

**AKTIVASI DAN KARAKTERISASI LUMPUR LAPINDO
SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI ASILASI FENOL**

SKRIPSI



JASON PATRICK LAWALATA

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2022**

**AKTIVASI DAN KARAKTERISASI LUMPUR LAPINDO SEBAGAI
KATALIS PADA REAKSI ASILASI FENOL**

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia
pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

Oleh :

Jason Patrick Lawalata

NIM 081811533080

Tanggal Ujian :

22 Juli 2022

Disetujui oleh:

Pembimbing I,



Prof. Dr. Hartati, M.Si.

NIP 195911151987032002

Pembimbing II,



Qurrota Azzuni, S.Si., M.Si.

NIP 99008062019032017

LEMBAR PENGESAHAN

Judul : Aktivasi dan Karakterisasi Lumpur Lapindo sebagai Katalis
pada Reaksi Asilasi Fenol
Penyusun : Jason Patrick Lawalata
NIM : 081811533080
Pembimbing I : Prof. Dr. Hartati, Dra. M.Si.
Pembimbing II : Qurrota A'yuni S.Si., M.Si.
Tanggal Ujian : 22 Juli 2022

Disetujui oleh:

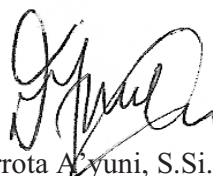
Pembimbing I,



Prof. Dr. Hartati, M.Si.

NIP 1959111519870320021

Pembimbing II,



Qurrota A'yuni, S.Si., M.Si.

NIP 199008062019032017

Mengetahui,

Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Airlangga



Mochamad Zakki Fakmi, S.Si., M.Si., Ph.D.

NIP. 198307022009121005

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

Dokumen skripsi ini merupakan hal milik Univetrstas Airlangga

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat, karunia, dan berkat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi dengan judul “**Aktivasi dan Karakterisasi Lumpur Lapindo sebagai Katalis pada Reaksi Asilasi Fenol**” tepat pada waktunya.

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penulisan skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penyusun tujukan kepada :

1. Prof. Dr. Hartati, M.Si. selaku pembimbing I yang telah membimbing dan memberikan saran kepada penyusun untuk menyelesaikan skripsi ini.
2. Ibu Qurrota A’yuni S.Si., M.Si. selaku pembimbing II yang telah membimbing dan memberikan pengarahan kepada penyusun untuk kelancaran penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Hikmat, M.Si. yang telah membimbing dan memberikan kesempatan untuk melaksanakan karakterisasi di Pusat Riset Kimia Maju-BRIN, Serpong.
4. Ibu Ika Fitri Ulfrindayani, S.Si., M.Si., telah bersedia bekerja sama dan memberikan masukan demi kelancaran skripsi ini.
5. Ibu Siti Wafiroh S.Si., M.Si. selaku dosen wali yang selalu memberikan motivasi, saran dan nasihat dalam penyusunan naskah skripsi ini.
6. Bapak Mochamad Zakki Fahmi, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Ketua Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
7. Segenap dosen Fakultas Sains dan Teknologi khususnya Program Studi S1 Kimia atas ilmu pengetahuan yang sudah diberikan kepada penyusun selama masa kuliah.
8. Ayah, Ibu, kakak serta adik tercinta atas dukungan moril dan materi yang selalu diberikan selama penyusunan skripsi ini.
9. Anis, Ana, Ni’ma, Grace selaku rekan-rekan satu bimbingan yang selalu membantu, mendukung dan memberi saran serta kritik selama penyusunan naskah skripsi.

10. Seluruh teman-teman program studi Kimia Unair Angkatan 2018 atas segala bantuan dan kebersamannya.
11. Seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah memberikan penulis motivasi sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

Penyusun menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca guna menyempurnakan segala kekurangan dalam penyusunan skripsi ini. Akhir kata, penyusun berharap penulisan skripsi ini berguna bagi pembaca dan pihak-pihak yang berkepentingan.

