan 1% (v/v). Karakterisasi adsorben dilakukan dengan metode difraksi sinar-X untuk menentukan perubahan *basal spacing* d_{001} dan spektrofotometer FTIR untuk menentukan gugus fungsional yang terkandung pada adsorben. Hasil penelitian menunjukkan terjadinya perubahan *basal spacing* d_{001} untuk adsorben A_o , A_a , $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$, dan A_{a1} secara berturut-turut adalah 17,3312; 17,1642; 16,1432; 16,1680; dan 19,7156 Å. Nilai keasaman permukaan tertinggi dimiliki oleh adsorben $A_{a0,1}$ yaitu sebesar $1,8657 \pm 0,0111$ mmol/g. Sementara nilai luas permukaan untuk adsorben A_o , A_a , $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$ dan A_{a1} secara berturut – turut adalah 89,6888; 90,1982; 90,3896; 90,3110; dan 90,3053 m²/g. Waktu optimum adsorpsi 90 menit dapat mengadsorpsi adsorbat sebanyak 22,0944 mg/g. Kapasitas adsorpsi tertinggi dimiliki oleh adsorben terinterkalasi BKC 0,1% ($A_{a0,1}$) yaitu sebesar 10,6905 mg/g, dengan mengikuti model Freundlich dengan koefisien linier (R^2) 0,980.

Kata Kunci : lempung bentonit, benzalkonium klorida, *rhodamine B*, aktivasi asam.

ABSTRACT

This paper discusses the modification of acid-activated and surfactant intercalated bentonite clay as an adsorbent in the absorption of rhodamine B. A sulphuric acid of 1.5 M was used as the acid-activator whereas benzalkonium chloride (BKC) of various concentrations namely 0.1; 0.5; and 1% were used for the intercalation. The characterization of the adsorbent was carried out by using X-ray diffraction method for determining the changes of basal spacing d_{001} and FTIR spectrophotometer was applied for determining the functional groups of the adsorbent. The characterization result showed that the changes of basal spacing d_{001} for A_o , A_a , $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$ and A_{a1} were 17.3312; 17.1642; 16.1432; 16.1680; and 19.7156 Å respectively. The $A_{a0,1}$ adsorbent showed the highest surface acidity which was of 1.8657 ± 0.0111 mmol/g. The specific surface area for A_o , A_a , $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$, and A_{a1} were 89.6888; 90.1982; 90.3896; 90.3110 and 90.3053 m²/g, respectively. The optimum time of adsorption was 90 minutes, which can adsorp adsorbate of 22.0944 mg/g. The highest adsorption capacity was shown by 0.1% BKC intercalated adsorbent ($A_{a0,1}$) was 10.6905 mg/g following the Freundlich model with a linear coefficient (R^2) of 0.980.

Keywords : Bentonit clay, benzalkonium chloride, rhodamine B, acid-activated.

PENDAHULUAN

Perkembangan sektor industri tekstil saat ini semakin pesat dan hal tersebut juga dapat berdampak negatif bagi kehidupan dan lingkungan manusia yang dapat menyebabkan pencemaran ekosistem air diakibatkan oleh zat warna dari industri tekstil tersebut. Salah satu pewarna sintetik yang berbahaya adalah *Rhodamine B* karena sifatnya yang toksik terhadap lingkungan. Oleh karena sifatnya yang beracun ini, maka diperlukan upaya untuk menghilangkan zat-zat warna dari air limbah industri agar benar-benar aman untuk lingkungan perairan (Sunardi, 2012).

Proses adsorpsi merupakan salah satu metode alternatif yang digunakan untuk menghilangkan warna tersebut. Selain itu kita ketahui wilayah Indonesia mempunyai cadangan tanah lempung yang cukup besar namun, pemanfaatannya masih belum optimal. Lempung tersusun dari mineral alumina silikat yang mempunyai struktur kristal berlapis dan berpori. Lempung bentonit merupakan mineral dengan kandungan utama monmorillonit kurang lebih 85%. Lempung bentonit mempunyai kemampuan mengembang (*swellability*) karena ruang antar lapis (*interlayer*) yang dimilikinya, dan dapat mengadsorpsi ion-ion atau molekul terhidrat dengan ukuran tertentu (Suarya, 2010).

