



Buku-o

By Noto Gultom

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).

17

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 *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 $2 \mu\text{m}$ 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 ketahanan termal, sifat mekanik, ketahanan terhadap bahan kimia dan sifat bakar (*flammability*) yang berbeda sehingga dapat meningkatkan sifat mekanik dari material tersebut. (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 *axfoliated 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 (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.

4

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?

27

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.
47
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.
66

THE
Character Building
UNIVERSITY

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Bentonit Alam

60 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, 65 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 .

54 Bentonit terbentuk dari abu vulkanik dengan unsur 53 $(Na,Ca)_{0,33}, (Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2.(H_2O)$ 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 aktivasi menggunakan asam (HCl, H₂SO₄ dan HNO₃) sehingga dihasilkan lempung dengan kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi. Aktivasi bentonit menggunakan asam akan meningkatkan daya adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan sebelum diaktivasi (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 substitusi isomorfik Si^{4+} oleh Al^{3+} , dimana satu muatan negatif terjadi di setiap substitusinya. 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, feldspar, abu vulkanik, dan pasir kuarsa. Montmorillonit posisinya berada di antara dua lapisan tetrahedral.

Bentonit dapat terjadi karena :

7 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.

18 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 klorida, 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, ketersediaan 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.

7

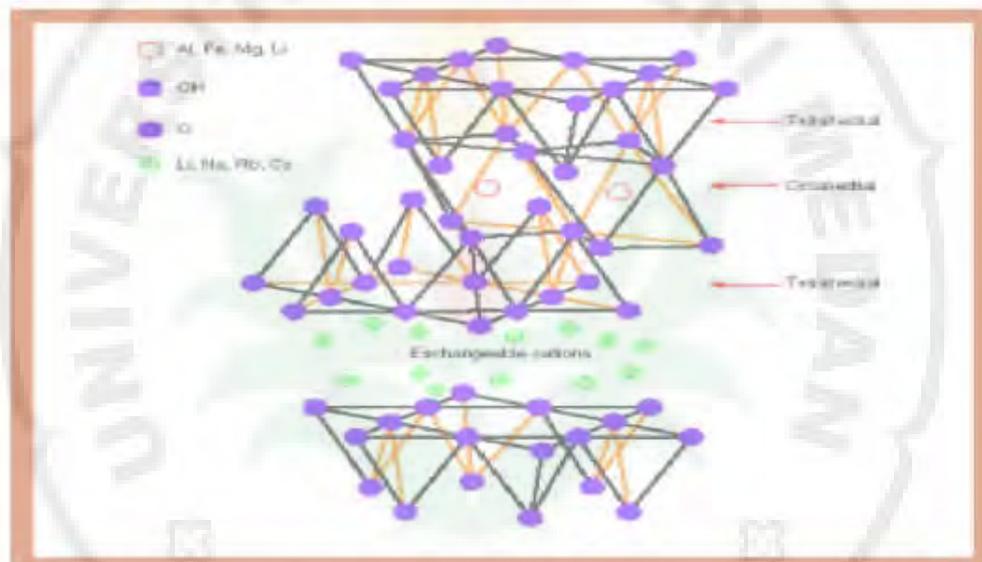
d). Endapan Sedimen.

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 $(Mg, Ca) xAl_2O_3 \cdot ySiO_2 \cdot n H_2O$ 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 : $\text{Ca}(\text{Al,Mg})(\text{Ca,Na})\text{AlSi}_4(\text{OH})_2\text{O}_{10}^* \times \text{H}_2\text{O}$.



Gambar 2.2. Struktur Bentonit

2.3. Tipe Bentonit dan Pemanfaatannya

Secara umum bentonit dibedakan atas Na-bentonit (bentonit Wyoming) dan Ca-bentonit. Na dan Ca merupakan kation-kation dapat dipertukarkan yang mendominasi kompleks 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 m²/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 Ca²⁺ dan Mg²⁺ 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 suspensi.

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

12

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

12

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

15

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

2 Tabel 2.1. Komposisi Kimia Bentonit

Senyawa	Na-Bentonit (%)	Ca-Bentonit (%)
SiO ₂	61,3-61,4	62,12
Al ₂ O ₃	19,8	17,33
Fe ₂ O ₃	3,9	5,30
CaO	0,6	3,68
MgO	1,3	3,3
Na ₂ O	2,2	0,5
K ₂ O	0,4	0,55
H ₂ O	7,2	7,22

2.4. Aktivasi Bentonit²

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 aktivasi 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 aktivasi 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 bleaching 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 elektrostatis pada penukaran bentonit.

4. Bentonit sebagai Lumpur Bor.

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

21 Nanoteknologi adalah ilmu rekayasa dalam menciptakan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. 26 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. 45 Sejumlah sifat tersebut dapat diubah-ubah dengan melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan interaksi antar partikel. 29 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*.

81 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.

24

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

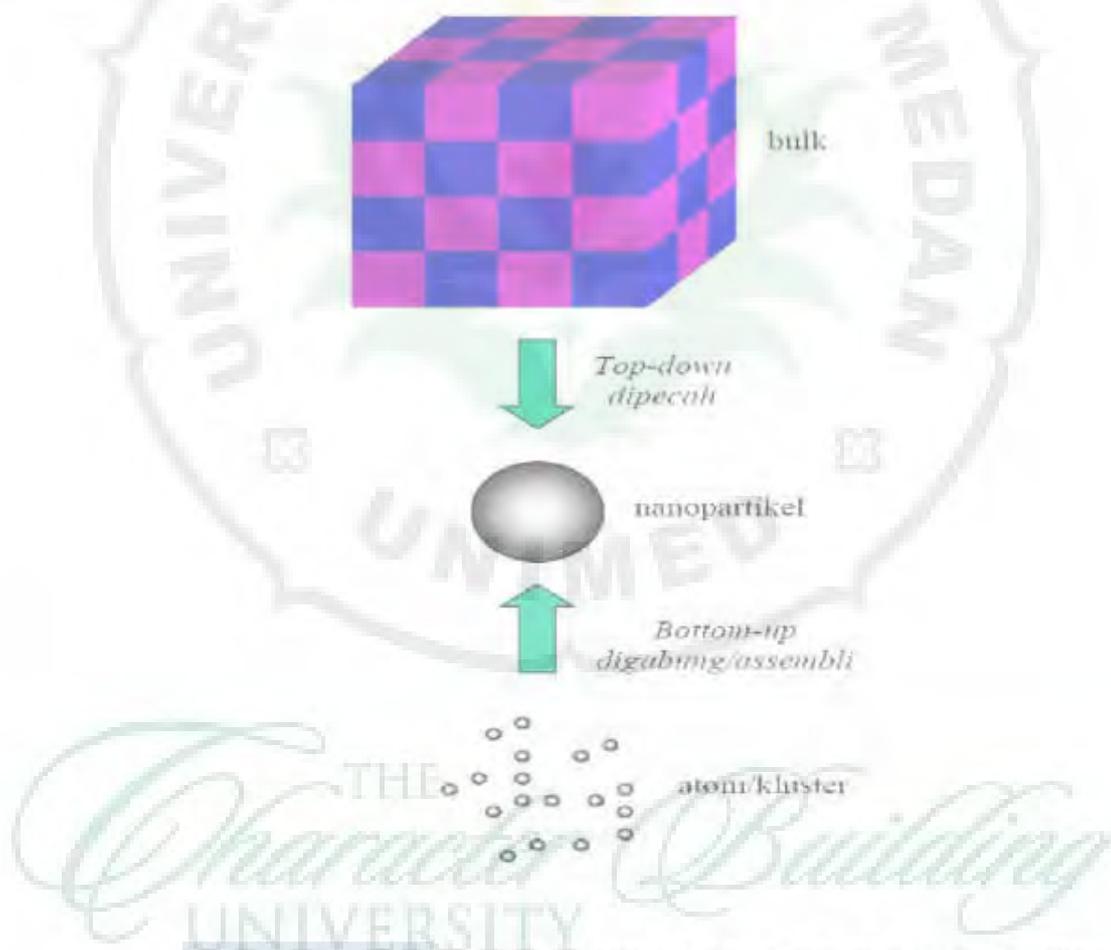
35

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

4 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 penggabungan 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.

