Makmur Sirait, Dr, M.Si, Drs, NIP 196303061989031009, Pangkat Pembina Utama Muda, Gol IV C. Lahir Di Lumbanjulu Tanggal 6 Maret 1963. Riwayat Pendidikan Lulus SD Negeri Lumbanjulu Tahun 1975. Lulus SMP Negeri Lumbanjulu Tahun 1979. Dan lulus SMA Negeri 2 P. Siantar Tahun 1982. Melanjutkan Studi ke IKIP Medan

Jurusan Fisika Tahun 1982 dan Lulus Sarjana Pendidikan Fisika Pada Tahun 1987. Pada Tahun 1990 Melanjutkan S2 ke Universitas Gajah

Pada tahun 2009 melanjutkan studi S3 di Universitas Sumatera Utara Program Studi Fisika Bidang Fisika Material Lulus tahun 2014. Sebagai Dosen Jurusan Fisika Universitas Negeri Medan Sejak Tahun 1989 sampai sekarang dan dosen Pascasarjana Universitas Negeri Medan. Pernah menjadi Sekretaris Jurusan Fisika selama 2 Periode, yakni Periode 2002/2006 dan Periode 2006/2010. Sekarang menduduki jabatan sebagai Ketua prodi Fisika 2015/2019 di FMIPA Universitas Negeri Medan. Selain itu merupakan Staff ahli di Lembaga Penelitian Unimed sejak 2011 sampai Sekarang, dan Reviewer Internal Penelitian 2015 sampai sekarang. Telah menulis beberapa Artikel baik Nasional Maupun Internasional. Dan telah banyak menerima Hibah Penelitian dari Skim Nasional.

ISBN 978-602-52467-1-5

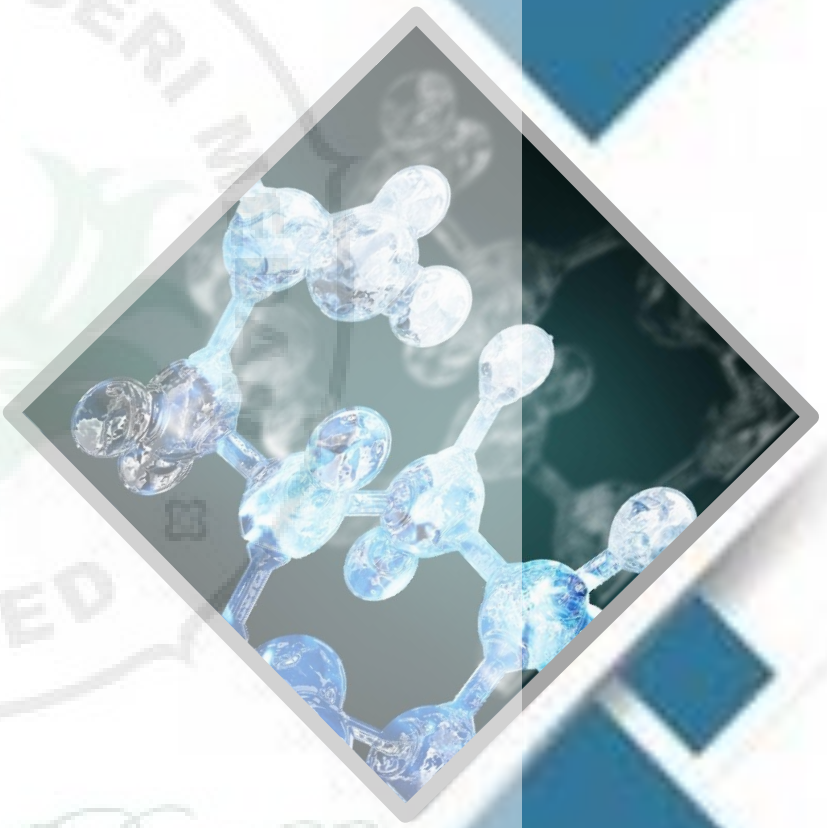
9 786025 246715

Makmur Sirait

Polyvinyl Alkohol dan Campuran Bentonit

MONOGRAF

Penerbit :
Lembaga Penelitian
Unimed



POLYVINYL ALKOHOL DAN CAMPURAN BENTONIT

Makmur Sirait

Monograf

Polyvinyl Alkohol dan Campuran Bentonit

Copyright©2018 hak cipta Dilindungi Undang-Undang
Dilarang mengutip, menscan atau memperbanyak dalam bentuk apapun tanpa izin tertulis dari penulis/Penerbit

Penulis :
Dr. Makmur Sirait, M.Si

Disain Sampul :
Yeyen Widianto

Editor :
Nurdin Siregar
Nurdin Bukit

Cetakan Pertama : Juli 2018
Viii, 96 halaman; 16 x 22 cm
ISBN : 9786025246715

Penerbit
Lembaga Penelitian Unimed
Gedung Lembaga Penelitian Lantai 2
Jl. Willem Iskandar Pasar V
Medan Estate 20221
Email: unimedlemlit@gmail.com

KATA PENGANTAR

Puji Syukur Penulis ucapkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya sehingga penulis telah dapat menyelesaikan buku monograf dengan judul :

"Polyvinyl Alkohol dan Campuran Bentonit".

Buku monograf ini merupakan hasil penelitian penulis pada hibah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi tahun 2016 dan 2017. Buku ini sangat penting untuk menambah informasi data penelitian bagi mahasiswa, dosen dan peneliti untuk mendalami penelitian dalam bidang nanokomposit.

Buku ini diharapkan menjadi salah satu rujukan yang berguna bagi mahasiswa dan dosen serta peneliti. Buku ini dirangkum dari hasil penelitian unggulan perguruan tinggi tahun 2016 tentang pembuatan nanobentonit dan tahun 2017 tentang campuran nanobentonit dengan komposit Polyvinyl Alkohol.

Buku ini masih jauh dari yang diharapkan, baik pengetikan, penataan dan isinya. Oleh karena itu, penulis

dengan senang hati menerima saran-saran dan kritik-kritik yang konstruktif untuk perbaikan dan penyempurnaan dalam penyusunan berikutnya.

Mudah-mudahan Buku ini dapat bermanfaat bagi para mahasiswa, Dosen dan peneliti .

Medan, Juli 2018

Dr. Makmur Sirait, M.Si

UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
UNIMED
THE Character Building UNIVERSITY

DAFTAR ISI

Kata Pengantar i
Daftar Isi iii
Daftar Tabel v
Daftar Gambar vi
BAB I. PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang Masalah 1
1.2 Perumusan Masalah 6
1.3 Tujuan Dan Manfaat Penelitian 7
1.3.1 Tujuan Penelitian 7
1.3.2 Manfaat Penelitian 8
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA 10
2.1 Bentonit Alam 10
2.2 Struktur Bentonit 15
2.3 Tipe Bentonit dan Pemanfaatannya 16
2.4 Aktivasi Bentonit 20
2.5 Aplikasi Bentonit 22
2.6 Nanopartikel 24
2.7 Polyvinyl Alkohol (PVA) 29
2.8 Karakterisasi Sampel 28
2.8.1 Karakterisasi XRD 28
2.8.2 Karakterisasi SEM 43
2.8.3 Uji Tarik 46
2.8.4. Uji Termal 51
BAB III. METODE PENELITIAN 56
3.1 Pembuatan Nanopartikel Bentonit 56

3.2. Pembuatan Nanokomposit Campuran PVA
Dan Bentonit 59
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN 61
4.1 Hasil Sintesis Bentonit Alam 61
4.1.1 Hasil XRD Nanopartikel BentonitAlam ..63
4.1.2 Hasil SEM – EDX Bentonit Alam 68
4.2 Hasil Sintesis Nanokomposit Campuran PVA
dan Bentonit 74
4.2.1 Hasil Uji Tarik Nanokomposit dari
PVA/Bentonit 75
4.2.2 Hasil SEM Nanokomposit dari
PVA/Bentonit 81
4.2.3 Hasil Uji Termal Nanokomposit dari
PVA/Bentonit 86
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN 89
5.1. Kesimpulan 89
5.2. Saran 91
DAFTAR PUSTAKA 92

THE Character Building UNIVERSITY

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Komposisi Kimia Bentonit 19
Tabel 4.1. Tabel Fasa dan Indeks Miller dari Nanobentonit..... .. 65
Tabel 4.2. Tabel Element Hasil EDX 73
Tabel 4.3. Data Ketebalan, lebar dan panjang sampel nanokomposit dari PVA/bentonit 75
Tabel 4.4. Data hasil pengujian uji tarik nanokomposit dari PVA/Bentonit 76
Tabel 4.5. Hasil Uji Termal Nanokomposit PVA/Bentonit..... 87

UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
UNIMED
THE Character Building UNIVERSITY

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Bentonit Alam 11
Gambar 2.2. Struktur Bentonit 16
Gambar 2.3. Sintesis nanopartikel *top-down* dan *bottom-up* 28
Gambar 2.4. Struktur ikatan kimia PVA : (A) hidrolisis sebagian, (B) hidrolisis penuh 29
Gambar 2.5. Hubungan tingkat kelarutan terhadap derajat hydrolysis dari PVA pada suhu 20°C dan 40°C..... 33
Gambar 2.6. Polyvinil Alkohol 37
Gambar 2.7. Hamburan sinar-X pada Kristal 41
Gambar 2.8. Spesimen uji tarik dengan International Standard ISO 527-2 47

Gambar 2.9. Kurva tegangan dan regangan hasil uji tarik (a). bahan elastis, (b). bahan rapuh 51
Gambar 2.10. Alat dan skema peralatan DSC..... 54
Gambar 2.11. Termogram dari DSC 55
Gambar 4.1. Nanopartikel Bentonit 63
Gambar 4.2. Pola Difraksi dari Nanopartikel Bentonit 64
Gambar 4.3. Struktur Kristal Trigonal untuk fasa Quartz Low 67
Gambar 4.4. Struktur Kristal Triklin dengan fasa Anorthite, Sodian 68
Gambar 4.5. Hasil SEM Bentonit dengan perbesaran 2500 X 69
Gambar 4.6. Hasil SEM Bentonit dengan perbesaran 5000 X 69
Gambar 4.7. Hasil SEM EDX bentonit pada empat titik 71
Gambar 4.8. Hasil Spektrum EDX dari 4 titik..... 72

Gambar 4.9. Grafik hubungan antara tegangan putus dengan regangan putus (a). PVA murni, (b). PVA/bentonit 2%, (c) PVA/bentonit 4%, (d). PVA/bentonit 6%, (e). PVA/bentonit 8%.....78
Gambar 4.10.Foto SEM dari nanokomposit PVA/bentonit (a). morfologi PVA murni, (b). morfologi PVA/bentonit 2%, (c) morfologi PVA/bentonit 4%, (d). morfologi PVA/bentonit 6%, (e). morfologi PVA/bentonit 8%.....85
Gambar 4.11. Termogram dari Uji Termal Nanokomposit PVA/Bentonit 88

THE Character Building UNIVERSITY

BAB I
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Indonesia memiliki sumber daya alam mineral yang terbesar di beberapa propinsi dengan jumlah yang cukup besar. Salah satu mineral yang banyak terdapat di Indonesia adalah lempung. Berdasarkan kandungan mineralnya, tanah dibedakan menjadi montmorilonit, kaolit, haloisit, klorit dan illit. Montmorilonit merupakan kelompok mineral filosilikat yang paling banyak menarik perhatian karena montmorilonit memiliki kemampuan untuk mengembang serta kemampuan untuk diinterkalasi dengan senyawa organik membentuk mineral komposit organik dan anorganik. Montmorilonit juga memiliki kapasitas penukar kation yang tinggi sehingga ruang antar lapis montmorilonit mampu mengakomodasi kation dalam jumlah besar (Lubis, 2007).

Bentonit merupakan sumber daya mineral yang melimpah terdapat di Indonesia. Propinsi Sumatera Utara merupakan daerah yang kaya dengan sumber daya alam, misalnya perkebunan karet, kelapa sawit dan mineral. Bentonit adalah salah satu jenis lempung yang mempunyai kandungan utama mineral smektit atau montmorilonit dengan kadar (85-95)%, bersifat plastis dan koloidal tinggi. Bentonit merupakan mineral lempung yang mampu menyerap air dan mengembang. Sifat-sifat tersebut menjadikan bentonit memiliki banyak kegunaan. Bentonit dapat digunakan sebagai lumpur pembilas pada kegiatan pemboran, pembuatan pelet biji besi, penyumbat kebocoran bendungan dan kolam. Selain itu digunakan sebagai bahan pemucat warna pada proses pemurnian minyak goreng, katalis pada industri kimia, zat pemutih, zat penyerap dan sebagai pengisi pada industri kertas dan polimer (Banat, dkk,2000; Bereket,dkk, 2002; Abdou, dkk, 2013).

Bentonit adalah sejenis batuan yang didalamnya banyak mengandung mineral *montmorillonite* sifatnya yang khas yaitu dapat mengembang dalam air, interkalasi dan bersifat penukar ion menjadikan bahan ini menarik digunakan menjadi katalis *organo clay, nano clay*. Dalam 10 tahun terakhir penelitian di bidang nanoteknologi terus berkembang di berbagai macam bidang aplikasi misalnya bentonit dimanfaatkan sebagai bahan penyerap logam berat atau sebagai adsorben (Le, 2012; Cao, 2013; Prasetiawati, 2014) dan katalis katalis (Sirsam, 2015; Gao, 2016). Dalam pengembangan material polimer juga telah banyak dilakukan penelitian untuk mengembangkan material nanokomposit, dimana filler berukuran nano terdispersi ke dalam sistem matriks polimer. Jenis nanopartikel yang banyak digunakan sebagai objek penelitian dan sudah diproduksi secara komersil, terutama untuk bidang nanokomposit polimer adalah bentonit. Bentonit memiliki diameter kurang dari 2 μm yang terdiri dari berbagai macam mineral *phyllosilicate*

yang mengandung silica, aluminium oksida dan hidroksida yang dapat mengikat air. Bentonit memiliki struktur 3 lapisan yang terdiri dari 2 lapisan silika tetrahedron dan satu lapisan sentral oktahedral.