Pemanfaatan sifat khas montmorillonit yang mudah mengembang dan memiliki kapasitas pertukaran ion yang tinggi, maka lempung ini dapat disisipi dengan suatu bahan lain untuk memperoleh sifat fisiko-kimianya lebih baik dibandingkan dengan lempung sebelum dimodifikasi. Metode untuk memodifikasi lempung yang sering digunakan adalah interkalasi. Interkalasi merupakan suatu proses penyisipan spesies kimia secara reversibel ke dalam antarlapis suatu struktur yang mudah mengembang (antarlapis silikat montmorillonit) tanpa merusak strukturnya (Tan, 1991).

Interkalasi ke dalam struktur lempung mengakibatkan peningkatan luas permukaan, *basal spacing* (jarak dasar antarlapis silikat montmorillonit), dan keasaman permukaan yang berpengaruh terhadap daya adsorpsinya. Simpen (2001) menyatakan lempung montmorillonit teraktivasi asam sulfat 1,5 M terpilat TiO_2 memiliki luas permukaan dan

keasaman permukaan yang relatif lebih tinggi daripada lempung tanpa dimodifikasi. Penelitian Esati (2008), dinyatakan bahwa lempung yang terinterkalasi BKC ke dalam montmorillonit teraktivasi asam sulfat 1,5 M memiliki luas permukaan dan keasaman permukaan yang tinggi yaitu sebesar $27,7885 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $1,0135 \text{ mmol/g}$, dibandingkan dengan lempung tanpa terinterkalasi BKC dan aktivasi asam sulfat 1,5 M memiliki luas permukaan dan keasaman permukaan sebesar $26,2239 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $0,5000 \text{ mmol/g}$.

Cadangan lempung yang cukup besar dan dapat mengadsorpsi tersebut, maka dilakukannya modifikasi terhadap lempung sehingga dapat menyerap zat warna *rhodamine B*. Penelitian ini dilakukan modifikasi lempung bentonit teraktivasi asam sulfat 1,5 M dengan BKC.

MATERI DAN METODE

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi lempung bentonit, benzalkonium klorida (BKC) 50%, zat pewarna *rhodamine B*, Asam sulfat (H_2SO_4), BaCl_2 , AgNO_3 , NaOH , HCl , indikator pp, asam palmitat, larutan metilen biru, dan aquades.

Peralatan

Alat yang digunakan meliputi labu ukur, pipet ukur, pipet volume, erlenmeyer, gelas ukur, gelas beker, pipet tetes, penggerus porselin, lumpang, ayakan $250 \mu\text{m}$, oven, pengaduk magnet, pemanas, corong, stopwatch, bola hisap, kertas saring Whatman no.42, timbangan analitik, XRD-6000, Spektrofotometer Inframerah, dan Spektrofotometer uv-vis.

Cara Kerja

Lempung yang sudah bersih dimasukkan sebanyak 100 g ke dalam 500 mL larutan 1,5 M dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam. Kemudian disaring dan dicuci dengan air panas sampai terbebas dari ion sulfat (tes negatif terhadap BaCl_2), selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu $110 - 120^\circ\text{C}$ sampai mendapatkan berat lempung yang konstan dan diayak menggunakan ayakan ukuran $250 \mu\text{m}$

kemudian diberi kode (A_a) sedangkan lempung yang tanpa aktivasi diberikan kode (A_o).

Lempung hasil aktivasi dimasukkan sebanyak 8 g ke dalam 400 mL akuades dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 5 jam. Selanjutnya suspensi ditambahkan sedikit demi sedikit larutan surfaktan BKC dengan konsentrasi 0,1%; 0,5%; dan 1% (v/v), kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam, dan lempung diberi kode $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$, A_{a1} . Setelah ditambahkan BKC selanjutnya ditambahkan 2 g asam palmitat dan diaduk kembali dengan pengaduk magnet selama 48 jam. Kemudian campuran disaring dan dicuci dengan aquades hingga bebas dari ion klorida (uji negatif terhadap $AgNO_3$). Padatan hasil pencucian ($A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$, A_{a1}) dikeringkan dalam oven pada suhu 100–120°C. Selanjutnya lempung digerus, dan diayak dengan ayakan 250 μm .

