

THE CHARACTERIZATION OF CLAYS FROM LATUHALAT VILLAGE ACTIVATED USING AMMONIUM NITRATE

Karakterisasi Lempung Asal Desa Latuhalat Yang Teraktivasi Amonium Nitrat

Jolantje Latupeirissa*, Eirene Grace Fransina

Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Pattimura University, Kampus Poka, Jl. Ir. M. Putuhena, Ambon 97134

*E-mail: jolatu@fmipa.unpatti.ac.id

Received: September 2013 Published: January 2014

ABSTRACT

Research on characterization clays from Latuhalat village before and after the activation using ammonium nitrate has been carried out. The brick was grinded, washed with aquadest and filtered. The clays was dried for 4 h in oven at 120°C, then it was soaked in HCl 1M for 30 min and was filtered. The clays in oven at 110°C for 5 h. The clays were sieved and activated using ammonium nitrate solution 700 ppm for 5 hours followed by filtration and heating in a furnace with temperature 500°C for 4 hours. The results of this research show that the adsorption of Pb²⁺ metal ions by ammonium nitrate salts, activated clays occur at pH 7 with 4 hours of contact time at concentrations of 100 ppm and heavy absorbent 0.15 g. Next clays are not activated NH₄NO₃ and activated NH₄NO₃ are characterized by SEM, FT-IR, and XRD. After the adsorption clays are characterized also by FT-IR. SEM micrograph with results on samples of clay before and after activated with magnification 10.000x showed a huge difference. Porosity clay before activation is relatively small compared to clay after activated. Sample after sample surface showed that activated the typical micro-structure is clearly visible in the shape of the flat, and slightly layered hexagonal. FT-IR analysis of clay before and after activation, activation and after adsorption showed the results did not very much. On clay prior to activation with NH₄NO₃ on the uptake about 900 cm⁻¹ is the functional group montmorillonite. For the clays after adsorption showed the existence of ties between clay particles with metal. For metal uptake there are areas around 425 cm⁻¹. The result analysis of x-ray diffraction of clays before and after activation of NH₄NO₃ indicates the result value of 2θ in a row is 26,6547⁰ and 26,8775⁰ which is area with indication of quartz SiO₂.

Keywords: Clays, activation, ammonium nitrate, adsorption kinetics, SSA, SEM, FTIR, XRD

PENDAHULUAN

Mineral lempung (*clay*) sangat umum digunakan dalam industri keramik. Mineral lempung merupakan penyusun batuan sedimen dan penyusun utama dari tanah (Nelson, 2001). Lempung adalah material yang memiliki ukuran diameter partikel < 2 μm dan dapat ditemukan dekat permukaan bumi. Bagian luar dari lempung disebut tubuh tanah. Pada tubuh tanah ini terdapat akar-akar dan sisa-sisa tumbuh-tumbuhan dan bahan-bahan organik lainnya yang membusuk, sehingga memberi warna abu-abu sampai hitam pada tubuh tanah. Umumnya unsur-unsur tambahan ini terdiri dari kwarsa dalam bermacam-macam ukuran, *feldspat*, besi, dan sebagainya. Banyaknya unsur tambahan ini bersama unsur organik lainnya menentukan sifat-sifat khas dari bermacam tanah liat. Sifat-sifat

seperti kemungkinan mencair, warna setelah dibakar, dan taraf padat dari sesuatu macam tanah liat sangat dipengaruhi oleh unsur mineral yang ada padanya (Astuti, 1997).

Semua tanah liat mempunyai sifat-sifat yang khas yaitu bila dalam keadaan basah akan mempunyai sifat plastis, bila dalam keadaan kering akan menjadi keras, sedangkan bila dibakar akan menjadi padat dan kuat (Astuti, 1997).

Materi-materi alami, seperti lempung merupakan bahan penyerap yang banyak terdapat di alam. Lempung merupakan salah satu sumber daya alam yang terdapat di hampir seluruh wilayah Indonesia termasuk di Maluku (Wattimena, 2010). Di daerah Maluku desa yang memanfaatkan lempung untuk pembuatan batu bata adalah desa Latuhalat. Secara geografis Latuhalat terletak di sebelah barat kota Ambon.

Keberadaan lempung di desa Latuhalat sangat melimpah, lempung juga murah dan sangat mudah diperoleh, sehingga banyak penduduk desa Latuhalat yang menjadi produsen batu bata.

Mineral lempung dalam keadaan awalnya memiliki daya serap yang rendah. Bila mineral lempung dikontakkan dengan asam anorganik maka akan terjadi penghilangan bermacam-macam mineral sehingga akan memperbesar pori-pori (Gondok, 2000).

