

## PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI AMPO TERPILAR BESI OKSIDA [KAJIAN RASIO HIDROLISIS AGEN PEMILAR (OH/Fe)]

Yuliani. HR<sup>1</sup>, Imam Prasetyo<sup>2</sup>, Agus Prasetya<sup>2</sup>, Kartika U<sup>3</sup>

1] Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Ujung Pandang,

Jl. Urip Sumoharjo KM.10 Tamalanrea Makassar 90112 [Sul-Sel]

2] Jurusan Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

3] Jurusan Teknik Kimia, Intitut Teknologi Adhitama Surabaya, Surabaya

Email : [yulih07@yahoo.com](mailto:yulih07@yahoo.com)

### Abstract

Ampo is one of nature material that by public benefit as remover bitter taste at papain leaf. Ability of ampo in adsorption of bitter taste of papain leaf indicates that ampo has adequate surface area causing is concluded that ampo potency as adsorbent. Usage of ampo nature directly as adsorbent has constraint that is when staying in water would be brittle and swelling as a result ability of the adsorption not optimal. To increase ability of the adsorption and resilience in water hence done modification ampo with pilarisation method. Pilarisation is done with interkalation polioksokation  $Fe^{3+}$  into between interlayers ampo then is calcination. At research is studied hydrolysis ratio influence OH/Fe { 1 ; 15; 2 ; 25} at Fe/ampo 2 with calcination temperature 400 °C during 4 hour. Product of  $Fe_2O_3$  pillared ampo will be characterized of physical properties that is basal spacing using X-ray difraction, surface area with surface area analyzer NOVA 2000 using BET method, pore size distribution analysis with two method are De Boer and Modified Horvath Kawazoe, structural morphology with SEM and adsorption capacities methyl violet with Langmuir isotherm model. Result of research indicates that pilarisation can increase surface area for ratio OH/Fe [ 1= 19.68; 15= 38.86; 2 = 65.53 and 2.5 = 57.67] m<sup>2</sup>/g, surface area ampo 34.0273 m<sup>2</sup>/g. At comparison [ OH/Fe = 2] shows higher value from all variables with basal spacing 15.79 °A, surface area 99.5618 m<sup>2</sup>/g, pore diameter 4.815 °A and total pore volume 61.02 cc/g. Structural morphology from SEM indicates that surface structure pillared ampo to be more porous than ampo without pillar.

**Keywords:** Ampo, Pillared ampo, pillarization, hydrolisise.

### PENDAHULUAN

Ampo merupakan bahan galian yang terletak diantara lapisan tanah dan memiliki sifat yang unik yaitu keras seperti batu pada keadaan kering dan kekerasannya akan hilang ketika berada dalam air. Ampo terdapat di beberapa daerah di Indonesia yaitu Wonogiri, Wonosobo, Yogyakarta, Tegal, Pemalang Brebes, Tuban, Bali dan Lombok. Sebutan ampo berbeda di setiap daerah, di Jawa Tengah, Jawa Timur dan Bali menyebutnya ampo, di Lombok Nusa Tenggara Barat khususnya suku Sasak menyebutnya tanah katen. Ampo oleh masyarakat dimanfaatkan sebagai camilan, obat penurun panas dan mencegah gatal-gatal serta digunakan sebagai penghilang rasa pahit pada daun pepaya (Yoesfile, 2007). Pemakaian ampo secara tradisional kurang menguntungkan jika ditinjau dari segi ekonomi. Hal ini dapat dibuktikan, ampo dengan mudah dapat diperoleh di pasar tradisional dengan harga yang murah. Untuk mengubah ampo menjadi material yang lebih berguna dan memiliki nilai ekonomi lebih tinggi maka dilakukan suatu upaya rekayasa teknologi dengan melihat potensi yang dimilikinya. Dalam ilmu tanah ampo dikenal dengan nama *marl* atau *napal*. Komponen penyusun *napal* atau *marl* dipengaruhi

letak geografis dan posisinya dalam lapisan tanah. Menurut Mohamed (2000), komposisi *marl* terdiri dari kalsium karbonat dan lempung.

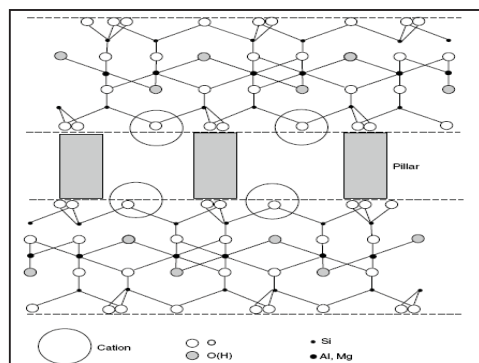
Kemampuan ampo dalam menyerap rasa pahit pada daun pepaya adalah indikasi bahwa ampo memiliki surface area yang memadai sehingga disimpulkan ampo berpotensi sebagai adsorben. Penggunaan ampo secara langsung dari alam sebagai adsorben mempunyai kendala yaitu ketika berada dalam air akan rapuh dan mengembang. Akibatnya kemampuan adsorbsinya tidak optimal dan ketahanan dalam air rendah. Sifat mengembang ini disebabkan oleh kandungan mineral lempung dalam ampo yaitu *montmorillonite*, *nontronite*, *vermikulit*, *paligorskite* dan *sepiolit* (Ouhadi dan Yang, 2003, Frydman dkk., 2006).

Untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi dan ketahanan dalam air, maka dilakukan modifikasi ampo dengan metode pilarisasi. Pilarisasi merupakan interkalasi agen pemilar berupa kation polyhidroksi logam ke dalam struktur material berlapis dilanjutkan kalsinasi untuk menghasilkan oksida logam yang stabil (Karamanis dan Assimakopoulos, 2007). Beberapa faktor yang berpengaruh pada pilarisasi yaitu konsentrasi ion logam, derajat hidrolisis

(OH/Metal), rasio metal/clay, suhu dan waktu pilarisasi serta suhu dan waktu kalsinasi (Sychev dkk., 2000). Penelitian pilarisasi ampo belum pernah dilakukan, sehingga untuk memperbaiki karakteristik dan kinerja ampo sebagai adsorben perlu dilakukan penelitian. Ampo memiliki kandungan mineral montmorillonite dan nontronite yang bersifat mengembang dan menyusut menyerupai clay, sehingga diyakini bahwa ampo dapat dipilar. Pada penelitian ini pilarisasi ampo mengikuti metode pilarisasi clay. Pemiliran dilakukan dengan menginterkalasikan kation polihidroksi besi ke dalam antarlapis silikat lempung pada ampo dilanjutkan proses kalsinasi untuk menghasilkan pilar oksida besi (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Ampo yang telah dimodifikasi selanjutnya dikarakterisasi seperti basal spacing, luas permukaan spesifik, distribusi ukuran pori serta gambar morfologi permukaan. Karakterisasi juga dilakukan pada ampo tanpa pilar dengan perlakuan yang sama sebagai pembandingan. Penelitian ini bertujuan membuat ampo terpilar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan mengetahui pengaruh rasio hidrolisis OH/Fe terhadap karakteristik ampo terpilar dan membandingkannya dengan ampo tanpa pilar.

#### LANDASAN TEORI

Ampo terpilar didefinisikan sebagai turunan dari *montmorillonite* dan *nontronite* pada ampo yang kation-kationnya telah ditukarkan dengan kation-kation yang berukuran besar dan kation-kation tersebut berfungsi sebagai pilar atau tiang di antara lapisannya. Pada penelitian ini ampo terpilar dibuat dengan proses interkalasi agen pemilar yang diperoleh melalui hidrolisis FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dengan NaOH ke dalam antarlapis silikat lempung pada ampo. Mekanisme pemiliran ini melalui pertukaran kation antar kation polihidroksi besi dengan kation lain seperti Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Ca<sup>+</sup> yang terdapat dalam lempung pada ampo, selanjutnya dikalsinasi untuk membentuk pilar oksida logam (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Terbentuknya pilar oleh molekul Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menjadikan antarlapis silikat akan terhalangi oleh adanya molekul tersebut karena molekul yang terbentuk mempunyai ukuran relative lebih besar dari molekul asalnya. Pemiliran antarlapis silikat lempung pada ampo dengan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ditampilkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Proses Pemiliran (Yang, 2003)

Perubahan jarak antarlapis silikat dalam ampo akibat masuknya agen pemilar polihidroksi kation besi akan menyebabkan perubahan karakteristik seperti basal spacing, luas permukaan spesifik, distribusi ukuran pori, dan gambar morfologi struktur permukaan. Pada penelitian ini karakteristik dilakukan dengan pengukuran basal spacing menggunakan alat X-Ray Diffraction (XRD), perhitungan luas permukaan spesifik menggunakan metode BET, distribusi ukuran pori dengan metode De Boer dan Modified Horvath-Kawazoe. Gambar morfologi struktur permukaan dianalisis menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM).

Metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan material padatan didasarkan pada fenomena lapis jamak yang berlangsung pada temperature tetap. Brunauer, Emmett dan Teller (BET) dalam Do (1998) mengusulkan suatu persamaan adsorpsi isoteremis, dengan mengambil asumsi bahwa permukaan zat padat tidak akan tertutup secara sempurna selama tekanan uap jenuh belum tercapai. Persamaan BET dituliskan dalam Persamaan

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \left( \frac{C-1}{V_m C} \right) \left( \frac{P}{P_0} \right) \quad (1)$$

Distribusi ukuran pori merupakan aspek penting dari adsorpsi dan diperlukan dalam evaluasi media berpori serta membran. Pada penelitian ini, bentuk pori pada ampo diperkirakan berbentuk slit, ada dua metode yang digunakan yaitu :

##### 1. Metode De Boer

De Boer mempelajari secara ekstensif pore size distribution dan menyederhanakan metode perhitungannya untuk bentuk pori yang berbeda menggunakan perhitungan statistik ketebalan lapisan film dan jari-jari pori.