Karakterisasi A_o , A_a , $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$ dan A_{a1} dilakukan dengan menggunakan XRD untuk mengetahui basal spacing d_{001} , Spektrofotometer Inframerah (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsional, metode metilen biru untuk mengukur luas permukaan, metode titrasi untuk menentukan keasaman permukaan dan spektrofotometer UV-vis menentukan konsentrasi sisa adsorbat setelah diadsorpsi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan *basal spacing* d_{001}

Interkalasi BKC ke dalam ruang antarlapis lempung bentonit ternyata tidak menyebabkan peningkatan jarak antarlapis atau *basal spacing* d_{001} lempung, dikarenakan hasil dari difraktogram puncak tidak bergeser ke arah 2θ yang lebih kecil. Kemungkinan keadaan ini disebabkan oleh surfaktan BKC yang terinterkalasi terdistribusi ke dalam ruang antarlapis lempung cenderung posisinya

horizontal atau dengan kata lain oligomer BKC tidak membentuk struktur pillar (tiang) sehingga secara signifikan tidak meningkatkan jarak antarlapis (*basal spacing* d_{001}) lempung. Berikut ini hasil dari pengukuran *basal spacing* d_{001} yang dirangkum dalam Tabel 1.

Tabel 1. Nilai pergeseran *basal spacing* d_{001} adsorben

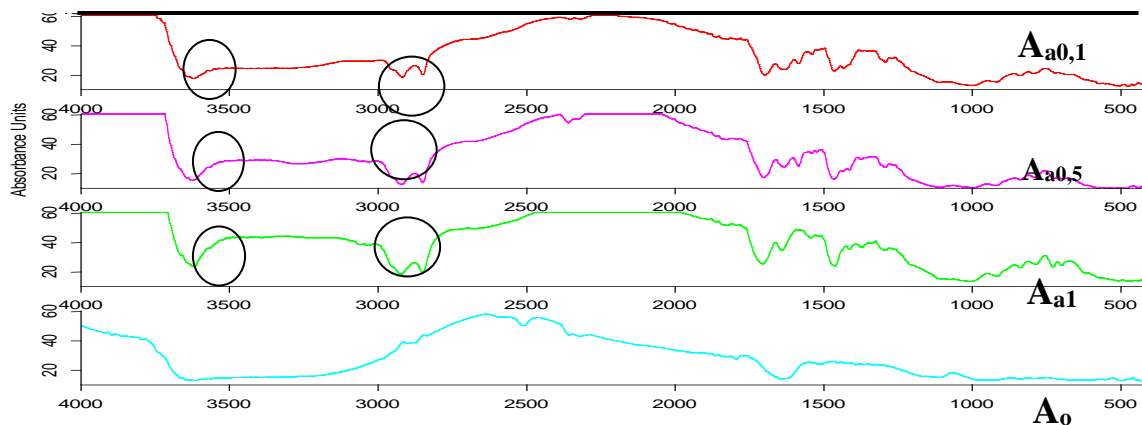
No.	Adsorben	2θ ($^\circ$)	d (\AA)
1	A_o	5,0948	17,3312
2	A_a	5,1444	17,1642
3	$A_{a0,1}$	5,4700	16,1432
4	$A_{a0,5}$	5,4616	16,1680
5	A_{a1}	4,4783	19,7156

Tabel 1 menunjukkan bahwa interkalasi BKC 1% menghasilkan peningkatan jarak antarlapis (*basal spacing* d_{001}) yang paling besar tetapi tidak berkontribusi terhadap besarnya luas permukaan.

Analisis Spektra Inframerah

Karakterisasi dari adsorben yang terinterkalasi BKC ke dalam antar lapis lempung dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui dan mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam adsorben tersebut. Gambar 1 dapat dijelaskan bahwa terjadi perubahan spektra adsorben $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$ dan A_{a1} dibandingkan dengan adsorben A_o . Pita serapan adsorben $A_{a0,1}$ pada bilangan gelombang 2918,30; 2848,86 dan 1465,90 cm^{-1} , yang menunjukkan adanya BKC.

Sedangkan adsorben $A_{a0,5}$ pada bilangan gelombang 2920,23; 2850,79 dan 1465,90 cm^{-1} menunjukkan adanya benzalkonium klorida, dan adsorben A_{a1} pada bilangan gelombang 2924,09; 2850,79 dan 1463,97 cm^{-1} menunjukkan adanya benzalkonium klorida (Fariás *et al.*, 2011).