METODOLOGI

Alat

Seperangkat peralatan gelas, Difraktometer sinar-X, Spektroskopi infra merah (FT-IR), Scanning electron microscope (SEM), Tanur listrik, Timbangan analitik OHAUS, Oven (Mommert) Ayakan, Shaker GFL 3005.

Bahan

Sisa buangan bata yang diperoleh dari sentra pembuatan batu bata di desa Latuhalat, asam klorida, amonium nitrat, perak nitrat, akuades, akuabides, kertas saring whatmanNo.42.

Persiapan Sampel

Lempung yang telah diambil, dicuci dengan akuades beberapa kali, kemudian disaring hingga diperoleh lempung yang bebas dari pengotor seperti pasir, kerikil, dan akar tumbuhan. Selanjutnya, lempung dikeringkan selama 2-4 jam dalam oven pada temperatur 120⁰C. Penyiapan sampel dilakukan dengan melakukan perendaman sampel dalam HCl 1 M selama kurang lebih 30 menit. Setelah itu, sampel dicuci dengan akuades hingga bebas klorida yang mungkin terdapat pada permukaan lempung sampai filtrat yang diperoleh jernih dan bebas ion Cl, diuji dengan AgNO₃. Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 110⁰C selama 5 jam, selanjutnya diayak/tapis dengan ayakan. Lempung kemudian dikarakterisasi dengan XRD, SEM, dan IR.

Aktivasi dengan garam ammonium nitrat (NH₄NO₃)

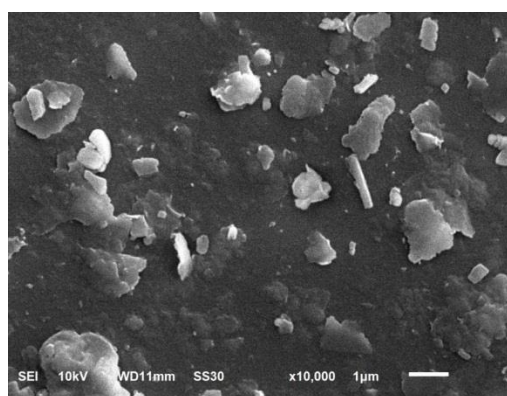
Butiran lempung hasil preparasi selanjutnya direndam dalam larutan ammonium nitrat NH₄NO₃ pada konsentrasi 700 ppm, yang dibuat dengan melarutkan 700 mg NH₄NO₃ dalam 1 liter akuades. Perendaman dilakukan selama 5 jam. Sampel kemudian disaring dan dipanaskan dalam tanur listrik pada suhu 550⁰C selama kurang lebih 4 jam. Sampel lempung yang telah

diaktifkan selanjutnya dapat digunakan untuk penentuan daya adsorpsi. Lempung yang teraktivasi kemudian dikarakterisasi dengan SEM, FTIR, dan XRD

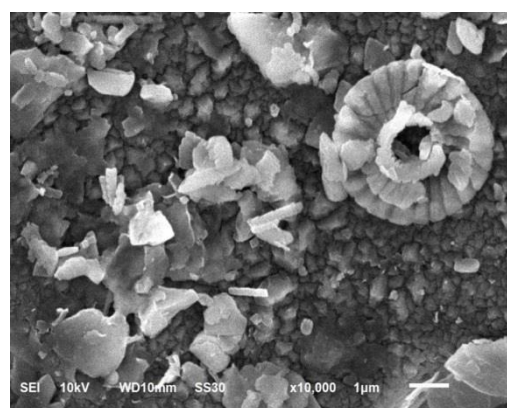
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi lempung sebelum dan sesudah teraktivasi amonium nitrat menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope)

Karakteristik lempung sebelum dan sesudah teraktivasi amonium nitrat dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope) untuk mengetahui morfologi permukaan lempung. Hasil micrograph dengan SEM pada sampel lempung sebelum dan sesudah diaktivasi dengan perbesaran 10.000x diperlihatkan pada gambar 1.



(a)



(b)

Gambar 1. Hasil micrograph lempung sebelum diaktivasi (a) dan sesudah diaktivasi (b)

Hasil micrograph pada Gambar 1 (a) dan (b), menunjukkan bahwa porositas lempung sebelum aktivasi relatif kecil dibandingkan dengan porositas lempung sesudah diaktivasi. Lempung sebelum teraktivasi menunjukkan cekungan pori yang kurang jelas, ukuran pori yang kecil dan

berwarna hitam. Lempung yang sudah diaktivasi terlihat bahwa permukaan sampel adalah khas, struktur mikro atau bentuk butir terlihat jelas yaitu berbentuk pipih, berlapis-lapis dan sedikit heksagonal yang tersusun berlapis-lapis. Selain itu, hasil micrograph lempung sesudah diaktivasi menunjukkan ukuran pori yang besar dan berwarna putih keabu-abuan.