Persamaan-persamaan yang digunakan pada metode ini sebagai berikut (Do, 1998).

$$(d - 2t) = \begin{cases} \frac{0,405 + 0,2798 \left[ \left( \frac{1}{t} \right) - \left( \frac{2}{d} \right) \right] - 0,068 \left( \frac{d}{2-t} \right)}{\log_{10} \left( \frac{P_0}{P} \right)} & \dots \\ \frac{0,405 + 0,3222 \left[ \left( \frac{1}{t} \right) - \left( \frac{2}{d} \right) \right] + 0,296 \{ \exp(-0,569t) - \exp(-1,137t) \}}{\log_{10} \left( \frac{P_0}{P} \right)} \end{cases} \quad (2)$$

Dengan d adalah jarak antara lapisan dan t adalah ketebalan adsorbed layer. Keduanya mempunyai satuan nm. Hubungan ketebalan adsorbed layer dengan P/P<sub>0</sub> dinyatakan dengan Persamaan (3).

$$\log_{10} \left( \frac{P_0}{P} \right) = \frac{0,1399}{t^2} - 0,034 \quad t < 1 \text{ nm}$$

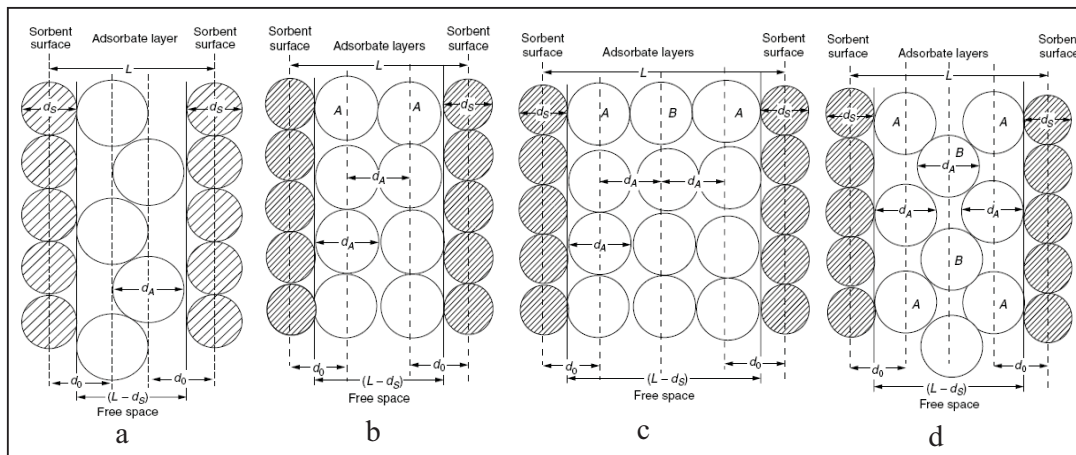
$$\log_{10} \left( \frac{P_0}{P} \right) = \frac{0,1611}{t^2} - 0,1682 \exp(-1,13.t) \quad t > 0,55 \text{ nm}$$

Prosedur perhitungan pore size distribution sebagai berikut :

- Pengambilan data (V dan P/Po)
- Menghitung t menggunakan Persamaan (3) untuk tiap segmen tekanan.
- Menghitung (d) menggunakan Persamaan (2)
- Membuat grafik antara (dV/dd) versus (d).

2. Metode *Modified* Horvath-Kawazoe

Metode ini diterapkan pada perhitungan distribusi pori berbentuk slit menggunakan data isotherm adsorpsi pada normal boiling point adsorbat (Rege dan Yang, 2000 ; Yang, 2003). Adsorbat yang digunakan dalam penentuan distribusi ukuran pori yaitu nitrogen pada titik didih yaitu 77 K. Pada proses perhitungan metode ini, memperhatikan susunan adsorbat dalam slit yang secara detail ditunjukkan pada Gambar 2. Jika  $1 \leq M \leq 2$ , hanya ada satu layer molekuler yang dapat diakomodasi oleh pori slit seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.a. Pada kasus ini, masing-masing molekul adsorbat akan berinteraksi dengan dinding pori dari adsorben. Energi interaksi untuk monolayer ini dinotasikan sebagai  $\epsilon_{1(z)}$ . Situasi akan berbeda jika  $M \geq 2$ , tiga kasus yang mungkin terjadi pada situasi ini dapat diilustrasikan pada Gambar 2. b, c dan d, dimana dua layer yang berbeda dapat divisualisasikan. Tipe pertama merupakan dua layer adsorbat dimana satu sisi adsorbat berinteraksi dengan dinding pori adsorben dan sisi yang lain berinteraksi dengan adsorbat yang lain (gambar 2.b).



Gambar 2. Susunan adsorbat dalam pori adsorbent berbentuk slit (Rege dan Yang, 2000; Yang, 2003)

Type kedua, satu layer adsorbat yang kedua sisinya berinteraksi dengan layer adsorbat yang lain. Jika jarak kedua atom pada interaksi nol pada sistem adsorbat-adsorben dinyatakan dengan  $\tau_s$  sedangkan pada sistem adsorbat-adsorbat dinyatakan sebagai  $\tau_A$ . Jarak antara dua molekul adsorbat dinyatakan dengan  $d_A$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. c dan d. Energi interaksi pada tipe pertama dinyatakan dengan  $\epsilon_{2(z)}$  dan energi interaksi pada tipe kedua dinyatakan dengan  $\epsilon_{3(z)}$ .