Gambar 1. Spektra IR Masing - masing Adsorben Lempung

Luas permukaan spesifik adsorben

Luas permukaan adsorben ditentukan secara metode metilen biru (*methylen blue method*). Hasil pengukuran luas permukaan spesifik masing-masing adsorben disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Nilai Luas Permukaan Adsorben

Adsorben	Luas permukaan spesifik S (m ² /g)
A _o	89,6888
A _a	90,1982
A _{a0,1}	90,3896
A _{a0,5}	90,3110
A _{a1}	90,3053

Tabel 2. menunjukkan bahwa terjadi peningkatan luas permukaan spesifik lempung pada interkalasi BKC konsentrasi 0,1% (A_{a0,1}) mencapai luas permukaan spesifik tertinggi dan nilai luas permukaan menurun pada lempung A_{a0,5} dan A_{a1}. BKC dengan konsentrasi 0,1% kemungkinan membuat pori-pori dalam struktur lempung menjadi lebih teratur. Namun, penambahan BKC sebesar 0,5% dan 1% ke dalam antar lapis lempung silikat diduga telah menutupi pori lempung sehingga membuat pori lempung menjadi tidak teratur, sehingga luas permukaan spesifik lempung menjadi berkurang.

Keasaman permukaan adsorben

Penentuan keasaman permukaan dengan metode titrasi asam – basa. Berikut hasil pengukuran keasaman permukaan adsorben disajikan pada Tabel 3 sebagai berikut.

Tabel 3. Nilai Keasaman Permukaan

Adsorben	K _{al} Keasaman Permukaan (mmol/g)	Jumlah Situs aktif (10 ²⁰ atom/g)
A _o	0,8105 ± 0,0001	4,8808
A _a	1,1733 ± 0,0053	7,0656
A _{a0,1}	1,8657 ± 0,0111	11,2352
A _{a0,5}	1,7029 ± 0,0212	10,2547
A _{a1}	1,4816 ± 0,0212	8,9222

Tabel 3 menunjukkan adsorben A_{a0,1} memiliki keasaman permukaan dan jumlah situs aktif yang tinggi yaitu sebesar 1,8657 ± 0,01114 mmol/g dan dengan jumlah situs aktif 11,2352 10²⁰ atom/g. Peningkatan keasaman permukaan yang terjadi pada adsorben tersebut disebabkan oleh pengaktifan lempung dengan asam sulfat. Selain itu, diduga lempung juga mendapatkan sumbangan situs aktif dari surfaktan kationik yang diinterkalasi ke dalam antarlapis lempung, sehingga keasaman permukaan lempung menjadi bertambah.

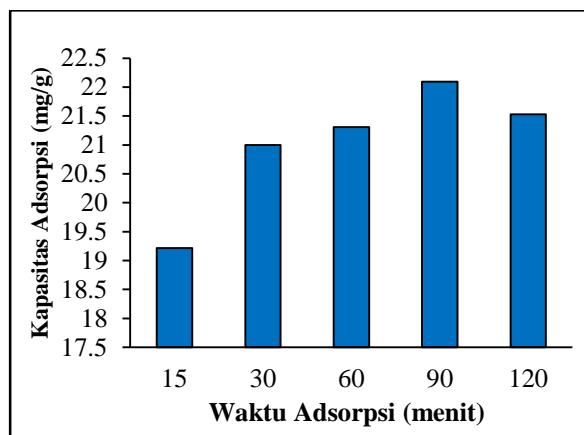
Waktu setimbang adsorpsi

Variasi waktu yang digunakan untuk penentuan waktu adsorpsi optimum yaitu 15, 30, 60, 90 dan 120 menit. Hasil analisis adsorbat dengan spektrofotometer UV-vis didapatkan data adsorbansi dan jumlah adsorbat yang terjerap dengan variasi waktu pada Gambar 2.

Gambar 2 menunjukkan bahwa waktu adsorpsi optimum yaitu 90 menit yang dapat

Modifikasi Lempung Bentonit Teraktivasi Asam dengan Benzalkonium Klorida sebagai Adsorben Zat Warna *Rhodamine B* (Ni Putu Widya Tironika Dewi, I Nengah Simpen, dan I Wayan Suarsa)

mengadsorpsi adsorbat terbanyak yaitu sebesar 22.094 mg/g.