Karakterisasi lempung sebelum teraktivasi amonium nitrat, sesudah teraktivasi amonium nitrat dan setelah adsorpsi menggunakan FT-IR

Identifikasi spektrum data infra merah secara kualitatif menghasilkan pola yang khas untuk mineral lempung tidak teraktivasi, teraktivasi NH₄NO₃ dan teradsorpsi dan puncak-puncak bilangan gelombang spesifik, diperlihatkan pada tabel 1.

Tabel 1. Gugus-gugus fungsi pada lempung berdasarkan spektra IR

Kode Sampel	Hasil Analisis (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi	
LSDA	437,6	Si-O tekuk	
	481,25	Si-O-Si tekuk	
	517,9	Si-O-Al tekuk	
	911,38	Montmorilonit dan vibrasi O-Al-O	
	1004,93	Renggangan asimetris O-Si-O	
	1687,74	Gugus -OH tekuk	
	3642,63	Al-Mg-OH/Al-Al-OH ulur	
	3696,64	OH(Al-OH) tekuk	
	LSSDA	435,92	Si-O tekuk
		476,43	Si-O-Si tekuk
516,93		Si-O-Al tekuk	
1004,93		Renggangan asimetris O-Si-O	
1653,02		Gugus -OH tekuk	
3642,63		Al-Mg-OH/Al-Al-OH ulur	
3659,99		OH(Al-OH) tekuk	
LSA		425,31	Intensitas kuat dengan logam
	435,92	Si-O tekuk	
	481,25	Si-O-Si tekuk	
	516,93	Si-O-Al tekuk	
	1004,93	Renggangan asimetris O-Si-O	
	1683,89	Gugus -OH tekuk	
	3629,13	Al-Mg-OH/Al-Al-OH ulur	
	3656,13	OH(Al-OH) tekuk	

Keterangan

LSDA = Lempung sebelum diaktivasi

LSSDA = Lempung sebelum diaktivasi

LSA = Lempung setelah adsorpsi

Dari ketiga spektra inframerah tersebut dapat diamati bahwa ketiga spektra tidak terlalu memperlihatkan perbedaan yang signifikan.

Puncak serapan tajam pada daerah sekitar 1000 cm⁻¹ adalah karakteristik vibrasi ulur dari Si-O dan -OH (Flanigen, dkk., 1971)

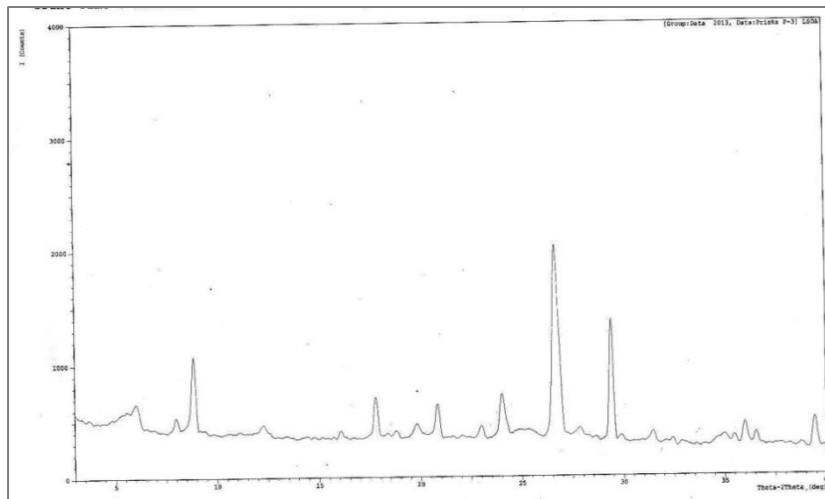
Serapan pada daerah sekitar 1600 dan 3400 cm⁻¹ berturut-turut adalah serapan untuk vibrasi tekuk -OH yang terperangkap dalam kisi Kristal dan vibrasi ulur -OH. Dari seluruh data puncak-puncak serapan dapat menunjukkan bahwa sampel mengandung kaolin yang dari mineral-mineral yang memiliki gugus fungsional -OH dan SiO₂, merupakan mineral silikat yang menyerap air. Hal ini mengarahkan dugaan pada berbagai mineral silikat kelompok lempung yang menyerap air seperti kaolinit, halosit, klorit, smektit dan illit.