Bentonit belum optimal dimanfaatkan khususnya di bidang teknologi dalam merekayasa suatu material (komposit), salah satu aplikasi bentonit yang saat ini banyak dikaji para peneliti adalah pemanfaatannya sebagai pengisi *(filler)* yang berukuran nano, yang lebih dikenal dengan *nano filler*. Nano filler dapat diaplikasikan ke dalam material polimer menghasilkan material nanokomposit dengan peningkatan beberapa sifat dasar polimer, seperti sifat ketahanan termal, sifat mekanik, ketahanan terhadap bahan kimia dan sifat bakar *(flammability)*. Dalam pengembangan teknologi dapat dilakukan dengan rekayasa material, salah satunya pembuatan nano komposit. Pembuatan komposit polimer dilakukan dengan memadukan dua material yang berbeda sehingga dapat meningkatkan sifat mekanik dari material

tersebut. Rekayasa material dapat dilakukan dalam ukuran skala nano, dari beberapa penelitian menyebutkan bahwa pembuatan komposit dengan bahan pengisi berukuran nano dapat meningkat sifat dari material (Özcan, dkk, 2004; Darvishi, dkk, 2011).

Secara umum penambahan bentonit alam ke dalam polimer sangat tergantung dari kekuatan interaksi antara bahan pengisi dengan polimer dan akan menghasilkan salah satu dari tiga sifat nano komposit, seperti: *intercalated, nano komposit, flokulated nanocomposite dan axfloliated nanocomposite.* Penelitian-penelitian sebelumnya secara fundamental yang melibatkan bentonit sebagai bahan pengisi. Secara umum menghasilkan suatu metode baru dalam hal pencampuran polimer seperti yang telah dilakukan. Bahan pengisi yang sering ditambahkan ke dalam polimer adalah bahan yang mampu menyatu secara homogen ke dalam matriks. Sehubungan dengan sifat homogen di atas, polimer yang berasal dari bahan organik dengan

pengisi yang berasal dari bahan anorganik tidak menyatu secara homogen hal ini disebabkan oleh perbedaan energi permukaan dari kedua bahan tersebut. Untuk menyelesaikan masalah di atas, maka bahan pengisi dimodifikasi (Shyuhada, 2009), modifikasi bentonit menggunakan surfaktan yang berbeda dengan metode *exchange kation* (Utracki, 2002; Tahir, 2006). Pada penelitian ini dibuat nanopartikel bentonit yang digunakan untuk filler pada nanokomposit Polyvinyl Alkohol.

1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana cara pembuatan nanopartikel bentonit dengan metode *Ball Mill*
2. Bagaimana struktur dan ukuran partikel bentonit alam Pahae hasil XRD

3. Bagaimana kandungan senyawa nanobentonit alam Pahae hasil EDX
4. Bagaimana morfologi dari nanobentonit alam Pahae hasil SEM
5. Bagaimana cara pembuatan nanokomposit dari campuran PVA dan bentonit dengan metode sol-gel?
6. Bagaimana morfologi nanokomposit dari campuran PVA dan bentonit?
7. Bagaimana hasil uji tarik nanokomposit dari campuran PVA dan bentonit?
8. Bagaimana hasil uji termal nanokomposit dari campuran PVA dan bentonit?

1.3. Tujuan dan Manfaat Penelitian

1.3.1. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk :

a. Membuat nanopartikel bentonit alam Pahae dengan metoda *Ball-Mill*

b. Mengkarakterisasi nanopartikel bentonit alam Pahae dengan XRD dan SEM EDX untuk mengetahui struktur dan morfologinya.
c. Membuat nanokomposit dari campuran PVA dan bentonit dengan metode sol-gel
d. Mengetahui morfologi nanokomposit dari campuran PVA dengan bentonit.
e. Mengetahui uji tarik nanokomposit dari campuran PVA dengan bentonit.
f. Mengetahui uji termal nanokomposit dari campuran PVA dengan bentonit.

1.3.2. Manfaat Penelitian

Pemanfaatan sumber daya alam untuk menambah penghasilan dan meningkatkan nilai jual suatu material yang ada di daerah sangat diperlukan kerjasama antara daerah dan dunia pendidikan khususnya dalam hal penelitian. Kemajuan teknologi dan perkembangan akan kebutuhan yang efektif dan efisien selalu didambakan

oleh manusia. Perkembangan teknologi sekarang ini selalu diikuti dengan kemajuan ilmu pengetahuan. Para peneliti selalu mencari solusi untuk menghasilkan yang lebih baik. Nanoteknologi berkaitan dengan bagaimana mengatur material, struktur dan fungsi zat pada skala-skala nano sehingga menghasilkan fungsi materi yang mempunyai sifat fisis yang berbeda dari kristalnya. Bentonit dapat digunakan sebagai adsorben dari zat-zat berbahaya seperti Cu dan Pb, pengikat ion-ion tertentu. Sebagai pengisi (*filler*) suatu matriks untuk menghasilkan material baru yang memiliki sifat mekanik yang lebih baik dan dapat digunakan sebagai asesoris mobil dan packing, dan dapat digunakan untuk menyuburkan tanah.

THE Character Building UNIVERSITY

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Bentonit Alam

Bentonit adalah batu yang terbentuk dari tanah liat yang sangat koloid dan plastis terutama terdiri dari montmorillonite, mineral lempung kelompok smektit, dan diproduksi oleh devitrifikasi dari abu vulkanik. Bentonit mengandung feldspar, kristobalit, dan kristal kuarsa. Sifat khusus dari bentonit adalah kemampuan untuk membentuk gel thixotrophic dengan air, kemampuan untuk menyerap air dalam jumlah yang besar, dan memiliki kemampuan untuk tukar kation yang tinggi. Sifat bentonit ini berasal dari struktur kristal kelompok smektit, yang merupakan lembaran alumina oktahedral antara dua tetrahedral silika lembar .

Bentonit terbentuk dari abu vulkanik dengan unsur $(Na,Ca)_{0,33}$, $(Al,Mg)2Si_4O_{10}(OH)_2.(H_2O)$ mempunyai struktur berlapis dengan kemampuan mengembang (*swelling*) dan memiliki kation-kation yang dapat

berpindah. Lempung bentonit dapat digunakan sebagai bahan adsorpsi, namun kemampuannya terbatas. Bentonit memiliki kualitas daya serap yang masih rendah karena masih mengandung mineral pengotor. Sebelum dimanfaatkan lebih jauh dalam industri, bentonit perlu dimurnikan dari pengotornya. Kelemahan tersebut dapat diatasi melalui proses aktifasi menggunakan asam (HCl, H_2SO_4 dan HNO_3) sehingga dihasilkan lempung dengan kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi. Aktifasi bentonit menggunakan asam akan meningkatkan daya adsorbsi yang lebih tinggi dibandingkan sebelum diaktifasi (Bath, 2012).

Gambar 2.1. Bentonit Alam

Bentonit merupakan smektit, suatu mineral alumino silikat dengan struktur lapis 2:1. Struktur bentonit memiliki situs aktif: muka dan tepi, ke dua situs ini merupakan permukaan eksternal. Situs muka (disimbolkan X) selalu memiliki muatan negatif akibat subsitusi isomorfik Si^{4+} oleh Al^{3+}, dimana satu muatan negatif terjadi di setiap subsitusinya. Sebaliknya situs tepi mineral lempung merupakan situs yang muatannya bervariasi tergantung pada harga pH. Muatan positif pada pH rendah dan negatif pada pH tinggi sebagai akibat protonisasi dan deprotonisasi gugus hidroksil pada permukaan.

Bentonit mempunyai bentuk berupa partikel butiran halus berwarna kuning muda, putih dan abu-abu dengan massa jenis (2,2- 2,7) g/l dan massa molekul relatif sebesar 549,07 g/mol. Bentonit termasuk jenis mineral yang banyak mengandung montmorilonit, memiliki struktur mineral lempung jenis TOT (2:1). Artinya struktur lembarannya disusun oleh dua lapisan

tetrahedral (T) dan satu lapisan oktahedral (O). Bentonit termasuk mineral *clay* golongan smektit dioktahedral yang mengandung sekitar 80% montmorillonit dan sisanya antara lain kaolin, illite, gipsum, fieldspar, abu vulkanik, dan pasir kuarsa. Montmorilonit posisinya berada di antara dua lapisan tetrahedral.

Bentonit dapat terjadi karena :

a) Endapan Hasil Pelapukan.

Faktor utama dalam pembentukan endapan bentonit sebagai hasil pelapukan adalah komposisi kimia dan daya lalu air pada batuan asalnya. Mineral-mineral utama dalam pembentukan bentonit antara lain : plagioklas, kalium-feldspar, biotit, muskovit serta sedikit kandungan senyawa alumina dan ferromagnesia. Pembentukan bentonit dari proses pelapukan diakibatkan oleh adanya reaksi antara ion-ion hidrogen yang terdapat dalam air tanah dengan senyawa silikat.

b). Endapan Proses Hidrotermal.

Larutan hidrotermal merupakan larutan yang bersifat asam dengan kandungan khlorida, sulfur, karbondioksida, dan silika. Dalam proses ini komposisi larutan kemudian berubah karena adanya reaksi dengan batuan lain. Larutan alkali selanjutnya terbawa keluar dan bersifat basa serta akan tetap bertahan selama unsur alkali tanah tetap terbentuk akibat penguraian batuan asal. Pada alterasi lemah, keterdapatan unsur alkali tanah akan membentuk bentonit.

c). Endapan Akibat Transformasi.

Endapan bentonit sebagai hasil transformasi/ devitrifikasi debu gunung api terjadi dengan sempurna apabila debu diendapkan di dalam wadah berbentuk cekungan. Mineral-mineral gelas gunung api secara perlahan-lahan akan mengalami devitrifikasi yang selanjutnya akan menghasilkan bentonit.

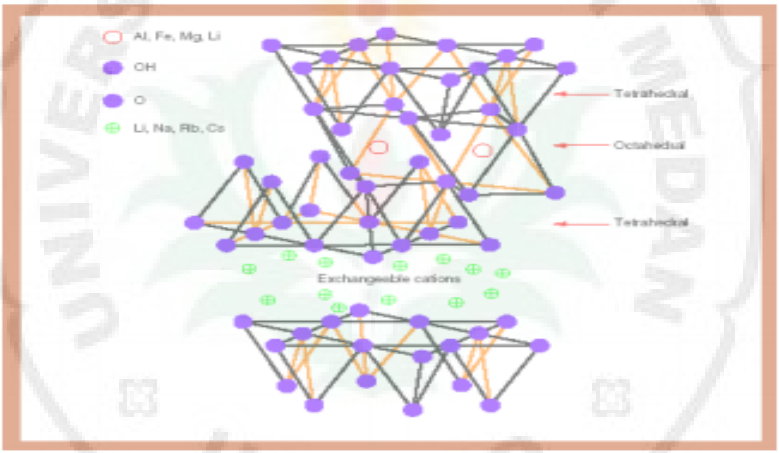
d). Endapan Sedimen.

Bentonit juga dapat terbentuk sebagai cadangan sedimen keadaan basah. Mineral-mineral yang terbentuk secara sedimenter dan tidak berasosiasi dengan tufa, salah satunya adalah bentonit serta terbentuk dalam cekungan yang bersifat basa.

2.2. Struktur Bentonit

Bentonit sebagai mineral lempung, terdiri dari 85 % montmorillonite dengan rumus kimia bentonit adalah (Mg, Ca) xAl_2O_3. $ySiO_2$. n H_2O dengan nilai n sekitar 8 dan x,y adalah nilai perbandingan antara Al_2O_3 dan SiO_2. Fragmen sisa bentonit umumnya terdiri dari campuran kristoballit, feldspar, kalsit, gipsum, kaolinit, plagioklas, illit. Setiap struktur kristal bentonit mempunyai tiga lapisan yaitu lapisan oktahedral dari alumunium dan oksigen yang terletak antara dua lapisan tetrahedral dari silikon dan oksigen. Penyusun terbesar bentonit adalah silikat dengan oksida utama SiO_2 (silika) dan Al_2O_3 (aluminat) yang terikat pada molekul air.

Penggabungan pada satu lapisan tetrahedral silika dengan satu lapisan oktahedral alumina membentuk dua lapisan silika-alumina (Thomas, 1978). Berikut ini adalah rumus molekul dari bentonit : Ca (Al,Mg) (Ca,Na) $AlSi_4(OH)_2O_{10}$* x H_2O.



Gambar 2.2. Struktur Bentonit

2.3. Tipe Bentonit dan Pemanfaatannya

Secara u65mum bentonit dibedakan atas Na-bentonit (bentonit Wyomming) dan Ca-bentonit. Na dan Ca merupakan kation-kation dapat dipertukarkan yang mendominasi komplek serapan. Na bentonit mempunyai

daya mengembang dan plastisitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan Ca-bentonit. Berat jenis mineral bentonit berkisar antara 2,2 – 2,7 g/ml, nilai ini tergantung komponen besi di dalam bentonit. Sementara itu warnanya bervariasi antara lain putih keabu-abuan, kuning, hijau, biru, dan hitam. Bentonit menunjukkan kilap lilin dalam keadaan segar baru digali.

Nilai kapasitas tukar kation (KTK) berbagai bentonit bervariasi dari 60-135 me/100 gram, sedangkan luas permukaannya adalah 700-800 m^2/gram. Besarnya luas permukaan dan KTK ini menjadikannya memiliki sifat koloidal yang tinggi.

Na bentonit memiliki kandungan Na yang besar pada antar lapisnya, memiliki sifat mengembang dan akan tersuspensi bila didispersikan ke dalam air. Pada Ca-bentonit, kandungan Ca^{2+} dan Mg^{2+} relatif lebih banyak bila dibandingkan dengan kandungan Na^{+}. Ca^{-} bentonit bersifat sedikit menyerap air dan jika

didispersikan ke dalam air akan cepat mengendap atau tidak terbentuk suspense.

Berdasarkan pada sifat penyerapan dan katalis yang dimiliki bentonit, berbagai aplikasi dalam bidang industri, antara lain sebagai adsorben: pestisida, kotoran binatang, katalis, dan bahan pemucat (*bleaching earth*) dalam industri minyak sawit dan farmasi.

Bentonit dapat dibedakan dari sifat mengembang (*swelling*) bila dicelupkan ke dalam air. Penggunaannya sangat tergantung pada tingkat ketersediaannya di alam dan terdiri atas dua jenis, yaitu: natrium bentonit dan kalsium bentonit.

1. Natrium bentonit

   Memiliki kemampuan mengembang delapan kali lipat bila dicelupkan ke dalam air dan membentuk suspensi kental setelah bercampur air dengan pH 8,5-9,8. Fungsinya adalah sebagai pengisi (*filler*), lumpur pemboran, bahan pencampur dalam pembuat cat, dan bahan baku farmasi.

2. Kalsium bentonit

Daya mengembang rendah, bila dicelupkan dalam air dan suspensinya memiliki pH 3-7. Kalsium bentonit digunakan sebagai bahan pemucat warna (*bleaching eart*) pada industri minyak sawit, zat pemisah pada pengilang minyak bumi, dan perusahaan bir.

