

**SINTESIS BENTONIT TERPILAR Al_2O_3 SEBAGAI KATALIS
PADA REAKSI ESTERIFIKASI ETIL ASETAT**

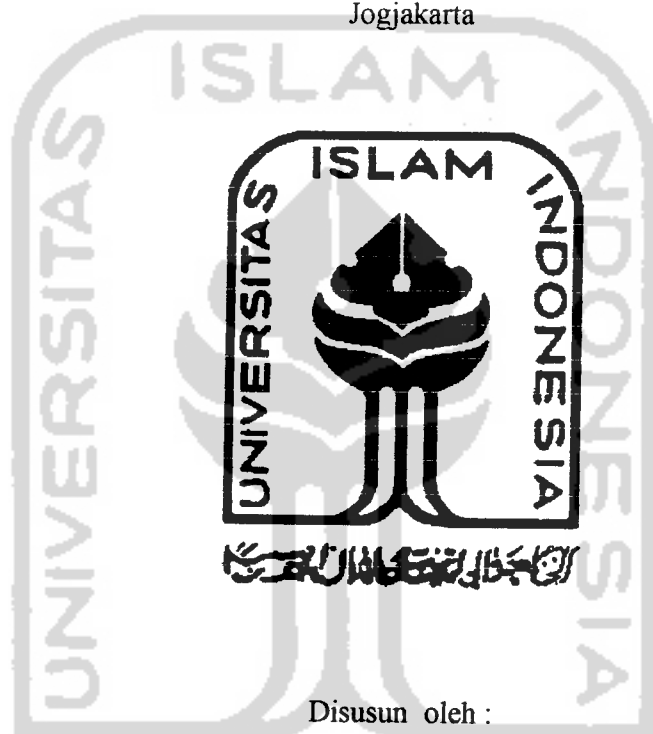
SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si)

Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Jogjakarta



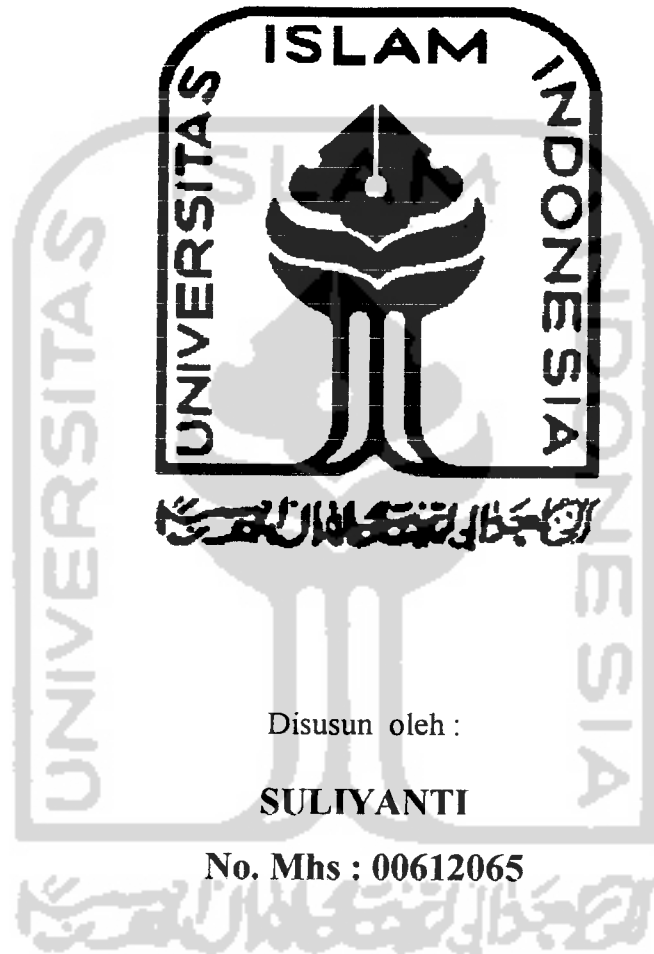
Disusun oleh :

SULIYANTI
No. Mhs : 00 612 065

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2004**

**SINTESIS BENTONIT TERPILAR Al_2O_3 SEBAGAI KATALIS PADA
REAKSI ESTERIFIKASI ETIL ASETAT**

SKRIPSI



Disusun oleh :

SULIYANTI

No. Mhs : 00612065

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2004**

Halaman Pengesahan Skripsi

**SINTESIS BENTONIT TERPILAR Al_2O_3 SEBAGAI KATALIS
PADA REAKSI ESTERIFIKASI ETIL ASETAT**

Oleh :

SULIYANTI
No. Mhs : 00 612 065

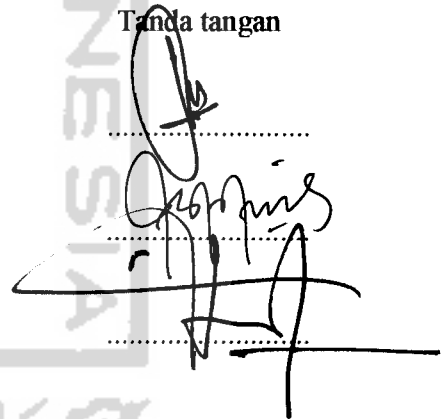
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta

Tanggal : 22 Oktober 2004


Dewan Penguji

1. Rudy Syahputra, M.Si
2. Is Fatimah, M.Si
3. Tatang Shabur Julianto, S.Si

Tanda tangan



Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



(Maka Nugraha, M.Si)

HALAMAN MOTTO

SESUNGGUHNYA SHOLATKU, IBADAHKU, HIDUPKU DAN MATIKU

SEMUANYA BAGI ALLAH , RABB SEMESTA ALAM

(QS. AL AN'AM : 162)

ALLAH TIDAK MEMBEBANI SESEORANG MELAINKAN SESUAI DENGAN

KESANGGUPANNYA (QS. AL BAQARAH : 286)

SUNGGUH BERSAMA KESUKARAN PASTI ADA KEMUDAHAN. OLEH

KARENA ITU APABILA TELAH SELESAI SATU TUGAS , MULAILAH

TUGAS YANG LAIN DENGAN SUNGGUH-SUNGGUH, DAN HANYA

KEPADA TUHANMU HENDAKNYA KAMI BERHARAP

(QS. ASY SYARH : 64)

SESUNGGUHNYA PERTOLONGAN AKAN DATANG SETELAH

KESUKARAN, KELAPANGAN AKAN DATANG SETELAH KESUSAHAN

DAN KEMUDAHAN AKAN DATANG SETELAH KESULITAN

SPECIAL THANKS TO:

- SAHABATKU RINI DAN HERNAS , KAPAN KITA KUMPUL-KUMPUL LAGI & SMOGA CEPET LULUS YACHI KANGEN NIH
- M'WIN N AYU, MAKASIH BANYAK YACH ATAS DUKUNGAN DAN DOA KALIAN. SAAT TERINDAH DALAM HIDUPKU ADALAH SAAT BERSAMA KALIAN BAIK SUKA MAUPUN DUKA. CEPET LULUS YAAAAAA.....
- MBA RINI, MBA EFI, MBA ENDAH , MBA ULIL DAN ERNA. AKHIRNYA AKU BISA NYUSUL KALIAN, KAPAN KITA KETEMU DAN KUMPUL LAGI
- MBA WIDI, AKHIRNYA KITA WISUDA BARENG, MBA NANA KAPAN LULUS&
- DIPIT, NCIE, IKA N MBA DWI, MAKASIH ATAS BANTUAN KALIAN. AKU TIDAK AKAN MELUPAKAN KEBAIKAN KALIAN.
- ERLIN, IDA, MBA RENI, YANI DAN VITA MAKASIH YACH ATAS DUKUNGAN DAN DOANYA..
- MBA SRIE, MAS FATUR DAN MBA ETMI TRIMA KASIH ATAS BANTUANNYA.....



KATA PENGANTAR



Assalamu'alikum Wr. Wb.

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penyusunan skripsi dengan judul “SINTESIS BENTONIT TERPILAR Al_2O_3 SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI ESTERIFIKASI ETIL ASETAT” dapat terselesaikan dengan baik.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat mencapai derajat sains pada Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta. Dengan penyusunan skripsi ini diharapkan mahasiswa dapat mengetahui sejauh mana penerapan teori yang telah didapatkan dibangku kuliah dengan penelitian nyata yang ada.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis banyak menemukan hal-hal baru dan sedikit kesulitan. Namun dengan adanya bantuan dari berbagai pihak pada akhirnya dapat terselesaikan juga. Untuk itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si, selaku Dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Is Fatimah, M.Si., Pembimbing yang telah memberikan bimbingan, saran, kritik serta kesabarannya hingga terselesaikannya skripsi ini.

3. Bapak Tatang Shabur Julianto, S.Si, selaku Pembimbing II yang telah banyak memberikan masukan dan dorongan demi sempurnanya skripsi ini.
4. Bapak Rudy Syahputra, M.Si, Ketua Jurusan Ilmu Kimia F-MIPA UII.
5. Seluruh Dosen Jurusan Ilmu Kimia F-MIPA UII atas semua ilmu yang telah diberikan.
6. Kepala Laboratorium Kimia F-MIPA UII beserta staf yang telah membantu kelancaran selama penelitian berlangsung.
7. Seluruh staf dan karyawan UII atas kesabaran dan keikhlasannya.
8. Rekan-rekan seperjuangan Kimia Angkatan 2000 dan teman-teman KKN Kulon Progo khususnya KP-121 atas semangat dan doa yang telah diberikan.

Penulis menyadari sepenuhnya kekurangan dalam penyusunan skripsi ini, saran dan kritik dari pembaca sangat diharapkan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Amiin.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Jogjakarta, Oktober 2004

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Halaman Persembahan	iii
Halaman Motto	iv
Kata Pengantar	v
Daftar Isi	vii
Daftar Gambar	x
Daftar Tabel	xi
Intisari	xii
Abstract	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Lempung Bentonit	4
2.2 Lempung Terpillar	6
BAB III LANDASAN TEORI	9
3.1 Mineral Lempung	9

3.2 Pemilaran	10
3.2.1 Prinsip Pemilaran	10
3.2.2 Agen Pemilar	11
3.3 Katalis	12
3.4 Esterifikasi	15
3.5 Kromatografi gas	16
3.6 Analisis Adsorpsi Gas	19
3.7 Hipotesis	21
BAB IV METODE PENELITIAN	22
4.1 Alat dan Bahan	22
4.1.1 Bahan – bahan	22
4.1.2 Alat – alat	22
4.2 Teknik Pengambilan	23
4.3 Cara Kerja	23
4.3.1 Pembuatan Larutan Pemilar	23
4.3.2 Aktivasi lempung	23
4.3.2.1 Pemilaran lempung	23
4.3.2.2 Kalsinasi	24
4.4 Reaksi Esterifikasi Etil Asetat	24
4.5 Membandingkan Ketiga Variasi Hasil	25
4.6 Persiapan Analisis dengan Kromatografi Gas	25
4.7 Penentuan Luas Permukaan dan Porositas	26

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	27
5.1 Pembuatan Larutan Pemilar	27
5.2 Aktivasi Lempung	27
5.3 Reaksi Esterifikasi Tanpa Katalis	28
5.4 Esterifikasi Menggunakan Bentonit Tidak Terpillar	33
5.5 Esterifikasi Menggunakan Bentonit Terpillar	35
5.6 Luas Permukaan dan Porositas	39
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	41
6.1 Kesimpulan	41
6.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur monmorillonit	6
Gambar 2. Skema pembentukan <i>pillared clay</i>	8
Gambar 3. Bidang 001 monmorillonit yang dapat melebar karena pemilaran ..	8
Gambar 4. Diagram skematik struktur monmorillonit	10
Gambar 5. Mekanisme reaksi katalis heterogen	14
Gambar 6. Bagan alat kromatografi	17
Gambar 7. Kromatogram etil asetat standar	29
Gambar 8. Kromatogram hasil esterifikasi etil asetat	30
Gambar 9. Kromatogram hasil spiking	31
Gambar 10. Kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit tidak terpillar	34
Gambar 11. Kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit terpillar	36
Gambar 12. Kromatogram hasil spiking (esterifikasi menggunakan bentonit Terpillar Al ₂ O ₃	37

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Data hasil kromatogram etil asetat standar	29
Tabel 2. Data kromatogram hasil esterifikasi (asam asetat glasial + etanol)	30
Tabel 3. Data kromatogram hasil spiking esterifikasi (asam asetat glasial + etanol)	31
Tabel 4. Data kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit tidak terpilar	34
Tabel 5. Data kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit terpilar Al_2O_3	36
Tabel 6. Data kromatogram hasil spiking (esterifikasi menggunakan bentonit terpilar Al_2O_3	37
Tabel 7. Hasil reaksi esterifikasi etil asetat dari ketiga variasi	39
Tabel 8. Data hasil analisis sorpsi gas pada bentonit tidak terpilar dan bentonit terpilar Al_2O_3	39



SINTESIS BENTONIT TERPILAR Al_2O_3 SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI ESTERIFIKASI ETIL ASETAT

INTISARI

SULIYANTI

No. Mhs : 00 612 065

Telah dilakukan penelitian sintesis bentonit Al_2O_3 sebagai katalis pada reaksi esterifikasi etil asetat. Bentonit yang digunakan adalah Na-bentonit, divariasi melalui perlakuan aktivasi baik aktivasi kimia (pemiliran) maupun aktivasi fisika (kalsinasi). Aktivasi kimia dilakukan dengan mencampurkan sampel dengan larutan pemilar hingga homogen. Aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) yang dialiri gas N_2 pada temperatur 400°C selama 2 jam.

Keberhasilan proses aktivasi ditentukan dengan pengukuran luas permukaan, porositas dan uji aktivitas katalis. Hasil pengukuran luas permukaan dan porositas berkaitan erat dengan aktivitas katalis. Hasil pengukuran luas permukaan dan porositas untuk bentonit tidak terpillar diperoleh luas permukaan spesifik sebesar $45,68 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori sebesar $0,0375 \text{ mL/g}$ dan rerata jejari pori sebesar $16,43 \text{ Angstrong}$. Sedangkan untuk bentonit terpillar Al_2O_3 memiliki luas permukaan spesifik sebesar $90,83 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori sebesar $0,069 \text{ mL/g}$ dan rerata jejari pori sebesar $15,37 \text{ Angstrong}$.

Hasil uji aktivitas katalis pada reaksi esterifikasi etil asetat dianalisis dengan kromatografi gas. Hasil analisis menunjukkan bahwa esterifikasi dengan bentonit tidak terpillar menghasilkan $30,72 \%$ etil asetat dan dengan bentonit terpillar Al_2O_3 menghasilkan $41,03 \%$ etil asetat. Dapat disimpulkan bahwa bentonit dapat digunakan sebagai katalis pada reaksi esterifikasi etil asetat dan pilarisasi bentonit dengan Al_2O_3 dapat meningkatkan aktivitas bentonit sebagai katalis.

Kata kunci : *Na-bentonit, Aktivasi, Pilarisasi, Esterifikasi, dan Kromatografi gas.*

SYNTHESIS OF Al_2O_3 PILLARED BENTONITE AS THE CATALYST ON ESTERIFICATION OF ETHYL ACETATE

ABSTRACT

SULIYANTI

No. Mhs : 00 612 065

The research about synthesis of pillared bentonite Al_2O_3 as the catalyst in esterification of ethyl acetate have been conducted. Bentonite used Na- bentonite, be variated through treatment, there is chemical activation, and physical activation. Chemical activation have been done by mixing sample with pillared solution becoming homogene. Physical activation have been done by calcinations with N_2 gas at temperature 400°C for 2 hours.

Efficacy process of the activation determined by measuring surface area, microporous and ttest of the catalyst activity. Measurement of surface area correlated with catalyst activity. Result of specific surface area and microporous showed unpillared bentonite have specific surface area is $45,68 \text{ m}^2/\text{g}$, pore volume is $0,0375 \text{ mL/g}$, and average pore radius is $16,43 \text{ Angstrong}$. Al_2O_3 pillared bentonite have specific surface area is $90,83 \text{ m}^2/\text{g}$, pore volume is $0,069 \text{ mL/g}$ and average pore radius is $15,37 \text{ Angstrong}$.

Result of catalyst activity at ethyl acetate esterification reaction analyzed by gas chromatography. Result of analysis indicated that esterification with the bentonit activation yield $30,72 \%$ etyl acetate and Al_2O_3 pillared bentonite yield $41,03\%$ ethyl acetate. The conclusion is that bentonit can be usedas the catalyst of ethyl acetate esterification reaction and pillared bentonite with Al_2O_3 can improve the catalyst activity.

Key word : *Na-bentonite, Activation Esterification, and Gas Chromatography.*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Indonesia adalah negara dengan sumber daya mineral yang cukup besar dan berpeluang untuk dikembangkan. Salah satu mineral yang banyak terdapat di Indonesia adalah lempung. Di negara beriklim tropis, kemungkinan terbentuknya lempung dari batuan segar sangat besar. Lempung terbentuk karena adanya pelapukan mekanik dan kimia. Selain itu, lempung juga terbentuk karena adanya perubahan yang disebabkan oleh pengaruh air atau cairan panas yang berasal dari dalam bumi yang disebut alterasi hidrotermal.

Mineral lempung di alam dapat dibagi menjadi beberapa kelompok yaitu kaolinit, montmorillonit, illit / mika, klorit, dan atapulgit. Jenis lempung yang digunakan pada penelitian ini adalah monmorillonit. Monmorillonit merupakan salah satu kelompok mineral smektit yang tersusun oleh kerangka aluminosilikat yang membentuk struktur lapis, mempunyai muatan negatif yang merata pada permukaannya dan merupakan penukar kation yang baik. Monmorillonit memiliki nama komersil bentonit.

Dalam dunia industri kebutuhan montmorillonit semakin lama semakin meningkat. Selain itu, untuk mendapatkan produk monmorillonit yang memiliki sifat-sifat menguntungkan dan kestabilan yang tinggi perlu dilakukan modifikasi peningkatan kemampuan kinerja lempung. Tanpa modifikasi, kemampuan kerja lempung umumnya tidak begitu tinggi. Salah itu bentuk modifikasi lempung adalah pemiliran atau pilarisasi. Pilarisasi dapat dilakukan dengan interkalasi

senyawa kompleks kation logam polihidroksi (Al-, Cr-, Ti-, dan Fe-polihidroksi) ke dalam antarlapis silikat lempung (Baksh dkk., dalam Sekaryati, 2002). Selanjutnya dikalsinasi untuk membentuk pilar-pilar oksida logam seperti Al_2O_3 , Cr_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2 dan Fe_2O_3 (Yang dkk., 1992). Proses pemiliran ini dapat mengakibatkan pori-pori lempung semakin besar dan antarlapisnya relatif lebih stabil daripada sebelum dipilarkan (Wijaya, 2000).

Penggunaan lempung alam dari kelompok monmorillonit sebagai katalis sesungguhnya telah dilakukan di negara-negara maju. Pada tahun 1977, Brindley mempopulerkan kembali penggunaan lempung sebagai material katalis yang potensial. Hanya kali ini yang digunakan adalah lempung yang sudah dipilarkan atau diberi penyangga kation-kation anorganik (*pillared clay*). Antar lapis lempung terpilarkan umumnya relatif lebih stabil secara termal daripada lempung yang tidak terpilarkan. Dengan demikian, material yang terpilarkan ini dapat digunakan untuk reaksi katalitik yang berlangsung pada temperatur tinggi. Selain itu, lempung terpilarkan umumnya mempunyai luas permukaan dan volume pori relatif lebih besar daripada lempung yang tidak dipilar sehingga lempung terpilarkan mempunyai kemampuan katalitik relatif lebih baik daripada lempung yang belum terpilarkan.