Gambar 2. Berat adsorbat yang teradsorpsi dengan variasi pengadukan 15; 30; 60; 90; dan 120 menit.

Penentuan isoterm adsorpsi dan kapasitas adsorpsi

Isoterm adsorpsi menggunakan model Langmuir dan Freundlich untuk menyatakan

pola adsorpsi yang terjadi. Isoterm Langmuir menunjukkan bahwa proses adsorpsi terjadi secara kimia yang mana situs aktif lempung akan berinteraksi dengan *rhodamine B*. Sedangkan isoterm Freundlich merupakan isoterm yang menggambarkan proses adsorpsi secara fisika. Penentuan pola isoterm adsorpsi ditentukan berdasarkan 2 persamaan isoterm adsorpsi yaitu Langmuir dan Freundlich. Hasil dari penentuan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich pada Tabel 4.

Tabel 4 menunjukkan bahwa adsorpsi *rhodamine B* oleh masing-masing adsorben (A_o , A_a , $A_{a0,1}$, $A_{a0,5}$ dan A_{a1}) mengikuti persamaan Freundlich karena memiliki koefisien liniernya (R^2) mendekati 1 yaitu 0,980. Hasil dari penelitian untuk kapasitas adsorpsi maksimum didapatkan dari persamaan Freundlich dengan adsorben teraktivasi asam sulfat 1,5 dan terinterkalasi benzalkonium klorida 0,1 % ($A_{a0,1}$) yaitu sebesar 10,6905 mg/g.

Tabel 4. Hasil Persamaan Isoterm Adsorpsi Langmuir dan Freundlich

Type Adsorben	Model Langmuir		Model Freundlich		
	b (mg/g)	R^2	n	K_F (mg/g)	R^2
A_o	43,4783	0,646	0,7236	0,5333	0,976
A_a	166,6667	0,344	1,1481	6,8865	0,948
$A_{a0,1}$	55,5556	0,872	1,7953	10,6905	0,980
$A_{a0,5}$	142,8571	0,649	1,1521	5,6105	0,973
A_{a1}	62,5	0,612	0,7937	3,3884	0,958

Kapasitas adsorpsi tiap-tiap adsorben dipengaruhi oleh sifat fisiko-kimianya, antara lain *basal spacing*, luas permukaan dan keasaman permukaan. Pernyataan tersebut mendukung bahwa kapasitas

adsorpsi adsorben A_a dan $A_{a0,1}$ lebih tinggi daripada adsorben A_o dan adsorben lainnya. Hal ini dikarenakan A_a dan $A_{a0,1}$ memiliki sifat fisiko-kimia yang relatif lebih baik daripada adsorben yang lain.

Tabel 5. Perbandingan Karakter Sifat Fisiko-Kimia Adsorben

Adsorben	Basal Spacing d_{001} (Å)	Luas Permukaan Spesifik (m^2/g)	Keasaman Permukaan ($mmol/g$)	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
A _o	17,3312	89,6888	0,8105 ± 0,0001	0,5333
A _a	17,1642	90,1982	1,1733 ± 0,0053	6,8865
A _{a0,1}	16,1432	90,3896	1,8657 ± 0,0111	10,6905
A _{a0,5}	16,1680	90,3110	1,7029 ± 0,0212	5,6105
A _{a1}	19,7156	90,3053	1,4816 ± 0,0212	3,3884