Bentonit termasuk mineral yang memiliki gugus aluminosilikat. Unsur-unsur kimia yang terkandung dalam bentonit diperlihatkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi Kimia Bentonit

Senyawa	Na-Bentonit (%)	Ca-Bentonit (%)
SiO_2	61,3-61,4	62,12
Al_2O_3	19,8	17,33
Fe_2O_3	3,9	5,30
CaO	0,6	3,68
MgO	1,3	3,3
Na_2O	2,2	0,5
K_2O	0,4	0,55
H_2O	7,2	7,22

2.4. Aktivasi Bentonit

Dalam keadaan kering bentonit memiliki sifat fisik berupa partikel butiran yang halus berbentuk rekahan-rekahan atau serpihan yang khas seperti tekstur pecah kaca (*concoidal fractura*), kilap lilin, lunak, plastis, dan berwarna kuning muda hingga abu-abu. Bentonit merupakan bahan alam berupa lapukan, berwarna coklat kekuningan, kuning merah atau coklat, diraba terasa licin, dan bila dimasukkan ke dalam air akan mengisap air. Sifat fisik lainnya berupa:

Massa jenis: 2,2 – 2,7 g/L

Indeks bias: 1,547 – 1,557

Titik lebur: (1330 – 1430)°C

Sebelum digunakan dalam berbagai aplikasi, bentonit harus diaktifkan dan diolah terlebih dahulu. Ada dua cara yang dapat dilakukan untuk aktifasi bentonit, yaitu:

1. Secara Pemanasan

   Pada proses ini, bentonit dipanaskan pada temperatur (300-350) °C untuk memperluas permukaan butiran bentonit.

2. Secara kontak Asam

   Tujuan dari aktifasi kontak asam adalah untuk menukar kation Ca^{+} yang ada dalam Ca-bentonit menjadi ion H^{+} dan melepaskan ion Al, Fe, Mg, dan pengotor-pengotor lainnya pada kisi-kisi struktur, sehingga secara fisik bentonit tersebut menjadi aktif. Untuk keperluan tersebut asam sulfat dan asam klorida umumnya digunakan. Selama proses *bleacing* tersebut, Al, Fe, dan Mg larut dalam larutan, kemudian terjadi penyerapan asam ke dalam struktur bentonit, sehingga rangkaian struktur mempunyai area yang lebih luas.

2.5. Aplikasi Bentonit

1. Bentonit sebagai bahan penyerap (adsorben) atau bahan pemucat pada industri minyak kelapa sawit.

   Proses penyerapan zat warna (pigmen) merupakan proses yang sering digunakan, seperti penyerapan zat warna pada minyak hewani, minyak nabati, minyak bumi, dan lain-lain.

2. Bentonit sebagai Katalis.

   Penggunaan lempung sebagai katalis telah lama diperkenalkan, yaitu pada proses perengkahan minyak bumi dengan menggunakan mineral monmorilonit yang telah diasamkan. Namun, penggunaan lempung sebagai katalis memiliki kelemahan, yaitu tidak tahan terhadap suhu tinggi.

3. Bentonit sebagai Bahan Penukar Ion.

   Pemanfaatan bentonit sebagai penukar ion didasarkan pada sifat penukaran bentonit yang bermuatan negatif, sehingga ion-ion dapat terikat secara elektrostatik pada penukaran bentonit.

4. Bentonit sebagai Lumpur Bor.

   Penggunaan utama bentonit pada industri pengeboran minyak, gas dan panas bumi, dimana lumpur akan terpilar pada saat pengeboran.

   Aktifasi bentonit untuk lumpur bor adalah merupakan suatu perlakuan untuk mengubah Ca-bentonit menjadi Na-bentonit dengan penambahan bahan alkali. Bahan alkali yang umum digunakan adalah Natrium karbonat dan Natrium hidroksida.

5. Bentonit untuk pembuatan tambahan makanan ternak.

   Untuk dapat digunakan dalam pembuatan tambahan makanan ternak, bentonit harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

   a. Kandungan bentonit < 30%
   b. Ukuran butiran bentonit adalah 200 mesh
   c. Memiliki daya serap > 60%
   d. Memiliki kandungan mineral monmorilonit sebesar 70%

6. Bentonit untuk Industri Kosmetik.

Untuk dapat digunakan dalam industri kosmetik, bentonit harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

a. Mengandung mineral magnesium silikat (Ca-bentonit)
b. Mempunyai pH netral
c. Kandungan air dalam bentonit adalah < 5%
d. Ukuran butiran adalah 325 mesh

2.6. Nanopartikel

Istilah nanopartikel digunakan untuk mendeskripsikan kreasi dan ekploitasi suatu material yang memiliki ukuran struktur di antara atom dan material ukuran besar yang berdimensi dengan ukuran nanometer yaitu sekitar 1-100 nm. Sifat dari material dengan dimensi nano sangat berbeda secara signifikan dari atomnya juga dari partikel besarnya. Kontrol yang baik terhadap sifat tersebut dapat menuntun ke pengetahuan baru yang sesuai dengan peralatan dan

teknologi baru. Pentingnya nanoteknologi pertama kali dikemukakan oleh Feynman pada tahun 1959.

Nanoteknologi adalah ilmu rekayasa dalam menciptakan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Disamping itu material dengan ukuran nanometer memiliki sifat yang kaya karena menghasilkan sifat yang tidak dimiliki oleh material ukuran besar. Sejumlah sifat tersebut dapat diubah-ubah dengan melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antar partikel. Material nanopartikel adalah material-material buatan manusia yang berskala nano, yaitu lebih kecil dari 100 nm, termasuk di dalamnya adalah *nanodot* atau *quantum dot*, *nanowire* dan *carbon nanotube*.

Selain nanopartikel juga dikembangkan material nanostruktur, yaitu material yang tersusun oleh

beberapa material nanopartikel. Untuk menghasilkan material nanostruktur maka partikel-partikel penyusunnya harus diproteksi sehingga apabila partikel-partikel tersebut digabung menjadi material yang berukuran besar maka sifat individualnya dipertahankan. Sifat material nanostruktur sangat bergantung pada :

a) ukuran maupun distribusi ukuran
b) komponen kimiawi unsur-unsur penyusun material tersebut
c) keberadaan *interface* (*grain boundary*)
d) interaksi antar *grain* penyusun material nanostruktur.

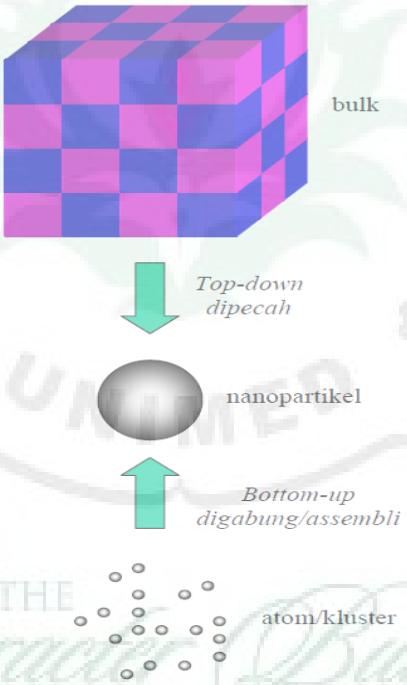
Quantum dot adalah material berukuran kurang dari 100 nanometer yang mengurung elektron secara tiga-dimensi, baik arah *x*, *y* dan *z*. Hal ini dimungkinkan karena diameter dari *quantum dot* tersebut sebanding dengan panjang gelombang dari elektron. *Nanowire* adalah material berukuran nanometer yang dapat mengurung elektron secara dua-dimensi dan bebas

bergerak di dimensi yang ketiga, yaitu ke depan atau ke belakang.

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa padat, cair, maupun gas. Proses sintesis pun dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses sintesis secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia. Yang terjadi hanya pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau pengabungan material berukuran sangat kecil, seperti *kluster*, menjadi partikel berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (*precursor*) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer. Contohnya adalah pembentukan nanopartikel garam dengan mereaksikan asam dan basa yang bersesuaian.

Secara umum, sintesis nanopartikel akan masuk dalam dua kelompok besar. Cara pertama adalah memecah partikel berukuran besar menjadi partikel berukuran nanometer. Pendekatan ini kadang disebut

pendekatan *top-down*. Pendekatan kedua adalah memulai dari atom-atom atau molekul-molekul atau *kluster-kluster* yang diassembli membentuk partikel berukuran nanometer yang dikehendaki. Pendekatan ini disebut *bottom-up*. Kedua kelompok besar dalam mensintesis nanopartikel terlihat pada Gambar 2.3.

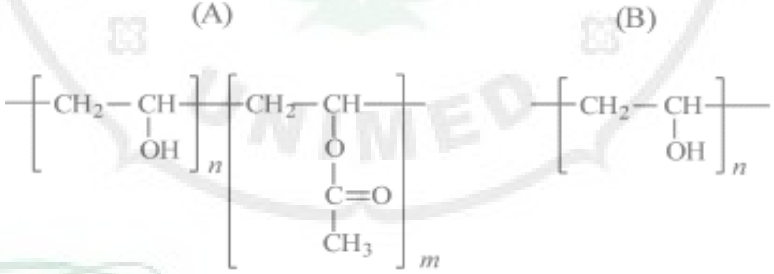


Gambar 2.3. Sintesis nanopartikel *top-down* dan *bottom-up* (Abdullah,2008)

2.7. Polyvinyl Alkohol (PVA)

Polyvinyl alkohol (PVA) adalah suatu resin yang dibuat dari penggabungan molekul-molekul (polimerisasi) vinyl asetat, dengan cara hidrolisis sebagian dari ester yang bersifat sebagai katalisator. Sifat fisik dari hasil polimerisasi tergantung pada derajat polimerisasi dan derajat hidrolisis. PVA pertama kali dibuat oleh Hermann dan Haehnel pada tahun 1924 dengan cara hidrolisis polyvinyl acetat dalam etanol dan potassium hidroksida. Proses hidrolisis tersebut diklasifikasikan dalam dua kelompok yaitu hidrolisis penuh dan hidrolisis sebagian.

Ikatan kimia dari PVA adalah sebagai berikut :



Gambar 2.4. Struktur ikatan kimia PVA : (A) hidrolisis sebagian, (B) hidrolisis penuh (DeMerlis dan Schoneker, 2003).

Pada senyawa polimer terdapat konstanta n yang merupakan nilai dari derajat polimerisasi. PVA cukup mudah larut dalam air, tetapi kenyataannya tergantung dari derajat polimerisasi dan derajat hidrolisis. PVA dengan derajat polimerisasi yang lebih rendah mudah dilarutkan dalam air. Secara umum, PVA dengan tingkat hidrolisis sebagian lebih mudah dilarutkan daripada tingkat hidrolisis penuh. Selain itu kecepatan larut PVA tergantung pada suhu pelarut. Hidrolisis sebagian dilarutkan dalam suhu ruang lebih mudah daripada hidrolisis penuh yang tidak mudah larut dalam suhu ruang.

PVA berwarna putih, bentuk seperti serbuk, rasa hambar, tembus cahaya, tidak berbau dan larut dalam air. pH sekitar 5-7, titik leleh antara (150-190) °C untuk hidrolisis sebagian dan (210-230) °C untuk hidrolisis penuh, massa jenis berkisar antara (0,4-0,7) gr/cm^3. Berat molekul antara 26.300 dan 30.000 gr/mol, Resistivitas listrik antara (3,1-3,8) x 10^7 Ω m.

Semakin besar berat molekul PVA maka viskositas, kekuatan tarik, daya rekat dan daya dispersinya makin besar. Semakin kecil berat molekulnya maka makin mudah larut dalam air. Bila derajat hidrolisis semakin naik maka kekuatan tarik, tahan air dan adhesi pada permukaan hidrofilik semakin besar. Derajat hidrolisis semakin menurun maka daya dispersi dan adhesi pada permukaan hidrofobik semakin menurun.

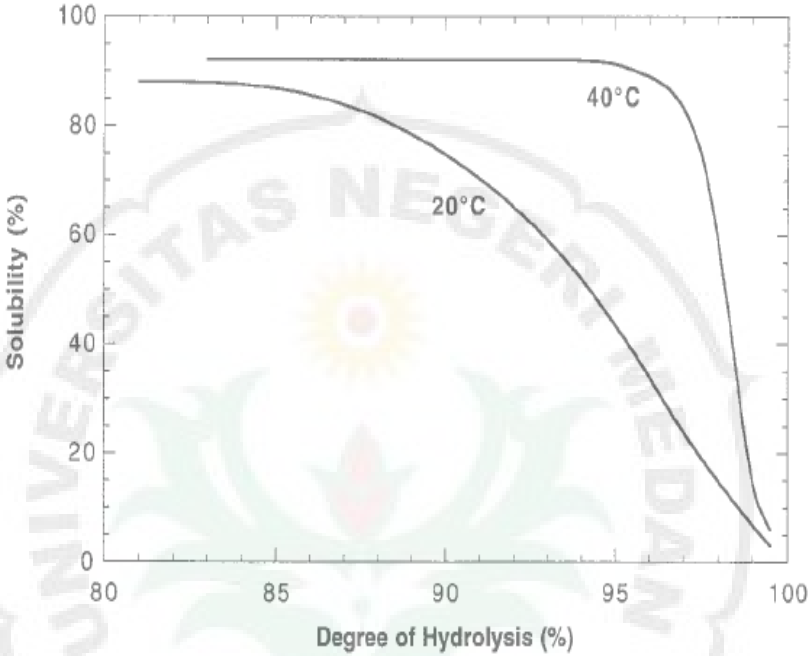
Tingkat kristalisasi memiliki efek pada kelarutan, sensitive terhadap air, kekuatan tarik, sifat penghalang oksigen (*oxygen-barrier properties*), dan sifat termoplastik. Titik leleh suatu kristal tergantung pada kesempurnaan dan ukuran. Penentuan yang tepat dari titik leleh kristal menggunakan teknik DTA adalah sulit karena dekomposisi berlangsung di atas 130°C. Suhu transisi gelas dari PVA terhidrolisis penuh adalah 85°C untuk bahan yang memiliki berat molekul yang tinggi. Suhu transisi gelas untuk PVA terhidrolisis sebagian 87-89% adalah 58°C. Suhu transisi gelas dari PVA untuk

hidrolisis sebagian tergantung pada derajat polimerisasi (DP). Hubungan antara suhu transisi gelas (T_g) dengan derajat polimerisasi adalah:

$$T_g = 58 - (2{,}0 \times 10^{-3}/DP)\ ^{\circ}C$$

PVA akan larut dalam larutan yang polar tinggi dan hidrofilik, seperti air, DMSO, asetamid, glikol dan DMF. Biasanya pelarut yang dipilih adalah air. Viskositas larutan dari PVA terutama tergantung pada berat molekul, konsentrasi, derajat hidrolisis, dan suhu (Chang, dkk. 2000). Semakin tinggi derajat hidrolisis suatu bahan maka semakin tinggi viskositasnya dan dapat menghasilkan gel.