16 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.



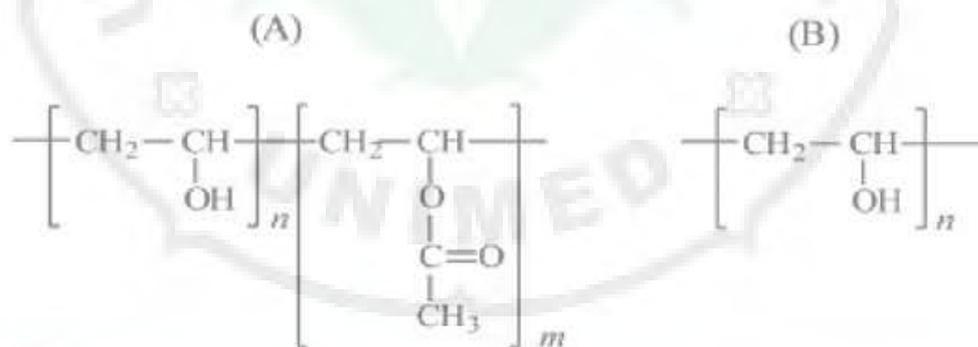
Gambar 2.3. Sintesis nanopartikel *top-down* dan *bottom-up* (Abdullah, 2008)

2.7. Polyvinyl Alkohol (PVA)

64

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.

51

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

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.

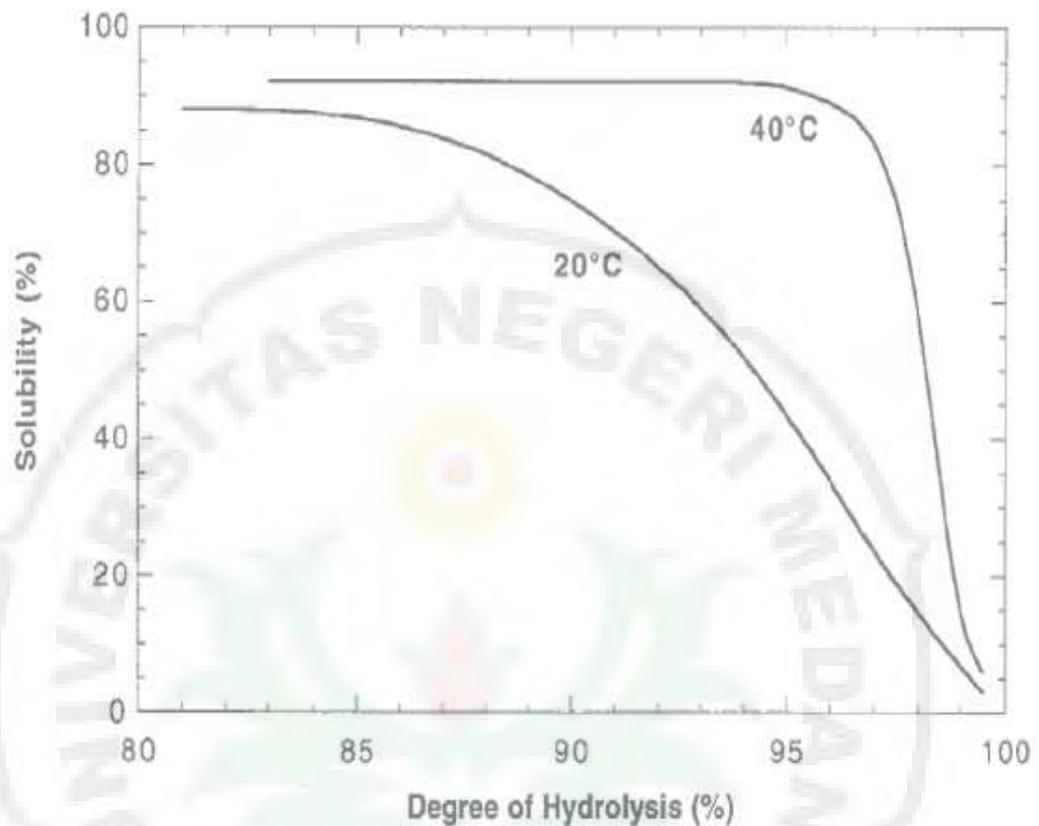
Tingkat kristalisasi memiliki efek pada kelarutan, sensitive terhadap air, kekuatan tarik, sifat penghalang oksigen (*oxygen-barrier properties*), dan sifat termoplastik. Titik leleh suatu kristal tergantung pada kesempurnaan dan ukuran. Penentuan yang tepat dari titik leleh kristal menggunakan teknik 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:

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

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.

14

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	67-110	Meningkatkan derajat kristalinitas
98-99% terhidrolisis	24-79	(pemberian panas), penurunan kelembaban, dan peningkatan berat molekul
87-89% terhidrolisis		Meningkatnya berat molekul dan penurunan kelembaban
Elongasi, %	0-300	Meningkatkan dengan kelembaban
Koefisien ekspansi termal $\times 10^{-5}$, per °C	7-12	
Kalor jenis, J/(g.K)	1,67	
Konduktivitas panas, W/(m.K)	0,2	
Transisi gelas, °C		
98-99%		

terhidrolisis	85	
87-89% terhidrolisis	58	
Titik leleh, °C		
98-99% terhidrolisis	230	
87-89% terhidrolisis	180	
Resistivitas listrik, Ω .cm	$(3,1-3,8) \times 10^7$	
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

19

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.

9 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. 13 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, 50 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.

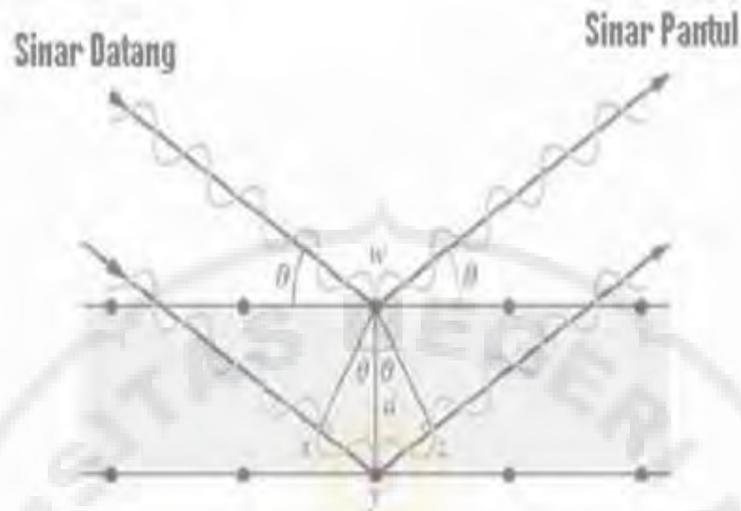
77

Difraksi merupakan penyebaran atau pembelokan gelombang pada saat gelombang melewati penghalang. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara $(0,5-2,5) \text{ \AA}$ dan memiliki energi foton antara $1,2 \times 10^3 \text{ eV} - 2,4 \times 10^5 \text{ eV}$ yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tertinggi. Dengan karakteristik 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 bremsstrahlung.

Spektroskopi XRD (*X-Ray Diffraction*) 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

1

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

$$2 d \sin \theta = n \lambda ; n = 1, 2, 3, \dots$$

(2.1)

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.