Sistem katalisis heterogen banyak diterapkan di dalam industri modern dan penerapan sistem ini semakin berkembang pesat (Triyono, 2003). Katalis yang digunakan pada reaksi-reaksi organik dalam dunia industri, umumnya adalah katalis heterogen berupa padatan berpori. Padatan yang umum digunakan adalah silika gel, γ -alumina yang secara ekonomis sangat mahal. Katalis heterogen

adalah katalis yang memiliki fase yang berbeda dengan reaktan yang dikatalisi. Katalis heterogen ini memiliki keuntungan dibanding katalis homogen. Keuntungan katalis heterogen adalah karena pengerjaan campuran reaksi yang sangat sederhana yaitu lempung dipisahkan dengan filtrasi.

1.2 Perumusan masalah

1. Apakah bentonit dapat dimanfaatkan sebagai katalis esterifikasi etil asetat ?
2. Apakah pilarisasi bentonit dengan oksida-Al dapat meningkatkan aktivitas katalis katalis ?

1.3 Tujuan penelitian

1. Mengetahui apakah lempung dapat dimanfaatkan sebagai katalis sebagai katalis esterifikasi etil asetat.
2. Mengetahui bahwa pilarisasi bentonit dengan menggunakan oksida-Al dapat meningkatkan aktivitas kinerja katalis.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan :

1. Pemanfaatan bentonit sebagai salah satu sumber kekayaan alam Indonesia terutama yang telah dipilarisasi sebagai katalis esterifikasi dalam dunia industri semakin besar.
2. Menginformasikan pengaruh pilarisasi terhadap aktivitas bentonit sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lempung bentonit

Bentonit merupakan istilah yang digunakan dalam dunia perdagangan untuk sejenis lempung yang mengandung mineral montmorillonit dan dikenal di Indonesia sejak dimulainya aktivitas pengeboran minyak bumi kira-kira 100 tahun yang lampau. Nama bentonit pertama kali dipergunakan pada tahun 1896 oleh Knight yaitu suatu jenis lempung yang sangat plastis (koloid) yang terdapat pada formasi Benton, Rock Creek, Wyoming Amerika Serikat. Nama ini diusulkan sebagai pengganti nama sebelumnya yaitu taylorit yang diperkenalkan pada tahun 1888 atau *soap clay* yang diperkenalkan pada tahun 1873, dan masih banyak lagi nama lain yang dikenal untuk bentonit seperti *bleaching clay*, *fuller earth*, *konfolensit*, saponit atau magnetit dan stolpenit (Riyanto, 1994).

Penggunaan utama dari bentonit adalah pada industri lumpur bor yaitu sebagai lumpur pembilas dalam pemboran minyak bumi, gas bumi, dan uap panas bumi, industri minyak sawit, industri kimia farmasi, industri penyaringan lilin, industri minyak kelapa, industri besi baja, dan sebagainya. Penggunaan dalam industri kimia antara lain sebagai katalisator, zat pemutih, zat penyerap, pengisi, lateks, dan tinta cetak (Riyanto, 1994).

Bentonit merupakan nama perdagangan untuk sejenis lempung yang mengandung mineral montmorillonit lebih dari 85 %. Fragmen sisa umumnya

merupakan campuran dari mineral kuarsa atau kristobalit, feldspar, kalsit, gipsum, kaolinit, plagioklasilit, dan sebagainya (Riyanto, 1994).

Komposisi montmorillonit suatu bentonit berbeda dengan bentonit lainnya, serta kandungan elemennya bervariasi. Hal ini dipengaruhi oleh proses terbentuknya di alam. Sifat bentonit antara lain :

1. Berwarna dasar putih dengan sedikit kecoklatan atau kemerahan atau kehijauan tergantung dari jenis dan jumlah fragmen mineralnya.
2. Bersifat sangat lunak (kekerasan = 1), ringan mudah pecah, terasa seperti sabun, mudah menyerap air, dan melakukan pertukaran ion.

Secara umum, bentonit dapat dibagi atas dua golongan, yaitu :

1) Na - bentonit (*Swelling Bentonite*)

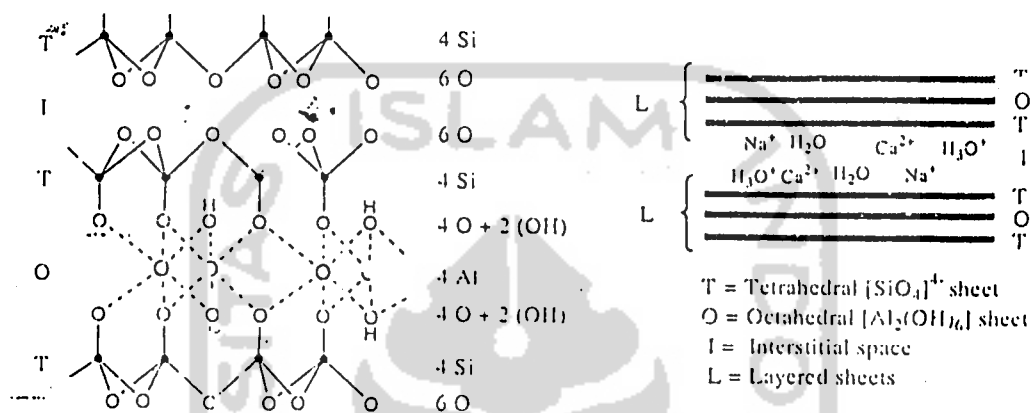
Bentonit jenis ini mengandung relatif banyak ion natrium dibandingkan ion kalsium, magnesium, dan mempunyai sifat mengembang bila terkena air sehingga dalam suspensinya akan menambah kekentalan. Bentonit ini sering dinamakan *Bentonite Wyoming*.

2) Ca - bentonit (*Non - Swelling Bentonite*)

Bentonit jenis ini mengandung kalsium dan magnesium yang relatif lebih banyak dibandingkan dengan kandungan natriumnya, mempunyai sifat sedikit menyerap air dan bila didispersikan dalam air akan cepat mengendap (tidak membentuk suspensi).

Endapan bentonit di Indonesia ditemukan di beberapa tempat atau daerah dan umumnya dari jenis kalsium-bentonit. Bentonit Indonesia

memiliki daya penukar kation dengan nilai kapasitas tukar kation terletak antara 50 – 100 meq per 100 gram lempung kering.



Gambar 1. Struktur montmorillonit

2.2 Lempung terpilar

Lempung terpilar material dua dimensi yang mempunyai kemiripan sifat dengan zeolit. Lempung terpilar termasuk dalam kelas baru dari padatan mikropori dengan struktur dua dimensi. Walaupun beberapa sifat dari lempung terpilar menyerupai sifat zeolit tetapi lempung memiliki beberapa keunggulan lain jika dibandingkan dengan zeolit. Beberapa keunggulan sifat dari lempung tersebut antara lain adalah luas permukaan yang cukup besar dan ukuran pori relatif lebih besar. Selanjutnya bila dibandingkan dengan lempung yang tidak terpilar, lempung terpilar mempunyai mikroporositas yang lebih permanen, luas area yang lebih besar dan stabilitas terhadap panas yang lebih baik. Untuk selanjutnya,

karakteristik fisik inilah yang sangat penting dan menjadi perhatian dari lempung terpillar.

Pada tahun 1977, Brindley mempopulerkan penggunaan kembali penggunaan lempung sebagai material katalis yang potensial. Hanya kali ini yang digunakan adalah lempung yang sudah dipilarkan atau diberi penyangga kation kation anorganik (*pillared clay*). Lempung terpillar dibuat dengan reaksi interkalasi.

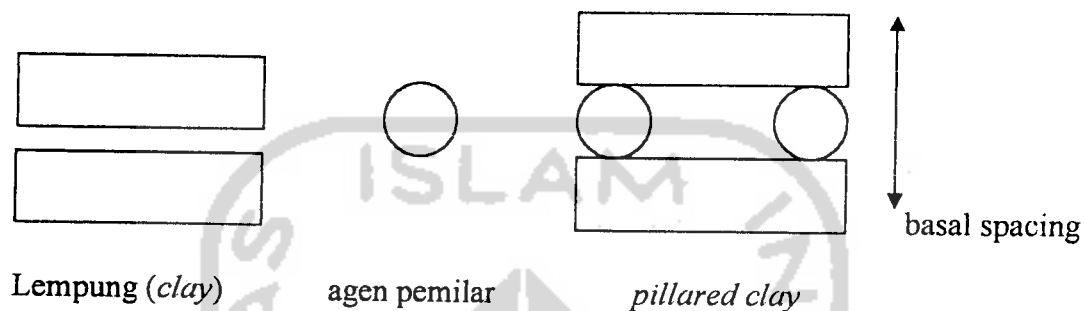
Pada tahun 1992, Kato menggunakan kation organik tetrametil amonium untuk menginduksi antarlapis lempung saponit sintetik. Hasilnya menunjukkan bahwa kation tetrametil amonium menyebabkan perubahan jarak antarlapis sebesar 4,7 Amstrong.

Pada tahun 1999, Canizares berhasil mempreparasi lempung terpillar dengan oksida logam campuran dan mempelajari stabilitas termal dan keasamannya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa lempung terpillar dengan oksida logam campuran mempunyai stabilitas termal lebih tinggi daripada lempung terpillar dengan oksida logam tunggal.

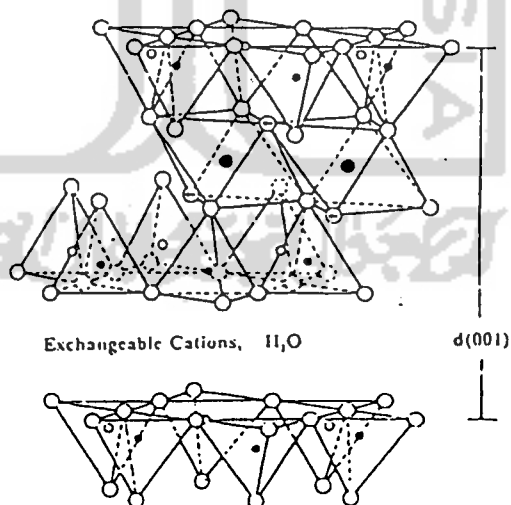
Barrer (1978) menggunakan ion tetraalkilamonium untuk menginduksi antarlapis monmorillonit. Dengan mengatur ukuran pilar, maka ukuran pori lempung terpillar dapat diatur sesuai dengan keperluan (Pinnavaia, 1983).

Pada tahun 1999, Hoekstra mensintesis lempung terpillar dengan bahan pemilar Al_2O_3 dengan perbandingan $OH/Al; 2/2$ dan dikalsinasi pada temperatur $400\text{ }^\circ C$ menghasilkan luas permukaan yang tinggi (58, 60 ml / g) dan volume

mikropori yang besar (0,072 ml/g). Gambar di bawah ini menggambarkan proses pembuatan *pillared clay*.



Gambar 2. Skema pembentukan *pillared clay*



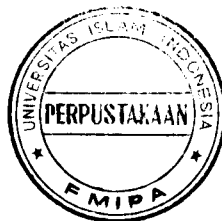
Gambar 3. Bidang 001 montmorillonit yang dapat melebar karena pemiliran

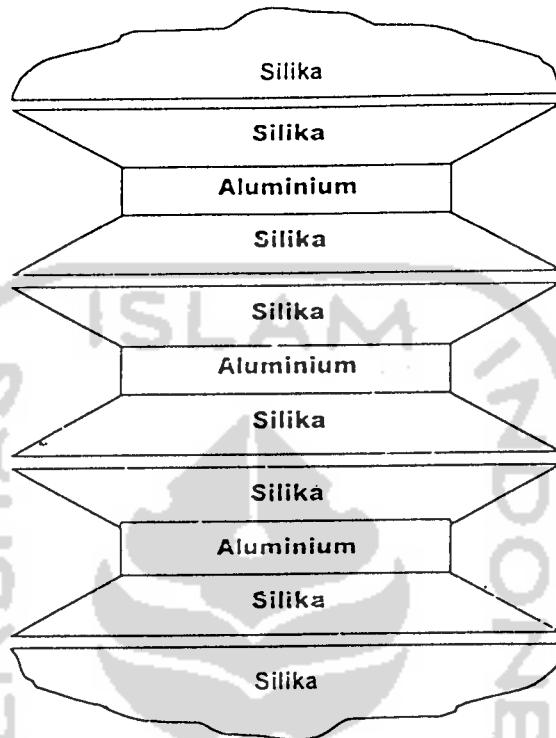
BAB III

LANDASAN TEORI

3.1 Mineral Lempung

Secara geologis, tanah lempung adalah mineral alam dari keluarga silikat yang berbentuk kristal dengan struktur berlapis (sering disebut pula dengan struktur dua dimensional) dan mempunyai ukuran partikel lebih kecil dari 2 mikrometer, bersifat liat jika basah dan serta keras apabila kering. Di antara lapisannya terdapat kation-kation yang berfungsi menyeimbangkan muatan negatif yang ada pada bidang lapisnya. Mineral ini dapat dibagi menjadi beberapa kelompok, yaitu kelompok kaolinit, smektit / montmorillonit, dan klorit. Di antara mineral lempung diatas, smektit adalah kelompok lempung yang paling banyak menarik perhatian, karena smektit memiliki kemampuan untuk mengembang. Selain itu, mineral ini juga mempunyai kapasitas penukar ion yang tinggi sehingga mampu mengakomodasi kation dalam antarlapisnya dalam jumlah besar. Gambar di bawah ini memperlihatkan struktur lempung kelompok monmorillonit/ smektit (Wijaya, K, 2002).





Gambar 4. Diagram skematik struktur montmorillonit

Kemampuan lempung dapat lebih ditingkatkan dengan cara memodifikasi lempung tersebut. Salah satu lempung termodifikasi yang mempunyai banyak keunggulan adalah lempung terpilarkan (*pillared clay*).

3.2 Pemilaran

3.2.1 Prinsip Pemilaran

Prinsip umum yang mendasari proses pemilaran lempung adalah adanya interaksi elektrostatik (gaya listrik Newton) antara kation-kation dari oligomer

dengan lapisan atau permukaan negatif dari lempung serta gaya-gaya yang bekerja (gaya tolak antar lapis dan tarikan Van der Waals) antara lapisan-lapisan lempung itu sendiri dan antara lapisan dengan kation pada daerah antar lapisnya. Dengan adanya tolakan antar lapis (*double layer repulsion*) serta tarikan Van der Waals, hal ini dapat menjadi ukuran ruang antar lapis untuk berada dalam kondisi yang relatif tetap sehingga dapat dimodifikasi menjadi lempung terpilar.

3.2.2 Agen Pemilar

Pada prinsipnya, setiap molekul atau partikel dapat digunakan sebagai pilar pada antar lapis lempung. Untuk membuat mikroporositas yang menyerupai zeolit, molekul atau partikel yang diperlukan sebagai penyangga berukuran paling kecil 0,7 nm. Macam – macam pilar dikelompokkan berdasarkan pada jenis agen pemilarnya, meliputi :

1. Pilar Organik

Lempung dengan pilar senyawa organik (*organic clay*) ini mempunyai volume antar lapis yang nilainya akan sangat tergantung pada kerapatan dari lempung dan panjang rantai molekul. Lempung organik ini banyak dimanfaatkan sebagai adsorben. Contohnya adalah ion alkil amonium.

2. Kation Poliookso

Kation pollioksosejauh ini adalah yang paling banyak dipelajari sebagai agen pemilar. Kation ini daapt dibuat dalam sebuah larutan. Contohnya Al^{3+} , Zr^{4+} , Fe^{3+} , Cr^{2+} , dan Ti^{4+} .

3. Pilar Organologam

Pilar ini melibatkan adsorpsi dari prekursor kompleks organo logam dan diperlukan pengontrolan hidrolisis pada jarak antar lapis.

4. Oksida Logam

Pilar jenis ini melibatkan interkalasi oksida dari suatu sistem koloid secara langsung. Sebagai contoh adalah SiO_2 , Al_2O_3 , silika alumina dan lain – lain.

3.3 Katalis

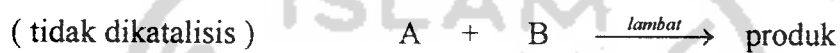
Katalis dalam terminologi kimia adalah substansi kimia yang dapat mempercepat laju reaksi kimia tanpa dikonsumsi, artinya pada akhir proses reaksi kita dapat menemukan kembali katalis tersebut. Katalis merupakan salah satu bahan kimia yang sangat penting dalam industri kimia manufaktur, farmasi, pemurnian minyak bumi dan sebagainya.

Kualitas dari katalis ditentukan antara lain oleh berapa cepat suatu katalis dapat mengkatalisis suatu reaksi kimia (*activity*), kemampuan katalis untuk mengarahkan suatu proses konversi menjadi suatu produk yang diinginkan (*selectivity*), berapa cepat suatu katalis kehilangan aktivitas atau selektivitasnya (*stabilit*) dan kemampuannya untuk diregenerasi (*regenerability*). Katalis yang baik adalah katalis dengan aktivitas, selektivitas, stabilitas dan regenerabilitas tinggi (Leonard, V.I., dkk, dalam Wijayā, K., 2002).

