

**KAJIAN SPEKTROSKOPI FTIR, XRD DAN SEM KAOLIN ALAM
ASAL TATAKAN, KALIMANTAN SELATAN HASIL PURIFIKASI DENGAN
METODE SEDIMENTASI**

**THE STUDY OF FTIR , XRD AND SEM OF NATURAL KAOLIN FROM TATAKAN,
SOUTH KALIMANTAN AFTER PURIFICATION PROCESS
BY SEDIMENTATION METHODS.**

Sunardi*

Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Lambung Mangkurat
Banjarbaru, Kalimantan Selatan 70714

Abstract

This study aimed at demonstrating complementary roles offered by Fourier transform infrared spectrophotometry, X-ray powder diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM) techniques in characterizing clay fraction of kaolins. The clay fraction of kaolin samples from Tatakan, South Kalimantan, Indonesia was purified by sedimentation methods and siphoning to obtain pure kaolinite and to reduce the quartz mineral and the others impurities. Main peaks in the infrared spectra reflected Al-OH, Al-O and Si-O functional groups in the high frequency stretching and low frequency bending modes and were those for kaolinite but possible absorption interferences peaks for quartz and the other impurities are inferred. The XRD results identified kaolinite as the major minerals phase with confirmed presence of quartz, chlorite, halloysite and cristobalite as minor quantities in the samples. Furthermore, the purification process increased the composition of kaolinite, specific surface area, total pore volume and cation exchange capacity of kaolin were about 30-35%.

Keyword: natural kaolin, purification, sedimentation, siphoning

* Korespondensi: 0511-4772428
Alamat email: sunardi_unlam@yahoo.co.id

PENDAHULUAN

Suatu mineral dapat disebut sebagai lempung kaolin jika komposisi mineral kaolinit lebih dari 50% komposisi mineral yang ada (Dombrowski, 2000). Mineral kaolin dapat ditemukan di alam dalam bentuk kaolinit murni maupun mineral kaolin lain seperti haloisit, nakrit maupun dikrit serta mineral lempung lain seperti smektit, illit dan mika sebagai komponen utama serta feldspar dan kuarsa sebagai pengotor (Ekosse, 2005).

Kaolin merupakan mineral lempung dengan struktur lapisan 1:1 dengan unit dasar terdiri dari lembaran tetrahedral SiO_4 dan lembaran oktahedral dengan Al^{3+} sebagai kation oktahedral. Kaolin biasanya berada sebagai mineral kaolinit murni atau mineral yang berhubungan misalnya haloisit, nakrit dan dikrit yang bergabung dengan mineral lain seperti smektit, mika, kuarsa dan feldspar sebagai pengotor.

Material pengotor kaolin terutama kuarsa mempunyai komposisi SiO_2 dan berukuran hampir sama dengan kaolin dalam keadaan teragregasi sehingga proses pemurnian dengan menggunakan pengayakan kurang efektif. Mineral kaolin mempunyai struktur *pseudoheksagonal* berlapis-lapis dengan ukuran 1-10 μm dan dalam keadaan individu biasanya tersusun dari 10 sampai dengan 50 lapisan silika alumina dengan ketebalan lapisan beberapa puluh nanometer hingga beberapa mikrometer (Murray, 2000). Kaolin dapat teragregasi membentuk susunan rumah kartu yang menyebabkan ukuran partikel kaolin menjadi relatif sangat besar dan tidak dapat dipisahkan dari mineral kuarsa dengan metode pengayakan.

Dalam media air dan kondisi serta perlakuan tertentu, agregasi kaolin dapat terpisah dan mineral kaolin akan mempunyai ukuran lebih kecil ($\leq 2 \mu\text{m}$). Berdasarkan hukum Stokes's, perbedaan ukuran dan sifat

fisis dari kaolin dan kuarsa akan menyebabkan perbedaan kecepatan sedimentasi dari kedua mineral tersebut, dimana fraksi kuarsa dengan ukuran lebih besar ($\geq 20 \mu\text{m}$) akan tersedimentasi terlebih dahulu sehingga sehingga dapat terpisah dari fraksi kaolin (Lagaly, 2006).