Surabaya, 11 Juli 2022

Penulis,

Lawalata, J., P., 2022, “Aktivasi dan Karakterisasi Lumpur Lapindo sebagai Katalis pada Reaksi Asilasi Fenol”, Skripsi, dibawah bimbingan Prof. Dr. Hartati, M.Si. dan Qurrota A’yuni, S.Si., M.Si. Program Studi S-1 Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengaktivasi dan mengkarakterisasi Lumpur Lapindo sebagai katalis pada reaksi asilasi fenol. Lumpur Lapindo diaktivasi dengan aktivasi termal dan aktivasi asam. Aktivasi termal dilakukan dengan kalsinasi pada suhu 550°C, aktivasi asam menggunakan AlCl_3 dan HCl . Komposisi yang terkandung dalam katalis dikarakterisasi dengan XRF. Struktur katalis dikarakterisasi dengan XRD. Morfologi permukaan dan sebaran unsur dengan SEM-EDX. Pengukuran luas permukaan dan porositas dengan metode adsorpsi-desorpsi gas N_2 . Penentuan keasaman katalis dengan metode adsorpsi piridin dan dianalisis dengan FTIR. Uji katalisis dilakukan pada reaksi asilasi fenol dan dianalisis dengan GC-MS.

Hasil XRF menunjukkan komposisi utama penyusun katalis Lumpur Lapindo adalah SiO_2 , Al_2O_3 , dan Fe_2O_3 . Hasil XRD menunjukkan semua katalis memiliki struktur kristalin dan struktur yang paling dominan adalah struktur kuarsa (SiO_2). Hasil SEM-EDX menunjukkan katalis lumpur teraktivasi memiliki bentuk tidak teratur dengan ukuran diameter partikel antara 3,66 - 4,39 μm dengan sebaran unsur utama adalah Silikon, Aluminium dan Oksigen. Aktivasi asam dapat meningkatkan luas permukaan spesifik sedangkan aktivasi dengan kalsinasi dapat memperkecil luas permukaan lumpur Lapindo. Aktivasi dengan kalsinasi maupun asam dapat memperkecil diameter pori. Aktivasi dengan kalsinasi dan asam AlCl_3 memperkecil volume pori, sedangkan aktivasi asam HCl memperbesar volume pori lumpur Lapindo. Hasil FTIR piridin menunjukkan lumpur yang telah diaktivasi dengan kalsinasi dapat meningkatkan sisi asam Lewis dan asam Brønsted. Aktivasi lumpur dengan AlCl_3 dapat meningkatkan sisi asam Lewis, sedangkan aktivasi dengan HCl dapat meningkatkan sisi asam Brønsted pada katalis. Uji katalisis menunjukkan bahwa lumpur teraktivasi AlCl_3 memberikan aktivitas yang optimum untuk menghasilkan produk *p*-HAP dengan konversi fenol sebesar 32,60%, *yield p*-HAP dan produk lain masing-masing sebesar 27,98% dan 4,62% serta selektivitas terhadap produk *p*-HAP dan produk lain masing-masing sebesar 85,8% dan 14,2%.

Kata kunci: *lapindo, aktivasi, asilasi, fenol, para-hidroksiasetofenon*

Lawalata, J., P., 2022, “Aktivasi dan Karakterisasi Lumpur Lapindo sebagai Katalis pada Reaksi Asilasi Fenol”, Skripsi, dibawah bimbingan Prof. Dr. Hartati, M.Si. dan Qurrota A’yuni, S.Si., M.Si. Program Studi S-1 Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRACT

The purpose of this study is to activate and characterize Lapindo Mud as a catalyst in the acylation of phenol reaction. Lapindo mud is activated by thermal activation and acid activation. Thermal activation was performed by calcination at 550°C, acid activation using AlCl_3 and HCl . The composition contained in the catalyst was characterized by XRF. The structure of the catalyst was characterized by XRD. Surface morphology and elements distribution with SEM-EDX. Measurement of surface area and porosity with N_2 gas adsorption-desorption method. Acidity of the catalyst by pyridine adsorption method and analyzed with FTIR. The catalysis test on phenol acylation reaction and analyzed with GC-MS.