1 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

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

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

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

6 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.

9 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.

5 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.

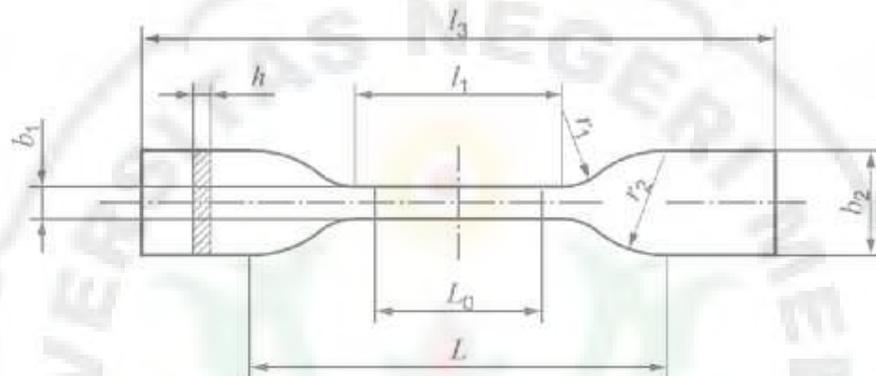
³ SEM adalah sebuah instrumen berkekuatan besar dan sangat handal yang dapat dipadukan dengan EDX (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*) sehingga dapat digunakan untuk memeriksa, observasi, dan karakterisasi struktur terkecil benda-benda padat dari material organik maupun anorganik yang heterogen serta 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

34

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 :

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

Keterangan :

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

41

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 *engineering Strain* (ε) dapat dilihat pada persamaan 2.6 :

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

Keterangan:

ε = (Regangan) *Engineering 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 :

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

2.7

Keterangan :

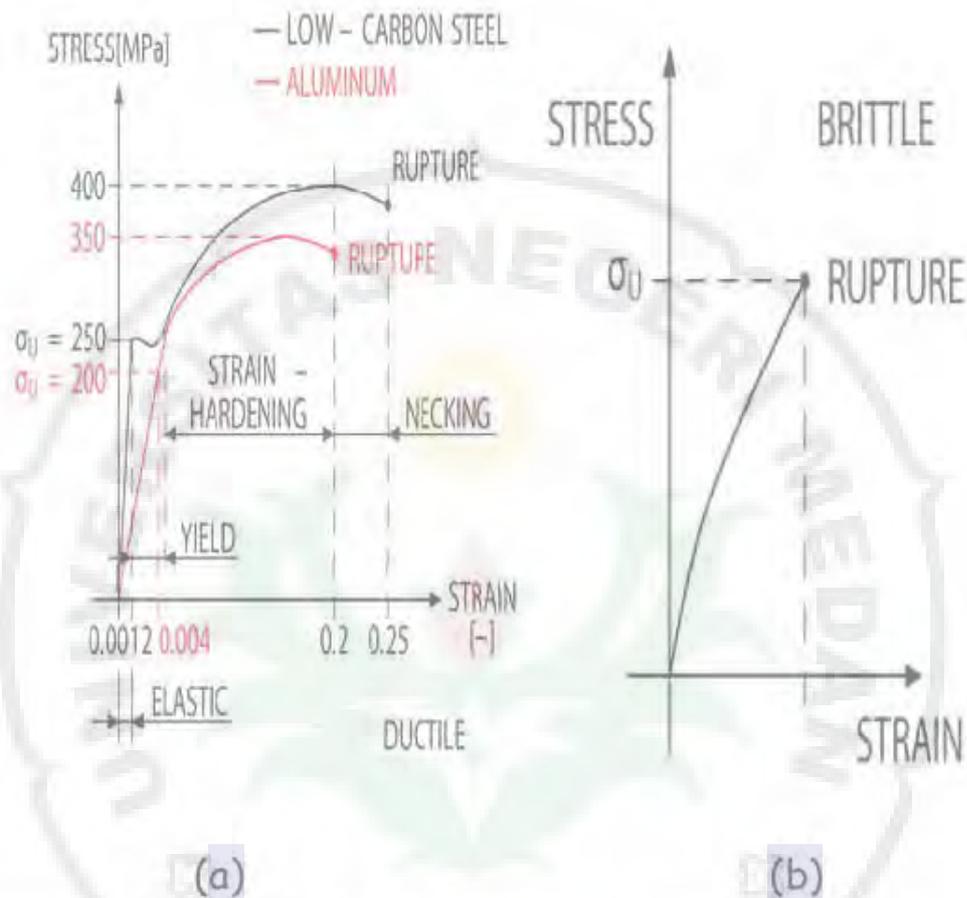
E = Modulus Elastisitas atau *Modulus Young*
(MPa)

σ = *Engineering Stress* (MPa)

ε = *Engineering Strain* (%)

Besaran Modulus Elastisitas merupakan besaran yang sangat bermanfaat dalam fisika material yang menggambarkan 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

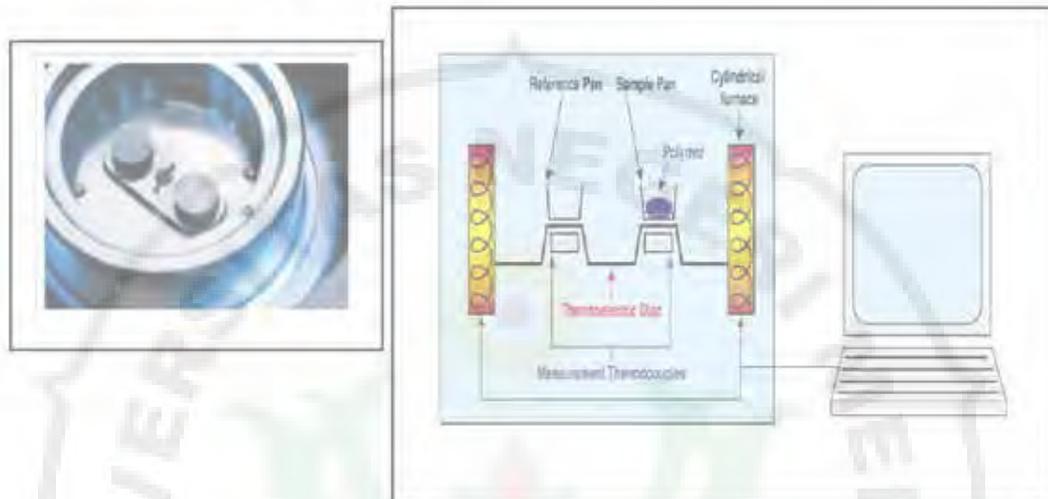
Uji termal yang dilakukan adalah untuk mengetahui titik leleh dengan menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). DSC merupakan suatu teknik analisa termal yang mengukur energi yang diserap atau

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

pembandingan 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 pembandingan. Pada *Heat-flux DSC*, sampel dan pembandingan dihubungkan dengan suatu lempengan logam. Sampel dan pembandingan tersebut ditempatkan dalam satu tungku pembakaran. Perubahan entalpi atau kapasitas panas dari sampel menimbulkan perbedaan temperatur sampel terhadap pembandingan, laju panas yang dihasilkan nilainya lebih kecil dibandingkan dengan DTA. Hal ini dikarenakan sampel dan pembandingan 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 pembandingan dihubungkan dengan lajur laju panas yang baik. Sampel