THE Character Building UNIVERSITY



Gambar 2.5. Hubungan tingkat kelarutan terhadap derajat hydrolysis dari PVA pada suhu 20°C dan 40°C (Chang, dkk. 2000).

Kekuatan tarik dari PVA tergantung pada derajat hidrolisis, berat molekul, dan kelembaban relatif. Pemberian panas akan menyebabkan kekuatan tarik akan meningkat, mengurangi kekuatan tarik yang tidak proporsional, tidak meningkatkan sensitivitas terhadap

air. Polyvinyl alkohol tidak dipengaruhi oleh hidrokarbon, hidrokarbon terklorinasi, ester asam karboksilat, oli, dan minyak hewani atau nabati. Resistensi terhadap pelarut organik meningkat dengan meningkatnya hidrolisis.

PVA disintesis dari Polyvinil Asetat secara alkoholisis. PVA adalah amorf, tetapi mendekati serat kristalin, struktur rantainya adalah ataktik. PVA dapat larut dalam air, kelarutannya lambat dalam air dingin dan akan lebih cepat pada temperatur yang lebih tinggi. Ikatan silang pada Poly(vinyl Alkohol) akan menyebabkan pertambahan viskositas sehingga menjadi produk yang tidak larut. PVA mempunyai sifat berubah warna secara perlahan-lahan ketika berada pada suhu 100 °C dan akan berubah menjadi gelap ketika berada pada suhu di atas 160 °C. Selain berubah warna, PVA dapat memisah secara perlahan-lahan pada suhu di atas 180 °C atau sama dengan titik lelehnya. PVA tidak dapat larut dalam tubuh binatang, tumbuhan dan bahan berminyak dan kepadatan PVA tidak terbatas ketika dilindungi dari uap. (Erizal dan Rahayu, 2009).

Tabel 2.2. Sifat Fisis dari Polyvinyl Alkohol (Jacqualine, 998).

Sifat	Nilai	Keterangan
Bentuk	bubuk berwarna putih	
Berat jenis	1,27-1,31	Meningkatkan derajat kristalinitas
Kekuatan tarik, MPa 98-99% terhidrolisis 87-89% terhidrolisis	67-110 24-79	Meningkatkan derajat kristalinitas (pemberian panas), penurunan kelembaban, dan peningkatan berat molekul Meningkatnya berat molekul dan penurunan kelembaban
Elongasi, %	0-300	Meningkatkan dengan kelembaban
Koefisien ekspansi termal x 10^{-5}, per °C	7-12	
Kalor jenis, J/(g.K)	1,67	
Konduktivitas panas, W/(m.K)	0,2	
Transisi gelas, °C 98-99%		

terhidrolisis 87-89% terhidrolisis	85 58	
Titik leleh, °C 98-99% terhidrolisis 87-89% terhidrolisis	 230 180	
Resistivitas listrik, Ω.cm	$(3,1\text{-}3,8) \times 10^7$	
Stabilitas termal		Tingkat warna di atas 100°C, gelap dengan cepat di atas 150°C, dekomposisi yang cepat di atas 200°C
Indeks bias	1,55	
Derajat kristalinitas	0-0,54	Meningkat dengan pemberian panas dan derajat hidrolisis
Stabilitas penyimpanan		tak tentu, tergantung dari kelembaban
Kemampuan terbakar		Mudah terbakar seperti kertas
Stabilitas terhadap sinar matahari		Baik

Gambar 2.5. Polyvinil Alkohol

2.8. Karakterisasi Sampel

2. 8.1. Karakterisasi XRD

Radiasi sinar X dihasilkan saat elektron penembak yang bergerak dipercepat, akibat beda tegangan (potensial) anoda yang tinggi, menumbuk permukaan suatu bahan padat (logam). Semakin cepat gerak elektron, semakin besar sinar-X yang dihasilkan dan

semakin banyak jumlah elektron maka semakin besar intensitas sinar X.

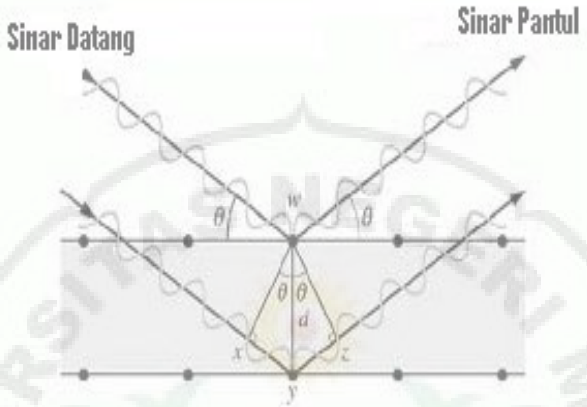
Teknik X-Ray Diffraction (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan kristal maupun amorf. XRD adalah metode karakterisasi lapisan yang digunakan untuk mengetahui senyawa kristal yang terbentuk. Teknik XRD dapat digunakan untuk analisis struktur kristal karena setiap unsur atau senyawa memiliki pola tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui, maka unsur tersebut dapat ditentukan. Metode difraksi sinar-X merupakan metode analisis kualitatif yang sangat penting karena kristalinitas dari material pola difraksi serbuk yang karakteristik, oleh karena itu metode ini disebut juga metode sidik jari serbuk (*powder fingerprint method*). Penyebab utama yang menghasilkan bentuk pola-pola difraksi serbuk tersebut, yaitu: (a) ukuran dan bentuk dari setiap selnya, (b) nomor atom dan posisi atom-atom di dalam sel.

Difraksi merupakan penyebaran atau pembelokan gelombang pada saat gelombang melewati penghalang. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara (0,5–2,5) Å dan memiliki energi foton antara $1,2 \times 10^3$ eV – $2,4 \times 10^5$ eV yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tertinggi. Dengan karakterisasi tersebut sinar-X mampu menembus zat padat sehingga dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal. Hamburan sinar ini dihasilkan bila suatu elektron logam ditembak dengan elektron-elektron berkecepatan tinggi dalam tabung hampa udara.

Peristiwa pembentukan sinar-X dapat dijelaskan yaitu pada saat menumbuk logam, elektron yang berasal dari katoda (elektron datang) menembus kulit atom dan mendekati kulit inti atom. Pada waktu mendekati inti atom, elektron ditarik mendekati inti atom yang bermuatan positif, sehingga lintasan elektron berbelok dan kecepatan elektron berkurang atau diperlambat.

Karena perlambatan ini, maka energi elektron berkurang. Energi yang hilang ini dipancarkan dalam bentuk sinar-X. Proses ini terkenal sebagai proses bremstrahlung.

Spektroskopi XRD (*X-Ray Difraction)* atau difraksi sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Metode difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui struktur dari lapisan tipis yang terbentuk. Hasil difraksi sinar-X berupa difraktogram yang menyatakan hubungan antara sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar-X yang dipantulkan. Bila atom-atom pada kristal ditumbuk oleh partikel yang ukurannya seorde dengan ukuran atom, maka partikel tersebut akan dipantulkan dengan sudut yang tidak dapat dipastikan arahnya. Peristiwa yang terjadi hamburan atau difraksi seperti gambar di bawah ini.



Gambar 2.6. Hamburan sinar-X pada kristal

Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg:

$$2\,d \sin\theta = n\,\lambda \; ; \; n = 1,2,3, \ldots \quad (2.1)$$

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antar sinar datang dengan bidang normal,

dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde difraksi Bragg.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X yang dimiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dipantulkan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas difraksi yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang mewakili orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standard difraksi sinar-X yaitu JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard).* Selain orientasi kristal XRD dapat digunakan untuk mengetahui nilai kisi juga dapat ditentukan dari hasil karakteristik XRD. Nilai d_{hkl} struktur kristal heksagonal ditulis pada persamaan

$$d = \frac{\lambda}{2sin\theta} \quad (2.2)$$

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3}\left(\frac{h^2+hk+k^2}{a^2}\right)+\left(\frac{1}{c}\right)^2}} \quad (2.3)$$

Nilai konstanta kisi a dan c dari struktur kristal heksagonal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan (2.4).

$$\frac{c}{a} = \sqrt{\frac{8}{3}} \quad (2.4)$$

2.8.2. Karakterisasi SEM

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan alat yang dapat membentuk bayangan permukaan. Struktur permukaan suatu benda uji dapat dipelajari dengan mikroskop elektron pancaran karena jauh lebih mudah untuk dipelajari struktur permukaan itu secara langsung. Pada dasarnya SEM menggunakan sinyal yang dihasilkan elektron untuk dipantulkan atau berkas sinar

elektron sekunder. SEM menggunakan prinsip scanning dengan prinsip utamanya adalah berkas elektron diarahkan pada titik-titik permukaan spesimen. Gerakan elektron diarahkan dari satu titik ke titik lain pada permukaan spesimen.

Jika seberkas sinar elektron ditembakkan pada permukaan spesimen maka sebagian dari elektron itu akan dipantulkan kembali dan sebagian lagi diteruskan. Jika permukaan spesimen tidak rata, banyak lekukan, lipatan atau lubang-lubang maka tiap bagian permukaan itu akan memantulkan elektron dengan jumlah dan arah yang berbeda dan jika ditangkap detektor akan diteruskan ke sistem layar dan akan diperoleh gambaran yang jelas dari permukaan spesimen dalam bentuk tiga dimensi.

Cara terbentuknya gambar pada SEM yaitu gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut

discan dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudo ditampilkan dalam gradasi gelap – terang pada layar monitor CRT (*Cathode Ray Tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar dapat dilihat. Pada proses operasinya, SEM tidak memerlukan sampel yang ditipiskan, sehingga bisa digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang 3 dimensi.

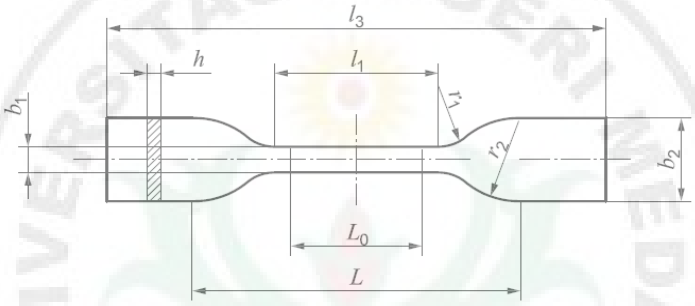
SEM adalah sebuah instrumen berkekuatan besar dan sangat handal yang dapat dipadukan dengan EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) sehingga dapat digunakan untuk memeriksa, observasi, dan karakterisasai struktur terkecil benda-benda padat dari material organik maupun anorganik yang heterogen serta permukaan bahan dengan skala micrometer bahkan sampai sub-mikrometer yang menggunakan sumber medan emisi dan mempunyai resolusi gambar 1,5 nm, sehingga kita dapat menentukan sifat dari bahan yang

diuji baik sifat fisis, kimia maupun mekanis yang dapat mempengaruhi mutu dan kualitas dari suatu produk, dengan demikian kita dapat mengembangkan produk tersebut melalui informasi ukuran partikel dari mikrostruktur yang terbentuk dan komposisi unsurnya.

2.8.3. Uji Tarik

Uji tarik adalah salah satu uji *stress-strain* mekanik yang bertujuan mengetahui kekuatan bahan terhadap gaya tarik seperti mengetahui tegangan, regangan, dan modulus elastisitas bahan. Dengan melakukan uji tarik kita mengetahui bagaimana bahan tersebut bereaksi terhadap tenaga tarikan dan mengetahui sejauh mana material bertambah panjang. Uji Tarik dapat dilakukan dengan beberapa standart misalnya ASTM, JIS dan ISO. Pengujian tarik dilakukan menurut standar ISO 527-2 tipe 5A yang merupakan uji proporsi untuk plastik maupun komposit. Standar ISO 527-2 menguraikan prosedur untuk mengukur sifat tarik plastik maupun komposit seperti rasio posisi,

pemanjangan total, modulus dan kekuatan. Untuk pengujian Spesimen uji tarik menurut standar ISO 527-2 tipe 5A dapat ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Spesimen uji tarik dengan International Standard ISO 527-2.

Keterangan gambar :

l_3 = Panjang keseluruhan (≥ 75) mm

b_2 = Lebar pada ujung $(12{,}5 \pm 1)$ mm

l_1 = Panjang bagian sisi sejajar (25 ± 1) mm

b_1 = Lebar pada bagian sempit $(4 \pm 0{,}1)$ mm

r_1 = Jari-jari kecil $(8 \pm 0{,}5)$ mm

r_2 = Jari-jari besar $(12{,}5 \pm 1)$ mm

L = Jarak awal antara pegangan (50 ± 2) mm

L_0 = Panjang Gauge $(20 \pm 0{,}5)$ mm

h = Tebal $(2 \pm 0{,}2)$ mm

Kekuatan tarik adalah tegangan yang dibutuhkan untuk mematahkan suatu sampel. Kekuatan tarik penting untuk polimer yang akan ditarik, contohnya fiber, harus mempunyai kekuatan tarik yang baik. Secara matematis kekuatan tarik (σ) dapat dilihat pada persamaan 2.5 :

$$\sigma_{maks} = \frac{F_{maks}}{A_0} \qquad 2.5$$

Keterangan :

σ_{maks} = Kekuatan Tarik (*enginering stress*) (MPa)

F_{maks} = Beban yang diberikan arah tegak lurus terhadap penampang spesimen (N).

A_0 = Luas penampang mula-mula spesimen sebelum diberikan pembebanan (m^2).