Dalam bidang industri kaolin banyak dimanfaatkan secara luas sebagai bahan tambahan kertas, cat, tinta, karet, keramik dan plastik. Selain itu kaolin banyak dimanfaatkan dalam bidang obat-obatan, kosmetik, penjernih anggur, material pembawa (*carrier*) untuk insektisida, pestisida, fungisida, bahan pengisi krayon, pensil, adsorben minyak, pupuk, dan juga katalis (Ekosse, 2000; Murray, 1986). Tujuan yang hendak dicapai dalam penelitian ini adalah menentukan komposisi mineral kaolin asal Tatakan, Kalimantan Selatan serta meningkatkan kandungan kaolinit sampel dengan cara menghilangkan/mengurangi jumlah

pengotor yang ada dengan metode sedimentasi.

METODE PENELITIAN

Sebanyak 100 g kaolin alam lolos ayakan 400 mesh dimasukkan kedalam 1000 ml akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 sampai 4 jam. Suspensi kemudian dipindahkan ke dalam *batch ultrasonic* agar kaolin yang ada terdisagregasi selama sekitar 15 menit. Selanjutnya dilakukan pengadukan kembali selama beberapa saat dengan pengaturan pH dan kemudian didiamkan selama waktu tertentu untuk memisahkan fraksi yang mengendap. Setelah waktu tertentu, larutan bagian atas diambil dengan metode sifoning dan kemudian diuapkan sehingga diperoleh padatan kaolin murni. Padatan kaolin yang telah kering dihaluskan dan diayak kembali sehingga lolos 200 mesh dan kemudian dianalisis menggunakan FTIR, XRD, SEM dan penentuan luas

permukaan spesifik serta harga kapasitas tukar kationnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

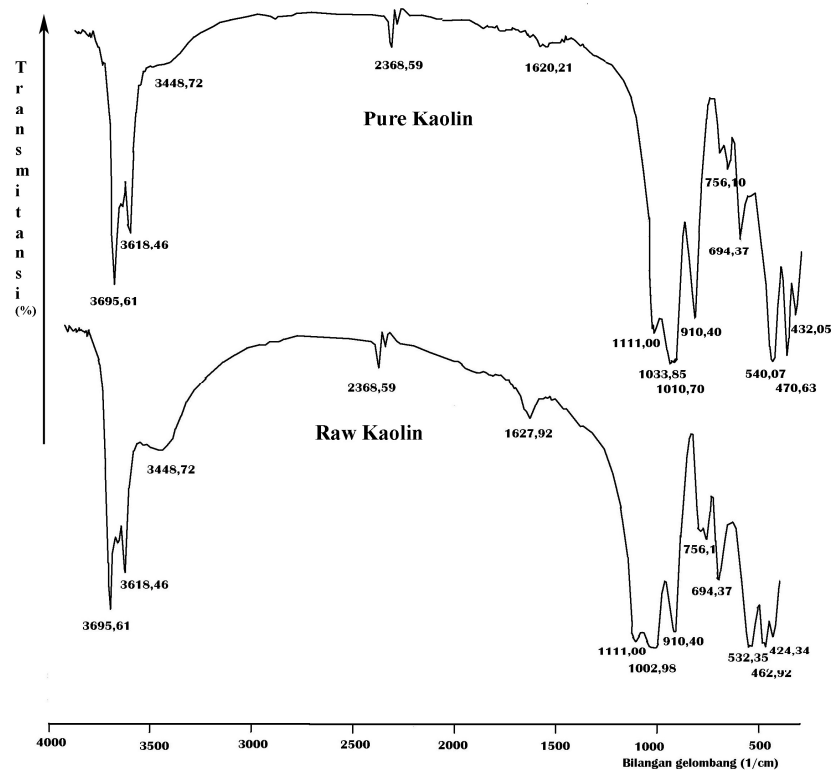
Data spektrogram FTIR dari sampel kaolin sebelum dan sesudah purifikasi yang diperiksa memberikan informasi mengenai jenis jenis vibrasi gugus fungsional pada sampel yang secara tidak langsung juga mengindikasikan keberadaan mineral lempung dan mineral lain dan juga adanya senyawa pengotor lain. Jenis-jenis vibrasi yang khas tersebut secara kualitatif mengindikasikan keberadaan struktur kaolinit dan tingkat kemurniannya. Spektra FTIR kaolin asal Tatakan sebelum dan sesudah purifikasi ditunjukkan pada gambar 1.