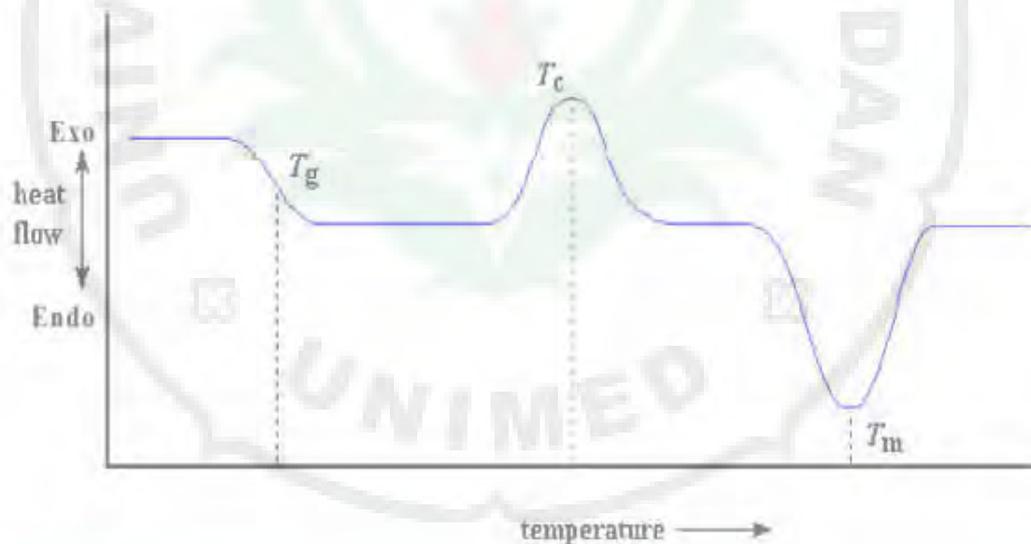
dan pembanding ditempatkan di dalam tungku pembakaran yang sama seperti Gambar 2.9.



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

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:

11 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 stirrer* 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.



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.

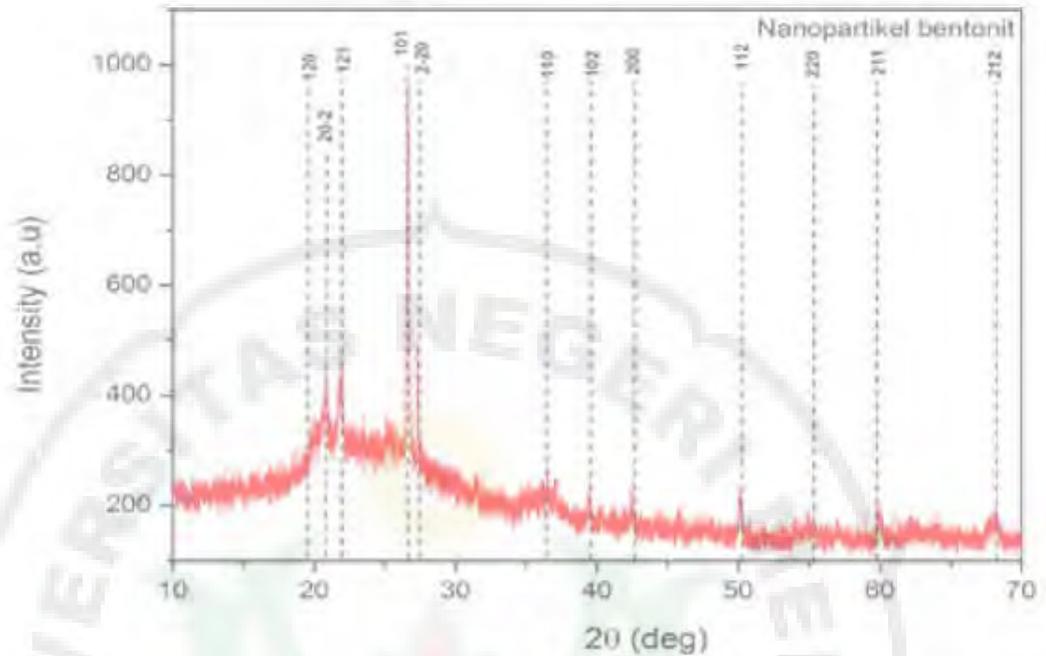
Larutan bentonit dicuci dengan aquades sampai larutan pH adalah 7. Kemudian larutan dioven dengan suhu 70°C selama 5 jam agar mendapatkan bentonit dalam bentuk serbuk. Serbuk bentonit digerus dengan mortal untuk memecah gumpalan bentonit. Serbuk bentonit dikalsinasi dengan suhu 600°C, proses ini bertujuan 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_{α} 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 :

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.1)$$

Dengan : D = diameter partikel

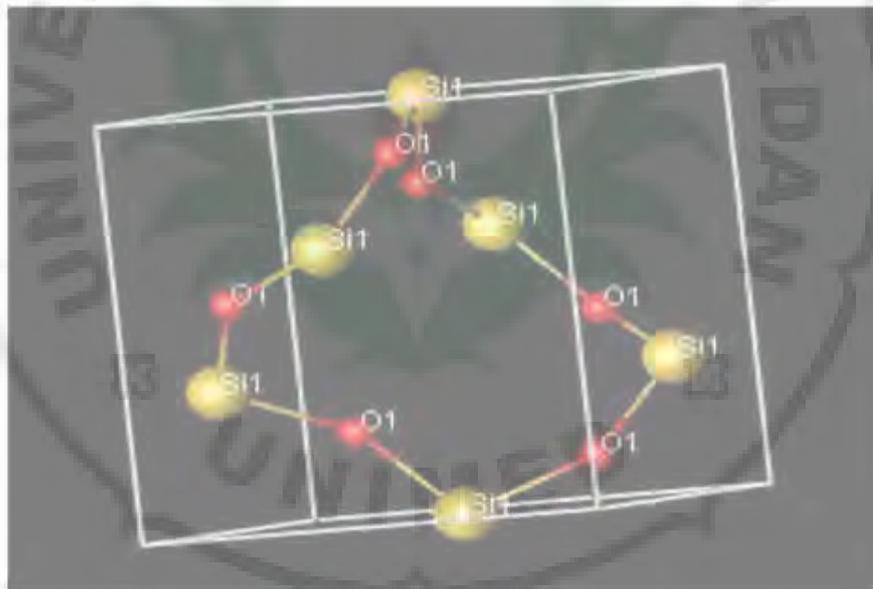
λ = Panjang Gelombang

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 $\alpha= 90^\circ$, $\beta= 90^\circ$, $\gamma=120^\circ$ 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 $\alpha = 93,485^\circ$, $\beta = 115,7917^\circ$, $\gamma = 90,702^\circ$ 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 menggunakan 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. 