Menurut fase reaksi dan fase katalis, katalis dapat dibedakan menjadi dua, yaitu :

a) Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang fasenya sama dengan fase reaktan dan produk yang dikatalisis. Secara skematik, reaksi yang dikatalisis dapat direpresentasikan dengan mekanisme :



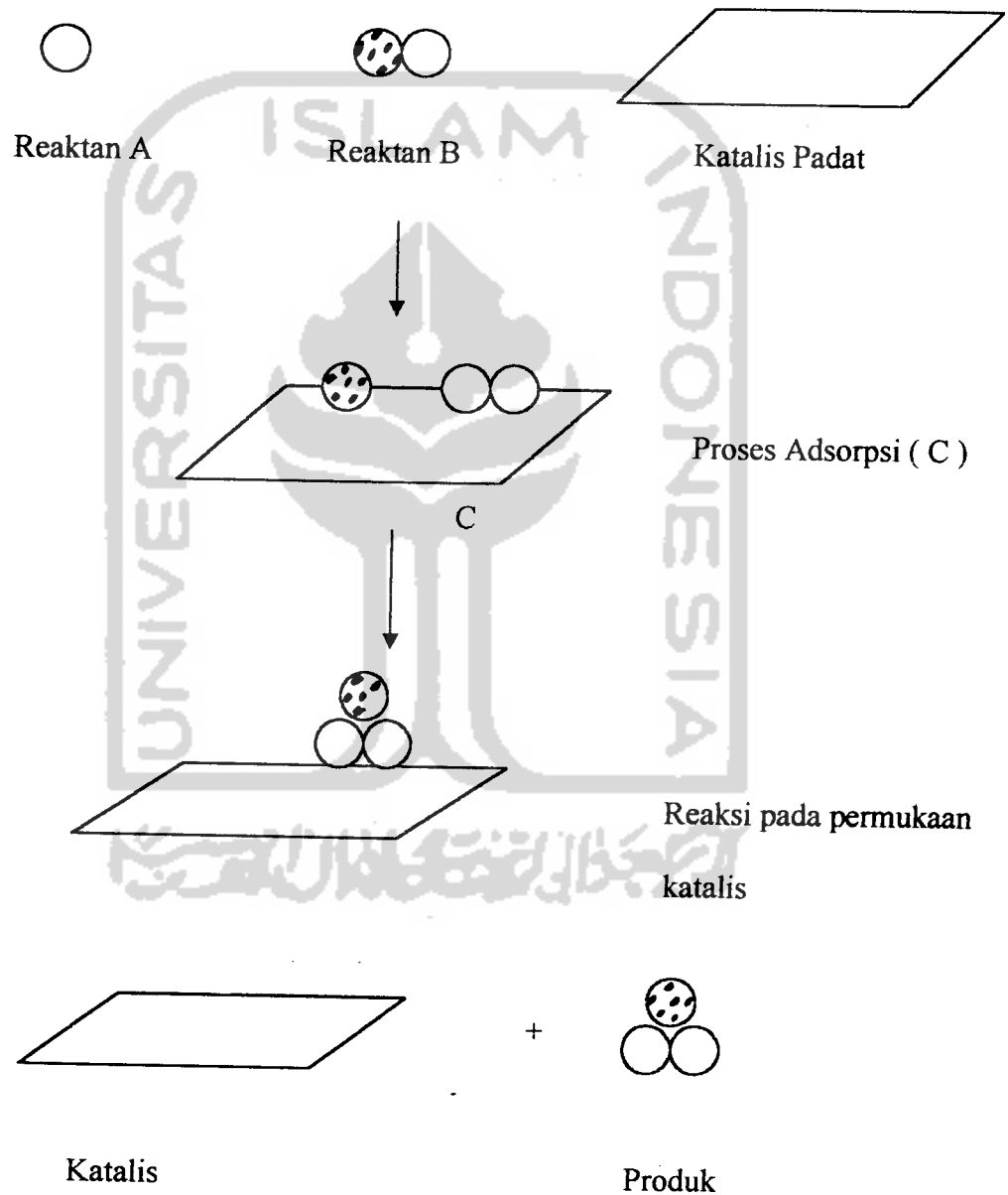
C adalah katalis dan X adalah produk intermediet.

b) Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase yang berbeda dengan materi atau reaktan dalam reaksi yang dikatalisis. Pada umumnya katalis heterogen adalah berupa padatan dan mengkatalisis reaksi pada fase gas. Reaksi dengan katalis heterogen berhubungan erat dengan penggunaan prinsip adsorpsi. Adsorpsi adalah penyerapan (atau lebih dikenal dengan istilah penyerapan) substansi pada permukaan adsorben. Jika suatu molekul gas A bereaksi dengan gas B membentuk produk C dengan katalis padat, maka mekanisme yang berlangsung adalah :

1. Reaktan A dan B teradsorpsi oleh katalis.
2. Reaktan A dan B berinteraksi (bereaksi) pada permukaan padatan katalis heterogen, membentuk produk C.
3. Produk C yang terbentuk terdesorpsi (dilepaskan) oleh katalis.

Reaksi yang menggunakan katalis heterogen sangat dipengaruhi oleh proses adsorpsi dan desorpsi molekul oleh suatu padatan (dalam hal ini katalis heterogen). Adapun mekanisme reaksi katalis heterogen atau permukaan adalah sebagai berikut :

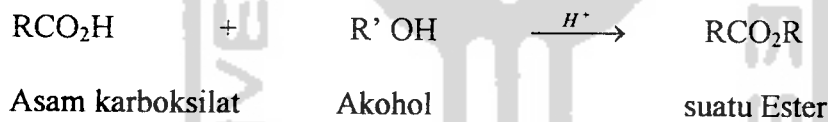


Gambar 5. Mekanisme reaksi katalis heterogen (permukaan)

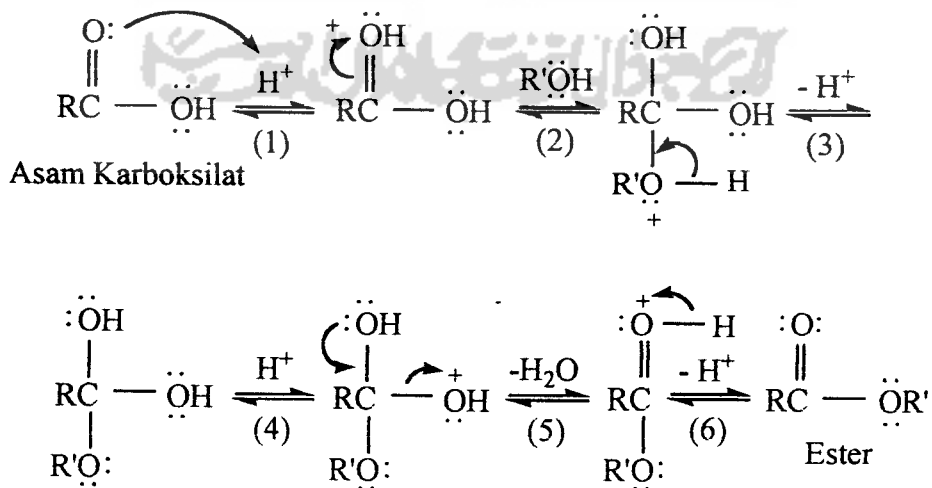
3.4 Esterifikasi

Suatu ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus $-CO_2R$ dengan R dapat berbentuk alkil maupun aril. Suatu ester dapat dibentuk dengan reaksi langsung antara suatu asam karboksilat dan suatu alkohol, suatu reaksi yang disebut reaksi esterifikasi. Esterifikasi berkataliskan asam dan merupakan reaksi yang reversibel.

Esterifikasi suatu asam karboksilat berlangsung melalui serangkaian tahap protonasi dan deprotonasi. Oksigen karbonil diprotonasi dan, alkohol nukleofilik menyerang karbon positif, dan eliminasi air akan menghasilkan ester yang dimaksud. Secara umum, berlangsungnya reaksi esterifikasi adalah sebagai berikut :



Mekanisme reaksi esterifikasi adalah sebagai berikut :



Mekanisme reaksi di atas adalah mekanisme reaksi esterifikasi dengan menggunakan katalis asam. Karena ada katalis maka temperatur yang diperlukan untuk berjalannya reaksi esterifikasi tidak terlalu tinggi jika dibandingkan dengan reaksi esterifikasi tanpa katalis. Untuk reaksi esterifikasi tanpa katalis, reaksi ini berlangsung pada temperatur yang tinggi. Mekanisme reaksi esterifikasi tanpa katalis berlangsung melalui beberapa tahap yaitu tahap inisiasi, propagasi dan terminasi. Adapun mekanismenya adalah sebagai berikut :

a. Tahap Inisiasi



b. Tahap Propagasi



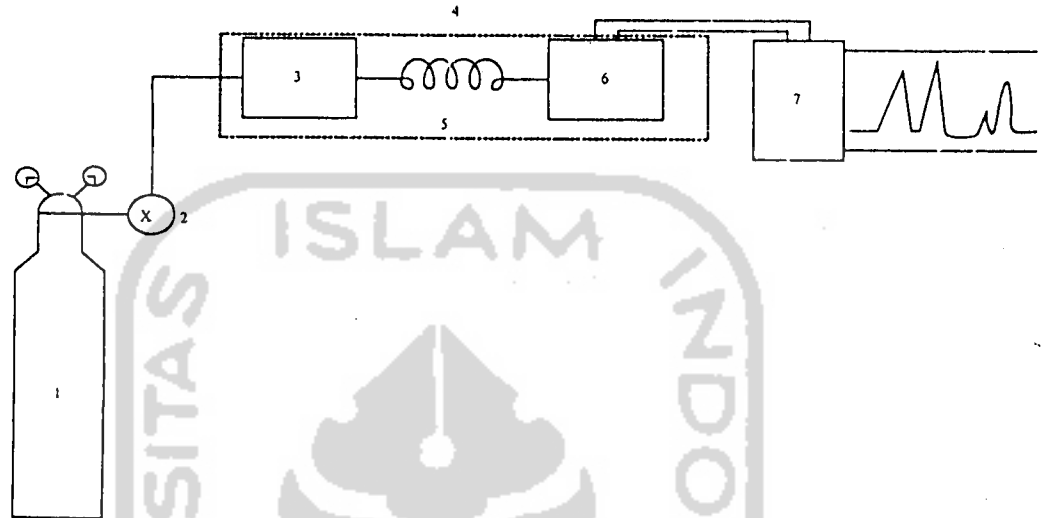
c. Tahap Terminasi



3.5 Analisa Kromatografi Gas

Kromatografi adalah cara atau metode atau teknik pemisahan yang berdasarkan partisi antara cuplikan dengan fasa gerak dan fasa diam. Untuk fasa gerak dapat berupa gas atau cairan. Sedangkan fasa diam dapat berupa cairan atau padatan.

Untuk analisis sampel digunakan kromatografi gas cair, dimana fasa diamnya adalah cairan sedangkan fasa geraknya adalah gas. Gambar alat kromatografi gas adalah sebagai berikut :



Gambar 6. Bagan alat kromatografi gas

Keterangan :

1. Silinder tempat gas pengangkut atau pembawa

Gas pengangkut (*carrier gas*) ditempatkan dalam silinder bertekanan tinggi. Biasanya tekanan dari silinder sebesar 150 atm. Tetapi tekanan ini sangat besar untuk digunakan secara langsung.

Gas pengangkut harus memenuhi persyaratan – persyaratan :

- a. Harus inert; tidak bereaksi dengan cuplikan, cuplikan – pelarut, dan material dalam kolom.
- b. Murni dan mudah diperoleh serta murah.
- c. Sesuai atau cocok untuk detektor.

d. Harus mengurangi difusi gas.

Gas – gas yang sering dipakai adalah : helium atau argon. Gas tersebut sangat baik, tidak mudah terbakar, tetapi sangat mahal. Berdasar alasan faktor ekonomi atau harga maka H_2 dan N_2 digunakan sebagai gas pengangkut.

2. Pengaturan aliran dan pengaturan tekanan

Disebut juga pengatur atau pengurang drager, dimana drager bekerja baik pada tekanan 2,5 atm. Kecepatan alir gas ini mempengaruhi efisiensi kolom.

Harga – harga yang umum untuk kecepatan gas untuk kolom yang memiliki diameter luar, yaitu :

1 / 4 ” O. D : kecepatan gas 75 ml / min.

1 / 8 ” O. D : kecepatan gas 25 ml / min.

3. Tempat injeksi cuplikan

Dalam pemisahan dengan GLC cuplikan harus dalam bentuk fasa uap. Gas dan uap dapat dimasukkan secara langsung. Suhu tempat injeksi diatur sekitar $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ lebih tinggi dari titik didih campuran cuplikan yang mempunyai titik didih yang paling tinggi. Injeksi dapat dilakukan dengan pertolongan jarum injeksi yang sering disebut ” *a gas tight syringe* ”.

4. Kolom

Bentuk dari kolom dapat lurus, bengkok, misal berbentuk V atau W, dan kumparan atau spiral. Biasanya bentuk dari kolom adalah kumparan.

Kolom selalu merupakan bentuk tabung. Tabung ini dapat terbuat dari :

- Tembaga (murah dan mudah diperoleh)

- Plastik (teflon), dipakai pada suhu yang tidak terlalu tinggi
- Baja (stainless steel), mahal
- Alumunium
- Gelas

5. Detektor

Fungsinya untuk mengubah sifat – sifat molekul dari senyawa organik menjadi arus listrik untuk kemudian diteruskan ke pencatat atau rekorder menjadi kromatogram.

6. Pencatat

7. Thermostat untuk (3), (4) dan (5) .

Dasar kerja kromatogarfi gas cair adalah sebagai berikut :

Cuplikan diinjeksikan ke dalam injektor . Aliran gas dari gas pengangkut akan membawa cuplikan yang telah teruapkan masuk ke dalam kolom. Kolom akan memisahkan komponen-komponen dideteksi oleh detektor, dan sinyal dalam bentuk puncak akan dihasilkan oleh pencatat.

3.5 Analisis adsorpsi gas

Sifat permukaan padatan berpori dapat ditentukan oleh 2 karakter , yaitu karakteristik kimia dan karakteristik fisik (Baskh dkk, 1992). Karakteristik fisik dikenal sebagai struktur makro-permukaan yang meliputi *basal spacing* (d_{001}), luas permukaan spesifik dan porositas sedangkan karakteristik kimia terdiri dari

keasaman permukaan. Pengukuran kedua faktor tersebut merupakan bagian yang penting pada setiap karakterisasi padatan baik sebagai katalis, pendukung katalis, maupun sebagai adsorben.

Luas permukaan katalis berhubungan erat dengan aktivitas katalis, karena reaksi katalitik berlangsung pada permukaan katalis sehingga dengan semakin besarnya luas permukaan katalis maka akan semakin banyak pula molekul-molekul zat pereaksi yang teradsorpsi. Dengan demikian, aktivitas katalis akan bertambah besar bila permukaan katalis dibuat semakin besar. Pengukuran luas permukaan katalis pada umumnya dilakukan dengan metode adsorpsi gas.

Pada dasarnya permukaan nyata padatan tidak pernah memiliki bentuk yang sempurna dan teratur, hampir selalu ada celah dan retakan, saluran atau rongga yang menembus jauh ke dalam sehingga akan memberikan sumbangan terhadap luas permukaan dalam (internal). Retakan dan lekukan yang dangkal akan memberikan sumbangan pada permukaan luar (eksternal). Bila adsorben yang berupa padatan berpori mengadsorpsi adsorbat maka fenomena ini tidak hanya terjadi di permukaan luar saja tetapi juga di dalam pori-pori. Perilaku untuk menggambarkan porositas dari padatan berpori tersebut. Teknik karakterisasi dengan metode adsorpsi gas ini dapat memberikan informasi mengenai luas permukaan spesifik, rerata jejari pori, volume total pori, distribusi ukuran pori dan isoterm adsorpsi (Lowwel and Shield, 1984,).

Persamaan adsorpsi yang sering digunakan untuk menghitung adsorpsi permukaan padatan adalah persamaan yang diturunkan oleh Brunauer, Emmett dan Teller (BET), dapat dituliskan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W[(P_o/P)-1]} = \frac{1}{W_m.C} + \frac{C-1}{W_m.C} (P_o/P)$$

Dimana :

W = berat gas yang teradsorpsi pada tekanan relatif (P/ P₀) (g)

W_m = berat gas yang teradsorpsi pada lapis tunggal (g)

C = konstanta BET

P = tekanan gas (mmHg)

Asumsi menurut teori BET bahwa permukaan padatan tidak akan tertutupi secara sempurna selama tekanan uap jenuh (P₀) belum tercapai. Jika adsorpsi mengikuti teori BET maka $\frac{1}{W_m[(P_o/P)-1]}$ lawan (P/P₀) akan menghasilkan garis lurus. Untuk keperluan ini digunakan adsorbat gas N₂ dan adsorpsi berlangsung pada temperatur 77,4 K. Pada adsorpsi isoterm ini, tekanan relatif (P/P₀) yang berlaku menurut teori BET dibatasi pada rentang 0,05-0,35.

3.6 Hipotesis

Bentonit dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi etil asetat dan polarisasi terhadap bentonit dapat meningkatkan kinerja bentonit tersebut sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi.

BAB IV
METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Bahan

- a. Ammonia (NH_3) 6 M
- b. NH_4Cl buatan *E.Merck*
- c. NaOH buatan *E.Merck*
- d. AlCl_3 buatan *E.Merck*
- e. Aquades
- f. Na-Bentonit
- g. Etil Asetat ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$) buatan *E.Merck*
- h. Asam asetat Glasial buatan *E.Merck*
- i. Etanol buatan *E.Merck*

4.1.2 Alat

- a. Seperangkat alat gelas
- b. Kertas saring (Whattman 40 dan 41)
- c. pH meter
- d. Oven, Memert model 400 D6060
- e. Timbangan
- f. Kromatografi gas (GC Hewlett Packard 5890 series II)
- g. Alat kalsinasi

- h. Mesh screen 200
- i. Satu set alat refluk, pyrex
- j. Heat mantel

4.2 Teknik Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah Na-bentonit (montmorillonit) yang dapat dijadikan sebagai katalisator dan sampel diperoleh dari Pacitan, Jawa Timur.

4.3 Cara penelitian

4.3.1 Pembuatan larutan pemilar

Direaksikan 1,0 gram NaOH dan 1,67 gram $AlCl_3$ dengan larutan buffer ammonia pH 13 sebanyak 250 mL dan diaduk. Larutan pemilar ini didiamkan selama 2 hari.

4.3.2 Aktivasi Lempung

4.3.2.1 Pemiliran

Sebanyak 2,5 gram Na – bentonit yang telah lolos ayakan 200 mesh dimasukkan ke dalam larutan pemilar dan diaduk. Selanjutnya larutan ini disaring dan diukur pH-nya. Jika pH filtrat belum netral maka sedimen dicuci menggunakan aquades hingga netral. Sedimen kemudian dikeringkan didalam oven selama 3 jam pada temperatur 130 °C dan ditimbang sedimen yang diperoleh.

4.3.2.2 Kalsinasi

Sedimen yang diperoleh selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 400 °C selama 2 jam dengan menggunakan alat kalsinasi.

4.4 Reaksi esterifikasi etil asetat

a. Reaksi esterifikasi tanpa katalis

Dimasukkan 2,5 mL etanol ke dalam labu leher tiga berkapasitas 250 mL ditambah 2,5 mL asam asetat glasial. Campuran tersebut kemudian direfluks selama 2 jam pada temperatur 80 °C. Hasil refluks dianalisis dengan kromatografi gas.

b. Reaksi esterifikasi menggunakan katalis bentonit tidak terpillar

Preparasi yang dilakukan samadengan reaksi esterifikasi tanpa katalis. Diambil 0,5 g bentonit murni ditambah 2,5 mL etanol dan 2,5 mL asam asetat glasial, direfluks pada temperatur 80 °C selama 2 jam. Setelah itu, didinginkan dan disaring. Hasil berupa filtrat dimasukkan ke dalam botol dan ditutup rapat. Selanjutnya dianalisis dengan kromatografi gas.

c. Reaksi esterifikasi menggunakan katalis bentonit terpillar Al_2O_3

Diambil 0,5 g bentonit terpillar ditambah 2,5 mL etanol dan 2,5 mL asam asetat glasial, direfluks pada temperatur 80 °C selama 2 jam. Setelah itu, didinginkan dan disaring. Hasil berupa filtrat dimasukkan ke dalam botol dan ditutup rapat. Selanjutnya dianalisis dengan kromatografi gas.

4.5 Membandingkan ketiga variasi hasil

Hasil esterifikasi dengan 3 variasi dianalisis dengan menggunakan GC. Untuk mengetahui hasil esterifikasi digunakan etil asetat murni. Identifikasi hasil didasarkan pada waktu retensi etil asetat dan luas puncak kromatogram.