Pada spektrum FTIR menunjukkan adanya sedikit pergeseran dan perbedaan serapan pada daerah sekitar 900 cm⁻¹ yang merupakan daerah gugus fungsi montmorilonit. Gugus fungsi montmorilonit hanya muncul pada lempung sebelum diaktivasi dengan amonium nitrat. Sesudah diaktivasi dengan amonium nitrat dan setelah adsorpsi gugus fungsi montmorilonit tidak muncul pada daerah serapan sekitar 900 cm⁻¹. Hal yang sama juga terjadi untuk lempung setelah adsorpsi, menunjukkan adanya ikatan antara lempung dengan logam pada daerah serapan sekitar 425 cm⁻¹.

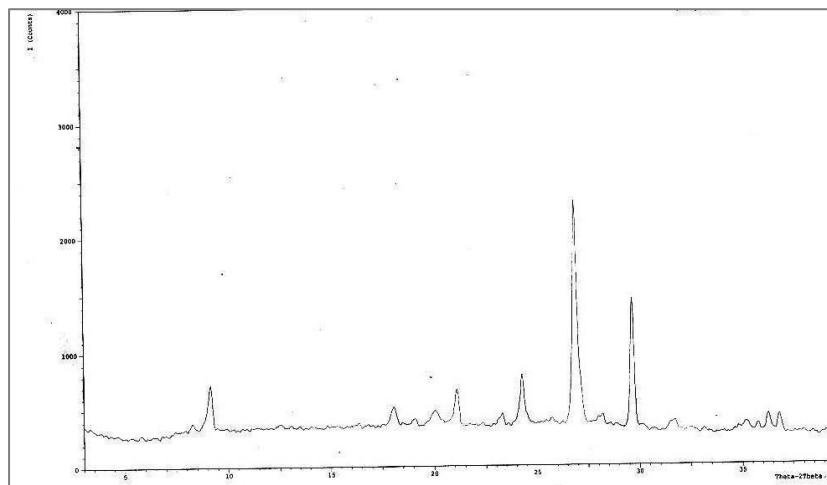
Untuk daerah kaolin sebelum diaktivasi, sesudah diaktivasi dan setelah adsorpsi terus muncul dan tidak mengalami pergeseran daerah serapan yaitu tetap pada daerah sekitar 1004,93.

Karakterisasi lempung sebelum teraktivasi dan sesudah teraktivasi ammonium nitrat menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X bertujuan untuk mengkaji data lempung dari desa Latuhlat sebelum dan sesudah aktivasi NH₄NO₃. Metode analisis difraksi sinar-X dapat digunakan untuk menentukan *basal spacing* sampel lempung. Difraktogram hasil analisis XRD lempung sebelum aktivasi dan sesudah aktivasi diperlihatkan dalam bentuk nilai 2θ yang pada gambar 2 dan gambar 3.



Gambar 2. Difraktogram lempung sebelum diaktivasi



Gambar 3. Difraktogram lempung sesudah diaktivasi

Dari gambar di atas, difraktogram lempung sebelum dan sesudah aktivasi, masing-masing memperlihatkan tiga puncak posisi yang memiliki intensitas tinggi. Tiga puncak posisi tersebut yang ditunjukkan dalam bentuk nilai 2θ . Puncak-puncak setiap mineral lempung adalah khas, sudut difraksi 2θ berhubungan dengan bidang kisi kristal mineral yang dianalisis. Identifikasi komponen penyusun sampel dilakukan dengan mencocokkan harga d_{hkl} yang dihitung berdasarkan nilai 2θ yang ada pada difraktogram dengan harga d_{hkl} mineral yang terdapat pada *mineral powder diffraction file*. Nilai 2θ dan d diperlihatkan pada Tabel 2.

Pada gambar 2 dan gambar 3 terlihat bahwa difraktogram lempung sebelum diaktivasi dan setelah diaktivasi menunjukkan nilai 2θ dan d_{hkl} yang berbeda. Hasil difraksi sinar-X

menunjukkan bahwa aktivasi menyebabkan terjadi pergeseran jarak dasar pada lempung teraktivasi amonium nitrat. Untuk lempung sebelum diaktivasi nilai $2\theta = 26,6547$ ($d = 3,34166$) memiliki intensitas tertinggi yang merupakan daerah karakteristik kuarsa. $2\theta = 29,3738$ ($d = 3,03822$) merupakan daerah karakteristik silika dan $2\theta = 8,8484$ ($d = 9,98572$) adalah daerah karakteristik montmorilonit. Sedangkan untuk lempung setelah diaktivasi nilai $2\theta = 26,8775$ ($d = 3,31446$) memiliki intensitas tertinggi yang juga merupakan daerah karakteristik kuarsa. $2\theta = 29,6464$ ($d = 01090$) merupakan daerah silika dan $2\theta = 24,2565$ ($d = 3,66634$) merupakan daerah karakteristik kaolinit.