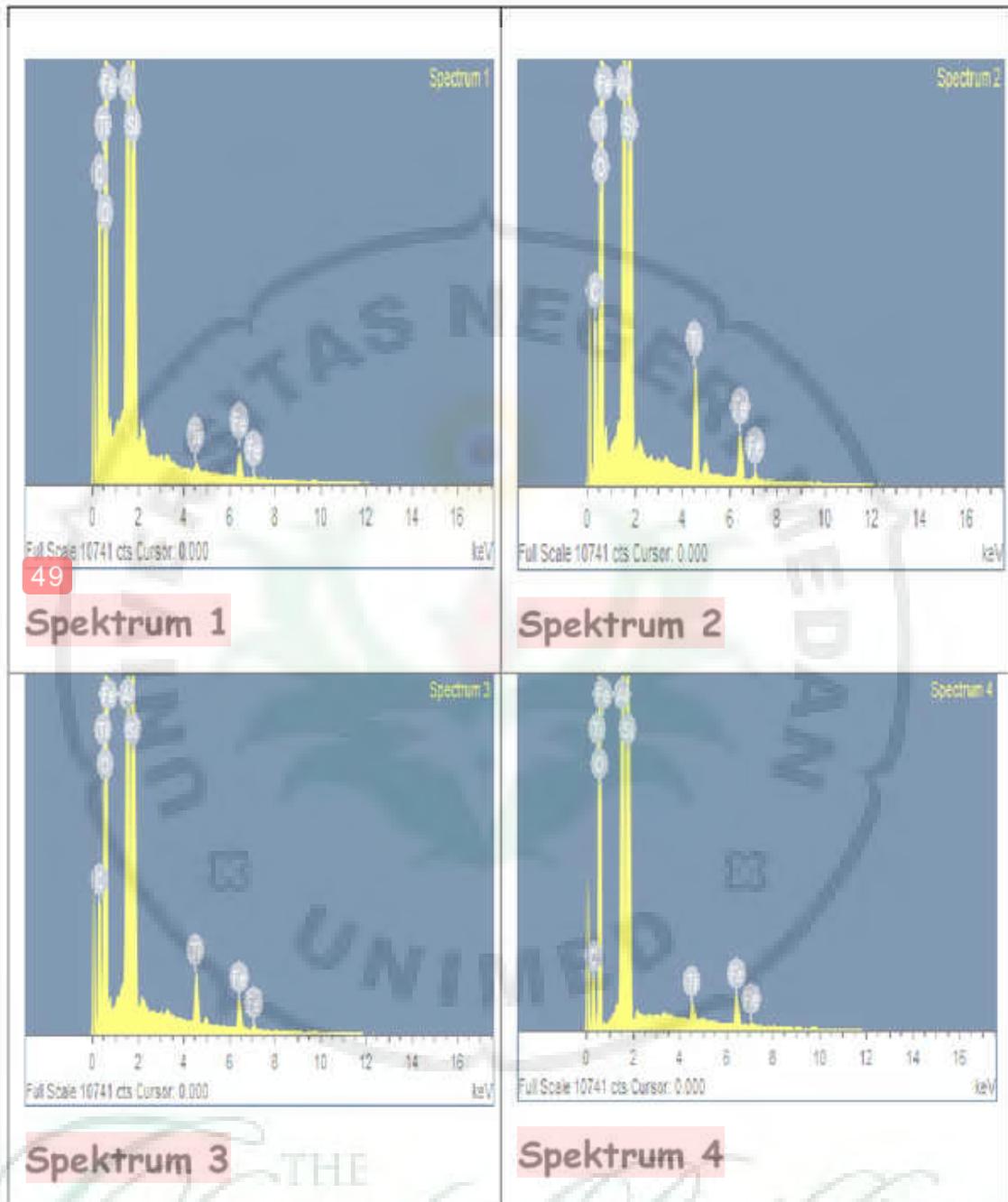
Karakterisasi EDX (*Energy Dispersive X Ray Analyzer*) dilakukan dengan menggunakan alat Silicon Drift X Ray Detector EDX type X Max Horiba di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI. Dengan EDX dilakukan penembakan pada titik/spot yang diinginkan dalam hal ini adalah pada intermetalik, eutektik silikon dan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



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				Rata rata (% wt)
	Spektrum 1 (% wt)	Spektrum 2 (% wt)	Spektrum 3 (% wt)	Spektrum 4 (% 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 ₂ O 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 $(\text{Mg}, \text{Ca})_x\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot y\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, 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		T ₇₈ al (mm)	Lebar (mm)	Panjang (mm)
PVA	Bentonit			
100%	0%	1,37	4,00	28
98%	2%	1,34		
96%	4%	1,29		
94%	6%	1,49		
92%	8%	1,33		

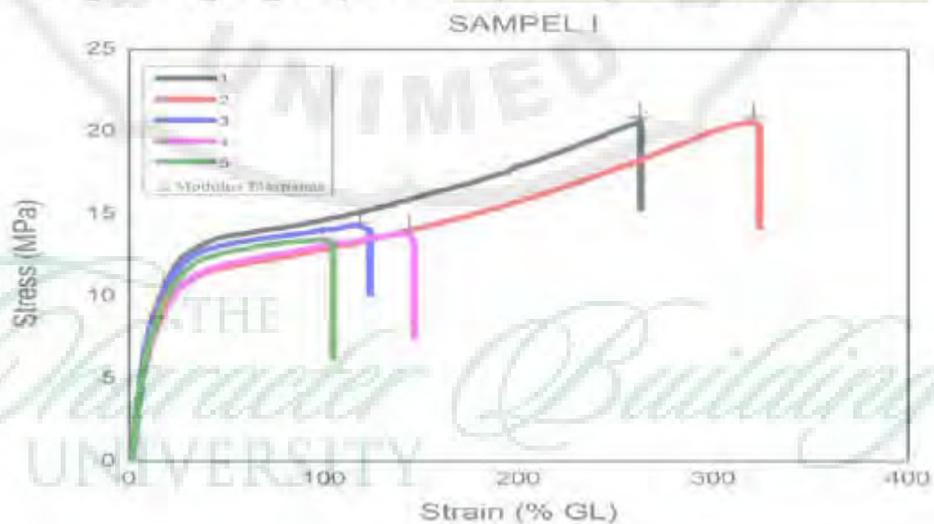
4.2.1. Hasil Uji Tarik Dari Nanokomposit PVA/Bentonit

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.

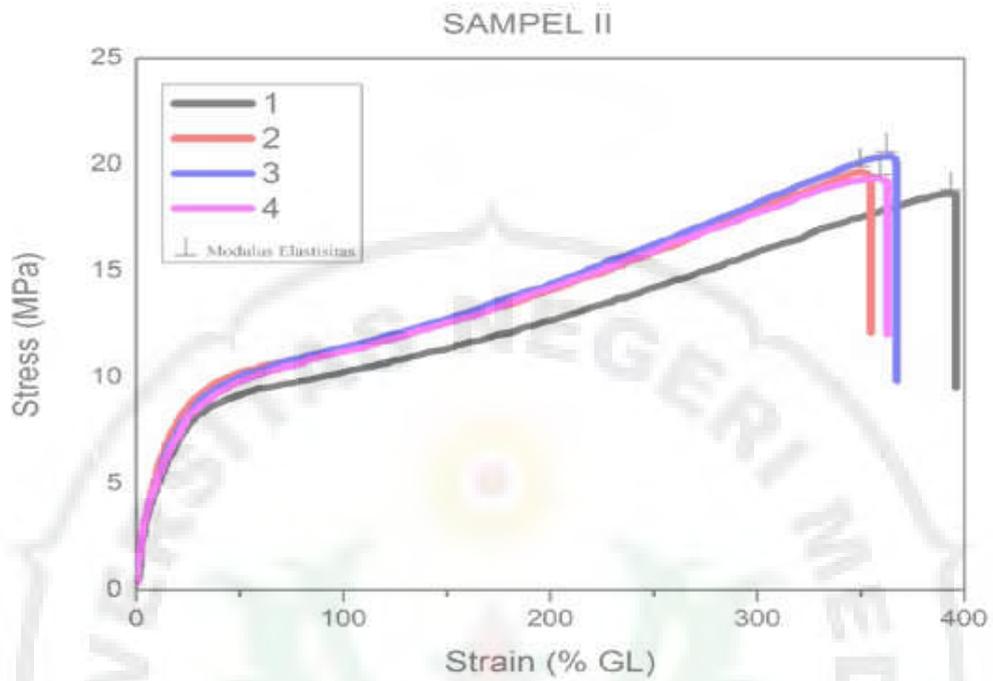
Tabel 4.4. Data hasil pengujian uji tarik nanokomposit dari PVA/Bentonit