XRF results show the main compositions of the Lapindo Mud catalyst are SiO_2 , Al_2O_3 , and Fe_2O_3 . XRD results show that the structure of all catalysts was crystalline, with most dominant structure is quartz (SiO_2). SEM-EDX results show the activated sludge catalyst has irregular shape and particle diameter between 3,667 - 4,392 nm with main elements are Silicon, Aluminum and Oxygen. Acid activation increased the specific surface area, but activation with calcination reduced the surface area of Lapindo mud. Activation with calcination and acid reduced the pore diameter. Activation with calcination and AlCl_3 reduced pore volume, but activation with HCl increased the pore volume of Lapindo mud. FTIR Pyridine results show that activated mud with calcination increased both Lewis and Brønsted acid sites. Activation with AlCl_3 increased the Lewis acid site and activation with HCl increased the Brønsted acid site of the catalyst. Catalysis test showed that activated AlCl_3 mud gave optimum activity to produce *p*-HAP with phenol conversion by 32.606%, *yield* of *p*-HAP and other products 27.986% and 4.62% respectively with selectivity towards *p*-HAP and other products by 85.8% and 14.2%, respectively.

Keywords: *lapindo, activation, acylation, phenol, para-hydroxyacetophenone*

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Jason Patrick Lawalata

NIM : 081811533080

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa tidak melakukan kegiatan plagiarasi dalam penelitian saya yang berjudul :

Aktivasi dan Karakterisasi Lumpur Lapindo sebagai Katalis pada Reaksi Asilasi Fenol

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiarasi, maka saya akan menerima sanksi yang telah ditetapkan.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 11 Juli 2022



Jason Patrick Lawalata

NIM. 081811533080

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	1
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Lumpur Lapindo.....	6
2.2 Aktivasi Lumpur Lapindo	7
2.3 Lumpur Lapindo sebagai Katalis	9
2.4 Katalis.....	10
2.4.1 Katalis Homogen.....	11
2.4.2 Katalis Heterogen.....	12
2.5 Keasaman Katalis.....	13
2.5.1 Asam Lewis.....	14
2.5.2 Asam Brønsted	14
2.6 Reaksi Asilasi.....	15
2.6.1 Reaksi Asilasi Senyawa Aromatik	15

2.6.2	Reaksi Asilasi Fenol dengan Asam Asetat.....	16
2.7	Katalisis pada Reaksi Asilasi Fenol	18
2.8	Karakterisasi Katalis.....	19
2.8.1	X-Ray Fluorescence (XRF).....	19
2.8.2	X-Ray Diffraction (XRD)	21
2.8.3	Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM – EDX)	24
2.8.4	Adsorpsi - Desorpsi Gas Nitrogen (N ₂).....	27
2.8.5	<i>Fourier Transform Infra – Red</i> (FTIR) Piridin	29
2.8.6	Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS).....	32
BAB III METODE PENELITIAN.....		34
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	34
3.2	Bahan dan Alat Penelitian	34
3.2.1	Bahan Penelitian.....	34
3.2.2	Alat penelitian	35
3.3	Diagram Alir	35
3.4	Prosedur Kerja.....	36
3.4.1	Preparasi dan Aktivasi Katalis Lumpur Lapindo	36
3.4.2	Karakterisasi Katalis	38
3.4.3	Uji Katalisis pada Reaksi Asilasi Fenol	41
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		44
4.1	Analisis Tahap Preparasi Lumpur Lapindo.....	44
4.2	Analisis Tahap Aktivasi Lumpur Lapindo	45
4.3	Karakterisasi Katalis.....	47
4.3.1	Penentuan Komposisi Katalis Lumpur Lapindo Teraktivasi dengan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	47
4.3.2	Analisis Karakteristik Struktur Katalis Lumpur Lapindo dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	49

4.3.3 Analisis Morfologi Permukaan dan Komposisi Katalis Lumpur Lapindo Teraktivasi dengan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX).....	51
4.3.4 Analisis Adsorpsi Desorpsi Gas Nitrogen (N ₂) Katalis	60
4.3.5 Analisis Keasaman Katalis dengan Fourier Transform Infra – Red (FTIR) Piridin.....	63
4.4 Uji Katalisis Reaksi Asilasi Fenol.....	65
4.4.1 Analisis Produk Hasil Reaksi Asilasi Fenol dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> (GC-MS).....	65
BAB V KESIMPULAN.....	71
5.1 Kesimpulan.....	71
5.2 Saran.....	72
DAFTAR PUSTAKA	73
LAMPIRAN	79

