

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Parameter dan Variabel

3.1.1. Parameter

- Jarak antar lapis sebelum dan sesudah perlakuan
- Jumlah kation TMA yang terinterkalasi

3.1.2. Variabel tetap

- Konsentrasi larutan TMACl
- Ukuran Partikel bentonit
- Temperatur

3.1.3. Variabel tidak tetap

- Waktu reaksi

3.2. Alat dan bahan

3.2.1. Alat-alat

- | | |
|----------------------------|-------------------|
| - Peralatan gelas | - Neraca analitik |
| - Ayakan 106 μm | - Mortar |
| - Pengaduk magnetik | - Desikator |
| - Termometer | - Oven |
| - Sentrifuge | - Kertas saring |

- Difraktometer sinar-X
- FTIR
- AAS
- TGA dan DTA

3.2.2. Bahan-bahan

- Bentonit alam Boyolali
- Perak Nitrat
- Tetra Metil Ammonium Klorida
- Akuades
- Natrium klorida
- Akuabides
- Ammonium hidroksida

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Preparasi larutan

a. Larutan Tetra Metil Ammonium Klorida 1 %

Sebanyak 10 g TMACl dilarutkan dalam 250 mL akuades kemudian diencerkan hingga 1000 ml.

b. Larutan Natrium Klorida 1 M

Sebanyak 58,5 g garam NaCl dilarutkan dalam 250 mL akuades kemudian diencerkan hingga 1000 mL.

c. Larutan Ammonium Hidroksida 2 %

Sebanyak 40 mL larutan NH_4OH 25 % diencerkan dengan akuades hingga volumenya 500 mL.

d. Larutan AgNO_3 0,00015 M

Sebanyak 0,5 g AgNO_3 padat dilarutkan dalam 20 mL akuades.

3.3.2. Preparasi dan karakterisasi sampel

Pada tahap tersebut terlebih dahulu dilakukan identifikasi awal bentonit alam menggunakan metode difraksi sinar-X, kemudian dilakukan tahap-tahap sebagai berikut:

3.3.2.1. Pemisahan montmorilonit dari bentonit

Pemisahan montmorilonit dari mineral-mineral lain dalam bentonit dilakukan dengan metode fraksinasi ukuran partikel. 50 g bentonit alam didispersikan ke dalam 800 mL akuades yang mengandung 20 mL NH_4OH 2 %, lalu diaduk selama 15 menit. Suspensi yang terjadi didiamkan selama 2 menit. Sedimen yang turun dipisahkan dari suspensi dengan cara dekantasi. Suspensi yang didapat didiamkan lagi selama 10 menit. Sedimen yang turun dipisahkan dengan cara yang sama. Langkah-langkah di atas diteruskan untuk pendiaman 2 dan 4 hari. Suspensi yang diperoleh sudah lebih jernih, selanjutnya dituang dan kemudian sentrifuse selama 15 menit dengan kecepatan 3400 rpm. Residu yang didapat dipisahkan dan dikeringkan dalam oven pada 110 °C. Residu kering digerus dan diayak dengan ukuran 200 mesh (106 μm). Selanjutnya montmorilonit hasil pemisahan tersebut dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X.

3.3.2.1. Pengubahan montmorilonit hasil pemisahan menjadi Na-Montmorilonit

Montmorilonit hasil proses pemisahan sebanyak 40 g didispersikan ke dalam 700 mL NaCl 1 M, diaduk selama 24 jam pada temperatur 70 °C. Setiap 24 jam, larutan NaCl 1 M diganti dengan yang segar, demikian seterusnya hingga 7 kali

penggantian. Sedimen dipisahkan dengan dekantasi, kemudian dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa ion klorida, dan dites dengan larutan AgNO_3 hingga negatif (tidak ada endapan putih AgCl). Montmorilonit dikeringkan pada temperatur $100\text{ }^\circ\text{C}$. Hasil yang diperoleh merupakan Na-montmorilonit. Na-montmorilonit kering dianalisa dengan AAS untuk mengetahui kandungan ion Na^+ , K^+ , Ca^{++} , dan Mg^{++} yang digunakan untuk menghitung KPK. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan difraksi sinar-X, analisis deferensial termal (DTA) dan analisis termogravimetri (TGA).

3.3.3. Sintesis dan Karakterisasi TMA-Montmorilonit

Sebanyak 5 g Na-montmorilonit 200 mesh didispersikan ke dalam 400 mL larutan TMACl 1 %, kemudian diaduk selama 12 jam. Senyawa yang diperoleh dicuci dengan air bebas mineral, supernatan yang diperoleh dites dengan AgNO_3 sampai ion klorida negatif. Kemudian dikeringkan dengan desikator. Bahan kering digerus dengan mortar sampai ukuran 200 mesh. Langkah-langkah tersebut di atas diulangi untuk waktu pengadukan 24, 36, 48, dan 60 jam. Kemudian kelima hasil akhir yang diperoleh dikarakterisasi dengan metode difraksi sinar-X, DTA dan TGA.