METODE PENELITIAN

Penelitian dibagi dalam tiga tahap yaitu persiapan bahan baku yaitu ampo dan bahan pendukung yaitu agen pemilar, pilarisasi dimulai dari interkalasi, pencucian, pemanasan dan interkalsi, tahap terakhir yaitu karakterisasi ampo terpilar yang dihasilkan dan sebagai pembanding juga dilakukan pada ampo tanpa pilar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kajian yang akan dibahas berupa pengaruh parameter penelitian yaitu perbandingan Fe/ampo, rasio OH/Fe dan suhu kalsinasi terhadap kualitas ampo terpilar yang dihasilkan. Keberhasilan pilarisasi dilakukan dengan melakukan karakterisasi meliputi *basal spacing*, luas permukaan, distribusi ukuran pori dan gambar morfologi permukaan.

1. *Basal spacing*

Pemiliran ampo dengan besi oksida ( $Fe_2O_3$ ) didasarkan pada interkalasi agen pemilar yang berupa kompleks kation logam besi ke dalam antarlapis silikat ampo. Proses kimia yang terlibat dalam interkalasi adalah pertukaran kation. Menurut Cheng dan Yang 1995, sifat-sifat agen pemilar dapat dikontrol dengan proses hidrolisis. Variasi rasio OH/Fe pada Fe/ampo 2 dengan suhu kalsinasi 400 °C dan sebagai pembanding juga diujikan pada ampo tanpa pilar. Hasil analisis disajikan dalam gambar 3 dan 4.

Hasil analisis pengukuran ampo menggunakan XRD menunjukkan terdapat puncak  $2\theta = 5.814^\circ$  dan  $2\theta = 19.817^\circ$  yang merupakan puncak dari *nontronite*

dan *montmorillonite*. Selain puncak tersebut muncul pula puncak  $2\theta = 14.939^\circ$  untuk puncak *magnesium chloride hidroxide* ( $MgClOH$ ) dan  $2\theta = 20.835^\circ$  merupakan puncak calcite ( $CaCO_3$ ). Pada  $2\theta = 20.835^\circ$  dan  $2\theta = 26.643^\circ$  menunjukkan adanya mineral kuarsa [ $SiO_2$ ].

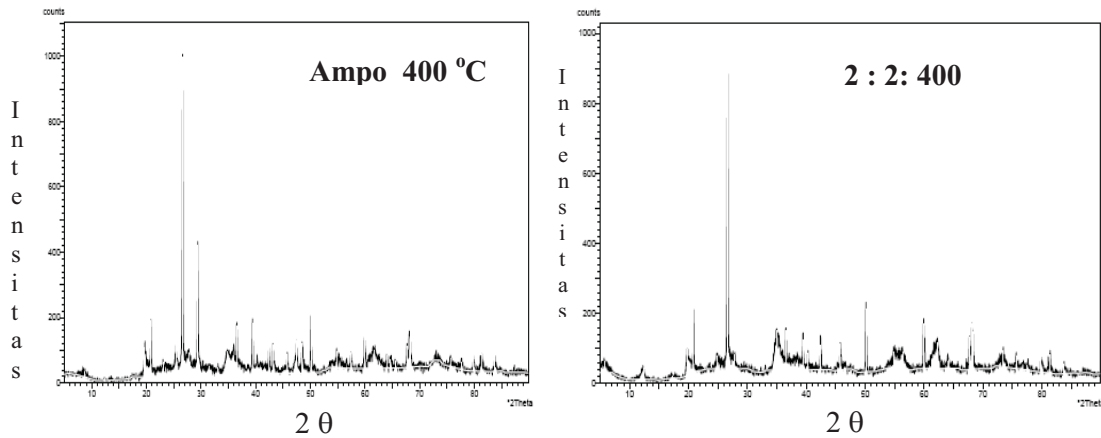
Gambar 3 menunjukkan bahwa ampo kalsinasi 400 °C terjadi collapse pada struktur antarlapis silikat ditandai dengan hilangnya puncak  $2\theta = 5.814^\circ$  untuk mineral *montmorillonite* dan *nontronite* yang merupakan *basal*

*spacing* tertinggi pada ampo. Untuk ampo terpilar 2 : 2 : 400 °C mengalami pergeseran nilai  $2\theta$  menjadi  $5.6^\circ$  dengan *basal spacing* sebesar  $15.76875 \text{ \AA}$ . Hal ini mengindikasikan bahwa dengan pilarisasi dapat meningkatkan *basal spacing* yang merupakan salah satu indikator keberhasilan pilarisasi selain itu pilarisasi juga dapat menjaga kestabilan terhadap panas. Perubahan *basal spacing* ini mengindikasikan bahwa telah terjadi interkalasi agen pemilar ke dalam antar lapis silikat pada ampo dan setelah kalsinasi terbentuk pilar oksidasi besi ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sebagai penyangga diantara lapisan ampo.