Gambar 1 menunjukkan serapan spektra inframerah tiap sampel yang cukup tajam pada daerah bilangan gelombang di sekitar 500; 1000; 1600; dan 3400 hingga 3600 cm^{-1} . Dari kedua spektra inframerah tersebut dapat diamati bahwa kedua spektra dari kaolin menunjukkan

serapan yang secara umum tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Puncak serapan tajam pada daerah sekitar 1000 cm^{-1} adalah karakteristik vibrasi ulur dari Si-O. Serapan kuat pada daerah 950-1250 cm^{-1} adalah vibrasi ulur dari M-O (dimana M = Si atau Al) yang melibatkan gerakan utama dari atom oksigen Si-O (Flanigen *et al.*, 1971). Sedangkan serapan pada daerah sekitar 1600 dan 3400 cm^{-1} berturut-turut adalah serapan untuk vibrasi tekuk -OH yang terperangkap dalam kisi kristal dan vibrasi ulur -OH. Puncak serapan di daerah sekitar 3600 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur -OH yang memiliki perbedaan lingkungan, yaitu -OH yang terikat pada atom Al oktahedral, pada permukaan silikat atau pada antar lapis silikat. Dari seluruh data puncak-puncak serapan tersebut, dapat diperoleh informasi bahwa sampel kaolin yang diperiksa terdiri dari mineral yang memiliki gugus fungsional -OH dan Si-O. Dengan demikian

dapat disimpulkan bahwa sampel yang dianalisis adalah keluarga mineral silikat yang menyerap air. Hal ini mengarahkan dugaan pada berbagai

mineral silikat kelompok lempung yang menyerap air seperti kaolinit, haloisit, klorit, smektit (clay) dan ilit.



Gambar 1. Spektra inframerah sampel kaolin Tatakan sebelum purifikasi (*Raw Kaolin*) dan sesudah purifikasi (*Pure Kaolin*)

Pada spektrogram FTIR menunjukkan adanya sedikit perbedaan serapan pada daerah serapan di sekitar 500 cm^{-1} dan sekitar 1000 cm^{-1} yang menunjukkan adanya perbedaan lingkungan atau kemurnian dari kedua sampel. Bentuk serapan yang dimiliki oleh kaolin sesudah

purifikasi (*Pure Kaolin*) yang lebih ramping dan tajam menunjukkan komposisi yang lebih homogen dari sampel dibanding kaolin sebelum purifikasi (*Raw Kaolin*). Pada kaolin sebelum purifikasi muncul serapan pada $1002,98\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari kuarsa yang pada

kaolin sesudah purifikasi serapan tersebut tidak muncul dan bergeser menjadi serapan pada 1010,70 dan 1033,85 cm^{-1} yang merupakan serapan khas dari mineral kaolinit (Ekosse, 2005). Hal tersebut menunjukkan berkurang/hilangnya fraksi kuarsa oleh karena proses purifikasi.

Serapan pada daerah 400-500 cm^{-1} terjadi sedikit pergeseran puncak serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi dari kaolin sesudah purifikasi dibanding kaolin sebelum purifikasi. Puncak serapan pada daerah 400 cm^{-1} merupakan serapan hasil vibrasi ulur Si-O sedangkan

puncak serapan pada daerah 540,07 cm^{-1} dan 532,35 cm^{-1} merupakan serapan hasil vibrasi ulur Si-O-Al (Al oktahedral) yang oleh Madejova (2003) diamati pada daerah 520 cm^{-1} . Pergeseran puncak serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi juga memperkuat dugaan semakin homogennya lingkungan dari mineral silika-alumina yang secara tidak langsung menunjukkan berkurangnya mineral dan senyawa pengotor yang ada. Data puncak serapan yang muncul pada kedua jenis sampel secara detail ditunjukkan pada tabel 1.