Sedangkan *enginering Strain* (ε) dapat dilihat pada persamaan 2.6 :

$$\varepsilon = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \times 100\% = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100\% \qquad 2.6$$

Keterangan:

ε = (Regangan) *Enginering Strain* (%)

l_0 = Panjang mula-mula spesimen sebelum pembebanan (mm)

Δl = Pertambahan panjang (mm)

Hubungan antara *stress dan strain* dirumuskan seperti pada persamaan 2.7 berikut ini :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \qquad 2.7$$

Keterangan :

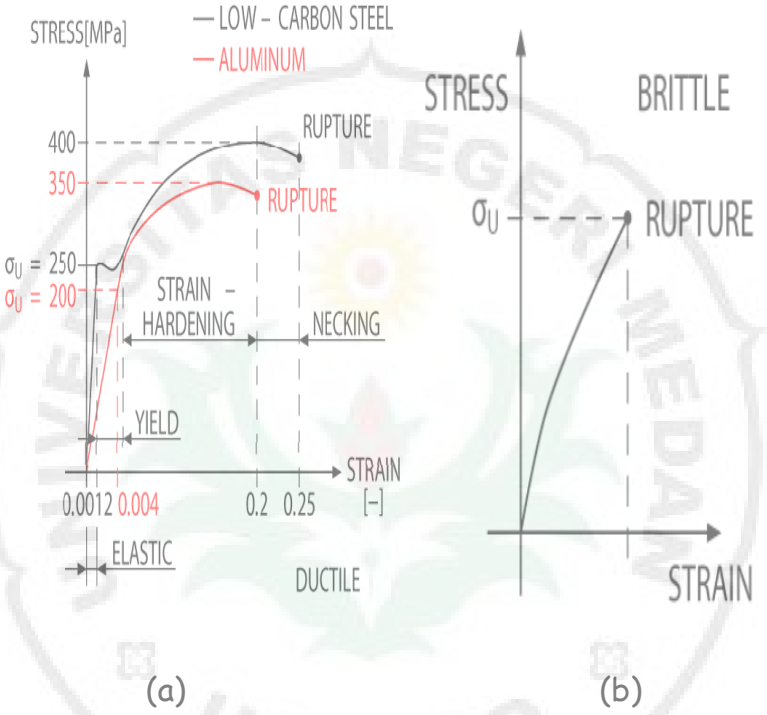
E = Modulus Elastisitas atau *Modulus Young* (MPa)

σ = *Enginering Stress* (MPa)

ε = *Enginering Strain* (%)

Besaran Modulus Elastisitas merupakan besaran yang sangat bermanfaat dalam fisika material yang mengambarkan keadaan suatu material. Besaran ini memberikan gambaran tentang kekuatan dan keelastisan suatu material. Bila kekuatan tariknya besar dan regangannya kecil, hal ini memberikan modulus elastisitas yang besar. Jika kekuatan tariknya kecil dan regangannya besar, hal ini memberikan modulus elastisitas yang kecil.

Hubungan antara gaya tarikan dan pertambahan panjang dapat dilihat dari Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Kurva tegangan dan regangan hasil uji tarik (a). bahan elastis, (b). bahan rapuh (Hucko, dkk. 2013).

2.8.4. Uji Termal

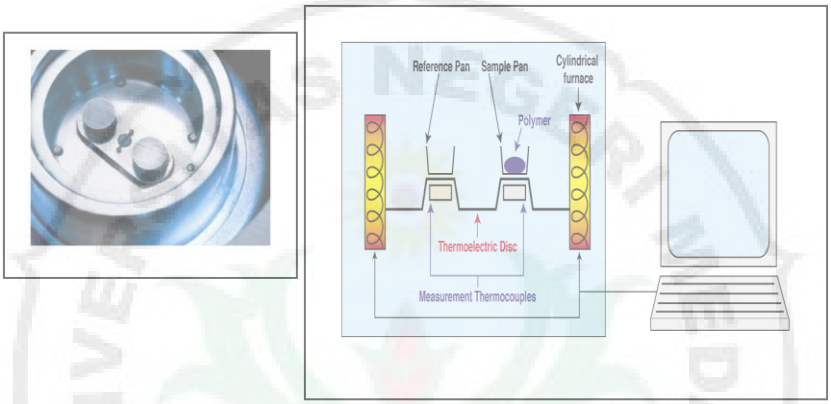
Uji termal yang dilakukan adalah untuk mengetahui titik leleh dengan menggunakan *Diferential Scanning Calorimetry* (DSC). DSC merupakan suatu teknik analisa termal yang mengukur energi yang diserap atau

diemisikan oleh sampel sebagai fungsi waktu atau suhu. Ketika transisi termal terjadi pada sampel, DSC memberikan pengukuran kalorimetri dari energi transisi dari temperatur tertentu. Analisa termal merupakan suatu analisa dengan memberikan input kalor untuk mengetahui karakterisasi dari sampel. DSC untuk mengukur energi yang diperlukan membuat perbedaan suhu antara sampel dan pembanding mendekati nol, yang dianalisa pada daerah suhu yang sama, dalam lingkungan panas atau dingin dengan kecepatan yang teratur. Analisa termal memiliki keuntungan yaitu jumlah material sampel yang diperlukan hanya sedikit. Tujuannya untuk memastikan keseragaman distribusi suhu dan resolusi yang tinggi.

Ada dua tipe sistem DSC yang umum digunakan yaitu *Power-compensation DSC dan Heat-flux DSC.* Pada *Power-compensation DSC*, suhu sampel dan pembanding diatur secara manual dengan menggunakan tungku pembakaran yang sama dan terpisah. Suhu sampel dan

pembanding dibuat sama dengan mengubah daya masukan dari kedua tungku pembakaran. Energi yang dibutuhkan untuk melakukan hal tersebut merupakan ukuran dari perubahan entalpi atau perubahan panas dari sampel terhadap pembanding. Pada *Heat-flux DSC,* sampel dan pembanding dihubungkan dengan suatu lempengan logam. Sampel dan pembanding tersebut ditempatkan dalam satu tungku pembakaran. Perubahan entalpi atau kapasitas panas dari sampel menimbulkan perbedaan temperatur sampel terhadap pembanding, laju panas yang dihasilkan nilainya lebih kecil dibandingkan dengan DTA. Hal ini dikarenakan sampel dan pembanding dalam hubungan termal yang baik. Perbedaan temperatur dicatat dan dihubungkan dengan perubahan entalpi dari sampel menggunakan percobaan kalibrasi. Sistem *Heat-flux DSC* merupakan sedikit modifikasi dari DTA, hanya berbeda pada wadah untuk sampel dan pembanding dihubungkan dengan lajur laju panas yang baik. Sampel

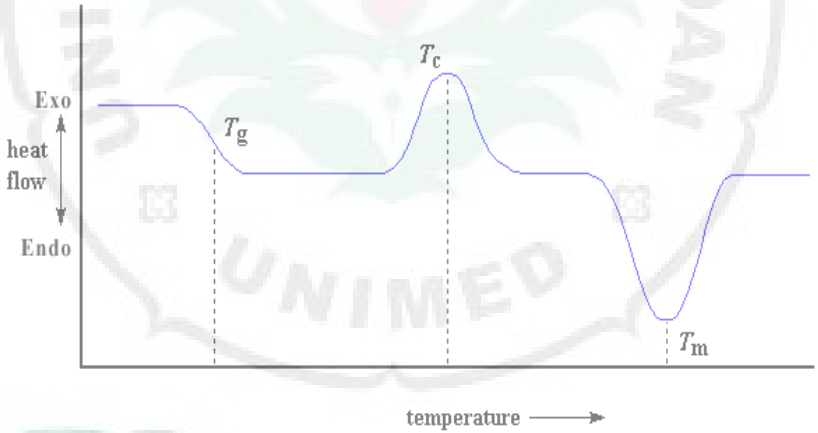
dan pembanding ditempatkan di dalam tungku pembakaran yang sama seperti Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Alat dan skema peralatan DSC

Perbedaan energi yang diperlukan untuk mempertahankannya pada suhu yang mendekati sama dipenuhi dengan perubahan panas dari sampel. Adanya energi yang berlebih disalurkan antara sampel dan pembanding melalui penghubung lempengan logam, merupakan suatu hal yang tidak dimiliki oleh DTA. Rangkaian utama sel DSC ditempatkan pada pemanas silinder yang menghamburkan panas ke sampel dan pembanding melalui lempengan yang dihubungkan pada

balok perak. Lempengan memiliki dua plat yang ditempatkan di atas wadah sampel dan pembanding. Hasil pengujian DSC merupakan kurva termogram yang dapat digunakan untuk menentukan suhu transisi gelas (T_g), suhu leleh (T_m) dan suhu kristalitas (T_c) dari sampel seperti yang ditunjukkan Gambar 2.10 (Hatakeyama,1998).



Gambar 2.10. Termogram dari DSC

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Pembuatan Nanopartikel Bentonit

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia, Fisika FMIPA UNIMED dan LIPI Serpong Tangerang. Pembuatan nanopartikel bentonit alam dapat dilakukan dengan langkah berikut:

Bentonit alam diperoleh dari Desa Janji Natogu, Kecamatan Pahae Julu. Kabupaten Tapanuli Utara Propinsi Sumatera Utara. Bentonit alam yang diambil dalam bentuk bongkahan dalam ukuran yang besar dan dibuat menjadi ukuran dalam skala nanometer. Metode yang digunakan adalah metode ball-mill dan kopresipitasi. Kemudian dilakukan pemurnian dengan metode kimia yaitu dengan melarutkan dengan zat kimia dan metode fisika dengan kalsinasi. Tahapan awal yang dilakukan yaitu dengan mengeringkan bentonit alam didalam oven

dengan suhu 100°C selama 7 hari dengan tujuan untuk menghilangkan kadar air yang terkandung pada bentonit alam, sehingga mempermudah dalam melakukan proses milling dengan menggunakan alat *Planetary Ball-Milling (PBM)*. Setelah bentonit alam kering dilakukan tahap penggerusan dengan menggunakan mortal untuk memecahkan bongkahan bentonit yang masih berukuran besar. Lalu ditimbang 0,2 kg bentonit dan 0,8 kg bola PBM dan dimasukkan ke dalam jar PBM dengan perbandingan yang dilakukan untuk melakukan proses milling yaitu 1: 5 (Kartika, dkk, 2013). Proses milling dilakukan selama 24 jam dengan kecepatan 15 rpm. Setelah proses milling selesai lalu diayak dengan menggunakan ayakan 200 mesh, tujuannya untuk memisahkan powder yang masih menggumpal dalam proses milling ini. Setelah powder bentonit selesai diayak, proses selanjutnya yang akan dilakukan yaitu dengan melakukan proses kimia atau pemurnian bentonit dengan menggunakan larutan HCl 10 M. Masukkan 100 ml

larutan HCl dan 50 gram serbuk bentonit ke dalam gelas beaker lalu aduk dengan menggunakan *magnetic stirer* dengan suhu 70°C selama 90 menit dengan kecepatan 300 rpm. Tahap selanjutnya yaitu mencuci hasil bentonit dengan aquades yang dilakukan secara berulang, tujuannya yaitu untuk menetralkan pH bentonit dengan bantuan kertas lakmus. Setelah mendapatkan pH netral lalu larutan bentonit diendapkan dan dikeringkan dengan suhu 70°C selama 5 jam. Proses selanjutnya yaitu dengan melakukan proses fisika yaitu dengan kalsinasi. Proses kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan ikatan Cl yang masih berikatan dengan bentonit. Proses kalsinasi dilakukan dengan suhu tinggi yaitu 600°C yang ditahan selama 1 jam dan dilakukan dengan kenaikan yang bertahap yaitu 150°C selama 30 menit, lalu setelah 30 menit suhu dinaikkan lagi menjadi 450°C ditahan 30 menit, proses kalsinasi ini dilakukan dengan menggunakan furnace. Setelah melakukan proses kalsinasi, tahapan selanjutnya yaitu proses *High Energy Milling* (*HEM*) yang

dilakukan selama 30 menit dengan tujuan untuk memperkecil ukuran partikel menjadi skala nanometer. Setelah proses HEM selesai maka dilakukan karakterisasi dengan XRD yang bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, fase dan ukuran partikel. SEM bertujuan untuk melihat morfologi nanobentonit dan EDX untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung pada bentonit.

3.2. Pembuatan Nanokomposit Campuran PVA dan Bentonit

Hasil nanopartikel bentonit alam Pahae yaitu 36,25 nm akan dibentuk menjadi nanokomposit PVA/bentonit dengan cara berikut : PVA ditimbang 24 gr dilarutkan ke dalam 200 ml aquades dan diaduk menggunakan magnetik stirer sampai larut. Setelah PVA larut lalu dimasukkan nanopartikel bentonit alam dan diaduk menggunakan magnetik stirer sambil dipanasi dengan *hot plate* sampai suhu 80 °C. Setelah aquades menguap dan larutan mengental, dimasukkan ke cetakan kaca yang telah

dibentuk dan dibiarkan sampai kering dan mengeras. Kemudian sampel dicetak sesuai alat uji yang digunakan dengan ISO. ISO 527-2 untuk uji tarik dan ASTM D3418 untuk uji termal. Variasi campuran PVA/bentonit : 0%, 2%, 4%, 6% dan 8%. Kemudian sampel dikarakterisasi untuk uji tarik, uji termal dan morfologi.

UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
UNIMED
THE Character Building UNIVERSITY

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

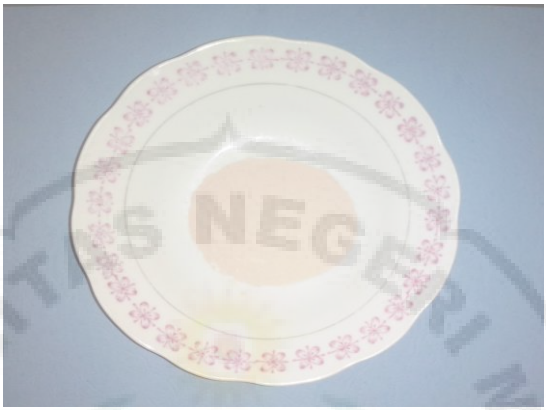
4.1. Hasil Sintesis Bentonit Alam

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan pembuatan nanopartikel bentonit dengan ball-mill dan metode kopresipitasi. Nanopartikel bentonit berbahan dasar bentonit alam dari Desa Janji Natogu, Kecamatan Pahae Julu, Kabupaten Tapanuli Utara. Bentonit alam dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama seminggu. Bentonit yang telah kering digerus dengan mortal agar memperkecil ukuran sebelum dilakukan proses *milling*. Bentonit tersebut digiling menggunakan *planetary ball mill* dengan perbandingan antara bentonit dengan bola adalah 1:5. Proses *milling* dilakukan pada kecepatan 15 rpm selama 24 jam, setelah proses *milling* dilakukan maka menghasilkan *powder* bentonit.

Powder bentonit disintesis dengan metode kopresipitasi untuk menghasilkan ukuran nano.

Nanopartikel bentonit didapatkan dengan melarutkan *powder* bentonit ke dalam larutan HCl 10 M sebanyak 100 ml dengan kecepatan 300 rpm dengan suhu 70°C selama 90 menit. Pada reaksi tersebut menghasilkan bentonit dengan ukuran nano.