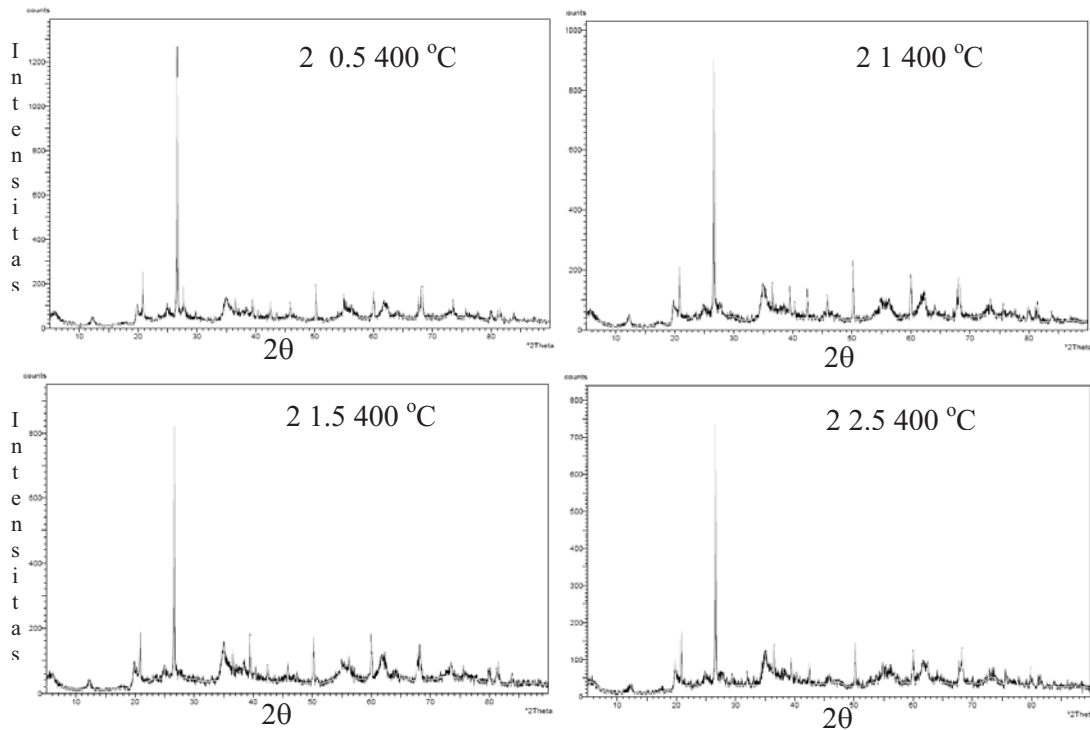
Pola difragtogram yang ditampilkan mirip sehingga sangat sulit untuk melihat perubahan tinggi pilar yang terbentuk untuk variasi OH/Fe. Untuk mengetahui perubahan jarak antarlapis pada ampo terpilar dapat dilihat dari hasil analisis difragtogram berupa *basal spacing* seperti yang ditampilkan pada Tabel 1 dan 2.

**Tabel 1** *Basal spacing* variasi OH/Fe pada Fe/ampo 2 suhu 400 °C

No	OH/Fe	<i>Basal spacing</i> (°A)
1	0.0	10.05291
2	0.5	11.34137



Gambar 3. Difragtogram ampo dan ampo terpilar 2 2 400 °C



Gambar 4. Difragtogram ampo terpilar variasi OH/Fe

**Tabel 2** Basal spacing variasi OH/Fe pada Fe/ampo 2 suhu 400 °C

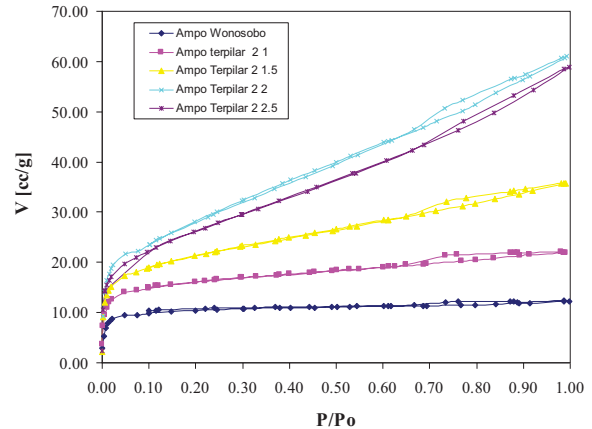
No	OH/Fe	Basal spacing (°A)
1	0.0	10.05291
2	0.5	11.34137
3	1.0	14.60881
4	1.5	14,99271
5	2.0	15.76575
6	2.5	15.12330