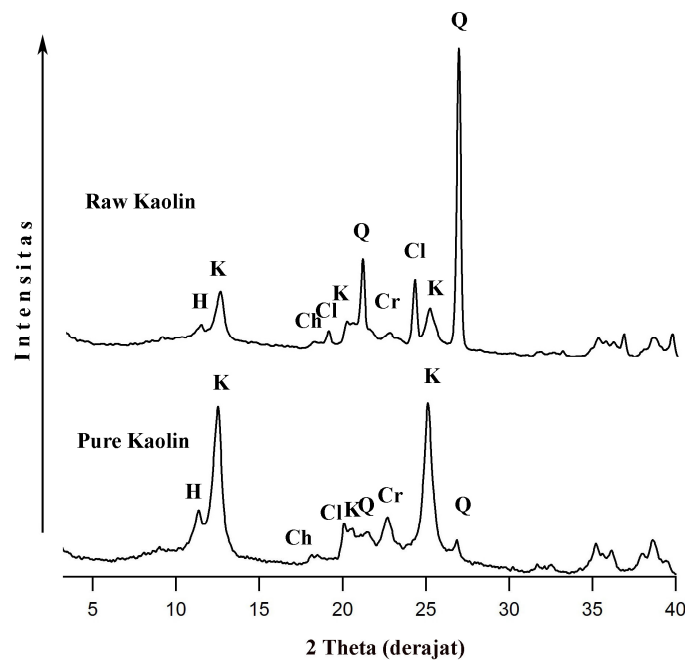
Tabel1. Puncak serapan FTIR kaolin sebelum dan sesudah purifikasi

Raw Kaolin (cm^{-1})	Pure Kaolin (cm^{-1})	Teoritis* (cm^{-1})	Keterangan
424,34	432,05	430	Vibrasi Si-O str
462,92	470,63	468	Vibrasi Si-O str
532,35	540,07	537	Vibrasi Si-O-Al ^{IV}
694,37	694,37	693	Vibrasi Si-O str
756,10	756,10	752	Vibrasi simetris Si-O-Si
910,40	910,40	912	Vibrasi Al---O-H str
1002,98	1010,70	1010	Vibrasi Si-O ⁻
	1033,85	1032	Vibrasi Si-O ⁻
1111,00	1111,00	1114	Vibrasi asimetris Si-O-Si
1627,92	1620,21		Vibrasi H-O-H str
3448,72	3448,72		Vibrasi H-O-H str
3618,46	3618,46	3620	Vibrasi OH ⁻ (Al---O-H str inter-oktahedral)
3695,61	3695,61	3694	Vibrasi OH ⁻ (Al---O-H str)

*Ekosse (2005)

Untuk memperkuat dugaan tentang mineralogi sampel kaolin berdasarkan hasil analisis menggunakan FTIR diperlukan data pendukung berupa data difraksi sinar-X. Analisis terhadap data difraksi sinar-X mampu memberikan informasi yang lengkap mengenai komposisi mineral penyusun

sampel kaolin alam. Secara semikuantitatif, estimasi kelimpahan mineral dilakukan dengan menggunakan metode Tributh dan Lagaly (Amman, 2003). Difraktogram sinar-X untuk sampel kaolin sebelum dan sesudah proses purifikasi disajikan pada gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram sinar-X sampel Kaolin alam asal Tatakan sebelum purifikasi (*Raw Kaolin*) dan sesudah purifikasi (*Pure Kaolin*) (K=Kaolin; H=Halosit; Ch=Klorit; Cl=Lempung; Q=Kuarsa; Cr=Kristobalit)

Gambar 2 menunjukkan perubahan pola difraksi dan intensitas difraktogram sinar-X untuk kedua jenis sampel. Kedua sampel memberikan puncak intensitas difraksi yang hampir

sama yaitu di sekitar 2θ ($^{\circ}$) = 12,14; 12,42; 18,91; 19,98; 20,96; 21,38; 24,09; 25,02; 26,72 dan 35,12. Puncak-puncak difraksi setiap mineral lempung adalah khas, sudut difraksi 2θ

berhubungan dengan bidang kisi kristal mineral yang dianalisis. Identifikasi komponen penyusun sampel dilakukan dengan mencocokkan harga d_{hkl} yang ada pada difraktogram sampel dengan harga d_{hkl} mineral yang terdapat pada *Mineral Powder Diffraction File*.