4.6 Persiapan analisis dengan kromatografi gas

Alat kromatografi gas dipersiapkan, sehingga mempunyai kondisi sebagai berikut :

Kolom	:	Hp 5 nonpolar 30 meter
Suhu awal	:	100 °C
Waktu awal	:	15'
Kenaikan	:	0
Suhu akhir	:	0
Detektor	:	FID
Suhu detektor	:	280 °C
Suhu injektor	:	270 °C
Gas pembawa	:	He
Total flow	:	40
Split (kpa)	:	60
Volume injeksi:		0,1 μ L dan 0,06 μ L

Setelah kromatografi gas sesuai dengan kondisi tersebut, selanjutnya sampel dihisap ke dalam injektor dan volumenya 0,1 μ L atau 0,06 μ L lalu

diinjeksikan dengan kedalaman tempat injeksi cuplikan dan ditunggu sampai pencatat memberikan hasilnya berupa kromatogram.

4.7 Penentuan Luas Permukaan dan Porositas

Sebanyak 0,4 – 0,5 g sampel bentonit dan bentonit terpillar masing-masing ditempatkan dalam tabung sampel *gas sorption analyzer* NOVA 1000 . Adsorpsi N₂ isothermal direkam pada I – MP sistem adsorpsi gas otomatis pada temperatur nitrogen cair 77,4 K. sebelum dilakukan pengukuran, sampel terlebih dahulu didegassing pada temperatur 100 °C selama 1 jam pada kondisi vakum.



BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Larutan Pemilar

Pemilar ini berfungsi untuk membuat pori-pori montmorillonit menjadi lebih besar dari pori-pori monmorillonit murni. Larutan pemilar dibuat dengan mencampurkan 1,00 g NaOH dan AlCl₃ sebanyak 1,67 g dalam larutan buffer pH 13 sebanyak 250 mL. Ini dilakukan karena Al memiliki kestabilan pada pH 13 tersebut. Larutan ini dibiarkan selama 2 hari. Struktur pemilar (ion Keggin) terdiri dari sebuah tetrahedral pusat yaitu AlO₄ yang dikelilingi oleh 12 oktahedral aluminium hidroksi. Rumus struktur pemilar adalah [Al₁₃O₄(OH)₂₄(H₂O)₁₂]⁷⁺.

5.2 Aktivasi Lempung

Aktivasi terhadap bentonit dilakukan dengan memasukkan Na-bentonit yang lolos ayakan 200 mesh sebanyak 2,5 gram ke dalam larutan pemilar dan diaduk selama 5–10 menit. Ini dilakukan agar bentonit dan larutan pemilar dapat bercampur secara sempurna. Setelah itu, larutan disaring. Untuk mengetahui bahwa bentonit terpillar yang diperoleh tidak bersifat asam ataupun basa maka pH filtrat diukur. Karena masih bersifat basa akibat pengaruh dari buffer maka sedimen (bentonit terpillar) yang diperoleh dicuci dengan menggunakan akuades hingga pH filtrat yang diperoleh netral. Pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan pH meter. Sedimen yang diperoleh kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur 130 °C selama 3 jam. Ini dilakukan untuk

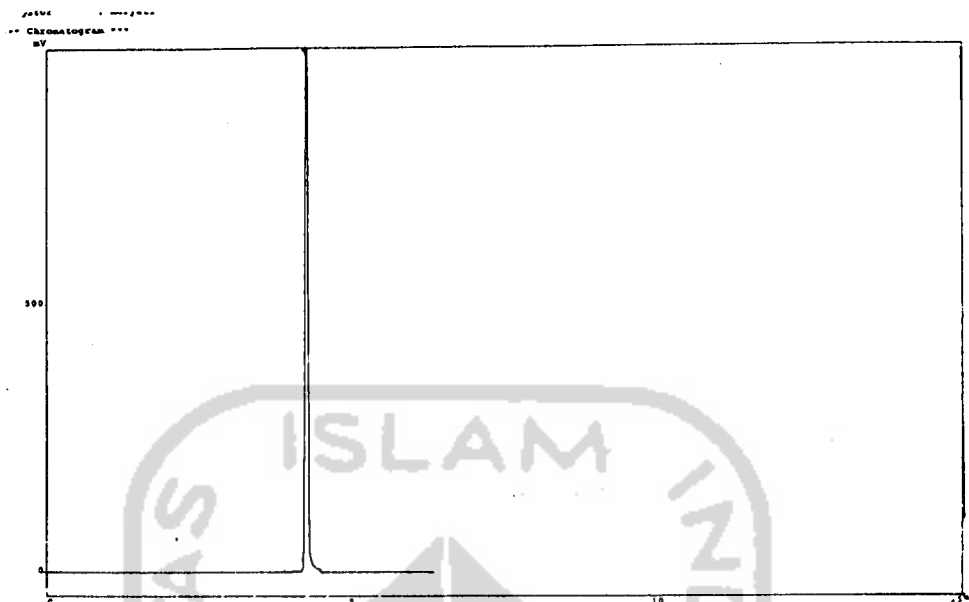
menghilangkan kandungan air dalam bentonit terpilir. Selanjutnya bentonit didinginkan. Aktivasi yang dilakukan terhadap bentonit tidak terpilir dan bentonit terpilir adalah kalsinasi dengan dialiri gas nitrogen pada temperatur 400°C selama 2 jam. Proses kalsinasi dengan menggunakan gas pembawa N₂ yang inert dapat memperbesar terbentuknya pori baru karena mikropori yang ada pada antar lapis montmorillonit akan menjadi lebih terbuka. Adanya agregat-agregat yang menyumbat pori dapat dihilangkan dengan adanya aliran gas N₂ tersebut. Selama kalsinasi, lempung terinterkalsi ion Al₁₃ mengalami dehidrasi (pelepasan molekul air) :



Ini dilakukan untuk meningkatkan aktivitas bentonit terpilir yang akan digunakan sebagai katalis.

5.3 Reaksi esterifikasi tanpa katalis

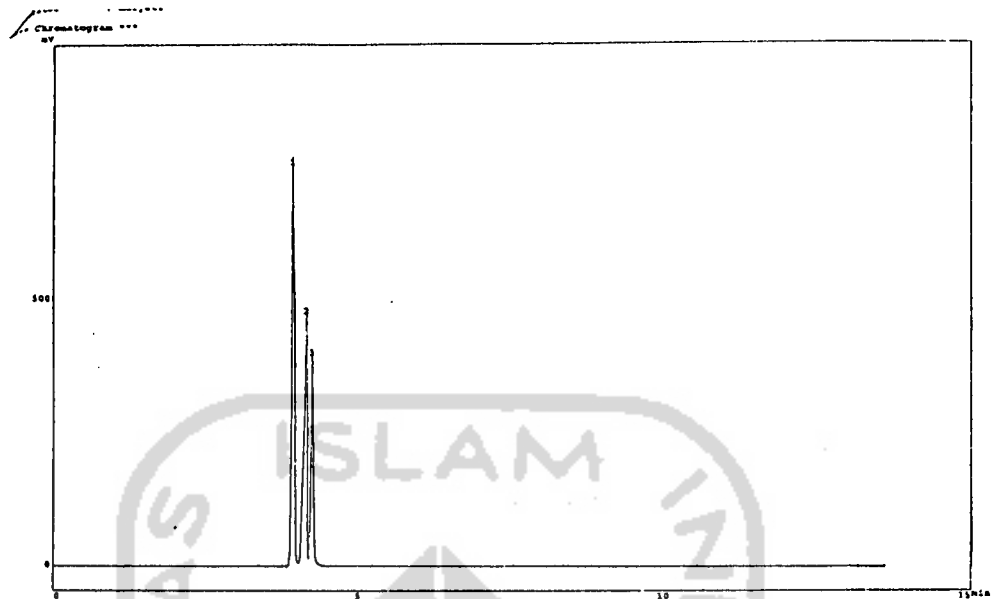
Reaksi esterifikasietil asetat adalah reaksi pembentukan ester yang berasal dari asam asetat glasial dan etanol. Dengan perbandingan 1:1 atau 2,5 mL asam asetat glasial dan 2,5 mL etanol dimasukkan dalam labu refluks, direfluks pada temperatur 80 °C selama 2 jam setelah itu diberhentikan. Jika sudah dingin disaring dan dimasukkan ke dalam botol, ditutup rapat. Filtrat yang diperoleh dianalisis menggunakan kromatografi gas. Dari hasil analisis esterifikasi diperoleh data kromatogram yang ditampilkan pada gambar 7 beserta data tabel 1.



Gambar 7. Kromatogram etil asetat standar

Tabel 1. Data Hasil Kromatogram Etil Asetat Standar

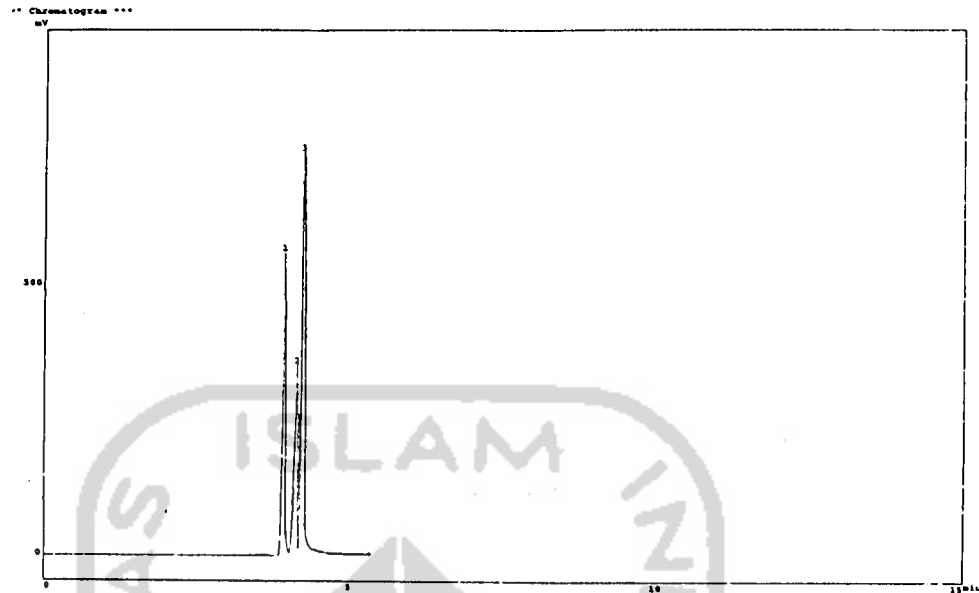
No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak	Konsentrasi
1.	4,238	3573419	1066023	100,00



Gambar 8. Kromatogram hasil esterifikasi etil asetat tanpa katalis

Tabel 2. Data Kromatogram Hasil Esterifikasi (Asam asetat glasial + Etanol)

No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak	Konsentrasi
1	3,919	2357096	769663	44,8078
2	4,144	1748437	487762	33,2374
3	4,239	1154922	402949	21,9548
Total		5260455	1660374	100,000



Gambar 9. Kromatogram hasil spiking esterifikasi etil asetat tanpa katalis

Tabel 3. Data Kromatogram Hasil Spiking Esterifikasi Etil Asetat

No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak
1	3,925	1728522	561380
2	4,135	1245368	358239
3	4,234	2573508	751327
Total		5547398	1670946

Dari tabel 1. diperoleh hasil konsentrasi reaksi esterifikasi etil asetat. Untuk menentukan benar tidaknya hasil reaksi esterifikasi etil asetat dapat dilakukan dengan cara membandingkan hasil data kromatogram larutan standar etil asetat yang terdapat pada gambar 7. dengan hasil data kromatogram hasil

esterifikasi etil asetat pada gambar 8 beserta data pada tabel 1. dan tabel 2. Untuk lebih meyakinkan data yang diperoleh dapat ditentukan dengan menggunakan kromatogram hasil spiking pada gambar 9. beserta data tabel 3. Spiking atau penambahan cuplikan standar dimaksudkan untuk memastikan bahwa hasil yang diperoleh dari esterifikasi tersebut adalah etil asetat.

Identifikasi terhadap kromatogram didasarkan pada waktu retensi dan luas area. Untuk kromatogram etil asetat standar pada gambar 7. ataupun data pada tabel 1. yang diyakini sebagai etil asetat adalah puncak no.1 dengan waktu retensi 4,238 dan luas areanya yaitu 3573419. Kemungkinan adanya komponen lain yang lebih besar jumlahnya dalam larutan standar etil asetat sangat kecil. Dengan demikian, puncak no.1 adalah puncak etil asetat. Sedangkan pada gambar 8. ada 3 puncak yang merupakan hasil esterifikasi dan diduga bahwa puncak no.3 merupakan etil asetat, karena hasil waktu retensi puncak no.3 memiliki waktu retensi yang mendekati waktu retensi etil asetat standar yaitu 4,239 menit dan luas areanya sebesar 1154922. Untuk lebih meyakinkan dapat ditentukan dengan melihat kromatogram hasil spiking pada gambar 9 beserta data hasil spiking pada data tabel 3. Untuk puncak no.3 waktu retensi yang diperoleh adalah 4,234 menit dan luas areanya adalah 2573508. Jadi dari data waktu retensi yang ada, puncak no.3 benar-benar merupakan senyawa etil asetat. Sedangkan untuk puncak no.1 dan no.2 diduga merupakan sebagai puncak etanol dan puncak asam asetat glasial.

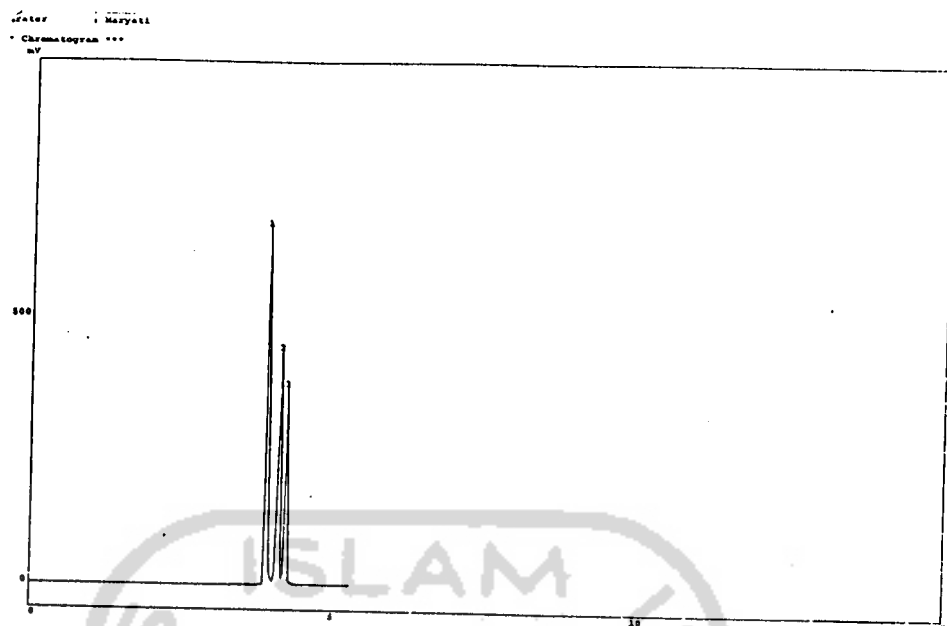
Dari data-data tabel kromatogram yang ada, konsentrasi dapat ditentukan dengan cara membandingkan luas area sampel dengan luas area standar dikali dengan konsentrasi standar.

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi} &= \frac{A \text{ sampel}}{A \text{ standar}} \times \text{Konsentrasi standar} \times \frac{V \text{ injeksi standar}}{V \text{ injeksi sampel}} \\
 &= \frac{1154922}{3573419} \times 100\% \times \frac{0,06}{0,1} \\
 &= 19,39 \%
 \end{aligned}$$

Dari perhitungan diperoleh konsentrasi : 19,39 %

5.4 Esterifikasi dengan menggunakan katalis bentonit tidak terpillar

Esterifikasi yang dilakukan dengan menggunakan katalis bentonit tidak terpillar sama halnya dengan esterifikasi tanpa katalis. Dengan perbandingan 1:1, sebanyak 2,5 mL etanol, 2,5 mL asam asetat glasial dan 0,5 gram bentonit tidak terpillar dimasukkan ke dalam labu refluks, direfluks pada temperatur 80 °C dan setelah 2 jam dihentikan. Setelah itu didinginkan dan disaring, filtratnya dimasukkan dalam botol dan ditutup rapat. Filtrat yang diperoleh selanjutnya dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas. Dari analisis tersebut diperoleh kromatogram pada gambar 10.



Gambar 10. Kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit tidak terpillar

Tabel 4. Data kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit tidak terpillar pada reaksi esterifikasi

No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak
1	3,910	2131262	675482
2	4,129	1588799	447203
3	4,229	1097613	378846
Total		4817674	1501531

Perhitungan konsentrasi bentonit tidak terpillar :

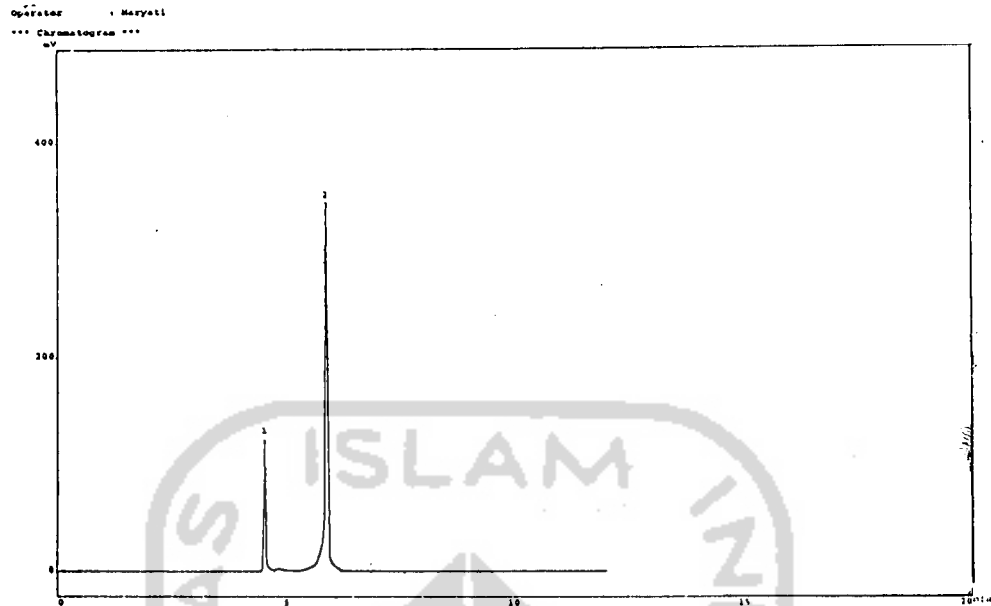
$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi} &= \frac{A \text{ sampel}}{A \text{ standar}} \times \text{Konsentrasi standar} \\
 &= \frac{1097613}{3573419} \times 100 \% \\
 &= 30,72 \%
 \end{aligned}$$

Dari data kromatogram yang ada, diperoleh konsentrasi sampel sebesar 30,72 %. Konsentrasi ini lebih tinggi bila tanpa dibandingkan dengan konsentrasi reaksi esterifikasi tanpa katalis. Ini menunjukkan adanya aktivitas bentonit dalam reaksi esterifikasi sehingga bentonit dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi tersebut.