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Peta lokasi Lumpur Lapindo, Jawa Timur	6
2.2	Aktivitas Katalitik dari non-aktivasi Lumpur Lapindo, Lumpur Lapindo Teraktivasi, dan SiO ₂ komersial pada reaksi transesterifikasi dari FCO dan WCO	10
2.3	Mekanisme Reaksi Katalisis Homogen	12
2.4	Mekanisme Reaksi Katalisis Heterogen	13
2.5	Reaksi antara Benzena dan Asetil Klorida	16
2.6	Pembentukan o-HAP dan p-HAP dari Reaksi Asilasi Fenol dengan Asam Asetat	17
2.7	Jalur Reaksi Pembentukan Senyawa HAP dari Reaksi Asilasi Fenol dengan Asam Asetat	18
2.8	Skema Alat XRF	20
2.9	Diagram Skematik dari XRD	22
2.10	Difraktogram Lumpur Lapindo dengan Perbedaan Preparasi (a. Tanpa Preparasi; b. Perlakuan Kimia; c. Perlakuan Fisika)	23
2.11	Difraktogram sampel lumpur vulkanik kering dengan perlakuan pemanasan dan tanpa pemanasan. Keterangan k = kaolinit, g = gibsit, q = kuarsa, c = kristobalit, i = ilit, h = hematit, a = alumina (corundum)	24
2.12	Rangkaian alat Scanning Electron Microscope (SEM)	26
2.13	Hasil SEM: a) Lumpur Lapindo; b) Abu Terbang	27
2.14	Instrumen Surface Area Analyzer (SAA)	27
2.15	Tipe Isoterm Adsorpsi - Desorpsi Nitrogen	28
2.16	Isoterm Adsorpsi - Desorpsi (a) non-aktivasi Lumpur Lapindo, (b) Lumpur Lapindo Teraktivasi Termal, (c) SiO ₂ Komersial	29
2.17	Skema Alat FTIR	31
2.18	Interaksi Piridin dengan Permukaan Katalis	32
2.19	Contoh Spektra FTIR-Piridin	33
2.20	Skema Alat GC-MS	34
4.1	Katalis L-N	44
4.2	Hasil Katalis Teraktivasi a) Katalis L-550 b) Katalis L-AlCl ₃ c) Katalis L-HCl	45
4.3	Hasil Difraktogram Katalis Lumpur	50
4.4	Hasil Analisis Morfologi SEM a) L-N, b) L-550, c) L-AlCl ₃ , dan d) L-HCl pada perbesaran 1000x	52
4.5	Spektra EDX Point a) L-N, b) L-550, c) L-AlCl ₃ , dan d) L-HCl	53
4.6	Hasil Analisis EDX Line a) L-N, b) L-550, c) L-AlCl ₃ , dan d) L-HCl	55
4.7	Hasil analisa EDX Mapping L-N	57
4.8	Hasil analisa EDX Mapping L-550	58

4.9	Hasil analisa EDX Mapping L-AlCl ₃	59
4.10	Hasil analisa EDX mapping L-HCl	60
4.11	Kurva Isoterm BET a) L-N, b) L-550, c) L-AlCl ₃ , dan d) L-HCl	61
4.12	Kurva Distribusi Pori Katalis	61
4.13	Hasil Spektra FTIR Piridin Katalis Lumpur	63
4.14	Histogram Konversi Fenol	66
4.15	Selektivitas Katalis	67
4.16	Mekanisme Katalisis Katalis Sisi Asam Lewis	68
4.17	Mekanisme Katalisis Katalis Sisi Asam Brønsted	69

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
2.1	Komposisi Lumpur Lapindo	7
2.2	Hasil Analisis XRF Lumpur Lapindo	21
2.3	Hasil EDX Lumpur Lapindo	36
4.1	Hasil Analisis XRF Katalis Lumpur	48
4.2	Derajat Kristalinitas Katalis Lumpur	51
4.3	Hasil Analisis EDX Point	54
4.4	Hasil Analisis BET Katalis Lumpur	62
4.5	Tingkat Keasaman Katalis Lumpur	64

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul Lanpiran
1	Pembuatan Reagen
2	Perhitungan Tingkat Keasaman
3	Perhitungan Derajat Kristalinitas
4	Perhitungan Aktivitas dan Selektivitas
5	Kurva Standar
6	Kromatogram GS-MS Standar
7	Hasil Karakterisasi XRF
8	Hasil Karakterisasi XRD
9	Hasil Karakterisasi SEM
10	Hasil Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N ₂
11	Kromatogram GC-MS Sampel