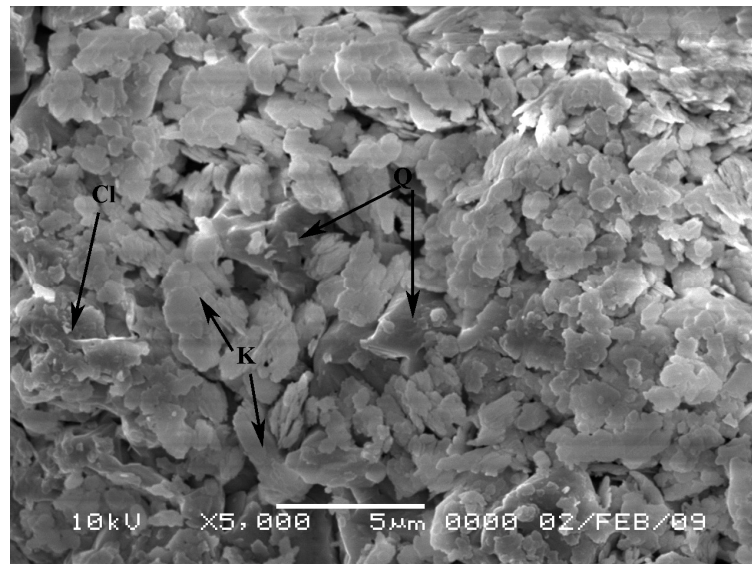
Harga 2θ ($^{\circ}$) dan bidang kisi kristal untuk mineral kaolinit adalah $12,42^{\circ}$ (001); $24,88^{\circ}$ (002); untuk mineral klorit adalah $6,28^{\circ}$ (001); $12,54^{\circ}$ (002); $18,90^{\circ}$ (003); $25,00^{\circ}$ (004); untuk mineral kuarsa adalah $20,88^{\circ}$ (100); $26,66^{\circ}$ (101); untuk mineral clay adalah $19,98^{\circ}$ (020); $35,12^{\circ}$ (200); untuk kristobalit adalah $22,12^{\circ}$ (Amman, 2005) dan untuk haloisit adalah $20,00^{\circ}$; $25,00^{\circ}$ yang pada pemanasan pada temperatur 50°C akan kehilangan air dan menjadi metahaloisit yang akan memunculkan serapan pada $12,14^{\circ}$ (Tan, 1982). Dari identifikasi yang telah dilakukan, sampel kaolin alam asal Tatakan, Kalimantan Selatan menunjukkan kelimpahan mineral kaolinit, haloisit, kuarsa, klorit dan kristobalit.

Analisis terhadap foto SEM yang disajikan pada gambar 3 dan gambar 4 menunjukkan morfologi permukaan yang dominan dari morfologi khas kaolin yang berupa kelompok lembaran heksagonal berlapis untuk kedua sampel. Menurut Murray (2000), kaolin mempunyai struktur pseudoheksagonal berlapis-lapis dengan ukuran $1-10\ \mu\text{m}$ dengan jumlah lembaran tiap lapis sekitar 10 – 50 buah.

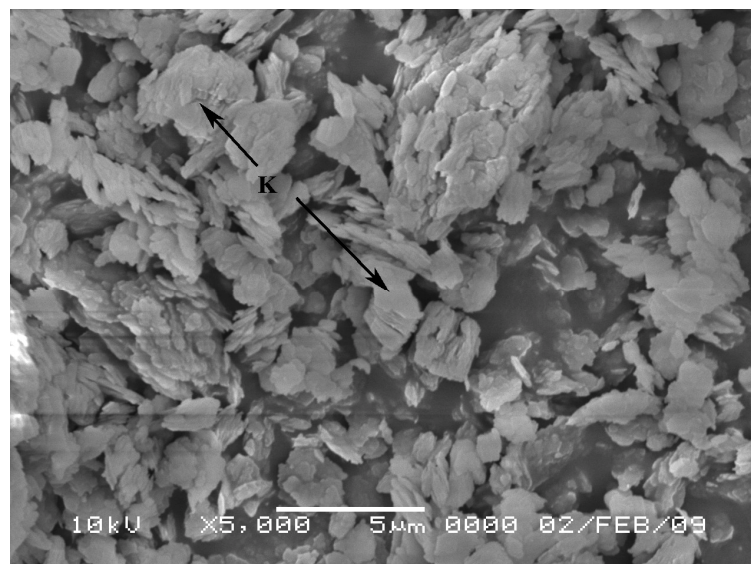
Pada morfologi kaolin sebelum purifikasi terlihat jelas adanya mineral kuarsa yang berupa bongkahan cukup besar yang merupakan pengotor dari mineral sampel, dimana hal tersebut tidak terjadi pada sampel kaolin sesudah proses purifikasi yang menunjukkan hilangnya bongkahan kuarsa pada sampel yang menunjukkan bahwa proses purifikasi berhasil mengurangi/menghilangkan pengotor pada kaolin alam terutama mineral kuarsa. Pengamatan terhadap mineral lain dengan kelimpahan yang lebih rendah seperti haloisit dan