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

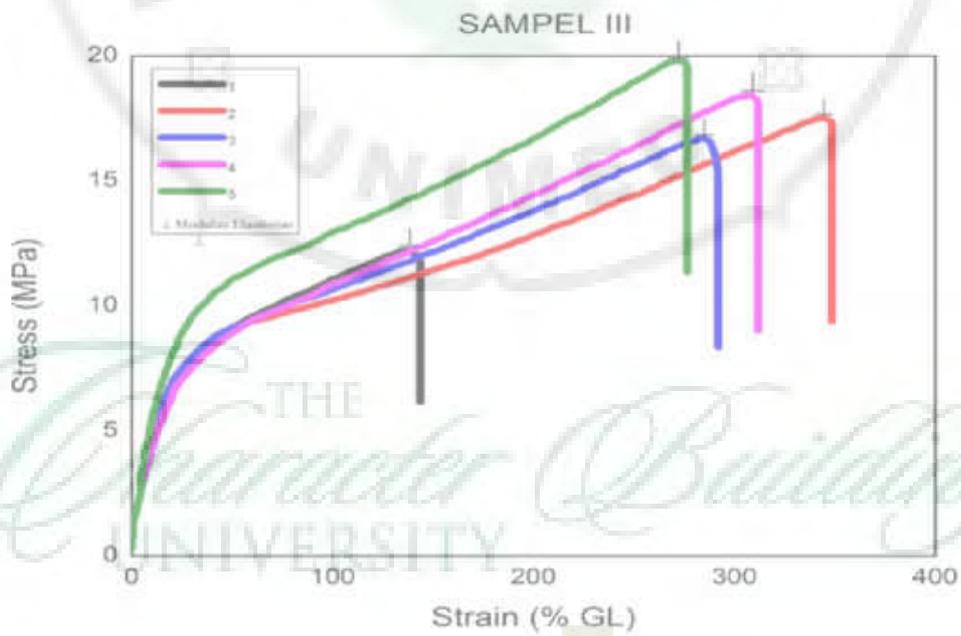
Hasil uji tarik dari hubungan antara tegangan putus dengan regangan putus seperti pada Gambar 4.9.



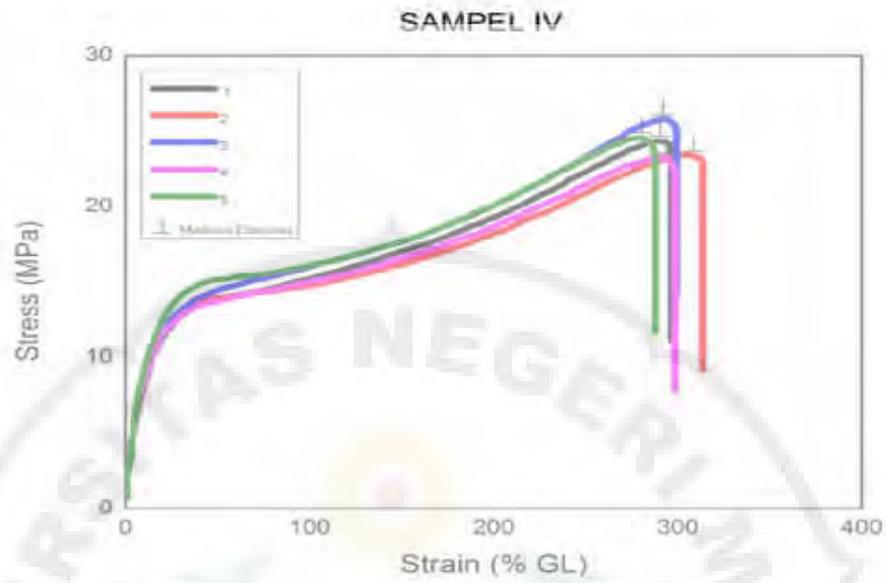
(a)



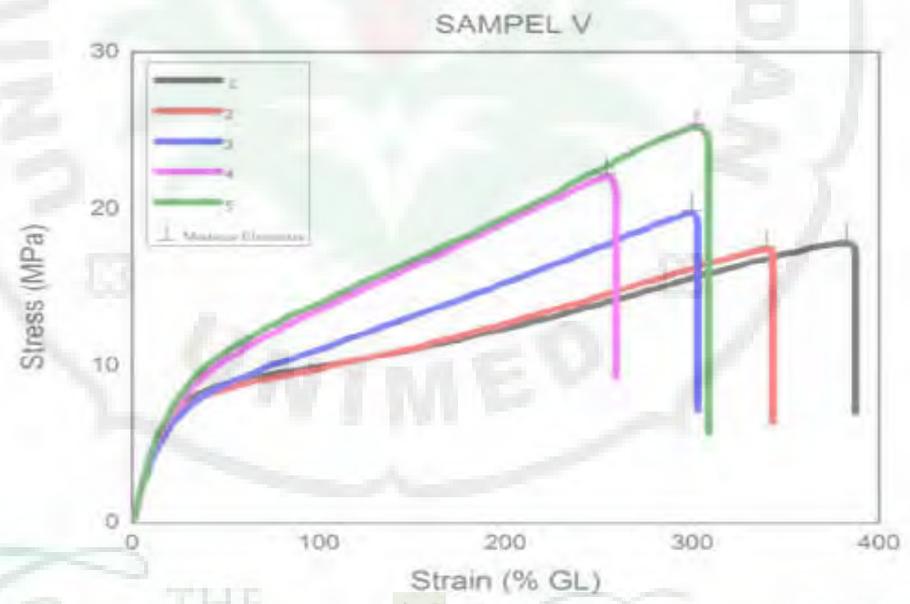
(b)



(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 di beberapa 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 hidrofilitas 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 penambahan 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 $4,122 \mu\text{m}$ dan diameter pori yaitu $1,342 \mu\text{m}$. Pada variasi 4% terdapat tiga pori dengan diameter yang berbeda-beda (dapat dilihat pada Gambar 4.10c) yaitu $2,2438 \mu\text{m}$, $1,7154 \mu\text{m}$ dan $1,984 \mu\text{m}$.

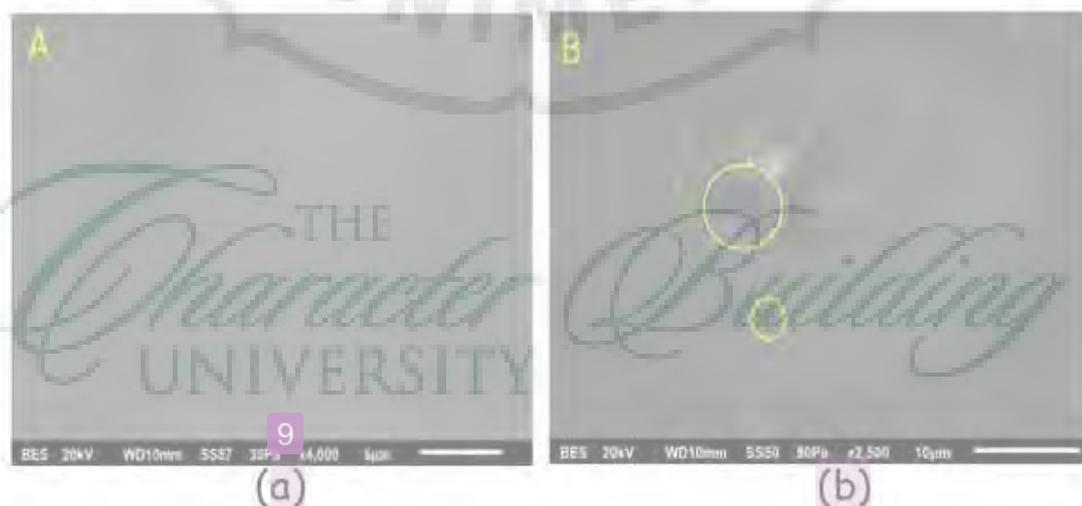
Permukaan variasi 6% terlihat lebih merata dibanding dengan variasi PVA/bentonit lainnya dan terdapat pori dengan diameter $0,5237 \mu\text{m}$ seperti tampak pada Gambar 4.10d, hal ini disebabkan adanya ikatan yang lebih baik antara matriks dengan *filler*. Sedangkan variasi 8% memiliki pori sebanyak 7 dengan diameter $9,2469 \mu\text{m}$, $1,3591 \mu\text{m}$, $0,7787 \mu\text{m}$, $2,1172 \mu\text{m}$, $2,4623 \mu\text{m}$, $1,0256 \mu\text{m}$ dan $2,9741 \mu\text{m}$ (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