Dari data ini terlihat bahwa posisi puncak yang merupakan daerah karakteristik kuarsa sebelum diaktivasi mengalami pergeseran ke kiri

sebesar $0,0272^0$ setelah diaktivasi, Posisi puncak daerah karakteristik kaolonit juga mengalami pergeseran ke kiri sebesar $0,0272^0$ setelah diaktivasi, dan posisi puncak daerah karakteristik. Pergeseran posisi puncak ke kiri menyebabkan peningkatan jarak dasar. Peningkatan jarak dasar terjadi karena kemampuan sampel untuk mengembang. Selain itu hal ini juga terjadi karena kation terhidrat pada permukaan antar lapis lempung sebagai bahan dasar pembuatan batu bata ditukar dengan kation yang berukuran besar setelah diaktivasi. Dalam hal ini ion NH_4^+ .

Tabel 2. Data pengukuran jarak dasar lempung sebelum dan sesudah diaktivasi dengan amonium nitrat menggunakan XRD

Kode Sampel	Puncak Posisi yang memiliki intensitas tinggi	2θ Derajat	d -spacing Å
LSDA	1	26,6547	3,34166
	2	29,3738	3,03822
	3	8,8484	9,98572
LSSDA	1	26,8775	3,31446
	2	29,6464	3,01090
	3	24,2565	3,66634

Keterangan :

LSDA = Lempung sebelum diaktivasi

LSSDA = Lempung sesudah diaktivasi

Pergeseran jarak dasar yang kecil juga mengindikasikan bahwa aktivasi lempung dengan amonium nitrat hanya terjadi di permukaan saja sehingga tidak merusak kisi. Dari hasil difraktogram terlihat bahwa intensitas puncak kuarsa, kaolonit, pada lempung sesudah diaktivasi lebih tinggi dibandingkan dengan dengan intensitas ketiga puncak tersebut pada lempung sebelum diaktivasi. Dengan kata lain adsorben lempung setelah diaktivasi cenderung memiliki kekristalan yang lebih baik daripada lempung sebelum diaktivasi sehingga daya jerap lempung sesudah diaktivasi lebih baik dari lempung sebelum diaktivasi.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Porisitas lempung teraktivasi lebih besar dari sebelum teraktivasi ammonium nitrat.

2. Hasil difraksi sinar-X aktivasi menyebabkan terjadi pergeseran jarak dasar pada lempung teraktivasi amonium nitrat.
3. Daerah kaolin sebelum diaktivasi, sesudah diaktivasi dan setelah adsorpsi terus muncul dan tidak mengalami pergeseran daerah serapan yaitu tetap pada daerah sekitar 1004,93.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Lembaga Penelitian Universitas Pattimura, Ambon dan DP₂M Direktorat Pendidikan Tinggi Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan RI atas disetujui dan didanainya penelitian ini sesuai dengan surat perjanjian pelaksanaan pekerjaan penelitian Hibah Bersaing tahun anggaran 2013, nomor : 07.2/UN13/SPK-PJ/LP HB/2013 tanggal 17 Juni 2013

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, A., 1997. *Pengetahuan Keramik*, edisi 1, Penerbit Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Flanigen, E.E., Khatami, H., Szymanski, H.A., *Infrared Structural Studies of Zeolite Framework Molecule Sieve Zeolit I*. American Society Adv. In Chemistry Series No. 10, WASHINGTON, 291-297.
- Gondok, Y. 2000, *Penyerapan kation Logam Berat Timbal, Nikel dan Kobal dengan menggunakan Mineral Clay Abu-Abu dan merah-kuning*, Sainstek (III), 1-7.
- Muhdarina, dan Erman.. 1999. *Identifikasi dan Modifikasi Beberapa Karakter Lempung Alam*. Laporan Penelitian. Pekanbaru : 2010 Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Riau.
- Nelson, S. A. *Clay Minerals*. Tulane University.
- Sastrohamidjojo, H, 1991. *Spektroskopi*, Penerbit Liberty. Yogyakarta.
- Wattimena, O. 2010. *Adsorpsi Logam Pb Pada Lempung Teraktivasi Amonium Nitrat*. Skripsi. Ambon : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pattimura.