kristobalit tidak selalu berhasil teramati untuk sampel yang dianalisis. Hal tersebut disebabkan oleh kendala pencarian morfologi permukaan khas

sampel yang dianalisis serta ukuran kedua mineral tersebut yang relatif sangat kecil ($0,01-1\ \mu\text{m}$) dibanding mineral yang lain (Lee dan Kim, 2002).



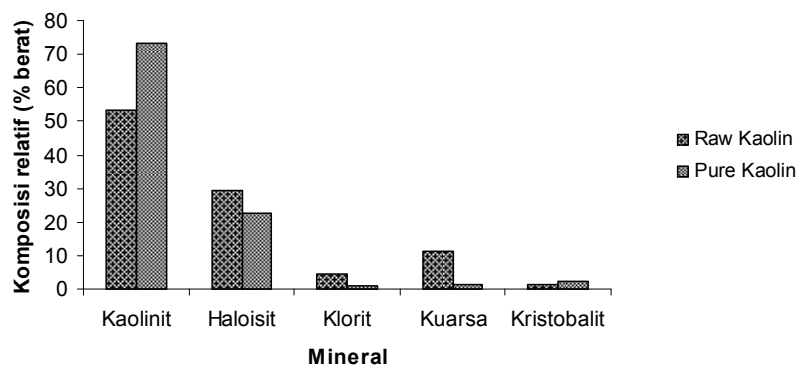
Gambar 3. Foto SEM sampel kaolin sebelum purifikasi. Kaolin (K) nampak sebagai kelompok lembaran pseudoheksagonal bertumpuk tertutupi klorit. Klorit (Cl) ditunjukkan oleh lembaran tipis yang terpisah tidak teratur. Kuarsa (Q) ditunjukkan berupa bongkahan cukup besar



Gambar 4. Foto SEM sampel kaolin sesudah purifikasi. Kaolin (K) nampak sebagai kelompok lembaran pseudoheksagonal bertumpuk

Meskipun secara cukup jelas dugaan komposisi mineral penyusun utama kaolin alam Tatakan telah dapat dijelaskan menggunakan analisis foto SEM seperti yang telah dilaporkan oleh Murray (2000) yang menggunakan SEM untuk mengkaji morfologi berbagai jenis lempung, untuk memperkirakan komposisi mineral

secara semikuantitatif dilakukan perhitungan menggunakan metode Tributh dan Lagaly seperti yang dilakukan oleh Amman (2003) dengan memanfaatkan data intensitas difraksi sinar-X yang karakteristik untuk tiap mineral, yang hasilnya disajikan pada gambar 5.



Gambar 5. Analisis semikuantitatif komposisi kelimpahan mineral pada sampel kaolin Tatakan (Kalimantan Selatan) dihitung berdasar data XRD menggunakan metode Tributh dan Lagaly

Untuk memperkirakan komposisi mineral secara semikuantitatif dilakukan perhitungan menggunakan metode Tributh dan Lagaly seperti yang dilakukan oleh Amman (2003) dengan memanfaatkan data intensitas difraksi

sinar-X, yang hasilnya disajikan pada gambar 5. Gambar 5 memberikan informasi komposisi relatif mineral penyusun setiap sampel yang dianalisis. Mineral kaolinit merupakan komponen dengan kelimpahan

terbesar untuk kedua jenis sampel diikuti oleh kelimpahan haloisit, kuarsa, klorit dan kristobalit. Proses purifikasi yang dilakukan mampu meningkatkan kandungan mineral kaolinit secara cukup signifikan serta mampu menurunkan kandungan mineral klorit serta kuarsa dalam sampel kaolin. Proses purifikasi berdasarkan perbedaan laju sedimentasi cukup efektif untuk memisahkan fraksi kaolin alam.