5.5 Esterifikasi dengan menggunakan katalis bentonit terpillar Al_2O_3

Perlakuan esterifikasi dengan menggunakan katalis bentonit terpillar sama dengan esterifikasi menggunakan katalis bentonit tidak terpillar. Dengan perbandingan 1:1, sebanyak 2,5 mL etanol dan 2,5 mL asam asetat glasial serta 0,5 gram bentonit terpillar sol-Al dimasukkan ke dalam labu refluks, kemudian direfluks pada temperatur $80\text{ }^\circ\text{C}$ dan setelah 2 jam dihentikan. Setelah itu didinginkan dan disaring. Filtrat dimasukkan ke dalam botol dan ditutup rapat. Selanjutnya filtrat dianalisis menggunakan kromatografi gas. Banyaknya sampel yang digunakan untuk analisis kromatografi gas (injeksi) disesuaikan dengan jumlah sampel yang ada volume injeksi, yaitu $0,1\ \mu\text{L}$ dan $0,06\ \mu\text{L}$.

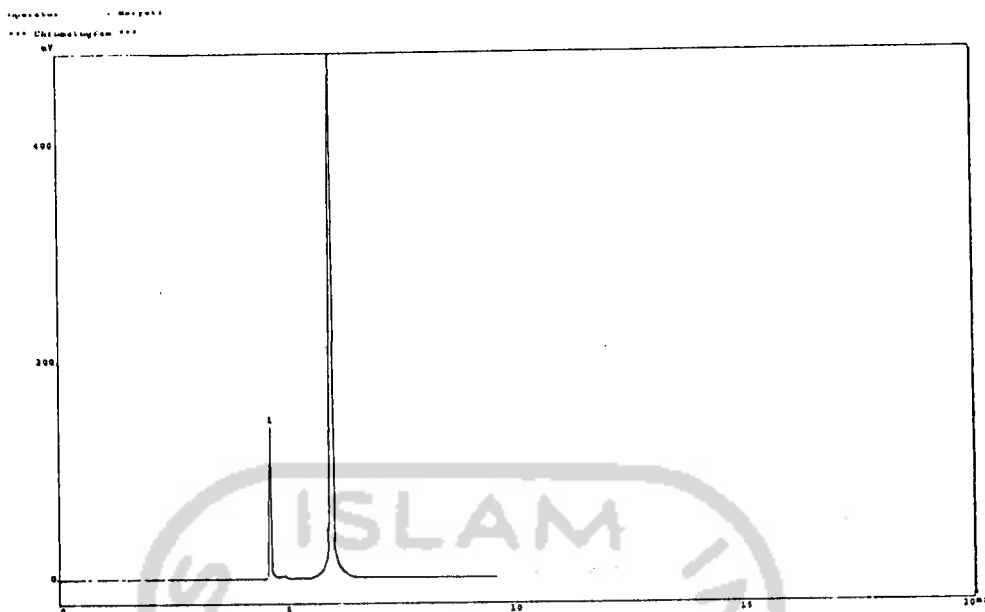




Gambar 11. Kromatogram hasil esterifikasi dengan menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3

Tabel 5. Data kromatogram esterifikasi dengan menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3 (0,5 gram bentonit terpillar Al_2O_3 + Etanol + Asam A.setat Glasial)

No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak
1	4,511	430108	123145
2	5,889	1466472	341888
Total		1896581	465034



Gambar 12. Kromatogram hasil spiking (esterifikasi menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3)

Tabel 6. Data kromatogram hasil spiking (esterifikasi menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3)

No	Waktu retensi (menit)	Luas Area	Tinggi puncak
1	4,598	495345	139313
2	5,970	2198080	505213
Total		2693426	644527

Dari gambar 11. dan tabel 5. data kromatogram esterifikasi dengan menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3 , puncak etil asetat tidak dapat diprediksi secara langsung karena kedua puncak memiliki waktu retensi yang jauh berbeda dengan waktu retensi etil asetat standar. Hal ini terjadi disebabkan perbedaan

kondisi suhu kolom terutama pada suhu awal yaitu 50 °C dan waktu awalnya yaitu 10 menit yang seharusnya suhu awal 100 °C dan waktu awalnya adalah 15 menit. Oleh karena itu, perlu dilakukan spiking (penambahan cuplikan standar untuk memastikan puncak mana yang merupakan puncak etil asetat) dan diperoleh kromatogram hasil spiking seperti pada gambar 12. dan tabel 6. Dari gambar 12. ini, yang merupakan puncak etil asetat puncak no.2 karena tinggi puncak ini mengalami penambahan setelah adanya spiking. Dari data yang diperoleh pada gambar 11. dan tabel 5. data kromatogram dengan menggunakan bentonit terpillar Al₂O₃ maka untuk perhitungan konsentrasi bentonit terpillar adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi} &= \frac{A \text{ sampel}}{A \text{ standar}} \times \text{Konsentrasi standar} \\
 &= \frac{1466472}{3573419} \times 100 \% \\
 &= 41,03 \%
 \end{aligned}$$

Dari perhitungan tersebut diperoleh konsentrasi bentonit terpillar Al₂O₃ adalah sebesar 41,03 %. Dari perbandingan kedua jenis sampel diperoleh bahwa hasil konsentrasi reaksi esterifikasi dengan menggunakan bentonit terpillar Al₂O₃ lebih tinggi jika dibandingkan dengan menggunakan bentonit tidak terpillar. Ini menunjukkan bahwa aktivitas bentonit meningkat setelah adanya pemiliran.

Perbandingan hasil konsentrasi etil asetat yang diperoleh baik tanpa menggunakan katalis, menggunakan katalis bentonit tidak terpillar dan bentonit terpillar Al₂O₃ dapat dilihat pada tabel di bawah ini :

Tabel. 7 Hasil reaksi esterifikasi dari ketiga variasi

No.	Reaksi Esterifikasi Etil Asetat	Etil Asetat (%) yang dihasilkan
1.	Tanpa katalis	19,39
2.	Menggunakan Katalis bentonit tidak terpillar	30,72
3.	Menggunakan katalis bentonit terpillar Al_2O_3	41,03

5.4 Luas permukaan dan porositas

Dengan menggunakan metode analisis adsorpsi gas, luas permukaan spesifik, porositas (volume pori) serta karakter permukaan dari bentonit (Kruk dan Jaroniec, 2001 dalam Buanawaty, 2004). Informasi yang dapat diperoleh melalui analisis ini antara lain rerata jejari pori, distribusi ukuran pori, dan isoterm adsorpsi dari sampel bentonit dan bentonit terpillar Al_2O_3 ditunjukkan pada tabel di bawah ini :

Tabel 8. Data hasil analisis sorpsi gas pada bentonit dan bentonit terpillar

Data	Bentonit alam	Bentonit terpillar Al_2O_3
Luas permukaan spesifik	45,68 m^2/g	90,84 m^2/g
Volume pori	0,0375 mL/g	0,069 mL/g
Rerata jejari pori	16,43 Angstrong	15,37 Angstrong

Dari hasil analisis tersebut menunjukkan adanya peningkatan luas permukaan spesifik dari bentonit alam yaitu dari 45,68 m^2/g menjadi 90,84 m^2/g setelah proses pilarisasi. Luas permukaan spesifik ini diperoleh berdasarkan

penentuan kapasitas *monolayer* yang ditunjukkan dari banyaknya molekul yang dapat diadsorpsi pada permukaan material padatan. Peningkatan luas permukaan spesifik pada bentonit terpillar dipengaruhi oleh homogenitas distribusi pilar yang dapat meningkatkan luas permukaan internal pada bentonit terpillar.

Untuk volume pori, baik bentonit alam dan bentonit terpillar terlihat adanya perubahan. Hal ini dikarenakan jarak lateral pada struktur pori (jarak antar pilar) dapat mengimbangi besarnya peningkatan *basal spacing*. Peningkatan jarak antar lapis ini dapat diimbangi oleh jarak antar pilar yang dapat meningkatkan volume pori total. Volume pori total dari suatu adsorben dapat ditentukan dengan menghitung jumlah molekul N_2 yang diadsorpsi pada tekanan relatif yang mendekati tekanan uap jenuh. Struktur pori merupakan parameter yang berpengaruh terhadap besar kecilnya volume pori total yang diperoleh. Ukuran pori pada lempung terpillar ditentukan oleh ukuran pori longitudinal maupun lateral. Untuk ukuran pori lateral (jarak antar pilar) ini dapat diukur dengan analisis isoterm adsorpsi gas.

Parameter berikutnya yang dapat digunakan untuk menganalisis sifat fisik dari bentonit terpillar adalah rerata jejari pori. Pada bentonit terpillar oksida-Al rerata jejari yang diperoleh adalah sebesar 15,37 Angstrong atau 1,537 nm lebih rendah bila dibandingkan dengan rerata jejari sebelum pemiliran yaitu sebesar 16,43 Angstrong atau 1,643 nm. Penurunan rerata jejari ini dapat meningkatkan dimensi porositas.

BAB VI

KESIMPULAN

6.1 Kesimpulan

1. Bentonit dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi etil asetat yang ditunjukkan dari hasil uji aktivitas katalis dalam reaksi etil asetat. Hasil esterifikasi yang diperoleh dengan penggunaan katalis (bentonit tidak terpillar) adalah 30,72% dan untuk hasil esterifikasi tanpa katalis adalah sebesar 19,39 %.
2. Pilarisasi bentonit dengan menggunakan Al_2O_3 dapat meningkatkan aktivitas kinerja sebagai katalis yang ditunjukkan pada hasil uji aktivitas katalis dalam reaksi esterifikasi, dengan penggunaan katalis bentonit terpillar Al_2O_3 diperoleh etil asetat sebesar 41,03% lebih tinggi bila dibandingkan dengan penggunaan katalis bentonit tidak terpillar yaitu 30,72 %.

6.2 Saran

1. Untuk mengetahui aktivitas bentonit pada berbagai reaksi organik, perlu dilakukan uji dengan berbagai variasi.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan metode lain yang lebih efektif dan efisien sehingga diperoleh hasil yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Alim, R.H.S., 2001, *Bahan-bahan Berpori, Sintesis, Struktur dan Beberapa Aplikasinya*, Laboratorium Kimia Fisik, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Jogjakarta
- Fessenden dan Fessenden, 1986, *Kimia Organik*, Edisi Ketiga, Jilid Dua, Erlangga, Jakarta.
- Fatimah, I., 2002, *Kimia Kinetika (Diktat Kuliah)*, FMIPA UII, Jogjakarta.
- Khair, Miftahul, 2001, *Studi Stabilitas Struktur Na – Bentonit Terhadap Pengaruh Asam Sulfat*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.
- Leonard, V., I., dkk., 1995, *Material Chemistry an Emerging Discipline*, ACS, Washington.
- Lowwell, S. and Shield, J.E., 1984, *Powder Surface Area and Porosity*, 2nd ed, Chapman, and Hall Ltd., London.
- Moser, W.R., 1996, *Advanced Catallysts and Nanaostructure*, Academic Press.
- Murtado, 1994, *Kajian Reaksi Pertukaran Ion Kalsium Oleh Ion Na Pada Bentonit Alam (Bentonit Ca)*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.
- Pinnavaia, T.J., 1983, *Intteerelated Clay Catalyst*, Science, 220-365.
- Riyanto, 1994, *Bahan Galian Industri Bentonit*, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi, 1 -15.
- Sarjana, 2002, *Sintesis Lempung Terpillar TMA – Monmorillonit dan Uji Stabilitasnya Terhadap Asam Sulfat*. Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.
- Sekarjati, L., 2002, *Penentuan Keasaman Permukaan Monmorillonit Terpillar Al_2O_3* , Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.
- Sastrohamidjojo, H, Dr., 2001, *Kromatografi*, Liberti, Jogjakarta.

Trisunaryanti, W., 1986, *Penentuan Keasaman Padatan dan Pengaruh Temperatur Kalsinasi*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.

Triyono, 2003, *Kimia katalis*, Jurusan Kimia, FMIPA UGM, Jogjakarta.

Wijaya, K., 2002. *Lempung Terpillar (Pillared Clay) Sebagai Material Multiguna*, Jurnal *EKSATA*, FMIPA UII, Jogjakarta.

Yang, R.T., Chen, E.S., Kikkinides dan Cheng, L.S., 1992, *Pillared Clay as a Superior Catalyst for Selective Catalytic Reduction of NO with NH₃*, Ind. Eng. Chem., RES. 31, 1440 – 1445.

Yulianto, B., 2001, *Sintesis Lempung Terpillar dan Uji Stabilitasnya Terhadap Asam Sulfat*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.





LAMPIRAN



LAMPIRAN 1

Contoh perhitungan :

Tabel 4. Data kromatogram hasil esterifikasi menggunakan bentonit tidak terpillar pada reaksi esterifikasi

No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak
1	3,910	2131262	675482
2	4,129	1588799	447203
3	4,229	1097613	378846
Total		4817674	1501531

Tabel 5. Data kromatogram esterifikasi dengan menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3 (0,5 gram bentonit terpillar Al_2O_3 + Etanol + Asam Asetat Glasial)

No	Waktu (menit)	Luas area	Tinggi puncak
1	4,511	430108	123145
2	5,889	1466472	341888
Total		1896581	465034

A. Perhitungan konsentrasi etil asetat (menggunakan bentonit tidak terpillar):

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi} &= \frac{A \text{ sampel}}{A \text{ standar}} \times \text{Konsentrasi standar} \\ &= \frac{1097613}{3573419} \times 100 \% \\ &= 30,72 \%\end{aligned}$$

B. Perhitungan konsentrasi etil asetat (menggunakan bentonit terpillar Al_2O_3)

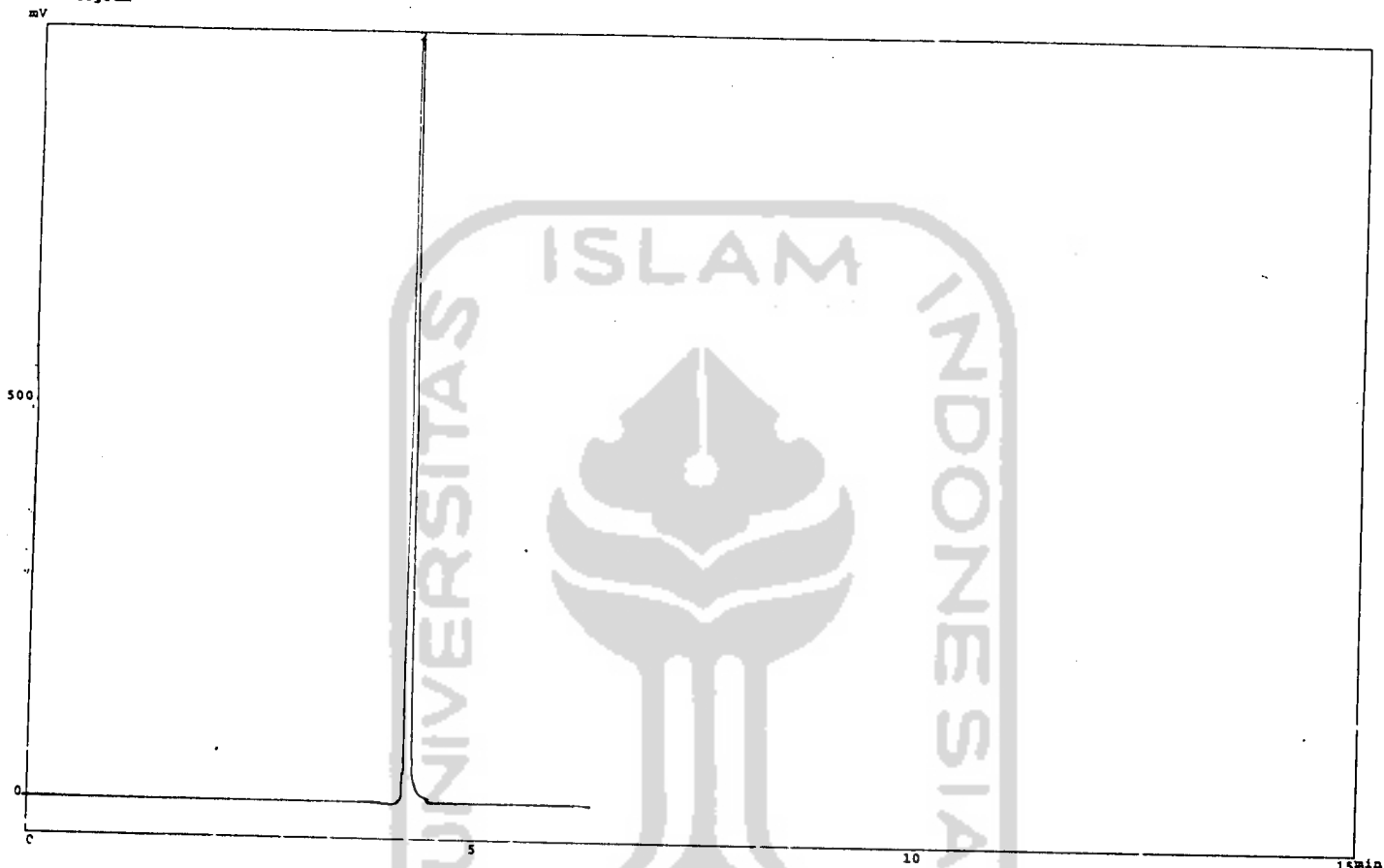
$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi} &= \frac{A \text{ sampel}}{A \text{ standar}} \times \text{Konsentrasi standar} \\ &= \frac{1466472}{3573419} \times 100 \% \\ &= 41,03 \%\end{aligned}$$

LAMPIRAN 2

1, XS-1 Ch-1 REPORT.NO-2 DATA-HTMIS1B.D01 00/00/00 02:06:24
: Etisari, sample 1, NPS, 100, 0,06ul 140 Etis Asetat

Gain Factor: 1
: Unknown
Operator : Maryati

--- Chromatogram ---



--- Peak Report ---

NO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	4.238	3573419	1066023	100.0000