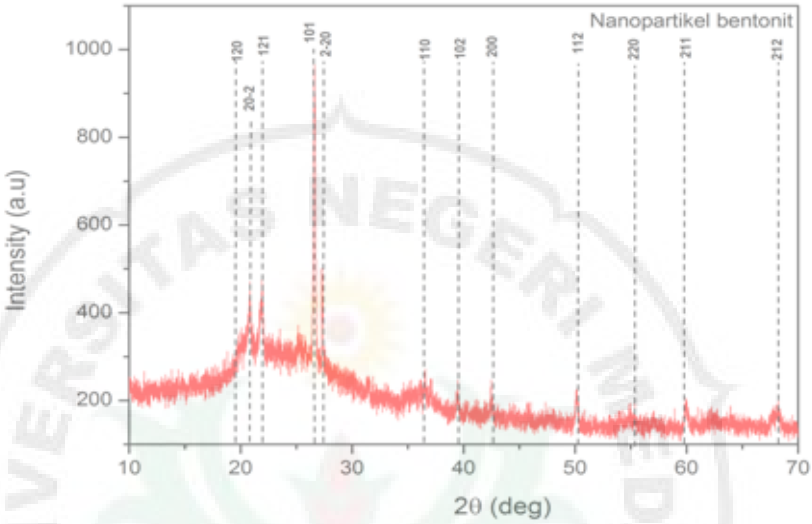
Larutan bentonit dicuci dengan aquades sampai larutan pH adalah 7. Kemudian larutan dioven dengan suhu 70°C selama 5 jam agar mendapatkan bentonit dalam bentuk serbuk. Serbuk bentonit digerus dengan mortal untuk memecah gumpalan bentonit. Serbuk bentonit dikalsinasi dengan suhu 600°C, proses ini bertujuan untuk memisahkan ikatan Cl dari nanopartikel bentonit. Nanopartikel bentonit di HEM (*High Energy Milling*) menggunakan shaker mill untuk mengoptimumkan ukuran partikel bentonit. Kemudian nanopartikel bentonit dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM EDX.



Gambar 4.1. Nanopartikel Bentonit

4.1.1. Hasil XRD Nanopartikel Bentonit Alam.

Karakterisasi XRD dilakukan dengan menggunakan alat XRD *type* Rigaku SmartLab di Laboratorium Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI dengan panjang gelombang K_a 1,541862 Å dan dengan kecepatan atau *scan speed* sebesar 8,0000 deg/min. Karakterisasi XRD yang dilakukan pada nanobentonit ini bertujuan untuk menentukan fasa yang terkandung di dalam bentonit tersebut. Hasil karakterisasi XRD nanobentonit yang diperoleh seperti Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Pola Difraksi dari Nanopartikel Bentonit

Berdasarkan hasil analisis XRD yang diolah menggunakan program *software Match 3*. Nanopartikel bentonit memiliki beberapa fase yaitu quartz, anortithe dan sodian. Pada puncak – puncak difraksi ini memiliki *indeks miller* sebagai berikut 120, 20-2, 121, 101, 2-20, 110, 200, 220, 211, 112 dan 212. Dari hasil tersebut diperoleh puncak-puncak khas yang sesuai dengan penelitian sebelumnya (Zhang, dkk., 2016). Hasil fasa dan indeks millier tiap puncak dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.1. Tabel Fasa dan Indeks Miller dari Nanobentonit

No	2 Theta	Phase	d_{hkl}
1	19.83	Anorhite, sodian	(1,2,0)
2	20.863	Quartz low, Anorhite, sodian	(1,0,0), (0,3,0)
3	21.94	Anorhite, sodian	(2,0,-2)
4	22.0	Anorhite, sodian	(0,3,-1)
5	22.013	Anorhite, sodian	(1,2,1)
6	26.594	Quartz low	(1,0,1)
7	27.296	Anorhite, sodian	(2,-2,0)
8	36.49	Quartz low, Anorhite, sodian	(1,1,0), (3,-1,-1)
9	39.462	Quartz low, Anorhite, sodian	(1,0,2), (3,-3,-3)
10	42.46	Quartz low, Anorhite, sodian	(2,0,0), (0,0,6)

11	50.163	Quartz low, Anorhite, sodian	(1,1,2), (3,-2,-7)
12	55.17	Quartz low, Anorhite, sodian	(2,0,2), (0,6,-5)
13	56.5	Quartz low, Anorhite, sodian	(2,1,0), (3,6,-4)
14	59.994	Quartz low, Anorhite, sodian	(2,1,1), (5,-1,-1)
15	68.22	Quartz low, Anorhite, sodian	(2,1,2), (4,-3,-9)

Karakterisasi XRD juga bertujuan untuk menentukan ukuran partikel dengan persamaan Scherrer :

$$D = \frac{k.\lambda}{\beta cos\theta} \qquad (4.1)$$

Dengan : D = diameter partikel

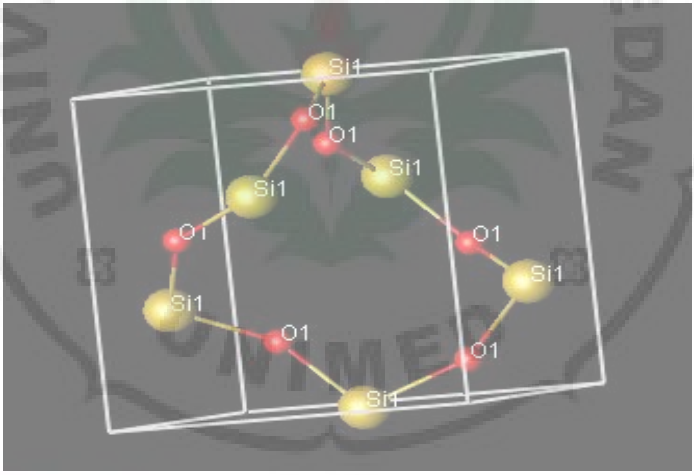
λ = Panjang Gelombang

β = FWHM (*Full Width Half Maximum*)

θ = Sudut Diffraksi

Dari hasil perhitungan diperoleh ukuran rata-rata partikel adalah 35,26 nm.

Struktur kristal dari bentonit yang diperoleh adalah trigonal dan triklin. Trigonal untuk fasa quartz, dengan memiliki nilai a= 4,9164, b=4,9164, c=5,4133 dan α= 90°, β= 90°, γ=120° seperti Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Struktur Kristal Trigonal untuk fasa Quartz Low

Triklin untuk fasa-fasa Anorthite dan Sodian, dengan memiliki nilai a = 8,2252, b=12,888, c=14,262 dan α = 93,485^0 β = 115,7917^0, γ =90,702^0 seperti Gambar 4.4

Gambar 4.4. Struktur Kristal Triklin dengan fasa Anorthite, Sodian

4.1.2. Hasil SEM-EDX Bentonit Alam

Karakterisasi SEM dilakukan dengan menggunankan alat SEM type Hitachi SU3500 Scanning Electron Microscope di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI. Karakterisasi SEM bertujuan untuk melihat morfologi atau gambaran keadaan permukaan suatu material. Hasil SEM dari bentonit alam yang telah di sintesis secara kimia dan fisika dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6 sebagai berikut :

Gambar 4.5. Hasil SEM Bentonit dengan perbesaran 2500 kali.

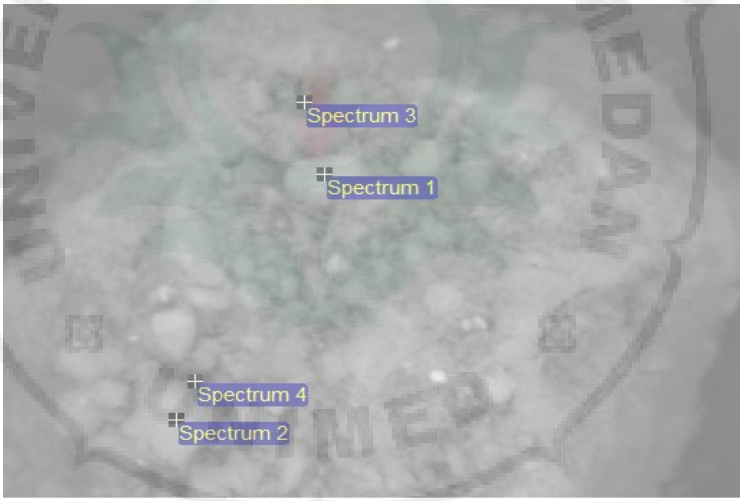
Gambar 4.6. Hasil SEM Bentonit dengan perbesaran 5000 kali.

Dari gambar di atas dapat dilihat bahwa nanopartikel bentonit berbentuk bulat dan hasilnya belum merata ukurannya dan masih terjadi penggumpalan (aglomerasi) selain itu kurang fokusnya saat pengambilan gambar sehingga terbentuk tidak merata dan kurang jelas. Hal ini dapat diakibatkan karena oksigen sebelum dikarakterisasi dapat berikatan dengan senyawa dari partikel pembentuk bentonit sehingga mengakibatkan penggumpalan pada bentonit. Ini juga dapat diakibatkan karena antara waktu sintesis dan karakterisasi yang sedikit lebih lama sehingga menimbulkan kelembaban yang lebih tinggi dari sampel tersebut.

Karakterisasi EDX (*Energy Dispersive X Ray Analizer*) dilakukan dengan menggunakan alat Silicon Drift X Ray Detector EDX type X Max Horiba di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI. Dengan EDX dilakukan penembakan pada titik/spot yang diinginkan dalam hal ini adalah pada intermetalik, eutektik silikon dan matriks logam aluminium. Dalam pengujian ini diperoleh indikasi

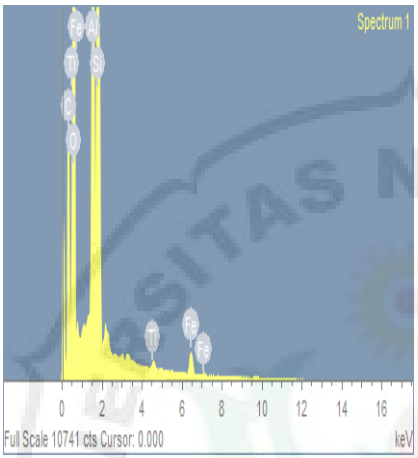
kimia pada SEM EDX adalah kemampuannya untuk mengamati daerah yang sangat sempit.

Hasil EDX dari bentonit alam yang telah disintesis secara kimia dan fisika dapat dilihat pada gambar sebagai berikut :

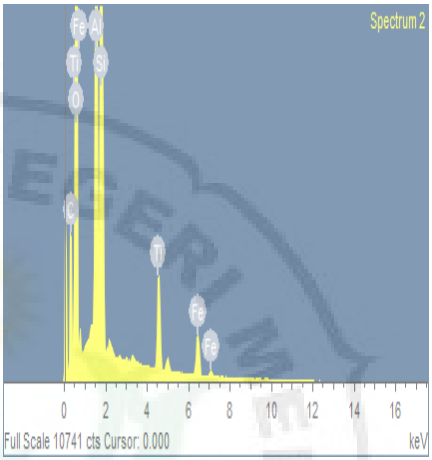


Gambar 4.7. Hasil SEM EDX bentonit pada empat titik

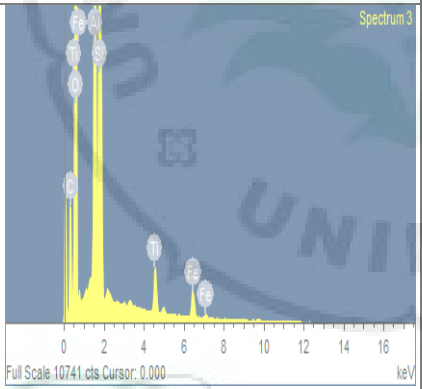
THE Character Building UNIVERSITY



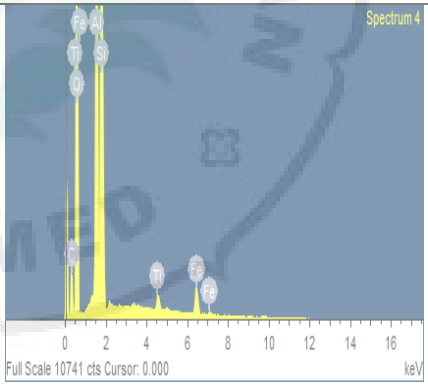
Spektrum 1



Spektrum 2



Spektrum 3



Spektrum 4

Gambar 4.8. Hasil Spektrum EDX dari 4 titik

Dari keempat spektrum di atas dapat dilihat bahwa unsur-unsur yang terdapat pada bentonit alam adalah unsur Al, Si, O, C, Fe dan Ti. Senyawa hasil EDX dari keempat spektrum yang mewakili dari pengambilan sampel dapat dilihat pada Tabel 4. 2 sebagai berikut :

Tabel 4.2. Tabel Element Hasil EDX

Element	Komposisi				
	Spektrum 1 (% wt)	Spektrum 2 (% wt)	Spektrum 3 (% wt)	Spektrum 4 (% wt)	Rata rata (% wt)
$CaCO_3$	15,09	12,58	13,44	13,81	13,73
SiO_2	72,54	70,67	70,57	65,46	69,81
Al_2O_3	11,73	13,68	13,84	17,83	14,27
Ti	0,11	1,69	1,03	0,65	0,87
Fe	0,53	1,38	1,12	2,25	1,32
Total	100	100	100	100	100

Pengujian EDX pada suatu titik pada sampel menghasilkan keluaran dalam bentuk persentase unsur saja (bukan senyawa seperti yang dihasilkan dari pengujian XRD). Dari hasil EDX yang dilakukan diperoleh unsur unsur Al, Si, Ca, Fe dan Ti pada setiap spektrum. Pada setiap spektrum diperoleh unsur Al, Si, Ca, Fe , O

dan Ti. Senyawa yang paling dominan dalam bentonit alam ini adalah senyawa $CaCO_3$, SiO_2, Al_2O_3 dengan rata-rata sebesar 13,73%; 69,81%; 14,27% . Dari rumus kimia bentonit itu sendiri adalah (Mg, Ca) xAl_2O_3. $ySiO_2$. nH_2O, maka hasil yang sesuai dengan rumus kimia bentonit ini yaitu senyawa $CaCO_3$, SiO_2, dan Al_2O_3 sedangkan unsur Fe dan Ti merupakan pengotor dengan komposisi sebesar 0,87 % dan 1,32% yang diakibatkan oleh beberapa faktor yaitu pemurnian bentonit yang kurang bersih, keadaan oven yang kurang bersih, peralatan yang dapat beroksidasi dan beberapa faktor lainnya.