Data pada tabel 2 tentang hasil pengukuran luas permukaan spesifik dan volume pori dan KTK dari kaolin sebelum dan sesudah proses purifikasi menunjukkan peningkatan harga luas permukaan, volum total pori serta harga kapasitas tukar kation yang cukup besar dari kaolin sesudah purifikasi dibanding sebelum purifikasi.

Tabel 2. Hasil pengukuran luas permukaan spesifik dan volume pori dan KTK dari kaolin sebelum dan sesudah proses purifikasi

Sampel	Kaolinit (%)	Luas permukaan spesifik (m^2/g)	Volume total pori ($10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$)	KTK (meq/100 g)
<i>Raw</i> Kaolin	53,36	29,56	9,22	7,93
<i>Pure</i> Kaolin	73,03	38,70	12,21	10,47

Jika diamati lebih lanjut, persentase perubahan harga luas permukaan spesifik, volume total pori dan harga KTK ternyata berbanding lurus dengan persentase perubahan komposisi mineral kaolinit yang terdapat pada sampel yaitu sekitar 30 - 35%. Hal tersebut mengindikasikan bahwa luas permukaan spesifik, volume total pori dan proses pertukaran kation pada

mineral kaolin alam sangat ditentukan oleh fraksi kaolinit yang ada sebagai mineral yang paling dominan. Harga kapasitas tukar kation yang semakin meningkat seiring dengan meningkatnya komposisi kaolinit dapat dijelaskan karena mineral kaolinit dapat mempunyai muatan negatif terutama dari sumbangan sisi tepi (*edge*) yang mampu mengikat kation, sedangkan

mineral klorit, kuarsa dan kristobalit tidak dapat menukarkan kation karena muatan permukaannya yang hampir netral.

KESIMPULAN

Hasil analisis terhadap kaolin sebelum dan sesudah proses purifikasi menggunakan spektroskopi FTIR, difraksi sinar-X, SEM dan BET serta penentuan harga KTK secara jelas mampu mengkonfirmasi sampel mineral lempung alam asal Tatakan, Kalimantan Selatan merupakan lempung jenis kaolin dengan fraksi terbesar berupa mineral kaolinit. Proses purifikasi yang dilakukan dengan metode sedimentasi mampu meningkatkan persentase mineral kaolinit, luas permukaan spesifik, volume total pori serta harga kapasitas tukar kation sekitar 30 – 35%.

DAFTAR PUSTAKA

Amman, L., 2003. *Cation exchange and adsorption on clays and clay minerals*.

Dissertation, Kiels University

Dombrowski, T., 2000. *The origin of kaolinite. Implication for utilization*. In: Carty, W.M., Sinton, C.W. (Eds.), *Science of white wares II*. American Ceramic Society, Westerville, OH, pp. 3–12.

Ekosse, G.E., 2000. The Makoro kaolin deposit, southeastern Botswana: its genesis and possible industrial application. *Appl. Clay Sci.*, 16 (5-6) 301-320

Ekosse, G.E., 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray powder Diffractometry as Complementary Technique in characterizing Clay size fraction of Kaolin. *J. Appl. Sci. Enviro. Mgt* 9 (2), 43-48

Flanigen, E.E., Khatami, H., Szymanski, H.A., *Infrared Structural Studies of Zeolite Framework Molecule Sieve Zeolite I*, American Society Adv. In Chemistry Series No. 10, Washington, 291-297

Lagaly, G., 2006, Colloid clay science, dalam: *Handbook of Clay Science, Development in Clay Science, vol.1*. Eds. Bergaya, F., Theng, B.K.G., and Lagaly, G., Elsevier., Netherlands

Lee, S.Y., dan Kim, S.J., 2002, Adsorption of naphthalene by HDTMA modified kaolinite and halloysite, *Appl. Clay Sci.*, 22, 55-63

- Madejova, J., 2003. FTIR Technique in Clays Mineral Studies, *Slovak Academy of Science*, Slovakia, 31, 1-10
- Murray H. H., 1986, *Clays*. In: Ullman's encyclopedia of industrial chemistry. 5th Edition. 109-136
- Murray, H.H., 2000, Traditional and new applications for kaolin, smectit, and polygorskite: A general overview, *Appl. Clay Sci.*, 17, 207-221.
- Tan, K.H., 1995, *Dasar-Dasar Kimia Tanah*, Edisi 4, Gadjah Mada University Press., Yogyakarta.