Rasio OH/Fe 0.5 dengan basal spacing 11.34137 °A merupakan nilai terkecil dari perbandingan variabel tersebut hal ini mengindikasikan bahwa proses pilarisasi tidak sempurna disebabkan oleh larutan pemilar terlalu encer sehingga ukuran molekul kecil sebaliknya pada rasio OH/Fe > 2 mulai tidak efektif membentuk pilar karena adanya hambatan difusi oleh jumlah molekul pemilar yang terlalu banyak. Penghambatan tersebut disebabkan karena terbentuk polimer kation pokihidroksi besi dengan ukuran besar atau berjejalnya molekul pemilar sebelum memasuki ruang antar lapis lempung (Vicente dkk., 1996; Gil dkk., 2000). Hal serupa juga terjadi pada penyisipan larutan pemilar ke dalam antarlapis clay hal ini dapat dilihat pada rasio OH/Al 2.5 tampak penurunan basal spacing jika di bandingkan pada rasio OH/Al 2.2 hal ini disebabkan jumlah agen pemilar berlebih (Hutson dkk., 1999). Ampo terpilar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, rasio hidrolisis [OH/Fe] = 0.5 memiliki nilai basal spacing tidak jauh berbeda dengan ampo alam yang menunjukkan bahwa hampir tidak terjadi pilarisasi. Pada rasio [OH/Fe] = 1 – 2, mulai tampak adanya pilarisasi ditandai dengan adanya kenaikan basal spacing tetapi pada rasio [OH/Fe] > 2 terjadi penurunan basal spacing hal ini disebabkan agen pemilar yang terbentuk memiliki ukuran yang besar. Pada saat penelitian untuk rasio [OH/Fe] >2.5 larutan telah jenuh ditandai dengan larutan tidak homogen bahkan cenderung membentuk endapan.

## 2. Luas Permukaan

Karakterisasi berupa luas permukaan tidak dilakukan pada rasio OH/Fe 0.5 karena memiliki kapasitas adsorpsi paling kecil. Perhitungan luas permukaan dan distribusi ukuran pori didasarkan pada data adsorpsi-desorpsi isotherm gas N<sub>2</sub>. Adsorpsi Isotherm untuk rasio OH/Fe pada suhu kalsinasi 400 °C diilustrasikan pada Gambar 5.

Gambar 5 memperlihatkan bahwa proses adsorpsi isotherm ampo tanpa pilar menggambarkan monolayer sedangkan pada ampo terpilar menunjukkan multilayer. Pola adsorpsi ini sesuai dengan dengan mekanisme isotherm BET yaitu diawali dengan terjadinya satu lapis kemudian dengan peningkatan tekanan relatif, lapisan kedua dan seterusnya terbentuk secara merata sampai keadaan jenuh tercapai. Pada ampo terpilar dengan tekanan relatif yang sama kemampuan menjerap N<sub>2</sub> lebih banyak dibandingkan

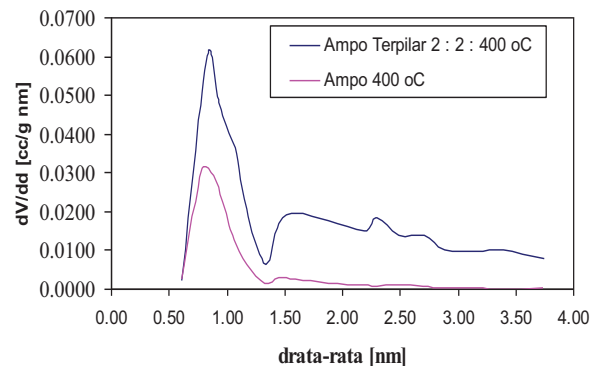


Gambar 5. Adsorpsi Isotherm Gas N<sub>2</sub> variasi OH/Fe dengan ampo tanpa pilar hal ini diperlihatkan dengan volume N<sub>2</sub> terjerap yang lebih tinggi.

Keberhasilan proses pemiliran juga dipengaruhi oleh rasio hidrolisis agen pemilar yaitu rasio OH/metal (Hutson dkk., 1999). Luas permukaan ampo terpilar untuk rasio hidrolisis [OH/Fe] 1, 1.5, 2 dengan Fe/ampo 2 suhu kalsinasi 400 °C juga mengalami peningkatan sesuai yang diilustrasikan dalam Gambar 5.

## 3. Distribusi Ukuran Pori

Distribusi ukuran pori hanya dilakukan pada ampo terpilar 2:2: 400 °C dan ampo tanpa pilar. Pori pada ampo diasumsikan berbentuk slit sehingga dalam perhitungan distribusi ukuran pori berdasarkan data adsorpsi-desorpsi isotherm gas N<sub>2</sub> diselesaikan dengan metode de Boer dan metode Modified Horvath Kawazoe. Penyelesaian metode de Boer didasarkan pada ketebalan adsorbat yang menempel pada dinding pori sedangkan pada metode Modified Horvath Kawazoe didasarkan pada lebar slit dengan susunan adsorbat tertentu. Distribusi ukuran pori diilustrasikan pada Gambar 6 dan 7 untuk metode de Boer dan

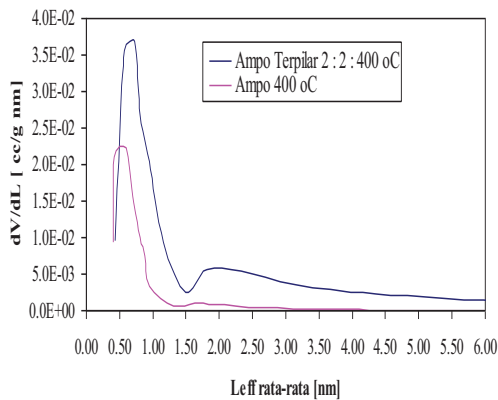


metode Modified Horvath Kawazoe.