4.2 Hasil Sintesis Nanokomposit Campuran PVA dan Bentonit

Rata-rata ketebalan, lebar dan panjang setiap sampel yang diuji dapat dilihat pada Tabel 4.3 berikut:

Tabel 4.3. Data ketebalan, lebar dan panjang sampel nanokomposit dari PVA/bentonit

Sampel		Tebal	Lebar	Panjang
PVA	Bentonit	(mm)	(mm)	(mm)
100%	0%	1,37	4,00	28
98%	2%	1,34		
96%	4%	1,29		
94%	6%	1,49		
92%	8%	1,33		

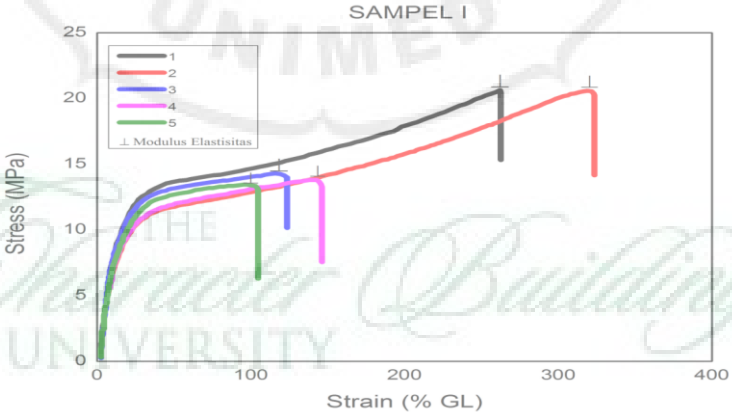
4.2.1. Hasil Uji Tarik Dari Nanokomposit PVA/Bentonit

Hasil karakterisasi uji tarik nanokomposit dari PVA/bentonit didapatkan data regangan putus, tegangan putus, modulus elastisitas dan perpanjangan putus pada setiap variasi sampel yaitu 0%, 2%, 4%, 6% dan 8% seperti pada Tabel 4.4. Tabel ini menggambarkan hasil uji tarik yang dapat dilihat perbandingan dari setiap campuran bentonit dengan Polyvinyl Alkohol.

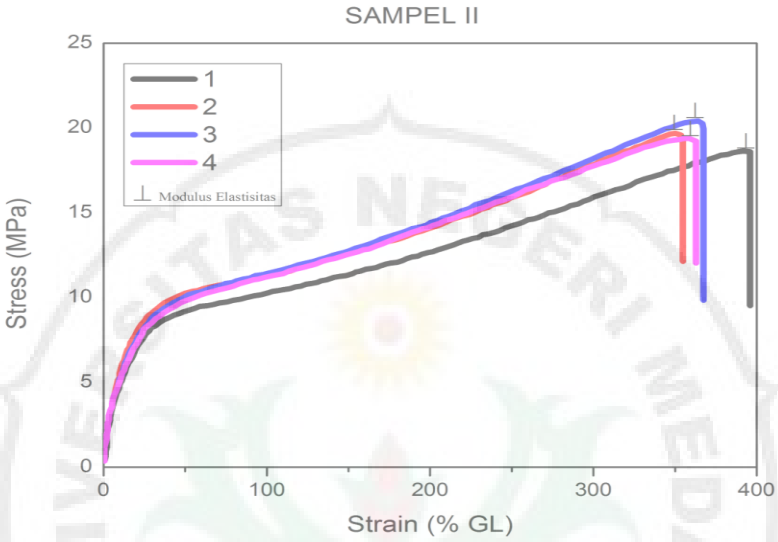
Tabel 4.4. Data hasil pengujian uji tarik nanokomposit dari PVA/Bentonit

Sampel		Regangan Putus (% GL)	Tegangan Putus (MPa)	Modulus Elastisitas (MPa)	Perpanjangan Putus (mm)
PVA	Bentonit				
100 %	0%	192,33 ± 96,82	16,141 ± 3,675	107,49 ± 10,89	53,852 ± 27,112
98%	2%	369,88 ± 15,90	18,989 ± 0,881	62,797 ± 6,574	103,57 ± 4,45
96%	4%	272,31 ± 77,56	16,809 ± 2,951	50,876 ± 11,366	76,247 ± 21,718
94%	6%	297,58 ± 9,71	23,975 ± 1,085	114,71 ± 9,81	83,323 ± 2,720
92%	8%	319,95 ± 48,51	20,180 ± 3,217	50,404 ± 6,115	89,587 ± 13,583

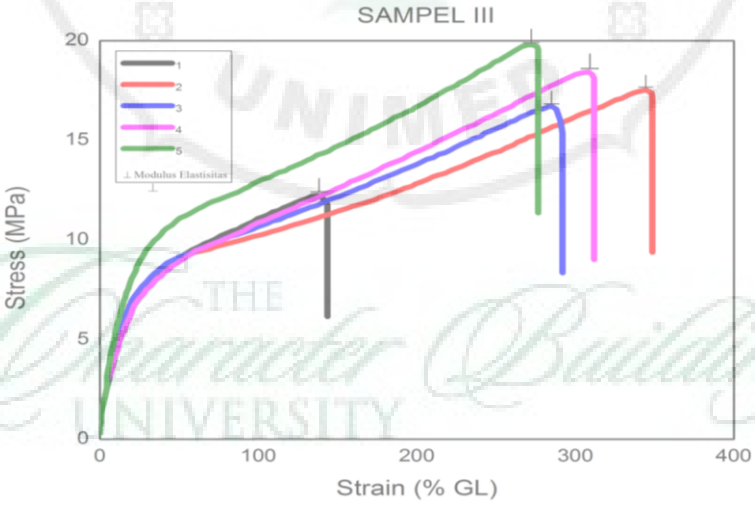
Hasil uji tarik dari hubungan antara tegangan putus dengan regangan putus seperti pada Gambar 4.9.



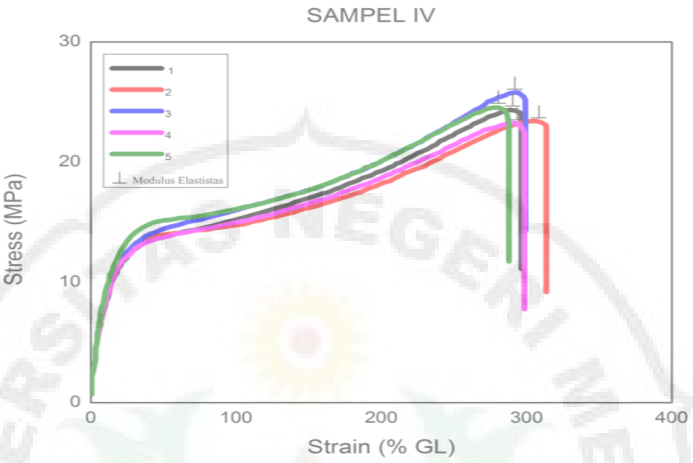
(a)


SAMPEL II
Stress (MPa)
Strain (% GL)
1
2
3
4
Modulus Elastisitas
0
5
10
15
20
25
0
100
200
300
400

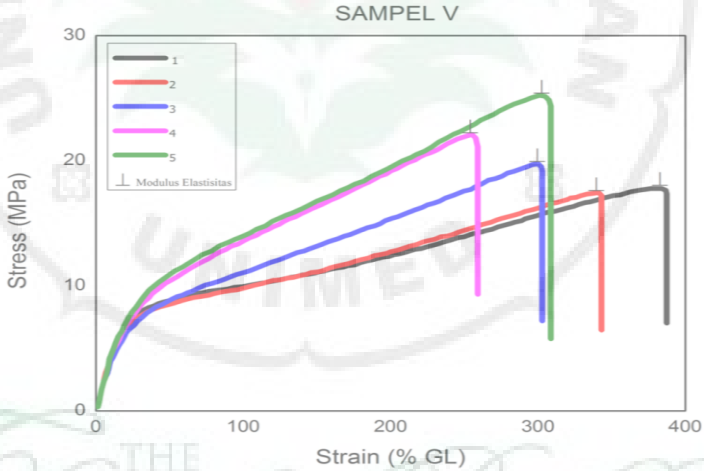
(b)


SAMPEL III
Stress (MPa)
Strain (% GL)
1
2
3
4
5
Modulus Elastisitas
0
5
10
15
20
0
100
200
300
400

(c)



(d)



(e)

Gambar 4.9. Grafik hubungan antara tegangan putus dengan regangan putus (a). PVA murni, (b). PVA/bentonit 2%, (c) PVA/bentonit 4%, (d). PVA/bentonit 6%, (e). PVA/bentonit 8%.

Dari hasil grafik pada Gambar 4.9 dapat dilihat bahwa bahan atau spesimen tidak dapat kembali ke kondisi semula atau terjadi perubahan permanen pada bahan. Pada gambar sampel I, III dan V tampak bahwa sampel tidak homogen sedangkan gambar sampel II dan IV sampel lebih homogen. Grafik yang diperoleh dari hasil pengujian didapatkan kenaikan sampai titik putus bahan tersebut pada setiap variasi. Hasil uji tarik nanokomposit dari PVA/bentonit menunjukkan peningkatan dari 0% sampai 8% dan memiliki nilai maksimum pada variasi 6% dengan nilai tegangan putus yang lebih tinggi.

Berdasarkan Tabel 4.4 dan Gambar 4.9, perpanjangan putus akibat penambahan bentonit menunjukkan peningkatan hingga 100 % pada variasi 2%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan menambahkan bentonit dapat meningkatkan sifat fleksibel pada PVA (Jose, dkk. 2014). Namun terjadi penurunan dibeberapa titik yang diakibatkan karena penambahan bentonit

dengan jumlah yang berbeda, dimana penambahan bentonit yang lebih banyak menyebabkan banyaknya gumpalan-gumpalan dan bentonit tidak terdistribusi secara merata. Peningkatan tajam pada penambahan nanobentonit akan berdampak pada nilai modulus elastisitas. Beberapa anggapan, pada nilai perpanjangan putus yang tinggi akan menyebabkan modulus elastisitas yang rendah (Johansson, dkk. 2014).

Berdasarkan modulus elastisitasnya, komposisi 6% bentonit memiliki nilai modulus elastisitas yang lebih tinggi dibanding dengan PVA murni. Namun, terjadi penurunan modulus elastisitas pada penambahan bentonit 2%, 4% dan 8%. Peningkatan ini terjadi, adanya interaksi yang kuat antara matriks dan lapisan silikat melalui pembentukan ikatan hidrogen karena hidrofilisitas yang kuat dari tepi bentonit (Sapalidis, dkk. 2012). Sedangkan penurunan terjadi karena tidak meratanya penyebaran bentonit pada PVA yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.

Dari pembahasan tersebut dinyatakan bahwa banyaknya pertambahan bentonit sebagai *reinforcement* (penguat) pada matriks PVA dapat meningkatkan kekuatan tarik pada nanokomposit tersebut. Selain semakin kuat, campuran PVA dan bentonit juga semakin elastis atau cenderung fleksibel diakibatkan lapisan struktur *filler* dalam nanokomposit membatasi robeknya lapisan molekul polimer saat uji tarik dilakukan.

4.2.2 Hasil SEM Dari Nanokomposit PVA/Bentonit

Pada Gambar 4.10 merupakan hasil SEM untuk melihat morfologi sampel setiap variasi nanokomposit dari PVA/bentonit, dimana bentonit terdispersi pada matriks polimer PVA. Untuk permukaan PVA murni tidak terdapat pori-pori atau lengkungan (dapat dilihat pada Gambar 4.10a), karena tanpa pengisi bentonit sehingga tidak terdapat tumpukan-tumpukan pada permukaannya. Tetapi kekuatan tarik dari PVA murni lebih rendah dan kurang fleksibel dibanding dengan variasi PVA/bentonit.

Untuk variasi PVA/bentonit 2% terdapat lengkungan dan pori-pori pada permukaan gel (dapat dilihat pada Gambar 4.10b) yang dianalisis menggunakan *software ImageJ* dan diperoleh lebar lengkungan 4,122 μm dan dimeter pori yaitu 1,342 μm. Pada variasi 4% terdapat tiga pori dengan diameter yang berbeda-beda (dapat dilihat pada Gambar 4.10c) yaitu 2,2438 μm, 1,7154 μm dan1,984 μm.

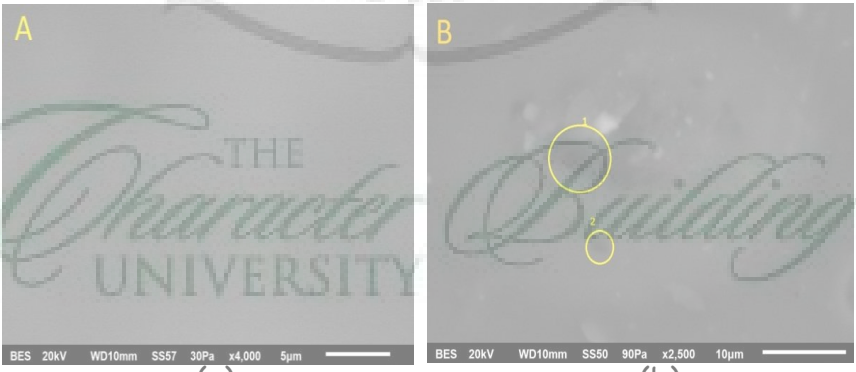
Permukaan variasi 6% terlihat lebih merata dibanding dengan variasi PVA/bentonit lainnya dan terdapat pori dengan diameter 0,5237 μm seperti tampak pada Gambar 4.10d, hal ini disebabkan adanya ikatan yang lebih baik antara matriks dengan *filler*. Sedangkan variasi 8% memiliki pori sebanyak 7 dengan diameter 9,2469 μm, 1,3591 μm, 0,7787 μm, 2,1172 μm, 2,4623 μm, 1,0256 μm dan 2,9741 μm (dapat dilihat pada Gambar 4.10e). Dimana pada variasi 8% permukaannya tidak rata sehingga memiliki banyak pori yang cukup besar dan terdapat retakan pada saat

pembuatan gel akibat banyaknya penambahan bentonit sehingga terdapat penumpukan-penumpukan yang tidak merata.