Dalam Tabel 5 dapat dilihat adsorben A_{a0,1} memiliki *basal spacing* d_{001} yang paling rendah tetapi A_{a0,1} memiliki nilai luas permukaan dan keasaman permukaan paling tinggi, sehingga tersedia situs aktif dalam jumlah yang cukup banyak, yang dapat mengikat molekul zat warna dalam jumlah yang relatif lebih banyak dibandingkan adsorben lainnya. Adsorben A_{a0,1} juga efektif digunakan sebagai adsorben untuk menyerap zat warna *rhodamine B* karena memiliki kapasitas adsorpsi lebih tinggi dibandingkan dengan dengan A_o, A_a, A_{a0,5} dan A_{a1}. Fenomena ini sejalan dengan penelitian Esati (2008), bahwa lempung yang teraktivasi asam sulfat 1,5 dan terinterkalasi BKC 0,1% memiliki tingkat kejernihan minyak daun cengkeh hasil adsorpsi yang tinggi, sehingga adsorben tersebut sangat baik digunakan untuk mengadsorpsi minyak daun cengkeh yang kotor.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Dari data yang didapatkan dalam penelitian dan hasil pembahasan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut : (a) Lempung yang memiliki *basal spacing* d_{001} tertinggi pada lempung yang teraktivasi asam sulfat 1,5 M terinterkalasi BKC 1% (A_{a1}), dan lempung teraktivasi asam sulfat 1,5 M terinterkalasi BKC 0,1% mempunyai nilai keasaman permukaan tertinggi dan nilai luas permukaan sfesifik tertinggi yaitu sebesar 1,8657 ± 0,01114 mmol/g dan 90,3896 m^2/g dan (b) Adsorben Aa0,1 memiliki kapasitas adsorpsi tertinggi terhadap waktu adsorpsi optimum selama 90 menit dan kapasitas adsordpsi tertinggi dimiliki oleh adsorben teraktivasi asam sulfat 1,5 dan terinterkalasi BKC 0,1 % (A_{a0,1}) yaitu 10,6905 mg/g dengan mengikuti isotherm

adsorpsi Freundlich dengan nilai koefisien liniernya (R^2) 0,980.

Saran

Dari hasil penelitian dan kesimpulan diatas, maka dapat disarankan beberapa hal sebagai berikut (a) perlu dilakukan analisis luas permukaan spesifik adsorben dengan *Gas Sorption Analyzer* dan analisis morfologi permukaan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan (b) perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai jenis interaksi yang terjadi antara adsorben dengan adsorbat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis sampaikan kepada Dr. Drs. I Made Oka Adi Parwata, M. Si., Dra. Emmy Sahara, M.Sc.(Hons) dan Ir. Wahyu Dwijani Sulihingtyas, M.Kes. serta Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana dan semua staf yang membantu sehingga terselesaikannya penelitian dan laporan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Esati, N. K., 2008, Interkalasi Benzalkonium Klorida ke dalam Montmorillonit Teraktivasi Asam Sulfat dan Pemanfaatannya untuk Meningkatkan Kualitas Minyak Daun Cengkeh, *Skripsi*, Universitas Udayana, Bukit Jimbaran.
- Fariás, T., de Ménorval L. C., Zajac J., and Rivera A., 2011, Benzalkonium chloride and sulfamethoxazole adsorption onto natural clinoptilolite: Effect of time, ionic strength, pH and temperature, *Journal of Colloid and Interface Science*, 363 : 465-475.

Modifikasi Lempung Bentonit Teraktivasi Asam dengan Benzalkonium Klorida sebagai Adsorben Zat Warna *Rhodamine B* (Ni Putu Widya Tironika Dewi, I Nengah Simpen, dan I Wayan Suarsa)

- Simpen, I. N., 2001, Preparasi dan Karakterisasi Lempung Montmorillonit Teraktivasi Asam Terpilar TiO_2 , *Tesis*, Program Pasca Sarjana Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
- Suarya, P., Bawa, A. A. P., dan Wisudawan, D., 2010, Interkalasi Tetraetil Ortosilikat (Teos) Pada Lempung Teraktivasi Asam Sulfat dan Pemanfaatannya sebagai Adsorben Warna Limbah Garmen, *Jurnal Kimia*, 4(1):43-48.
- Suarya, P., Simpen, I. N., 2009, Interkalasi Benzalkonium Klorida Ke dalam Montmorillonit Teraktivasi Asam dan Pemanfaatannya untuk Meningkatkan Kualitas Minyak Daun Cengkeh, *Jurnal Kimia*, 3(1):41-46
- Sunardi, Irawati U., Sybianti, N. R., 2012, Sintesis dan Karakterisasi Komposit Kaolin- TiO_2 sebagai Fotokatalis untuk Degradasi Zat Warna Rhodamine B, *Sain dan Terapan Kimia*, Vol.6, No.2, 118-129
- Tan, K. H., 1991, *Dasar – Dasar Kimia Tanah*, Gajah Mada University Press, Yogyakarta, Hal. 105 – 108.