**Gambar 6.** Distribusi ukuran pori menggunakan metode De Boer

Distribusi ukuran pori memberikan gambaran tentang ukuran pori pada suatu material. Pada kedua

metode yang digunakan memberikan pola yang hampir sama dalam penggambaran penyebaran ukuran pori dalam ampo. Gambar 4.12 dan 4.13 menunjukkan lebih dari satu puncak yang menggambarkan bahwa dalam ampo terpillar memiliki lebih dari satu ukuran pori atau disebut bimodal. Pembentukan pori baru akibat pilarisasi terjadi pula pada penelitian yang dilakukan oleh Hutson dkk (1999) tentang pilarisasi clay menggunakan bahan pemilar  $Al_2O_3$ . Luasan daerah di bawah kurva distribusi ukuran pori menunjukkan volume pori hal ini sesuai dengan Hutson dkk. (1999), menyatakan bahwa integrasi dari luasan daerah di bawah kurva distribusi ukuran pori menggambarkan volume pori, sehingga dapat disimpulkan bahwa volume pori ampo terpillar lebih besar dari pada ampo pada kedua metode yang digunakan.



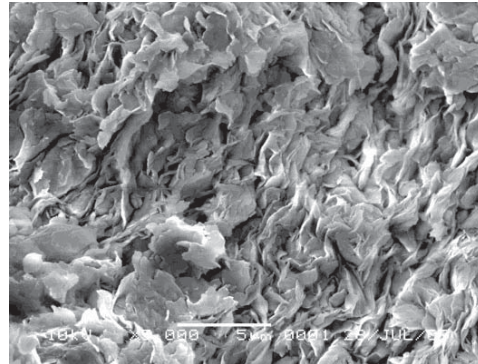
**Gambar 7** Distribusi ukuran pori menggunakan metode Modified Horvath Kawazoe

Hasil perhitungan distribusi ukuran pori menggunakan metode de Boer menunjukkan puncak pada lebar pori 0,8308 dan 1, 6008 nm untuk ampo terpillar serta 0,5687 untuk ampo tanpa pilar. Dengan menggunakan metode modified Horvath Kawazoe dihasilkan puncak pada lebar pori 0,717 dan 1,8 nm untuk ampo terpillar serta 0,598 nm untuk ampo tanpa pilar.

#### 4. Gambar Morfologi Struktur

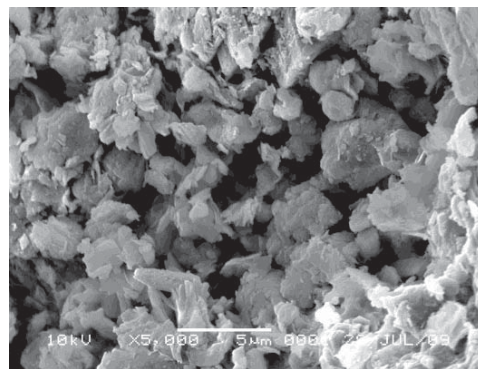
Analisis permukaan ampo tanpa pilar dan ampo terpillar  $Fe_2O_3$  menggunakan scanning electro microscope (SEM) ditampilkan dalam Gambar 8 dan 9. Metode ini merupakan salah satu cara karakteristik yang dapat menggambarkan perbedaan struktur permukaan ampo tanpa pilar dan ampo terpillar. Foto SEM memperlihatkan perbedaan tekstur permukaan antara ampo tanpa pilar dan ampo terpillar  $Fe_2O_3$ . Ampo tanpa pilar menunjukkan morfologi permukaan berbentuk serpihan, sedangkan pada ampo terpillar tampak bongkahan putih. Pilarisasi pada ampo memiliki sejumlah ruang antar lapis pada permukaannya sehingga menyebabkan permukaan ampo menjadi lebih porous dibandingkan ampo yang tidak dipilar. Ruang antar pilar ini dapat bersifat mikro

ataupun mesopori. Jarak terkecil antara lapisan-lapisan tersebut dapat mempengaruhi pengaturan molekul-molekul pengisi ruang antar lapis (Bergaya dkk, 1995;



Negara, 2005 ).