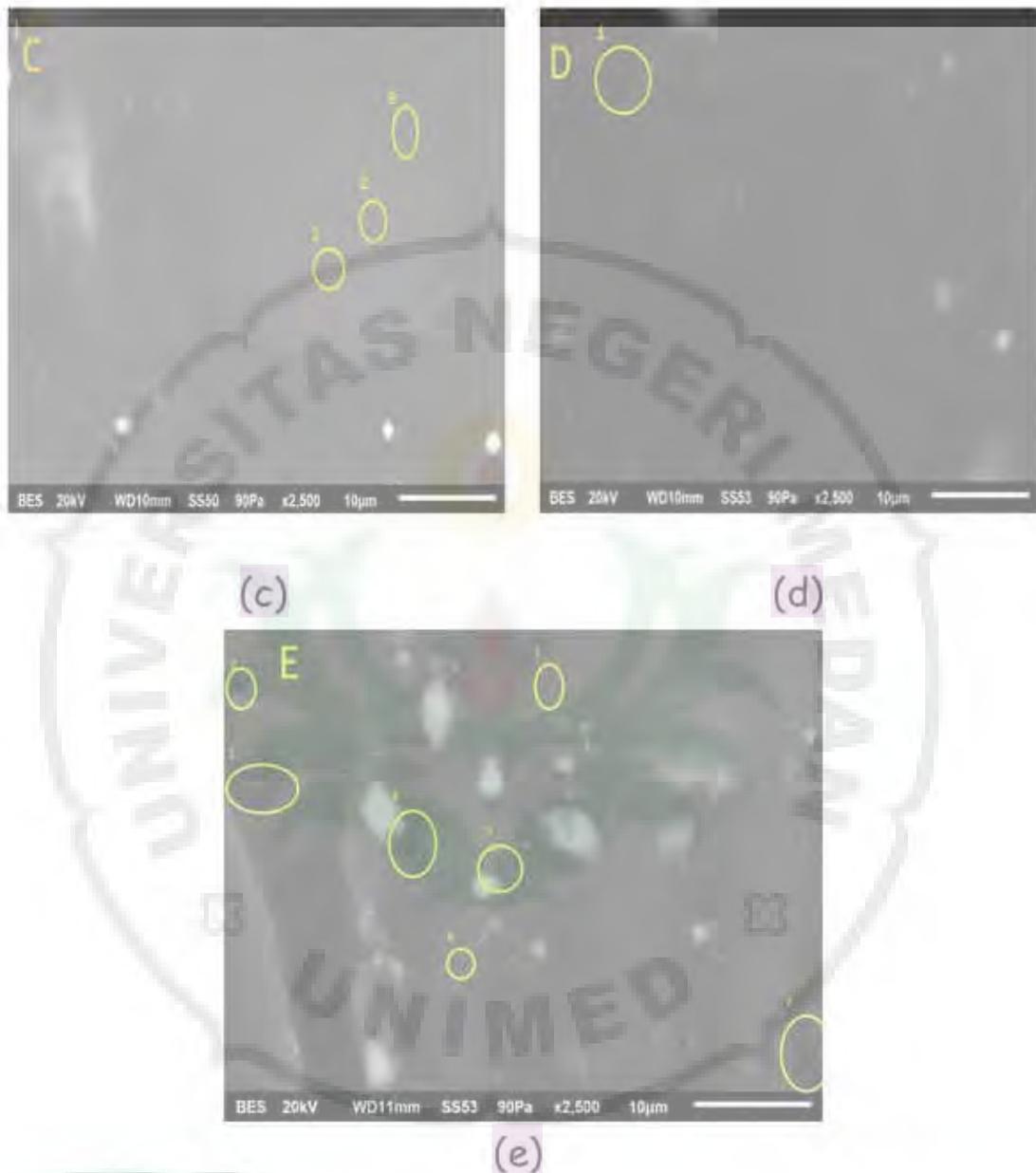
pembuatan gel akibat banyaknya penambahan bentonit sehingga terdapat penumpukan-penumpukan yang tidak merata.

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.





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.

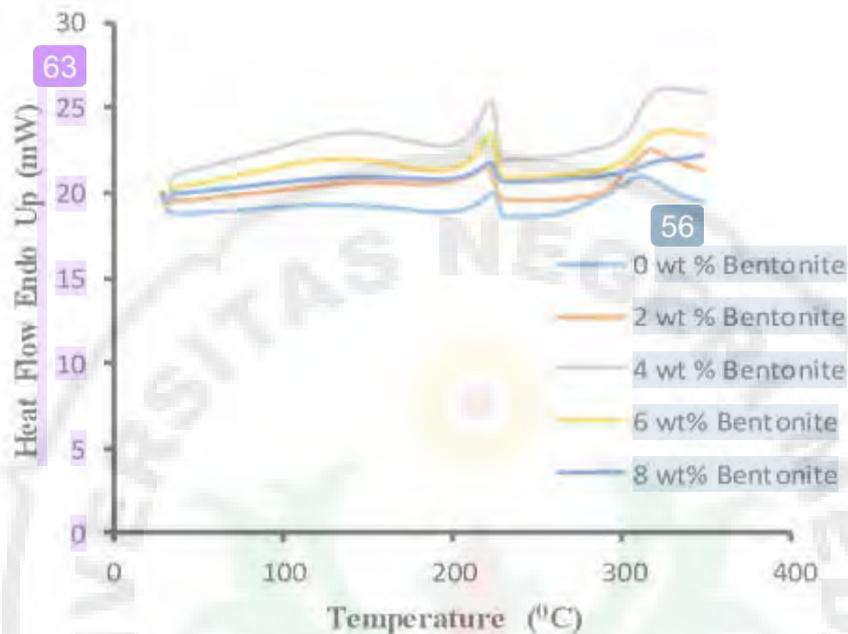
Uji termal dilakukan dengan menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) untuk menentukan titik leleh dari nanokomposit PVA/Bentonit. Analisa DSC dengan massa 4,1 mg dengan menggunakan gas nitrogen dengan kecepatan alir 20 cc/min dan

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

THE
Character Building
UNIVERSITY



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.

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 $0,5237 \mu m$, 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

- 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 Nanobentonite 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.

39

Bukit, N., Frida, E and Harahap, M.H, (2013), **Preparation Natural Bentonite in Nanoparticle Material as Filler Nanocomposite High Density Polyethylene (HDPE)**, *Chemistry and Materials Research*, Vol. 3, 23 13, pp. 1-12.

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

31 Darvishi, Z., Morsali, A., (2011), **Synthesis and characterization of Nano-bentonite by sonochemical method**, *Ultrasonics Sonochemistry*, 33 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 Pe75catan CPO**. PKM-2-2:1-10.

Gaoy, X., Zhong, H., Yao., Guo, W., Jin, F., 2016, **Hydrothermal conversion of glucose into organic acids with bentonite as solid base catalyst**, *Catalyst t61ay*, 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: 978-87-403-3764-3.