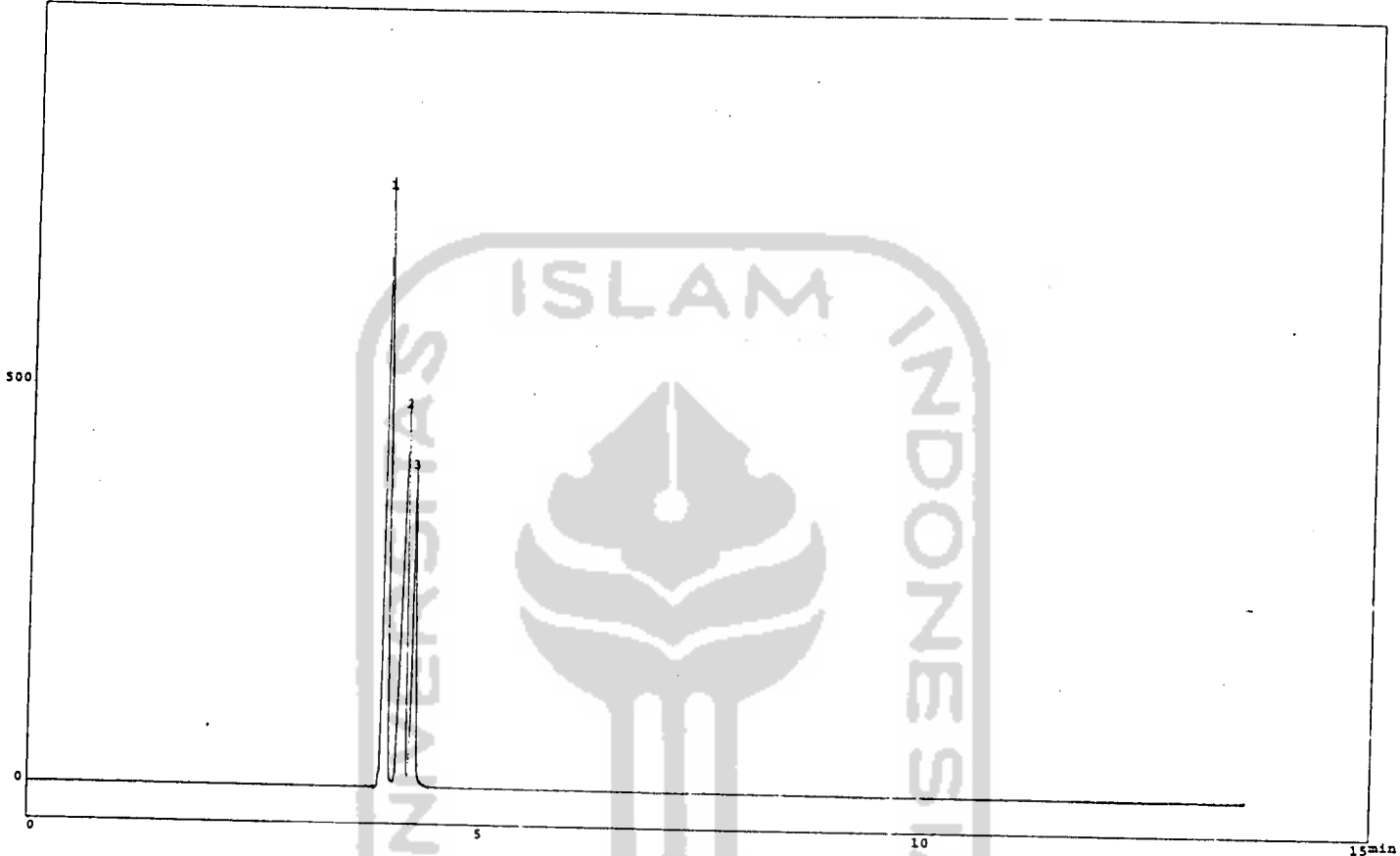
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

LAMPIRAN 3

SYS-1 Ch-1 REPORT.NO-1 DATA-RTMIS2.D01 00/00/00 01:35:22
 : Rtmsari, sample 2;HPS,100; 0.1ul 240 Etand + as.asetat elusial

Factor: 1
 Unknown
 ator: Maryati

Chromatogram ***
 mV



*** Peak Report ***

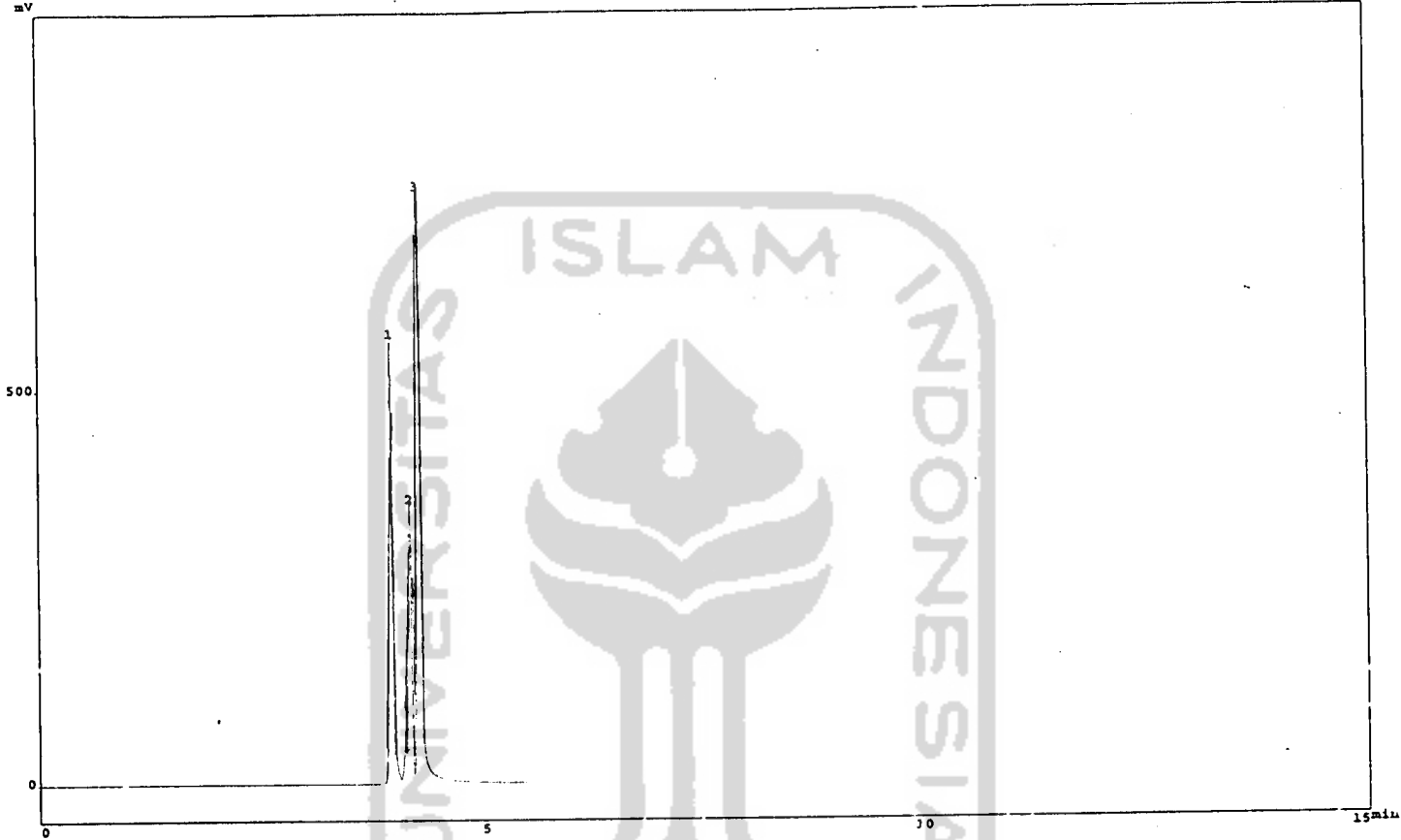
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	3.919	2357056	769663	44.8078
2	4.144	1748437	487762	33.2374
3	4.235	1154922	402949	21.9548
		5260455	1660374	100.0000

ISLAM INDONESIA

LAMPIRAN 4

SYS=1 Ch=1 REPORT.NO=5 DATA=RTMISS.D01 00/00/00 02:15:34
 : Etmisari, sample 2 sp EA,HP5,100, 0,1ul 140 spiking
 n Factor: 1
 : Unknown
 ator : Maryati

*** Chromatogram ***
 mV



*** Peak Report ***

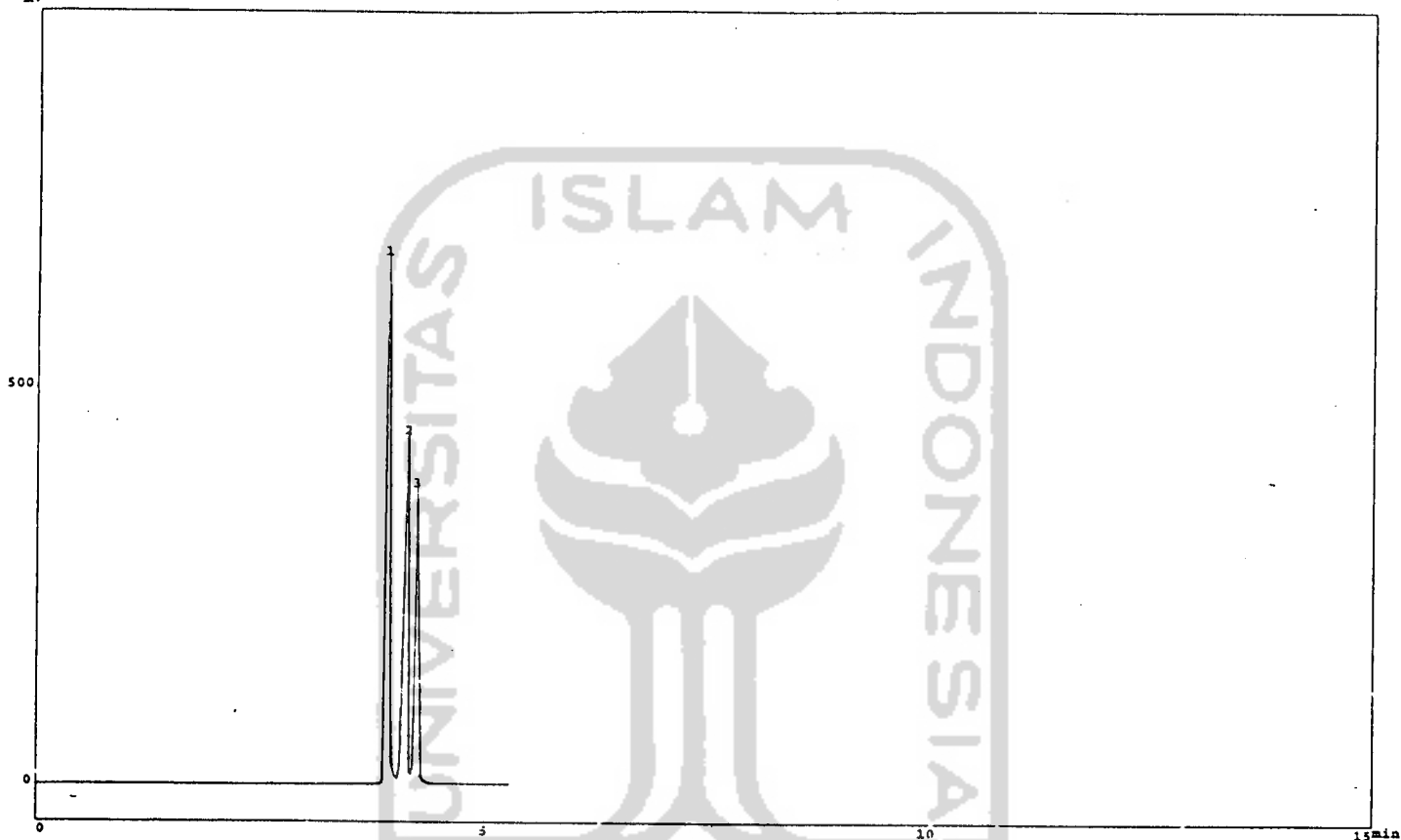
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	3.925	1728522	561380	31.1591
2	4.135	1245368	358239	22.4496
3	4.234	2573508	751327	46.3912
		5547398	1670946	100.0000

LAMPIRAN 5

SYS-1 Ch-1 REPORT.NO-4 DATA=ETMIS4.D01 00/00/00 01:50:54
 Etmisari, sample 4,HP5,100, 0.1ul #40 Tidak feraktivasi

on Factor: 1
 : Unknown
 ator : Maryati

* Chromatogram ***
 mV



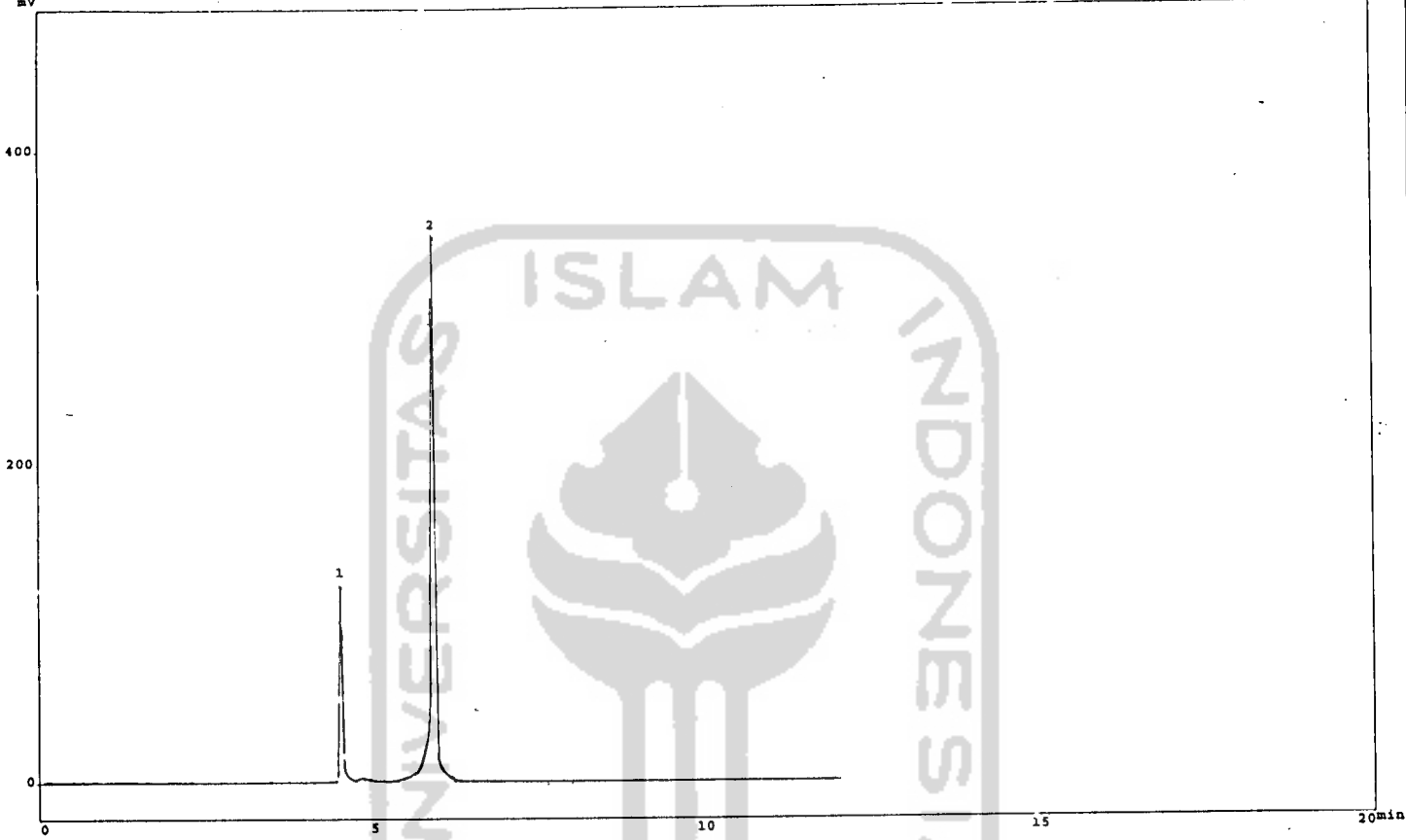
* Peak Report ***

NO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	3.910	2131262	675462	44.2384
2	4.129	1588799	447203	32.9785
3	4.229	1097613	378846	22.7830
		4817674	1501521	100.0000

LAMPIRAN 6

CLASS-CR10 SYS-1 Ch-1 REPORT.NO-21 DATA-SULIEA.D01 99/10/01 04:05:34
Sample : Suliyani, Etil acetat Menggunakan bentonit terpillar
ID :
Dilution Factor: 1
Type : Unknown
Operator : Maryati

*** Chromatogram ***
mV



*** Peak Report ***

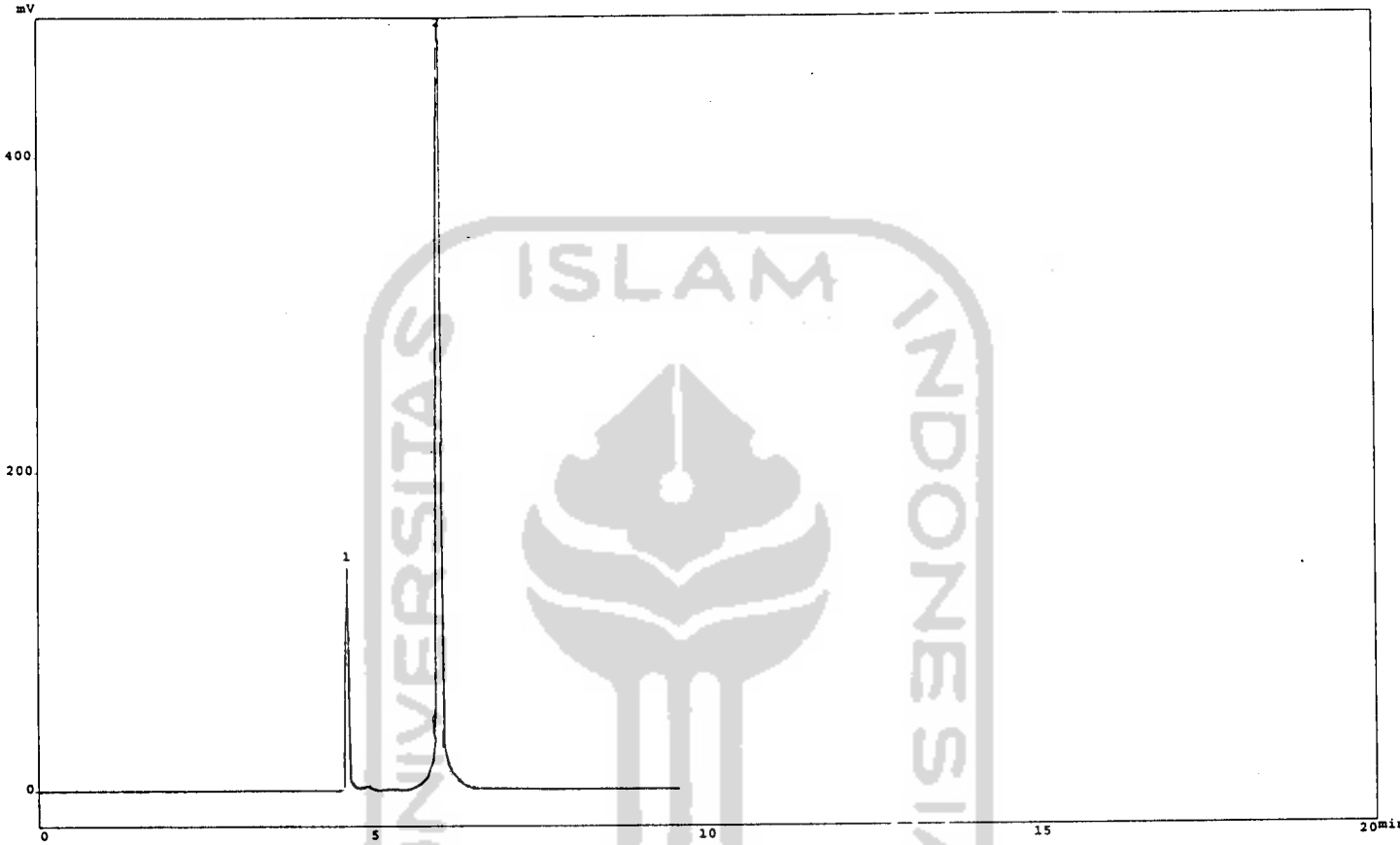
PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	4.511	430108	123145	22.6781
2	5.889	1466472	341888	77.3219