**Gambar 8** Foto SEM ampo tanpa perbesaran 5000 X



#### Kesimpulan

**Gambar 9.** Ampo terpillar Fe perbesaran 5000X

1. Ampo terpillar  $Fe_2O_3$  dapat dibuat melalui interkalasi agen pemilar ke dalam antar lapis montmorillonite dan nontronite dalam ampo.
2. Pilarisasi ampo menggunakan kation polihidroksi besi dengan rasio OH/Fe 1 sampai 2 dapat meningkatkan sifat fisik seperti basal spacing, luas permukaan spesifik namun sifat-sifat tersebut mengalami penurunan pada perbandingan Fe/ampo 2 dengan rasio OH/Fe 2.5.
3. Berdasarkan perhitungan menggunakan metode De-boer dan Horvath Kawazoe menunjukkan distribusi ukuran pori bimodal. Morfologi permukaan ampo menunjukkan struktur berlapis sedangkan ampo terpillar memperlihatkan struktur yang porous.
4. Ampo terpillar rasio OH/Fe 2 pada suhu kalsinasi 400 °C memberikan sifat fisik tertinggi yaitu basal spacing 15.76575 °A, luas permukaan 99.56 m<sup>2</sup>/g.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Arfaoui, S., Frini-Srasra, N., and Srasra, E., 2005, Application of Clays to Treatment of Tertiary sewages, *Desalination*, 185, 419-426.
- Arfaoui, S., Frini-Srasra, N., and Srasra, E., 2008, Modelling of The Adsorption of The Chromium Ion by Modified Clays, *Desalination* 222, 474-481.
- Canizares, P., Valverde, J.L., Kou, M.R.S and Molina, C.B., 1999, Synthesis and Characterization of PILCS with Single and Mixed Oxide Pillars Prepared from Two Different Bentonites. A Comparative study, *Microporous and Mesoporous (29)* 267-281.
- Do, D.D., 1998, Adsorption Analysis: Equilibria and Kinetics, Series on Chemical Engineering, Vol 2, Imperial College, 13 – 16.
- Fairus, S., Suhartono, J., Nurhayati dan Ariefa, F., 2009, Study Adsorpsi Zat Warna Methyl Violet dengan Menggunakan Kulit Pisang, Prosing Seminar Teknik Kimia “Kejuangan”, UPN, Yogyakarta.
- Gil, A., Vicente, M.A and Korili, S.A., 2000, Main Factor Controlling the Texture of Zirconia and Alumina Pillared Clays, *Microporous and Mesoporous Material*, 34.115-125.
- Goenadi, D.H, 1982, Dasar-dasar Kimia Tanah, Terjemahan dari Tan, K.H, Edisi pertama, 93- 193, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Hutson, N.D., Hoekstra, M.J and Yang, R.T., 1999, Control of Microporosity of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pillared Clays : Effect of pH, Calcination Temperature and Clay Cation Exchange Capacity, *Microporous and Mesoporous Material* 28, 447-459.
- Karamis, D., and Assimakopolus, P.A., 2007, Effisiensi of aluminium-pillared montmorillonite on the removal of cesium and copper from aqueous solution, *water research* 14, 1897-1906.
- Lowell, S and Shields, J.E., 1984, Powder Surface Area and Porosity, 2<sup>nd</sup> ed, London, New York.
- Mohamed A.M.O, 2000, The role of clay minerals in marly soils on its stability, *Engineering Geology*, 57.
- Negara, S.I., 2005, Preparasi Krom Oksida-Montmorillonit dan Aplikasinya untuk sorpsi Benzena, Tesis S2 Ilmu Kimia, UGM, Yogyakarta.
- Ouhadi, V.R., and Yang, R.N., 2003, The Role of Clay Fractions of Marly Soils on Their Post Stabilization Failur, *Engineering Geology* 70, 365-375.
- Ozacar, M. and Sengil, I.A., 2006, A Two Stage Batch Adsorber Design for Methylene Blue removal to Minimize Contact Time, *Environmental Management* 80, 372-379.
- Rightor, E.G.Tsou., Pinnavaia, M.T.J., 1991, Iron Oxide Pillared Clay With Large Gallery Height : Synthesis and Properties as a Fischer-Tropsch Catalyst, *Journal of Catalyst*, I, 130
- Saib, N.B., Khouli, K., and Mohammedi, O., 2007, Preparation and Characterization of Pillared Montmorillonite: Application in Adsorption of Cadmium, *Desalination* 217, 282-290.
- Sanabria, N., Alvarez, A., Molina, R and Moreno, S., 2008, Synthesis of Pillared Bentonite Starting from the Al-Fe Polymeric Precursor in Solid State, and Its Catalytic Evaluation in The Phenol Oxidation Reaction, *Catalysis Today*, 133-135.530-533.
- Simpem, N.I, 2001, Preparasi dan karakterisasi lempung montmorillonit teraktivasi asam terpillar TiO<sub>2</sub>, Tesis S2 Ilmu Kimia, UGM, Yogyakarta.
- Sychev, M., Shubina, T., Rozwadowski, M., Sommen, A.P.B., Beer, V.H.J.D and Santen, R.A.V., 2000, Characterization of microporosity of chromia-and titania-pillared montmorillonites differing in pillar density. I. Adsorption of Nitrogen, *Microporous and Mesoporous Material*, 37, 187-200.
- Utomo, T.G., 2009, Ampo, Kuliner Masa lalu Bumi Ronggolawe, Duta Masyarakat, 4.
- Vidal, H.P., Garcia, E.C., Alejandro, E.L, Hidalgo, J.M and Marquez, D.M.F., 2006, Characterization of Pillared Clays containing Fe<sup>3+</sup> and Cu, *Solar Energy Material & Solar Cells* 90, 841-846.
- Wijaya, K., Tahir, I dan Haryati, N., 2005, Synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-montmorillonite and its Application as a Photocatalyst For Degradation of Congo Red Dye, *indonesia Journal of Chemistry*, 5 (1), 33-42.
- Yang, R.T, 2003, Adsorbents Fundamentals and Applications, John Wiley and Sons, USA.
- Yoesfile, 2007, The Magic of Lempung (Ampo), [www. WordPress.Com](http://www.WordPress.Com)
- , Methyl Violet, [www.wikipedia.com](http://www.wikipedia.com)