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 effect of Copper Chloride on the Surface of Bentonite in Adsorption 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

37

Mancini, L.H., dan Esposito, C.L., (2008), **Nanocomposites : Preparation, Properties and Performance**, Nova

55

Science Publisher, Inc, New York

Manias, E., Polizos, G., Nakajima, H., dan Heidecker, M.J., 2007, **Fundamental of Polymer Nanocomposite**

38

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 Bentonite Clay Catalyst For Esterification of Meleic Acid with Ethanol**, *International Journal of Research in Engineering and Technology*, Volume 04 Issue 04, pages 144-150.
- Syuharta³⁹ Wijaya, Rachmad, Jayatin, dan Rohman Saeful, (2009), **Modifikasi Bentonit (clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Sufaktan** : ISSN 1979-0880³⁸
- 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 1842-1848³¹
- Zahra D., Ali M., 2011, **Synthesis and Characterization of Nano-bentonit by Sonochemical Method**,³⁰ *Ultrasonics Sonochemistry*, 18, 238-242
- Zhang, H., Liang, X., Yang,C., Niu, C., Wang,J., Su,X., 2016, **Nano $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ /bentonite magnetic composites : synthesis characterization and application as adsorbents**, *Journal of alloy and compounds* 688, (2016), 1019-1027.

Buku-o

ORIGINALITY REPORT

24%

SIMILARITY INDEX

PRIMARY SOURCES

1	jimmyneutron1990.wordpress.com Internet	127 words — 1%
2	annisaessa.blogspot.com Internet	111 words — 1%
3	repository.ipb.ac.id Internet	101 words — 1%
4	anzdoc.com Internet	91 words — 1%
5	liberzega.blogspot.com Internet	81 words — 1%
6	ar.scribd.com Internet	81 words — 1%
7	thegurandil.blogspot.com Internet	80 words — 1%
8	dspace.uui.ac.id Internet	78 words — 1%
9	id.123dok.com Internet	72 words — 1%
10	www.coursehero.com Internet	72 words — 1%
11	jusami.batan.go.id Internet	70 words — 1%
12	repository.unpar.ac.id Internet	63 words — 1%

13	ml.scribd.com Internet	59 words — 1%
14	www.4skripsi.com Internet	50 words — < 1%
15	repository.its.ac.id Internet	48 words — < 1%
16	nano.or.id Internet	47 words — < 1%
17	ejournal.unesa.ac.id Internet	47 words — < 1%
18	zonageologi.blogspot.com Internet	46 words — < 1%
19	js-unj.ac.id Internet	42 words — < 1%
20	etheses.uin-malang.ac.id Internet	42 words — < 1%
21	docobook.com Internet	40 words — < 1%
22	repository.ubaya.ac.id Internet	38 words — < 1%
23	aip.scitation.org Internet	36 words — < 1%
24	kampusimpian.com Internet	35 words — < 1%
25	digilib.uin-suka.ac.id Internet	35 words — < 1%
26	nashiruddin-hasan.blog.ugm.ac.id Internet	34 words — < 1%
27	repository.uinjkt.ac.id Internet	33 words — < 1%

28	old.oalib.com Internet	31 words — < 1%
29	blog.trisakti.ac.id Internet	29 words — < 1%
30	experts.griffith.edu.au Internet	28 words — < 1%
31	Mayuri Bhatia, Satish Babu Rajulapati, Shirish Sonawane, Amandeep Girdhar. "Synthesis and implication of novel poly(acrylic acid)/nanosorbent embedded hydrogel composite for lead ion removal", Scientific Reports, 2017 Crossref	28 words — < 1%
32	lasonearth.files.wordpress.com Internet	27 words — < 1%
33	ejbiotechnology.info Internet	25 words — < 1%
34	1tommyputra.wordpress.com Internet	25 words — < 1%
35	sdr-g-ui.blogspot.com Internet	25 words — < 1%
36	widuri.raharja.info Internet	24 words — < 1%
37	membership.sciencepublishinggroup.com Internet	23 words — < 1%
38	ietd.inflibnet.ac.in Internet	21 words — < 1%
39	iiste.org Internet	21 words — < 1%
40	repository.ar-raniry.ac.id internet	21 words — < 1%
41	efendyusman.blogspot.com Internet	

21 words — < 1%

42 wahyudikoy.blogspot.com
Internet

21 words — < 1%

43 sifo.no
Internet

20 words — < 1%

44 www.posiva.fi
Internet

20 words — < 1%

45 documents.mx
Internet

20 words — < 1%

46 dewasaababil.blogspot.com
Internet

19 words — < 1%

47 www.riauinfo.net
Internet

18 words — < 1%

48 repository.unimal.ac.id
Internet

17 words — < 1%

49 www.infra-salave-kurenje.sk
Internet

16 words — < 1%

50 repository.upi.edu
Internet

16 words — < 1%

51 prezi.com
Internet

16 words — < 1%

52 dimasrepaldo.blogspot.com
Internet

15 words — < 1%

53 jurnal.usu.ac.id
Internet

15 words — < 1%

54 chemical-news.blogspot.com
Internet

15 words — < 1%

55 Pilar Aranda, Margarita Darder, Bernd Wicklein,
Giora Rytwo, Eduardo Ruiz-Hitzky. "Clay-

14 words — < 1%

Organic Interfaces for Design of Functional Hybrid Materials",
Wiley, 2017

Crossref

56	M. Sirait, S. Gea, N. Siregar, N. Bukit, E.M. Ginting, R.F. Zega. "Fabrication of Poly(vinyl alcohol)/Bentonite Nanocomposites Using Sol-Gel Method", Asian Journal of Chemistry, 2018 Crossref	14 words — < 1%
57	jurnal.batan.go.id Internet	14 words — < 1%
58	skripsi-ptk.blogspot.com Internet	13 words — < 1%
59	www.i-rpp.com Internet	12 words — < 1%
60	sfyp.org Internet	12 words — < 1%
61	polen.itu.edu.tr Internet	11 words — < 1%
62	www.eijst.org.uk Internet	11 words — < 1%
63	etheses.bham.ac.uk Internet	11 words — < 1%
64	udjayakimia.blogspot.com Internet	11 words — < 1%
65	repository.wima.ac.id Internet	11 words — < 1%
66	itsmeanderson.blogspot.com Internet	11 words — < 1%
67	www.idpenghancur.com Internet	11 words — < 1%
68	bibfac.univ-tlemcen.dz Internet	10 words — < 1%

69	www.wirmanvalkinz.tk Internet	10 words — < 1%
70	Arum Yuniari. "Sifat elektrik dan termal nanokomposit poly(vinyl chloride) (PVC)/low density polyethylene (LDPE)", Majalah Kulit, Karet, dan Plastik, 2014 Crossref	10 words — < 1%
71	www.sba.net.in Internet	10 words — < 1%
72	narasumberbentonite.blogspot.com Internet	10 words — < 1%
73	digilib.batan.go.id Internet	10 words — < 1%
74	journal.uin-suka.ac.id Internet	10 words — < 1%
75	Tarmizi Taher, Dedi Rohendi, Risfidian Mohadi, Aldes Lesbani. "Preparation and Characterization of Dabco (1,4-Diazabicyclo [2.2.2]octane) modified bentonite: Application for Congo red removal", IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2018 Crossref	9 words — < 1%
76	pt.slideshare.net Internet	9 words — < 1%
77	fr.slideshare.net Internet	9 words — < 1%
78	es.slideshare.net Internet	8 words — < 1%
79	robbyanto.blogspot.com Internet	8 words — < 1%
80	issuu.com Internet	8 words — < 1%
81	www.arstonecrushers.com Internet	8 words — < 1%

8 words — < 1%

8 words — < 1%

EXCLUDE QUOTES ON
EXCLUDE BIBLIOGRAPHY ON

EXCLUDE MATCHES OFF