		1896581	465034	100.0000

LAMPIRAN 7

CLASS-CR10 SYS-1 Ch=1 REPORT.NO-22 DATA-SULIEASP.D01 99/10/01 04:20:14
 Sample : Suliyani, Etil acetat, spiking Etil Acetat
 ID :
 Dilution Factor: 1 Spiking bentonit terpillar
 Type : Unknown
 Operator : Maryati

*** Chromatogram ***



*** Peak Report ***

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	4.598	495345	139313	18.3909
2	5.970	2198080	505213	81.6091
		2693426	644527	100.0000

Quantachrome Corporation
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00
File Name = na1-bent.dat

User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

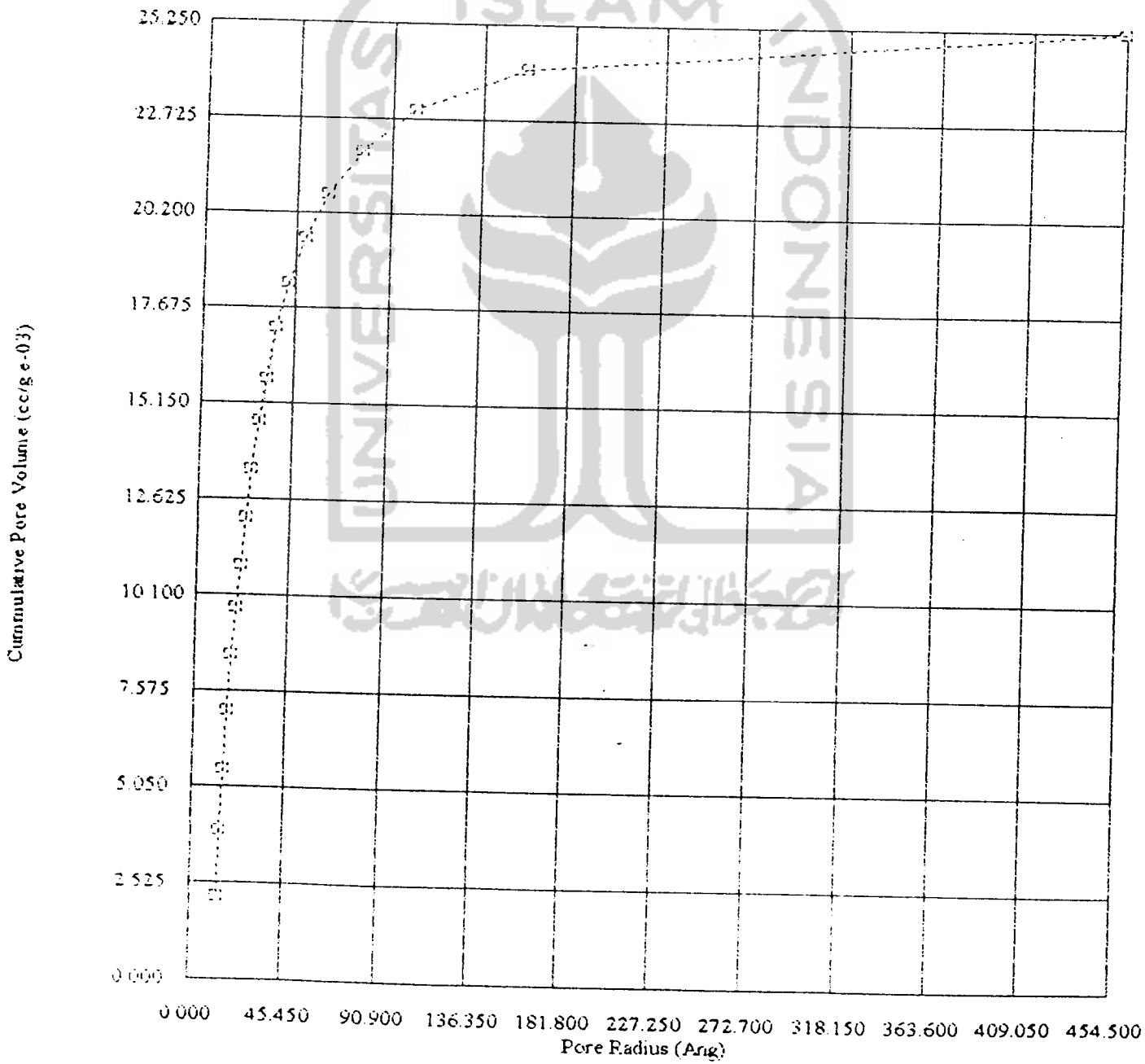
BJH (Adsorption)		
Pore Radius (Ang)	Cumulative Pore Area (sq m/g e-03)	Cumulative Pore Volume (cc/g e-03)
454.457697	19634.514677	25.215602
158.508804	19584.172755	24.071688
102.330615	19445.775088	22.974826
75.860368	19226.947647	21.855188
60.083410	18922.976999	20.702222
49.580054	18534.148217	19.534114
42.186670	18044.996160	18.321505
36.557449	17487.586714	17.145742
32.266173	16759.967563	15.815747
28.989388	16054.835976	14.678153
26.169968	15178.610894	13.408091
23.826610	14205.136666	12.134302
21.892681	13148.456999	10.875447
20.185114	12129.979999	9.760587
18.615233	10910.894251	8.530218
17.221060	9324.266226	7.053446
15.942880	7535.993698	5.513648
14.762949	5506.322442	3.895708
13.700213	3176.141477	2.175691

Total Pore Volume is 37.544756 e-03 cc/g for all pores less than 685.945927 Angstrom.

Average pore radius is 16.436580 Angstrom.

User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

BJH (Adsorption)



Quantachrome Corporation
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00
File Name = na1-bent.dat

User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

Pore Radius (Ang)	DVR (Adsorption)	
	Pore Area (sq m/Å/g e-03)	Pore Volume (cc/Å/g e-03)
454.457697	0.098077	0.002229
158.508804	1.760578	0.013953
102.330615	6.484320	0.033177
75.860368	15.837310	0.060071
50.083410	31.457136	0.094503
49.580054	56.574740	0.140249
42.186670	90.773737	0.191472
36.557449	142.174366	0.259877
32.266173	203.515363	0.328333
28.989388	283.677060	0.411181
26.169968	381.750576	0.499520
23.826610	494.540439	0.589161
21.892681	588.318189	0.643993
20.185114	723.936809	0.730637
18.615233	1089.869771	1.014409
17.221060	1341.993328	1.155527
15.942880	1658.483258	1.322050
14.762949	2051.125363	1.514033
13.700213	3210.102394	2.198954

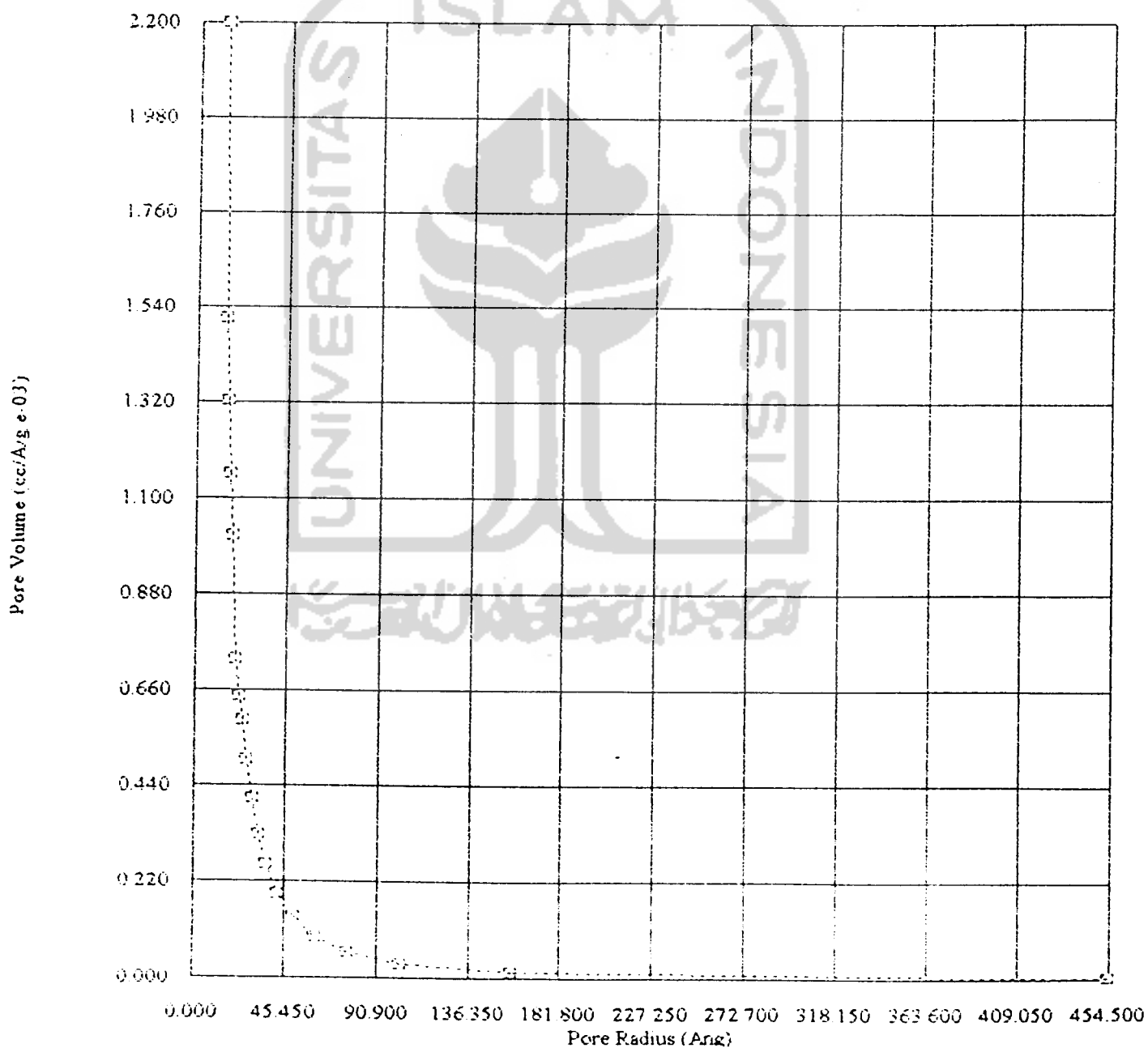
Total Pore Volume is 37.544756 e-03 cc/g for all pores less than 685.945927 Angstrom.

Average pore radius is 16.436580 Angstrom.



User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

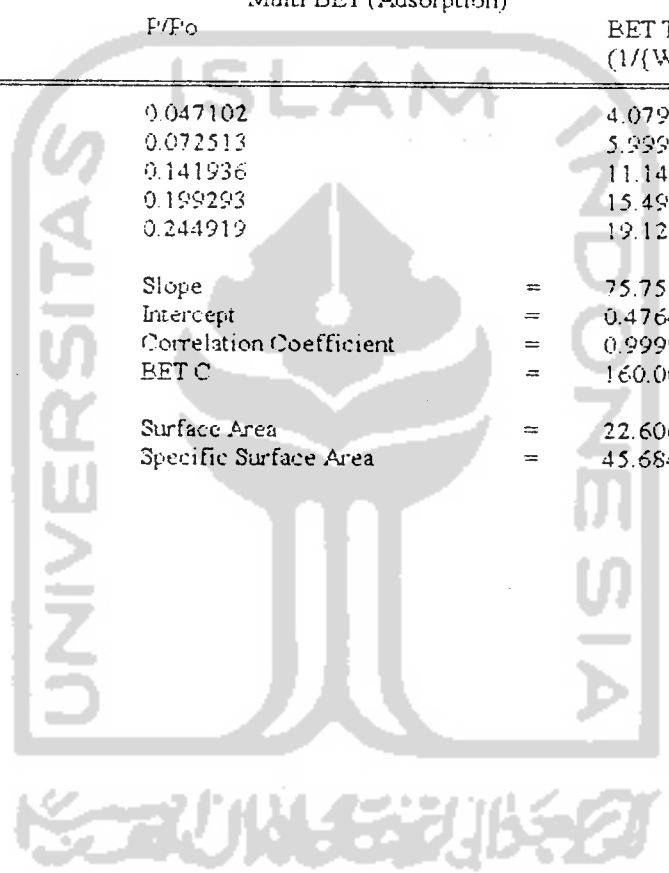
DVR (Adsorption)



User ID	= is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

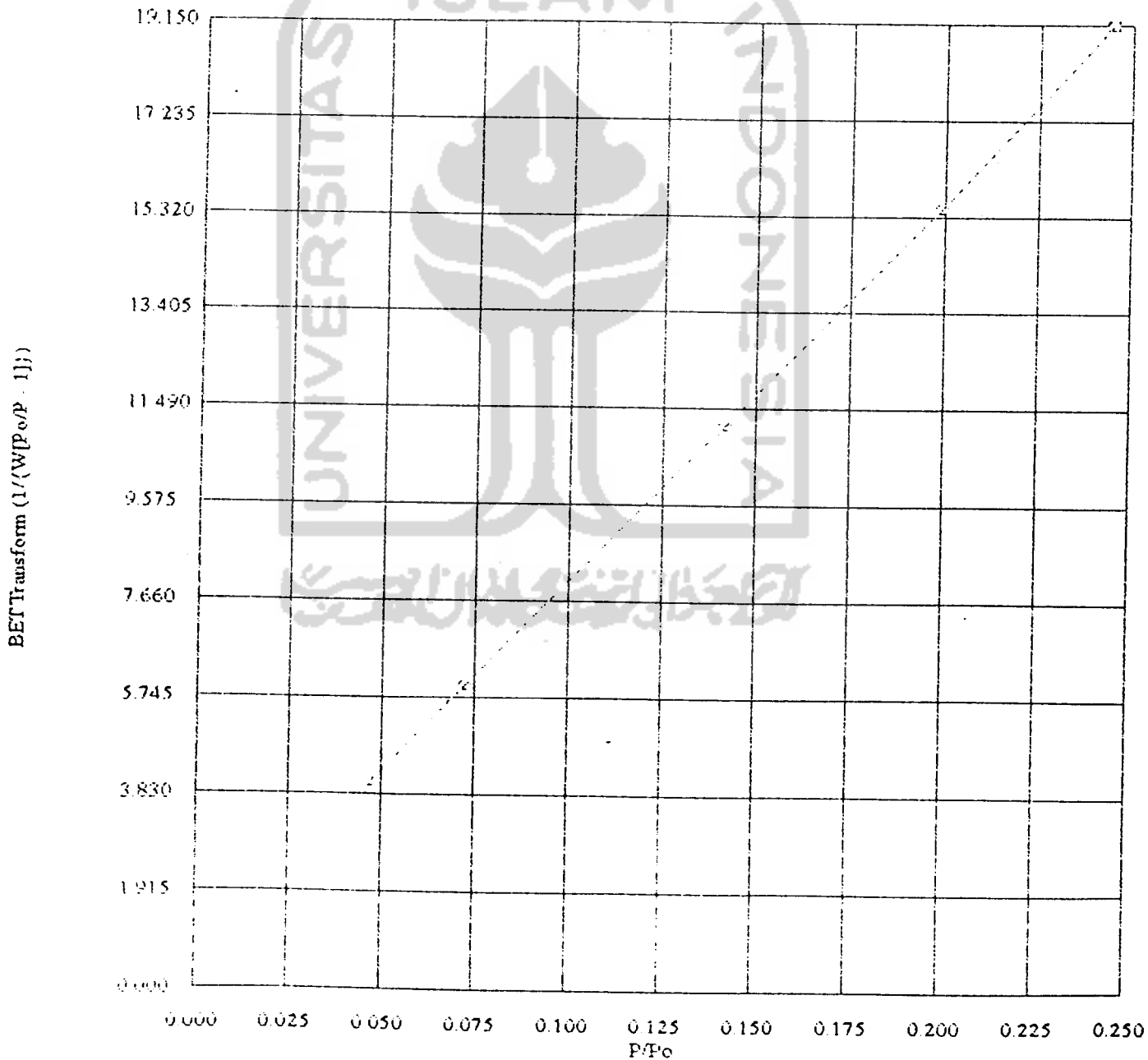
Multi BET (Adsorption)

P/Po	BET Transform (1/(W[Po/F - 1]))
0.047102	4.079979
0.072513	5.999034
0.141936	11.147475
0.199293	15.491540
0.244919	19.128024
Slope	= 75.753495
Intercept	= 0.476407
Correlation Coefficient	= 0.999921
BET C	= 160.009881
Surface Area	= 22.606006 sq m
Specific Surface Area	= 45.684389 sq m/g



User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

Multi BET (Adsorption)



User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

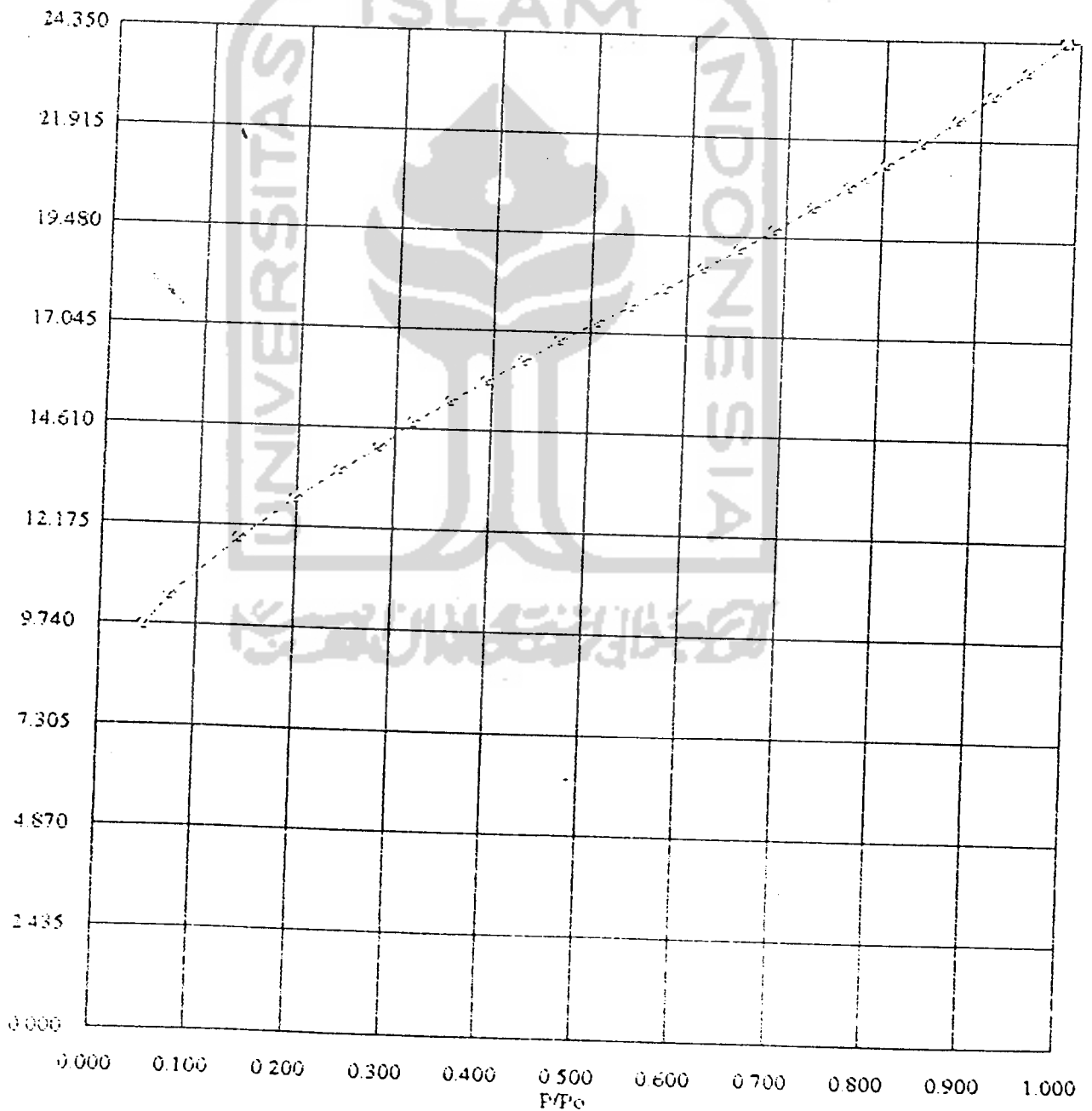
ISOTHERM (Adsorption)