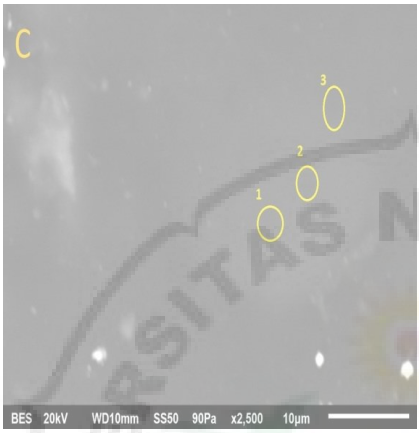
Pada variasi 6% terlihat campuran lebih homogen karena nanokomposit terdistribusi lebih merata dan lebih sedikit pori yang terdapat pada permukaannya, sehingga kekuatan tarik dari sampel tersebut lebih bagus (dapat dilihat pada Gambar 4.10d) dibanding dengan variasi lainnya. Kenaikan kandungan komposisi bentonit menghasilkan penurunan viskositas dan peningkatan kandungan PVA. Kehomogenan komposisi berkaitan dengan pembentukan air yang mudah larut dengan komponen yang berinteraksi satu sama lain. Hubungan PVA dengan bentonit dapat stabil karena adanya ikatan hidrogen (Kudaibergenova, dkk. 2012). Penambahan polimer PVA sangat mengubah rheologi (suatu ilmu tentang sifat alir suatu zat yang terlibat dalam pembuatan, pengemasan atau pemakaian, dan lainnya) sifat dispersi bentonit. Tingkat interaksi antara

molekul polimer PVA dan partikel bentonit tergantung pada konsentrasi polimer dalam dispersi (Isci, dkk. 2006). Bentonit dapat memperkuat membran nanokomposit PVA yang berikatan silang dengan berbagai konsentrasi bentonit (Jose, dkk. 2016).

Analisa morfologi nanokomposit dari PVA/bentonit dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Mikroscope*) dan dapat dilihat pada Gambar 4.10 yang memperlihatkan permukaan bergelombang dengan sebaran yang cukup homogen pada setiap variasi campuran PVA/bentonit serta terdapat pori dan lengkungan pada perbesaran yang berbeda-beda.



(a) (b)



(c) (d)

(e)

Gambar 4.10.Foto SEM dari nanokomposit PVA/bentonit (a). morfologi PVA murni, (b). morfologi PVA/bentonit 2%, (c) morfologi PVA/bentonit 4%, (d). morfologi PVA/bentonit 6%, (e). morfologi PVA/bentonit 8%.

Dari hasil Gambar 4.10 dapat dilihat bahwa bentonit telah menyebar pada PVA dan terdapat perbedaan permukaan pada setiap variasinya. Diantara variasi tersebut tampak morfologi variasi PVA murni tidak terdapat pori-pori atau lengkungan, karena tanpa pengisi bentonit sehingga tidak terdapat tumpukan-tumpukan pada permukaannya. Sedangkan untuk campuran PVA/bentonit, variasi 6% memiliki kondisi optimum karena bentonit terdispersi pada PVA dan sedikit terdapat pori dibanding variasi penambahan bentonit lainnya.

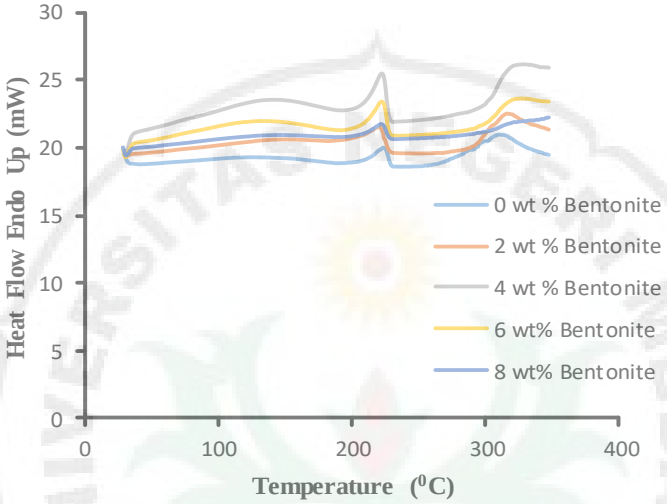
4.2.3. Hasil Uji Termal Dari Nanokomposit PVA/Bentonit.

Uji termal dilakukan dengan menggunakan *Diferential Scanning Calorimetry* (DSC) untuk menentukan titik leleh dari nanokomposit PVA/Bentonit. Analisa DSC dengan massa 4,1 mg dengan menggunakan gas nitrogen dengan kecepatan alir 20 cc/min dan

kecepatan pemanas adalah 10 °C/min. Untuk sampel nanokomposit dengan variasi campuran antara PVA dan Bentonit diperoleh hasil termogram seperti Gambar 4.11 dan Tabel 4.5.

Tabel 4.5 . Hasil Uji Termal Nanokomposit PVA/Bentonit

Nano Bentonit (wt %)	Temperatur (°C)			Entalpi	Kalor
	Onset	Titik leleh	Endset	ΔH (J/g)	ΔQ (mJ)
0	209,05	223,51	228,72	27,10	111,12
2	198,41	219,98	224,89	46,83	192,00
4	208,06	222,09	227,24	62,65	256,87
6	208,15	221,95	227,48	49,65	203,56
8	207,27	221,48	227,37	22,71	93,09



Gambar 4.11. Termogram dari Uji Termal Nanokomposit PVA/Bentonit

Hasil analisis termal secara umum tidak ada perubahan titik leleh dengan bertambahnya komposisi bentonit, namun entalpi terjadi perubahan demikian juga kalor yang diperlukan untuk menghasilkan titik leleh tersebut. Entalpi terbesar pada komposisi nano bentonit 4 % yaitu 62,65 J/g dan kalor yang diperlukan sebesar 256,87 mJ.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5. 1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan pada pembuatan nanokomposit dari campuran PVA dan bentonit alam Pahae diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah dapat disintesis nanobentonit alam Pahae dengan metode kopresipitasi dengan ukuran rata-rata adalah 35,26 nm.
2. Bentonit alam Pahae mengandung senyawa $CaCO_3$ sebanyak 13,73%, SiO_2 sebanyak 69,81% dan Al_2O_3 sebanyak 14,27%, yang memiliki fasa Quartz, Anorthite dan Sodian. Bentonit alam Pahae merupakan kalsium bentonit.
3. Hasil SEM menunjukkan morfologi dari nanobentonit yang terbentuk belum merata dan masih terjadi aglomerasi.

4. Morfologi nanokomposit dari campuran PVA/bentonit yang diuji menggunakan SEM menunjukkan bahwa penambahan variasi bentonit 6% terdistribusi lebih merata dan memiliki pori dengan diameter 0,5237 μm, namun terdapat beberapa tumpukan pada permukaannya.
5. Hasil uji tarik nanokomposit dari PVA/bentonit menunjukkan bahwa nilai yang optimum terdapat pada variasi 6% yang memiliki nilai modulus elastisitas sebesar 114,71 MPa.
6. Hasil uji termal nanokomposit dari PVA/bentonit menunjukkan bahwa titik leleh tidak berubah secara signifikan dan memiliki entalpi terbesar 62,65 J/g dan kalor 256,87 mJ pada campuran bentonit 4% berat.

THE Character Building UNIVERSITY

5.2 Saran

Pembuatan nanobentonit ini masih terdapat aglomerasi, maka untuk proses pembuatan partikel nanobentonit yang lebih baik perlu diperhatikan suhu kalsinasi dan waktu ball-mill dan keadaan proses ball-mill misalnya kecepatan putar dari *jar* yang digunakan, selang waktu proses pembuatan dan karakterisasi dibuat sesingkat mungkin sehingga tidak terjadi aglomerasi yang lebih besar. Pencampuran dari PVA dan bentonit harus diperhatikan kecepatan putar dari magnetic stirrer dan suhu yang diberikan sehingga mengurangi penggumpalan bentonit agar terdistribusi lebih merata.

THE Character Building UNIVERSITY

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M., Virgus, Y., dan Khairurrijal. 2008. ***Review: Sintesis Nanomaterial*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi**. ISSN: 1979-0880.Vol.1 No.2:33-57.

Abdou,M.I, Al-Sabagh,A.M, Dardir,M.M., (2013), **Evaluation of Egyptian Bentonite and Nano-bentonite as Drilling Mud**, *Egyptian Journal of Petroleum*, Vol. 22,pages 53–59.

Ahonen,L., Korkeakoski,P., Tiljander,M., Kivikoski,H., Laaksonen,R., (2008), **Quality Assurance of the Bentonite Material**, Posiva OY, Olkiluoto, Finland

Banat,F.A., Al-Bashir, Al-Asheh,S., Hayajneh,O, (2000), **Adsorption of phenol by bentonite,** *Environmental Pollution*, Vol. 103, 3, Pages 391–398

Bath, Daniel S dan dkk. 2012. **Penggunaan Tanah Bentonit sebagai Adsorben Logam Cu**, Jurnal Teknik Kimia USU, Vol. 1, No. 1

Bereket,G., Arog,A.Z., Özel,M.Z., (2002), **Removal of Pb(II), Cd(II), Cu(II), and Zn(II) from Aqueous Solutions by Adsorption on Bentonite,** *Journal of Colloid and Interface Science*, Volume 187, Issue 2, Pages 338–343

Bukit, N. (2013), Pengolahan Bentonit Alam Menjadi Nano Partikel Bentonit Dengan Sebagai Bahan Pengisi Nano Komposit High Density Poliethylene, Laporan Penelitian Fundamental, Unimed.

Bukit,N., Frida,E and Harahap, M.H, (2013), **Preparation Natural Bentonite in Nanoparticle Material as Filler Nanocomposite High Density Poliethylene (HDPE)**, *Chemistry and Materials Research,* Vol. 3, no. 13, pp. 1-12.

Cao, C.Y., Meng,L.K., Zhao,Y.H., 2013, **Adsorption of Phenol From Wastewate by Organo bentonite,** *Desalination and Water Treatment* 52 (2014) 3504-3509

Darvishi, Z., Morsali, A., (2011), **Synthesis and characterization of Nano-bentonite by sonochemical method,** *Ultrasonics Sonochemistry*, Volume 18, Issue 1, Pages 238–242

DeMerlis, C.C dan Schoneker,D.R., 2003, **Review of the Oral Toxicity of Polyvinyl Alcohol(PVA),** *Food and Chemical Toxicology*, Vol. 41, p.319-326

Fikri, M.E dan Kusumadewi, R. 2010. **Regenerasi Bentonit Bekas secara Kimia Fisika dengan Aktivator Asam Klorida dan Pemanasan pada Proses Pemucatan CPO**. PKM-2-2:1-10.

Gaoy, X., Zhong,H., Yao., Guo, W., Jin, F., 2016, **Hydrothermal conversion og glucose into organic acids with bentonite as solid base catalyst,** *Catalyst today*,pages 1-6

Guozhong C., (2004), **Nanostructures & Nanomaterials : Synthesis, Properties & Applications,** Imperial College Press, London

Hucko, B., Janco, R., (2013), *Introduction to Mechanics of Materials: Part I*, eBooks at Bookboon, **ISBN: 978-87-403-0364-3**.

Erizal dan Rahayu, 2009, **Thermo-Responsive Hidrogel of PolyVinyl Alcohol (PVA)-Co-N-Isoprovyl Acrylamide (NIPAAM) Prepared by- γ Radiation as a Matrix Pumping/On-Off System**, *Indo.J. Chem.* 9(1) : 19-27

Joshi,M & Bhattacharyya,A. (2011), **Nanotechnology – a new route to high performance functional textiles**, *Textile Progress*, Vol. 43:3, P. 155-233

Lagashetty, A and A Venkataraman, 2009, **Polymer Nanocomposites**, Resonance, Gulbarga

Le, ZT and L.Shi, 2012, **The effection of Copper Chloride on the Surface of Bentonite in Adsoption of Propylmercaptan**, Energy Sources, Part A, 34:1231–1237, 2012

Mallakpour, Dinari,M., dan Azadi, E., 2015, **Poly(vinyl alcohol) Chains Grafted onto the Surface of Copper Oxide Nanoparticles: Application in Synthesis and Characterization of Novel Optically Active and Thermally Stable Nanocomposites Based on Poly(amide-imide) Containing N-trimellitylimido-L-valine Linkage**, *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, Vol. 20, Issue 1, pages 82-97

Mancini,L.H., dan Esposito, C.L., (2008), **Nanocomposites : Preparation, Properties and Performance,** Nova Science Publisher, Inc, New York

Manias, E., Polizos,G.,Nakajima,H., dan Heidecker, M.J., 2007, **Fundamental of Polymer Nanocomposite Technology,** John Wiley & Sons,Inc.

Özcan, A.S., Erdem, B., Özcan, A., (2004), **Adsorption of Acid Blue 193 from aqueous solutions onto Na-bentonite and DTMA-bentonite,** *Journal of Colloid and Interface Science*, Volume 280, Issue 1, Pages 44-54

Rastogi Trading Company, **PVA properties**.htm, (diakses pada 20 Februari 2015)

Saxena, S.K., 2004, **Polyvinyl Alcohol (PVA)**, 61 st, JECFA

Sirait, M,. Bukit,N., Simarmata,U. (2014), **Pembentukan Nanokomposit Polyvinyl Alkohol (PVA) dan Zeolit Alam Pahae sebagai Filler**, Laporan Penelitian Hibah Bersaing, Unimed.

Sirait, M., (2013), **Pengaruh Campuran Nanopartikel ZnS dan Polyvinyl Alkohol (PVA) Terhadap Sifat Mekanik Nanokomposit PVA/ZnS**, Laporan Penelitian Hibah Doktor, Unimed.

Sirait, M., Bukit, N. and Siregar, N., **Preparation and Characterization of Natural Bentonite in to Nanoparticles by Co-Precipitation Method**, AIP Conference Proceedings 1801, 020006 (2017); doi: http://dx.doi.org/10.1063/1.4973084

Sirait, M dan Motlan, (2016), **Synthesis and Morphology of Polyvinyl Alcohol/Zinc Sulfide Nanocomposite**, *Materials Science and Engineering*, Vol. 223, no. 1, pp. 2-7.

Sirsam, R., and Usmani, G., 2015, **Use of Surface Modified BentoniteClay Catalyst For Esterification of Meleic Acid with Ethanol,** International Journal of Research in Engineering and Technology, Volume 04 Issue 04, pages 144-150.

Syuhada, Wijaya, Rachmad, Jayatin, dan Rohman Saeful, (2009), **Modifikasi Bentonid (clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Sufaktan** : ISSN 1979-0880

Tahir, S.S, Rauf, N.,2006, **Removal of a cationic dye from aqueous solutions by adsorption onto bentonite clay,** *Chemosphere*, Volume 63, Issue 11, Pages 1842–1848

Zahra D., Ali M., 2011, **Synthesis and Characterization of Nano-bentonit by Sonochemical Method**, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18, 238-242

Zhang, H., Liang, X., Yang,C., Niu, C., Wang,J., Su,X., 2016, **Nano γFe_2O_3/bentonite magnetic composites : synthesis characterization and application as adsorbents,** Journal of alloy and compounds 688, (2016), 1019–1027.