P/Po	Volume (cc/g)
0.047102	9.693695
0.072513	10.427534
0.141936	11.872745
0.199293	12.855128
0.244919	13.567873
0.284313	14.150560
0.320470	14.780290
0.358958	15.322422
0.396885	15.846218
0.434285	16.357666
0.470943	16.859948
0.508533	17.306173
0.542541	17.719768
0.579070	18.193862
0.616211	18.686689
0.653758	19.193031
0.688405	19.661423
0.728990	20.227134
0.766028	20.746441
0.804171	21.301793
0.841545	21.858919
0.878100	22.432135
0.913575	23.014876
0.948757	23.617578
0.986166	24.306432



User ID	= Is Fatimah	User Setup	= 5
Sample ID	= Na bentonit	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.4948 g	Sample Volume	= 0.4948 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 751.94 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Jun 28 08:57:37 2004	Analysis End Time	= Mon Jun 28 10:31:54 2004

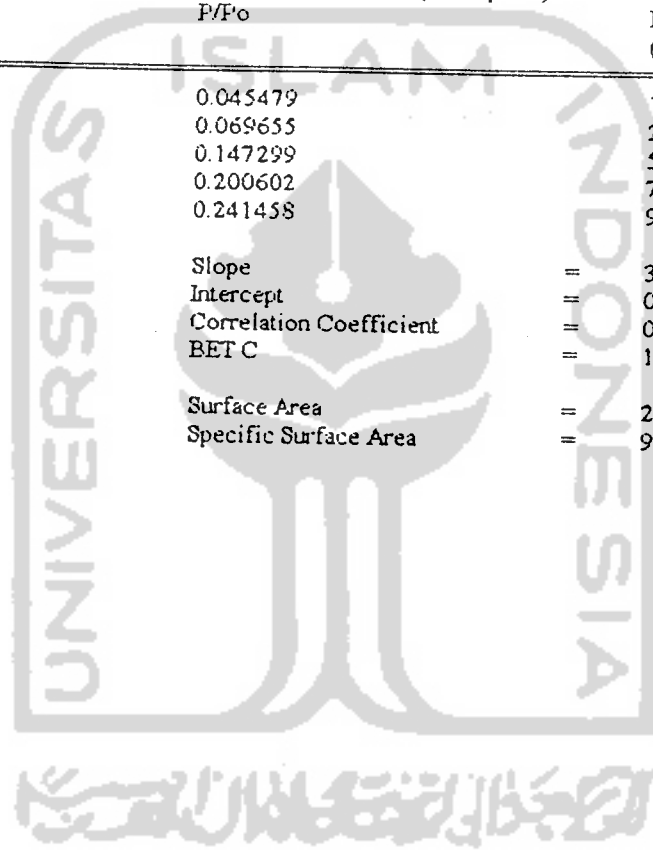
ISOTHERM (Adsorption)



User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit A1	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

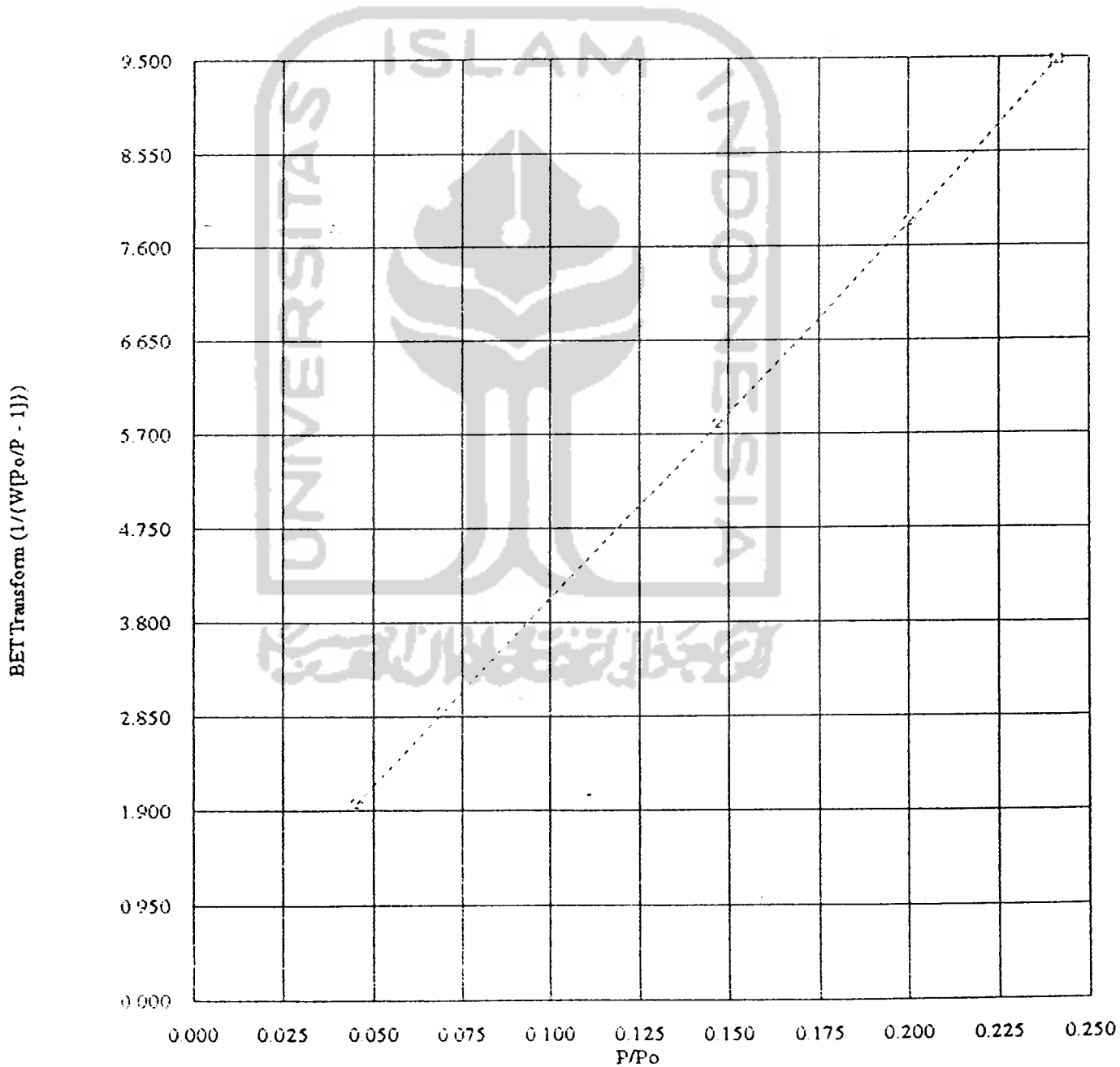
Multi BET (Adsorption)

P/Po	BET Transform (1/{W[Po/P - 1]})
0.045479	1.972996
0.069655	2.898654
0.147299	5.805332
0.200602	7.851657
0.241458	9.467066
Slope	= 38.108362
Intercept	= 0.229719
Correlation Coefficient	= 0.999956
BET C	= 166.891167
Surface Area	= 28.810773 sq m
Specific Surface Area	= 90.837006 sq m/g



User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit Al	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

Multi EET (Adsorption)



Quantachrome Corporation
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00
File Name = sulbenal.dat

User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit A1	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

Pore Radius (Ang)	BJH (Adsorption)	
	Cumulative Pore Area (sq m/g e-03)	Cumulative Pore Volume (cc/g e-03)
426.523840	34902.598394	43.313064
159.483288	34824.934549	41.656790
102.151037	34605.344903	39.905746
76.219919	34273.437336	38.210511
60.082291	33805.725665	36.428063
49.194700	33099.684559	34.307035
42.016724	32346.294667	32.453896
36.416848	31390.356303	30.445626
32.062672	30213.767019	28.303242
28.669023	28947.634289	26.273462
25.936569	27578.584551	24.310996
23.677771	25630.100011	21.784146
21.704036	23813.746318	19.633786
19.975540	21947.754897	17.608808
18.464203	19687.101210	15.350919
17.112417	16908.246297	12.785452
15.854447	13567.661111	9.927178
14.697912	9618.924746	6.796926
13.632600	5106.092524	3.480466

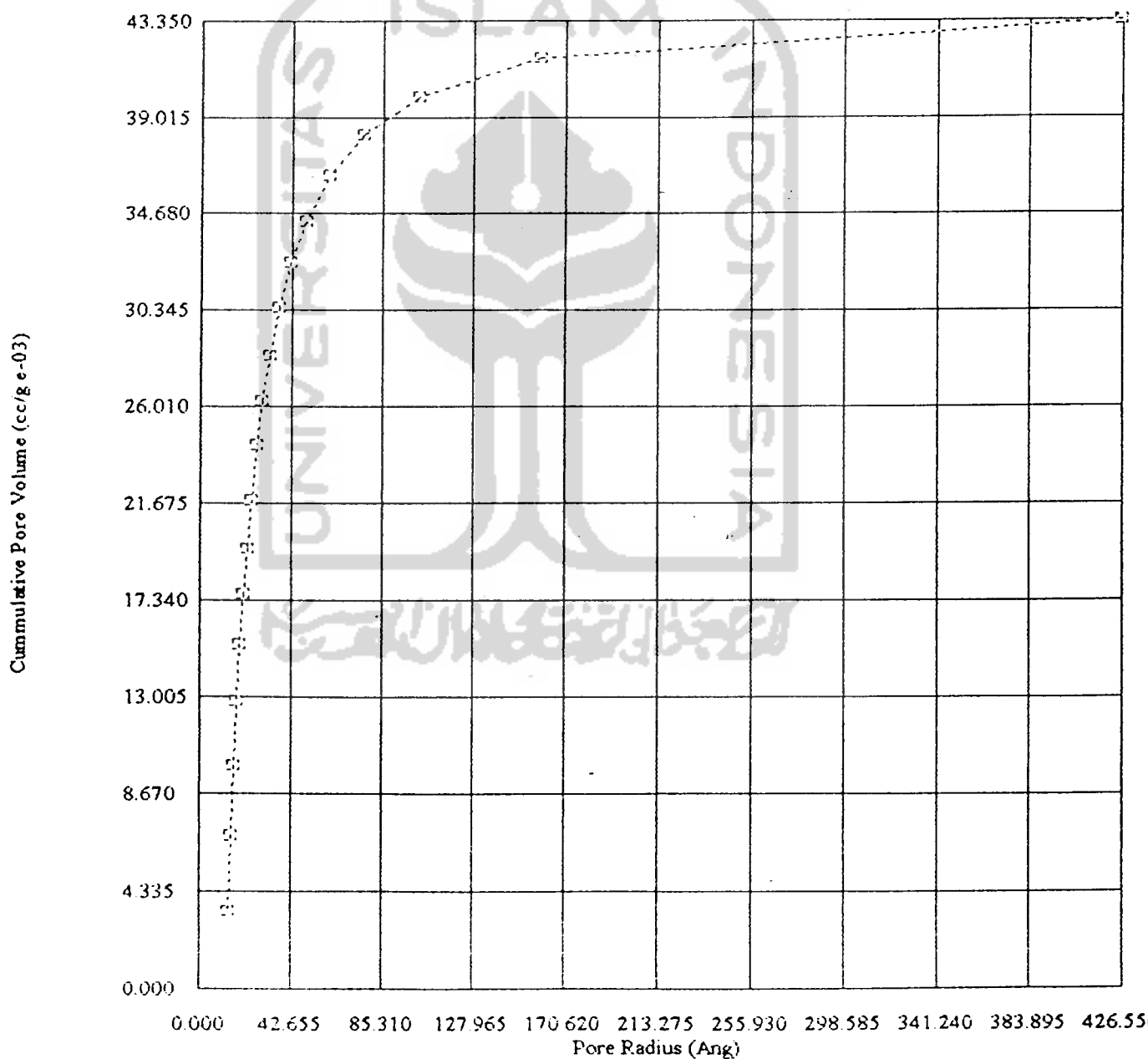
Total Pore Volume is 69.815866 e-03 cc/g for all pores less than 628.409945 Angstrom.

Average pore radius is 15.371679 Angstrom.



User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit Al	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

BJH (Adsorption)



Quantachrome Corporation
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00
File Name = sulbenal.dat

User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit Al	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

Pore Radius (Ang)	DVR (Adsorption)	
	Pore Area (sq m/A/g e-03)	Pore Volume (cc/A/g e-03)
426.523840	0.171581	0.003659
159.483288	2.696179	0.021500
102.151037	9.991273	0.051031
76.219919	25.088478	0.095612
60.082291	51.790003	0.155583
49.194700	92.526604	0.227591
42.016724	153.847677	0.323209
36.416848	235.968439	0.429661
32.062672	340.162857	0.545327
28.669023	446.648525	0.640249
25.936569	811.954433	1.052966
23.677771	857.640383	1.015351
21.704036	1019.879439	1.106775
19.975540	1389.143243	1.387444
18.464203	1991.581606	1.838648
17.112417	2553.432628	2.184770
15.854447	3269.722927	2.591983
14.697912	4082.519399	3.000226
13.632600	4980.481044	3.394845

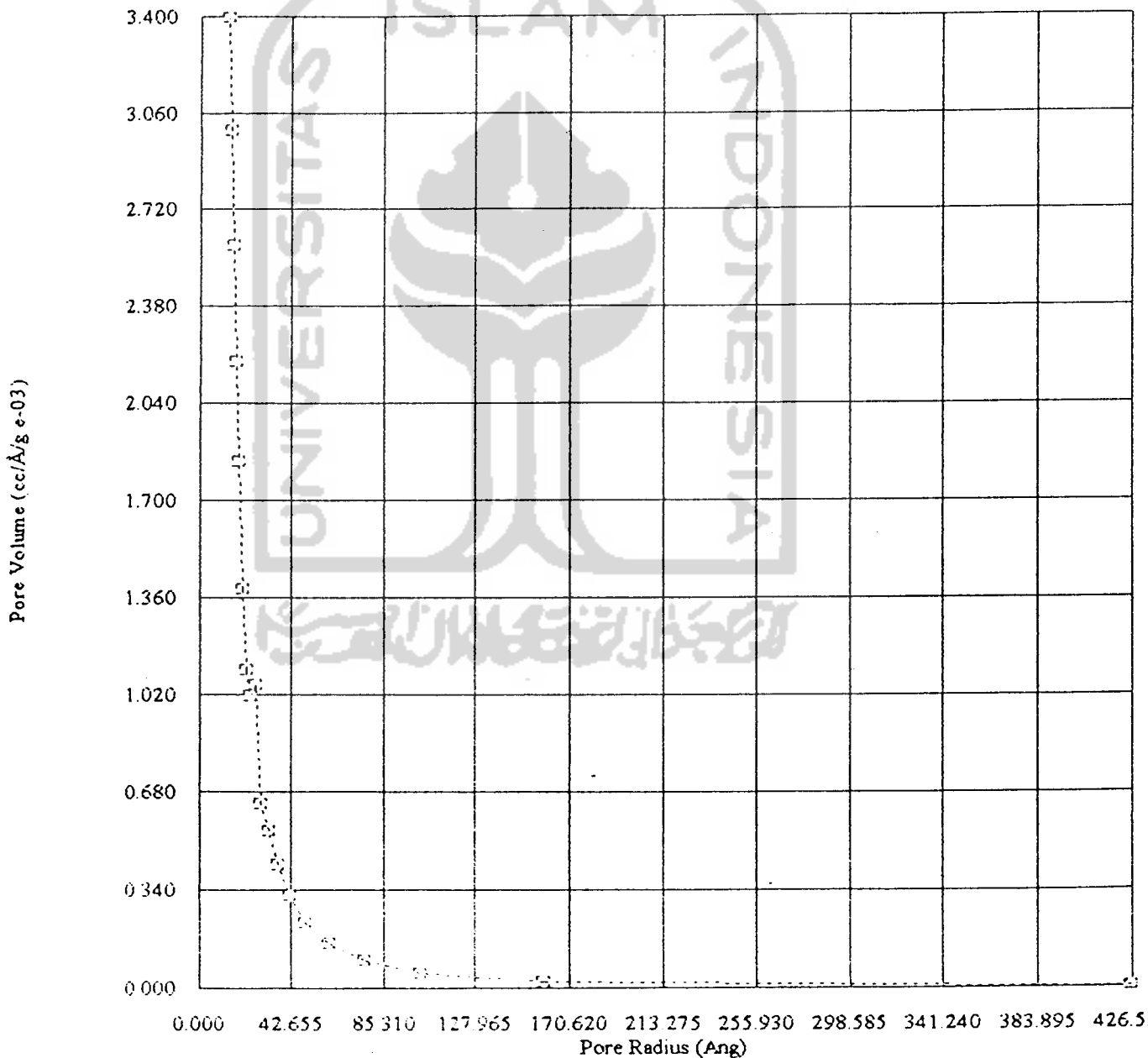
Total Pore Volume is 69.815866 e-03 cc/g for
all pores less than 628.409945 Angstrom.

Average pore radius is 15.371679 Angstrom.



User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit Al	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Pc Type	= User	Pc	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

DVR (Adsorption)



Quantachrome Corporation
NOVA Data Analysis Package Ver. 2.00
File Name = sulbenal.dat

User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit A1	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

ISOTHERM (Adsorption)

P/Po	Volume (cc/g)
0.045479	19.322241
0.069655	20.666370
0.147299	23.808304
0.200602	25.572054
0.241458	26.903036
0.281074	28.067249
0.318712	29.109684
0.356341	30.126685
0.394023	31.113957
0.431053	32.045157
0.466601	32.907810
0.503510	33.708248
0.539959	34.456898
0.576548	35.263432
0.612043	36.207315
0.650054	36.993734
0.687726	37.827139
0.727550	38.736084
0.765327	39.618754
0.801776	40.465791
0.843092	41.475376
0.878223	42.360562
0.913242	43.243045
0.949387	44.206459
0.984909	45.198711

User ID	= Suliyanti	User Setup	= 5
Sample ID	= Bentonit Al	Sample Cell Number	= 4
Sample Weight	= 0.3172 g	Sample Volume	= 0.3172 cc
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 748.22 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 60 sec	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Mon Aug 23 12:10:04 2004	Analysis End Time	= Mon Aug 23 13:52:21 2004

ISOTHERM (Adsorption)

